

单晶高温合金 DD5 与典型陶瓷型壳的界面反应及润湿机制

张洪雪¹ 陈晓燕² 王圣国¹ 王石磊¹ 王延辉¹ 管大伟² 李 飞²

(1. 中国航发沈阳黎明航空发动机有限责任公司, 沈阳 110041; 2. 上海交通大学材料科学与工程学院, 上海市先进高温材料及其精密成型重点实验室, 上海 200240)

摘 要 采用座滴法探究单晶高温合金 DD5 与 EC95 粉、刚玉粉、锆英粉 3 种典型陶瓷型壳(以下简称陶瓷材料)在 1 520 ℃及 1 550 ℃下的界面反应及润湿机制。借助激光共聚焦显微镜对陶瓷表面形貌进行表征,并结合扫描电镜-能谱仪(SEM - EDS)分析合金-陶瓷界面的微观结构和微区成分。结果表明,DD5 合金与 3 种陶瓷的结合的稳定性排序为:EC95 粉面层>刚玉粉面层>锆英粉面层,且在 1 550 ℃时界面反应程度相较于 1 520 ℃更为严重。在 1 520 ℃时,界面对润湿性起主导作用,陶瓷表面粗糙度的影响并不显著,EC95 粉面层陶瓷与 DD5 合金的反应程度较轻,二者的润湿角相对较大,达 127.29°。在 1 550 ℃时,陶瓷表面粗糙度对润湿性的影响较为明显,在界面反应和陶瓷表面粗糙度的协同作用下,合金与锆英粉面层陶瓷的润湿角较大,为 127.2°。建议在 DD5 合金涡轮叶片铸造过程中优先选用 EC95 粉面层陶瓷体系,并将浇注温度控制在 1 520 ℃以下,以进一步抑制界面反应及机械粘砂现象。

关键词 DD5 单晶高温合金;界面反应;精密铸造

中图分类号 TG146.1⁺5;TG249.5

文献标志码 A

DOI:10.15980/j.tzzz.T20250386

Interfacial Reactions and Wetting Mechanism Between DD5 Single Crystal Superalloy and Typical Ceramic Shells

ZHANG Hongxue¹, CHEN Xiaoyan², WANG Shengguo¹, WANG Shilei¹, WANG Yanhui¹, GUAN Dawei²,
LI Fei²

(1. AECC Shenyang Liming Aero-Engine Co., Ltd., Shenyang 110041; 2. Materials Science and Engineering, Shanghai Key Laboratory of Advanced High-temperature Materials and Precision Forming, Shanghai Jiao Tong University School, Shanghai 200240)

Abstract: The interfacial reaction and wetting mechanisms of DD5 single crystal superalloy with typical ceramic shell of EC95 powder, corundum powder, and zirconium oxide powder were investigated by sessile-drop experiment under 1 520 ℃ and 1 550 ℃. The surfacial morphology characteristics of ceramics were characterized through laser confocal microscopy, and the microstructure as well as micro area compositions of alloy-ceramic interface were examined by SEM-EDS analysis. The results indicate that the stability sequence of DD5 alloy with ceramics is determined as EC95 surface layer> corundum surface layer> zircon surface layer, and the interfacial reactions at 1 550 ℃ is severe compared with those 1 520 ℃. At 1 520 ℃, the interfacial reaction plays a dominant role in wettability, while the surface roughness has less impact. The reaction degree of DD5 with EC95 ceramic is minor with larger wetting angle of 127.29°. At 1 550 ℃, the surface roughness of ceramic has a noticeable effect on wettability, and the wetting angles between DD5 alloy and ceramics with zircon surface layer is comparatively larger under synergy of interfacial reactions and surface roughness, which reaches 127.2°. Therefore, it is recommended to preferentially use EC95 ceramic during DD5 alloy turbine blade casting, and the pouring temperature should be controlled below 1 520 ℃ to further inhibit the interfacial reactions and mechanical sand adhesions.

Key Words: DD5 Single Crystal Superalloy, Interface Reactions, Investment Casting

收稿日期:2025-10-28;修订日期:2026-01-05

第一作者:张洪雪,男,1986年出生,高级工程师,E-mail:zhxhit@126.com

通信作者:陈晓燕,女,1986年出生,助理研究员,E-mail:xychen10b@sjtu.eud.cn

引用格式:张洪雪,陈晓燕,王圣国,等.单晶高温合金 DD5 与典型陶瓷型壳的界面反应及润湿机制[J].特种铸造及有色合金,2026,46(4):633-640.

ZHANG H X, CHEN X Y, WANG S G, et al. Interfacial reactions and wetting mechanism between DD5 single crystal superalloy and typical ceramic shells[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2026, 46(4): 633-640.

高温合金 DD5 是我国自主研发的第二代镍基高温合金,通过添加 Re、Ru 等元素优化合金的组织稳定性,增强合金的高温承载能力,在 980~1 100 ℃ 下合金具有优异的高温强度、抗蠕变、抗氧化及耐腐蚀性能,主要应用于航空发动机和燃气轮机的热端部件,尤其是涡轮叶片等高温、高压环境^[1-4]。DD5 薄壁空心涡轮叶片采用精密铸造制备,陶瓷型壳、型芯与高温合金的界面反应及润湿性对叶片的表面质量以及尺寸精度发挥着重要作用^[5]。目前,高温合金陶瓷型壳面层耐火材料粉体主要有 EC95 粉、刚玉粉、锆英粉、氧化钇粉、氮化硼粉等,面层以及背层的粘结剂主要有硅溶胶和硅酸乙酯^[6-8]。

