

DD6 合金选晶器定向凝固的数值模拟与实验

许自霖, 李忠林, 张 航, 许庆彦, 柳百成

(清华大学 先进成形制造教育部重点实验室, 北京 100084)

摘 要: 使用有限元数值模拟和实验方法对 DD6 合金选晶器定向凝固过程的温度影响、晶粒组织以及晶粒生长进行了研究。结果表明, 温度场模拟与选晶器定向凝固过程的温度变化基本相符, 晶粒组织生长的模拟能够反映晶粒竞争生长的实际情况, 与实验试样基本一致。由于取向与温度梯度不一致晶粒的位置被取代, 使得引晶段中的晶粒平均半径随着高度增加而增大, 晶粒密度不断减小, 两者有负指数关系。对比了螺旋段不同高度截面 EBSD 晶粒取向实验成像与晶粒模拟结果, 组织模拟与实验结果较为吻合。通过分析螺旋通道中的晶粒竞争生长关系, 位于螺旋通道内侧和上部的晶粒更具有位置优势, 容易被选晶器选出。

关键词: DD6; 定向凝固; 选晶器; 数值模拟; 晶粒取向

中图分类号: TG132.3+2

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)07-1856-06

航空发动机和燃气轮机体现了现代工业制造的最高水平, 高温单晶叶片作为两者极其重要的部件, 长期服役在高温高压的严苛条件下, 其材料及加工工艺一直是研究的重点领域。叶片定向凝固生产过程以及其形成的微观组织影响着叶片的性能和使用寿命, 目前, 关于高温合金单晶叶片的研究主要集中在合金设计、微观组织、材料性能和定向凝固过程等^[1]。定向凝固过程中, 传热和晶粒竞争生长决定了铸件的微观组织和性能。耦合相关模型的数值模拟技术能够有效地预测定向凝固生产过程中的选晶和组织形成等, 能够辅助优化生产工艺, 有效地降低研发成本和缩短生产前置时间^[2]。

DD6 合金是我国研制的第 2 代单晶高温合金, 该合金具有成本低、综合性能优良、铸造工艺性好等特点^[3]。但是, 国内的单晶叶片生产还存在缺陷多、成品率低等的技术困难^[4]。对于单晶叶片的杂晶、小角度位向生长等晶体缺陷, 直接或间接受到了选晶器选晶过程的影响^[5]。

螺旋选晶法具有工艺简单、可操作性强、生产周期短等特点, 螺旋选晶器的主要结构包括引晶段和螺旋段, 引晶段主要是晶粒激冷形核和晶粒激烈竞争生长的位置, 与<001>择优取向偏离热流方向角度, 即取向偏转角, 偏差较大的晶粒将被淘汰, 从而使一定数量取向偏转角小的晶粒生长进入螺旋段。在特殊螺旋结构的限制条件下, 这些晶粒继续完成竞争生长,

如果最终只有 1 个晶粒被选出, 参与后期的叶片定向凝固过程, 则选晶器成功选出单晶^[6]。

本工作研究了 DD6 高温合金选晶器试样定向凝固过程, 考虑辐射散热、温度梯度等凝固条件, 模拟了选晶器试样的温度场、晶粒组织以及局部位置晶粒生长过程, 并与实验结果进行对比。

1 物理模型及模拟方法

1.1 定向凝固过程

目前, 高温合金单晶叶片定向凝固过程常用的方法是 Bridgman 法, 定向凝固炉中完成合金熔化、浇注和凝固全过程, 模型示意图如图 1 所示, 主要包括加热区、辐射挡板、冷却区和抽拉装置等^[7]。高温合金

