

镍基单晶高温合金薄壁试样的一次枝晶间距统计方法对比

姜祖岗¹ 叶新玥² 张 剑² 郭媛媛² 张 迈² 李 远² 卢广先² 胡松松³

(1.中国航发商用航空发动机有限责任公司;2.北京航空材料研究院先进高温结构材料重点实验室;
3.湘潭大学材料科学与工程学院)

摘 要 分别采用面积测量法、三角形测量法和最小生成树法,对不同壁厚的镍基单晶高温合金试样的一次枝晶间距进行了统计。结果表明,面积测量法和三角形测量法对块状试样平均一次枝晶间距的统计结果基本相当,大于采用最小生成树法获得的数值。随试样壁厚降低,三角形测量法和最小生成树法统计的平均一次枝晶间距差距基本固定,一次枝晶间距的容许范围随着试样壁厚降低而缩小,而面积测量法在统计薄壁试样的平均一次枝晶间距时显示出明显的不稳定性。最后,讨论了3种方法统计镍基单晶高温合金薄壁试样一次枝晶间距时的特点和适用性。

关键词 镍基高温合金;薄壁件;一次枝晶间距;最小生成树

中图分类号 TG113.1 文献标志码 A

DOI:10.15980/j.tzzz.2023.05.014

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Comparison of Statistical Methods for Primary Dendrite Spacing of Thin-wall Ni-based Single Crystal Superalloy Specimens

Jiang Zugang¹, Ye Xinyue², Zhang Jian², Guo Yuanyuan², Zhang Mai², Li Yuan²,
Lu Guangxian², Hu Songsong³

(1.Air China Commercial Aero Engine Co., Ltd.; 2.Science and Technology on Advanced High Temperature Structural Materials Laboratory, Beijing Institute of Aeronautical Materials;
3.School of Materials Science and Engineering, Xiangtan University)

Abstract: The primary dendrite spacing of Ni-based single crystal superalloy specimens with different wall thickness was calculated by area measurement method, triangle measurement method and minimum spanning tree method, respectively. The results indicate that the statistics results of area measurement method and the triangle measurement method are basically similar, which are both larger than that of minimum spanning tree method. With the decrease of thickness, the deviation of primary dendrite spacing between triangle measurement method and minimum spanning tree method is basically fixed with decreasing in allowable range, while the statistical results of the area measurement method display obvious instable. Finally, the characteristics and applicability of each method on primary dendrite spacing of thin wall specimens were discussed.

Key Words: Ni-based Superalloy, Thin-wall Component, Primary Dendrite Spacing, Minimum Spanning Tree

收稿日期:2023-01-13;修改稿收到日期:2023-03-11
基金项目:湖南省自然科学基金项目资助(2022JJ40439);湖南省科技创新计划资助项目(2021RC2088)
第一作者简介:姜祖岗,男,1986年出生,高级工程师,上海(200241),E-mail:jiang-zugang@163.com
通信作者:胡松松,男,1990年出生,副教授,湖南湘潭(411105),E-mail:songhu@xtu.edu.cn
引用格式:姜祖岗,叶新玥,张剑,等.镍基单晶高温合金薄壁试样的一次枝晶间距统计方法对比[J].特种铸造及有色合金,2023,43(5):655-659.
JIANG Z G, YE X Y, ZHANG J, et al. Comparison of statistical methods for primary dendrite spacing of thin-wall Ni-based single crystal superalloy specimens[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2023, 43(5):655-659.

[22] ZHU H Z, YUE L F, ZHUANG C, et al. Fabrication and characterization of self-assembled graphene oxide/silane coatings for corrosion resistance[J]. Surface and Coatings Technology, 2016, 304: 76-84.

[23] WINKLER D A, BREEDON M, WHITE P, et al. Using high throughput experimental data and in silico models to discover alternatives to toxic chromate corrosion inhibitors[J]. Corrosion Science, 2016, 106: 229-235.

[24] WEN Y Q, MA M M, SHANG W. Corrosion resistance and adsorption behavior of bis-(γ -triethoxysilylpropyl)-tetrasulfide self-assembled membrane on 6061 aluminum alloy[J]. RSC Advances, 2015, 98(5): 80 129-80 135.

