

Available online at www.sciencedirect.com**SciVerse ScienceDirect**

Procedia Engineering 27 (2012) 1135 – 1140

**Procedia
Engineering**www.elsevier.com/locate/procedia

2011 Chinese Materials Conference

Investigation on selection crystal behavior of a Ni₃Al-based single crystal superalloy IC6SX

Liwu Jiang^{a*}, Shusuo Li^b, Yafang Han^{b,c}^aNational Center for Materials Service Safety, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083^bSchool of Materials Science and Engineering, Beijing University of Aeronautics and Astronautics, Beijing 100191^cBeijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095

Abstract

The grain selection occurring during the solidification of a Ni₃Al-base single crystal superalloy IC6SX prepared by spiral grain selection method was studied systematically. Results showed that the equiaxed grains were transformed into columnar grains within starter block and most of columnar grains then will be eliminated. The crystal were formed after the remained columnar grains were eliminated through preferred growth and coupling of spiral structure in Spiral grain selection. The results can explain the competitive growth mechanism of the spiral grain selection and can be used to optimize process design to lay an important foundation for improving preparation processes of single crystal superalloy.

© 2011 Published by Elsevier Ltd. Selection and/or peer-review under responsibility of Chinese Materials Research Society Open access under [CC BY-NC-ND license](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/).

Keywords: Ni₃Al; Single Crystal Superalloy; Spiral Grain Selection Method; Crystal growth

Ni₃Al 基单晶合金 IC6SX 的选晶行为研究

蒋立武^{a*}, 李树索^b, 韩雅芳^{b,c}^a北京科技大学国家材料服役安全科学中心, 北京 100083^b北京航空航天大学材料科学与工程学院, 北京 100191^c北京航空材料研究院, 北京 100095

摘要

本文选用 Ni₃Al 基单晶高温合金 IC6SX, 采用螺旋选晶法制备出单晶合金, 对整个晶体生长过程进行了系统的研究。研究表明, 引晶起始段是把等轴晶粒转变为柱状晶粒, 并把晶粒数量减小到有效选晶值的阶段; 螺旋选晶段是通过晶粒的择优生长与螺旋特有结构的耦合作用逐渐淘汰剩余晶粒, 最终形成单晶体的阶段; 研究结果充分解释了螺旋选晶装置的竞争生长机理, 可用于优化和改进工艺设计, 为以后提高单晶合金的制备工艺水平提供了坚实的理论依据。

关键词: Ni₃Al; 单晶高温合金; 螺旋选晶法; 晶体生长

*Corresponding author. Tel.: +86-10-62332239

E-mail address: lwjiang@ustb.edu.cn.

1. 引言

随着航空工业的发展,航空发动机的结构和性能不断提高,涡轮叶片的工作温度随之不断提高,对高温合金性能的要求也不断提高^[1],使涡轮叶片材料由普通的等轴晶铸造合金发展为后来的定向合金,直到现在的单晶高温合金。单晶高温合金作为航空发动机叶片材料,已经应用 20 多年^[2],其承温能力比定向柱晶高温合金提高近 30℃^[3]。

选晶法是现在普遍应用的单晶制备方法,常见的单晶选晶器如图 1 所示,分为 4 种类型:转角选晶器、角度选晶器、螺旋选晶器和尺度限制型选晶器^[4-7],其中螺旋选晶法是单晶高温合金叶片制备中最基本的工艺方法,而且是目前工艺最成熟的单晶制备技术,已经被广泛应用于生产各种单晶材料。

选用 Ni₃Al 基单晶合金 IC6SX,采用螺旋选晶法制备单晶试棒,通过大量的试验研究,对数据进行细致分析,可知 Ni₃Al 基合金的单晶取向以[001]方向为主,但比较发散,相对于其他单晶高温合金, Ni₃Al 基合金的单晶取向更不易控制,故而需要对其晶粒竞争生长进行仔细研究。本文对整个晶体选晶生长过程进行了系统的研究,为以后提高单晶合金的制备工艺水平提供了坚实的理论依据。

