

## MIKROSTRUKTURA MONOKRISTALA SUPERLEGURE NA BAZI NIKLA

## MICROSTRUCTURE OF SINGLE CRYSTALS OF SUPERALLOY BASED OF NICKEL

S. NIKOLIĆ<sup>1</sup>, A. GOLUBOVIĆ,<sup>1</sup>  
A. VALČIĆ<sup>2</sup>, B. JORDOVIĆ<sup>3</sup>

<sup>1</sup>*Institut za fiziku, Pregrevica 118, Zemun,* <sup>2</sup>*Tehnološko-metalurški fakultet,  
Karnegijeva 4, Beograd,* <sup>3</sup>*Tehnički fakultet, Svetog Save 65, Čačak*

### IZVOD

U ovom radu ispitivan je uticaj brzine rasta (R) i temperaturnog gradijenta (G) na mikrostrukturu monokristala superlegure na bazi nikla.

Za merenje širine sekundarnih dendrita (DAS) korišćen je automatski uređaj za analizu slike QUANTOMET 500 MC.

Uzorci na kojima su vršena ispitivanja dobijena su po metodi Bridžman na dva načina: sa kilcom i spontanom nukleacijom.

**Ključne reči:** rast kristala, monokristal, superlegura na bazi nikla, širina dendrita

### ABSTRACT

This paper elaborates the investigations about influence of the growth rate (R) and temperature gradient (G) to the microstructure of single crystals of Ni based superalloy.

Using an automatic device for quantitative picture analysis, QUANTOMET 500 MC we have determined dendrite arm spacing (DAS).

Investigations were performed on superalloy single crystals based Ni which were obtained using Bridgman method in two different ways: the growth was started from a polycrystal seed, the growth was started from a completely molten alloy (spontaneous nucleation).

**Key words:** crystal growth, single crystal, superalloy based on Ni, dendrite arm spacing

### UVOD

U fizičkom smislu superlegure su definisane hemijskim sastavom, vrstom prisutnih faza i mikrostrukturom. Pošto mikrostruktura definiše svojstva materijala, najkorisniji put, kako pri osvajanju novih materijala tako i pri njihovoj industrijskoj proizvodnji, je da se kontroliše mikrostruktura, a preko nje i željena svojstva i proizvodni proces.

Glavni razlog za primenu ovih superlegura je njihova otpornost prema statičkoj deformaciji (puzanju), niskocikličnom zamoru, oksidaciji i sulfidizaciji u području temperature od 800 do 1100°C. Ovakve osobina proizilaze iz činjenice da se radi o legurama sa austenitnom osnovom (gusto pakovana površinski centrirana kubna rešetka PCK), koja ima sposobnost zadržavanja ovih osobina u mnogo dužem vremenskom

intervalu nego što je slučaj kod ekvivalentnih zapreminski centriranih kubnih sistema, odnosno zbog nekoliko važnih faktora, kao što je na primer, izvanredna difuzivnost PCK rešetke za druge elemente. Od navećeg značaja je rastvorljivost mnogih elemenata u austenitnoj osnovi legure kao i mogućnost kontrole izdvajanja koherentnih intermetalnih taloga kao što je na primer  $\gamma'$  talog, koji je u najvećoj meri odgovoran za dobre mehaničke osobine [1].

Struktura ovih monokristala je dendritna, a po hemijskom sastavu vrlo nehomogena. Da bi se kontrolisale osobine materijala neophodno je da se poznaje mehanizam nastajanja i rast dendrita.

U skladu sa Flemingsovom teorijom [4] rastojanje između dendrita zavisi od temperaturnog gradijenta ( $G$ ) i brzine rasta ( $R$ ).