[25] SUN W, WANG L D, YANG Z Q, et al. Fabrication of polydimethylsiloxane-derived superhydrophobic surface on aluminium via chemical vapour deposition technique for corrosion protection[J]. Corrosion Science, 2017, 128: 176-185.

[26] ABBASI S, NOURI M, SABOUR ROUHAGHDAM A. A novel combined method for fabrication of stable corrosion resistance superhydrophobic surface on Al alloy[J]. Corrosion Science, 2019, 159: 108 144.

[27] 李姣姣,刘燕红,李家平,等.自组装膜层微观结构对铝合金表面耐腐蚀性能的影响[J].中国表面工程, 2020, 33(5): 30-39.

(编辑:栗万仲)

镍基单晶高温合金具有优异的高温力学性能和抗氧化、耐热腐蚀能力,是航空发动机和地面燃气轮机涡轮叶片的首选材料^[1]。单晶叶片主要采用定向凝固模铸造方法结合选晶或籽晶技术成形,获得树枝晶组织^[2]。经典凝固理论认为,合金的一次枝晶间距与定向凝固条件单值对应^[3]。大量研究表明,镍基单晶高温合金的一次枝晶间距除了受合金成分、凝固条件等因素影响外,还和凝固历史相关^[4-7]。黄太文等^[4]研究抽拉速率对镍基单晶高温合金一次枝晶间距的影响时发现枝晶间距的上限与下限之比大于 2。刘贵群等^[5]发现镍基单晶高温合金稳态生长过程中一次枝晶间距的上下限相差可达到 8.5 倍。

镍基单晶高温合金的一次枝晶间距是枝晶组织中最重要的特征尺度之一,直接影响后续的热处理工艺难度及合金的力学性能^[8-12]。张胜霞等^[8]研究第 3 代镍基单晶高温合金显微组织特征时发现,降低一次枝晶间距能够提高合金的固相线温度,并扩大热处理窗口。张琰斌^[9]发现降低一次枝晶间距可以显著缩短高代次镍基单晶高温合金均匀化热处理时间。张少华等^[10]研究了一次枝晶间距对镍基单晶高温合金 DD26 力学性能的影响,发现增加一次枝晶间距能够增强合金力学性能的各向异性。

面积测量法和三角形测量法是统计镍基单晶高温合金一次枝晶间距最常用的方法,但面积测量法仅能够获得平均一次枝晶间距,三角形测量法在统计一次枝晶间距时判断两个枝晶是否为邻近枝晶存在困难^[2,5]。近年来,为了全面了解枝晶分布的均匀性,采用最小生成树法统计一次枝晶间距及其分布已越来越受到研究者的关注^[7,13-15]。然而,测量方法对一次枝晶间距统计结果的影响报道很少^[4]。同时,由于边缘枝晶占比增多,现有方法在统计薄壁试样的一次枝晶间距时是否适用也需要进一步明确。随着航空发动机的发展,单晶叶片逐渐从实心、空心向双层壁等超冷结构发展,单晶叶片的壁厚逐渐降低^[13],壁厚的改变会引起凝固条件的差异,影响凝固组织和缺陷形成,导致叶片不同壁厚处

热处理组织存在差异,影响合金的力学性能。精确表征叶身薄壁处的一次枝晶间距可以为评估先进单晶叶片的服役性能,及制定合适的热处理制度等提供理论依据。为此,本研究采用面积测量法、三角形测量法和最小生成树法对不同壁厚试样的一次枝晶间距进行统计,并对结果进行比较和分析,为准确统计先进单晶叶片薄壁件的一次枝晶间距提供参考。

