型壳中央散热对 DD6 单晶高温合金凝固组织与 持久性能的影响

乐献刚¹,周亦胄²,尚 伟¹,裴延玲³,顾 \mathbb{R}^{1} ,孙长波¹

(1. 沈阳黎明航空发动机(集团)有限责任公司,辽宁 沈阳 110043)

(2. 中国科学院沈阳金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)

(3. 北京航空航天大学,北京 100083)

摘 要: 以国内第2代单晶高温合金 DD6为研究对象,研究了型壳中央散热对其凝固组织与持久性能的影响。结果表明,与合金中柱型壳相比,石墨中柱型壳能有效地改善单晶凝固过程中温度场的均匀性,提高温度梯度,有利于保持单晶凝固过程中热流方向的平直。因此,石墨中柱型壳有利于降低一次枝晶间距,细化 *y-y*'共晶相,减少单晶生长方向与[001]方向的角度差,使单晶高温合金获得较高的持久寿命。

关键词:型壳中央散热;单晶高温合金;温度场;凝固组织;持久寿命

中图法分类号: TG132.3⁺2

文献标识码: A 文章编号: 1002-185X(2016)08-2057-07

单晶高温合金由于消除了晶界这一高温薄弱结构, 从而具有良好的持久寿命、低的蠕变速率和优异的抗热 疲劳性能^[1,2],已逐渐成为国内外先进航空发动机和燃 气涡轮发动机涡轮叶片制造的关键材料。单晶高温合金 叶片的制造基础是定向凝固技术。大量研究表明,提高 定向凝固过程中固液界面前沿的温度梯度以及控制固 液界面的形态,能够减少杂晶和小角晶界缺陷的形成几 率,降低单晶高温合金的取向偏离度以及细化枝晶组 织,从而保证单晶铸件具有优良的高温力学性能^[3-8]。

为了提高温度梯度以及有效控制固液界面形态, 过去的工作主要集中在定向凝固炉结构改进以及定 向凝固工艺优化两个方面。熊继春等^[9]通过采用加热 炉上下分区加热的方式,把固液界面区域加热到更高 的温度,进而提高铸件中的温度梯度。乐献刚等^[10] 通过优化隔热挡板的结构,使铸件从加热区进入到冷 却区时温度变化更为剧烈,从而使得定向凝固过程中 的温度梯度得到提高。U. Betz^[11]通过优化定向凝固 炉冷却系统的结构,增大铸件的辐射散热效率,以提高 铸件中的温度梯度。何国等^[12]的研究结果表明,随着 定向凝固抽拉速度的降低,固液界面更加平直,糊状区 进一步缩小,有利于增大凝固过程中的温度梯度。

Ma的研究结果表明^[13],通过在单晶叶片陶瓷型 壳的缘板部位增加石墨良性导体,可以改变铸件缘板 部位的温度场分布,减少了缘板处杂晶的形成几率。 受该研究的启发,本工作研究陶瓷型壳散热结构设计 对单晶铸件凝固过程中温度梯度、固液界面形态以及 单晶高温合金力学性能的影响。显然,在定向凝固炉 结构以及定向凝固工艺实现了最佳优化后,陶瓷型壳 散热结构设计是进一步提高铸件中温度梯度、改善固 液界面形态和提高单晶高温合金力学性能的另一条 有效途径。

1 实 验

选用 DD6 单晶高温合金作为研究对象,其名义 成分见表 1。

为了研究陶瓷型壳散热结构设计对铸件凝固过 程中温度梯度、固液界面形态以及单晶高温合金力学 性能的影响,采用 2 组不同的陶瓷型壳,如图 1 所示。 其中一组型壳带有一根直径为 20 mm 中柱管,浇注 时 DD6 合金熔体充满整根中柱管形成合金中柱(图 la);另一组型壳采用直径为 20 mm 的纯石墨棒作为 中柱,底部与结晶器接触,目的是改变型壳的中心散 热条件(图 1b)。每组型壳浇注 6 根单晶试棒,型壳 直径都是 200 mm。

定向凝固实验在高速水冷定向凝固炉中进行。型 壳上区和下区加热温度分别为 1530 和 1550 ℃,将

收稿日期: 2015-08-07

基金项目: 国家自然科学基金 (51202008); 中国博士后科学基金 (2013M540037)

