

DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2022-88-11-32-40>

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЪЕМНОЙ ДОЛИ МИКРОПОРИСТОСТИ В МОНОКРИСТАЛЛАХ НИКЕЛЕВЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ СПЛАВОВ

© Александр Игоревич Епишин\*, Михаил Иванович Алымов

Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения имени А. Г. Мержанова РАН, Россия, 142432, Московская обл., г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 8; \*e-mail: a.epishin2021@gmail.com

*Статья поступила 29 июня 2022 г. Поступила после доработки 4 июля 2022 г.  
Принята к публикации 20 сентября 2022 г.*

Микропористость — опасный дефект, наблюдающийся в монокристаллических газотурбинных лопатках, отливаемых из жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС). Объемная доля пористости в монокристаллических сплавах не превышает нескольких десятых долей процента, однако она многократно сокращает долговечность материала лопатки газовых турбин в условиях усталостного нагружения. В работе представлены результаты определения объемной доли пористости в монокристаллических ЖНС. В качестве тест-объекта использовали монокристаллы ЖНС CMSX-4, полученные по технологии, применяемой в промышленности для изготовления монокристаллических лопаток. Установлено, что применяемые для определения методы, за исключением оптической микроскопии, имеют точность, достаточную для измерения объемной доли микропористости величиной около 0,2 % об. Наибольшую точность со статистической ошибкой  $\pm 0,01$  % об. показал метод Архимеда с использованием в качестве жидкости дистиллированной воды. Метод позволяет измерять небольшие (до нескольких сотых долей процента объема) увеличения пористости в процессе высокотемпературной ползучести. Полученные результаты могут быть использованы при прецизионном определении пористости в монокристаллических ЖНС до и после эксплуатации. Кроме того, процесс высокотемпературной ползучести можно моделировать, применяя корреляционное соотношение между повышением пористости монокристаллического материала и накопленной деформацией ползучести.

**Ключевые слова:** никелевые жаропрочные сплавы; монокристаллы; пористость; электронная микроскопия; рентгеновская томография.

## DETERMINATION OF THE VOLUME FRACTION OF THE MICROPOROSITY IN NICKEL-BASED SUPERALLOY SINGLE CRYSTALS

© Alexander I. Epishin\*, Mikhail I. Alymov

Merzhanov Institute of Structural Macrokinetics and Materials Science, RAS, 8, ul. Akademika Osipyana, Chernogolovka, Moscow obl., 142432, Russia; \*e-mail: a.epishin2021@gmail.com

*Received June 29, 2022. Revised July 4, 2022. Accepted September 20, 2022.*

Microporosity is a dangerous defect of single crystal gas turbine blades cast from nickel-based superalloys (NBS). The volume fraction of the porosity in single crystal alloys does not exceed a few tenths of a percent, however, it can result in manifold shortening of the lifetime of the blade material under fatigue loading. We present the results of determining the volume fraction of the porosity in single crystal NBS. Single crystals of NBS CMSX-4 obtained according to the industrial technology of manufacturing the single crystal blades of gas turbines were used as a test object. It is found that the applied methods, with the exception of optical microscopy, have an accuracy sufficient for measuring the volume fraction of the microporosity of about 0.2 %vol. The highest accuracy with a statistical error of about  $\pm 0.01$  %vol. was attained using the Archimedes method using distilled water as a liquid. The method provides the determination of small (up to a few hundredths of a percent by volume) increase of the porosity during high-temperature creep. The results obtained can be used for precise determination of the porosity in NBS single crystals before and after service. Moreover, the process of high-temperature creep can be modeled using a correlation relationship between an increase in the porosity of single crystal material and the accumulated creep strain.

**Keywords:** nickel-based superalloys; single crystals; porosity; electron microscopy; X-ray tomography.

## Введение

Лопатки турбины высокого давления — важнейшие компоненты горячего тракта авиационных газотурбинных двигателей (ГТД) — работают в тяжелых эксплуатационных условиях, включающих различного рода термомеханические нагрузки и коррозионное воздействие при температурах до 1150 °С. Поэтому турбинные лопатки можно отнести к наиболее критичным деталям ГТД, работоспособность которых определяет эффективность двигателей, их надежность и, в конечном счете, безопасность авиационных полетов.

Для повышения конструкционной прочности турбинные лопатки направленно кристаллизуют из жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) в виде «технических монокристаллов» [1–3], в которых отсутствуют большеугловые границы зерен, по которым происходит окисление и межкристаллитное разрушение. В промышленных условиях кристаллизация монокристаллических лопаток происходит путем дендритного роста, при котором в межосных пространствах образуются кристаллизационные *S*-поры (solidification-pores) размером до нескольких десятков микрон. Объемная доля и размер *S*-пор определяют химическим составом сплава и условиями направленной кристаллизации [4–6]. При последующей высокотемпературной гомогенизации и растворении неравновесных эвтектических выделений  $\gamma'$ -фазы возникают более мелкие гомогенизационные *H*-поры (homogenization-pores) размером 5–10 мкм [7, 8]. В условиях высокотемпературного нагружения происходит деформация ползучести ЖНС, вследствие чего в них образуются еще более мелкие деформационные *D*-поры (deformation-pores) кристаллографической формы размером в несколько микрон [9–11].

Отметим, что объемная доля пористости в монокристаллических ЖНС не превышает нескольких десятых долей процента. Однако пористость многократно сокращает долговечность монокристаллических ЖНС в условиях усталостного нагружения в интервале температур 20–750 °С [12, 13].

Один из основных параметров, характеризующих микропористость монокристаллических ЖНС, — ее объемная доля  $f_p = V_p/V \cdot 100\%$  ( $V_p$  — объем пор в образце материала объемом  $V$ ). Она определяет дефектность структуры монокристаллического материала и степень его повреждения в процессе эксплуатации. Вместе с тем точное измерение объемной доли микропор в монокристаллических ЖНС — методически одна из наиболее сложных задач количественного анализа структуры материалов, поскольку величина  $f_p$

мала (не превышает нескольких десятых долей процента), а микропоры значительно разнятся по размеру (от нескольких микрон до нескольких десятков микрон).

