

Исследование структуры и свойств

Физические методы исследования и контроля

УДК 539.26:669.245

УСТАНОВКА ПРДУ «КРОС» ДЛЯ ЭКСПРЕССНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ОРИЕНТАЦИИ КУБИЧЕСКИХ МОНОКРИСТАЛЛОВ ПО ОБРАТНЫМ ЛАУЭГРАММАМ

© Н. Н. Потрахов¹, С. Г. Хаютин², В. А. Лифшиц³, Р. Осес³

Статья поступила 22 апреля 2014 г.

Для измерения разориентации фрагментов в монокристалльных турбинных лопатках уже несколько десятилетий разрабатываются приборы для съёмки по методу Лауэ.

Описана передвижная рентгеновская установка ПРДУ «КРОС» с симметричной схемой обратной съёмки по Лауэ для экспрессного контроля ориентации кубических кристаллов, обеспечивающая полное определение параметров ориентации. Установка выполняет распознавание рефлексов на обратной лауэграмме, измерение их координат, преобразует данные обратной лауэграммы в стереограмму. Начальное совмещение экспериментальной стереограммы с фрагментом теоретической, как правило, выполняется в интерактивном режиме. Точное совмещение стереоузоров автоматизировано, что улучшает воспроизводимость результатов. Для расчета матрицы ориентации используются все рефлексы, найденные на дифракционной картине. Разориентация выдается в форме единственного угла поворота дифракционной решетки и соотношения индексов HKL оси этого поворота.

Установка ПРДУ «КРОС» используется в авиационной промышленности Российской Федерации на протяжении более четырех лет.

Ключевые слова: авиадвигатель; турбинные лопатки; монокристалл; ориентация; разориентация субзерен; контроль; лауэграмма; рентгеновская установка.

Достижение высокой эффективности современного авиационного двигателя, в том числе повышение его рабочей температуры и ресурса, диктует необходимость создания монокристалльных лопаток турбины высокого давления, в которых исключается разрушение по границам зерен. Это предъявляет специфические требования к кристаллографической ориентации лопаток и разориентации их субструктуры, что в свою очередь требует адекватной методики контроля ориентации, а также методики выявления субзерен и определения величины их разориентации [1 – 3]. В результате должен проводиться массовый контроль монокристалльных заготовок-стержней, заправочных пластин, стартовых конусов и отдельных участков поверхности отливок, где металлографически выявлены субзерна.

В общем случае контролируют отклонение ориентации кристалла и монокристалльность — отсутствие кристаллитов (субзерен), разориентированных относительно основного кристалла сверх заданного предела. Образцы малого размера с плоским шлифом (например, заправочные пластины) могут исследоваться на дифрактометрах общего назначения. Но использование таких дифрактометров для съёмки больших образцов или контроля поверхности отливок вызывает затруднения. Кроме того, дифрактометрия в характеристическом излучении — достаточно длительная процедура, которая требует значительных перемещений образца, и малоприспособна для массового применения. В этих случаях предпочтительна съёмка по методу Лауэ с применением цифровых детекторов рентгеновского излучения и компьютерной обработки результатов [4].

Известен ряд зарубежных дифрактометров, в которых для контроля ориентации монокристалльных турбинных лопаток реализован метод Лауэ. Это специализированные дифрактометры Scorpio (Велико-

¹ Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет им. В. И. Ульянова, С.-Петербург, Россия; e-mail: info@eltech-med.ru

² ФГУП «ММПП «Салют», Москва, Россия.

³ ЗАО «ЭЛТЕХ-Мед», С.-Петербург, Россия.

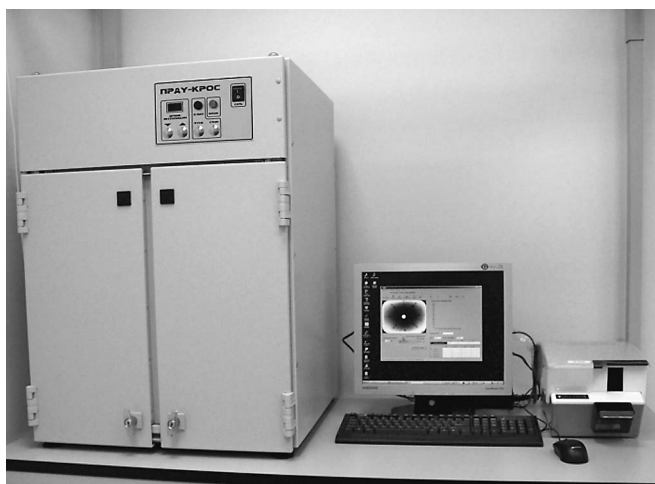


Рис. 1. Передвижная рентгенодифракционная установка ПРДУ «КРОС»

