

单晶高温合金叶片铸件中的共晶上聚现象分析

马德新^{1, 2}, 赵运兴^{1, 2}, 魏剑辉^{1, 2}, 皮立波¹

(1. 深圳市万泽中南研究院有限公司, 广东深圳 518045; 2. 中南大学 粉末冶金研究院, 湖南长沙 410083)

摘要: 对高温合金CMSX-4的单晶叶片铸件中的 γ/γ' 共晶组织进行了研究分析。研究发现, 叶身部位的铸态共晶分布均匀, 经固溶热处理后基本全部消除; 但在缘板部位, 下表面区域的共晶较少, 而上表面区域则有大量的共晶聚集, 即使通过固溶热处理, 也只能消除缘板下表面铸态共晶, 上表面区域仍存在较多的残余共晶。通过分析发现, 凝固过程中 γ' 相形成元素Al+Ti+Ta会在枝晶间液体中产生富集, 并通过扩散和对流的方式向上迁移, 最后在铸件的上表面聚集, 从而生成大量的 γ/γ' 共晶组织。

关键词: 高温合金; 单晶叶片; 共晶组织; 上聚现象; 固溶热处理

航空发动机是现代制造业的高端产品, 其中高温合金单晶叶片是重要的核心热端部件, 目前所有先进航空发动机都采用单晶叶片。单晶叶片通过定向凝固的方式成形, 在其凝固过程中, 先是 γ 相以柱状树枝晶的形态从合金熔体中生长, 在凝固过程后期, γ/γ' 共晶从枝晶间残余液体中析出。为了提高合金中沉淀相强化的作用, 加入了越来越多的 γ' 相形成元素。这使得铸态组织中 γ/γ' 共晶的体积分数也在不断增加。在第二代和第三代单晶合金的铸态组织中, γ/γ' 共晶团的体积分数甚至会超过10%^[1]。在过去几十年间, 人们对共晶组织的研究主要集中在共晶的形态、尺寸和体积分数随凝固条件的变化^[1-5]。另外还详细研究了共晶在枝晶间液体中的形核和生长过程^[6-11]。有文献报导^[12-14], 单晶铸件外侧表面会生成比铸件心部更多的共晶组织, 其原因在于铸件凝固时的向内收缩导致枝晶间共晶熔体向外排出。这种表面共晶组织数量多、体积大, 难以在常规的固溶热处理中消除干净, 会直接导致残余共晶的增加。

本工作对一种高温合金单晶叶片的铸态和固溶热处理态组织进行了检测, 主要目的是对铸态共晶和固溶热处理后残余共晶的分布状况进行分析研究, 旨在为共晶组织的控制提供一定依据。

1 试验方法

试验所用合金为第二代单晶高温合金CMSX-4, 合金成分见表1。采用典型的失蜡法制备Al₂O₃基陶瓷型壳, 采用VIM-IC/DS/SC真空定向凝固炉进行浇注和单晶定向凝固。利用一个型壳浇注了一组共10片某型号的航空发动机单晶转子叶片。加热器温度和浇注温度都设为1 550 °C, 型壳下拉速度为3 mm/min。铸造完成后除去型壳, 切除浇注系统, 对叶片铸件进行宏观腐蚀, 检查所有铸件的表面状况。对一部分铸件直接进行切割并制备金相样品, 检测铸态组织。对另一部分铸件则先进行固溶热

作者简介:

马德新(1955-), 男, 博士, 教授, 主要从事铸造高温合金的研究。电话: 15011165241, E-mail: madexin@csu.edu.cn

通讯作者:

赵运兴, 男, 博士生。电话: 15673119949, E-mail: zyxcsu@163.com

中图分类号: TG146

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2021)11-1302-05

基金项目:

国家自然科学基金(91860103、92060104)。

收稿日期:

2021-06-01 收到初稿,

2021-06-28 收到修订稿。

表1 单晶高温合金CMSX-4的化学成分
Table 1 Nominal composition of CMSX-4 alloy

									$w_B/\%$
Cr	Co	W	Mo	Al	Ti	Ta	Re	Hf	Ni
6.5	9	6	0.6	5.6	1	6.5	2.95	0.1	余量

处理再检测金相组织。标准固溶热处理制度为1 280 °C/1 h +1 290 °C/2 h+1 300 °C/2 h+1 308 °C/4 h+氩气冷淬。

分别从两种状态（铸态和热处理态）铸件的叶身部位（图1）切取横截面，检测热处理前后的金相组织特别是共晶组织的状况。也从两种状态的铸件上切取外凸的缘板部分（图1），对上下表面进行浅层打磨和微观腐蚀，检测相应的金相组织。

2 结果与分析

2.1 叶身部位的铸态和热处理态组织

图2显示了一个叶片铸件的叶身部分横截面的铸态组织，由暗色的 γ 枝晶和亮白色的 γ/γ' 共晶组织组成。需要指出的是，在所有叶片中都没有发现文献[12-14]报导的共晶在叶身外侧表面的偏聚现象。从图中可以看出， γ/γ' 共晶在叶身横截面上均匀分布，经对整个叶身截面测算，铸态组织中的共晶面积分数约为6.5%。

经过固溶热处理，叶身中的铸态共晶团基本都能消除（图3a）。经放大观察（图3b），只能发现个别很细小的残余共晶，在叶身中呈随机分布状态。

2.2 缘板上下表面的铸态和热处理态组织

在叶片的缘板部位（图1）发现共晶组织的分布明显不均匀。虽然缘板厚度仅有3 mm，但缘板的上表面和下表面区域存在较大差别，本工作主要对此部位铸态和热处理态的共晶组织分布进行研究。

2.2.1 铸态组织

图4a显示的是叶片缘板上表面打磨掉表皮后的铸态金相组织。由图可以看出， γ 枝晶取向一致。由于缘板的上表面凝固时得不到充分补缩，出现较严重的表面疏松，在照片上呈现枝晶间的黑色孔洞。枝晶间区域存在大量白亮色的 γ/γ' 共晶团，这在局部放大的图4b中有更清楚的显示。经过对整个缘板上表面（图4a）测算，铸态 γ/γ' 共晶组织的面积分数约为13.1%。

图5是叶片缘板下表面的铸态金相组织。与上表面（图4）相比，下表面枝晶组织明显细密，疏松和 γ/γ' 组织都变得稀少。这是因为缘板向外突出，散热条件好，型壳向下抽拉时缘板的液体会进入过冷状态。当叶片本体单晶生长进入缘板中的过冷液体时，会迅速沿下表面横向生长，生成细密的横向枝晶组织，如图5中的金相组织所示。由于得到上部液体的补缩，不会产生明显的疏松。当底部枝晶向上生长时，速度减慢，枝晶变粗，达到上表面时由于缺乏补缩，产生明显表面疏松。从图5可看出，下表面的 γ/γ' 共晶组

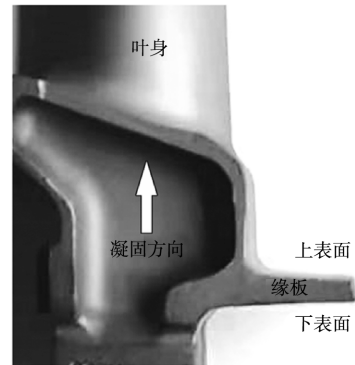


图1 单晶叶片铸件局部照片

Fig. 1 Investigated positions in single crystal blade

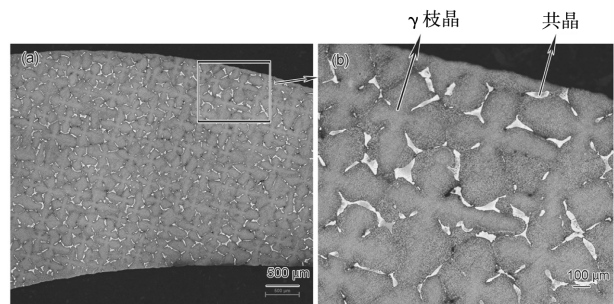


图2 叶身横截面的铸态组织 (a) 及局部放大 (b)