王丽丽等^[9]研究了 3 种高温合金 DD5、DD6、DZ125 与陶瓷型芯 SiO₂-ZrO₂ 的界面反应,发现 DD5、DD6 合金中 Hf 含量低,与型芯的界面反应产物为 Al₂O₃,而 DZ125 合金中 Hf 含量较高,与型芯的界面反应产物为 HfO₂。SUN Y Y 等^[10]研究了定向凝固过程中 Y 含量对于高温合金 DD5 与 Al₂O₃ 陶瓷型壳的界面反应的影响,认为界面反应分两个主要阶段:陶瓷分解、Y 扩散以及置换反应,且 Y 含量不同,界面反应产物不同。CHEN Z A 等^[11]研究了 DD5 合金与以 EC95 粉为面层、硅溶胶为粘结剂的陶瓷型壳的界面反应及润湿性,发现合金中 O 含量增大时,润湿角减小;合金中 O 含量越高,界面处活性元素 Al 的富集越明显,促进界面反应;界面反应产物主要为 Al₂O₃。ZHAO J Q 等^[12]研究了合金中微量表面活性元素 O、N 对于 DD5 合金与陶瓷型壳界面反应及润湿性的影响,发现活性元素含量越高,润湿角越小;界面反应产物主要为 Al₂O₃ 及

Si、Hf 对界面反应无影响。刘林涛等^[13]研究了高温合金 DD5 与其表面涂层 ZrO₂ 的界面反应,发现合金中 Ni、Cr 和 Al 元素向 ZrO₂ 涂层扩散,在两者界面处形成扩散反应区。由此可见,DD5 合金与氧化铝陶瓷型壳界面反应的主导元素及反应产物较明确,活性元素的吸附及界面反应会影响合金-陶瓷的润湿性。然而,陶瓷表面结构(主要指粗糙度)与合金-陶瓷的润湿性息息相关,但关于界面反应和陶瓷表面结构协同作用下的润湿机制鲜有研究。此外,上述研究所选用的研究主体陶瓷材料(型壳面层材料)的种类较为单一,未能对高温合金熔模铸造常用耐火材料如刚玉粉、EC95 粉、锆英粉等对 DD5 合金表现出的化学稳定性及润湿机制等性能和应用进行全面对比分析。

因此,本研究选取单晶高温合金 DD5,研究 DD5 与 EC95 粉、刚玉粉和锆英粉 3 种典型的陶瓷型壳面层材料之间的界面反应机理,厘清界面反应和陶瓷表面结构协同作用下的合金-陶瓷润湿机制,旨在为单晶高温合金 DD5 铸造用陶瓷材料的优化和遴选、铸件表面质量控制和提升提供参考。

1 试验材料及方法

1.1 试验材料

DD5 合金的化学成分见表 1。采用线切割切取尺寸为 5 mm×5 mm×5 mm 的试样,依次用 150、600 和 1 200 目砂纸打磨试样;采用酒精溶液或丙酮溶液对试样进行超声清洗 2 min,以彻底洗去合金试样表面的残留污渍。

表 1 单晶高温合金 DD5 的化学成分

Tab.1 Chemical composition of DD5 single crystal superalloy

w _B											%
Co	Cr	W	Mo	Al	Ta	Re	Hf	B	C	Ni	
7.0~8.0	6.75~7.25	4.75~5.25	1.3~1.7	6.0~6.4	6.3~6.7	2.75~3.25	0.12~0.18	0.003~0.005	0.04~0.06	余量	

陶瓷试样的制备工艺如下:首先,用熔模铸造陶瓷型壳制备工艺制备陶瓷平板,包含蜡模制备、陶瓷料浆制备、向蜡模多次涂覆陶瓷料浆及撒砂(制壳 5~6 层)和焙烧等流程。具体是采用标准熔模铸造工艺,首先对预处理后的平面蜡模表面进行面层浆料浸涂(4 号蔡恩杯测试流杯黏度为 25 s±1 s)与撒砂,面层浆料粉体粒度为 325 目,砂料粒度为 80~100 目。面层干燥 24 h 后,进行第 2~5 层背层浆料涂挂与撒砂,背层浆料粉体粒度 325 目,每次涂挂与撒砂后干燥 6~8 h,最后一层只涂浆料不撒砂。干燥后的陶瓷平板先在蒸气脱蜡炉脱蜡,再在焙烧炉于 950 ℃ 下焙烧 2 h,获得与陶瓷型壳内外组成和结构一致的陶瓷平板,见图 1。陶瓷平板面

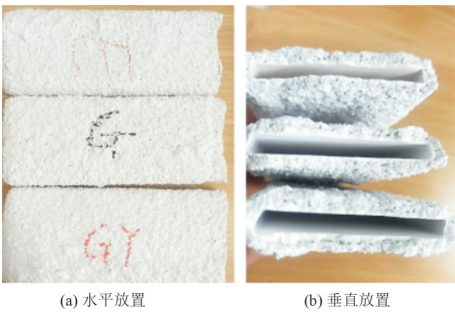


图 1 制备的陶瓷平板
Fig.1 Prepared ceramic plate

层、背层的浆料组成、砂料组成和粒度见表 2。另外,将面层粉体分别为 EC95 粉、刚玉粉、锆英粉的陶瓷平板

依次简称为 EC95 陶瓷、G 陶瓷和 GA 陶瓷。使用金刚石砂轮将上述陶瓷平板切割成尺寸为 20 mm×20 mm 的块状陶瓷试样,采用 150 目砂纸对块状陶瓷试样的底面进行打磨处理,直至其上下表面均呈水平面。向玻璃烧杯内加入酒精溶液或丙酮溶液,将上述块状陶瓷试样置于玻璃烧杯中开展超声清洗操作,以去除陶瓷表面残留的粉尘等物质。

表 2 陶瓷平板的面层及背层组成

Tab.2 Composition of surface layer and back layer in ceramic plate

陶瓷材料	粘结剂	面层粉体	背层粉体	背层刚玉砂/目			
				第 2 层	第 3 层	第 4 层	第 5 层
EC95	硅溶胶	EC95 粉	刚玉粉	90	90	90	90
G	硅溶胶	刚玉粉	刚玉粉	54	54	54	54
GA	硅溶胶	锆英粉	刚玉粉	24	24	24	24

