

# 单晶高温合金三维晶体取向的检测方法

西北工业大学 何国 李建国 毛协民 傅恒志  
西 北 大 学 郭振琪

本文提出了一种用多晶 X 射线衍射仪检测单晶高温合金三维晶体取向的方法,并用该方法对一种单晶高温合金进行检测试验,结果表明这种方法准确、方便、费用低。该方法也适用于其它单晶材料的三维晶体取向的测定。

## Determination of Crystal 3-Dimensional Orientations for Single Crystal Superalloy

He Guo Li Jianguo Mao Xiemin Fu Hengzhi  
(Northwestern Polytechnical University)  
Guo Zhenqi  
(Northwestern University)

A method of the determination of single crystal 3-dimensional orientations using X-ray diffractometer has been developed, and used to determine single crystal superalloy 3-dimensional orientations. The results indicate that the method is precise, adaptable and cheap.

### 一、前 言

单晶高温合金是 80 年代发展起来的一类高温结构工程材料,主要用作航空发动机涡轮零部件,特别是涡轮叶片材料。根据单晶高温合金性能的显著各向异性,控制单晶叶片晶体取向具有合理的分布,对提高叶片寿命、充分发挥单晶高温合金的材质潜力将具有十分重要的意义。因此单晶高温合金三维晶体取向的形成变化及其控制规律将是今后单晶高温合金的一个重要研究方向,对于单晶高温合金三维晶体取向的检测也将是必须解决的问题之一。

现有的单晶高温合金晶体取向的测定具有很大的局限性。常规的选晶法或籽晶法制取单晶高温合金时,枝晶主干方向和热流方向及液/固界面推进的方向相一致,一般为〈001〉择优生长方向<sup>[1,2]</sup>,测量时主要是检测晶体生长方向是否为〈001〉方向或和〈001〉方向有几度的偏差,并不要求检测晶体的三维取向,因此用常规的劳埃照像法或多晶 X 射线衍射仪法均能够很容易地进行检测。但对于三维晶体取向,特别是被测量面法向远远偏离〈001〉方向时,上述方法并不能够简单适用;劳埃照像法过程复杂,周期长,产生误差因素多,难以满足大量单晶高温合金三维取向的检测需要;四角衍射

仪法是一种先进快速的单晶取向的测定方法<sup>[3,4]</sup>,但这种衍射仪造价很高,检测费用是多晶衍射仪的几十倍,特别是在我国仅有几个城市有四角衍射仪,因此还不可能满足单晶高温合金三维晶体取向的检测需求。作者在单晶高温合金的三维晶体取向的形成控制规律研究过程中遇到的大量三维晶体取向检测问题,需要有一种快速、准确、费用低的检测方法。本文在多晶 X 射线衍射仪的基础上提出了一种单晶高温合金三维晶体取向的检测方法,检测结果说明这种方法是准确、方便可行的。

### 二、单晶高温合金三维晶体取向的 检测原理及方法

测定前,应预先知道被测合金主要衍射面及其对应衍射角 $\theta$ ,因此将被测单晶高温合金的多晶试样在 X 射线衍射仪上做常规的 $\theta-2\theta$ 连动扫描,以测得该合金的重要晶面(通常为低指数晶面)的布拉格角( $2\theta$ 值)。将被测单晶试样分别沿平行和垂直试样轴线的方向加工出两个互相垂直的平面作为 X 射线测量面,对同一单晶体试样上两个互相垂直的面分别测量,并建立适当的参考坐标系。

通常被测量的单晶试样表面是任意面,并不产生衍

射；高指数晶面衍射线强度很低，一般也不产生强衍射线，因此X射线能够测出的仅是和被测平面成一定夹角的某些低指数晶面。测量时衍射面除了符合布拉格衍射条件，衍射线也必须在测角仪平面内，这样X射线计数管才能够接收到衍射线。根据布拉格方程：

