

螺旋选晶器结构对 CMSX-4 高温合金单晶铸件晶向的影响

李 倡¹ 马德新^{1,2} 赵运兴^{1,2} 邓阳丕¹ 孙洪元^{1,2} 魏剑辉^{1,2} 龚晓毅^{1,2} 孙中源^{1,2}

(1. 深圳市万泽中南研究院有限公司, 深圳 518017; 2. 中南大学粉末冶金研究院, 长沙 410012)

摘 要 采用不同结构的螺旋选晶器制备了 CMSX-4 高温合金单晶试棒, 并对制备过程进行了模拟和试验验证, 探讨了改进螺旋选晶器起点位置对选晶效果的影响。结果表明, 采用常规的中心选晶器选出的晶粒并非起始于起晶段的中心, 导致最终单晶铸件的晶向无法达到最优, 而采用改进的偏心结构选晶器则使得起晶段中心区域晶向最好的晶粒更容易被选取。因此, 采用偏心选晶器能够获得更小的一次晶向偏离和更高的选晶成功率。

关键词 高温合金; 单晶; 螺旋选晶; 晶体取向; 精密铸造

中图分类号 TG132; TG146.23

文献标志码 A

DOI: 10.15980/j.tzzz.T20240248

Effects of Spiral Grain Selectors on Crystal Orientation of CMSX-4 Superalloy Castings

LI Lü¹, MA Dexin^{1,2}, ZHAO Yunxing^{1,2}, DENG Yangpi¹, SUN Hongyuan^{1,2}, WEI Jianhui^{1,2}, GONG Xiaoyi^{1,2},
SUN Zhongyuan^{1,2}

(1. Shenzhen Wedge Central South Research Institute Co., Ltd., Shenzhen 518017; 2. Powder Metallurgy Research Institute, Central South University, Changsha 410012)

Abstract: Different grain selectors were employed to prepare CMSX-4 superalloy single crystal specimen, and the fabrication process was simulated and verified. The influence of initial position of spiral selector on grain selection effect was investigated. The results indicate that grains selected by conventional central selector is hardly derived from the center of starter segment, resulting in an imperfect crystal orientation. In comparison, the grain selector with eccentric construction enables the easier selection of optimal-oriented grains in the center area of starter block. Therefore, eccentric separator can lead to smaller primary crystal deviation and higher success rate of crystal selection.

Key Words: Superalloy, Single Crystal, Spiral Crystal Selection, Crystal Orientation, Investment Casting

镍基高温合金单晶叶片是航空发动机和燃气轮机中最重要的热端部件之一, 通过消除对裂纹敏感的晶界, 使合金具备了优异的高温力学性能^[1-4]。镍基单晶高温合金的力学性能具有明显的各向异性, 晶体取向的偏差会严重降低单晶叶片的高温性能^[5-7]。因此, 在单晶铸件的定向凝固过程中, 除了要消除晶界, 还要尽量控制晶粒生长方向。在工业生产中, 籽晶法和选晶法是制备单晶叶片并控制一次晶粒取向的主要方式^[8-11]。

相对于籽晶法, 螺旋选晶法工艺简单且成本较低, 在实际生产中得到了广泛应用。螺旋选晶法能够将一次晶向的偏差控制在一定范围内。螺旋选晶器的整体结构可分为下部的起晶段和上部的螺旋选晶段。起晶段主要完成晶粒的激冷形核和竞争生长, 使得 [001] 择

优取向与热流方向相近的柱状晶粒得到优先生长并进入螺旋段。在弯曲的螺旋段内, 晶粒受到几何结构的限制不断被淘汰, 最终只剩下一个晶粒并继续生长成为单晶铸件^[11-14]。

研究者对螺旋选晶器的选晶过程进行了大量研究。SEO S M 等^[15]使用三维 CAFÉ 模型模拟了单晶高温合金选晶过程, 并通过试验对模拟结果进行了验证, 发现激冷板冷却表面的晶粒度对单晶的结构演化、螺旋选晶器几何参数对选晶过程都有显著的影响。张航等^[16]通过试验及模拟方法, 对螺旋选晶器起晶段的晶粒密度和取向随晶粒生长高度的变化规律进行了研究, 从宏观和微观两个角度讨论了定向凝固过程的晶粒竞争演化行为, 还研究了选晶段在选晶过程中的作用, 提出了两个几何限制机理, 即水平方向的二次臂竞争促