1.2 试验方法

采用座滴法研究单晶高温合金 DD5 与 3 种陶瓷材料的界面反应及润湿性,见图 2。将经过清洗处理、边长为 20 mm×20 mm 的方块状陶瓷试样置于 KTL1600 真空管式炉中,利用水平仪将陶瓷试样上表面调整至水平状态。其次,将清洗后的 5 mm×5 mm×5 mm 的试样放置于已调整至水平的方块状陶瓷试样上。随后,将真空炉抽真空至 0.5 Pa,以 10 ℃/min 的升温速率升至试验温度(1 520、1 550 ℃)。合金试样在高温下熔化后保温 40 min,迅速将真空炉内的水冷盘下拉至冷却区,使合金冷却凝固,从而形成球冠状合金试样。

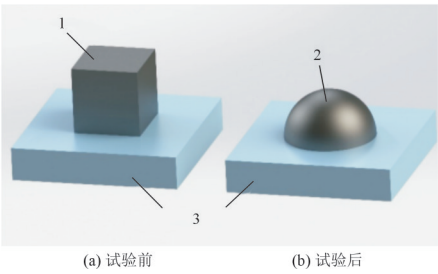


图 2 座滴法试验过程示意图
Fig.2 Schematic diagram of sessile-drop experiment
1.立方体合金试样 2.球冠状合金试样 3.方块状陶瓷试样

采用材料型正置激光共聚焦显微镜(VK-X3000)表征陶瓷试样的表面形貌并测量粗糙度;采用分析型 MIRA3 高分辨扫描电镜观察陶瓷试样表面形貌、合金与陶瓷接触面的合金组织;采用扫描电镜自带的能谱仪(EDS)分析反应区元素分布。测量试验后球冠状合金试样的底部半径 r ,高度 h 及底部直径 d ,见图 3,利用下列公式计算合金与陶瓷试样的润湿角^[14]。

在 $Rt\triangle ACO'$ 中,有 $\alpha + \beta = 90^\circ$,故润湿角 $\theta = 90^\circ +$

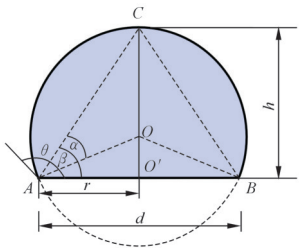


图 3 润湿角相关参数示意图
Fig.3 Schematic diagram of wetting angle-related parameters

$(\beta - \alpha) = \alpha + \beta + \beta - \alpha = 2\beta$

$$\tan \beta = \frac{h}{r} \tag{1}$$
$$\beta = \arctan \frac{h}{r} = \arctan \frac{2h}{d} \tag{2}$$
$$\theta = 2 \arctan \frac{2h}{d} \tag{3}$$

2 试验结果与讨论

2.1 不同面层陶瓷型壳材料的表面结构

图 4 为陶瓷试样的 SEM 组织。可以看出,陶瓷试样经焙烧后,面层由于水分和聚合物的烧失而呈现非致密的多孔状结构。其中,陶瓷表面颗粒均匀性顺序为 EC95 陶瓷<G 陶瓷<GA 陶瓷;陶瓷表面最大凹坑为 G 陶瓷>EC95 陶瓷>GA 面层陶瓷。此外,EC95 粉面层陶瓷表面除不规则形状陶瓷颗粒外,还出现片状陶瓷颗粒镶嵌在其中;刚玉粉面层陶瓷表面零散分布的细颗粒陶瓷粉体较多,而锆英粉面层陶瓷表面的陶瓷颗粒呈明显的“搭桥”组织。

图 5 为陶瓷试样的表面 2D、3D 轮廓形貌。可以看出,3 种不同面层陶瓷试样的表面均分布有一定的孔洞或凹坑,孔洞并非均匀分布。测试陶瓷试样的表面粗糙度 R_a 发现,EC95 陶瓷、G 陶瓷和 GA 陶瓷试样的 R_a 分别为 3.987、3.391 和 2.085 μm ,EC95 陶瓷试样中可见尺寸较大的孔洞,而 GA 陶瓷试样表面较为平坦。陶瓷型壳表面粗糙度作为衡量陶瓷型壳表面结构质量的关键指标之一,其数值与面层粉体的粒度级配以及面层浆料的粉液比密切相关,对铸件精确复刻蜡型表面形状以及最终铸件质量具有重要影响^[15]。当液态金属浇注注入陶瓷型壳后,在凝固阶段,金属液会填充型壳表面的微观凹坑与缝隙。若陶瓷型壳表面粗糙度较大,即表面存在较多且尺寸较大的凸起与凹坑,那么铸件表面也会相应地出现类似的不平整现象,甚至可能引发铸件表面粘砂、气孔及砂眼等缺陷,致使铸件表面粗糙度增加,降低铸件的尺寸精度与表面光洁度,进而对铸件的性能和使用寿命产生不利影响^[16]。