Особенно проблематично определение объемной доли *D*-пор микронного размера после деформации ползучести в условиях длительного высокотемпературного нагружения. Помимо практического значения (оценка степени повреждения), кинетика накопления *D*-пор — индикатор действующего механизма ползучести [10, 14, 15]. Рост пористости в процессе дислокационной ползучести свидетельствует о переползании краевых дислокаций, поэтому по корреляции накопления деформации ползучести и пористости можно судить о дислокационных процессах, протекающих при деформации [10].

Цель работы — определение объемной доли пористости в монокристаллах ЖНС.

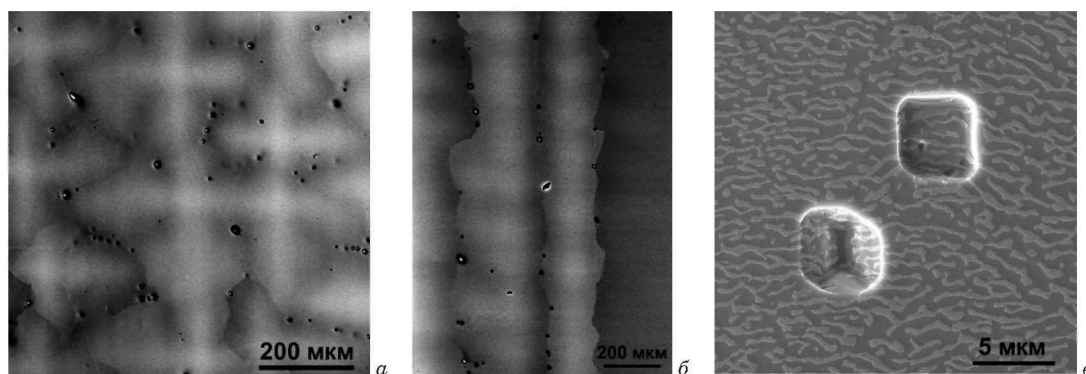
## Материалы, методика, оборудование

Исследовали монокристаллы ЖНС CMSX-4 (США), широко используемого для литья монокристаллических лопаток авиационных ГТД и энергетических газовых турбин [20]. Сплав содержит 1 % масс. рения и поэтому относится ко второму поколению монокристаллических ЖНС.

Цилиндрические монокристаллы сплава (диаметр — 18,5, длина — 175 мм) были направленно закристаллизованы по методу Бриджмена в кристаллографическом направлении [001]. После кристаллизации монокристаллы имели дендритную структуру (расстояние между дендритными осями первого порядка  $\lambda_1 \approx 360$  мкм, площадь дендритной ячейки — около 0,13 мм<sup>2</sup>). Термическая обработка сплавов включала многоступенчатую 16-часовую высокотемпературную гомогенизацию в интервале 1276–1324 °С, закалку в струе аргона и двухступенчатое старение (1140 и 871 °С, 6 и 20 ч соответственно).

Для выявления дефектов кристаллической структуры монокристаллические образцы травили в соляной кислоте с добавлением небольшого количества перекиси водорода. Визуальный осмотр протравленной поверхности показал наличие значительно разориентированных субзерен в некоторых образцах, которые в дальнейшем были исключены. Монокристаллы исследовали как в исходном недеформированном состоянии, так и после испытаний на ползучесть при температурах 1050–1100 °С.

В монокристаллах ЖНС поры сконцентрированы в межосных пространствах, ориентированных вдоль направления дендритного роста [001]. Вследствие такого пространственного расположения пор на продольных сечениях монокристаллов наблюдаются либо обширные области межосных пространств, где пор значительно



**Рис. 1.** СЭМ-изображения пористости в монокристаллах сплава CMSX-4: *a, б* — поперечное (001) и продольное (100) сечения недеформированного монокристалла; *в* — продольное (100) сечение монокристалла после ползучести при 1100 °С

**Fig. 1.** SEM images of the porosity in single crystals of CMSX-4 alloy: *a, b* — transverse (001) and longitudinal (100) sections of an undeformed single crystal; *c* — longitudinal (100) section of a single crystal after creep at 1100 °C

больше, чем в среднем по объему, либо вытянутые сечения дендритных осей, где поры почти отсутствуют. Такое неравномерное распределение пор в продольном сечении затрудняет определение среднего значения пористости. Поэтому пористость следует исследовать в поперечном сечении (001), которое периодически пересекает множество дендритных осей и межосных пространств.

Объемную долю микропористости в монокристаллах ЖНС сплава CMSX-4 определяли методами оптической и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), измерения плотности материала в жидкостях и инертном газе, а также методом высокоразрешающей синхротронной рентгеновской томографии [11, 16 – 19]. Образцы для количественной металлографии вырезали в виде дисков (диаметр — 18, толщина — 4 мм) вдоль плоскости, перпендикулярной оси монокристалла [001]. Диски заделывали в пластмассу, а затем шлифовали с помощью шлифовальных бумаг и полировали на алмазных пастах. Последний этап полировки осуществляли на алмазной пасте с абразивом размером 1 мкм с тем, чтобы не закрыть поры полируемым материалом.

Оптическую металлографию проводили на микроскопе Neophot (Carl Zeiss). С каждого образца записывали 28 изображений (разрешение — 1295 × 1026 пикселей) общей площадью 25,52 мм<sup>2</sup>, что приблизительно в 200 раз больше размера дендритной ячейки монокристалла. Изображения обрабатывали с применением программного обеспечения (a4i, Olympus).

Заметим, что пористость исследовали в сечениях образцов, т.е. фактически измеряли поверхностную долю пор. Поскольку исследовали сечения большой площади, пересекающие множество дендритных ячеек, то в данном случае измерен-

ная поверхностная доля пор соответствовала их объемной доле.

Для СЭМ использовали микроскоп FEG-SEM GEMINI 1530 VP (LEO). С каждого образца записывали 162 изображения (разрешение — 1024 × 768 пикселей) (по два с каждого анализируемого поля (одно в режиме обратно отраженных электронов, другое в режиме вторичных электронов)). Общая площадь анализируемой поверхности составляла 11,3 мм<sup>2</sup>, что соответствует примерно суммарной площади 90 дендритных ячеек. Одновременная визуализация каждой анализируемой области поверхности образца в режимах обратно отраженных электронов (ООЭ) и вторичных электронов (ВЭ) необходима для того, чтобы отличить поры от других объектов. Определения проводили с использованием более контрастного ООЭ-изображения. ВЭ-изображения использовали для визуальной идентификации пор.

