

# 单晶高温合金 DD3 亚结构超细化 定向凝固工艺研究

西北工业大学  
北京航空材料研究所

魏朋义 李建国 傅恒志  
桂钟楼

利用 ZMLMC 定向凝固装置研究了镍基单晶高温合金 DD3 在高温度梯度 ( $700\sim 1200\text{K/cm}$ ) 定向凝固条件下的微观组织演化特征及其对工艺参数的响应函数, 结果表明: 该合金在高界面温度梯度条件下, 柱晶生长速度范围向高速区扩展, 从而使单晶亚结构细化成为可能。所得单晶棒中亚结构一次间距可比传统 HRS 法定向凝固籽晶中相应尺度减小  $5\sim 10$  倍。本文还对其组织演化机制进行了分析。

关键词: 单晶高温合金, 亚结构, 细化, 凝固。

## Directional Solidification Processing for Super-refinement of Submicrostructure of Single Crystal Superalloy DD3

Wei Pengyi Li Jianguo Fu Hengzhi

(Northwestern polytechnic University)

Gui Zhonglou

(Beijing Institute of Aeronautical Materials)

Microstructural evolution characteristics and its response functions to processing parameters of single crystal (SC) superalloy DD3 was investigated with the ZMLMC setup with a interface temperature gradient of  $700\sim 1200\text{K/cm}$ . Results show: the interface temperature gradient was so high that the drawing velocity range for columnar crystal growth was extended up to a higher value, and make it possible to refine the submicrostructure of SC. The primary spacing of SC submicrostructure in SC bars obtained were five~ten times smaller than that of seed-crystal prepared with traditional HRS DS Process. The mechanism of those structural evolution was also discussed.

**Keywords:** Single crystal superalloy, sub-microstructure, refinement, solidification

### 1 前言

单晶高温合金由于消除了晶界和晶界强化元素, 从而使其有高的性能, 这使单晶高温合金叶片成为国内外先进航空涡轮发动机的重要高温部件, 其性能对提高发动机的推重比、寿命等有重要的决定作用<sup>[1]</sup>。国内外关于单晶叶片的制备技术已较为成熟, 但是所制备叶片存在以下缺点: 一般微观组织为含发达侧枝的树枝晶, 并伴随着较严重的偏析和疏松。这些均限制着单晶高温合金性能充分发挥, 从而影响着航空发动机的性能进一步提高。探索采用新的制备工艺技术来改善其组织

结构是进一步提高单晶合金叶片性能的重要途径。定向凝固固液界面温度梯度过低 ( $< 100\text{K/cm}$ ) 是现有单晶制备技术造成上述组织弱点的重要原因<sup>[2]</sup>。本文拟采用新型超高温温度梯度定向凝固装置 ZMLMC<sup>[3]</sup> 来探索改善单晶高温合金组织、提高单晶高温合金铸件性能的可能性及工艺条件。

### 2 实验

实验选用镍基单晶高温合金 DD3, 成分见表 1, 为母合金和籽晶。籽晶轴线取向为  $[001]$ , 籽晶中树枝一

次间距平均为  $340\mu\text{m}$ 。采用籽晶法在 ZMLMC 定向凝固装置(图 1 示)上制备  $\phi 7\text{mm} \times 40 \sim 80\text{mm}$  单晶棒。采用  $98\% \text{Al}_2\text{O}_3$  管状坩埚。固液界面温度梯度为  $700 \sim 1200\text{K/cm}$ , 轴拉速度为  $1.6 \sim 160\mu\text{m/s}$ , 过热度为  $80 \sim 140^\circ\text{C}$ 。对所得试棒进行宏微观组织观察和截线法定量全相统计、分析。

表 1 实验用 DD3 合金成分 (wt%)

元素	C	Cr	Co	W	Mo	Al	Ti	Ni
含量	0.006	9.5	5	5.2	4.2	5.7	2.3	余

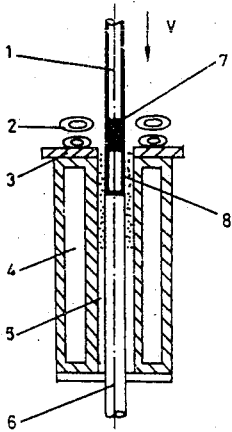


图 1 ZMLMC 装置原理示意图

### 3 实验结果与讨论

#### 3.1 单晶棒组织特征及工艺参数的响应

实验发现在该工艺技术条件下, 单晶引晶段是籽晶法成功制单晶的最关键环节。其对应的单晶初始生长区内将完成凝固界面由平界面状向胞状甚至到枝状的跳跃式转变, 实践摸索出对应于不同抽拉速率段的三种抽拉起启动方式(常规跳跃式, 均加速, 骤减速三种)以达到对该生长段的最佳控制。