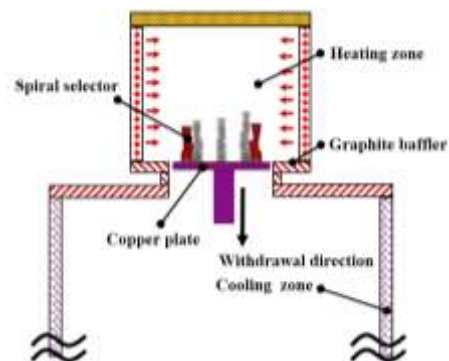


图 1 Bridgman 定向凝固炉结构示意图

Fig.1 Schematic of Bridgman directional solidification furnace

收稿日期: 2016-07-15

基金项目: 国家自然科学基金 (51374137)

作者简介: 许自霖, 男, 1987 年生, 博士生, 清华大学材料学院, 北京 100084, E-mail: xuzl09@gmail.com

浇注后, 型壳随水冷铜板一起自上而下运动, 逐渐进行定向凝固。DD6 高温合金螺旋选晶器试样定向凝固的主要工艺步骤包括加热、保温、熔炼、浇注、静置、抽拉和冷却, 工艺参数为恒定抽拉速度 5 mm/min, 加热器温度 1510 °C, 循环冷却水温度 40 °C。

螺旋选晶器的结构如图 2 所示, 其中引晶段和螺旋段结构是影响选晶效果的关键。引晶段形状为四棱柱状, 主要参数包括边长 S 和引晶段高度 h ; 螺旋段的主要结构参数包括螺旋段螺距 h_s 、螺径 d_s 、螺旋升角 θ 和螺旋通道直径 d_w , 并且满足关系式^[8]:

$$h_s = \pi d_s \tan \theta \quad (1)$$

本研究的 DD6 高温合金螺旋选晶器试样边长 S 为 15 mm, 引晶段高度 h 为 30 mm; 螺旋段螺距 h_s 为 8.7 mm, 螺径 d_s 为 12 mm, 螺旋通道直径 d_w 为 5.5 mm, 圈数为 2 圈。P1、P2 和 P3 是选晶器试样的实验测温点布置位置, P1 点位于引晶段中间, 距离水冷铜板上表面 15 mm 处, P2、P3 点位于选晶器螺旋段外侧中线, 从螺旋段开始间隔 120 °转角布置测温点, H 是横截面到选晶器底面的高度。

1.2 温度场数值模型

定向凝固过程的能量传输过程较为复杂, 其中传热方式主要分为导热和辐射换热 2 大类, 导热包括型壳及铸件对水冷铜板的传热、铸件内部传热、型壳内部传热、铸件与型壳的传热等; 辐射换热包括型壳间的相互热辐射、炉体加热区与型壳的相互热辐射、炉体冷却区与型壳的相互热辐射等。这 2 类换热方式分别基于能量守恒方程和辐射换热方程建模计算。

(1) 能量守恒方程

$$\frac{\partial(\rho c T)}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho T V) = \Delta(\lambda T) + Q_M \quad (2)$$

式中, ρ 为材料密度, T 为材料温度, t 为时间, c 为材料比热, V 为材料的体积, λ 为导热系数, Q_M 为热

源项, 型壳和型芯的此项值为 0, 当材料为合金时, $Q_M = \rho L \dot{f}_s / \partial t$, L 为合金相变潜热, f_s 为固相率。

(2) 辐射传热

对于动态辐射传热边界条件, 采用基于有限单元面片的辐射算法来更新^[9], 2 个有限单元的辐射换热计算如下式表示:

$$Q_r = \psi_{ij} \sigma (T_i^4 - T_j^4) \quad (3)$$

式中, σ 为玻尔兹曼常数 $5.6697 \times 10^{-8} \text{W}/(\text{m}^2 \text{K}^4)$, T_i 和 T_j 分别为有限元单元 i 和 j 的开尔文温度, ψ_{ij} 为辐射系数, 与辐射角系数有关^[2], 在模拟定向凝固的抽拉过程中不断更新计算铸件、型壳表面与炉膛内壁的辐射角系数获得辐射系数。