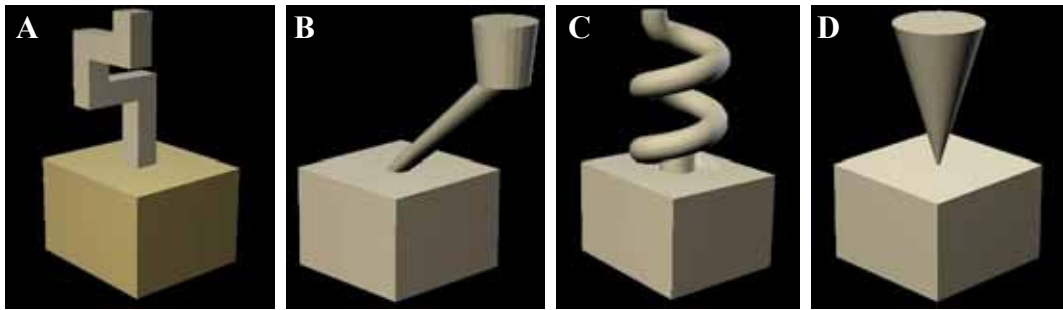


图 1. 常见的单晶选晶器类型

(A)转折选晶器 (B)角度选晶器 (C)螺旋选晶器 (D)尺度限制型选晶器

Fig.1 Common types of single crystal grain selection

(A) Polyline grain selection (B) Angle grain selection (C) Spiral grain selection (D) Limited-scale grain selection

2. 试验方法

实验样品为 Ni₃Al 基单晶合金 IC6SX,合金成分为 Ni-7.8Al-14Mo-0.03B(wt%),采用真空熔炼的母合金在单晶炉中应用熔模铸造工艺制备单晶合金。取单晶试棒下端的螺旋选晶段,切取其横、纵剖面,对每个剖面进行打磨、抛光,之后在 HF:HNO₃:甘油=1:3:5(体积比)的腐蚀液中进行腐蚀,观察试样的凝固宏观组织。

3. 实验结果与讨论

图 2 为 Ni₃Al 基单晶合金 IC6SX 螺旋选晶段不同位置横、纵截面金相组织观察,可见在选晶过程中,晶粒之间发生激烈的生长竞争,晶粒数量逐渐减少,最终得到单晶组织。

引晶起始段的整体纵剖面组织形态如图 3 所示,可见起始段底部为非常细小的等轴晶区,这是由于温度很高的金属液与温度很低且导热性能优异的金属铜板突然接触,瞬间凝固所致。定向凝固开始后,在定向热流作用下,在等轴晶区上方形成大量的细小定向柱状晶粒,随后晶粒之间发生激烈的生长竞争,迅速淘汰大量晶粒,剩余晶粒生长为粗大的柱状晶粒,之后在有限的高度下很难再通过竞争生长相互淘汰掉大量的晶粒,当晶粒生长到起始段与螺旋段的缩颈处,只有那些对应于缩颈口有继续生长空间的晶粒可以进入螺旋段,起到面积阻挡选晶作用。如图 3D 所示,晶粒 a 和 b 由于缩颈结构而突然失去生长空间,被淘汰掉,而晶粒 c 和 d 可以继续生长进入螺旋段。

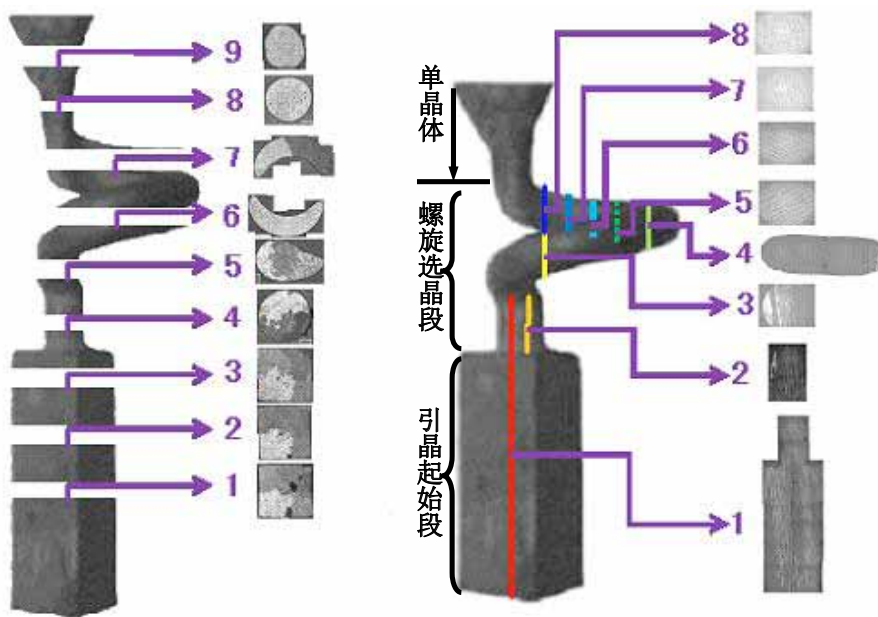


图2 Ni₃Al 基单晶合金 IC6SX 螺旋选晶段不同位置横、纵截面金相组织

Fig.2 As-cast microstructure of cross and longitudinal sections of spiral grain selection of Ni₃Al-base single crystal superalloy IC6SX