1 试验材料及方法

试验材料为第 2 代镍基单晶高温合金 DD6,其名义化学成分(质量分数)为:4.3%的 Cr,9.0%的 Co,2.0%的 Mo,8.0%的 W,7.5%的 Ta,2.0%的 Re,0.1%的 Hf,5.6%的 Al,0.5%的 Nb,余量为 Ni。定向凝固试验在工业级定向凝固炉上实现,定向凝固过程中温度梯度为 35~50 ℃/cm。首先将预埋<001>取向籽晶和型芯的陶瓷型壳加热到 1 520 ℃并保温,保证籽晶顶端发生部分熔化而籽晶底端不熔化;将所需的镍基高温合金加热到 1 520 ℃后浇入型壳中;然后将型壳保温 5 min,使熔体达到平衡状态;最后以 3 mm/min 的速度将型壳匀速下拉;待型壳冷却至室温后,敲碎型壳得到单晶叶片。采用电火花线切割对空心叶片同一横截面的不同位置进行切割,获得不同壁厚的横截面试样。采用标准金相处理方法对各试样进行磨抛,并使用体积分数为 14%的 HNO₃+28%的 HF+58%的 C₃H₈O₃的腐蚀剂进行微观腐蚀,利用 Leica DM-4000M 型光学显微镜(OM)观察试样的显微组织。

根据获得的金相照片采用不同的方法统计一次枝晶间距,见图 1。采用面积测量法统计时,首先根据金相照片标尺计算出金相照片的面积 S ,随后统计该面积下一次枝晶的个数 N ,最后根据公式 $\lambda = \frac{S}{N^{0.5}}$ 计算平均一次枝晶间距。计量枝晶个数时,以每个枝晶截面的中心为计数点,中心位置在金相照片的边界时为 0.5 个计数点;在金相照片以内为 1 个计数点;在金相照片以外时忽略不计,见图 1b。采用三角形测量法统计时,连接

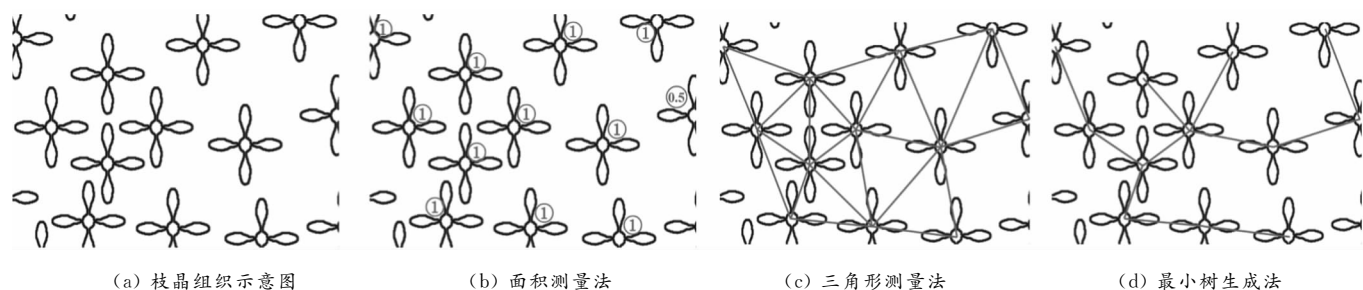


图 1 一次枝晶间距测量示意图

Fig.1 Measuring diagram of primary dendrite spacing

3 个相邻枝晶的中心形成三角形,每个三角形的边长即为一个一次枝晶间距 λ ,实际统计过程中进行多次测量后取平均值,见图 1c。最小生成树(MST)法是以不封闭的连接线段将所有的节点连接,且此线段的总长度在所有的节点连接方式中最短。采用最小生成树法统计时,以枝晶干中心点作为 MST 节点,而 MST 图中每个树枝的长度都代表着一个枝晶间距,见图 1d。首先根据显微照片标尺在图上建立二维坐标系,记录每一个枝晶干中线点坐标,再将枝晶干中心点坐标导入最小生成树算法中,计算出一次枝晶间距 λ 及其分布。

2 试验结果与分析

2.1 块体试样的一次枝晶间距

图 2 为块体试样(壁厚为 5 mm)的横截面显微组织及一次枝晶间距统计结果。由图 2a 可以看出,枝晶形貌均呈现“十”字花样,枝晶的二次枝晶方向一致,表明没有明显的晶界存在。此外,枝晶分布不均匀,部分二次枝晶上能够明显看到发达的 3 次枝晶,枝晶间存在一定的($\gamma+\gamma'$)共晶。由图 2b 可以看出,采用面积测量法、三角形测量法和最小生成树法测量的平均一次枝晶间距不完全一致,面积测量法和三角形测量法统计的平均一次枝晶间距相差仅为 3.87 μm ,比最小生成树方法获得的平均一次枝晶间距大 38 μm 。这表明面积测量法和三角形测量法统计该试样的一次枝晶间距时具有较好的一致性。