1.3 组织模拟模型

CA 方法由 Rappaz 和 Gandin 首次应用于模拟晶粒及枝晶组织凝固生长过程, 该方法结合了确定性方法和随机性方法的特点, 在模拟晶粒组织方面表现出了明显的优势^[10-12]。CA 方法耦合有限元法(Finite Element, FE)模拟金属凝固的质量守恒及能量守恒过程, 解决了传质与传热等计算问题。本研究基于 Visual Cast 的元胞自动机有限元模块(CAFE)对 DD6 单晶高温合金进行定向凝固组织的数值模拟。采用考虑异质形核作用的连续形核模型处理定向凝固组织形核过程, 反映了晶粒取向及位置的随机性特征, 高斯分布函数描述结晶器表面激冷面形核率和合金生长过程可能出现的体形核率, 晶粒密度的增加 dN 随着过冷度 ΔT 增加, 如下式^[11]:

$$\frac{dN}{d(\Delta T)} = \frac{N_{\max}}{\Delta T_\sigma \sqrt{2\pi}} \cdot \exp \left[- \left(\frac{\Delta T - \overline{\Delta T}}{\sqrt{2}\Delta T_\sigma} \right)^2 \right] \quad (4)$$

式中, N_{\max} 为最大形核密度, $\overline{\Delta T}$ 为平均形核过冷度, ΔT_σ 为形核过冷度标准方差。

定向凝固组织模拟需要考虑晶粒竞争生长的计算, 认为在晶粒尺度的生长速度受温度分布影响, 采用基于枝晶尖端生长动力学简化模型计算枝晶生长速度, 其表达式为^[13]:

$$v_n = a_2 \cdot \Delta T^2 + a_3 \cdot \Delta T^3 \quad (5)$$

式中, v_n 为晶粒尖端法向生长速度; a_2 和 a_3 为速度系数。

1.4 模拟参数

本研究所使用的 DD6 镍基单晶高温合金的成分见文献[14]。其模拟中使用的主要物性参数文献[15]。测温实验中, 使用标准钨铼热电偶 WRe5/26, 温度采样设备为 IMC 32 通道数据采集仪, 采样周期 200 ms, 采样总时长 2 h。采用三维有限元分进行网格剖分, 其组织模拟单元尺寸为 0.1 mm×0.1 mm×0.1 mm。

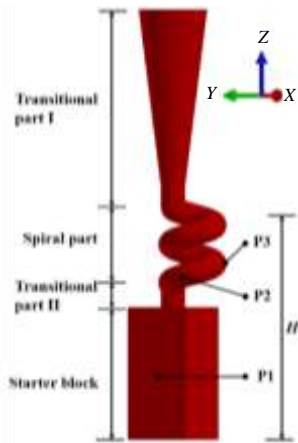


图 2 螺旋选晶器试样结构及测温布点

Fig.2 Structure of spiral selector and the thermocouple positions

2 DD6 高温合金选晶试样模拟结果与讨论

2.1 温度模拟结果

DD6 合金定向凝固过程选晶器测点 P1、P2 和 P3 温度随时间变化的实验及模拟结果对比如图 3 所示。从图可看出模拟与实验结果吻合良好，模拟结果准确反映了选晶器定向凝固实际温度变化过程，能够为选晶器的组织模拟提供依据。凝固前期 P1 点的实验测温比 P2 和 P3 点低，这主要是因为高温熔融金属受到水冷铜板的瞬间激冷所致。另一方面预热型壳底部由于铜板导热的关系，本身温度分布也较低。凝固前期的温度变化相对平缓，这是因为这段时间内的炉内保温作用，高温合金铸件主要依靠底部的水冷铜板带走热量；大约 10 min 后的凝固温度曲线绝对斜率增大，因为高温合金铸件和型壳逐渐退出加热，增加了型壳对水冷壁的辐射换热，而凝固后期由于各点长时间处于冷却区，3 个测温点温度值较为接近并趋于一致。

2.2 晶粒组织分布

DD6 高温合金完成了顺序凝固过程，经过引晶段、过渡段 II、螺旋段后到达过渡段 I，最终成功选择出单晶组织，模拟和实验结果如图 4 所示，图 4e 和 4f 为选晶过程组织生长模拟结果与实验结果对比。从对比的情况可知，模拟的宏观组织生长过程能够较为准确的反映晶粒竞争生长的实际凝固结果，与实验试样良好匹配。