Fig. 2 As-cast microstructure (a) and magnification (b) on transverse section of a blade aerofoil

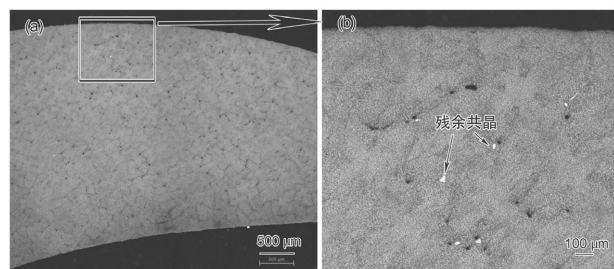


图3 叶身横截面的热处理态组织 (a) 及局部放大 (b)

Fig. 3 Solution heat treatment microstructure (a) and magnification (b) on transverse section of a blade aerofoil

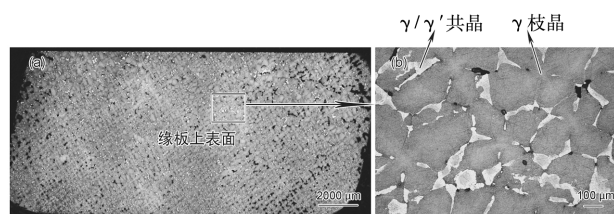


图4 缘板上表面的铸态组织 (a) 和局部放大 (b)

Fig. 4 As-cast microstructure (a) and magnification (b) on transverse sections beneath the upper surface of platform

织数量少,尺寸小。经过对整个缘板下表面(图5a)测算,铸态共晶的面积分数约为3.9%,远远少于上表面。这说明在缘板的上下表面之间,铸态 γ/γ' 共晶组织的分布存在严重的不均匀性,呈现明显的共晶上聚现象。

2.2.2 固溶热处理态组织

图6a是固溶热处理后叶片缘板上表面的皮下金相组织,图6b是局部放大。与铸态(图4)相比,绝大部分的 γ/γ' 共晶组织已被回溶,但仍有不少残余共晶。经过对整个缘板上表面测算,图6a所示的缘板截面上的残余共晶含量约为2.1%。

图7是缘板下表面区域的热处理态组织,与铸态(图5)相比,原有的 γ/γ' 共晶组织已基本全部回溶。即使经过局部高倍放大(图7b),也未发现残余共晶。这一方面是因为缘板底面的铸态 γ/γ' 共晶组织占比较小,另一方面是因为枝晶组织细密,铸态 γ/γ' 共晶尺寸较小,分布弥散,在热处理过程中易于实现合金元素的均匀化扩散,从而消除由于成分偏析而形成的 γ/γ' 共晶组织。

如前所述,在叶片缘板的上下表面之间,铸态 γ/γ' 共晶组织的分布存在严重的不均匀性。而图6和7的检测结果表明,即使通过固溶热处理,这种不均匀性也没有得到完全消除。

3 讨论

为了探讨叶片缘板上、下表面之间共晶组织差别的原因,对缘板的纵截面组织进行了检测。图8a为叶片缘板纵切面的铸态组织,可见从缘板下表面到上表面之间存在着共晶组织逐渐增多和增大的现象。经过固溶热处理(图8b),缘板底部区域的共晶被完全消除,中部区域仅有少量细小的残余共晶,而上表面还存在较多的残余共晶组织。

根据图8a中缘板纵截面的组织特征,可做出从缘板下表面到上表面之间的凝固过程示意图(图9)。根据此图,可以将缘板内铸态组织的形成过程分为以下几个阶段:

(1) 枝晶在缘板底部的横向生长(图9a)。由于叶片的缘板为向外突出的薄壁部位,在型壳向冷却室下降时散热很快。而且合金CMSX-4本身具有较高的过冷能力^[15],所以缘板内的液体会形成较大的几何性过冷^[16]。当叶片本体的单晶凝固前沿到达缘板部位时,枝晶会先沿着温度最低的缘板底面快速向外横向生长^[16-17],形成细小的横向 γ 枝晶(图9a)。由于 γ' 的形成元素(Al+Ti+Ta)均为正偏析元素,会从固相排向液体中。但在此阶段形成的固相分数还不小,液相中