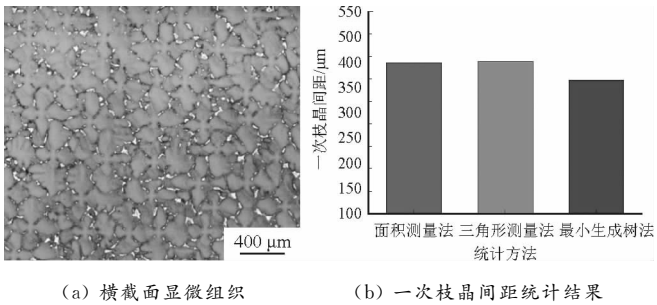


图 2 壁厚为 5 mm 试样的横截面显微组织和一次枝晶间距
Fig.2 Cross-section microstructure and primary dendrite spacing of specimens with thickness of 5 mm

根据金相照片,面积测量法通常只能统计出平均一次枝晶间距,而三角形测量法和最小生成树方法还能够得到相应的一次枝晶间距分布情况,见图 3。两种方法统计的一次枝晶间距分布范围均较宽,与之前的研究结果一致^[4-5]。两种方法统计的一次枝晶间距下限都在 200 μm 左右;三角测量法获得枝晶间距分布的上限在 650 μm 附近,而最小生成树获得枝晶间距上限接近 550 μm 。

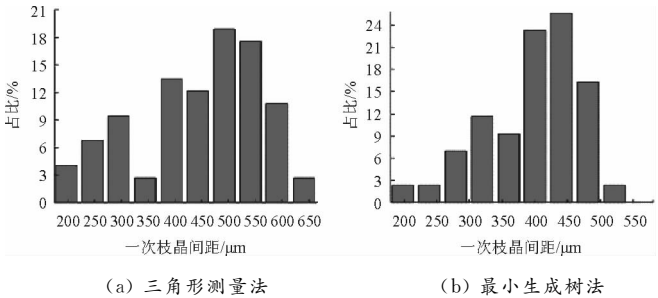


图 3 三角形测量法和最小生成树法统计的一次枝晶间距分布
Fig.3 Distribution of primary dendrite spacing calculated by triangle measurement method and minimum spanning tree method

2.2 薄壁试样的一次枝晶间距

图 4 是壁厚分别为 0.5、1 和 2 mm 的试样的显微组织。可以看出,3 种试样都表现出典型的树枝晶组织。从图 4a 可以看出,在试样壁厚方向仅有一到两个树枝晶,几乎所有的枝晶都直接与试样边缘接触。随着试样壁厚增加,该方向上枝晶间距的数量也逐渐增多,见图 4b 和图 4c。这表明随着试样壁厚增加,试样边缘枝晶数量与全部枝晶数量的比值逐渐减小。

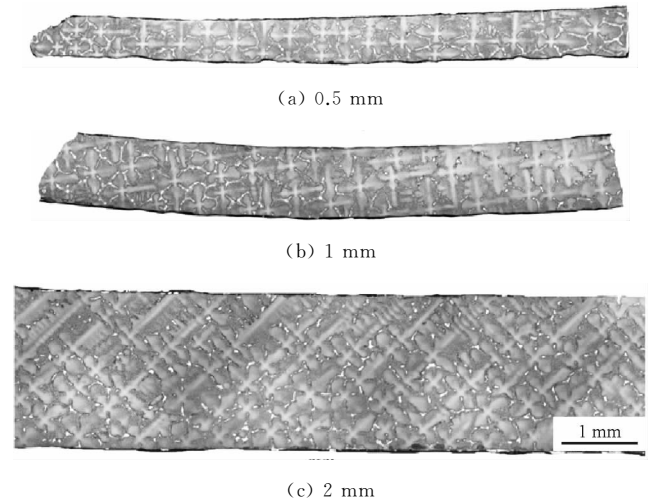


图 4 不同壁厚试样的横截面显微组织
Fig.4 Cross-section microstructure of thin-wall specimens with different wall thicknesses

