

定向凝固 DZ4125 柱晶高温合金晶粒生长过程组织演化及其竞争生长行为

徐 莽¹, 刘国怀¹, 张相龙¹, 李泽宇¹, 王丙兴¹, 王昭东¹, 郭景杰²

(1. 东北大学 轧制技术及连轧自动化国家重点实验室, 辽宁 沈阳 110819)

(2. 哈尔滨工业大学 材料科学与工程学院, 黑龙江 哈尔滨 150001)

摘 要: 采用 Bridgman 定向凝固法制备 DZ4125 柱晶高温合金定向试棒, 研究在恒定抽拉速率下定向晶粒生长过程微观组织演化及晶粒间竞争生长行为。结果表明, 随着定向凝固柱晶高温合金生长高度的增加, 一次枝晶间距增加, γ' 相尺寸减小, 且 γ' 相形貌由蝴蝶状向立方体状、近球状转变, 枝晶间处 γ' 相尺寸和数量均高于枝晶干处。碳化物和 $\gamma+\gamma'$ 共晶组织主要分布于枝晶间区域, 且随着生长高度的增加, 碳化物形貌由细小块状逐渐向条状、骨架状转变。此外, 由于晶体的竞争生长, 随着生长高度增加柱状晶数量明显减少, 表现为在最终生长区内主要存在定向起始段中心部晶粒。上述过程主要因为存在凸凹液界面生长条件, 晶粒向近炉壁侧倾斜发散生长, 中心部晶粒淘汰边缘晶粒发生稳定生长。

关键词: 定向凝固; DZ4125 合金; 微观组织; 竞争生长

中图分类号: TG132.3⁺3; TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2021)04-1350-09

采用定向凝固技术制备柱晶/单晶组织高温合金涡轮叶片已广泛应用于各国先进航空发动机^[1-4]。定向凝固过程中, 晶粒<001>择优取向平行热流方向定向平直生长形成柱晶组织, 消除了与应力轴垂直的横向晶界, 能够实现最优的高温强度、持久性能和抗蠕变、抗热疲劳性能^[5-7]。然而, 定向凝固过程需要在合金熔体与固态金属中建立特定方向的温度梯度, 凝固界面存在复杂的液-固、固-固相变过程和微观组织演化过程。首先, 凝固过程中热流方向和温度梯度需要保证择优晶粒能够稳定平直生长, 该过程存在晶粒生长特征演化、溶质扩散以及晶粒间竞争生长; 另外, 高温合金丰富的多相组织在后续固态转变过程中存在复杂变化, 如 γ' 相析出长大以及碳化物和共晶组织的形成, 进而影响最终的力学性能。

DZ4125 是中国目前性能水平较高的定向凝固镍基铸造高温合金之一, 具有良好的中高温综合性能及优异的抗热疲劳性能, 目前广泛应用于高温环境下涡轮叶片的制造^[8-10]。合金中通过调整 Ti 元素含量和添加 Hf 元素, 使合金具有良好的铸造性能, 可用于制造内腔复杂的薄壁空心涡轮叶片^[11,12]。目前, 关于定向凝固 DZ4215 高温合金铸态组织已开展大量研究, 但

是主要关注于定向凝固参数对枝晶组织的影响^[13-16]。在定向凝固过程中, 铸件不同高度处冷却速率等生长条件存在一定差异, 这将导致铸态组织的不均匀性, 对铸件的性能影响很大。而目前对此相关研究极少, 因此有必要研究不同生长高度处合金显微组织的演化。此外, 由于<001>轴向织构的性质与最小杨氏模量的方向一致, 保持<001>轴向接近应力方向将提高铸件的抗热疲劳性能。而定向凝固过程存在的大角度晶界和杂晶等缺陷严重影响合金叶片的力学性能, 上述缺陷的形成往往与晶体生长形态以及晶粒间的竞争生长密切相关^[17-19]。在定向凝固过程中常常发现存在多种生长取向枝晶形态, 其与择优晶粒竞争生长的关系直接决定着定向组织的精确控制。保持铸件整体组织均匀性, 且所有<001>轴向晶粒都接近试样轴向方向是十分重要的。因此, 理解定向凝固晶粒的生长过程以及晶粒间的竞争生长有利于定向凝固组织有效控制。

本工作以镍基高温合金 DZ4125 为研究对象, 采用 Bridgman 定向凝固炉制备定向凝固柱晶高温合金试样。分析定向凝固 DZ4125 柱晶高温合金不同生长高度处组织形态及特征尺寸, 考察晶粒生长过程的微观组织演化规律。同时确定不同生长高度截面处晶粒