作者简介:乐献刚,男,1984年生,硕士,沈阳黎明航空发动机(集团)有限责任公司,辽宁 沈阳 110043,电话: 024-24383858, E-mail: yuexiangang@sina.com

表 1 DD6 合金的名义成分

Table 1Nominal composition of DD6 alloy (ω /%)

| Cr | Co | Mo | W | Та | Re | Nb | Al | Hf | С | Ni |
|-----|----|----|---|-----|----|-----|-----|-----|------|------|
| 4.3 | 9 | 2 | 8 | 7.5 | 2 | 0.5 | 5.6 | 0.1 | 0.06 | Bal. |

DD6 合金熔体加热到 1550 ℃后浇注到型壳中。螺旋 选晶段的拉晶速率为 5 mm/min, 单晶试棒段的拉晶 速率为 3 mm/min。

采用光学显微镜观察枝晶形态,用单位面积计算 法测定一次枝晶间距。采用 Laue 法测定单晶晶体的 [001]取向偏离度。采用比面积法测定 y/y'共晶含量。

对单晶试棒进行热处理,热处理制度如下:固溶 处理,1290 ℃/1 h+1300 ℃/2 h+1315 ℃/4 h,空冷; 一次时效,1120 ℃/4 h,空冷;二次时效,870 ℃/32 h,空冷。从热处理后的试棒上切取试样加工成持久 性能试棒,在 F-25 型持久试验机上进行持久试验, 测试条件为1100 ℃/130 MPa。

采用 Procast 软件模拟 2 种不同陶瓷型壳中的合 金熔体在定向凝固过程中的温度场分布及固液界面 形状,并与实验结果进行对比。



图 1 陶瓷型壳结构示意图

Fig.1 Schematic diagrams of ceramic molds: (a) with alloy center pillar and (b) with graphite center pillar

2 实验结果

2.1 一次枝晶间距与共晶含量

图 2 显示了 2 种不同陶瓷型壳浇注出的 DD6 单晶 试棒顶部的铸态组织。采用合金中柱型壳制备出的 DD6 单晶试棒中一次枝晶较为粗大,枝晶间的白色共晶组织 较多。而采用石墨中柱型壳制备出的 DD6 单晶试棒中一 次枝晶相对细小,枝晶间的白色共晶相对较少。

图3量化比较了2种不同陶瓷型壳浇注出的DD6 单晶试棒顶部不同区域的一次枝晶间距,其中区域1 为最远离中柱的区域(靠近水冷环侧),区域2为试 棒中心,区域3为最靠近中柱的区域。采用石墨中柱 型壳制备出的DD6单晶在不同区域的一次枝晶间距 均小于采用合金中柱型壳制备出的DD6单晶。对于 2种型壳都是区域1的枝晶间距最小、区域3次之、 区域2最大,这说明区域1的散热条件最好、区域3 次之、区域2最差,因此区域1的温度梯度最高、区 域3次之、区域2最低。

2 种不同陶瓷型壳浇注出的 DD6 单晶试棒中的 y/y'共晶组织形貌见图 4。采用合金中柱型壳制备出的 DD6 单晶试棒中 y/y'共晶组织数量多且尺寸较大,呈 聚集分布。而采用石墨中柱型壳制备出的 DD6 单晶 试棒中 y/y'共晶组织数量较少且尺寸也相对较小,呈



图 2 不同型壳制备出的 DD6 合金试棒中的枝晶形貌

Fig.2 Dendrite morphologies in DD6 alloy cast by different molds: (a) mold with alloy center pillar and (b) mold with graphite center pillar



图 3 不同型壳制备出的 DD6 单晶试棒在不同区域的一次枝晶 间距比较

Fig.3 Quantitative evaluation of primary dendrite arm spacing at different regions in DD6 alloy casted by different molds





Fig.4 Eutectic morphologies in DD6 alloy cast by different molds: (a) mold with alloy center pillar and (b) mold with graphite center pillar