ООЭ-изображения анализировали с помощью программы ImageJ. Из-за присутствия артефактов — объектов, отличных от пор, — полностью автоматическая обработка ООЭ-изображений была невозможной. Поэтому после бинаризации каждое изображение впоследствии корректировалось вручную для исключения артефактов.

СЭМ-изображения пор в монокристаллах сплава CMSX-4 показаны на рис. 1. ООЭ-контраст изображений выявляет дендритные оси (более светлые) и микропоры, расположенные в межосных пространствах. Видно, что поры, образовавшиеся в процессе ползучести при 1100 °С, имеют явную кристаллографическую огранку. Поэтому такие поры называют «негативными кристаллами» [22].

Измерение плотности материала  $\rho$  позволяет определить его пористость, если известна плотность эталона  $\rho_0$ , в котором поры отсутствуют.

В этом случае объемную долю пор можно вычислить по формуле

$$f_p = (\rho_0 - \rho) / \rho_0 \cdot 100 \%. \quad (1)$$

В качестве эталона использовали монокристалл сплава CMSX-4, подвергнутый горячему изостатическому прессованию по режиму, применяемому к монокристаллическим лопаткам из этого сплава в промышленности (1288 °С, 103 МПа, 4 ч). Металлографический анализ монокристалла методом СЭМ и исследование методом высокоразрешающей синхротронной рентгеновской томографии показали практически полное отсутствие пористости.

Один из факторов, влияющий на точность измерения плотности методом Архимеда, — отношение  $A/V$  ( $A$ ,  $V$  — площадь поверхности и объем образца). Чем меньше это отношение, тем меньше поверхностные эффекты на границе раздела образец — жидкость и, следовательно, выше точность определения плотности.

Для измерения плотности методом Архимеда из недеформированных монокристаллов и монокристаллических образцов, деформированных в процессе высокотемпературной ползучести, изготавливали цилиндрические образцы (диаметр — 18 и 12, длина — 80 и 45 мм, масса — 177 и 41 г соответственно). Чтобы избежать во время измерений в жидкости прилипания пузырьков воздуха к поверхности образца, его кромки закругляли (радиус — 2 мм), а поверхность тщательно полировали. Окончательную полировку проводили алмазной пастой с абразивом размером 6 мкм.

Плотность измеряли с использованием прецизионных весов Sartorius (точность — 0,1 мг). Цилиндрический образец подвешивали на петлях из тонкой проволоки (диаметр — 0,1 мм), закрепленных на рамке, установленной на измерительной платформе весов. Образец сначала взвешивали в воздухе, а затем — в жидкости, для чего с помощью подъемного устройства ванночку с жидкостью поднимали вверх до полного погружения образца в жидкость. Схема измерения пористости методом Архимеда приведена на рис. 2.

Проведенные предварительные испытания показали, что электростатические силы вносят значительную ошибку в результаты измерений. Поэтому использовали заземление, а также перед каждым измерением снимали статическое электричество с подвешенного образца.

Объем образца рассчитывали по формуле

$$V = \frac{M_A - M_L}{\rho_L(T) - \rho_A(T)}, \quad (2)$$

где  $M_A$ ,  $M_L$  — массы образца в воздухе и в жидкости;  $\rho_L(T)$ ,  $\rho_A(T)$  — плотности жидкости и воздуха при температуре измерения  $T$ .

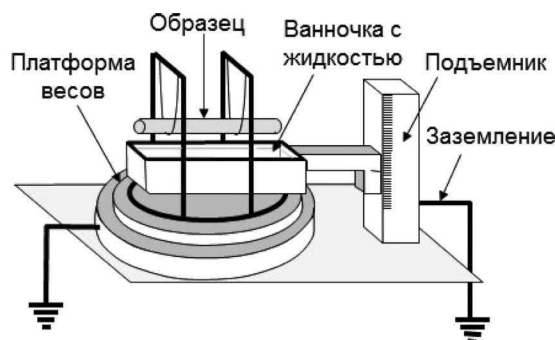


Рис. 2. Схема измерения пористости методом Архимеда

Fig. 2. The scheme of measuring the porosity by the Archimedes method

Температуры воздуха и жидкости фиксировали датчиком, наклеенным на ванночку с жидкостью.

Для расчета плотности образца использовали формулу

$$\rho_A = M_A / V. \quad (3)$$

При определении плотности в качестве жидкостей применяли додекан  $C_{12}H_{26}$  ( $\rho_D = 0,7489$  г/см<sup>3</sup> при 20 °С) и дистиллированную воду ( $\rho_W = 0,9982$  г/см<sup>3</sup> при 20 °С). Додекан выбрали, так как по плотности он близок к воде, но имеет более низкое (в три раза) поверхностное натяжение  $\gamma_D$  ( $\gamma_D = 24,69 \cdot 10^{-3}$  при 25 °С) [23 – 25]. Это обеспечивает лучшее смачивание поверхности исследуемого образца. Для снижения поверхностного натяжения в воду добавляли каплю жидкого мыла. Во время испытаний температуру воздуха и воды поддерживали в пределах 22 – 23 °С.

При вычислении по формуле (2) плотность воздуха линейно аппроксимировали в интервале 19 – 25 °С, используя численные данные для  $\rho_A(T)$  из ГОСТ Р 8.682–2009:

$$\rho_A(T) = 1,285 \cdot 10^{-3} - 4 \cdot 10^{-6}T. \quad (4)$$

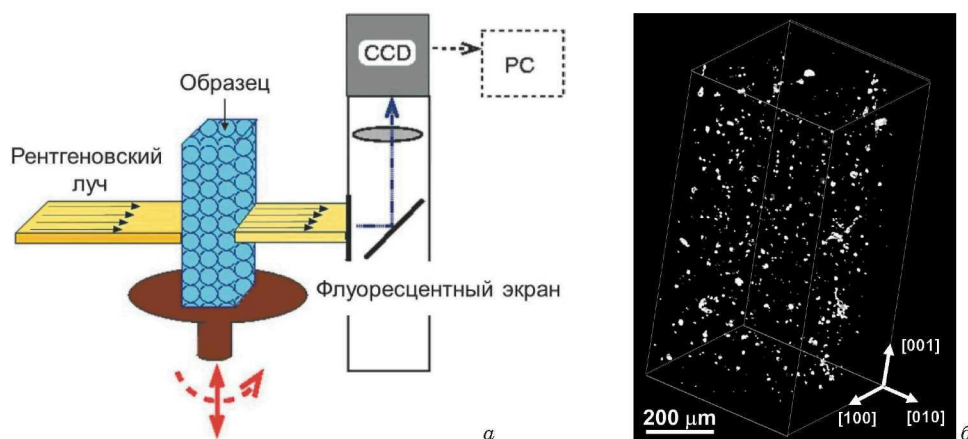
Плотность воды в том же интервале температур аппроксимировали квадратичной зависимостью [26]:

$$\rho_W(T) = 1,003 - 4,3700 \cdot 10^{-6}T - 5,0571 \cdot 10^{-6}T^2. \quad (5)$$

Плотность додекана в интервале 20 – 40 °С аппроксимировали линейно [23, 27]:

$$\rho_D(T) = 0,76322 - 7,18297 \cdot 10^{-4}T. \quad (6)$$

Плотность методом газовой пикнометрии определяли до исследования методом оптической микроскопии. В обоих испытаниях использовали одни и те же образцы — диски диаметром ~18,5



**Рис. 3.** Схема измерения пористости методом синхротронной рентгеновской томографии (а), трехмерное изображение пор в монокристалле сплава CMSX-4 (б)

**Fig. 3.** The scheme of measuring the porosity by synchrotron X-ray tomography (a), three-dimensional image of pores in CMSX-4 single crystal (b)

и толщиной  $\sim 4$  мм, массой 9 – 10 г. Точный объем образцов измеряли в пикнометре AccuPyc1330 V. 1.03 (Micromeritics) в атмосфере гелия чистотой 99,996 %. Объем измерительного цилиндра пикнометра составлял  $11 \text{ см}^3$ . Определение объема каждого образца повторяли 20 – 60 раз до тех пор, пока отклонение от среднего значения предыдущих измерений не превышало 0,05 %.

Для определения массы образцов использовали те же прецизионные весы, что и при измерении методом Архимеда. Плотность образца рассчитывали по формуле (3).

Пористость монокристаллов сплава CMSX-4 исследовали в Европейском центре синхротронного излучения (Гренобль) на томографической линии рентгеновского излучения ID19. Из монокристаллов вырезали игольчатые образцы с осевой ориентацией [001] (размер поперечного сечения — 0,5 – 1 мм). Плотность сплава CMSX-4 составляла около  $8,7 \text{ г/см}^3$ , поэтому для достижения высокого пространственного разрешения ( $\sim 1$  мкм) использовали такие тонкие образцы.

Образцы вертикально устанавливали на вращающемся вокруг вертикальной оси столе и просвечивали рентгеновским излучением энергией 50 и 70 кэВ (рис. 3). Образцы пошагово вращали на  $360^\circ$  с короткими микросекундными остановками для регистрации рентгенограмм специальной камерой (разрешение —  $2048 \times 2048$  пикселей). С помощью записанных рентгенограмм (проекций) реконструировали томограммы пористости с объемом вокселя  $\sim 0,35 \text{ мкм}^3$ . Томограммы анализировали с помощью программ MAVI, ITWM Fraunhofer и VGStudioMax, Volume Graphics.

Методом синхротронной рентгеновской томографии исследовали аналогичные монокристаллы того же сплава, произведенные компанией

DPC Bochum (ФРГ). В отличие от монокристаллов, поставленных Howmet Alcoa (США), немецкие монокристаллы имели более дисперсную дендритную структуру (расстояние между дендритными осями первого порядка  $\lambda_1 \approx 280 \text{ мкм}$ ). Различие в величинах  $\lambda_1$  свидетельствует, что температурный градиент на фронте кристаллизации был выше при направленной кристаллизации немецких монокристаллов по сравнению с американскими [6, 21].

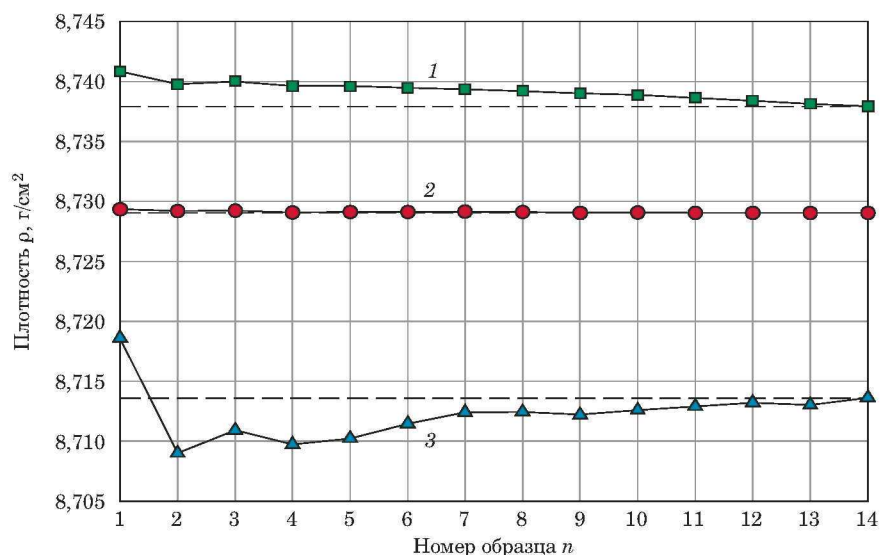
## Обсуждение результатов

В качестве тест-объектов использовали 14 стандартно термообработанных монокристаллов сплава CMSX-4.

На рис. 4 приведены результаты измерения плотности образцов методами Архимеда и газовой пикнометрии. Видно, что итоговые средние величины плотности, измеренные обоими способами, близки, однако скорости приближения текущего среднего значения к итоговому среднему существенно различаются. Так, наибольший начальный разброс результатов наблюдается для газовой пикнометрии, но после измерения  $p$  семи образцов статистический разброс значительно уменьшается, и затем имеет место тенденция роста плотности с увеличением числа исследованных образцов.

