

# 抽拉速率对一种镍基单晶高温合金凝固参数和凝固组织的影响

Effects of Withdrawal Rate on Solidification Parameters and Microstructure of a Nickel-base Single Crystal Superalloy

金 涛, 李金国, 赵乃仁, 王 震, 孙晓峰, 管恒荣, 胡壮麒  
(中国科学院金属研究所, 沈阳 110016)

JIN Tao, LI Jin-guo, ZHAO Nai-ren, WANG Zhen, SUN Xiao-feng,  
GUAN Heng-rong, HU Zhuang-qi  
(Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

**摘要:** 研究了不同的铸型抽拉速率对镍基单晶高温合金 DD98 的凝固参数及显微组织的影响。结果表明, 随着抽拉速率降低, 固-液界面前沿的温度梯度显著提高, 糊状区宽度减小。抽拉速率较低时, 温度梯度在整个凝固过程中变化比较平稳。提高抽拉速率使 DD98 合金由胞状凝固转变为枝状凝固,  $\gamma$  相尺寸减小, 并且由不规则形状逐渐变为规则的立方体形状,  $\gamma/\gamma$  共晶量增加, 共晶中的初生  $\gamma$  相尺寸逐渐减小。

**关键词:** 单晶高温合金; 抽拉速率; 凝固参数; 显微组织

中图分类号: TG244 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381 (2002) 03-0036-04

**Abstract:** Effects of withdrawal rate on solidification parameters and microstructure of a nickel-base single crystal superalloy were investigated. The results show that, with the decrease of the withdrawal rate, the temperature gradient in solid-liquid interface is increased obviously and the width of mushy zone was reduced. The temperature gradient is stable when the withdrawal rate is very low. With the increase of the withdrawal rate, the morphology of liquid-solid interface transforms from cellular to dendritic, the size of the  $\gamma$  precipitates decreases, the shape of  $\gamma$  precipitates tend to regular, the amount of  $\gamma/\gamma$  eutectic increases and the size of primary  $\gamma$  precipitates in  $\gamma/\gamma$  eutectic decreases.

**Key words:** single crystal superalloy; withdrawal rate; solidification parameter; microstructure

随着燃气涡轮进口温度的不断提高, 对叶片材料高温性能的要求愈来愈苛刻。单晶高温合金由于其优异的高温性能, 已广泛用于制造先进涡轮发动机叶片<sup>[1-3]</sup>。高速凝固工艺 (High Rate Solidification, 简称 HRS) 是生产单晶叶片普遍采用的定向凝固工艺, 铸型抽拉速率是其中一个非常重要的参数。为提高一种新型镍基单晶高温合金 DD98 的性能, 确定优化的定向凝固工艺参数, 并加深对合金凝固过程的认识, 在大型单晶炉上以不同的铸型抽拉速率制备单晶试棒, 并利用自行开发的单晶生长温度自动采集系统, 研究抽拉速率对该合金的凝固参数及显微组织的影响。

## 1 实验方法

实验在工业用大型双区加热 ZGD-2 真空单晶炉

中进行。采用刚玉铸型, 每个模组可同时浇注 6 根  $\phi 6\text{mm}$  的试棒。沿凝固方向装有 8 副 W-Re 热电偶。单晶炉的上区加热温度为 1500℃, 下区加热温度为 1600℃。浇注温度为 1600℃。结晶器冷却水的温度和压力固定不变。静置 4min 后开始抽拉, 抽拉速率分别为 0.5, 2, 6 和 12mm/min。采用自行开发的计算机数据采集系统对单晶生长过程中的温度数据进行采集和整理, 微机的采样周期为 2s。试验合金为 Ni-Cr-Al-Ti-W-Mo-Co-Ta 系单晶高温合金 DD98。用光学显微镜及扫描电镜 (SEM) 观察合金的凝固组织。