Al+Ti+Ta的富集度还不够高,因而还没有形成 γ/γ' 共晶。

(2) 枝晶的向上生长及细小共晶的产生(图9b)。当(枝晶在缘板底面的横向生长结束后,将转向向上生长。由于凝固潜热的释放使液体过冷度减

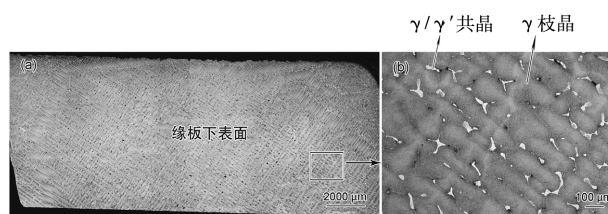


图5 缘板下表面的铸态组织(a)和局部放大(b)
Fig. 5 As-cast microstructure (a) and magnification (b) beneath the bottom surface of the platform

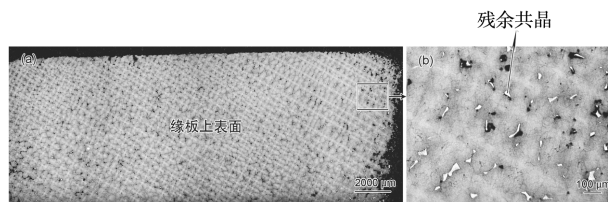


图6 缘板上表面的热处理态组织(a)和局部放大(b)
Fig. 6 Solution heat treatment microstructure (a) and magnification (b) beneath the upper surface of the platform

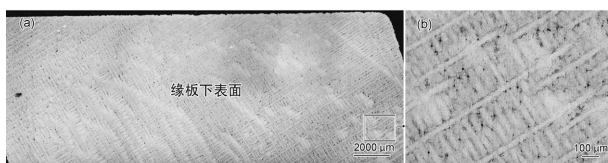


图7 缘板下表面的热处理态组织(a)和局部放大(b)
Fig. 7 As-cast (a) and heat treatment microstructures (b) from longitudinal sections of the platform

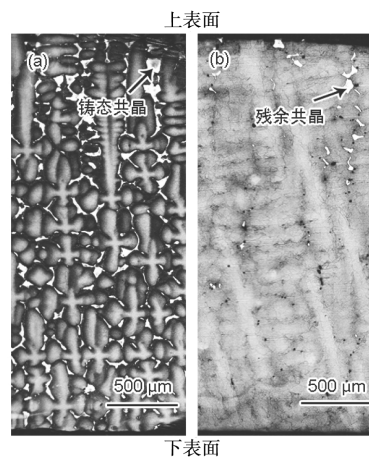


图8 缘板纵切面的铸态(a)和热处理态组织(b)
Fig. 8 Longitudinal sections of platform, showing as-cast (a) and heat treatment structure (b)

小, 枝晶向上生长的速度不断减慢, 枝晶组织不断变粗。随着缘板上固相分数的不断增加, 被排入到液体的 γ' 形成元素 Al+Ti+Ta 不断增加并超过共晶成分饱和度, 枝晶间残余液体中开始产生 γ/γ' 共晶。同时, 由于溶质浓度梯度的作用和对流的存在, 枝晶间液体中富集的 γ' 形成元素会向上传输。

(3) 枝晶的粗化及粗大共晶的产生 (图9c)。当 γ 枝晶向上生长到达缘板上表面后, 枝晶的生长变为横向的粗化。 γ' 形成元素的向上迁移受阻, 只能在上表面区域就地富集, 结果造成枝晶间 γ/γ' 共晶数量和尺寸也在增大。这一方面是因为 Al+Ti+Ta 元素富集程度的提高, 另一方面是因为在凝固速度较慢的条件下, 高温合金铸件里会产生数量较多且尺寸更大的共

晶组织^[18-19]。

(4) 最终铸态组织的形成 (图9d)。在缘板最后凝固的上表面区域, 形成由粗大的枝晶和共晶组成的铸态组织。另外, 由于缺乏来自上部液体的补缩, 表面枝晶间出现明显疏松。