均匀分布。统计测量结果表明,前者试棒中的共晶体积百分数为 5.6%,后者试棒中的共晶体积分数为 3.2%。

2.2 取向偏离

图 5 比较了 2 种不同陶瓷型壳浇注出的 DD6 单 晶试棒的[001]取向偏离角度。采用合金中柱型壳制 备出的 6 根 DD6 单晶试棒中,[001]取向偏离角度大 于 5 °的试棒有 3 根;6 根试棒的[001]平均取向偏离角 度为 6.1°。采用石墨中柱型壳制备出的 6 根 DD6 单 晶试棒中,[001]取向偏离角度大于 5°的试棒只有 1 根;6 根试棒的[001]平均取向偏离角度为 4.9°。显然, 采用石墨中柱型壳制备单晶铸件时得到低取向偏离 角度铸件的几率更高。

2.3 Procast模拟结果

图 6a 为合金中柱型壳中固液界面横截面处温度 场分布的模拟结果。试棒在远离中柱的外侧散热能力 较强,冷却较快,温度相对较低;靠近中柱的内侧散 热能力相对较弱,冷却较慢,温度较高;试棒中心散 热能力最差,冷却最慢,温度最高。但是在石墨中柱 型壳中,试棒在靠近中柱的内侧散热能力得到极大改 善,如图 6b 所示。由于单晶试棒固液界面周向散热能 力的提高,试棒中部散热能力也得到明显改善,与图 6a 结果相比散热更加均匀,高温区分布主要集中在试 棒中心,且中心区域与周向温度差得到进一步缩小。

图 7a 为合金中柱型壳中单晶凝固过程中固液界 面模拟结果。上部为未凝固的高温金属液,下部为已 凝固的单晶组织,中间为糊状区,糊状区高度大约为 26 mm, 糊状区上部部分区域已经处于隔热挡板上 部,会受到热区加热器辐射散热影响,因此上部糊状 区界面呈现向中柱管倾斜的趋势。而在固液界面下区 主要处于冷却区域,对于合金中柱型壳来说,由于中 柱管内的金属液温度较高,单晶试棒固液界面远离中 柱管区域散热能力要大于靠近中柱管区域散热能力, 因此固液界面曲线会呈现如图 7b 所示形状,倾斜角 大约为 6°。对于石墨棒中柱型壳来说, 从图 7c、7d 可以看出,单晶凝固过程中糊状区上部受加热器影响 其倾斜形状与合金中柱型壳类似,但其糊状区高度降 低了 27%左右, 仅为 19 mm; 此外与合金中柱型壳倾 斜的固液界面相比,石墨中柱型壳其固液界面明显要 平坦很多。



- 图 5 不同型壳制备出的 DD6 合金试棒的<001>取向偏离角度
- Fig.5 Misorientation angles of <001> direction in DD6 alloy cast by different molds



图 6 不同型壳中固液界面横截面处温度场分布的模拟结果 Fig.6 Simulation of thermal field at the solid/liquid interface: (a) mold with alloy center pillar and (b) mold with graphite center pillar

2.4 持久性能

单晶试棒经标准热处理后加工成持久性能试样, 在 1100 ℃/130 MPa 条件下进行持久性能测试,结果 如图 8 所示。可见,石墨中柱型壳制备的单晶试棒持 久性能明显优于合金中柱型壳制备的单晶试棒,合金 中柱型壳制备的单晶试棒持久断裂时间和断裂延伸 率平均值分别为 176.4 h 和 22.4%;而石墨中柱型壳单 晶试棒持久断裂时间和延伸率平均值分别为 224.4 h 和 32.9%,较合金中柱型壳单晶试棒分别提高了 27.2%和 46.8%。

3 讨 论

3.1 合金中柱型壳对单晶凝固过程中温度场及凝固组 织的影响

工业生产中常采用快速凝固法(HRS 法)制备 单晶。隔热挡板将加热区域和冷却区域隔离开来,形 成有效的正向温度梯度,如图 9 所示^[14]。在定向凝 固过程中,挡板下部的金属液主要通过底部结晶器和 周围的水冷环及炉壁进行散热。对于合金中柱型壳来 说,由于高温合金导热效果差,当凝固距离超过 100 mm 以后底部结晶器导热作用非常小,合金散热主要 通过向四周的水冷环进行辐射散热。