## 2 实验结果与讨论

### 2.1 抽拉速率对单晶凝固参数的影响

本实验所采用的四种抽拉速率均生长出单晶试棒。图 1 为抽拉速率为 0.5mm/min 时各测温点的冷却曲线, 其中 A, B, C, D, E, F, G, H 分别代表

8 副热电偶沿单晶生长方向不同高度的测温点, 各测温点相对结晶器表面的高度分别为 225, 195, 165, 135, 105, 77, 40, 15mm。对四种抽拉速率的单晶凝固-冷却曲线进行热分析 (温度梯度的计算方法见文献 [4]), 得出的凝固参数见图 2 和图 3。

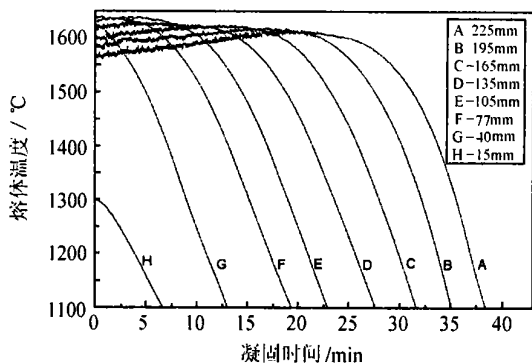


图 1 抽拉速率为 0.5mm/min 时各测温点冷却曲线  
(上区控制温度 1500、下区控制温度 1600)

Fig. 1 Temperature variation of the each measurement point when withdrawal rate is 0.5mm/min  
(upper zone temperature is 1500 and lower zone temperature is 1600)

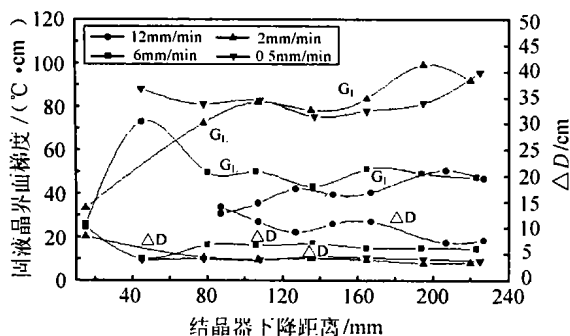


图 2 不同抽拉速率下温度梯度  $G_L$  和糊状区  $\Delta D$  随时间的变化

Fig. 2 Variation of thermal gradient and width of mushy zone during the single crystal solidification with different withdrawal rate

由图 2 可见, 当上下区加热温度分别选定为 1500 和 1600 时, 不同铸型抽拉速率下固液界面前沿的温度梯度也不同。当抽拉速率为 12mm/min 时, 温度梯度大约为 30~40 /cm; 当抽拉速率为 6mm/min 时, 温度梯度大约为 40~50 /cm; 当抽拉速率为 2mm/min 时, 温度梯度大约为 70~100 /cm; 而当抽拉速率为 0.5mm/min 时, 温度梯度大约为 80~100 /cm。即在相同的上下区加热温度下, 随着铸型抽拉速率的降低, 温度梯度显著提高。抽拉速率较低时, 温度梯度在整个凝固过程中比较平稳。

图 3 表明, 随着铸型抽拉速率的降低, 固液界面逐渐趋近于隔热挡板, 当抽拉速率为 12mm/min 和 6mm/min 时, 整个试样凝固时的固液界面均在隔热挡板以下, 不利于温度梯度的提高; 当抽拉速率为 2mm/min 时, 固液界面基本位于隔热挡板附近, 固液界面温度梯度较高; 而当抽拉速率为 0.5mm/min 时, 试样凝固一定长度后固液界面开始位于隔热挡板的上方。可以看出, 即使凝固工艺条件相同, 由于试样各部位的热传输条件不同, 凝固参数也是变化的。