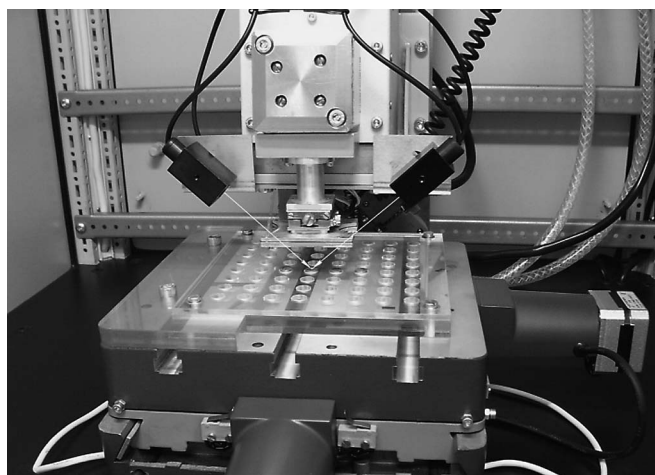


Рис. 3. Двухкоординатный стол образцов с управлением от ПК

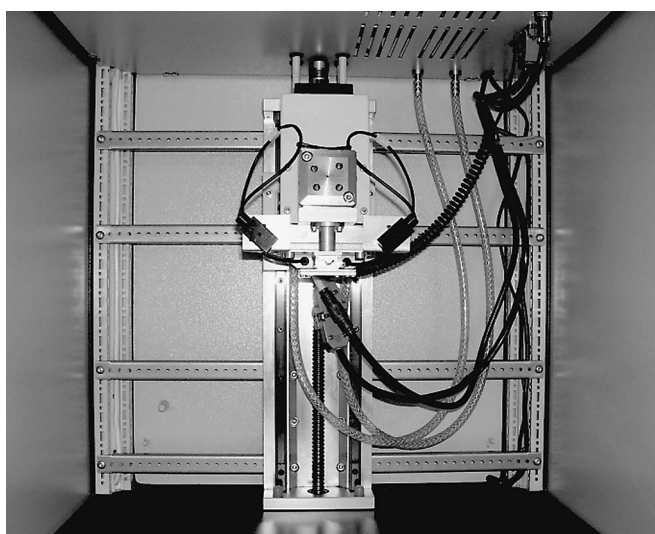


Рис. 2. Моноблок излучатель-детектор с механизмом вертикального перемещения

британия) [5], XRD 3003 Galaxy (Германия) [6], MWL-120 (США) [7]. Оператор управляет точными поворотами исследуемого объекта относительно осей, проходящих через точку съемки, наблюдая в режиме реального времени за изменениями лауэграммы и выводя в поле зрения легко распознаваемый узор, например, область выхода кристаллографической оси 4-го или 3-го порядка. Такие дифрактометры содержат значительный объем «точной» механики, имеют большие массогабаритные параметры и высокую стоимость.

В отличие от указанных стационарных дифрактометров на отечественной передвижной установке ПРДУ «КРОС», также предназначенной для реализации метода Лауэ, объект съемки неподвижен, а ориентация кристаллографических осей определяется программными средствами, как правило, в диалоге с оператором.

С помощью установки могут контролироваться кристаллы с кубической решеткой (ГЦК, ОЦК и «алмазной»). Телесный угол, в котором лежат регистрируемые нормали к отражающим плоскостям кристалла, примерно соответствует единичному треугольнику $\langle 100 - 110 - 111 \rangle$ кубической системы. Содержащаяся в одной обратной лауэграмме («эпиграмме») информация достаточна для определения пространственного положения всех кристаллографических осей при любой ориентации кубического кристалла.