- 图 7 不同型壳单晶凝固过程中固液界面模拟结果
- Fig.7 Simulation of solid-liquid interface by different molds:(a, b) mold with alloy center pillar and (c, d) mold with graphite center pillar





Fig.8 Stress rupture life (a) and fracture elongation (b) at different molds





solidification process of the mold with alloy center pillar

在定向凝固过程中,枝晶间距取决于凝固界面处 的散热条件,散热能力越强,冷却速率越大,温度梯 度高,枝晶生长过程中分支较多,且枝晶生长较快, 相应的枝晶间距也较小^[9]。试棒靠近水冷环的区域散 热效果较好,冷却速度快,相应的一次枝晶间距较小; 而靠近中柱管的区域,由于中柱管充满了金属液,中 柱管的高温金属液会向周围试棒进行辐射散热,导致 试棒 3 区金属液温度高,凝固较慢,其一次枝晶间距 也较大。

散热快的区域冷却速度快,局部温度梯度较高, 一次枝晶数量多且枝晶间距较小,固液界面处的糊状 区被先凝固的枝晶干分割成更多更细的熔池,因此凝 固后期形成 y-y'共晶在枝晶间呈细小分散状。而散热 较慢的区域,凝固速度较慢,局部温度梯度较低,一 次枝晶数量少且粗大, y-y'共晶尺寸较大、且以块状 聚集态分布。

此外由于试棒不同区域散热效果不同,凝固过程 中冷却速度也存在差异,靠近水冷环区域先凝固,而 靠近中柱管及试棒中央部位后凝固,使定向凝固过程 中整个固液界面呈现出如图9所示的倾斜状,图7a、 7b 模拟结果也证实了这一点。对于具有突变界面的 单晶叶片在定向凝固过程中这种固液界面倾斜角会 更大,有时能达到15°左右。

不同区域散热效果的差异也会使热流方向偏离 单晶生长过程中的[001]择优取向,由于晶体实际生 长方向介于热流方向和[001]方向之间,使晶体取向 差偏大。在单晶叶片制备过程中,由于叶片截面突变 导致不同区域散热效果存在明显差异使晶体取向偏 差更大。单晶叶片生长过程中晶体取向偏差随着倾斜 状的固液界面进一步加剧,导致局部过冷形核而出现 杂晶,特别是单晶叶片截面突变的缘板部位更容易出 现杂晶。热流方向的偏离以及固液界面的倾斜也使单 晶叶片制备过程中容易出现小角度晶界等冶金缺陷。

3.2 石墨中柱型壳对单晶凝固过程中温度场及凝固组 织的影响

石墨中柱型壳与合金中柱型壳最大的区别在于 单晶凝固过程中整体散热的均匀性。通过采用具有优 良导热性能的石墨材料来增加中柱管散热能力,在型 壳中央形成中央散热系统,可在凝固过程中获得一个 相对均匀的温度场,如图 10 所示。

相对于 DD6 单晶高温合金(导热系数为 48 W/K m),纯石墨材料的导热系数高达 1500 W/K m, 为高温合金的 30 倍。与高温合金凝固距离超过 100 mm 导热能力忽略不计相比^[15],石墨材料在该条件下 依然具有良好的导热效果。此外由于石墨棒是黑色材 料,黑度也较大,真空条件下辐射吸热效果更好。型 壳与水冷环、中柱管辐射散热遵循下列关系^[16,17]:

$$q = \frac{C_{\rm s}(T_1^4 - T_2^4)}{\frac{1}{\varepsilon_1} + \frac{F_1}{F_2}(\frac{1}{\varepsilon_2} - 1)}$$
(1)

式中,q 为热流量(表征高温物体向低温物体辐射散热 能力), C_s 为斯特藩-玻尔兹曼常数(该值约为 5.67×10⁻⁸ W m⁻² K⁻⁴), ε_1 、 ε_2 分别高温物体和低温物 体黑度, F_1 、 F_2 分别为高温物体和低温物体表面积, T_1 、 T_2 分别为高温物体和低温物体温度。单晶凝固过 程中, 假设型壳已下降 100 mm, 型壳、水冷环及中 柱管面积分别为 0.063、0.082 和 0.0063 m²(型壳