收稿日期: 2024-06-07; 修订日期: 2024-08-13

基金项目: 深圳市科技计划资助项目 (JSGG20220831092800001)

第一作者简介: 李倡, 男, 1992 年出生, 工程师, E-mail: lil@wedge.com.cn

通信作者: 马德新, 男, 1955 年出生, 教授, E-mail: madexin@csu.edu.cn

引用格式: 李倡, 马德新, 赵运兴, 等. 螺旋选晶器结构对 CMSX-4 高温合金单晶铸件晶向的影响 [J]. 特种铸造及有色合金, 2025, 45(6): 909-913.

LI L, MA D X, ZHAO Y X, et al. Effects of spiral grain selectors on crystal orientation of CMSX-4 superalloy castings [J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2025, 45(6): 909-913.

进作用和竖直方向的一次臂限制作用。WANG B Q 等^[17]考虑了液固界面的发展,提出了空间展开、几何约束和晶粒竞争的组合效应对螺旋晶粒选择的影响,并确认螺旋段只能选取单个晶粒但不能优化单晶的取向。

本研究采用不同结构的螺旋选晶器制备 CMSX-4 高温合金单晶试棒,并对制备过程进行模拟和试验验证,探讨改进螺旋选晶器起点位置对选晶效果的影响,旨在通过改进选晶器结构来更好控制高温合金单晶铸件的一次晶向,以期在高温合金单晶铸件的生产提供参考。

1 试验材料及方法

采用第二代单晶 CMSX-4 高温合金,其固相线温度为 1 329 ℃,液相线温度为 1 381 ℃,成分见表 1。采用 ProCAST 铸造模拟软件进行凝固过程的温度场计算,合金部分物性参数见图 1,型壳模拟保温温度为

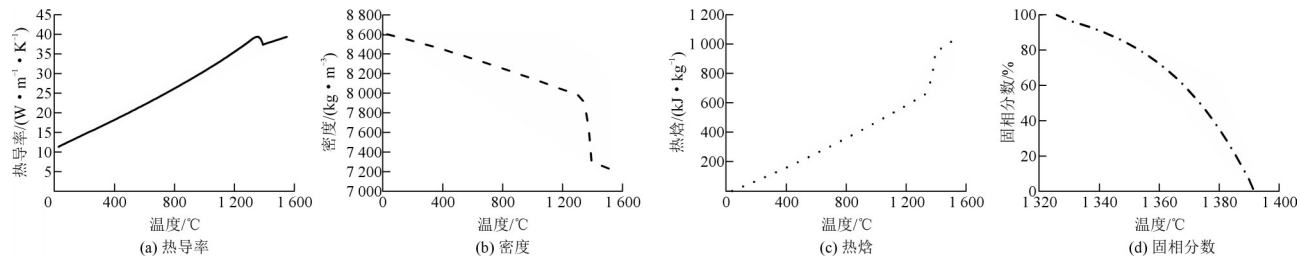


图 1 CMSX-4 合金部分热物性参数

Fig.1 Partial thermophysical parameters of CMSX-4 alloy

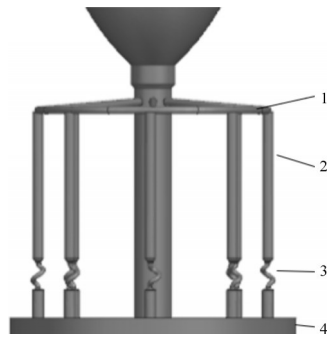


图 2 铸件组模示意图

Fig.2 Schematic diagram of mold assembly

1. 浇注系统 2. 试棒 3. 螺旋选晶器 4. 底盘

利用 ProCAST 软件进行数值计算,CAFÉ 模型采用了随机形核算法,这使得每次计算铸件的凝固过程中会出现不同的晶粒分布状态。在同样工艺条件下分别对采用中心螺旋选晶器和偏心螺旋选晶器的凝固过程和晶粒生长进行了 50 次计算模拟。利用两种螺旋选晶器结构(中心和偏心)组装了试棒蜡模,采用精密铸造工艺制备陶瓷型壳。浇注和凝固设备为 VIM-IC/DS/SC 型真空定向凝固炉。试验时定向凝固炉的保温