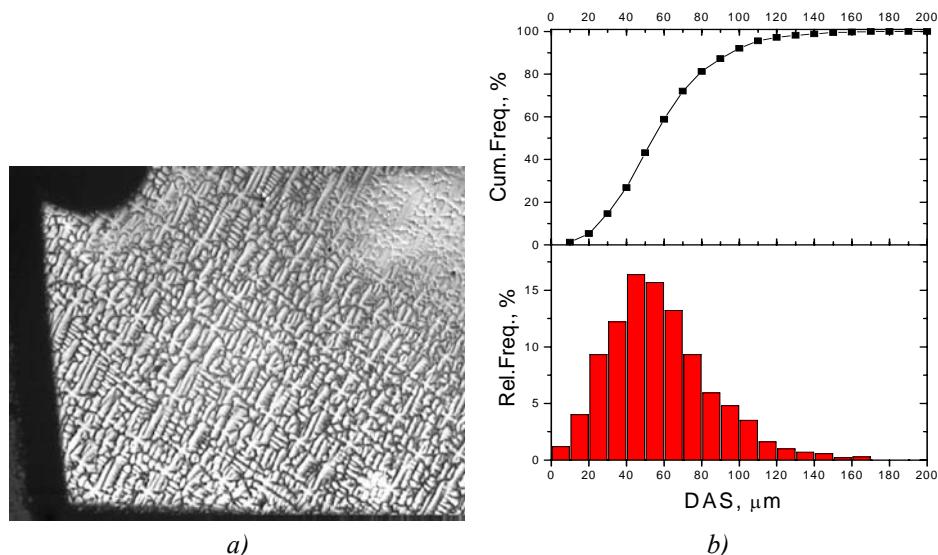
Naša eksperimentalna istraživanja pokazuju dobro slaganje sa Flemingovim modelom mikrosegregacije [10].

## EKSPERIMENT

Monokristali superlegure na bazi nikla dobijeni su metodom Bridžman na dva načina: sa klicom i spontanom nukleacijom [2,3]. Za izvođenje eksperimenata korišćena je superlegura na bazi nikla 444.

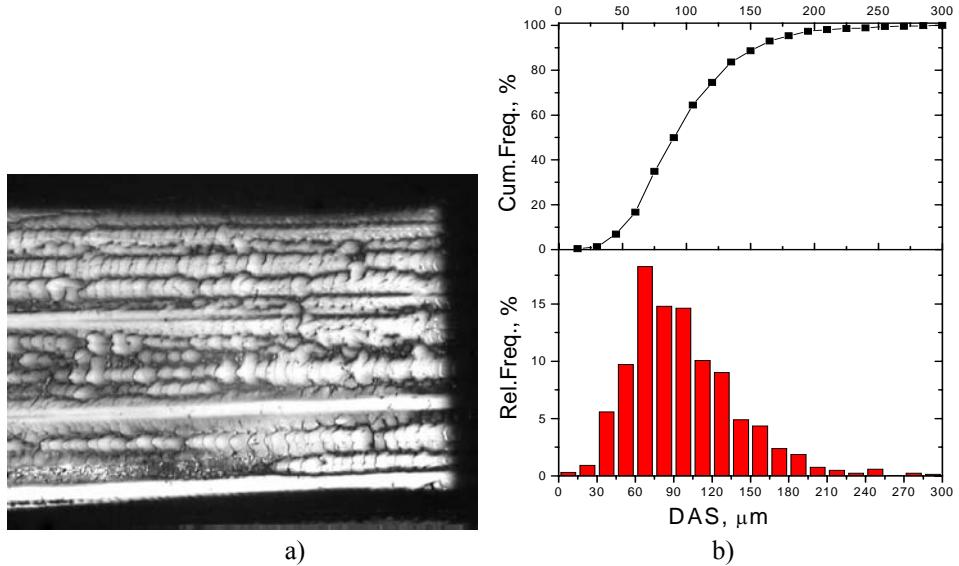
Izvršena su metalografska ispitivanja dobijenih uzoraka i izvršena su merenja širine sekundarnih dendritnih grana - DAS.

Dobijeni rezultati prikazani su u tabeli I i na fotografijama od 1 do 6.



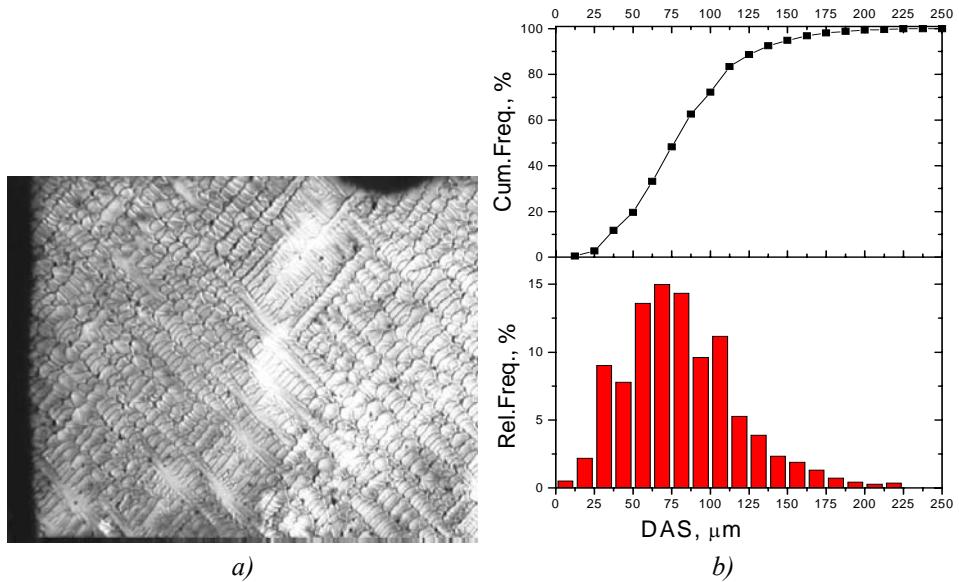
Slika 1: a) Uzorak 16 Br, početak rasta kristala, (uvećanje 24x); b) Histogram raspodele vrednosti DAS za uzorak 16 Br.