图 10 石墨中柱型壳定向凝固过程中温度场示意图

Fig.10 Schematic diagram of temperature field of directional solidification process of the mold with graphite center pillar

直径 Φ200 mm、水冷环内径 Φ260 mm、中柱管直径 Φ20 mm),型壳、水冷环及石墨棒表面黑度分别为 0.6、0.6和0.8,型壳里金属液温度1643 K,中柱管 金属液温度1663 K,中柱石墨棒温度为1000 K,水 冷环表面温度为300 K,将上述条件代入式(1),得 到如下结果:

在合金中柱型壳浇注系统下:型壳向水冷环辐射 散热 $q_1=189 \text{ kW/m}^2$; 中柱管内金属液向型壳辐射散 热 $q_2=12 \text{ kW/m}^2$; 型壳整体辐射散热能力 $Q_{\oplus a}=q_1S_1$ $-q_2S_2=11.83 \text{ kW}$ 。

在石墨中柱型壳浇注系统下:型壳向水冷环辐射 散热 $q_1=189 \text{ kW/m}^2$;型壳向中柱石墨棒辐射散热 $q_2=86 \text{ kW/m}^2$;型壳整体辐射散热能力 $Q_{T=0}=q_1S_1+q_2S_2=17.33 \text{ kW}$ 。

Q_{石墨}=1.46Q_{合金} (2)
从式(2)可以看出,石墨中柱型壳整体散热能力较
合金中柱型壳散热能力提高了 46%,特别是石墨中柱
型壳内侧散热条件也得到大幅度改善。

整体散热能力的提高,必然会使温度梯度也得到 相应的提高。在合金成分确定,工艺不变条件下,凝固 过程的一次枝晶间距与温度梯度存在如下关系^[18]:

$$\lambda_{1} = \alpha_{1} G^{-\frac{1}{2}} V^{-\frac{1}{4}}$$
(3)

式中, λ_1 为一次枝晶间距, α_1 为与合金种类相关的系数,G为固液界面前沿的温度梯度,V为凝固速率(对于工业定向凝固炉来说相当于抽拉速率^[19]),2种不同型壳一次枝晶间距分别为365和291 μ m,代入上式,可以计算出两者温度梯度的关系:

$$G_2 = (\lambda_1 / \lambda_2)^2 G_1 = 1.57 G_1 \tag{4}$$

可见,单晶凝固过程中,石墨中柱型壳获得的温度梯 度较合金中柱型壳提高了 57%。温度梯度的提高加上 温度场均匀性也得到相应的改善,使得固液界面由斜 状变为平直状,如图 10 所示。从图 7c、7d 可以看出, 与合金中柱型壳倾斜的固液界面相比,石墨中柱型壳 其固液界面略微呈凸形且相对平直,其糊状区高度也 降低了将近 1/4 左右。

平直的固液界面使单晶凝固过程中热流方向也 更加集中,相应的晶体生长方向与[001]方向夹角更 小。较高的温度梯度加上均匀的温度场,能够有效避 免单晶生长中可能出现杂晶及小角度晶界(特别是对 具有突变截面的单晶叶片),将有利于单晶凝固组织 细化、致密化,使得一次枝晶间距和 γ-γ'共晶进一步 细化,力学性能也得到提高。 与合金中柱型壳浇注系统相比,石墨中柱型 壳浇注系统能有效地改善单晶凝固过程中温度场的 均匀性,固液界面更加平直,型壳整体散热能力得到 较大改善。