表 1 CMSX-4 的合金的化学成分

Tab. 1 Chemical composition of CMSX-4 superalloy %

w_B										Ni
Cr	Co	W	Mo	Al	Ti	Ta	Re	Hf		
6.5	9.0	6.0	0.6	5.6	1.0	6.5	3.0	0.1	余量	

1 550 ℃,抽拉速率为 3 mm/min。通过 CAFÉ 模块进行选晶过程晶粒演变研究,所采用的三维模型包含水冷底盘、螺旋选晶器、试棒铸件、陶瓷型壳和浇注系统部分。铸件组模示意图见图 2。

选晶器分为中心选晶器和偏心选晶器。图 3 为两种选晶器的尺寸图。两种选晶器尺寸基本保持一致,起晶段直径均为 $\phi 13$ mm,高度为 30 mm,螺旋段高度为 30 mm,螺旋通道直径为 $\phi 6$ mm。两者唯一的区别在于螺旋段起始端的位置不同。在常规的中心选晶器结构中,螺旋段起始端圆面中心与起晶段中轴一致(见图 3a);而在新型的偏心选晶器结构中,螺旋段起始端圆面中心朝螺旋方向的反向后移了 1.6 mm,不再与起晶段中轴同心(见图 3b)。

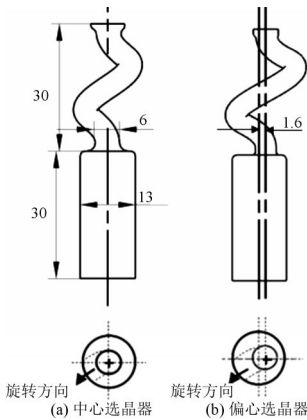


图 3 两种选晶器的结构示意图

Fig.3 Structure diagram of central selector and eccentric selector 温度为 1 550 ℃,型壳抽拉速度为 3 mm/min。凝固完成后除去型壳,切去螺旋选晶器,进行宏观腐蚀,检查螺旋选晶器及铸件表面晶粒状况。利用两种选晶器模组进行了多炉浇注,分别得到 50 根单晶试棒铸件。使用晶体劳厄衍射仪(Laue LXR D COS)对所得试棒铸件的晶体取向进行测量,对各种试棒的一次晶向即 [001] 晶向与试棒轴向的偏离角 β 进行统计和比较。

2 试验结果与分析

2.1 模拟结果

2.1.1 中心选晶器

通过 ProCAST 软件对铸件凝固过程进行温度场计算,再通过 CAFÉ 模块对晶粒形核和长大过程进行了 50 次随机模拟,典型示例见图 4。从图 4a 可以看到,从圆柱形起晶段进入螺旋段的晶粒经过淘汰选择,最终只剩下晶粒 A。由图 4b 可知,中心螺旋选晶器最终选出的晶粒 A 起源于从螺旋起始面转动方向的前侧。图 4c 为起晶段的上端横截面(与螺旋段相接),显示于此面的晶粒分布。图中的虚线表示螺旋通道的起始位置以及旋转方向。分析可知,最终选出的晶粒 A 的起源并不处于起晶段的中心即螺旋通道起始圈的中心,而是处于朝向旋转方向的起始圈前侧。虽然晶粒 A 刚从起晶段进入螺旋段时尺寸较小,但由于位置上的优势得到优先发展,最终成为了众多晶粒竞争生长的胜出者。

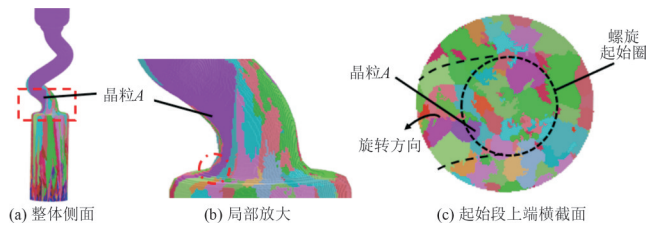


图 4 中心选晶器中晶粒生长的模拟结果
Fig.4 Simulation results of grain growth in central selector

其他 49 次模拟的结果与图 4 相似,最终选出的晶粒都不是来自起晶段的中心,而是处于朝向旋转方向的起始圈前侧,这说明此位置的晶粒在进入螺旋通道和在螺旋通道内生长过程中具有明显竞争优势。