2.3 引晶段的晶粒生长

图 5 为 DD6 合金选晶器引晶段组织生长模拟与实验对比。引晶段凝固初期，底部出现激冷形核区，晶粒细密且以等轴晶为主，随后，等轴晶在定向的温度梯度条件下逐渐转变为柱状晶并开始定向生长，直至

引晶段顶端。从图中可知，组织模拟能够反映引晶段凝固过程晶粒的生长行为，合理预测晶粒分布特征，并与实验晶粒分布特征相符。

晶粒平均半径 R_M 随着截面高度的增加而增大，晶粒密度 D_G 随着截面高度增加而减小，与晶粒平均半径呈负指数减少规律，如图 6 所示，两者的关系可用下式表示：

$$D_G = \frac{2}{\pi} R_M^{-2} \tag{6}$$

引晶段底部约 2 mm 范围内的初始激冷区内，晶粒密度急剧减小，与此对应的是，细小等轴晶粒平均半径急剧增大，从 50 μm 增大到大约 200 μm ，在大于 2 mm 的引晶段中，晶粒长大变得缓慢，晶粒平均半径随着凝固高度呈现缓慢线性增加。因此，晶粒密度的减小也相对平缓，并趋于稳定。

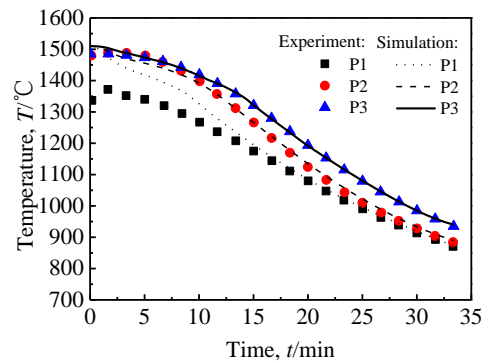


图 3 定向凝固过程选晶器测点温度随时间变化的实验和模拟结果

Fig.3 Temperature of measuring points changing with time by experiment and simulation

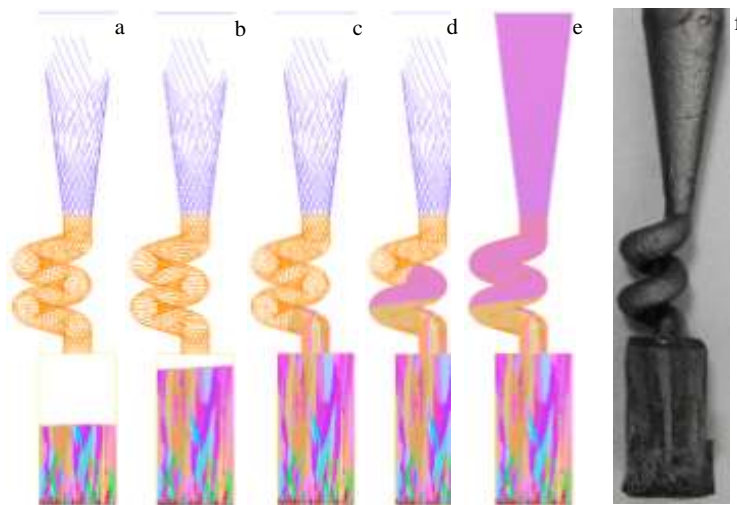


图 4 DD6 合金选晶器组织生长模拟结果及实验结果

Fig.4 Simulation and experimental results of microstructure growth of spiral selector by directional solidification: (a) $t=5$ min, (b) $t=7.5$ min, (c) $t=10$ min, (d) $t=15$ min, (e) $t=25$ min, and (f) experiment