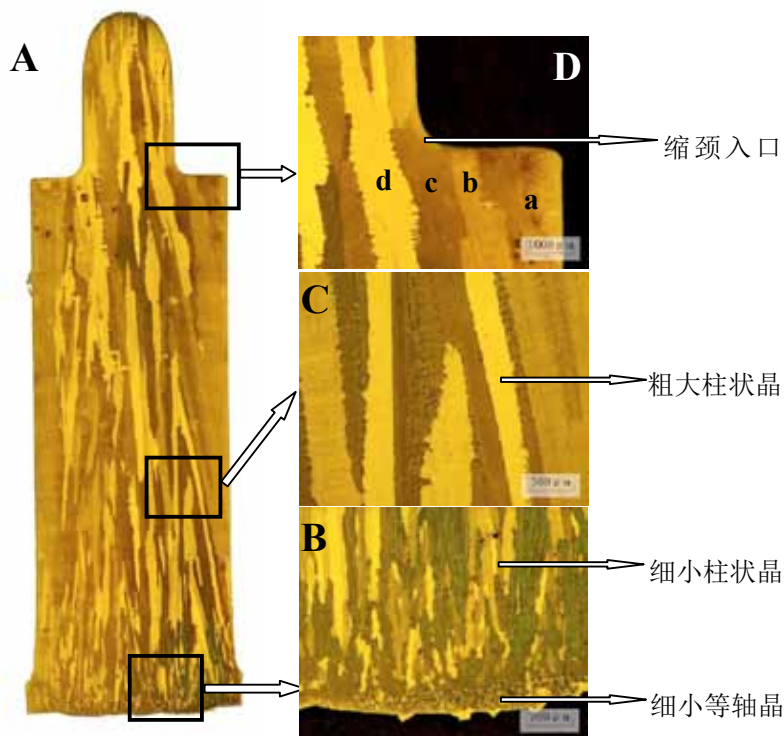


图3 引晶起始段的整体纵剖面组织形态

Fig.3 As-cast microstructure of length section within starter block

在引晶段粗大柱状晶区，晶粒竞争组织形态如图4所示，可见晶粒B和C的枝晶臂阻隔晶粒A的生长，晶粒A被缓慢的淘汰掉。由此可知在此阶段晶粒之间的竞争生长主要为枝晶之间的相互阻隔淘汰，完全取决于于一

次和二次枝晶臂的相互位置。Y.Z. Zhou 等人建立的枝晶阻隔模型如图 5 所示，图中清楚的显示了不同取向晶粒之间的枝晶阻隔过程。在此阶段晶粒之间的排挤淘汰过程十分缓慢，需要很长生长空间来满足晶粒的选择生长，所以引晶起始段需要一定的高度，但是过长的选晶过程又会提高单晶制备的成本，故而引晶起始段的高度存在一个与合金成分及浇注工艺相关的最佳值。



