

# DD3 单晶合金的真空感应熔炼

北京航空材料研究所 吴仲棠 代修彦 桂中楼 唐定中 钟振纲 陈德厚

MC 碳化物、氧化物夹杂和显微疏松在单晶合金中是蠕变、疲劳裂纹的起源和扩展通道。为了减少 MC 碳化物、氧化物夹杂和显微疏松的危害, DD3 合金规定:  $C \leq 0.010\text{wt}\%$ , 最好  $< 0.006\text{wt}\%$ ,  $[O] \leq 0.0010\text{wt}\%$ ,  $[N] \leq 0.0012\text{wt}\%$ 。合金中脱碳、氧、氮、硫都是通过真空下的 C-O 沸腾反应来完成的。本文采用严格控制碳量和工艺技术的改进等措施, 找到了获得 C 达 60ppm, S 达 10ppm,  $N_2$  达 3ppm,  $O_2$  达 5ppm 的 DD3 合金的真空感应熔炼的冶金原则。

**关键词:** 单晶合金, 真空感应熔炼, 铸造性能, 叶片性能

## Vacuum Induction Melting of Single Crystal Superalloy DD3

Wu Zhongtang Dai Xiuyang Gui Zhonglou  
Tang Dingzhong Zhong Zhenggang Chen Dehou  
(Institute of Aeronautical Materials, Beijing)

MC carbides, oxide inclusions and microporosities in single crystal superalloys are the crack sources and crack propagation paths of creep and fatigue. In order to reduce detrimental influence of MC carbides, oxide inclusions and microporocities, it is defined that  $[C] \leq 0.010\text{wt}\%$  (it will be better, when  $[C] \leq 0.006\text{wt}\%$ ),  $[O] \leq 0.001\text{wt}\%$ ,  $[N] \leq 0.0012\text{wt}\%$  in the single crystal superalloy DD3. All the decarbonization, deoxidation, denitrogenation and desulphurization are carried out through CO reaction with ebullition. The proper vacuum induction melting process has been obtained for producing the single crystal superalloy DD3 in which  $[C] \approx 60\text{ppm}$ ,  $[S] \approx 10\text{ppm}$ ,  $[N] \approx 3\text{ppm}$  and  $[O] \approx 5\text{ppm}$  by strictly controlling the content of the carbon and improving the technique.

**Keywords:** single crystal alloy, VIM, castability, properties of blade

### 1 前言

DD3 单晶合金是我国自行研制的第一代单晶合金, 已被选作某发动机的涡轮叶片。显然优质的母合金生产是优质单晶涡轮叶片的先决条件。在研究 C 含量对 DD3 合金性能的影响时发现, 碳含量对 760℃ 中温性能影响不显著, 而对高温性能影响却非常显著。1040℃ 的高温持久寿命随合金中碳含量的增高成线性关系下降。这是由于 MC 碳化物的存在成为高温蠕变时的裂纹起源及扩展通道。为保证 DD3 合金优越的高温性能, 规定  $C \leq 0.01\text{wt}\%$ , 最好  $C < 0.006\text{wt}\%$ 。

此外, 氧化物夹杂和显微疏松常常是疲劳裂纹的萌生地, 为减少它们的危害, DD3 合金规定 O 的含量  $\leq 0.001\text{wt}\%$ , N 的含量  $\leq 0.0012\text{wt}\%$ 。

因此, 需要寻找最佳的熔炼工艺以及生产含 C、S、 $N_2$ 、 $O_2$  量极低的 DD3 合金。从而确保 DD3 合金的优越性能。

### 2 材料和试验方法

试验料的成分为  $\leq 0.01\text{C}-9.5\text{Cr}-5\text{Co}-5.2\text{W}-4\text{Mo}-5.8\text{Al}-2.3\text{Ti}-\text{Ni}$  在 ZG25, ZG-50, ZG200, IS65V8 等真空感应炉熔炼小锭和  $\phi 80 \times 1000$  的合金锭, 熔炼工艺分为普通工艺, 高温高真空强化工艺和高温高真空强化精炼+电磁搅拌工艺。在 ISP2/3 DS 真空定向炉中采用螺旋选晶器和 H. R. S 法制取单晶叶片和单晶板坯。板坯尺寸为  $150\text{mm} \times 35\text{mm} \times 15\text{mm}$  和  $150\text{mm} \times 35\text{mm} \times 8\text{mm}$ , 热处理制度为  $1250^\circ\text{C} / 4\text{hA.C} + 870^\circ\text{C} / 32\text{hA.C}$ 。持久性能是在 MII-3Г 试验机上进行。