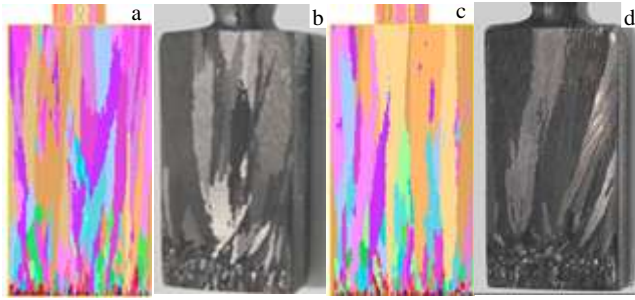


图 5 DD6 合金选晶器引晶段组织生长模拟及实验结果对比
 Fig.5 Simulation and experimental results of microstructure growth of the starter block: (a) front view of simulation, (b) front view of experiment, (c) lateral view of simulation, and (d) lateral view of experiment

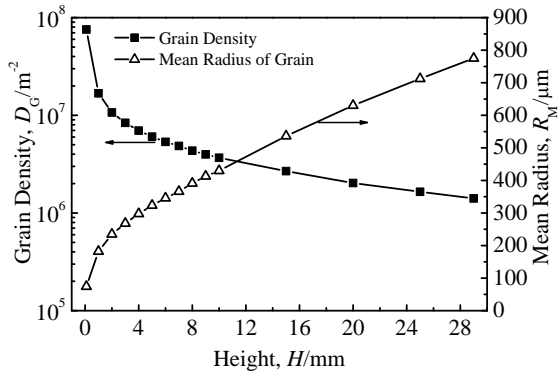


图 6 DD6 合金选晶器引晶段晶粒密度 D_G 和平均半径 R_M 变化规律

Fig.6 Simulation results of grain density D_G and mean radius R_M changing as solidification height H increasing

引晶段底部晶粒剧烈竞争生长过程中,在约 4 mm 的范围内, <001>最优取向与热流方向夹角较大的晶粒被迅速淘汰, 最终选择出<001>最优取向与热流方向夹角较小的晶粒, 如图 7 引晶段晶粒平均取向偏转角随高度变化所示, 竞争生长到 4 mm 的晶粒, 平均取向偏转角已小于 15°。图 8 为引晶段不同高度截面 {001} 晶面极图。从图可以更直观看出 0~4 mm 的晶粒淘汰过程, 晶粒<001>最优取向从随机分布逐渐趋于靠近样品坐标系法向方向, 也就是定向凝固抽拉方向。图 8a 和 8b 两截面晶粒取向偏转角分布广泛, 且明显大于 15°, 当晶粒生长到 4 mm 高度时, 大部分晶粒取向偏转角小于 15°, 如图 8c 所示。如图 7 中所示, 在大于 4 mm 后, 晶粒的平均取向偏转角减小幅度变缓, 这说明了晶粒<001>取向在定向热流条件下转变为定向凝固柱状晶, 随截面高度增加, 晶粒取向趋于与热

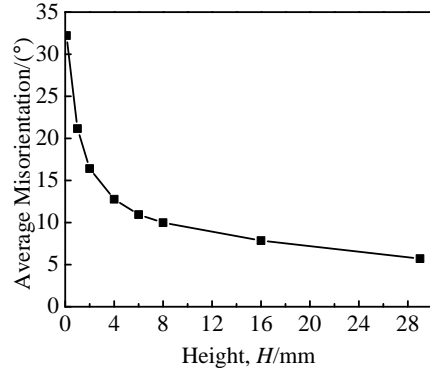


图 7 引晶段晶粒平均取向偏转角随高度变化模拟结果
 Fig.7 Simulation results of average misorientation changing with solidification height H increasing