Подобный характер зависимости прослеживается для плотности, измеренной методом Архимеда с использованием додекана. В отличие от газовой пикнометрии  $p$  в этом случае понижается с увеличением  $n$ .

Наименьший статистический разброс наблюдался для метода Архимеда с применением воды. При его использовании итоговое среднее значе-



**Рис. 4.** Плотность  $\rho$  образцов монокристаллов сплава CMSX-4, определенная методами Архимеда (1, 2 — в додекане и воде) и газовой пикнометрии (3 — в гелии)

**Fig. 4.** Density  $\rho$  of CMSX-4 single crystals measured by the Archimedes method (1, 2 — in dodecane and water) and gas pycnometry (3 — in helium)

ние достигалось практически после измерений девяти образцов.

Получили:  $\rho = 8,7130 \pm 0,0004$  и  $8,7132 \pm 0,0017$  г/см<sup>3</sup> — для метода Архимеда с водой и додеканом,  $\rho = 8,7136 \pm 0,0057$  г/см<sup>3</sup> — в случае газовой пикнометрии в гелии. Видно, что разность средних значений плотности перекрывается интервалами статистических ошибок.

Заметим, что плотности воды и додекана (метод Архимеда) не столь значительно различаются (0,7489 и 0,9982 г/см<sup>3</sup> при 20 °С соответственно). Однако существенно различаются их коэффициенты объемного расширения. Коэффициент понижения плотности додекана с температурой составляет  $dp_D/dt = -7,2 \cdot 10^{-4}$  (г/см<sup>3</sup>)/°С при 22 °С, а для воды —  $dp_W/dt = -2,3 \cdot 10^{-4}$  (г/см<sup>3</sup>)/°С, т.е. в три раза меньше [26, 27]. Поэтому небольшие ошибки в контроле температуры додекана в процессе измерений могут привести к существенному разбросу результатов. Большая статистическая ошибка в случае газовой пикнометрии может быть вызвана меньшей (9–10 г) массой образцов (для метода Архимеда — 177 г) и спецификой данного способа.

На рис. 5 приведена пористость образцов монокристаллов сплава CMSX-4, определенная методами оптической микроскопии и СЭМ. Отметим, что методом оптической микроскопии исследовали те же 14 монокристаллов, что и в случае измерения плотности. Методом СЭМ анализировали другие шесть образцов, но из той же партии.

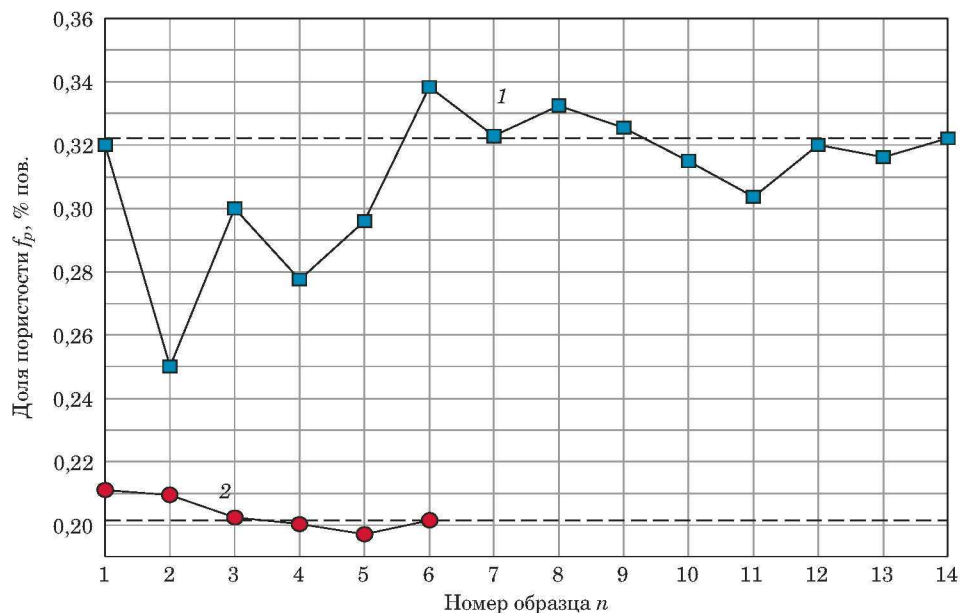
Видно, что оптическая микроскопия дает сильно завышенную величину пористости и

большую величину стандартного отклонения ( $f_p = 0,32 \pm 0,11$  % пов., в случае СЭМ —  $f_p = 0,20 \pm 0,02$  % пов.). Таким образом, пространственного разрешения оптической микроскопии недостаточно для точного измерения объемной доли микропор в монокристаллах ЖНС.

В таблице приведены результаты измерений пористости термообработанных монокристаллов сплава CMSX-4.

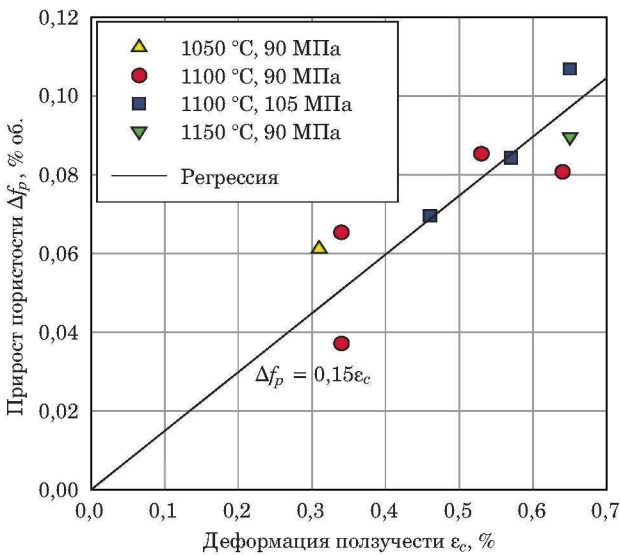
Видно, что наименьшую статистическую ошибку ( $\pm 0,01$  % об.) дает метод Архимеда. Кроме того, величина пористости, измеренная методом томографии в монокристаллах DPC Bochum, несколько ниже, чем в монокристаллах Howmet Alcoa (0,17 и 0,20 % об. соответственно). Хотя разница этих значений и перекрывается интервалами статистических ошибок измерений, это различие полученных результатов может иметь и физическую причину [6, 21]. С повышением температурного градиента  $G$  при направленной кристаллизации монокристаллов формирующаяся дендритная структура становится более дисперсной, а пористость уменьшается. Это связано с тем, что при высоком  $G$  менее развиты дендритные оси второго порядка, которые препятствуют поступлению расплава в межосные пространства, что вызывает образование S-пор.