2.1.2 偏心选晶器

采用与中心选晶器相同的模拟参数,对偏心选晶器也进行了 50 次的晶粒形核和生长模拟,典型示例见图 5。根据图 5a 和图 5b 可知,将从螺旋段最终选出的晶粒命名为 B,可见晶粒 B 也是产生于螺旋起始圈在旋转方向的内前侧。由图 5c 可见,进入螺旋段的晶粒 B 虽然处于起晶段的中心区域,但由于处于偏心选晶器起始圈转动方向内前侧,能够优先进入螺旋段内并不断扩张长大,最终成为唯一晶粒。

其他偏心选晶器的模拟结果与图 5 基本相似,选出的晶粒都起源于螺旋段朝向旋转方向的前侧。这个位置由于螺旋段的偏心设置,正好处于起晶段的中心区域。

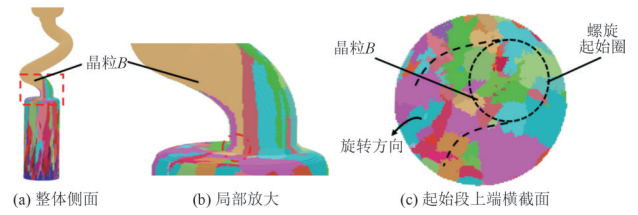


图 5 偏心选晶器中晶粒生长的模拟结果
Fig.5 Simulation results of grain growth in eccentric selector

2.1.3 模拟结果比较

将采用中心选晶器和偏心选晶器分别进行的 50 次晶粒生长结果进行统计整理,计算出每次选出品粒的 [001] 晶向(即柱状枝晶干的轴向)与试棒轴向(即垂直方向)的偏离角度 β ,称之为一次晶向偏离角,结果见图 6。经过数据处理,计算出每种选晶器结构的偏离角度 β 平均值($\bar{\beta}$),并计算出两种选晶器模拟结果数据的标准差(偏离平均值) σ ,以表征数据的发散度,结果见表 2。

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{50} (\beta_i - \bar{\beta})^2}{n}}$$

式中, β_i 为 i 号选晶器的一次晶向偏离角; n 为统计次数。

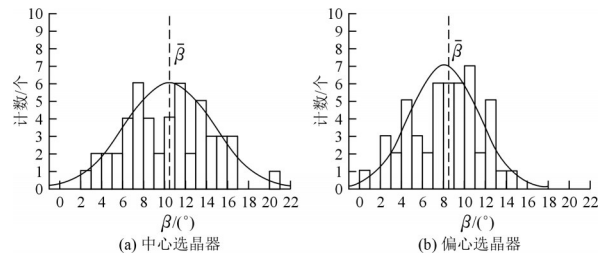


图 6 一次晶向偏离角 β 的模拟结果
Fig.6 Simulation results of primary crystal orientation deviation angle β

表 2 图 6 中模拟结果数据处理

Tab.2 Data processing of simulation results in Fig.6			
选晶器类型	平均偏离角 $\bar{\beta}/(^{\circ})$	标准差 $\sigma/(^{\circ})$	废品率($\beta > 15^{\circ}$)/%
中心选晶器	10.4	4.1	8
偏心选晶器	8.1	3.3	0

由图 6a 和表 2 可知,采用中心选晶器的 50 例样本的一次晶向平均偏离值 $\bar{\beta}$ 为 10.4° ,且偏离角 β 的数值较分散,标准差 σ 为 4.1° ,而且有 4 例的 β 值超过 15° ,其中最大一例的 β 值超过 20° 。根据行业技术标准,单晶铸件 β 角大于 15° 则铸件报废,由此可知采用中心选晶器的模拟结果报废率为 8%。

从图 6b 和表 2 可知,采用偏心选晶器的偏离角 β 的模拟结果平均值 $\bar{\beta}$ 为 8.1° ,明显优于中心选晶器的 10.4° ,而且偏离角 β 的数值分布比较收敛,标准差 σ 仅

为 3.3° , 特别是不存在模拟的 β 值超过上限值 15° 。所以根据行业技术标准, 采用偏心选晶器的模拟结果报废率为 0。综上, 采用改进的偏心选晶器的各项结果指标, 包括平均晶向偏离, 偏离角的发散程度以及晶向偏离超标率都优于常规的中心选晶器。