### 3 结果和讨论

#### 3.1 DD3 母合金的真空感应熔炼

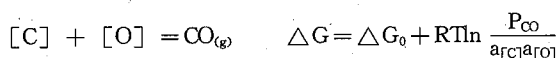
本文所研究的三种工艺所得的母合金, 其 Si, Mn, Fe 及 Pb、Sb、Sn、As、Bi 五害元素的含量都能达到技术条件规定的要求。但 C、S、O<sub>2</sub>、N<sub>2</sub> 的含量则有很大差别, 试验结果列于表 1。从表 1 可见, 普通工艺除 O<sub>2</sub> 外, 其余 N<sub>2</sub>、S、C 均达不到技术条件 Q/6S366-90 要求。

表 1 不同工艺冶炼结果 (wt%)

计划	熔炼工艺	C	S	N <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>
I	普通工艺精炼	0.014 ~0.03	0.0050 ~0.0060	0.0044 ~0.0059	0.0009 ~0.0013
II	高温高真空 强化精炼工艺	0.0050 ~0.020	0.0020 ~0.0040	0.00031 ~0.0027	0.00094 ~0.0014
III	高温高真空 强化精炼 工艺+电磁搅拌	0.010	0.0011	0.0008	0.0010
		0.010	0.0010	0.0008	0.0006
		0.009	0.0010	0.0001	0.0010
		0.010	0.0010	0.0001	0.0005
		0.008	0.0010	0.0003	0.0007
		0.002	<0.0010	0.0004	0.0009
		0.002	<0.0010	0.0003	0.0008
		0.003	<0.0010	0.0001	0.0004
Q/6S 366-90		≤0.010	≤0.0020	≤0.0012	≤0.0010

高温高真空强化精炼工艺, 能够使 C、S、N<sub>2</sub>、O<sub>2</sub> 的含量大幅度地降低, 但 O<sub>2</sub>、S 的含量仍未完全达到 Q/6S366-90 技术条件要求。只有采用高温高真空强化精炼+电磁搅拌的工艺才能达到技术条件的要求。

反应式为:



式中:  $\Delta G$  = 反应自由能;  $\Delta G_0$  = 反应的标准自由能;  $T$  = 绝对温度;  $P_{CO}$  = CO 的分压;  $a_{[C]} = [C]$  的活度;  $a_{[O]} = [O]$  的活度

低压条件(真空)下有利于这个反应向右进行, 熔池在精炼期内不断的搅拌以保证融熔的合金处于 CO 气泡最有利的成核位置, 即熔融金属/坩埚/真空界面。

提高温度有利于 CrN 的分解和 N 在金属-真空界面的解吸和去除。原材料 Cr 是 N 的主要来源。由于氧是表面活性的, 并阻碍 N 向气相的质量传输。所以, 当溶池处于脱氧状态时, N 最有效地从溶池中去除。在真空下于溶化期和开始精炼期内, CO 气泡作为一种排气气体和帮助某些 N 以 N<sub>2</sub> 排除。

普通的高温精炼工艺, 虽然是在高真空下进行的, 但其精炼温度和时间不够合适, 在精炼期内也没有强制搅拌, 因而 O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, S 的含量在本试验中最高。

而采用强化精炼工艺+强烈搅拌的第三组工艺的合金正是找到了最佳的精炼温度和时间, 保证了充分的脱氧、脱碳、去硫、去氮, 而又防止坩埚反应的增氧作用, 因此该组的合金, 其 S, O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub> 含量很低。

第二组的合金因为没有加上强烈的电磁搅拌, 所以 S, O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub> 的含量在本试验中处于中间水平。

在研究氧含量对 DD3 性能的影响时发现氧小于 15ppm 并未看到有明显的差别, 对在 760℃ 大应力下氧量高于 10ppm 时持久寿命有所下降, 如表 2 所示。这可能与非金属夹杂含量及其在大应力下对中温持久性能有较大敏感性有关。

表 2 氧含量对 760℃ 持久性能的影响

炉号	O <sub>2</sub> (%)	$\tau$ (h: min)		
D15	0.0005	258: 00		
D12	0.0010	213: 50	187: 55	平均 200: 52
D14	0.0010	293: 45		
IV	0.0014	142: 10	149: 30	152: 50 170: 20 平均 153: 42

从提高零件合格率等综合考虑, O<sub>2</sub> 量控制在 < 0.0010wt% 是合适的。

#### 3.2 DD3 单晶合金的铸造性能

采用 DD3 合金先后浇注过 10 种不同型号的叶片, 包括实心的、空心的涡轮叶片, 其长度为 70mm~150mm, 均没有发现“雀斑”或“伪晶粒”的缺陷, 这是由于单晶合金没有晶界强化元素, 在很高的高 W/T<sub>0</sub> 比的单晶合金中常会由于元素的偏析造成“雀斑”而使叶片报废, 或者要求高温梯度炉子进行生产以减少或避免产生“雀斑”。DD3 合金用 G=30℃/cm 的炉子就可以生产出优质叶片, 说明 DD3 合金的定向凝固工艺性能很好, 这对降低铸造叶片的生产成本很有好处。