Поскольку наиболее достоверный результат определения пористости недеформированных монокристаллов получили методом Архимеда с взвешиванием в дистиллированной воде, этот метод использовали для исследования пористости монокристаллов, деформированных в процессе испытаний на ползучесть при температу-



**Рис. 5.** Пористость образцов монокристаллов сплава CMSX-4, определенная методами оптической микроскопии (1) и СЭМ (2)

**Fig. 5.** Porosity of CMSX-4 single crystals measured by optical microscopy (1) and SEM (2)



**Рис. 6.** Зависимость прироста пористости  $\Delta f_p$  в монокристаллах сплава CMSX-4 от деформации ползучести  $\epsilon_c$

**Fig. 6.** Dependence of the porosity increment  $\Delta f_p$  in CMSX-4 single crystals on creep deformation  $\epsilon_c$

рах 1050 – 1100 °С. Для измерения пористости из рабочей части каждого испытуемого образца изготавливали цилиндр диаметром 12 и длиной 45 мм. Пористость рассчитывали по формуле (1) путем сравнения величин плотности в деформированном и недеформированном состояниях.

На рис. 6 приведена зависимость прироста пористости в монокристаллах сплава CMSX-4 (метод Архимеда в воде) от деформации ползучести (1050 – 1150 °С).

Видно, что прирост пористости монокристаллических образцов мал (сотые доли процента), поэтому измерение статистически значимых величин  $\Delta f_p$  возможно лишь с использованием метода Архимеда (вода), статистическая ошибка которого составляет  $\pm 0,01$  % об. Прослеживается явная корреляционная зависимость между величиной прироста пористости и накопленной деформацией ползучести. Согласно модели высокотемпературной ползучести [001] монокристаллов ЖНС наличие такой зависимости обусловлено переползанием дислокаций по межфазным гра-

Результаты измерения пористости в термообработанных монокристаллах сплава CMSX-4

The results of measuring the porosity in heat treated CMSX-4 single crystals

| Производитель монокристаллов | Метод измерения        | Среднее значение | Стандартное отклонение |
|------------------------------|------------------------|------------------|------------------------|
| Howmet Alcoa                 | Метод Архимеда, вода   | 0,20 % об.       | ±0,01 % об.            |
|                              | Оптическая микроскопия | 0,32 % пов.      | ±0,11 % пов.           |
|                              | СЭМ                    | 0,20 % пов.      | ±0,02 % пов.           |
|                              | Томография             | 0,20 % об.       | ±0,03 % об.            |
| DPC Bochum                   | Томография             | 0,17 % об.       | ±0,03 % об.            |

ницам [10]. В процессе ползучести монокристаллов ЖНС под действием растягивающей нагрузки, приложенной в направлении [001], в них формируется пластинчатая  $\gamma/\gamma'$ -структура (рафт-структура), ориентированная перпендикулярно оси нагружения. При деформации материала дислокации прижимаются к межфазной границе  $\gamma/\gamma'$ , а затем перемещаются вдоль нее. При таком движении экстраплоскости краевых дислокаций удлиняются за счет «вырывания» атомов из соседних узлов кристаллической решетки и перемещения их к краю экстраплоскости. При этом в узлах образуются вакансии, диффундирующие к малоугловым границам субзерен и скапливающиеся там в поры. Полученное значение корреляционного фактора ( $\Delta f_p/\varepsilon_c = 0,15$ ) можно использовать для построения количественной модели данного процесса.

## Заключение

Проведенные исследования применимости различных методов для определения объемной доли микропористости в монокристаллических ЖНС показали, что микропористость величиной около 0,2 % об. может быть с достаточной точностью измерена методами Архимеда, СЭМ и высокоэнергетической синхротронной рентгеновской томографии. Точность оптической микроскопии, напротив, недостаточна для данных измерений. Кроме того, в этом случае величина объемной доли пор оказывается завышенной. Наибольшую точность со статистической ошибкой около  $\pm 0,01$  % об. дает метод Архимеда с использованием в качестве жидкости дистиллированной воды. С его помощью можно определять небольшие величины прироста пористости в процессе высокотемпературной ползучести (около нескольких сотых долей процента объема).

## Финансирование

Работа выполнена за счет гранта Российского научного фонда (проект № 22-19-00126).