图 4 引晶段粗大柱状晶区的晶粒竞争形态

Fig.4 As-cast microstructure of columnar grains area

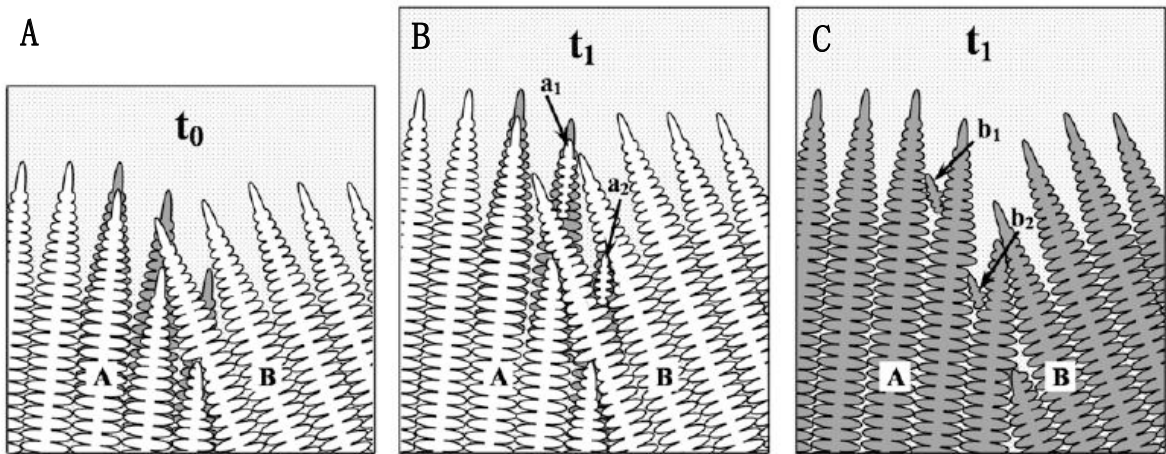


图 5 枝晶阻隔生长模型，(A) 为枝晶生长的初始时间 t_0 。(B) 和 (C) 为枝晶阻隔生长后的时间 t_1 [8]。

Fig. 5 Schematic diagram showing the structure evolution. (a) Grain boundary structure at time t_0 , (b) grain boundary structure at time t_1 , and (c) grain boundary structure on one longitudinal plane at time t_1 [8].

引晶段不同位置的晶粒横截面组织形态如图 6 所示，枝晶形貌清晰，不同晶粒的明暗程度有很大区别，这是由于晶粒取向不同所引起的。这个阶段为粗大柱状晶粒之间的竞争生长，一些晶粒被周围的晶粒所排挤消失，如图中间的 a 晶粒和边缘的 b 晶粒逐渐被周围的晶粒排挤，a 晶粒尺寸减小，而 b 晶粒由于被排挤到失去生长空间而消失，c 晶粒虽然开始晶粒尺寸较小仅有几个枝晶，但是逐渐排挤周围的晶粒而竞争到生长空间。可见晶粒之间的竞争长大不取决于晶粒的大小，只取决于晶粒之间的取向关系，晶粒的数量沿着凝固的方向逐渐减少。

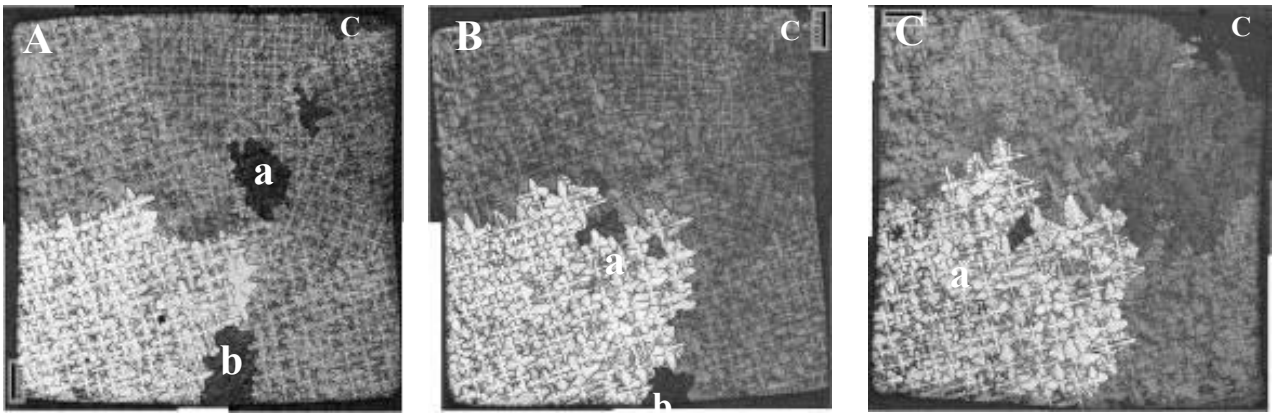


图6 引晶段不同位置的晶粒宏观组织形态

Fig.6 As-cast morphology of the cross sections within starter block

图7为螺旋段不同位置的晶粒横截面照片，A图为螺旋选晶的缩颈入口处，可见有多个晶粒进入螺旋段，这些晶粒即为与缩颈口对应的，可以进入螺旋段继续生长的晶粒。B图的左侧区域在轴向上与A图基本对应，右侧区域位于螺旋结构的开始阶段。从B图中可以看到，右侧区域存在一个二次臂非常发达的晶粒，该晶粒一次臂并非沿试棒的轴向生长，而是基本平行于截面，一次枝晶臂的生长方向为热流的逆方向，液态金属凝固时放出的热量通过已凝固的合金迅速传出，而在截面B的右侧区域，其下方已凝固的合金很少，所以凝固放出的热量会倾向于流向其左侧区域再向下排出，故可知，此处的热流方向已不是拉晶的轴向，而是基本和螺旋轴线重合。