(5) 热处理态组织的形成 (图9e)。在后续的热处理过程中, 通过扩散大大减轻了合金元素的偏析程度, 使得铸件中的共晶组织得到很大程度的回溶。特别是在缘板下部和中部, 铸态共晶由于数量较少而且尺寸较小, 在固溶热处理中基本上完全消失。但在缘板上表面区域, 大量聚集的铸态共晶难以通过通常的固溶热处理彻底消除, 结果会有较多的残余共晶存在于热处理态组织中。

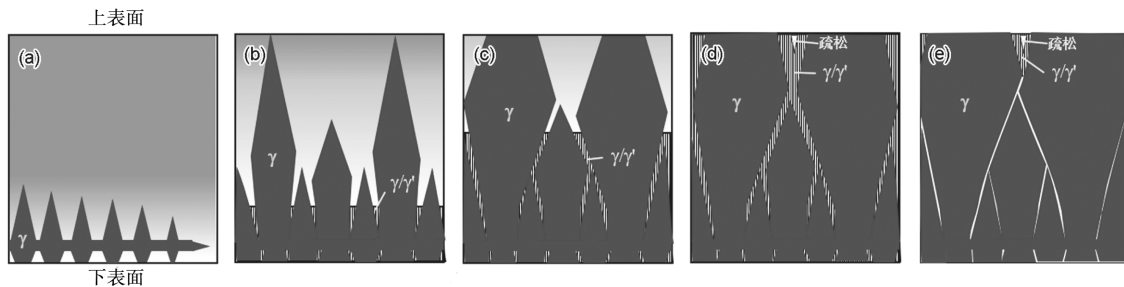


图9 缘板纵截面上铸态组织 (a-d) 和热处理组织 (e) 形成过程示意图。

Fig. 9 Schematic diagram of the formation process of the as-cast (a-d) and heat treatment (e) microstructures in the platform

4 结论

(1) 在CMSX-4合金的单晶叶片叶身部位的横截面上, 铸态 γ/γ' 共晶的面积分数为6.5%, 呈均匀分布, 经固溶热处理后, 铸态共晶基本被完全消除。

(2) 在叶片缘板的铸态组织中, 缘板上表面区域共晶面积分数为13.1%, 远远大于下表面的3.9%, 呈现明显的共晶上聚现象。

(3) 铸态共晶向上聚集的原因是枝晶间液体中富集的 γ' 形成元素通过扩散和对流向上传输, 最后富集于上表面区域, 从而导致共晶量的增加。

(4) 铸态共晶的上聚现象会造成固溶热处理组织中残余共晶的不均匀分布, 热处理后缘板下部的共晶能够被彻底消除, 但在上表面区域仍存在较多的残余共晶。

参考文献:

- [1] SEO S, LEE J, YOO Y, et al. A comparative study of the γ/γ' eutectic evolution during the solidification of Ni-base superalloys [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2011, A42: 3150-3159.
- [2] SOUZA N D, DONG H B, ARDAKANI M G, et al. Solidification path in the Ni-base superalloy IN713LC-quantitative correlation of last stage solidification [J]. Scripta Materialia, 2005, 53 (6): 729-733.
- [3] WANG F, MA D X, ZHANG J, et al. Effect of solidification parameter on the microstructures of CMSX-6 formed during the downward directional solidification process [J]. Journal of Crystal Growth, 2014, 389: 47-54.
- [4] WANG F, MA D X, ZHANG J, et al. Effect of local cooling rates on the microstructures of single crystal CMSX-6 superalloy: a comparative assessment of the Bridgman and the downward directional solidification process [J]. Journal of Alloys & Compounds, 2014 (616): 102-109.
- [5] WANG F, MA D X, ZHANG J, et al. Solidification behavior of a Ni-based single crystal CMSX-4 superalloy solidified by downward directional solidification process [J]. Materials Characterization, 2015 (10): 20-25.