2.2 试验验证

2.2.1 中心选晶器

为验证上述的模拟结果, 对采用中心选晶器制备的 1 根试棒铸件的选晶段进行了金相检验。以螺旋段起始位置为 0 位, 对选晶器螺旋段每隔 3 mm 的高度进行切割取样。图 7 为中心选晶器取样位置示意图和各截面的金相组织。由图 7a 可知, 共截取螺旋段 6 个不同高度的截面, 每个截面的形状如模型截面①~⑥。图 7b 中晶粒 A 表示中心选晶器最终选出的晶粒, 弯粗箭头表示螺旋段旋转方向, 细直箭头表示该晶粒的二次取向即 $[100]$ 方向, 与横向枝晶臂的优先生长方向一致, 这个晶向在晶粒 A 的生长过程中保持不变。从图 7b 可以看出, 截面①位置作为螺旋段底端的起始位置, 晶粒数量最多, 而晶粒 A 位于起始圈旋转方向的内前侧。随着螺旋段的旋转上升, 内前侧的晶粒 A 及相邻晶粒逐步向着螺旋方向扩张长大(截面②)。当选晶器螺旋段到达截面③高度时, 晶粒 A 已长大至将近半个截面大小。而在截面④位置, 晶粒 A 继续发展到占据大半个截面。在截面⑤和截面⑥位置则只剩下晶粒 A。可见晶粒 A 由于占据螺旋内侧优势位置, 能够优先进入螺旋段并挤占其他晶粒的生长空间, 成为最终唯一的单晶晶粒。该铸态组织形貌的生长规律与模拟结果基本一致。

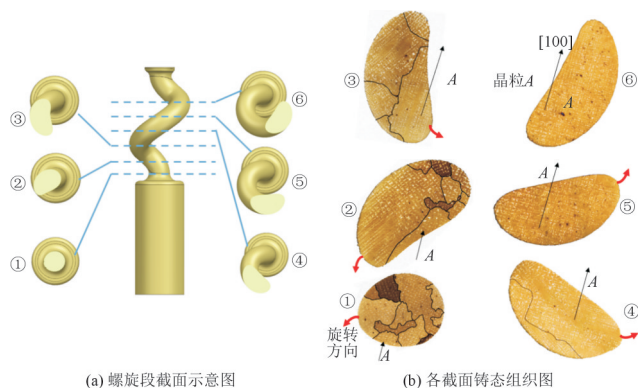


图 7 中心选晶器螺旋段各截面形状及铸态组织图

Fig.7 Cross-section shape and as-cast structure of central selector at spiral segment

2.2.2 偏心选晶器

图 8 为偏心选晶器取样位置示意图和各截面的金相组织在螺旋段上同样等距离截取了 6 个高度的横截

面。最终选出的晶粒用晶粒 B 表示, 细直箭头表示晶粒 B 的二次优先取向, 即 $[100]$ 方向, 弯粗的短箭头表示螺旋段旋转方向。可以看出, 截面①作为偏心螺旋段起始位置, 含有较多的细小晶粒。随着螺旋段高度增加, 各截面上的晶粒数量逐步减少。占据螺旋段旋转方向内前侧优先位置的晶粒 B 不断扩张长大, 而其他晶粒则逐渐被淘汰。该选晶过程与中心螺旋选晶器选晶过程相同, 试验结果与模拟结果基本一致。

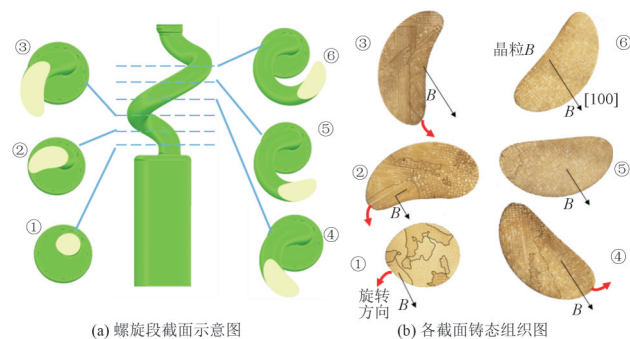


图 8 偏心选晶器螺旋段各截面形状及铸态组织图

Fig.8 Cross-section shape and as-cast structure of eccentric selector at spiral segment