Установка включает в себя рентгенозащитную камеру, источник рентгеновского излучения в составе моноблока и пульта управления, двухкоординатный (XY) стол образцов, механизм автоматизированного вертикального перемещения моноблока, устройство для оцифровки лауэграмм в составе детектора — экрана с фотостимулируемым люминофором (ФСЛ) и лазерного считывателя дифракционной картины с ФСЛ-экрана, персональный компьютер со специализированным программным обеспечением. Общий вид установки показан на рис. 1. Моноблок источника излучения, механизм вертикального перемещения моноблока и координатный стол образцов (рис. 2, 3) расположены в рентгенозащитной камере. Моноблок, выполненный на основе рентгеновской трубки БСВ-33, несет на себе держатель ФСЛ-экрана форматом 30×40 мм с центральным отверстием для коллиматора. Для задания режимов работы рентгеновской трубки и их индикации используется микропроцессорный пульт управления.

Участок съемки выбирается путем совмещения центра участка с точкой пересечения двух сфокусированных пучков светового излучения от миниатюрных лазеров. Это достигается поступательными перемещениями объекта контроля в горизонтальной плоскости и вертикальным перемещением моноблока. Время экспозиции составляет несколько десятков секунд. Обработка лауэграммы и определение кристаллографической ориентации (КГО) монокристалла прово-

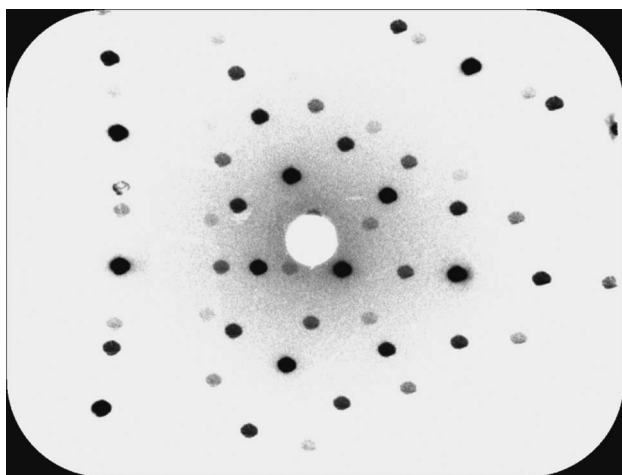


Рис. 4. Обратная лауэграмма ОЦК-монокристалла, снятая на ПРДУ «КРОС»

дятся с помощью зарегистрированной компьютерной программы «КГО-анализ» [8].

Перпендикулярность оси первичного пучка к плоскости координатного стола и правильность измерения азимутальной ориентации проверяются с помощью контрольного образца (КО) — кубического монокристалла в держателе с плоским прямоугольным основанием. Ориентация монокристалла относительно основания держателя такова, что при размещении КО на координатном столе кристаллографические оси $\langle 100 \rangle$ с высокой точностью совпадают с осями приборной системы координат XYZ . Отклонение оси пучка от нормали к плоскости стола вносит систематическую погрешность в результаты измерений. Съёмки КО позволяют уменьшить эту погрешность до величины, не превышающей $0,2^\circ$.

Разработанное программное обеспечение позволяет автоматически находить рефлексы на обратной лауэграмме (рис. 4), определять их координаты и преобразовывать обратную лауэграмму в стереограмму. Программа осуществляет моделирование поворотов полярного комплекса кубического кристалла вокруг трех координатных осей. В исходном положении оси $\langle 100 \rangle$ полярного комплекса совпадают с осями XYZ , а соответствующая стереограмма — со стандартной сеткой $\langle 100 \rangle$. Повороты полярного комплекса в режиме реального времени сопровождаются обновлением модельных стереограмм, которые в рабочем окне программы накладываются на экспериментальную стереограмму. Начальное грубое совмещение фрагмента модельной стереограммы с экспериментальной проводится оператором.