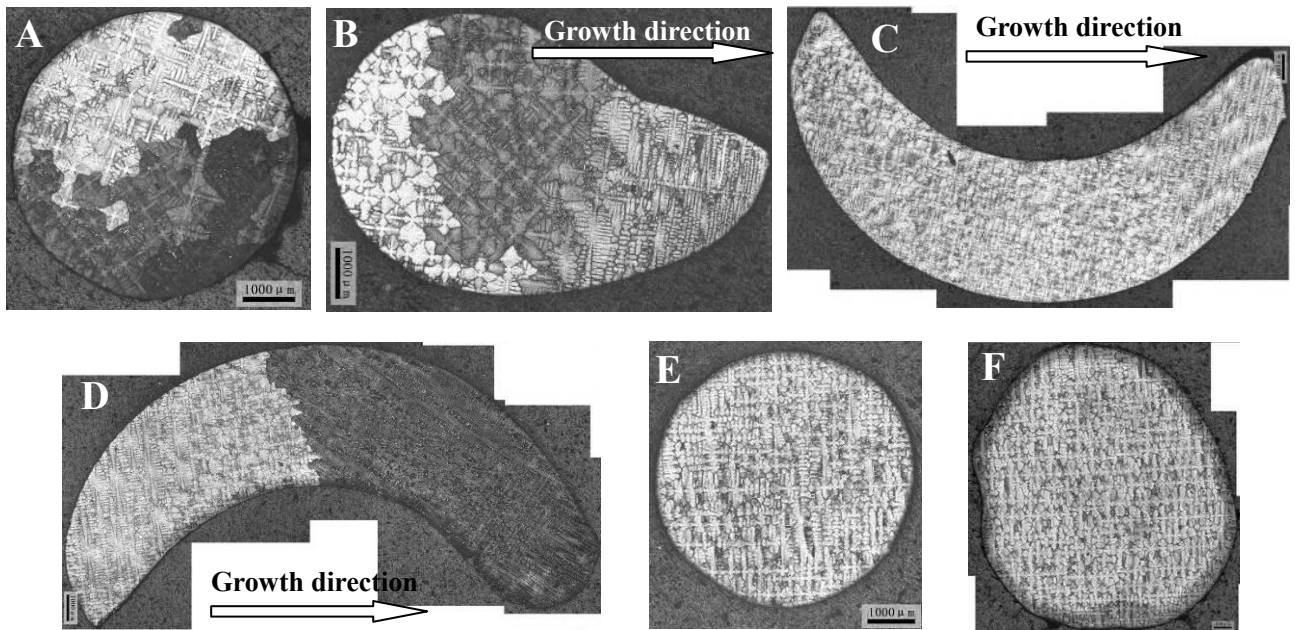


图7 螺旋段不同位置晶粒竞争生长的横截面微观组织

Fig.7 As-cast microstructure of the cross sections in spiral grain selection

如图7C所示，随着晶体的不断生长，在螺旋的中部晶粒已经淘汰只剩下一个晶粒，但是图7D显示随后在螺旋的上部又形核生长出一个晶粒，最终这个晶粒生长为最后的单晶体，这是由于单晶生长过程模壳问题引起的壳壁自由形核所致，只是个别试验现象。