2.2.3 结果对比

为研究选晶器螺旋段的起始位置对单晶铸件最终晶体取向的影响, 采用晶体劳厄衍射仪对用两种选晶器浇注的单晶试棒铸件(各 50 根)的一次晶向偏离角(β)进行了检测, 统计结果见图 9。经过数据处理, 计算出每种选晶器结构的偏离角度 β 的平均值($\bar{\beta}$)以及表征数据发散度的标准差 σ , 结果见表 3。由图 9a 和表 3 可知, 采用中心选晶器浇注的试棒铸件的一次晶向平均偏离值 $\bar{\beta}$ 为 6.4° , 偏离角 β 数据的标准差 σ 为 3.8° , 有 2 例试棒的 β 值超过 15° 而成为不合格铸件, 即采用中心选晶器制备单晶铸件的报废率为 4%。从图 9b 和表 3 可知, 采用偏心选晶器所得试棒铸件的平均晶向偏离值 $\bar{\beta}$ 为 5.4° , 偏离角 β 数据的标准差 σ 为 2.8° , 而且所有铸件中的偏离角 β 都没有超过 15° , 即铸件单晶的晶向报废率为 0。从表 3 的试验结果来看, 采用改进的偏心选晶器的各项数据都优于常规的中心选晶器, 这与数值模拟结果(表 2)一致。

综上, 数值模拟结果与试验试棒取向测量结果基本一致, 中心选晶器在模拟和试验结果中均存在一定的废品率, 而偏心选晶器在模拟和试验结果中的废品率均为 0。同时从平均偏离角指标来看, 模拟时中心选晶器平均偏离角为 10.4° , 偏心选晶器平均偏离角为 8.1° , 偏心选晶器的平均取向要比中心选晶器小 2° 以上, 而取向角度越小, 也即铸件偏离 $[001]$ 方向的角度越小, 铸件性能越佳。实际验证时偏心选晶器平均偏

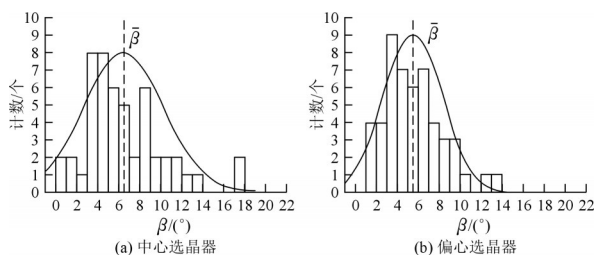


图9 一次晶向偏离角 β 的试验检测结果

Fig.9 Measurement results of primary crystal orientation deviation angle β

表3 图9中试验结果数据处理

Tab.3 Data processing of simulation results in Fig.9

选晶器类型	平均偏离角 $\bar{\beta}/(^{\circ})$	标准差 $\sigma/(^{\circ})$	废品率($\beta>15^{\circ}$)/%
中心选晶器	6.4	3.8	4
偏心选晶器	5.4	2.8	0

离角比中心选晶器小 1° 左右,说明模拟过程所用计算参数较为合理,所得模拟结果与试验结果规律一致。另外从数据统计的标准差参数来看,偏心选晶器指标比中心选晶器指标无论是模拟还是试验结果均小 1° 左右,说明偏心选晶器取向数据更为稳定,整体偏差小。

数值模拟和试验结果都表明,新型偏心选晶器的选晶效果都要好于常规的中心选晶器,原因在于最终选取的晶粒的起源位置不同。当合金液被浇注进型壳时,受底部水冷铜盘的激冷作用,起晶段底部产生许多细小等轴晶粒,并迅速向上生长成为柱状枝晶,特别是那些优先生长晶向 $\langle 100 \rangle$ 基本垂直的晶粒,生长速度更快。但是侧面型壳对金属液的冷却也使起晶段外侧的晶粒生长发生向内倾斜。在随后的型壳下拉过程中,凝固界面逐渐上移,底部水冷铜盘的散热作用逐渐减弱,铸件主要通过周围型壳向外散热。受到横向散热的影响,起晶段外侧的柱晶倾斜会更加严重,而起晶段芯部由于横向散热作用互相对称抵消,散热方向还是以垂直向下为主,柱晶生长基本保持垂直方向,所以越靠中心,晶向垂直度越好。与常规的中心选晶器相比较,新型的偏心选晶器选取晶粒的起源更靠近起晶段的芯部位置,更易选到垂直度较好、一次晶向偏离角度较小的柱晶。