 2) 与合金中柱型壳浇注系统相比,石墨中柱型 壳浇注系统由于整体散热能力增强,温度梯度得到大 幅度提高。

3) 石墨中柱型壳浇注系统有利于保持单晶凝固 过程中热流方向的平直,单晶晶体取向得到进一步改 善。

4) 石墨中柱型壳浇注系统有利于减小一次枝晶 间距,获得细小均匀分布的 y-y'共晶,凝固组织更加 均匀致密。

5) 与合金中柱型壳浇注系统相比,石墨中柱型 壳浇注系统制备的单晶试棒持久性能较好。

参考文献 References

- Gell M, Duhl D N, Giamei A F. In: Tien J K, Gell M, Mauere G eds. Superalloy 1980[C]. Warrendale: TMS, 1980: 205
- [2] Cetel A D, Duhl D N. In: Recichman S, Duhl D N, Mauere G eds. Superalloy 1988[C]. Warrendale: TMS, 1988: 235
- [3] Eliiott A J, Pollock M, Tin S et al. Metal Master Trans[J], 2004, 35A(10):3221
- [4] Zhang J, Lou L H, Li H et al. J Mater Sci Technol[J], 2007, 23(3): 289
- [5] Zhao Xinbao(赵新宝), Liu Lin(刘林), Yang Chuwu(杨初武) et al. Mater Eng(材料工程) [J], 2012(1): 93
- [6] Liu L, Huang T W, Zhang J et al. Mater Lett[J], 2007, 67: 227
- [7] Zhang Mingjun(张明军), Luo Yushi(骆宇时), Xiao Chengbo (肖程波) et al. Mater Eng(材料工程)[J], 2010(11): 8
- [8] Lu Qi(卢 琪), Li Jingguo(李金国), Jin Tao(金 涛) et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报) [J], 2011, 47(6): 5
- [9] Xiong Jichun(熊继春), Li Jiarong(李嘉荣), Han Mei(韩梅) et al. Mater Eng(材料工程)[J], 2009(2):43
- [10] Yue Xiangang(乐献刚), Peng Zhijiang(彭志江), Zou Jianbo (邹建波)et al. Special Casting & Nonferrous Alloys(特种铸 造及有色合金)[J], 2014, 34(3): 317
- [11] Betz U, Hugo F, Mayer H et al. Scr Metall Mater[J], 2003, 25:12
- [12] He Guo(何国), Li Jianguo(李建国), Mao Xiemin(毛协民) et al. J Aero Mater(航空材料学报)[J], 1995, 15(1): 10
- [13] Ma D X, Grafe U. Mater Sci Eng[J], 1999, 270 (A): 339
- [14] Xu Chao(徐 超), Zhou Lanzhang(周兰章), Guo Jianting(郭 建亭) et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中 国有色金属学报)[J], 2011, 21(4): 754

4 结 论

- [15] Liu L, Huang T W, Qu M et al. J Mater[J], 2010, 210(1): 159
- [16] Lohmuller A, Eber W, Grobman J. In: Pollock T M, Kissinger
 R D, Bowman R R eds. *Superalloy 2000*[C]. Warrendale: TMS, 2000: 181
- [17] Ma Jinfeng(马金凤), Chen Haigeng(陈海耿). Journal of Materials and Metallurgy(材料与冶金学报)[J], 2010,

- [18] Whitesell H S, Li L, Overfelt R A et al. Metallurgical and Materials Transactions B[J], 2000, 31B: 546
- [19] Mclean M. Directionally Solidified High Temperature Materials[M]. Beijing: Aviation Industry Press, 1988: 13

Effects of Ceramic Shell Mold with Central Heat Radiation on Solidification Microstructure and Stress Rupture Property of DD6 Single Crystal Superalloy

Yue Xiangang¹, Zhou Yizhou², Shang Wei¹, Pei Yanling³, Gu Xin¹, Sun Changbo¹

(1. Shenyang Liming Aero-Engine (Group) Corporation Ltd, Shenyang 110043, China)

(2. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(3. Beihang University, Beijing 100083, China)

Abstract: The influence of ceramic shell mold with central heat radiation on the microstructures and stress rupture property of DD6 single crystal superalloy was studied. The results indicate that the mold with graphite center pillar could improve the uniformity of the temperature field and the temperature gradient during the solidification, and it could straighten the direction of heat flow. As a result, the primary dendrite arm spacing decreases, the size and the volume fraction of γ - γ' eutectic decline, the angle between the single crystal growth orientation and the [001] orientation decreases, so the single crystal superalloy achieves a longer stress rupture life.

Key words: ceramic shell mold with central heat radiation; single crystal superalloy; temperature field; solidification microstructure; stress rupture life

^{9(1):72}

Corresponding author: Pei Yanling, Ph. D., Lecturer, School of Materials Science and Engineering, Beihang University, Beijing 100083, P. R. China, Tel: 0086-10-82314488, E-mail: peiyanling@buaa.edu.cn