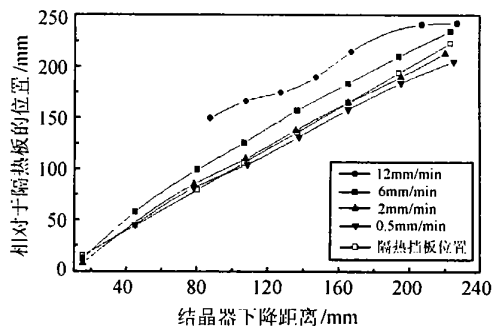


图 3 不同抽拉速率下固液界面前沿与隔热挡板相对位置随时间的变化

Fig. 3 Variation of locations of liquid-solid

interface and baffle with different withdrawal rate

## 2.2 抽拉速率对合金凝固组织的影响

合金凝固时的成份过冷判据方程为<sup>[5]</sup>:

$$\frac{G_L}{R} = \frac{m_L G_0 (1 - k)}{D_L k} \quad (1)$$

式中  $G_L$  为熔体固液界面温度梯度,  $R$  为凝固速率,  $m_L$  为该合金系相图中的液相线斜率,  $G_0$  为该合金溶质含量,  $k$  为溶质分配系数,  $D_L$  为溶质在液相中的扩散系数。

对于简单的固溶体合金, 只有保持 (1) 式成立, 才能得到平界面生长的定向凝固组织。随着凝固速率  $R$  的增加, 平界面将失稳, 导致凝固界面形态从平面向胞状、粗枝、细枝界面转变。本试验采用成份较复杂的多相合金, 在工业用炉上得到了胞状、枝晶两种凝固组织 (见图 4)。当抽拉速率为 0.5mm/min 时, 合金以胞状晶生长, 较高的抽拉速率下为枝晶生长, 并且随着抽拉速率的增加, 枝晶逐渐变细, 枝晶间距也逐渐减小。

在枝晶凝固区, 一次枝晶间距主要由  $G_L^{-1/2} R^{-1/4}$  决定 ( $G_L$  为液相线前沿的温度梯度,  $R$  为晶体生长速度), 随着抽拉速率的增加, 液相线前沿温度梯度降低, 在生长速率较低的情况下, 随着生长速率的增加, 温度梯度降低值较小。总的来说,  $G_L^{-1/2} R^{-1/4}$  值逐渐变小, 所以一次枝晶间距逐渐减小。

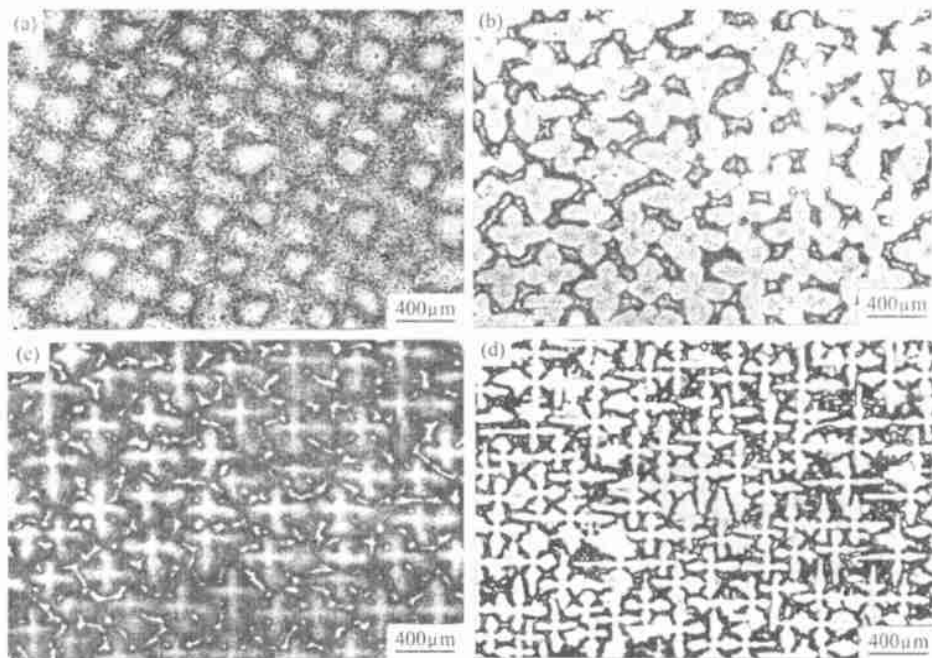


图4 不同抽拉速率下的枝晶形貌 (25×)