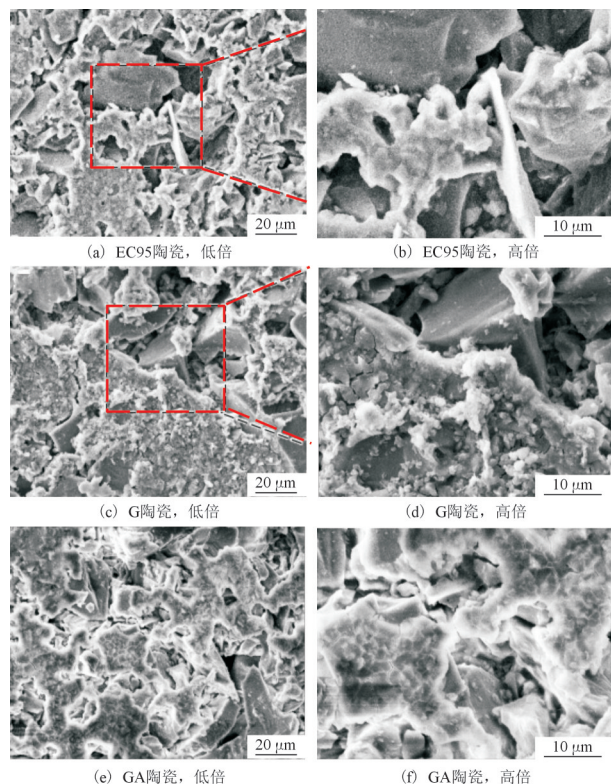


图4 陶瓷试样表面微观组织

Fig.4 Microstructures of ceramic specimens

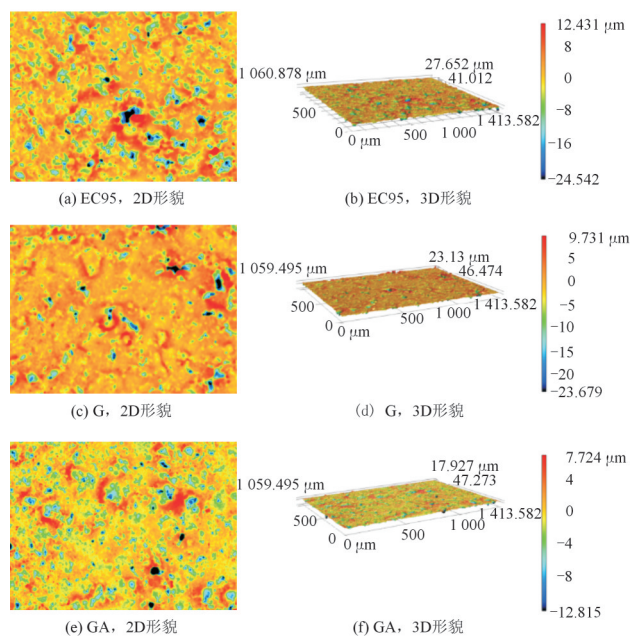


图5 陶瓷试样的表面2D、3D轮廓形貌

Fig.5 2D and 3D contour morphologies of ceramic specimens

通常情况下,耐火材料粒度越细且分布越均匀,所制备的型壳表面越光滑。此外,粘结剂的种类和性能同样会对表面粗糙度产生作用,不同粘结剂在黏度、固化特性等方面存在差异,会使型壳在成形过程中呈现出不同的表面微观结构^[17]。在本研究中,所采用的粘结剂均为硅溶胶,由于3种原材料粉体在粒度及形貌上存在差异,所制备的陶瓷试样呈现出不同的微观组织

和表面粗糙度。

2.2 高温合金 DD5 与不同面层陶瓷型壳材料的界面反应

图6为在1 520和1 550℃座滴试验后,DD5合金的上、下表面形貌,以及EC95、G和GA陶瓷试样的表面形貌。可以看出,1 520℃时,与合金接触的陶瓷试样表面区域色泽亮白,而当温度升至1 550℃时,该区域分布着大量灰色物质。这说明陶瓷试样参与了较为显著的与合金元素的扩散、互扩散及反应过程,从而生成了不同于原始陶瓷试样表面的物质。此外,在1 520℃时,与合金接触的陶瓷试样表面区域近乎呈规整的圆形;在1 550℃时,EC95陶瓷试样表面的灰色区域较为圆润,近乎呈规整的圆形(见图中红色虚线圈区域),而G、GA陶瓷试样表面的灰色区域圆形度欠佳。这一现象与合金-陶瓷试样之间的润湿性密切相关。当润湿性良好时,合金熔化凝固后会形成均匀的球冠状,凝固后合金下表面接近圆形,而当润湿性较差时,受合金表面张力的影响,合金在凝固收缩过程中无法形成均匀的球冠状,其下表面并非圆形^[18]。

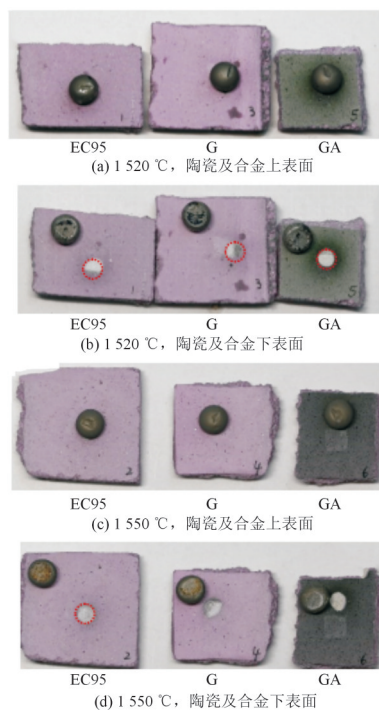


图6 试验后陶瓷试样及合金试样上、下表面宏观形貌

Fig.6 Macro morphologies of ceramic and upper and lower surface of alloy after experiment

图7为DD5合金分别与EC95、G及GA陶瓷在1 520℃、1 550℃接触40 min后合金下表面形貌。可以看出,1 520℃时,各合金试样下表面均覆盖有一薄层灰黑色反应产物,其中EC95陶瓷、G陶瓷对应的合金试样下表面可见明显的枝晶组织;GA陶瓷对应的合金试

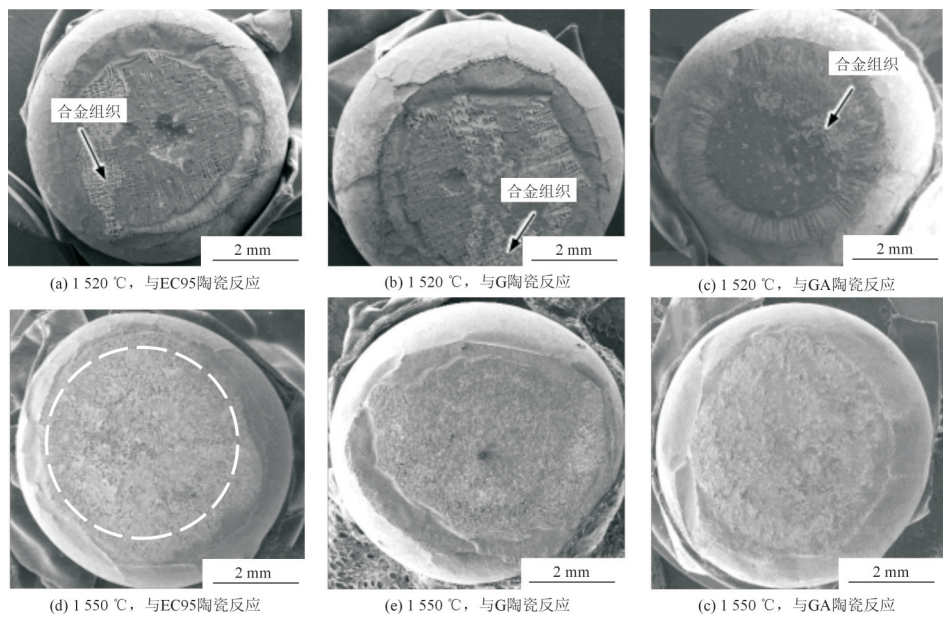


图7 DD5合金与不同面层陶瓷试样反应后的组织形貌

Fig.7 Microstructures of DD5 superalloy after reaction with different ceramic specimens