图 2 是所得单晶试棒宏观组织及典型微观组织特征。图 3 是不同界面温度梯度和抽拉速度条件下的组织特征及亚结构一次间距平均值。从中可以看出: 在 ZMLMC 装置上利用籽晶可以制备亚结构比籽晶细化 5 ~ 10 余倍的单晶棒, 具体亚结构形态将随定向凝固工艺条件 ( $G_1$ ,  $V$ ) 的增长而依次呈层状组织、胞状和树枝界面。由于本条件下  $G_1$  值大, 因而使本柱晶组织不发达树枝组织存在于较宽的抽拉速度范围内, 且该范围宽度随  $G_1$  增大而增加。如  $G_1 = 120\text{K/cm}$ ,  $V$  ( $2.0 \sim 140\mu\text{m/s}$ )。

显微观察表明: 由于实际冷速较高,  $\gamma'$  相对于籽晶

中  $\gamma'$  相尺寸趋于减小, 分布趋于均化, 碳化物形状主要为细小的颗粒化, 且其外轮廓在  $G_1 \cdot V > 40\text{K/s}$  时变得相当圆滑。

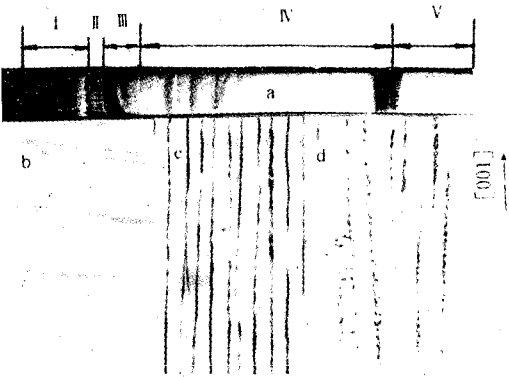


图 2 单晶棒宏观组织分区 (a) 以及典型微观组织  
(a) I 籽晶残留区, II 籽晶过热区, III 初始过渡区, IV 单晶生长段, V 未重熔段  
(b)  $G_1 = 100\text{K/cm}$ ,  $V = 1.6\mu\text{m/s}$   
(c)  $G_1 = 1200\text{K/cm}$ ,  $V = 1.0\mu\text{m/s}$   
(d)  $G_1 = 1200\text{K/cm}$ ,  $V = 100\mu\text{m/s}$

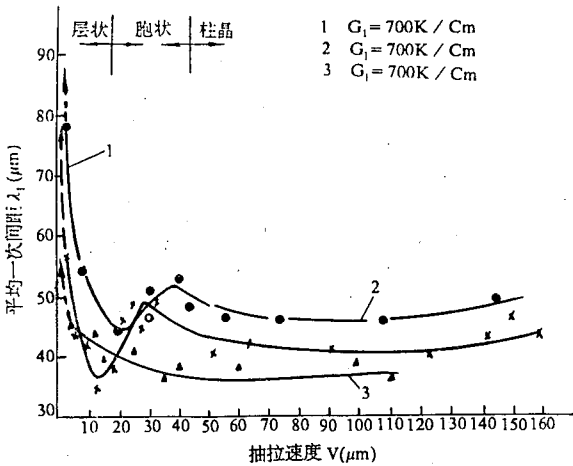


图 3 单晶亚结构特征及平均一次间距对  $G_1$ ,  $V$  变化的响应规律

由于枝晶臂距、 $\gamma'$  相分布特征、碳化物形状等对高温合金性能的一般规律, 可以预知本实验所得单晶件在力学性能方面将大大优于常规制造技术制备的同尺寸 DD3 铸件。

#### 3.2 讨论

材料的凝固界面形态和微观组织变化研究表明: 随凝固冷却速度增大, 固液界面形态在低速范围经历由

(下转第 42 页)