Fig. 4 Dendrite morphology at different withdrawal rates

(a)  $R = 0.5 \text{ mm/min}$ ; (b)  $R = 2 \text{ mm/min}$ ; (c)  $R = 6 \text{ mm/min}$ ; (d)  $R = 12 \text{ mm/min}$

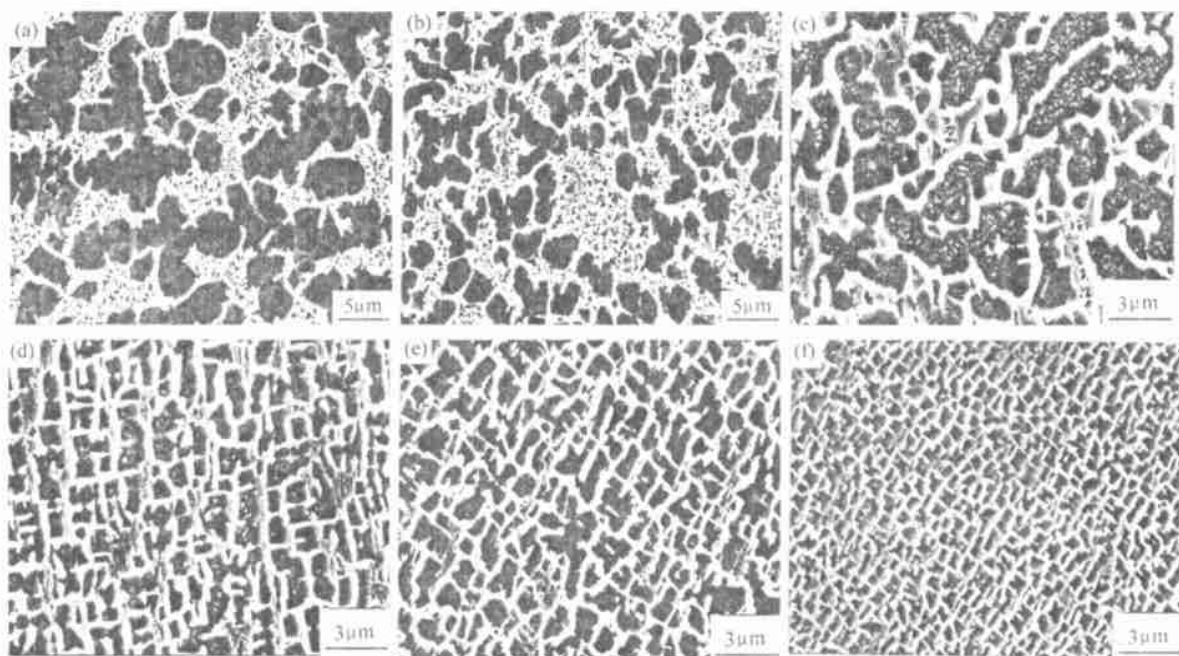


图5 不同抽拉速率下的 $\gamma$ 相形貌

Fig. 5  $\gamma$  morphology at different withdrawal rates

(a) interdendritic,  $0.5 \text{ mm/min}$ ; (b) dendritic core,  $0.5 \text{ mm/min}$ ; (c) interdendritic,  $6 \text{ mm/min}$ ;  
(d) dendritic core,  $6 \text{ mm/min}$ ; (e) interdendritic,  $10 \text{ mm/min}$ ; (f) dendritic,  $10 \text{ mm/min}$