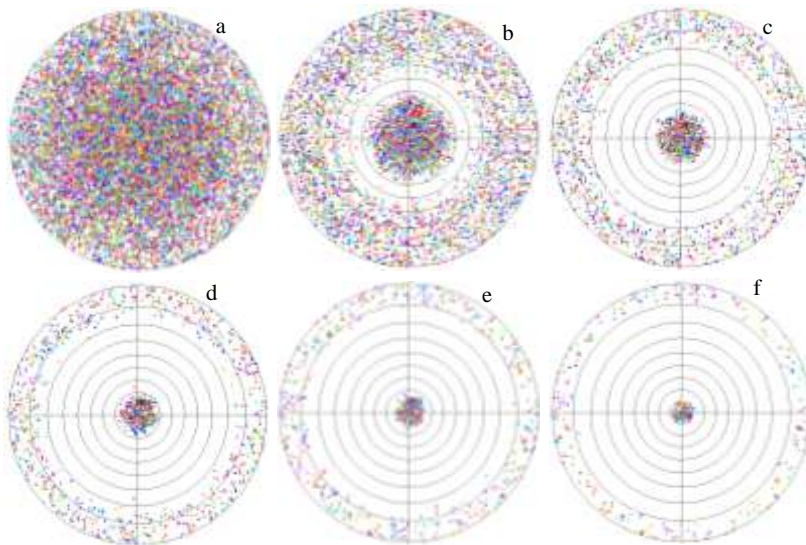


图 8 引晶段不同高度截面 {001} 晶面极图模拟结果

Fig.8 Simulation results of {001} pole figures at different sections of the starter block: (a) $H=0.1$ mm, (b) $H=1$ mm, (c) $H=4$ mm, (d) $H=8$ mm, (e) $H=16$ mm, and (f) $H=29$ mm

流方向平行,图 8d、8e、8f 分别为高度 8、16 和 29 mm 截面的{001}晶面极图结果,显示了晶粒竞争生长缓慢。图 8f 中晶粒平均取向偏转角小于 6°, <001>取向的晶粒占据了绝大多数。

2.4 螺旋选晶过程

图 9 为螺旋段不同高度截面 EBSD 晶粒取向实验成像图及其晶粒组织模拟结果,图中的晶粒竞争过程与实验结果基本一致,如图 9a, 9a1 所示处于过渡段 II 的晶粒边界清晰,数目较多,图 9b~9e1 显示了进入螺旋段后,晶粒进一步竞争生长淘汰,螺旋段截面具有不同晶粒的结构,晶粒在螺旋几何限制条件下的动态生长,最终形成单晶组织占据整个截面面积。

研究认为定向凝固螺旋段选晶过程中,靠近螺旋下沿和内侧的晶粒在竞争生长中具有较大的位置优势,易被选择出来并长大为单晶组织^[6,16]。图 10 是 DD6 合金选晶器纵向剖面 and 晶体生长模拟分析图。如图 10a 所示在经过一段螺旋段的选晶之后,出现了 2 个主要的大晶粒 A 和 B,它们同时占据着螺旋通道的内侧,但是不同的是晶粒 A 处于螺旋通道的上部 1 区和 2 区,而晶粒 B 处于螺旋通道的下部 3 区和 4 区,晶粒 A 占据了初始位置优势。从图 10b 可以看出,晶粒 A 在整个螺旋段的定向凝固生长过程中,一直占据着上部通道,从而阻碍了晶粒 B 的进一步生长空间,在晶粒竞争生长中被选出。所以,处于螺旋通道内侧