Figure 1: a) Sample 16 Br, beginning of the crystal growth, (magnification 24x); b) Histogram of distribution of DAS values for sample 16 Br.



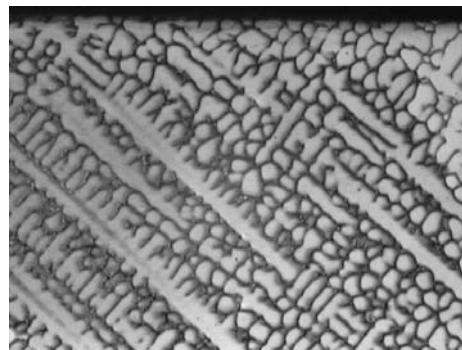
Slika 2: a) Uzorak 19 Br, brzina rasta kristala 2 mm/min, (uvećanje 24x);  
b) Histogram raspodele vrednosti DAS za uzorak 19 Br.

Figure 2: a) Sample 19 Br, the crystal growth rate 2 mm/min, (magnification 24x);  
b) Histogram of distribution of DAS values for sample 19 Br.

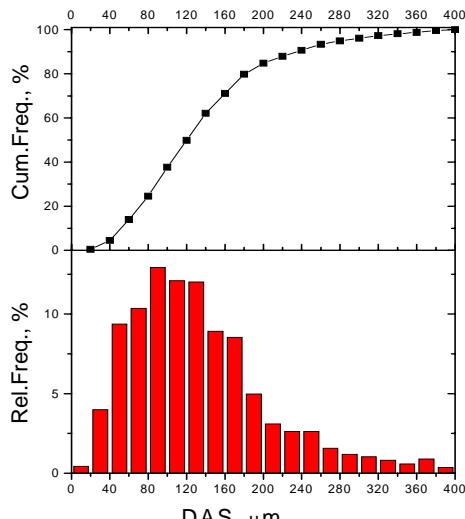


Slika 3: a) Uzorak 11<sup>#</sup> Br, brzina rasta kristala 4 mm/min, (uvećanje 24x);  
b) Histogram raspodele vrednosti DAS za uzorak 11<sup>#</sup> Br.

Figure 3: a) Sample 11<sup>#</sup> Br, the crystal growth rate 4 mm/min, (magnification 24x);  
b) Histogram of distribution of DAS values for sample 11<sup>#</sup> Br.



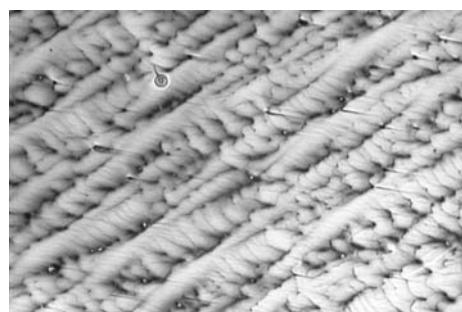
a)



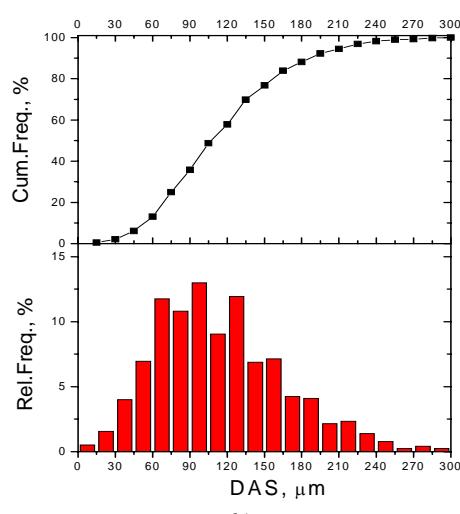
b)

Slika 4: a) Uzorak 16 Br, brzina rasta kristala 11 mm/min, (uvećanje 24x),  
b) Histogram raspodele vrednosti DAS za uzorak 16 Br.