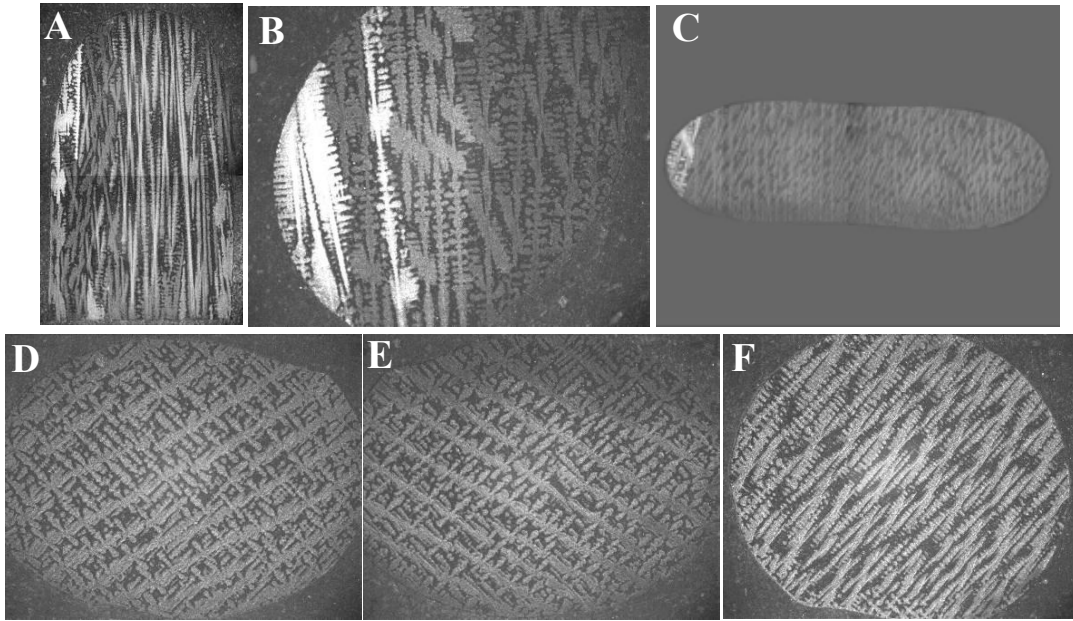


图 8 螺旋段不同位置晶粒竞争生长的纵截面微观组织

Fig.8 As-cast microstructure of the longitudinal sections in spiral grain selection

图 8 为螺旋段不同位置晶粒竞争生长的纵截面微观组织照片,每个截面均为与轴向平行的纵向剖面。A 图为缩颈的入口处,有多个晶粒进入螺旋段继续生长, C 图只剩下两个晶粒,当生长到 D 图只剩下一个晶粒,可见经过螺旋结构对晶粒的淘汰作用后,最终制备得到单晶组织。

4. 结论

1. Ni_3Al 基单晶合金的引晶起始段沿生长方向分为细小等轴晶区、细小柱状晶区和粗大柱状晶区。细小柱状晶区中晶粒发生激烈的竞争生长,大量晶粒被迅速淘汰。在有限的起始段高度下,粗大柱状晶区中的晶粒很难再通过竞争生长相互淘汰掉大量晶粒。
2. 晶粒之间的竞争长大不取决于晶粒的大小,只取决于晶粒之间的取向关系和枝晶位相关系。
3. 引晶起始段和螺旋选晶段的连接缩颈处具有面积阻隔选晶作用,只有对应于入口截面的晶粒具有生长空间,能够继续生长进入螺旋选晶段。
4. 螺旋选晶段中热流方向与螺旋方向基本一致,晶粒的择优生长与螺旋特有结构的耦合作用逐渐淘汰剩余的晶粒,最终形成单晶组织。

5. 致谢

感谢国家自然科学基金(50971005 和 51101011)和航空科学基金对本论文的支持。

参考文献

- [1] Esaka H, Shinozuka K, Tamura M. Analysis of single crystal casting process taking into account the shape of pigtail. *Materials Science and Engineering A* 2005;**413–414**:151–155.
- [2] Wagnerl A, Shollock BA, McLean M. Grain structure development in directional solidification of nickel-base superalloys. *Materials Science and Engineering A* 2004;**374**:270–279.
- [3] Chen RZ, Wang LB, Li JH. Review and prospect on developments of cast superalloys. *Journal of Aeronautical Materials*, 2000;**20(1)**:55-61.
- [4] Gell M, Duhl DN, Gupta DK, Sheffler KD. Advanced Superalloy Airfoils. *J.of Metals* 1987;**6**:11-15.
- [5] Howmet. Single-crystal casting. *Aircraft Engineering* 1991;**6**:20-26.
- [6] Harris K, Erickson GL, Schwer RE. Directionally Solidified and Single-Crystal Superalloys. *Metals Handbook*. Vol.1, 10th Edition, ed. J. R.Davis et al. ASM Int. 1991:995
- [7] Higginbotham GJS. From research to cost-effective directional solidification and single-crystal production-an intenrated approach. *Materials and Technology* 1986;**2(5)**:442-460.
- [8] Zhou YZ, Green NR. Competitive Grain Growth in Directional Solidification of a Nickel-base Superalloy. *Superalloy* 2008:317-324.