图5为不同抽拉速率下的 $\gamma$ 相。在胞状凝固的组织中, $\gamma$ 相沉淀的大小和分布不均匀,在胞晶干处,分

布着尺寸较小的 $\gamma$ 相,而在胞晶间处则分布着粗大的 $\gamma$ 相,胞晶干和胞晶间处的 $\gamma$ 相形状都不规则。在枝

状凝固的单晶组织中, 在枝晶干处的  $\gamma$  相细小, 且基本呈规则的立方体形状, 而枝晶间  $\gamma$  相仍然较粗大且呈不规则形状。随着抽拉速度的提高, 枝晶间和枝晶干的  $\gamma$  相尺寸都减小。

在单晶高温合金的铸态组织中,  $\gamma$  相是通过两种方式形成的<sup>[6]</sup>, 当枝晶间残余液相的溶质元素含量达到共晶成份时发生共晶反应而生成初生  $\gamma$  相, 绝大部分的  $\gamma$  相是由过饱和的  $\gamma$  相中脱溶而生成的<sup>[7]</sup>。当合金以胞状凝固时, 抽拉速率较低, 冷速较小, 溶质的过饱和度和过饱和  $\gamma$  固溶体的过冷度都较小, 所以形核较少<sup>[8]</sup>,  $\gamma$  相的长大时间较长, 因而形成非常粗大

的  $\gamma$  相, 形状不规则。当合金以枝状凝固时, 在枝晶间富集了 Al, Ti, Ta 等  $\gamma$  相形成元素, 造成在枝晶间的过饱和度较枝晶干处的大, 使枝晶间  $\gamma$  相形核较早, 长大时间较长, 也使枝晶间处  $\gamma$  相尺寸较大。

图 6 是不同抽拉速率下单晶合金组织中  $\gamma/\gamma$  共晶组织形貌。在胞晶组织中, 含有少量的共晶, 共晶组织中有粗大的块状初生  $\gamma$  相, 在枝晶组织中,  $\gamma/\gamma$  共晶组织的量增加, 尺寸也较大。随着抽拉速率的提高, 枝晶组织中的共晶组织小而分散, 在共晶芯部  $\gamma$  相和  $\gamma$  相分布比较均匀, 形状和排列较规则, 而在共晶冠处的粗大  $\gamma$  相尺寸变小, 但总量增加。