Figure 4: a) Sample 16 Br, the crystal growth rate 11 mm/min, (magnification 24x)  
b) Histogram of distribution of DAS values for sample 16 Br.



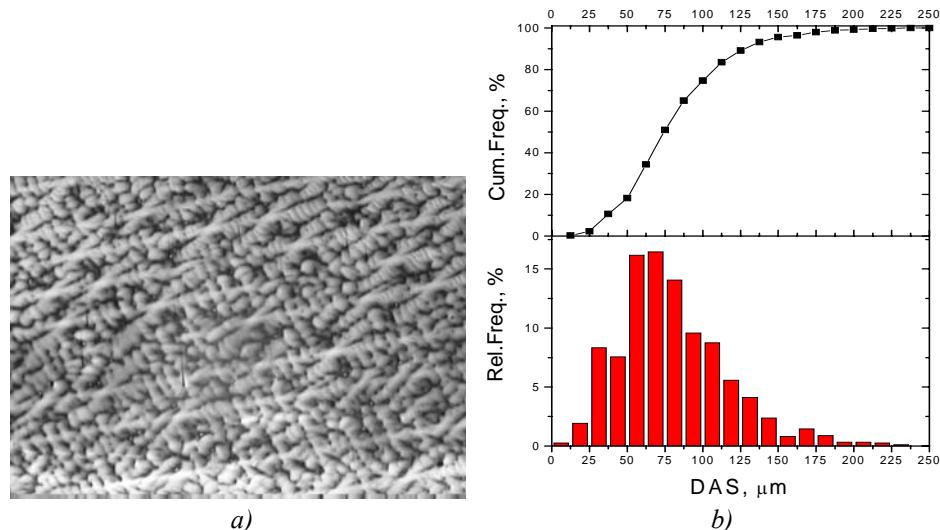
a)



b)

Slika 5: a) Uzorak 10<sup>#</sup> Br, brzina rasta kristala 2 mm/min, (uvećanje 24x);  
b) Histogram raspodele vrednosti DAS za uzorak 10<sup>#</sup> Br.

Figure 5: a) Sample 10<sup>#</sup> Br, the crystal growth rate 2 mm/min, (magnification 24x);  
b) Histogram of distribution of DAS values for sample 10<sup>#</sup> Br.



Slika 6: a) Uzorak 14<sup>#</sup> Br, brzina rasta kristala 11 mm/min, (uvećanje 24x);  
b) Histogram raspodele vrednosti DAS za uzorak 14<sup>#</sup> Br.

Figure 6: a) Sample 14<sup>#</sup> Br, the crystal growth rate 11 mm/min, (magnification 24x);  
b) Histogram of distribution of DAS values for sample 14<sup>#</sup> Br.

## REZULTATI I DISKUSIJA

U okviru istraživanja uticaja uslova rasta na strukturu materijala izvršen je veliki broj eksperimentalnih i teorijskih istraživanja o veličini i obliku dendrita [4-10].

U našim istraživanjima konstatovali smo da promena brzine rasta utiče na strukturu dobijenih kristala superlegure na bazi nikla [5-10]. Sa povećanjem brzine rasta kristala rastojanje između primarnih dendrita  $\lambda_1$  se smanjuje, dok se rastojanje između sekundarnih dendrita  $\lambda_2$  povećava.

U ovom radu uticaj brzine rasta na mikrostrukturu kristala superlegure na bazi nikla izučavali smo koristeći naše eksperimentalne podatke i metodu za kvantitativnu mikrostrukturnu analizu kojom se određuje širina sekundarnih dendrita, DAS.

Za kvantitativnu mikrostrukturnu analizu korišćen je automatski uređaj za analizu slike QUANTOMET 500 MC. Rezultati merenja širine sekundarnih grana, DAS, dati su na slikama od 1 do 6.

Dobijeni rezultati merenja su statistički obrađeni (tabela I).