样下表面无明显枝晶组织,但亦可见部分合金裸露。对比 EC95 陶瓷及 G 陶瓷对应的合金试样下表面,前者合金组织呈现较大连续面积,而后者表面更多呈现为“合金-反应物”交替的形貌。1 550 °C 下,3 种陶瓷对应的合金下表面均未见金属光泽,而是覆盖有大面积的反应物,且反应物厚度较 1 520 °C 下的厚度更大。此外,1 550 °C 下 EC95 陶瓷对应的合金试样下表面圆形区域较其余两个合金试样下表面的圆形区域更为规则,见图 7d 中红色虚线圈处。

图 8~图 10 分别为 DD5 合金与 EC95 陶瓷、G 陶瓷及 GA 陶瓷在 1 520 °C 下接触 40 min 后合金试样的下表面形貌,表 3 为各合金试样底面特征组织区成分。从图

8a 和图 8b 可以看出,与 EC95 陶瓷试样接触 40 min 后,合金试样下表面覆盖有反应产物,但更为明显的是整齐排列的枝晶组织。从图 8c 和图 8d 可以看出,合金试样下表面有形状不规则的块状反应物,结合能谱分析可知,DD5 合金与 EC95 陶瓷的反应产物中主要含有 Al、O 和 Ni 元素,另有少量 Co、Cr、Ta 和 W 等。对于多元素产物,推断其形成过程主要是合金中 Ni、Co、Cr 和 W 等活性元素向陶瓷面层扩散,并与陶瓷试样面层的分解物 Al 元素及 O 元素混杂在一起,即合金中活性元素在合金-陶瓷界面扩散、反应、并与陶瓷元素复合而形成复杂氧化物,该反应过程并非简单的合金的置换反应,且反应物的形貌特征及尺寸比较均匀。

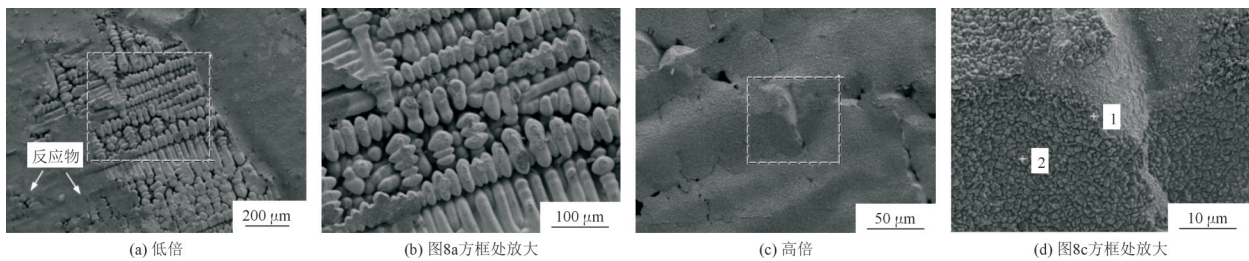


图8 高温合金 DD5 与 EC95 粉面层陶瓷(E995 陶瓷)1 520 °C 反应后的微观形貌

Fig. 8 Microstructures of DD5 superalloy after reacting with ceramic with EC95 powder surface layer at 1 520 °C

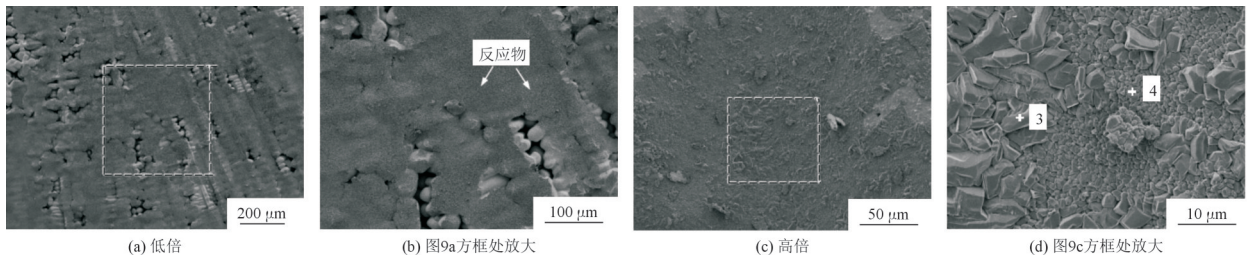


图9 高温合金 DD5 与刚玉粉面层陶瓷(G 陶瓷)1 520 °C 反应后的微观形貌

Fig. 9 Microstructures of DD5 superalloy after reacting with ceramic with corundum powder surface layer at 1 520 °C

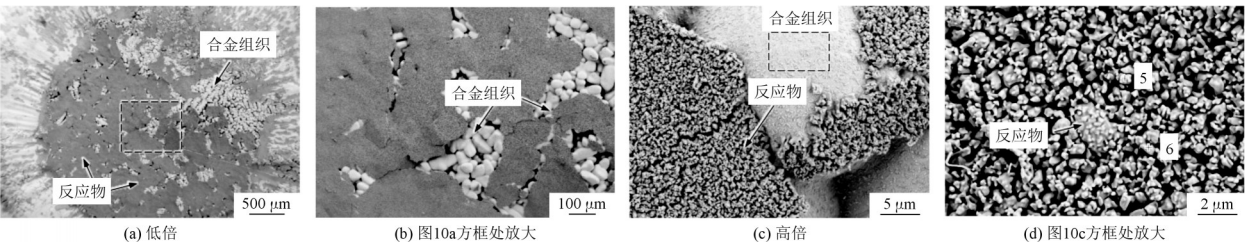


图 10 高温合金 DD5 与锆英粉面层陶瓷(GA 陶瓷)1 520 °C 反应后的微观形貌

Fig.10 Microstructures of DD5 superalloy after reacting with ceramic with zirconium powder surface layer at 1 520 °C