## ЛИТЕРАТУРА

1. Naze L., Maurel V., Eggeler G., et al. Nickel base single crystals across length scales. — Amsterdam: Elsevier, 2021. — 610 p.
2. Петрушин Н. В., Висик Е. М., Елютин Е. С. Усовершенствование состава и структуры литейного жаропрочного никелевого сплава с малой плотностью. Ч. 2 / Труды ВИАМ. 2021. Т. 97. № 3. С. 3 – 15. DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-3-3-15
3. Петрушин Н. В., Висик Е. М., Елютин Е. С. Усовершенствование состава и структуры литейного жаропрочного никелевого сплава с малой плотностью. Ч. 2 / Труды ВИАМ. 2021. Т. 98. № 4. С. 3 – 15. DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-4-3-15
4. Lecomte-Beckers J. Study of microporosity formation in nickel-base superalloys / Metall. Trans. A. 1988. Vol. 19. N 9. P. 2341 – 2348. DOI: 10.1007/BF02645058
5. Толорая В. Н., Зуев А. Г., Светлов И. Л. Влияние режимов направленной кристаллизации и термообработки на пористость в монокристаллах никелевых жаропрочных сплавов / Известия АН СССР. Металлы, 1991. № 5. С. 70 – 75.
6. Висик Е. М., Филонова Е. В., Ечин А. Б., Чабина Е. Б. Исследование влияния условий направленной кристаллизации на структуру литых лопаток из жаропрочных никелевых сплавов / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2022. Т. 88. № 5. С. 34 – 41. DOI: 10.26896/1028-6861-2022-88-5-34-41
7. Anton D. L., Giamei A. F. Porosity distribution and growth during homogenization in single crystals of a nickel-base superalloy / Mater. Sci. Eng. A. 1985. Vol. 76. P. 173 – 180. DOI: 10.1016/0025-5416(85)90091-6
8. Epishin A., Link T., Svetlov I., et al. Mechanism of porosity growth during homogenisation in single crystal nickel-based superalloys / Int. J. Mater. Res. 2013. Vol. 104. N 8. P. 776 – 782. DOI: 10.3139/146.110924
9. Comenda J., Henderson P. Growth of pores during the creep of a single crystal nickel-base superalloys / Scripta Mater. 1977. Vol. 37. N 1. P. 1821 – 1826.
10. Epishin A., Link T. Mechanisms of high-temperature creep of nickel-based superalloys under low applied stresses / Philos. Mag. 2004. Vol. 84. N 19. P. 1979 – 2000. DOI: 10.1080/14786430410001663240
11. le Graverend J.-B., Adrien J., Cormier J. Ex-situ X-ray tomography characterization of porosity during high-temperature creep in a Ni-based single-crystal superalloy: Toward understanding what is damage / Mater. Sci. Eng. A. 2017. Vol. 695. P. 367 – 378. DOI: 10.1016/j.msea.2017.03.083
12. Fullagar K., Broomfield R., Hulands M., et al. Aero engine test experience with CMSX-4® alloy single-crystal turbine blades / J. Eng. Gas Turbines Power. 1996. Vol. 118. N 2. P. 380 – 388. DOI: 10.1115/1.2816600
13. Epishin A., Link T., Fedelich B., et al. Hot isostatic pressing of single-crystal nickel-base superalloys: mechanism of pore closure and effect on mechanical properties / MATEC Web Conf. 2014. Vol. 14. 08003. DOI: 10.1051/mateconf/20141408003
14. Touratier F., Viguier B., Siret C., et al. Dislocation mechanisms during high temperature creep experiments on MC2 alloy / Adv. Mater. Res. 2011. Vol. 278. P. 7 – 12. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.278.7
15. Jacques A., Trehorel R., Schenk T. High-temperature dislocation climb in the  $\gamma'$  rafts of single-crystal superalloys: the hypothesis of a control by dislocation entry into the rafts / Metall. Mater. Trans. A. 2018. Vol. 49. P. 4110 – 4125. DOI: 10.1007/s11661-018-4770-5
16. Гаузнер С. И., Кивилис С. С., Осокина А. П., Павловский А. Н. Измерение массы, объема и плотности. — М.: Изд-во стандартов, 1972. — 623 с.
17. Stock S. R. MicroComputed Tomography Methodology and Application. — CRC Press, 2022. — 392 p.
18. Camin B., Hansen L. In situ 3D- $\mu$ -tomography on particle-reinforced light metal matrix composite materials under creep conditions / Metals. 2020. Vol. 10. N 8. P. 1034. DOI: 10.3390/met10081034
19. Epishin A., Camin B., Hansen L., et al. Synchrotron sub- $\mu$  X-ray tomography of Kirkendall porosity in a diffusion couple of nickel-base superalloy and nickel after annealing at 1250°C / Adv. Eng. Mater. 2021. Vol. 23. N 4. 2001220. DOI: 10.1002/adem.202001220
20. Harris K., Erickson G., Sikkenga S., et al. Development of two rhenium containing superalloys for single crystal blade and directionally solidified vane applications in advanced turbine engines / J. Mater. Eng. Perform. 1993. Vol. 4. N 2. P. 481 – 487. DOI: 10.1007/BF02661730
21. Светлов И. Л., Кулешова Е. А., Монастырский В. П. и др. Влияние направленной кристаллизации на фазовый состав и дисперсность структуры никелевых сплавов / Известия АН СССР. Металлы. 1990. № 1. С. 86 – 93.
22. Гарбер Р. И., Коган В. С., Поляков Л. М. Рост и растворение пор в кристаллах / ЖЭТФ. 1958. Т. 35. № 6. С. 1364 – 1368.