收稿日期: 2020-06-11

基金项目: 国家重点研发计划 (2016YFB0301200, 2016YFB0300603); 国家自然科学基金 (51504060); 中央高校基本科研业务费 (N160713001)

作者简介: 徐 莽, 男, 1990 年生, 博士生, 东北大学材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110819, 电话: 024-83686739, E-mail: xumang99@126.com

生长形态及晶体竞争生长过程，为定向凝固高温合金的微观组织精确调控提供理论参考。

1 实 验

定向凝固实验用母合金材料为 DZ4125 高温合金，其名义合金成分为 Ni-0.1C-8.9Cr-10Co-7W-2Mo-5.2Al-0.9Ti-3.8Ta-1.5Hf-0.015B (质量分数，%)。实验采用 Bridgman 定向凝固炉制备 DZ4125 柱晶试样。母合金经砂纸打磨去除表面氧化层，然后放入丙酮中经超声波清洗干净，最后放入氧化钙坩埚中。采用刚玉+硅溶胶制作浇注用铸型，每个模组可以同时浇注 12 根直径为 16 mm 的试棒。单晶炉上区加热温度为 1490 ℃，下区加热温度为 1520 ℃，抽拉速度为 5 mm/min。抽拉后定向试棒具体合金成分见表 1。

利用线切割对抽拉后实验试棒沿高度方向进行纵切和横切。试样经打磨、抛光后用腐蚀剂进行腐蚀。腐蚀液为：2 g CuSO₄+20 mL HCl+20 mL H₂O。使用 Olympus-GX-71 金相显微镜(OM)以及带能谱(EDS)的 Quantan-200 型扫描电镜(SEM)进行微观组织观察和分析。应用 Bruker D8 Discover 型 X 射线衍射仪(XRD)进行相组成的鉴别。使用 IPWIN 软件对枝晶间距和晶粒尺寸进行测量。

2 结果与讨论

2.1 定向凝固 DZ4125 合金宏观组织及物相分析

图 1 显示定向凝固 DZ4125 合金浇注试棒形貌及其宏观组织照片。定向试棒外观表面光滑平整，具有金属光泽，无任何裂纹，如图 1b 所示。图 1c 为定向凝固试棒不同生长高度处纵截面宏观组织照片。凝固组织主要存在初始启动界面、过渡生长区以及稳定生长区。在定向凝固启动界面，凝固组织受激冷作用的影响存在无方向性生长。初始生长区的组织无方向性与定向凝固组织生长相矛盾，缩短初始生长区的长度可以提高材料的有效利用率。随着定向凝固过程的进行，组织经过过渡生长区然后稳定生长。稳定生长区沿纵向方向柱状晶组织定向平直生长。在定向凝固后期，可以明显看出，定向凝固试样固/液界面呈凸起形态。通常，固/液界面向上凸起，表明抽拉速度较低，固/液界面位于隔热挡板上方，铸件吸收侧向热流，定向组织向外发散^[20]。由上述结果可以看出，随着定向凝固过程的进行，沿纵向方向冷却距离逐渐增加，定向柱晶的组织特征发生明显变化。图 2 为 DZ4125 母合金及定向凝固试棒定向生长区 X 射线衍射图谱。通过衍射峰的标定可以看出，定向试棒定向生长区相组

表 1 DZ4125 定向试棒化学成分

Table 1 Chemical composition of directionally solidified DZ4125 alloy (ω/%)													
Cr	Co	W	Mo	Al	Ti	Ta	Hf	B	C	O	N	S	Ni
9.1	9.82	7.1	2.12	5.08	0.86	3.7	1.54	0.012	0.08	0.0038	0.0003	0.001	Bal.