$$2d_{hkl}\sin\theta=\lambda$$

其中 $\theta$ 为 $\theta-2\theta$ 连动扫描测得的 $(hkl)$ 面布拉格角。固定计数管在 $2\theta$ 位置(如图1)，使试样同时绕其被测表面法线方向OZ轴和测角仪轴线旋转，当试样旋转到某一位置出现衍射峰时， $(hkl)$ 面正好处于和入射X射线成 $\theta$ 角的位置，根据衍射仪记录的衍射峰所处的角度 $\tau$ (即被测表面和入射X射线夹角(如图1))和已知的 $2\theta$ 值，可推演出产生衍射的 $(hkl)$ 晶面相对被测表面的夹角 $\phi$ ：

$$\phi=\frac{1}{2}(2\theta)-\tau$$

记下此时试样绕OZ轴转过的角度 $\alpha$ ，其测量原理如图2，OXYZ为试样参考坐标系，OXY为被测试样表面所处平面，影线所示为和OXY面成 $\phi$ 角的 $(hkl)$ 晶面。当试样绕测角仪轴转动使被测试样表面处于 $\tau$ 位置时(图1)，试样再绕OZ轴旋转， $(hkl)$ 晶面产生的衍射线具有虚线所示的圆锥轨迹。X'OZ为测角仪平面，当试样相对OX'Y'坐标系转过 $\alpha$ 角时， $(hkl)$ 晶面衍射线OG正好处在X'OZ平面，使计数管接收到衍射线而出现衍射峰。测量时，试样绕OZ轴的转速应高于绕测角仪轴的转速数倍，这样才容易使得两个旋转位置正好满足接收到衍射线的条件。

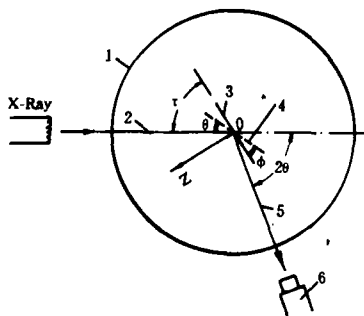


图1 测角仪测量 $\phi$ 角原理

1—测角仪圆；2—入射X射线；3—试样被测平面；  
4—产生衍射线的 $(hkl)$ 晶面；5—衍射线；6—计数管

为了确定单晶试样的三维晶体取向，应建立空间坐标系作为参照系(如图2中OXYZ)，根据测得的 $\alpha$ 和 $\phi$ ，即可计算出 $(hkl)$ 晶面在OXYZ坐标中的法线矢量方向。用同样方法和步骤在同一试样的另一平面上测得 $(h'k'l')$ 晶面在同一OXYZ坐标系中的法线矢量方向。根据试

材料工程

样合金的晶体结构类型和 $(hkl)$ 及 $(h'k'l')$ 法线矢量方向即可计算出该单晶试样的三维晶体取向。

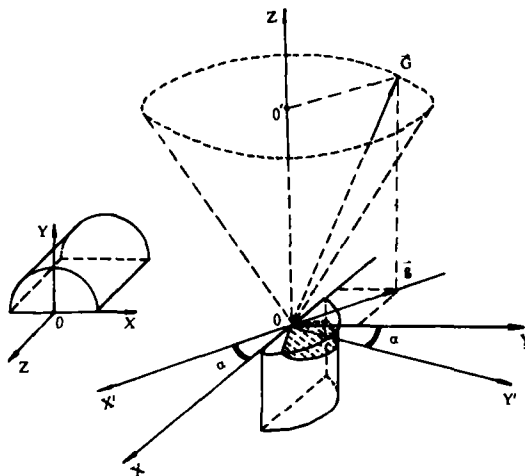


图2 试样参考坐标系及 $\alpha$ 角测量原理

### 三、单晶高温合金三维晶体取向检测方法实例

本文用一种抗蚀镍基单晶高温合金(16%Cr, 8.5%Co, 6.0%W, 3.9%Al, 3.8%Ti, 1.0%Ta, <0.01%C, 余Ni)进行试验测定，试样用籽晶法在高温度梯度( $G_L=250K/cm$ )定向真空炉中制取，组织为细树枝晶，晶体结构为面心立方，枝晶方向和试样轴向有很大的偏离(大于 $10^\circ$ 以上，即 $\langle 001 \rangle$ 远离试样轴向)，以说明该检测方法的一般适用性；试样直径 $\phi 7$ ，加工成5mm高的半园柱(图2)，其端面 and 中心剖面作为X射线测量面。