Поиск параметров оптимального совмещения стереоузоров выполняется с использованием симплекс-метода. При каждом итерационном шаге на трех уровнях варьируются четыре параметра: три угла поворота вокруг осей XYZ и расстояние от образца до плоскости детектора. Процесс продолжается до нахождения минимальной средней ошибки совмещения,

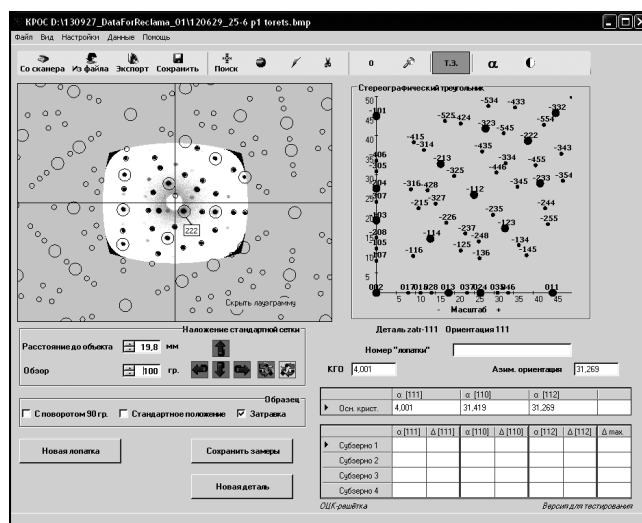


Рис. 5. Рабочее окно программы «КГО-анализ»

характеризующей всю совокупность пар узлов. Финишное автоматическое совмещение стереоузоров симплекс-методом совершается с воспроизводимостью около $0,1^\circ$.

Практика показывает, что при работе с образцами из жаропрочных сплавов никеля совмещение 15 – 20 пар узлов сопровождается средней ошибкой $0,2 - 0,3^\circ$. По-видимому, это характеризует точность определения координат рефлексов на лауэграммах образцов данного типа. При съёмках совершенных кристаллов (алмаза, германия, кремния) средняя ошибка совмещения пар узлов приближается к $0,1^\circ$.

Программа отслеживает повороты локальной системы координат полярного комплекса, выполняемые оператором (или самой программой) в процессе совмещения стереоузоров. Поскольку симметрия решетки приводит к появлению «лишних» решений, процедура определения ориентации завершается анализом найденных кристаллографически эквивалентных решений: выбирается то, которое соответствует наименьшему повороту при переходе от осей XYZ к осям $\langle 100 \rangle$ кристалла.

На рис. 5 показано рабочее окно программы «КГО-анализ». Видно, что все узлы экспериментальной стереограммы «встроены» в стереоузор полярного комплекса кубического кристалла, что позволяет определить HKL -индексы каждого рефлекса.

В правой части рабочего окна — два смежных единичных треугольника кубической решетки. Симметрия кубической решетки такова, что центр экспериментальной стереограммы обязательно должен лежать в пределах этой пары треугольников, а модельная стереограмма может быть повернута относительно центра на угол от 0 до 360° . Для лауэграмм высокого качества программа предоставляет возможность запуска автоматической процедуры поиска стереоузора, соответствующего экспериментальному, и измерения ориентации. Указанная пара треугольников явля-

ется областью, в которой организовано сплошное сканирование.

И для основного кристалла, и для каждого из субзерен программа находит ориентацию в форме матрицы направляющих косинусов трех взаимно перпендикулярных кристаллографических осей в приборной системе координат. Часть информации из этих матриц предъявляется оператору в рабочем окне программы в качестве контролируемых параметров (отклонение заданной оси от нормали к плоскости шлифа, азимутальная ориентация, углы между одноименными осями $\langle 100 \rangle$ основного кристалла и каждого из субзерен). Предусмотрена возможность сохранения полного отчета — файла с матрицами ориентации. Для каждого из субзерен выполняется (по отношению к «основному» кристаллу) разориентация. Последняя понимается как угол поворота субзерна вокруг общей с «основным» кристаллом оси до совпадения одноименных рефлексов [9].

В конструкции ПРДУ «КРОС» заложена симметричная геометрическая схема обратной съемки, что сводит к минимуму число подлежащих определению параметров ориентации. Автоматизация совмещения стереоузоров позволяет исключить «человеческий» фактор и повысить сходимость измерений. Правильность результатов обеспечивается тем, что для определения ориентации используется вся совокупность зарегистрированных рефлексов лауэграммы.