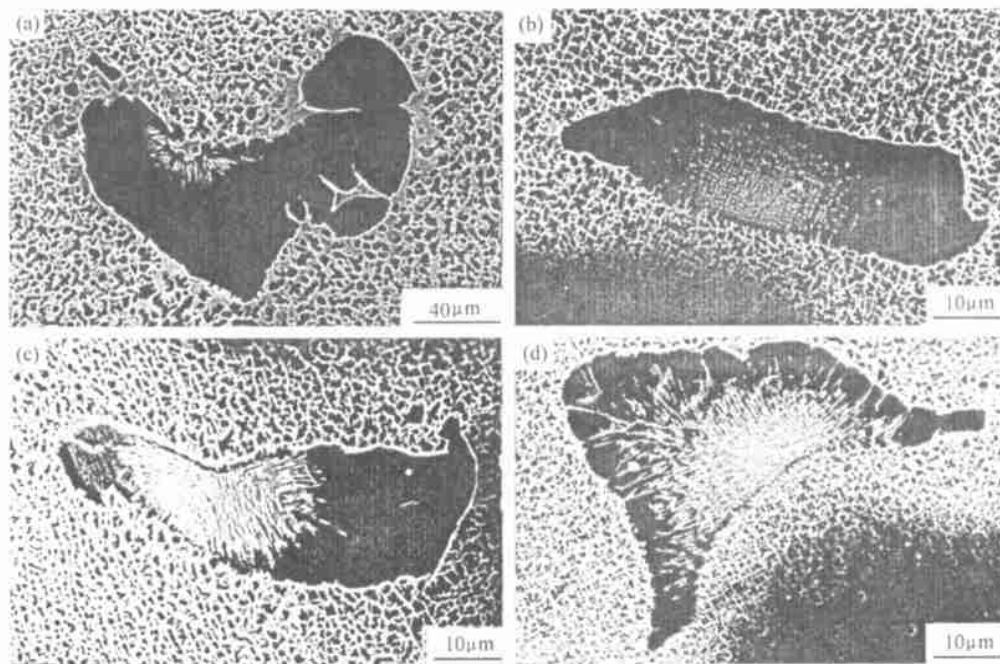


图 6 不同抽拉速率下的  $\gamma/\gamma$  相形貌

Fig. 6  $\gamma/\gamma$  eutectic morphology at different withdrawal rates  $R$

(a)  $R = 0.5 \text{ mm/min}$ ; (b)  $R = 2 \text{ mm/min}$ ; (c)  $R = 6 \text{ mm/min}$ ; (d)  $R = 10 \text{ mm/min}$ ;

DD98 单晶合金的元素总量并未达到共晶成分, 本实验条件下的合金凝固为非平衡凝固, 胞状凝固时, 胞晶不断地向胞晶前沿和胞晶间排出溶质, 枝晶凝固时, 枝晶前端排除的 Al, Ti, Ta 等正偏析元素在枝晶间富集, 当胞晶间或枝晶间液相成分达到共晶成分时即出现共晶组织。由于胞状凝固时偏析程度较小, 故共晶量较少。而提高拉速使凝固速率增大, 不利于凝固过程中固相溶质的扩散, 同时也增加了糊状区的宽度, 枝晶间残余液相增多, 这些液体由于偏析程度较大, 都已达到共晶成分, 因此形成的共晶量较多。

### 3 结论

(1) 铸型抽拉速率对 DD98 合金的凝固参数有直接影响。随着抽拉速率的降低, 固液界面前沿的温度梯度显著提高, 糊状区宽度减小。抽拉速率较低时, 温度梯度在整个凝固过程中的变化比较平稳。

(2) 铸型抽拉速率也明显影响合金的凝固组织。提高抽拉速率使 DD98 合金由胞状凝固转变为枝状凝固,  $\gamma$  相尺寸变小, 并由不规则形状逐渐变为规则的立方体形状。 $\gamma/\gamma$  共晶的量逐渐增加, 共晶中的初生  $\gamma$  相尺寸逐渐减小。枝晶干的  $\gamma$  相比枝晶间的细小且形状规则。

(下转第 48 页)

艺永恒的追求目标。

70年代初,美国空军材料试验室(AFML)预测,在10年内每台先进发动机将有20~25%高度完整构件是粉末高温合金。但现今的用量仅占发动机用高温合金生产量的10%以下<sup>[6]</sup>。阻碍粉末高温合金广泛应用的主要问题之一就是成本过高。降低粉末高温合金的成本主要有如下几方面,一是降低合金材料自身的成本,通过对合金成分的调整,省去某些稀贵金属元素或用较便宜的金属元素代替。目前第三代粉末高温合金的一个研究方向,就是开发低成本民用粉末高温合金。二是提高雾化制粉的成品粉收得率。在这一方面,氩气雾化制粉具有优势。三是选择低成本的成型工艺。直接热等静压成型工艺,由于工艺简单,成本低,而且可以获得综合性能良好的粉末高温合金,所以在今后若干年内,对于等离子旋转电极粉末的成型,其仍将是一个研究的重点。四是制订适宜的无损检测标准,提高制件的成品率。多年的实践表明,采用一些过于严格的检测标准和不必要的措施手段,只能是降低产品的成品率,而且障碍和限制了粉末冶金高温合金技术的发展。

**4.5 在粉末冶金高温合金工艺中,计算机模拟技术得到迅速发展。**

目前在欧美等国,采用计算机技术进行合金成份设计,等温锻造成型过程的计算机模拟,热处理数学模型的建立(包括预测组织和性能的分布,淬火应力分布等),已越来越普遍,而俄罗斯也在热等静压包套的设计,预制坯设计和锻造模具设计等方面成果显著。我国目前在“盘件的热处理数学模型的建立”、“等温锻造过程的数值模拟”等方面开展了研究工作,并取得了成果。伴随着粉冶高温合金技术的不断发展,计算机模拟技术在其中的应用会越来越广泛。