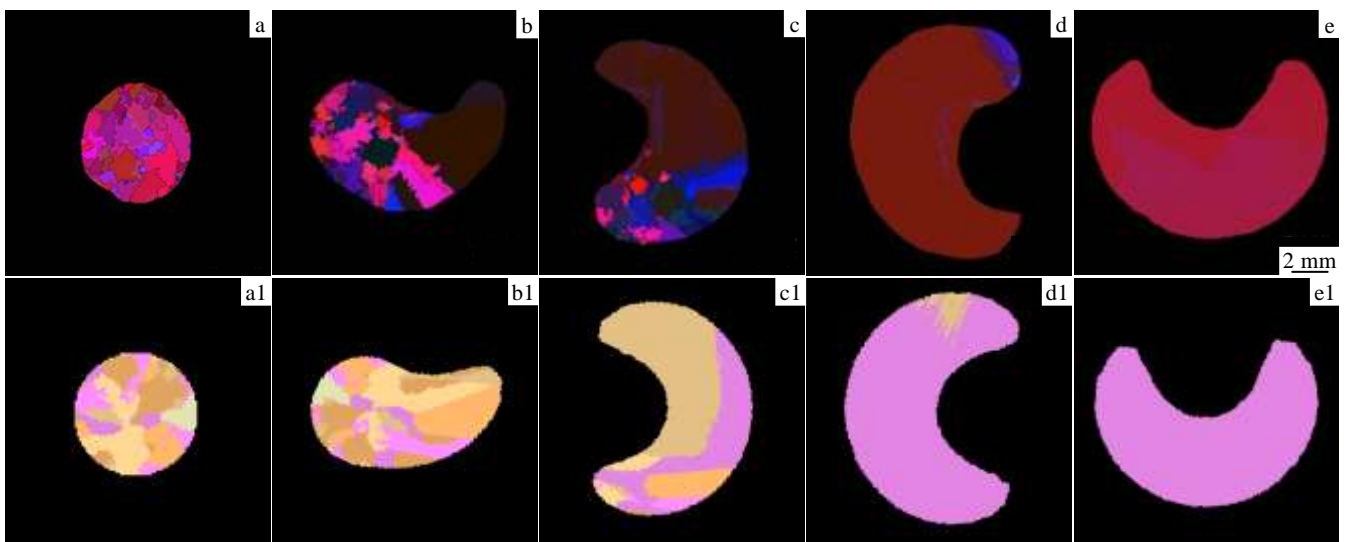


图 9 EBSD 晶粒取向实验成像图及其晶粒组织模拟结果

Fig.9 EBSD grain orientation images of different sections (a~e) and the simulation results (a1~e1) of microstructure:

(a, a1) $H=31$ mm, (b, b1) $H=34$ mm, (c, c1) $H=37.5$ mm, (d, d1) $H=44.5$ mm, and (e, e1) $H=48$ mm

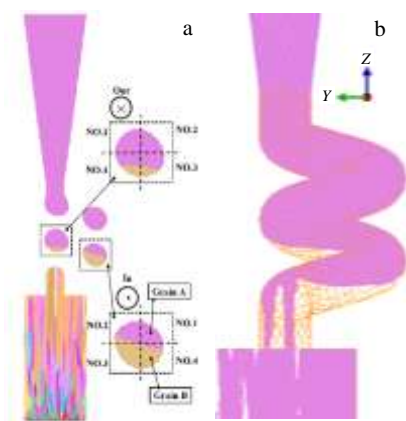


图 10 DD6 合金选晶器纵向剖面 and 晶体生长模拟分析图

Fig.10 Simulation results of microstructure on longitudinal section (a) and the microstructure growth (b) of the same crystal orientation in spiral selector

和上部的晶粒更具有位置优势,能够占据螺旋段的扩张生长空间,最终形成单晶组织。

3 结 论

1) 通过数值模拟和实验方法对 DD6 合金定向凝固选晶器的温度影响、晶粒组织以及晶粒生长过程进行了研究,所使用的模拟方法能够较好的模拟定向凝固过程的温度变化。

2) 采用元胞自动机有限元方法对 DD6 单晶高温合金进行了定向凝固组织的数值模拟,模拟的晶粒组织生长可以较为准确的反映晶粒竞争生长实际情况,与实验结果基本相一致。引晶段无论是在底部激冷等轴晶区还是热引导的柱状晶定向生长区,取向与温度梯度不一致的晶粒逐渐被淘汰,位置被取代,使得晶粒平均半径随着高度的增加而增大,晶粒密度进而不断减小,两者