- [6] 朱耀霄, 徐乐英, 赵洪恩, 等. 一种铸造镍基高温合金中 ($\gamma+\gamma'$) 共晶的形成及 σ 相的控制 [J]. 金属学报, 1986 (2): 5-12.
- [7] WARNKEN N, MA D X, MATHES M, et al. Investigation of eutectic island formation in SX superalloy [J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 413-414: 267-271.
- [8] SOUZA N D, DONG H B. Solidification path in third-generation Ni-based superalloys, with an emphasis on last stage solidification [J]. Scripta Materialia, 2007, 56 (1): 41-44.
- [9] SOUZA N D, LEKSTROM M, DAI H J, et al. Quantitative characterisation of last stage solidification in nickel base superalloy using enthalpy based method [J]. Materials Science and Technology, 2007, 23 (9): 1085-1092.
- [10] 马德新, 王富, 温序晖, 等. 高温合金CM247LC单晶定向凝固过程中初生MC碳化物对 γ/γ' 共晶反应的影响 [J]. 金属学报, 2017, 53 (12): 1603-1610.
- [11] 马德新, 王富. 高温合金单晶叶片铸件中的杂乱共晶缺陷 [J]. 铸造, 2019, 68 (12): 1342-1349.
- [12] BREWSTER G, DONG H B, GREEN N R, et al. Surface segregation during directional solidification of Ni-base superalloys [J]. Metallurgical & Materials Transactions B, 2008, 39 (1): 87-93.
- [13] CAO L, YAO L, ZHOU Y, et al. Formation of the surface eutectic of a Ni-base single crystal superalloy [J]. Journal of Materials Science & Technology, 2017, 04: 39-43.
- [14] CAO L, ZHOU Y, JIN T, et al. Effects of Re on surface eutectic formation for Ni-base single crystal superalloys during directional solidification [J]. Journal of Materials Science & Technology, 2017, 33 (11): 84-89.
- [15] 马德新, 张琼元, 王海洋, 等. 几种镍基高温合金的过冷能力和单晶可铸性的研究与比较 [J]. 铸造, 2019, 68 (6): 542-549.
- [16] 马德新, 王富, 孙洪元, 等. 高温合金单晶铸件中杂晶缺陷的实验研究 [J]. 铸造, 2019, 68 (6): 558-566.
- [17] 马德新. 高温合金叶片单晶凝固技术新发展 [J]. 金属学报, 2015, 51 (10): 1179-1190.
- [18] WILSON B C, CUTLER E R, FUCHS G E. Effect of solidification parameters on the microstructures and properties of CMSX-10 [J]. Materials Science & Engineering A, 2008, 479 (1-2): 356-364.
- [19] WANG F, WU Z, MA D, et al. Effect of directional solidification variables on the microstructures of single-crystal turbine blades of nickel-based superalloy [J]. Advanced Engineering Materials, 2017: e201700297.

Upward Accumulation Analysis of Eutectics in Single Crystal Superalloy Blade Castings

MA De-xin^{1,2}, ZHAO Yun-xing^{1,2}, WEI Jian-hui^{1,2}, PI Li-bo¹

(1. Wedge Central South Research Institute Co., Ltd., Shenzhen 518045, Guangdong, China; 2. Central South University, Powder Metallurgy Research Institute, Changsha 410083, Hunan, China)

Abstract:

The γ/γ' -eutectics in the turbine blades of superalloy CMSX-4 were investigated. The results show that on the transverse sections of the blade aerofoils, a uniform distribution of the eutectics was observed, and they basically disappeared after heat treated. In the platforms, however, significant difference in the eutectics distribution between the upper and bottom surface was detected. While few eutectics were formed on the bottom surface, it was found to accumulate on the upper platform surface, which is very difficult to be completely dissolved during conventional solution heat treatment. This phenomenon, called as upper surface effect on eutectic enrichment, could be attributed to the upward solutal flow of eutectics forming elements by means of diffusion and convection, which is finally stopped beneath the upper surface, thereby forming a number of the γ/γ' -eutectics.

Key words:

single crystal superalloy; turbine blade; eutectics; upward accumulation; solution heat treatment