Tabela I: Promena širine sekundarnih dendritnih grana (DAS) u zavisnosti od brzine rasta (R)  
Table I: Dendrite arm spacing of secundare dendrites (DAS) as a function growth rate (R)

broj uzorka	brzina rasta R(mm/min)	min. μm	maks. μm	sred. μm	RSE, %
16 Br	početak uz.	1,64	203,28	57,81404	1,34191
19 Br	2	3,34	285,00	97,11148	1,33606
10 Br <sup>#</sup>	2	3,34	314,38	114,38437	1,35148
11 Br <sup>#</sup>	4	3,34	217,39	80,59246	1,24432
16 Br	11	3,34	403,00	135,47102	1,63476
14 Br <sup>#</sup>	11	3,34	284,28	80,24277	1,22952

<sup>#</sup>- kristali koji su dobijeni po metodi Bridžman -spontanom nukleacijom

Iz tabele I proizilazi da svi kristali koji su rasli po metodi Bridžman spontanom nukleacijom, bez obzira na brzinu rasta, imaju približno istu širinu sekundarnih dendrita (DAS). Postavlja se pitanje zašto?

U našim ranijim radovima [3, 6-8] konstatovali smo da ukoliko menjamo brzinu rasta tokom eksperimenta sa manje na veću ne dolazi do promene rastojanja između primarnih dendrita  $\lambda_1$ . To znači da kada imamo rast kristala superlegure na bazi nikla metodom po Bridžmanu spontanom nukleacijom brzina rasta klice je mnogo manja od brzine rasta kristala. Pošto rastojanje između primarnih dendrita određuje početna brzina rasta ono ostaje isto kao na početku bez obzira na povećanje brzine u toku eksperimenta.

Na osnovu naših eksperimentalnih podataka i Flemingsove teorije [4, 10] izračunali smo da je brzina nukleacije kod metode rasta po Bridžmanu spontanom nukleacijom oko 2 mm/min. To znači da je za sve kristale rađene po ovoj metodi rastojanje između primarnih dendrita  $\lambda_1$  diktirano brzinom 2 mm/min nezavisno od toga što je brzina u toku rasta menjana (povećavana).

Rezultati merenja širine sekundarnih dendrita DAS (tabela I) pokazuju da se isto objašnjenje može dati i za uticaj brzine rasta na širinu sekundarnih dendrita kada je u pitanju rast po metodi Bridžman spontanom nukleacijom.

U toku su opsežna ispitivanja na većem broju uzoraka što će nam omogućiti da sa većom sigurnošću donešemo određene zaključke.

## ZAKLJUČAK

Na osnovu izvršenih istraživanja uticaja brzine rasta kristala superlegure na bazi nikla na mikrostrukturu dobijenih uzoraka, odnosno, uticaja brzine rasta na rastojanje između primarnih i sekundarnih dendrita, konstatovano je da:

1. Sa povećanjem brzine rasta kristala, rastojanje između primarnih dendrita  $\lambda_1$  se smanjuje;
2. Sa povećanjem brzine rasta kristala, rastojanje između sekundarnih dendrita  $\lambda_2$  se povećava;
3. Kristali koji su rasli po metodi Bridžman - spontanom nukleacijom, bez obzira na eksperimentalnu brzinu rasta, imaju strukturu kao da su rasli brzinom 2 mm/min. Ovo su potvrdili i naši raniji proračuni rastojanja između primarnih dendrita.

## LITERATURA

- [1] B. Lukić, Z. Mišković, Tehnika, Novi materijali 4 (1995), 1
- [2] S. Nikolić, A. Valčić, V. Radojević, Proc. XL Yugoslav Conf. ETRAN, Budva, Montenegro, Vol. 4, 1996, 415
- [3] A. Valčić, S. Nikolić, T. Valčić, J. Serb. Chem. Soc. 58 (1993) 439
- [4] M. C. Flemings, "Solidification Processing", Mc Grow-Hill, New York, 1974
- [5] A. Valčić, S. Nikolić, V. Radojević, Proc. XXXIX Yugoslav Conf. ETRAN, Zlatibor, Serbia, 1995, 467
- [6] S. Nikolić, A. Valčić, B. Radojević, Proc. II jugoslov. konf. o novim materijalima YUCOMAT 97, Herceg Novi, 1997, 59
- [7] S. Nikolić, A. Valčić, V. Radojević, Materials Science Forum 282-283 (1998) 331
- [8] S. Nikolić, A. Valčić, B. Radojević, Proc. II jugoslov. konf. o novim materijalima YUCOMAT 97, Herceg Novi, 1997, 59
- [9] F. Liu, X. Guo, G. Young, Materials Research Bulletin 36 (2001) 181
- [10] S. Nikolić, V. Radojević, A. Valčić, A. Golubović, XLVII konferencija ETRAN, Herceg Novi, Crna Gora, Vol. 4, 2003, 331