续表 1

主要性能	国产	ISP05/DS	ISP2 III /DS	YBHK-8II
4. 浇注方式	翻转	底注	翻转	翻转
5. 铸型加热器	二区	二区	单区	二区
内径	$\phi 250\text{mm}$	$\phi 200\sim 250\text{mm}$	$\phi 320\text{mm}$	
高度	300mm	300mm	380mm	
6. 挡板内径	$\phi 150\text{mm}$	$\phi 150\sim 230\text{mm}$	$\phi 180\text{mm}$	
7. 水冷套	螺旋管水冷管	单环式水冷套	单环式水冷套	
内径	$\phi 250\text{mm}$	$\phi 250\sim 300\text{mm}$	$\phi 275\text{mm}$	
高度	60mm	15mm	15mm	
8. 工程容量	8kg	5kg	8kg	10~20kg
9. 结晶器直径	$\phi 130\text{mm}$	$\phi 100\sim 200\text{mm}$	$\phi 160\text{mm}$	
10. 抽拉速度范围	0.5~10mm/min	0.5~20mm/min	0.25~10mm/min	1~20mm/min
11. 热偶插座	16 对	20 对	4 对	9 对
12. 温度梯度	64~94℃/cm	60~100℃/cm	20~40℃/cm	70~80℃/cm
13. 自动控制	计算机控制抽拉速度, PLC 备用	PLC 程序控制	PLC 程序控制	仪表及手动
14. 其它功能	配置计算机可进行凝固过程热分析计算, 抽拉速度自动控制, 画面显示, 测量、计算结果打印	无	无	无

## 参考文献

1. LEYBOLD-HERAEUS SPEIFICATION about Vavcuam Induction Furnace ISP05-DS Hanan 15. 8. 1986
2. Furnace for directinal Solidification oasting especially for casting gas

turbine blades made form Cobalt and nickel Superallys  
USP0.4178986

3. M. 麦克莱恩著, 定向凝固高温材料, 陈石卿等译, 航空工业出版社, 1988

\* \* \* \* \*

(上接第 11 页)

平面向胞状进而向树枝状的转变, 而在快速 ( $>10\text{K/s}$ ) 范围内再度恢复平界面生长。而在亚快速范围 ( $1\sim 10\text{K/s}$ ), 当  $G_1$  高时晶侧分枝时空大大受限而易形成柱状晶, 且存在着树枝状向胞状的转变。在籽晶法制单晶的初始引晶阶段, 凝固冷速实质上是从零向某工艺对应冷速的跃迁式变化, 这一过程及最终冷速值决定了最终单晶的亚结构特色。因而初始过程对单晶制备非常重要, 同时顺应上述规律, 在本工艺条件下, 当  $G_1 \cdot V$  较低时可出现平界面生长和胞状生长, 而且因  $G_1$  较高随  $V$  增加, 使  $G_1 \cdot V$  很快进入亚快速范围, 图 2d 的柱状晶 (侧枝不发达树枝晶) 得以形成。柱晶生长抽拉速度上限向高速区扩展。由于这种柱晶亚结构无发达侧枝, 因而可望大大降低枝晶与枝晶间的偏析程度和因补缩引起的疏松, 有利于单晶性能的充分发挥。又由于  $G_1$  提高有利凝固界面稳定性, 因而使柱晶生长速度范围下限也有所降低, 因而亚结构尺度大大细化。

## 4 结论

(1) 在 ZMLMC 装置上可利用籽晶法制备出亚结构大大细化 (5~10 倍) 的 DD3 合金单晶棒  $\phi 7 \times 40 \sim 80\text{mm}$ 。

(2) 定向凝固界面温度梯度大大提高, 易使单晶凝固呈亚快凝特征, 因而单晶结构具有细化、均化和完善化的快凝组织特征。

(3) 该技术是单晶制备技术从 HRS 法向前迈进的重要一步。可望有助于单晶高温合金铸件性能的进一步提高。

## 参考文献

1. 何国, 西北工业大学博士学位论文, 1994
2. 航空工业总公司 621 所 DD3 合金鉴定材料 (交流资料), 1995
3. 西北工业大学, 国家自然科学基金重大项目《非平衡凝固若干理论及应用研究》, 研究报告 (内部交流资料)
4. 傅恒志, 全国首届相变会议特邀报告, 1993.11