首先对该合金的多晶试样作常规 $\theta-2\theta$ 连动扫描，测得 $(111)$ 面 $2\theta$ 为 $43.56^\circ$ ， $(200)$ 面 $2\theta$ 为 $50.60^\circ$ ， $(220)$ 面 $2\theta$ 为 $74.67^\circ$ 。对单晶试样测量时，分别将衍射线计数管固定在三个 $2\theta$ 位置，按前述方法测量，选择出现衍射峰最强的 $2\theta$ 记录 $\alpha$ 及 $\phi$ 值，再通过简单投影计算即得到了该 $2\theta$ 对应晶面法线在OXYZ坐标系中的矢量方向。利用对两个平面分别测得的两个晶面法线矢量方向之间的结构关系，建立方程组，以示出三个 $\langle 001 \rangle$ 方向矢量。例如两个平面测得的两个晶面法线分别为 $[010]$ 和 $[110]$ ，其在OXYZ坐标系中矢量角坐标为：

$$[010]: (\alpha_1, \beta_1, \gamma_1)$$

$$[110]: (\alpha_2, \beta_2, \gamma_2)$$

设要求的 $[100]$ 和 $[001]$ 矢量角坐标分别为 $(\alpha_3, \beta_3, \gamma_3)$ 和 $(\alpha_4, \beta_4, \gamma_4)$ (如图3所示)，根据面心立方结构特点可得到：

$$\begin{cases} \vec{X} \perp \vec{A} \\ \vec{X} \cdot \vec{B} = 45^\circ \end{cases} \quad (1)$$

其中X角坐标为  $(\alpha_x, \beta_x, \gamma_x)$ 。根据矢量关系, 方程组 (1) 可以写成如下方程组形式:

$$\begin{cases} \cos\alpha_1 \cdot \cos\alpha_x + \cos\beta_1 \cdot \cos\beta_x + \cos\gamma_1 \cdot \cos\gamma_x = 0 \\ \cos\alpha_2 \cdot \cos\alpha_x + \cos\beta_2 \cdot \cos\beta_x + \cos\gamma_2 \cdot \cos\gamma_x = \cos 45^\circ \\ \cos^2\alpha_x + \cos^2\beta_x + \cos^2\gamma_x = 1 \end{cases} \quad (2)$$

求解方程组 (2) 得到 X 角坐标的两组解即是  $[100]$  和  $[001]$  矢量角坐标:  $(\alpha_3, \beta_3, \gamma_3)$  和  $(\alpha_4, \beta_4, \gamma_4)$ 。表 1 为用该方法测量计算的四个单晶试样的三维晶体取向关系, 试样 1、2、4 测得的均为  $\vec{A}$ :  $[010]$ ,  $\vec{B}$ :  $[110]$  矢量方向, 测量值计算的  $\vec{A}$ 、 $\vec{B}$  之间夹角和  $[010]$ ,  $[110]$  之间理论夹角  $90^\circ$  最大误差 2.60, 这个误差包括试样加工精度误差、测量时试样安装误差、X 射线本身误差、单晶试样晶体结构的不完美性造成的误差及计算误差等。试样 3 测得的为  $\vec{A}$ :  $[010]$ ,  $\vec{B}$ :  $[111]$  矢量方向, 两测量值计算的  $\vec{A}$ 、 $\vec{B}$  夹角为  $56.55^\circ$ , 和  $[010]$ ,  $[111]$  之间理论夹角  $54.74^\circ$  误差  $1.81^\circ$ 。试样 3

在求解  $[100]$  和  $[001]$  矢量角坐标时, 将方程组 (2) 中的  $45^\circ$  换成  $54.74^\circ$  即可。