采用 3 种方法分别统计了图 4 中不同壁厚试样的一次枝晶间距,结果见图 5。可以看出,与块状试样相似,3 种方法统计同一壁厚的试样时获得的平均一次枝晶间距存在差异。三角形测量法和最小生成树法在统计 3 种薄壁试样平均一次枝晶间距时的差值比较固定,基本在 40 μm 左右,与块状试样的结果类似。面积测量法与三角形测量法(或最小生成树法)获得的平均一次枝晶间距的差值在 14.6~55.1 μm 之间,随试样壁厚的变化表现出较大的波动。计算不同壁厚试样下面积测量法和三角形测量法获得平均一次枝晶间距差值数列的方差,结果达到 1 227.47,远高于不同壁厚试样下

三角形测量法和最小生成树法获得平均一次枝晶间距差值数量的方差(7.96)。这表明采用面积测量法统计薄壁试样的一次枝晶间距时相比三角形测量法或最小生成树法表现出较大的不稳定性。

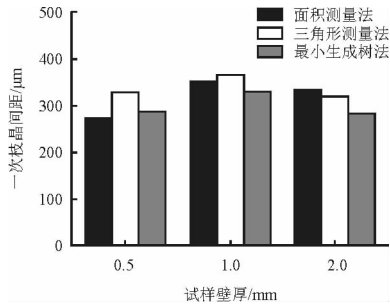


图 5 不同壁厚试样的一次枝晶间距

Fig.5 Primary dendrite spacing of specimens with different wall thicknesses

根据三角形测量法和最小生成树法获得的枝晶间距上下限,分析了试样壁厚对枝晶间距容许范围(枝晶间距上下限比值)的影响,结果见图 6。可以看到,任意壁厚情况下枝晶间距容许范围都大于 2,且随着试样壁厚降低,枝晶间距容许范围缩小。对于相同壁厚的试样,采用三角形测量法计算得到的枝晶容许范围始终大于最小生成树法获得的容许范围。

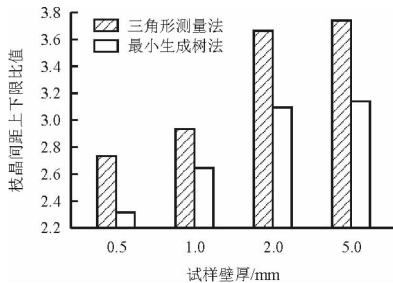


图 6 试样壁厚对枝晶容许范围的影响

Fig.6 Effects of wall thickness on the allowable range of primary dendrite spacing

3 讨论

一次枝晶间距对镍基单晶高温合金铸态组织中的显微偏析、相组成等具有重要影响,也是制定热处理制度和评估合金性能的重要指标^[2,8-10]。随着航空发动机涡轮叶片的结构日益复杂,其壁厚也逐渐降低,准确统计出薄壁铸件的一次枝晶间距是研究目标之一^[13,16]。在统计块体试样的平均一次枝晶间距时,面积测量法和三角形法具有很好的一致性,见图 3,这与刘贵群等^[5]的结果一致。由于面积测量法操作方便、重复性好,在一次枝晶间距的统计过程中被广泛应用,也是现行国家标准推荐的一次枝晶间距统计方法^[17]。该方法是根据一定测量面积下的枝晶数量计算平均一次枝晶间距的,

边缘枝晶的占比对测试结果的准确性有较大影响,因此采用此方法统计薄壁试样的平均一次枝晶间距时易出现较大的误差。随着试样壁厚降低,一次枝晶数量减少,同时边缘枝晶的占比增大,面积测量法统计平均一次枝晶间距的误差逐渐增大。三角形测量法和最小生成树法都是根据枝晶干位置对试样的一次枝晶间距进行统计,仅存在具体方法的差异,因此两种方法统计出的一次枝晶间距虽然不一致,但差值基本稳定。同时,对比图 2 和图 4 可以发现试样壁厚对枝晶形态没有显著的影响。因此,可以用三角形测量法或最小生成树方法获得的一次枝晶间距分析试样壁厚对一次枝晶间距的影响。