23. Schmidt R. L., Randall J. C., Clever H. L. The surface tension and density of binary hydrocarbon mixtures: benzene-*n*-hexane and benzene-*n*-dodecane / *J. Phys. Chem.* 1966. Vol. 70. P. 3912 – 3916. DOI: 10.1021/j100884a027
  24. Jang G. M., Kim N. I. Surface tension, light absorbance, and effective viscosity of single droplets of water-emulsified *n*-decane, *n*-dodecane, and *n*-hexadecane / *Fuel*. 2019. Vol. 240. P. 1 – 9. DOI: 10.1016/j.fuel.2018.11.138
  25. Speight J. G. The properties of water. — Oxford: Butterworth-Heinemann, 2020. DOI: 10.1016/B978-0-12-803810-9.00002-4
  26. Tanaka M., Girard G., Davis R., et al. Recommended table for the density of water between 0°C and 40°C based on recent experimental reports / *Metrologia*. 2001. Vol. 38. P. 301 – 309.
  27. Khasanshin T. S., Shechamialiou A. P., Poddubskij O. G. Thermodynamic Properties of Heavy *n*-Alkanes in the Liquid State: *n*-Dodecane. / *Int. J. Thermophys.* 2003. Vol. 24. P. 1277 – 1289. DOI: 10.1023/A:1026199017598
- ## REFERENCES
1. Naze L., Maurel V., Eggeler G., et al. Nickel base single crystals across length scales. — Amsterdam: Elsevier, 2021. — 610 p.
  2. Petrushin N. V., Visik E. M., Elyutin E. S. Improvement of the chemical composition and structure of castable nickel-based superalloy with low density. Part 1 / *Tr. VIAM*. 2021. Vol. 97. N 3 [in Russian]. DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-3-3-15
  3. Petrushin N. V., Visik E. M., Elyutin E. S. Improvement of the chemical composition and structure of castable nickel-based superalloy with low density. Part 2. / *Tr. VIAM*. 2021. Vol. 98. N 4. P. 3 – 15 [in Russian]. DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-4-3-15
  4. Lecomte-Beckers J. Study of microporosity formation in nickel-base superalloys / *Metall. Trans.* A. 1988. Vol. 19. N 9. P. 2341 – 2348. DOI: 10.1007/BF02645058
  5. Toloraya V. N., Zuev A. G., Svetlov I. L. Effect of conditions of directed solidification and heat treatment on porosity in creep resistant nickel alloy single crystals / *Izv. AN SSSR. Metall.* 1991. N 5. P. 70 – 75 [in Russian].
  6. Visik E. M., Filonova E. V., Echin A. B., Chabina E. B. The effect of conditions of directional crystallization on the structure of cast blades made of nickel superalloys / *Zavod. Lab. Diagn. Mater.* 2022. Vol. 88. N 5. P. 34 – 41 [in Russian]. DOI: 10.26896/1028-6861-2022-88-5-34-41
  7. Anton D. L., Giamei A. F. Porosity distribution and growth during homogenization in single crystals of a Nickel-base superalloy / *Mater. Sci. Eng. A*. 1985. Vol. 76. P. 173 – 180. DOI: 10.1016/0025-5416(85)90091-6
  8. Epishin A., Link T., Svetlov I., et al. Mechanism of porosity growth during homogenisation in single crystal nickel-based superalloys / *Int. J. Mater. Res.* 2013. Vol. 104. N 8. P. 776 – 782. DOI: 10.3139/146.110924
  9. Comenda J., Henderson P. Growth of pores during the creep of a single crystal nickel-base superalloys / *Scripta Mater.* 1977. Vol. 37. N 1. P. 1821 – 1826.
  10. Epishin A., Link T. Mechanisms of high-temperature creep of nickel-based superalloys under low applied stresses / *Philos. Mag.* 2004. Vol. 84. N 19. P. 1979 – 2000. DOI: 10.1080/14786430410001663240
  11. le Graverend J.-B., Adrien J., Cormier J. Ex-situ X-ray tomography characterization of porosity during high-temperature creep in a Ni-based single-crystal superalloy: Toward understanding what is damage / *Mater. Sci. Eng. A*. 2017. Vol. 695. P. 367 – 378. DOI: 10.1016/j.msea.2017.03.083
  12. Fullagar K., Broomfield R., Hulands M., et al. Aero engine test experience with CMSX-4® alloy single-crystal turbine blades / *J. Eng. Gas Turbines Power*. 1996. Vol. 118. N 2. P. 380 – 388. DOI: 10.1115/1.2816600
  13. Epishin A., Link T., Fedelich B., et al. Hot isostatic pressing of single-crystal nickel-base superalloys: mechanism of pore closure and effect on mechanical properties / *MATEC Web Conf.* 2014. Vol. 14. 08003. DOI: 10.1051/mateconf/20141408003
  14. Touratier F., Vignier B., Siret C., et al. Dislocation mechanisms during high temperature creep experiments on MC2 alloy / *Adv. Mater. Res.* 2011. Vol. 278. P. 7 – 12. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.278.7
  15. Jacques A., Trehorel R., Schenk T. High-temperature dislocation climb in the γ' rafts of single-crystal superalloys: the hypothesis of a control by dislocation entry into the rafts / *Metall. Mater. Trans. A*. 2018. Vol. 49. P. 4110 – 4125. DOI: 10.1007/s11661-018-4770-5
  16. Gauzner S. I., Kivilis S. S., Osokina A. P., Pavlovskii A. N. Measurement of mass, volume, and density. — Moscow: Izd. standartov, 1972. — 623 p. [in Russian].
  17. Stock S. R. MicroComputed Tomography Methodology and Application. — CRC Press, 2022. — 392 p.
  18. Camin B., Hansen L. In situ 3D-μ-tomography on particle-reinforced light metal matrix composite materials under creep conditions / *Metals*. 2020. Vol. 10. N 8. P. 1034. DOI: 10.3390/met10081034
  19. Epishin A., Camin B., Hansen L., et al. Synchrotron sub-μ X-ray tomography of Kirkendall porosity in a diffusion couple of nickel-base superalloy and nickel after annealing at 1250°C / *Adv. Eng. Mater.* 2021. Vol. 23. N 4. 2001220. DOI: 10.1002/adem.202001220
  20. Harris K., Erickson G., Sikkenga S., et al. Development of two rhenium containing superalloys for single crystal blade and directionally solidified vane applications in advanced turbine engines / *J. Mater. Eng. Perform.* 1993. Vol. 4. N 2. P. 481 – 487. DOI: 10.1007/BF02661730
  21. Svetlov I. L., Kuleshova E. A., Monastyrsky V. P., et al. The influence of directional solidification on the phase composition and disperse structure of nickel base alloys / *Izv. AN SSSR. Metall.* 1991. N 1. P. 86 – 93 [in Russian].
  22. Garber R. I., Kogan V. S., Polyakov L. M. Growth and dissolution of pores in crystals / *Zh. Éksp. Teor. Fiz.* 1958. Vol. 35. N 6. P. 1364 – 1368 [in Russian].
  23. Schmidt R. L., Randall J. C., Clever H. L. The surface tension and density of binary hydrocarbon mixtures: benzene-*n*-hexane and benzene-*n*-dodecane / *J. Phys. Chem.* 1966. Vol. 70. P. 3912 – 3916. DOI: 10.1021/j100884a027
  24. Jang G. M., Kim N. I. Surface tension, light absorbance, and effective viscosity of single droplets of water-emulsified *n*-decane, *n*-dodecane, and *n*-hexadecane / *Fuel*. 2019. Vol. 240. P. 1 – 9. DOI: 10.1016/j.fuel.2018.11.138
  25. Speight J. G. The properties of water. — Oxford: Butterworth-Heinemann, 2020. DOI: 10.1016/B978-0-12-803810-9.00002-4
  26. Tanaka M., Girard G., Davis R., et al. Recommended table for the density of water between 0°C and 40°C based on recent experimental reports / *Metrologia*. 2001. Vol. 38. P. 301 – 309.
  27. Khasanshin T. S., Shechamialiou A. P., Poddubskij O. G. Thermodynamic Properties of Heavy *n*-Alkanes in the Liquid State: *n*-Dodecane. / *Int. J. Thermophys.* 2003. Vol. 24. P. 1277 – 1289. DOI: 10.1023/A:1026199017598