从图 9a 和图 9b 可以看出,与 G 陶瓷接触 40 min 后,DD5 合金下表面可见部分合金组织,但更明显的形貌被接近连续分布的反应产物覆盖。相比图 8,可知合金试样下表面反应产物的覆盖面积更大。从图 9c 和图 9d 可观察到,反应产物分布连续、形状不规则,大小不均匀。相比图 8 中反应产物的聚集状态可知,与 G 陶瓷接触 40 min 后,DD5 合金下表面的反应产物更为密集,且颗粒尺寸更大。能谱分析表明(表 3 中点 3 和点 4),反应产物亦含有 Al、O、Ni、Co、Cr、Ta 和 W 等元素,但较图 8 点 1 和点 2 的 Al 含量和 O 含量更高,而 Ni 含量较低。这说明,与 G 陶瓷在 1 520 °C 下接触时,合金中更多的 Al 元素参与到元素扩散、反应的复杂过程中,最终使得反应产物中 Al、O 含量较高。这表明,对于 DD5 合金熔体,G 陶瓷的高温稳定性不及 EC95 陶瓷。

从图 10a 和图 10b 可以看出,与 GA 陶瓷接触 40 min 后,合金下表面呈现星星点点的合金组织,反应物覆盖合金下表面大部分区域,但反应物的颗粒较小,且颗粒之间并非紧密聚集。能谱分析表明(表 3 中点 5 和点 6),此时 DD5 合金下表面的反应产物主要富 Al、O 元素,另有微量 Cr、Co、Ni 和 Zr 元素。这说明,高温下陶瓷面层材料硅酸锆未发生分解,但合金中活性元素

表 3 图 8~图 10 中特征点的元素种类及含量分析

Tab.3 Element species and content of characteristic points in

Fig.8~ Fig.10

%

特征点	w_B							
	Al	O	Cr	Co	Ni	Zr	Ta	W
1	37.50	22.13	3.29	3.66	28.51	—	2.44	2.04
2	34.01	26.32	2.96	3.19	26.01	—	2.92	—
3	38.51	30.87	2.61	2.75	21.76	—	2.42	—
4	37.60	24.33	2.25	2.71	27.87	—	4.39	—
5	46.70	45.94	0.41	0.13	1.73	5.1	—	—
6	45.67	48.24	0.42	0.14	1.29	4.23	—	—

Al 大量聚集在合金与陶瓷的界面,最终形成 Al 的氧化物。对比图 8~图 10 可知,1 520 °C 时,3 种面层陶瓷对于 DD5 合金熔体的稳定性顺序为:EC95 面层陶瓷的稳定性>刚玉面层陶瓷的稳定性>锆英粉面层陶瓷的稳定性。

图 11 为 1 550 °C 时,DD5 合金与不同面层陶瓷的界面反应组织。可以看出,与锆英粉面层陶瓷试样接触后,合金下表面完整地覆盖一层反应产物,反应产物聚集度高,且部分区域呈明显堆积状态,使得合金下表面很不平整。相比之下,EC95 面层陶瓷和刚玉面层陶瓷与 DD5 之间的稳定性较好,合金下表面为合金组织和反应产物的混合组织。

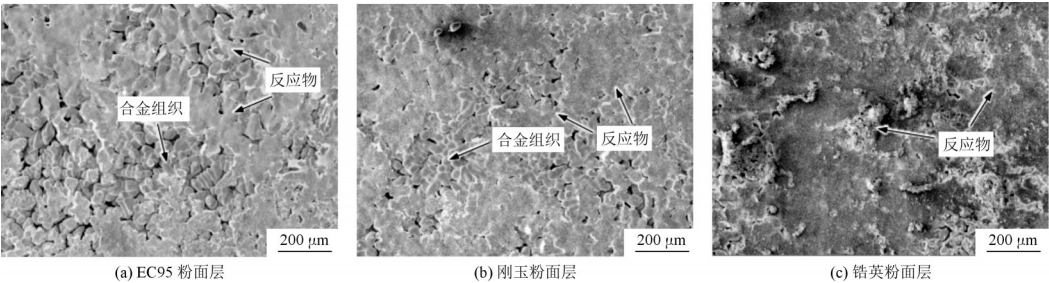


图 11 高温合金 DD5 与 3 种面层陶瓷在 1 550 °C 反应后的微观形貌

Fig.11 Microstructures of DD5 superalloy after reacting with ceramic with different surface layers at 1 550 °C

2.3 界面反应和陶瓷面层结构协同作用下的润湿机制

对于润湿性的表征,目前仍沿用 Thomas Young^[19] 固-液-气三相平衡方程为:

$$\sigma_{sv} = \sigma_{sl} + \sigma_{lv} \cos \theta \tag{4}$$

式中, σ_{sv} 、 σ_{sl} 和 σ_{lv} 分别为固/气界面能、固/液界面能和液/气界面能,三者的大小共同决定润湿角 θ 的大小。

一般而言,影响合金熔体与陶瓷型壳的润湿性的因素有:合金成分、型壳材料种类、周围气氛的性质、合金液的氧化程度等^[20-23]。根据 Aksay 理论,固-液两相润湿性的改善主要是界面反应自由能的变化所致,自由能的降低是熔体在固体基板上铺展的驱动力,且反应越强烈,润湿性越好。该理论公式为^[24]:

$$\sigma_{sl} = \sigma_{sl}^0 + \Delta G_r \tag{5}$$

式中, σ_{sl}^0 为未发生反应的固/液界面能; ΔG_r 为固、液界面发生反应时生成单位面积的产物时所产生的吉布斯自由能的变化值。

考虑固体表面粗糙度, 润湿角 θ 计算公式为:

$$\cos \theta = m(\sigma_{sv} - \sigma_{sl})/\sigma_{lv} \tag{6}$$

式中, m 为基板(本研究中为陶瓷试样)的表面粗糙度。根据图 3 及式(1)~式(3)测量计算 DD5 合金与 3 种不同面层陶瓷在 1 520 ℃、1 550 ℃的润湿角, 结果见表 4。可以看出, 1 520 ℃时, DD5 合金与 EC95 陶瓷、G 陶瓷的润湿角大小接近, 分别为 127.29°与 128.81°; 与 GY 陶瓷的润湿角较小, 为 123.31°。1 550 ℃时, DD5 合金与 EC95 陶瓷、G 陶瓷的润湿角相比 1 520 ℃时减小约 5°, 而与 GA 陶瓷的润湿角相比 1 520 ℃时增大约 4°。润湿角是陶瓷表面粗糙度、界面反应、温度等综合作用的结果。若仅考虑界面反应, 根据式(4)和式(5)可知, 界面反应使得 σ_{sl} 减小, 故而润湿角 θ 减小。若仅考虑陶瓷表面粗糙度, 由式(6)知, m 越大, θ 越小, 界面反应和陶瓷表面粗糙度协同作用下润湿角对比见表 5。可以看出, 1 520 ℃时, DD5 合金与 EC95 陶瓷的润湿角最大, 由此可知, 此温度下界面反应对润湿性的影响起主导作用, 表面粗糙度对 DD5 合金与陶瓷材料润湿性的影响不明显, 界面反应和表面粗糙度的协同作用下, DD5 合金与 GY 陶瓷的润湿角最小。1 550 ℃时, DD5 合金与 EC95 陶瓷、G 陶瓷的润湿角大小接近, 分别为 122.59°与 124.28°, 与 GY 陶瓷的润湿角较大, 为 127.20°。1 550 ℃时, DD5 合金与 GY 陶瓷的界面反应严重, 但润湿角最小, 这说明此温度下陶瓷表面粗糙度对润湿性的影响比较明显, 界面反应和表面粗糙度的协同作用下, DD5 合金与 GY 陶瓷的润湿角最小。因此, 1 550 ℃下陶瓷表面粗糙度对润湿性的影响不可忽略。

表 4 DD5 合金-陶瓷润湿角测试结果

Tab.4 Wetting angle results of alloy and ceramic shell				
陶瓷面层	陶瓷面层粗糙度/ μm	润湿角/ $^\circ$		
		1 520 ℃	1 550 ℃	
EC95 粉	3.987	127.29	122.59	
刚玉粉	3.391	128.81	124.28	
锆英粉	2.085	123.31	127.20	

表 5 润湿角对比

Tab.5 Comparison of wetting angle				
陶瓷面层	仅考虑界面 反应	仅考虑陶瓷 面层粗糙度	实际润湿角对比	
			1 520 ℃	1 550 ℃
EC95 粉	最大	最小	最大	最小
刚玉粉	居中	居中	居中	居中
锆英粉	最小	最大	最小	最大

为保证合金熔体在陶瓷型腔内完整充型, 要求合金熔体与陶瓷型壳及型芯具有一定的润湿性, 否则会导致叶片欠铸等铸造缺陷^[7]。然而, 良好的润湿性往往会促进铸件表面的机械粘砂。机械粘砂是液态金属或合金渗入型壳表面的孔隙, 铸件凝固后, 在铸件表面形成的金属混合砂粒的粘附层, 此过程中并无新相形成。产生机械粘砂应满足的力学条件为合金液对型壳的压力大于临界压力, 可表示为^[25]:

$$P_c \geq P_g - \frac{2\sigma \cos \theta}{R} \tag{7}$$

式中, P_g 为陶瓷型壳面层孔隙中的气体压力; σ 为合金熔体表面张力; P_g 的作用是阻碍合金液向陶瓷型壳内的渗透; R 为陶瓷型壳面层中孔隙的半径, 一般而言, P_g 的数值不大, 可以忽略^[25]。对于固定的陶瓷型壳, σ 以及 R 的值不变。因此, 影响临界压力的因素仅为润湿角 θ , θ 减小时, 临界压力减小, 从而引发或加剧了合金液向陶瓷面层孔隙渗透的粘砂过程。合金熔体的物理入侵使得界面处的温度梯度更高, 引起应力集中^[6]。

陶瓷型壳面层粗糙度、型壳面层与合金的界面反应通过影响润湿角而影响铸件表面的机械粘砂, 强烈的界面反应不仅使得界面处形成不同于合金组织的新相, 改变合金表面成分, 还会通过影响润湿性而进一步引发或促进合金表面机械粘砂缺陷的产生。对于铸造高温合金, 优选具有良好高温稳定性、化学稳定性、适宜润湿性的面层材料, 对于铸件表面质量的提升、尺寸精度的控制、铸造生产成本的把控至关重要。综合本研究中 1 520 ℃及 1 550 ℃下合金/陶瓷材料的界面稳定性特征及润湿性特征, 推荐在 DD5 合金涡轮叶片铸造中优先选用 EC95 陶瓷面层体系, 并建议将浇注温度控制在 1 520 ℃以下以进一步抑制界面反应及机械粘砂。

3 结 论

(1) 陶瓷试样的表面形貌及粗糙度研究表明, 3 种面层陶瓷表面均有孔洞, EC95 粉面层陶瓷表面除不规则形状陶瓷颗粒外, 还有片状陶瓷颗粒镶嵌在其中, 表面粗糙度为 3.987 μm ; 刚玉粉面层陶瓷表面零散分布的细颗粒陶瓷粉体较多, 表面粗糙度为 3.391 μm , 而锆英粉面层陶瓷表面的陶瓷颗粒呈明显的“搭桥”组织, 表面粗糙度为 2.085 μm 。

(2) DD5 合金与不同面层陶瓷材料的界面反应研究表明, 1 520 ℃时, DD5 合金与 3 种面层陶瓷均发生界面反应, EC95 面层陶瓷反应程度较轻, 锆英粉面层陶瓷反应最严重, 反应机理为合金中活性元素在合金-陶