对于给定的合金,定向凝固过程中一次枝晶间距主要受凝固过程中的传热、传质及对流等因素影响。经典理论模型^[3]将一次枝晶间距与定向凝固过程中的温度梯度(G_T)和生长速率(R)关系表述为:

$$\lambda = A_1 G_T^{0.5} R^{0.25}$$

式中, A_1 为常数,定向生长过程中生长速率 R 可以用抽拉速率 v 代替^[2]。对比图 3 和图 5 中三角形测量法或最小生成树法统计的不同壁厚试样的一次枝晶间距可以发现,3 种壁厚的薄壁试样的平均一次枝晶间距基本相当,均明显小于块状试样的一次枝晶间距。这主要是因为薄壁试样相比块状试样具有较大的表面积与体积比值,有利于凝固过程中的散热,进而提高了定向凝固过程中的温度梯度^[18]。进一步降低试样的壁厚,收缩系数差异引起的型壳与铸件之间的间隙成为影响散热的主要因素^[19],导致一次枝晶间距不再发生明显的改变。

近年来研究发现,定向凝固过程中一次枝晶间距存在一个容许区间,在该区间内枝晶可以稳态生长而不产生消失或高次分枝现象^[4-7]。Hunt-Lu 模型^[20]认为一次枝晶间距的上下限之比为 2,MA D X 等^[21]通过枝晶分布分析和解析方法认为该比值可达到 3,之后也有大量试验验证了一次枝晶间距存在较大的范围^[4-5,7]。近年来有研究者将通过三角形测量法或最小生成树法获得的一次枝晶间距的上下限之比定义为定向凝固过程中枝晶间距的容许范围^[14-15],作为判断定向凝固过程中枝晶分布均匀性的一种方法。容许范围越小,表明枝晶分布越均匀;反之说明枝晶分布越不均匀。本研究采用三角形测量法和最小生成树法获得的容许范围均大于 2,与之前的理论和试验结果一致^[5,22]。从图 6 可以看出,一次枝晶间距的容许范围随着试样壁厚的降低而缩小。这主要是因为薄壁件的一个重要特征是表面积与体积的比值通常比较大,因此薄壁件横截面上边缘枝晶占比提高;随着试样壁厚降低,壁厚方向枝晶数量进一

步减少,根据枝晶干位置统计一次枝晶间距时邻近枝晶数降低,获得的枝晶间距范围更加集中,见图 4,导致枝晶间距容许范围缩小,有利于获得更加均匀的凝固组织。

三角形测量法和最小生成树法获得的一次枝晶间距上下限都是两个邻近枝晶干的最大(或最小)距离。两种方法统计的一次枝晶间距下限基本一致,但三角形法获得的一次枝晶间距上限明显大于最小生成树方法获得的一次枝晶间距上限,见图 3。这是由于试样中枝晶分布不均,采用三角形测量法统计枝晶间距的上限时容易将非近邻的枝晶间的距离统计为一次枝晶间距,导致三角形测量法获得的一次枝晶容许范围大于最小生成树法。虽然两种方法都可以用于镍基单晶高温合金薄壁件的一次枝晶间距的统计,但采用最小生成树法获得一次枝晶间距的容许范围比采用三角形测量法更准确。

4 结 论

(1)面积测量法和三角形测量法对壁厚为 5 mm 块状的镍基单晶高温合金试样一次枝晶间距的统计结果基本相当,大于最小生成树法的统计结果。

(2)面积测量法统计薄壁试样的一次枝晶间距时表现出不稳定性,三角形测量法和最小生成树法可以用作薄壁试样一次枝晶间距的统计,采用三角形测量法获得的平均一次枝晶间距及容许范围均大于最小生成树法获得的值。