对叶片的显微疏松检查表明, 其显微疏松率皆小于 0.4%。

在采用翻转坩埚浇注叶片时, 由于要经过中间漏斗, 往往在其上残留有非金属夹杂物而影响进入铸型内的金属液纯净度, 从而造成单晶叶片废品率的增加, 这些废品因素分别为杂晶, 取向大于 15°, 表面夹杂, 从而使合格率只达到 8.33%。因此单晶叶片的生产采用陶瓷过滤网净化金属液是十分必要的。

为选择合适的过滤网, 对两种规格的 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 陶瓷过滤网进行了试验, 一种是线值孔数为 20~25 孔数/英寸的细网, 另一种为 10~15 孔数/英寸的粗网, 试验结

果示于表 3。

表 3 过滤和单晶叶片质量统计表

试验方案	单晶成功率 (%)	取向>15° (%)	冶金缺陷 (%)	毛坯合格率 (%)
无过滤网	79.2	20.8	45.8	12.5
粗过滤网	93.14	10.61	15.4	67.13
细过滤网	98.15	7.38	8.7	82.07

从表 3 可看出采用过滤网后叶片的合格率大大提高了,尤其是孔数为 20-25 孔数/英寸的细过滤网合格率达到 82%,这是因为细过滤网孔隙本身的机械阻挡和屏蔽作用以及对细小夹杂物的吸附作用均强于粗网的缘故。

在浇注单晶空心叶片时,没有发现有合金陶瓷型芯的反应问题。

综上所述可以看出 DD3 合金具有良好的铸造性

能,可以生产出合格率高的优质叶片。

3. 3 DD3 单晶叶片的性能

(1) 叶片取样的性能

测定叶片性能的  $\phi 3\text{mm}$  试样取自棒头,  $\delta=1\text{mm}$  的片状试样取自叶身。表 4 列出各种温度和应力下的持久试验结果。

从表中看出,薄壁单晶试片的性能比定向柱晶叶片更接近标准试样的性能。这是因为单晶叶片从成分上没有 C,在组织上没有横向晶界小段及 MC 碳化物。

(2) 模拟叶片的热冲击性能

用 DZ22B 和 DD3 合金制成模拟前后缘 R 及最大厚度的等截面模拟叶片进行  $40\rightarrow 931^\circ\text{C}$ , 应力为 250MPa 的热冲击试验,800 次循环试验结果表明由优质的 DD3 母合金浇注成的 DD3 叶片表现正常,涂层完好,伸长量小 (0.0129%),只为定向叶片伸长量的一半,而该定向叶片在相同试验条件下纵向已出现裂纹,涂层剥落伸长量为 0.256%。

表 4 不同试样在不同温度下的性能

叶片号	试样规格	试验温度 ( $^\circ\text{C}$ )	应力 (MPa)	时间 (时:分)	$\delta$ (%)	$\psi$ (%)	技术条件	$\phi 5$ 试样 (时:分)	$T_{\text{非标准}}$ $T_{45}$
D1-2-1 DD45-3-1 DD34-3-1	$\phi 3$	760	785	128: 20	21.6	33.03	$\geq 70\text{h}$		
				125: 35	19.2	29.83			
				138: 20	21.7	29.14			
D1-2-2 DD34-3-2 DD45-3-2		800	647	176: 00	20.93	39.51			
				120: 05	22.93	35.58			
				144: 05	18.13	26.69			
D2-2-1 DD-2-3 DD32-1-1		950	245	103: 00	—	48.65			
				96: 20	—	53.21			
				98: 15	32.28	48.65			
OD2-1-1 OD13-1	$\delta=1\text{mm}$	850	510	69: 40 70: 39	21.1 20.9			112: 50	0.62
OD9-1	片状试样	1000	196	87: 30	9.8				
定向叶片		850	490	56: 11	18.1			126: 47	0.44

4 结论

- (1) DD3 合金具有优越的铸造性能。
- (2) 叶片性能和热冲击性能令人满意。
- (3) 为了确保 DD3 单晶合金的质量,在冶炼其母合金时应遵循如下的原则:

- a) 严格控制加入的碳量,并选用优质原材料。
- b) 采用高温高真空强化精炼+搅拌的工艺保证合金有极低的 C, S,  $\text{O}_2$ ,  $\text{N}_2$  含量,以减少 MC 碳化物、夹杂等裂纹源。

- c) 严格执行铸造工艺规程,为提高进入铸型的金属液的纯净度,应在浇口杯内放置线值孔数为 20~25 孔数/英寸的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  陶瓷过滤网。

参考文献

1. 吴仲棠; 温仲元, 陈德厚: 金属学报, 4, 1987, B171  
2. Versmyder F. L., Shank M. E, Mat. Eng., 6, 1970, 123.