## 5 结论

粉末冶金高温合金工艺经过三十多年的研究和发展,在制粉和粉末处理工艺、成型工艺、热处理工艺等多方面都取得了显著的成绩,目前粉末高温合金已成为高推比先进航空发动机涡轮盘材等关键部件制造的首选材料,在美、俄等国得到普遍应用,今后在超细粉的制造工艺、真空脱气处理工艺、计算机模拟技术及新型粉末高温合金的研制等方面都将会得到深入和发展。

### 参考文献

- [1] 国为民,陈淦生.不同成型工艺对FGH95组织和性能的影响[J],哈尔滨理工大学学报,1998,3(2):23—27.
- [2] 扬士仲,李力.粉末冶金高温合金[C].高温合金四十年文集,

北京:钢研总院,1996.

- [3] 国为民,冯涤.俄罗斯粉末高温合金工艺的研究和发展[J].粉末冶金工业,2000,10(1):20—27.
- [4] 国为民,宋普生,吴剑涛,等.粉末高温合金的研制和展望[J].粉末冶金工业,1999,9(2):9—16.
- [5] 李力,杨士仲,劲熙.热等静压及其加锻造和热挤压粉末高温合金FGH95的组织 and 性能[J].钢铁研究总院学报,1985,5(4):411—415.
- [6] 俞克兰,周光核.盘件用粉末高温合金的发展与应用[C].FGH95粉末高温合金论文集,北京:航空材料研究所,1990,7:1—8.
- [7] 国为民,陈淦生,张凤戈.FGH95中央杂对低周疲劳性能的影响[J].金属学报,1999,35,Suppl.2:355—357.
- [8] 邹金文,汪武祥.粉末高温合金中央杂物特性及其质量控制[J].粉末冶金技术,2001,19(1):7—11.
- [9] 李力.粉冶高温合金近况[J].国外金属材料,1985,8:48—53.

收稿日期:2001-10-28; 修订日期:2002-02-06

作者简介:国为民(1965-),男,汉族,博士,高级工程师,从事粉末高温合金的研究和开发,联系地址:北京海淀区学院南路76号,钢铁研究总院高温材料研究所(100081)。

\* \* \* \* \*

(上接第39页)

### 参考文献

- [1] Nathal M V, Ebert L J. Influence of composition on the microstructure and mechanical properties of a nickel-base superalloy single crystal. Proc. 5th Int. Symposium on Superalloys, ed. by Gell M. et al., Warrendale, PA, TMS, 1984: 125.
- [2] T Khan. Heat-Resistant Materials/Superalloys. Advanced Materials & Processes, 1990, 137(1): 19.
- [3] 陈荣章.单晶高温合金发展现状[J].材料工程,1995,(8):3.
- [4] A F Giamei, J S Erickson. Computer applications in directional solidification processing. Proc. 3th Int. Symposium on Superalloys, ed. by B. H. Kear et al., Baton Rouge, LA, Claitor publishing, 1976: 405.
- [5] Rutter J W, Chalmers B. A prismatic substructure formed during solidification of metals. Can. J. Phys., 1953, 31: 29.
- [6] 杜炜.高梯度定向凝固单晶高温合金的组织与性能[D].西北工业大学博士学位论文,1998.
- [7] 郭喜平.单晶高温合金的界面形态与组织性能及蠕变断裂的关系[D].西北工业大学博士学位论文,1992.
- [8] 肖纪美.合金相与相变[M].北京:冶金工业出版社,1987.

收稿日期:2001-10-20; 修订日期:2002-02-04

作者简介:金涛(1964-),男,研究员,从事单晶高温合金研究,联系地址:沈阳文化路72号,中国科学院金属研究所高温合金室(110016)。