(3)降低壁厚对镍基单晶高温合金薄壁试样的平均一次枝晶间距的影响不明显,但可提高一次枝晶分布的均匀性。

参 考 文 献

- [1] 胡壮麒,刘丽荣,金涛,等. 镍基单晶高温合金的发展[J]. 航空发动机, 2005, 31(3): 1-7.
- [2] 傅恒志,郭景杰,刘林,等. 先进材料定向凝固[M]. 北京:科学出版社, 2008.
- [3] KURZ W, FISHER D J. Dendrite growth at the limit of stability: Tip radius and spacing[J]. Acta Metallurgica, 1981, 29(1): 11-20.
- [4] 黄太文,刘林,张卫国,等. 抽拉速率跃迁对定向凝固单晶高温合金 DD3 一次枝晶间距和微观偏析的影响[J]. 金属学报, 2009, 45(10): 1 225-1 231.
- [5] 刘贵群,冯丽,王贺明,等. 镍基单晶高温合金一次枝晶间距的统计研究[J]. 特种铸造及有色合金, 2021, 41(2): 153-157.
- [6] HUANG W D, GENG X G, ZHOU Y H. Primary spacing selection of constrained dendritic growth[J]. Journal of Crystal Growth, 1993, 134(1-2): 105-115.
- [7] 王玉敏,李双明,钟宏,等. 定向凝固 DD6 单晶高温合金枝晶组织均匀性研究[J]. 金属学报, 2015, 51(9): 1 038-1 048.
- [8] 张胜霞,刘刚,刘林,等. 固溶处理参数对一种单晶高温合金微观

偏析的影响[J]. 铸造, 2012, 61(1): 84-88.

- [9] 张琰斌. 第三代镍基单晶高温合金固溶处理研究及工艺优化[D]. 西安:西北工业大学, 2018.
- [10] 张少华,卢玉章,郑伟,等. 一次枝晶间距对 DD26 单晶高温合金持久各向异性的影响[J]. 材料导报, 2016, 30(14): 6-9.
- [11] 贾志宏,景文祥,鲁远勇,等. 连续式固溶处理 DD5 镍基单晶高温合金[J]. 特种铸造及有色合金, 2022, 42(9): 1 133-1 137.
- [12] 田宁,赵国旗,潘玲,等. 定向凝固镍基高温合金的组织结构与中温蠕变行为[J]. 特种铸造及有色合金, 2022, 42(7): 810-813.
- [13] HAN J C, DUTTA S, EKKAD S. Gas Turbine Heat Transfer and Cooling Technology[M]. Boca Raton: CRC Press, 2002.
- [14] PENG P. Influence of thermal stabilization on microstructure at the solid/liquid interface in a directionally solidified Sn-Ni peritectic alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 693: 799-807.
- [15] HU S S, LIU L, YANG W C, et al. Competitive converging dendrites growth depended on dendrite spacing distribution of Ni-based bi-crystal superalloys[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018, 735: 1 878-1 884.
- [16] 夏鸽翔,杨聪,许庆彦. 镍基单晶高温合金定向凝固微观组织模拟及试验验证[J]. 特种铸造及有色合金, 2021, 41(11): 1 334-1 338.
- [17] 袁英,燕平,栾燕,等. GB/T 14999.7-2010 高温合金铸件晶粒度、一次枝晶间距和显微疏松测定方法[S].
- [18] 李金国,孟祥斌,刘纪德,等. 单晶高温合金涡轮叶片的常见凝固缺陷及控制方法[J]. 特种铸造及有色合金, 2021, 41(11): 1 321-1 327.
- [19] SZELEGA D, KUBIAK K, ZIAJA W, et al. Investigation of casting-ceramic shell mold interface thermal resistance during solidification process of nickel based superalloy[J]. Experimental Thermal and Fluid Science, 2017, 87: 149-160.
- [20] HUNT J D, LU S Z. Numerical modeling of cellular/dendritic array growth: Spacing and structure predictions[J]. Metallurgical & Materials Transactions, 1996, A27(3): 611-623.
- [21] MA D X, SAHM P. Primary spacing in directional solidification [J]. Metallurgical & Materials Transactions, 1998, A29: 1 113-1 119.
- [22] MA D X. Modeling of primary spacing selection in dendrite arrays during directional solidification [J]. Metallurgical & Materials Transactions, 2022, B33: 223-233.

(编辑:刘晨辉)

欢迎关注
“特种铸造”
微信公众号



- | | | |
|--------|---------|--------|
| ● 微官网 | ● 行业动态 | ● 联系我们 |
| ● 微商城 | ● 铸造前沿 | ● 免费推广 |
| ● 本刊会议 | ● 经典案例 | ● 铸造职场 |
| ● 收录动态 | ● 铸造学堂 | ● 产品库 |
| ● 稿件系统 | ● 专利与发明 | ● 企业库 |