瓷界面扩散、反应,并与陶瓷元素复合而形成复杂氧化物。1 550℃时,DD5合金与3种面层陶瓷的界面反应程度较1 520℃时严重。

(3)界面反应与陶瓷面层结构协同作用下的润湿机制研究表明,1 520℃时,界面反应对润湿性的影响起主导作用,表面粗糙度对润湿性的影响不明显,DD5与EC95面层陶瓷材料的润湿角较大,为127.29°。1 550℃时,陶瓷表面粗糙度对润湿性的影响明显,界面反应和表面粗糙度的协同作用下,DD5与锆英粉面层陶瓷材料的润湿角较大,为127.20°。

(4)综合界面稳定性与润湿性特征,推荐在DD5合金涡轮叶片铸造中优先选用EC95面层陶瓷体系,并建议将浇注温度控制在1 520℃以下以进一步抑制界面反应及机械粘砂。

参 考 文 献

- [1] CUI R J, HUANG Z H. Microstructural evolution and stability of second generation single crystal Ni-based superalloy DD5 [J]. Trans. Nonferr. Metal. Soc., 2016, 26(8): 2 079-2 085.
- [2] LÜ J J, WANG A D, CHEN C F, et al. Thermal fatigue behavior of a nickel-base single crystal superalloy DD5 with secondary orientation [J]. Mater. Res. Express, 2018, 5: 106 516.
- [3] LI P, JIANG W, RUI S S, et al. Effect of misorientation on the fatigue life of nickel-base single crystal superalloy DD5 at 980℃ [J]. Int. J. Fatigue., 2021, 153: 106 479.
- [4] REED R C. The Superalloys: Fundamentals and Applications [M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2008.
- [5] 中国机械工程学会铸造分会. 铸造手册[M]. 北京:机械工业出版社, 2012.
- [6] 丁宁,张佳怡,董龙沛,等. 熔模铸造过程镍基高温合金与陶瓷材料界面反应研究进展[J]. 铸造技术, 2022, 43(9): 823-828.
- [7] 郭建亭. 高温合金材料学[M]. 北京:科学出版社, 2000.
- [8] 黄乾尧,李汉康. 高温合金[M]. 北京:冶金工业出版社, 2000.
- [9] 王丽丽,李嘉荣,唐定中,等. SiO₂-ZrO₂陶瓷型芯与DZ125, DD5和DD6三种铸造高温合金的界面反应[J]. 材料工程, 2016, 44(3): 9-14.
- [10] SUN Y Y, CHENG Y, WANG F W, et al. Interfacial reaction mechanism between Y-containing DD5 alloy and Al₂O₃ ceramic during directional solidification process [J]. Ceram. Int., 2024, B50(18): 33 270.
- [11] CHEN Z A, TAN Y, LI Y, et al. Effect of oxygen on the wettability and interfacial reaction between the DD5 superalloy and ceramic shell [J]. Vacuum, 2023, 215: 112 288.
- [12] ZHAO J Q, LI Y, TAN Y, et al. Effects of surface-active elements on wettability and interfacial reaction between DD5 superalloy and Al₂O₃-based ceramic shell [J]. Results. Sur. Interfaces., 2024, 14: 100 325.
- [13] 刘林涛,李争显,华云峰,等. 热处理气氛对ZrO₂活性扩散障/NiCrAl涂层界面反应的影响[J]. 中国表面工程, 2015, 28: 53-58.
- [14] CHEN X Y, ZHOU Y Z, JIN T, et al. Effect of C and Hf Contents on the interface reactions and wettability [J]. J. Mater. Sci. Technol., 2016, 32: 177-181.
- [15] 肖涵松,玄伟东,戴睿卿,等. 高温合金精密铸造用陶瓷型壳其与合金界面反应的研究进展[J]. 材料导报, 2024, 38(10): 143-150.
- [16] 王树森,张玲,孟洁. 粉料粒度对陶瓷型壳料浆性能及单晶叶片粘砂的影响[J]. 铸造, 2023, 72(4): 415-419.
- [17] VENKAT Y, CHOUDARY K R, DAS D K, et al. Ceramic shell moulds with zircon filler and colloidal silica binder for investment casting of shrouded low-pressure turbine blades [J]. Ceram. Int., 2020, 46(17): 26 572.
- [18] WANG H W, YANG J X, MENG J, et al. Wettability and interfacial reactions of a low Hf-containing nickel-based superalloy on Al₂O₃-based, SiO₂-based, ZrSiO₄, and CoAl₂O₄ substrates [J]. Ceram. Int., 2020, 46(14): 22 057.
- [19] YOUNG T. An essay on the cohesion of fluids [J]. Phil. Trans. Roy. Soc. Lond., 1805, 85: 65-87.
- [20] SANGGHALEH A, HALALI M. Effect of magnesium addition on the wetting of alumina by aluminium [J]. Appl. Sur. Sci., 2009, 255: 8 202.
- [21] CANDAN E. Effect of Alloying elements to aluminium on the wettability of Al/SiC system [J]. Turk. J. Eng. Environ. Sci., 2002, 26: 1-5.
- [22] NAKASHIMA K, MATSUMOTO H, MORI K. Effect of additional elements Ni and Cr on wetting characteristics of liquid Cu on zirconia ceramics [J]. Acta Mater., 2000, 48: 4 677.
- [23] KAPLAN W D. The influence of Ca on interface structure and chemistry in melt-infiltrated α -Al₂O₃/Al composites [J]. Acta Mater., 1997, 46: 2 369-2 379.
- [24] AKSAY I A, HOGE C E, PASK J A. Wetting under chemical-equilibrium and nonequilibrium conditions [J]. J. Phys. Chem., 1974, 78: 1 178.
- [25] JIANG J R, LIU X Y. Dimensional variations of castings and moulds in the ceramic mould casting process [J]. J. Mater. Process Technol., 2007, 189: 247-255.

(编辑:刘晨辉)

欢迎登陆期刊官网

投稿、查稿、审稿

欢迎登陆《特种铸造及有色合金》杂志官方网站投稿、阅读、审稿,期刊论文彩色版本均可在网站免费在线阅读或下载pdf文件,并可体验AI导读功能,网址:www.special-cast.com,欢迎访问!