В настоящее время установки ПРДУ «КРОС» более трех лет эксплуатируются на нескольких моторостроительных заводах России для автоматизированного контроля качества монокристалльных лопаток, выращиваемых способом направленной ориентации из никелевых жаропрочных сплавов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Higginbotham G. J. S. From research to cost-effective directional solidification and single-crystal production — an integrated approach / Mater. Sci. Technol. 1986. Vol. 2. P. 442 – 460.
2. Каблов Е. Н., Толорайя В. Н., Остроухова Г. А. и др. Исследование ростовых дефектов на полосчатость в монокристалльных отливках из безуглеродистых жаропрочных сплавов / Двигатель. 2010. № 6(72). С. 14 – 16.
3. Сидохин Ф. А., Сидохин А. Ф., Сидохин Е. Ф. Об определении кристаллографической ориентации монокристаллов методом Лауэ / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2009. Т. 75. № 1. С. 35 – 37.
4. Сидохин Е. Ф., Сидохин Ф. А., Хаютин С. Г. О субструктуре монокристаллических лопаток ГТД / Авиационная промышленность. 2009. № 1. С. 34 – 36.
5. Jones A. T., Baxter C. The Rolls Royce ‘Scorpio’ system / Meas. Sci. Technol. 1995. N 6. P. 131 – 133.
6. Каталог продукции General Electric Company [Электронный ресурс]. URL: <http://www.ge-mcs.com>
7. US Patent 7822177. Bilderback D. H. Back-reflection X-ray crystallography method and system. 2010. Multiwire Laboratories, Ltd.
8. Осес Р., Лифшиц В. А., Потрахов Е. Н. и др. Программа расшифровки обратных лауэграмм ГЦК-монокристаллов для определения кристаллографической ориентации образцов (КГО-анализ) / Свид. о гос. регистрации программы для ЭВМ № 2011614448, 2011.
9. Хаютин С. Г. О разориентации зерен при направленной кристаллизации / МиТОМ. 2007. № 6. С. 42 – 43.

REFERENCES

1. Higginbotham G. J. S. From research to cost-effective directional solidification and single-crystal production — an integrated approach / Mater. Sci. Technol. 1986. Vol. 2. P. 442 – 460.
2. Kablov E. N., Toloraya V. N., Ostroukhova G. A., et al. Issledovanie rostovkh defektov na poloschatost' v monokristal'nykh otklikov iz bezuglerodistykh zharoprochnykh splovov [The investigation of growth defects on the banding in the single-crystal castings from nickel-base carbon-free superalloys] / Dvigatel'. 2010. N 6(72). P. 14 – 16 [in Russian].
3. Sidokhin F. A., Sidokhin A. F., Sidokhin E. F. Ob opredelenii kristallograficheskoy opientatsii monokristalov metodom Laué [Determination of the crystallographic orientation of monocrystals by Laue method] / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2009. Vol. 75. N 1. P. 35 - 37 [in Russian].
4. Sidokhin E. F., Sidokhin F. A., Khayutin S. G. O substrukture monokristallicheskih lopatok GPD [About substructure of single crystal blades of GTE] / Aviats. Promyschl. 2009. N 1. P. 34 – 36 [in Russian].
5. Jones A. T., Baxter C. The Rolls Royce ‘Scorpio’ system / Meas. Sci. Technol. 1995. N 6. P. 131 – 133.
6. General Electric Company Product Catalog [Electronic resource]. — Access: <http://www.ge-mcs.com>
7. US Patent 7822177. Bilderback D. H. Back-reflection X-ray crystallography method and system. 2010. Multiwire Laboratories, Ltd.
8. Hoses R., Lifshits V. A., Potrakhov E. N., Potrakhov N. N. Programma rasshifrovki obratnykh lauégramm GTsK-monokristallov dlya opredeleniya kristallograficheskoi orientatsii obraztsov (KGO-analiz) [Program for decryption of reverse Laue patterns of FCC single crystals to determine the crystallographic orientation of the samples (CGO-analysis)] / Certificate on the state registration of the computer program N 2011614448, 2011 [in Russian].
9. Khayutin S. G. O razorientatsii zeren pri napravlennoy kristallizatsii [About disorientation of grains during directional solidification] / MiTOM. 2007. N 6. P. 42 – 43 [in Russian].