呈现负指数关系。在大约 4 mm 的引晶段范围内, <001> 最优取向的晶粒被大量选出, 平均取向偏转角小于 15°。

3) 对比了螺旋段不同高度截面 EBSD 晶粒取向实验成像与晶粒模拟结果, 组织模拟与实验结果基本吻合, 不同晶粒进入螺旋段后, 由于型壳几何限制和定向温度梯度作用下, 选出了取向偏转角较小的单晶组织。通过分析螺旋通道中的晶粒竞争生长关系, 认为位于螺旋通道内侧和上部的晶粒更具有位置优势, 能够占据螺旋段的扩张生长空间, 有利于形成单晶组织。

参考文献 References

- [1] Xu Q Y, Zhang H, Liu B C. *China Foundry*[J], 2014, 11(4): 268
- [2] Tang Ning(唐宁), Sun Changbo(孙长波), Zhang Hang(张航) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(11): 2298
- [3] Shi Z X, Li J R, Liu S Z et al. *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2012, 41(6): 962
- [4] Jin Haipeng(金海鹏), Li Jiarong(李嘉荣), Yu Jing(于静) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2010, 39(5): 767
- [5] Zhang H, Xu Q Y, Tang N et al. *Science China-Technological Sciences*[J], 2011, 54(12): 3191
- [6] Zhang Hang(张航), Xu Qingyan(许庆彦), Sun Changbo(孙长波) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2013, 49(12): 1521
- [7] Versnyder F I, Shank M E. *Materials Science and Engineering*[J], 1970, 6(4): 213
- [8] Dai H J, D'Souza N, Dong H B. *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*[J], 2011, 42A(11): 3430
- [9] Afazov S M, Becker A A, Hyde T H. *Journal of Manufacturing Processes*[J], 2011, 13(1): 30
- [10] Rappaz M, Gandin C A. *Acta Metallurgica et Materialia* [J], 1993, 41(2): 345
- [11] Gandin C A, Rappaz M. *Acta Metallurgica et Materialia* [J], 1994, 42(7): 2233
- [12] Gandin C A, Desbiolles J L, Rappaz M et al. *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*[J], 1999, 30(12): 3153
- [13] Thevoz P, Desbiolles J L, Rappaz M. *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*[J], 1989, 20(2): 311
- [14] Li J R, Zhong Z G, Tang D Z et al. *Superalloys 2000*[C]. Warrendale, PA: TMS, 2000: 777
- [15] Committee Committee(丛书编委会). *Practical Handbook of Engineering Materials, 2nd ed.*(工程材料实用手册, 第2版)[M]. Beijing: China Standards Press, 2002: 771
- [16] Wang Ning(王柠), Liu Lin(刘林), Gao Sifeng(高斯峰) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(12): 2558

Numerical Simulation and Experimental Grain Selection of DD6 Superalloy in Spiral Grain Selector by Directional Solidification

Xu Zilin, Li Zhonglin, Zhang Hang, Xu Qingyan, Liu Baicheng

(Key Laboratory for Advanced Materials Processing Technology, Ministry of Education, Tsinghua University, Beijing 100084, China)

Abstract: Spiral grain selector is a very important part of manufacturing process of single crystal blade, which is the key component of the aero-engine and industry gas turbine. Finite element simulation and experiments were used for researching the temperature effect of spiral grain selector, the grain structure and grain growth in the directional solidification process of DD6 superalloy. The results show that the simulation method can well predict the temperature change of directional solidification process, and the grain microstructure simulation is similar to the competitive growth of grains according to the experimental samples. The mean radius of grains increases with increasing height in the starter block, while the grain density declines since the location of the grain is replaced whose orientation is different from the direction of temperature gradient. The simulation results of grain morphology in the spiral part are consistent with experimental pictures from the EBSD orientation mapping technology. The grain is more advantageous to grow in the spiral part, which is located in the interior and upper part of the spiral channel longitudinal section.

Key words: DD6 superalloy; directional solidification; spiral grain selector; numerical simulation; grain orientation

Corresponding author: Xu Qingyan, Ph. D., Professor, Key Laboratory for Advanced Materials Processing Technology, Ministry of Education, Tsinghua University, Beijing 100084, P. R. China, Tel: 0086-10-62795482, E-mail: scjxqy@tsinghua.edu.cn