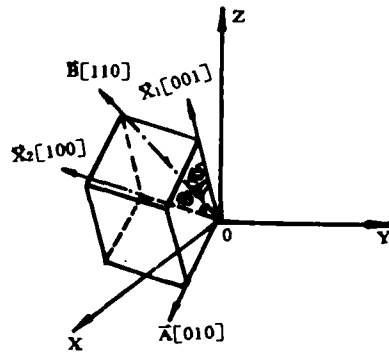


图 3 立方晶体  $\vec{A}$ 、 $\vec{B}$  和  $\vec{X}$  空间关系

表 1 单晶高温合金三维晶体取向的测定

试样 编号	测量 A 矢量						测量 B 矢量						$\vec{A} \cdot \vec{B}$  夹 角	累计 误差 $\delta$	方 程 组 解							
	测量值 $\alpha \quad \phi$		$\vec{A}$ 计算 A 值 $\alpha_1, \beta_1, \gamma_1$				测量值 $\alpha \quad \phi$		$\vec{B}$ 计算 B 值 $\alpha_2, \beta_2, \gamma_2$													
			晶向	$\alpha_1$	$\beta_1$	$\gamma_1$	$\alpha$	$\phi$	晶向	$\alpha_2$	$\beta_2$	$\gamma_2$			晶向	$\alpha_3$	$\beta_3$	$\gamma_3$	晶向	$\alpha_4$	$\beta_4$	$\gamma_4$
1	37	12	010	80	-12	83	16	-22	110	-69	84	22	92.56	2.56	100	-26	-84	65	001	66° 79 26		
2	-132	-11	010	83	-11	82	10	-25	110	-65	86	25	89.81	-0.19	100	-21	-86	69	001	70 80 23		
3	-104	-17	010	86	-17	74	1	17	111	90	-73	17	56.55	1.81	100	-42	82	49	001	46 75 47		
4	-105	-18	010	85	-18	73	-10	-20	110	-87	70	20	92.60	2.60	100	-42	82	49	001	48 74 46		

\*  $\alpha, \phi, \alpha_1, \beta_1, \gamma_1$  均为角度值; 试样的参考坐标系 OXYZ 如图 2 所示。

#### 四、结束语

用多晶 X 射线衍射仪测定、计算单晶高温合金三维晶体取向, 准确、方便, 是一种比用四角衍射仪费用低得多的实用方法, 不仅适合于单晶工程材料三维晶体取向的测定, 也适合于其它功能单晶材料三维晶体取向的测定。

#### 参考文献

1. M. C. Flemings, Solidification Processing, McGraw Hill, New York, 1974
2. W. Kurz and D. J. Fisher, Fundamentals of Solidification, Trans Tech Publications 1984
3. B. K. Tanner, D. K. Bowen, Characterization of Crystal Growth Defects by X-Ray Methods, Plenum Press, New York, 1980.

#### CMSX-4 单晶高温合金

已有几家发动机公司采用第二代单晶高温合金 CMSX-4 铸造先进航空发动机涡轮叶片。该合金的成分为 Ni-9Co-6.5Cr-6W-6.5Ta-5.6Al-3Re-1Ti-0.6Mo-

334~338

4. B. K. Tanner, M. A. D. Phill, X-Ray Diffraction Topography, 1976

\*\*\*\*\*

(上接第 45 页)

我国的国际地位。因此建议今后适当增派人员参加这类大型国际交流活动以进一步扩大国际交往与合作。

(2) 由于无损检测技术直接影响产品质量, 1991 年我国某型飞机就曾因发动机叶片质量问题漏检而导致飞机停飞, 造成经济损失, 教训深刻。因此建议今后应增加无损检测技术经费的投入, 尽快更新陈旧落后设备。

(3) 当代科技发展的关键在于人才。从尊重知识尊重人才出发, 要千方百计稳定现有的无损检测技术队伍和减少流失。应加强激励机制, 引导人们奋发向上。

0.1Hf。虽然该合金在  $1343^\circ\text{C}$  即熔化, 但在  $1149^\circ\text{C}$  仍保持有效的强度。它的持久性能高出第一代单晶合金 CMSX-2 和 CMSX-3 达  $18^\circ\text{C}$ 。据称, 在美国 NASA 的 IHP-TET 计划中, 将采用 CMSX-4 作涡轮叶片。