3 结 论

通过 CMSX-4 高温合金定向凝固的模拟和试验证明,螺旋选晶器选出的单晶晶粒基本源自于选晶段与起晶段交接面靠近旋转方向的内前侧。新型偏心选晶器通过将螺旋起始位置向旋转方向后侧移动,使最终被选晶粒的来源更靠近起晶段的中心,具有更好的一次晶取向。数值模拟和定向凝固试验的结果都证明,偏心

选晶器的选晶效果明显优于常规的中心选晶器,减小了单晶铸件的一次取向偏离角和偏离发散度,特别是降低了单晶铸件因晶向偏离超标造成的报废率。

参 考 文 献

[1] CELEL A D, DUHL D N. Second-generation Nickel-base Single Crystal Superalloy[M]. Warrendale: The Metallurgical Society Inc., 1988.

[2] BLAVETTE D, BOSTEL A. Phase composition and long range order in γ' phase of a nickel base single crystal superalloy CMSX2: An atom probe study [J]. Acta Metallurgica, 1984, 32 (5): 811-816.

[3] HOBBS R A, TIN S, RAE C M, et al. Solidification characteristics of advanced nickel-base single crystal superalloys[A]. Superalloys 2004, Westmoreland, 2004 [C]. Pittsburgh: The Minerals, Metals & Materials Society, 2004.

[4] MA D, SAHM P R. Primary spacing in directional solidification[J]. Metallurgical and Materials Transactions, 1998, A29: 1 113-1 119.

[5] MATAN N, COX D C, CARTER P. Creep of CMSX-4 superalloy single crystals: Effects of misorientation and temperature [J]. Acta Materialia, 1999, 47(5):1 549-1 563.

[6] WANG L N, LIU Y, YU J J, et al. Orientation and temperature dependence of yielding and deformation behavior of a nickel-base single crystal superalloy [J]. Materials Science and Engineering, 2009, A505(1-2): 144-150.

[7] ZHOU Y. Formation of stray grains during directional solidification of a nickel-based superalloy[J]. Scripta Materialia, 2011, 65(4): 281-284.

[8] 马德新. 高温合金叶片单晶凝固技术的新发展[J]. 金属学报, 2015, 51(10): 1 179-1 190.

[9] 玄伟东, 任忠鸣, 任维丽, 等. 籽晶取向对镍基高温合金定向凝固过程中杂晶的影响[J]. 钢铁研究学报, 2011(S2): 369-372.

[10] 马德新, 王富, 孙洪元, 等. 高温合金单晶铸件中杂晶缺陷的试验研究[J]. 铸造, 2019, 68(6): 567-573.

[11] 高斯峰, 刘林, 王柠, 等. 镍基单晶高温合金 DD3 制备过程中晶粒演化 and 选晶行为的 EBSD 研究[J]. 金属学报, 2011, 47(10): 1 251-1 256.

[12] DAI H J, DONG H B, D'SOUZA N, et al. Grain selection in spiral selectors during investment casting of single-crystal components: Part II. Numerical modeling[J]. Metallurgical and Materials Transactions, 2011, A42: 3 439-3 446.

[13] WANG N, LIU L, GAO S F, et al. Simulation of grain selection during single crystal casting of a Ni-base superalloy [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2014, 586: 220-229.

[14] 马德新, 赵运兴, 徐维台, 等. 单晶高温合金异形铸件中的雀斑研究[J]. 特种铸造及有色合金, 2021, 41(11): 1 345-1 349.

[15] SEO S M, KIM I S, LEE J H. Grain structure and texture evolutions during single crystal casting of the Ni-base superalloy CMSX-4 [J]. Metals & Materials International, 2009, 15(3): 391-398.

[16] 张航, 许庆彦, 孙长波, 等. 单晶高温合金螺旋选晶过程的数值模拟与实验研究 I: 引晶段[J]. 金属学报, 2013, 49(12): 1 508-1 520.

[17] WANG B Q, ZENG L, REN N, et al. A comprehensive understanding of grain selection in spiral grain selector during directional solidification[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2022, 102: 204-212.

(编辑:刘晨辉)