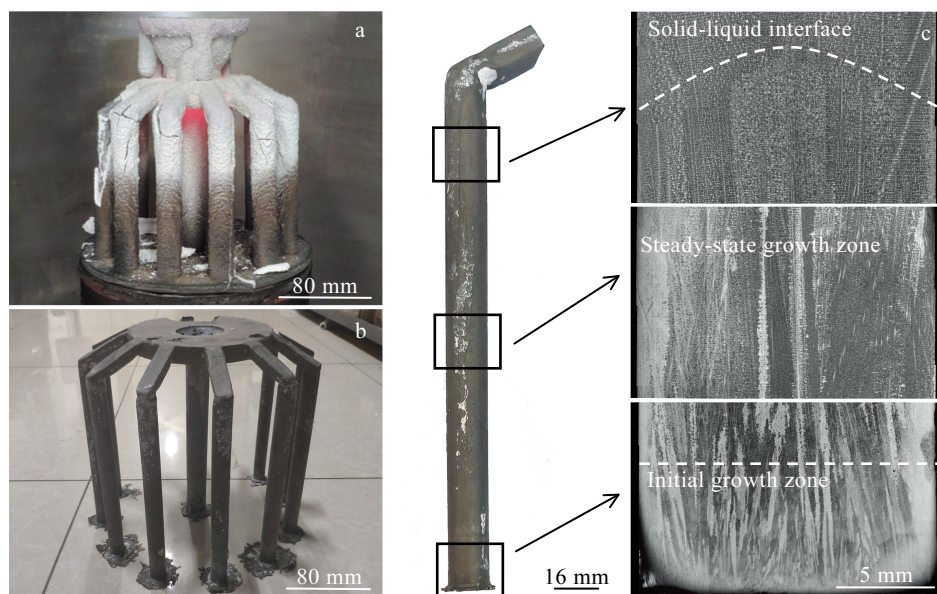


图 1 定向凝固 DZ4125 合金试棒宏观形貌及宏观显微组织照片

Fig.1 Preparation of directionally solidified DZ4125 alloy test rod: (a) ceramic shell mold, (b) macro morphology, and (c) macrostructure

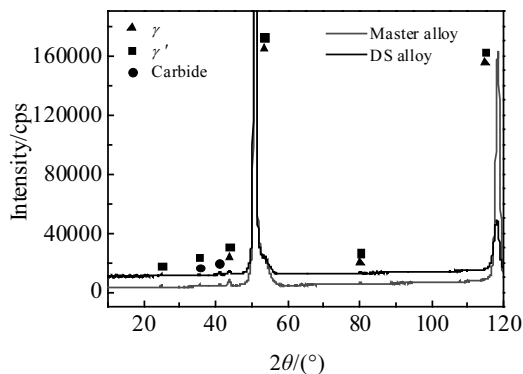


图 2 定向凝固 DZ4125 合金 XRD 图谱

Fig.2 XRD patterns of directionally solidified DZ4125 alloy

成与母合金一致, 均由 γ' , γ 和碳化物组成。

2.2 定向凝固 DZ4125 合金生长高度对组织特征的影响

图 3 显示了不同生长高度处定向凝固 DZ4125 合金横截面和纵截面的微观组织。从图中可以看出, 沿纵向方向为细长的枝晶组织定向平行生长, 而短小的二次枝晶则垂直于一次枝晶排列, 随着生长高度的增加二次枝晶逐渐变长。沿横向方向具有不同取向的晶粒组织, 图中亮白色十字部分为枝晶干区域, 深色区域为枝晶间。图 3a 和 3e 为生长高度 5 mm 时的微观组织。可以明显看出, 柱晶组织高度细化, 一次枝晶细密排列生长。在生长高度为 15 mm 时, 一次枝晶沿着抽拉方向平直生长, 可见的二次枝晶垂直于一次枝

晶, 见图 3b, 3f。在生长高度为 30 mm 时, 柱状晶存在明显的一次/二次枝晶生长, 一次枝晶间距发生了明显变化, 见图 3c, 3g。在生长高度为 120 mm 时, 枝晶间距进一步增加, 见图 3d, 3h。由上述结果可以看出, 随着抽拉过程的进行, 定向晶粒的生长过程受温度梯度与过冷条件的影响, 其特征尺寸发生了明显变化。图 4 显示了不同生长高度处一次枝晶间距变化规律。从图中可以看出, 一次枝晶间距随着生长高度的增加逐渐增加, 在 30 mm 以上时枝晶间距逐渐趋于稳定。合金在凝固时, 枝晶生长形态与温度梯度 G_L 和凝固生长速率 R 有关。Hunt 等将一次枝晶间距的计算公式归结为^[21]:

$$\lambda \propto G_L^{-0.5} R^{-0.25} \quad (1)$$

其中, G_L 为温度梯度, R 为铸件凝固速率。在定向凝固过程中, 正的温度梯度主要由保温包加热区, 水冷盘及辐射散热来实现。在定向凝固初始阶段, 散热效率的变化较大, 温度梯度降低明显。随着生长高度的增加, 散热效率降低的趋势逐渐稳定。因此, 随着生长高度的增加, 温度梯度 G_L 的逐渐降低将是导致一次枝晶间距逐渐增加的原因之一。然而, 定向凝固过程晶体的生长经历难以描述的非稳态过程, 生长历史, 熔体对流等因素也都将影响一次枝晶间距^[22]。

图 5 显示了不同生长高度处 γ' 相的组织形貌变化。可以看出, 不同生长高度处, 枝晶干和枝晶间处 γ' 相形态、大小和数量均存在一定差异。在枝晶干处, 生长高度为 5 mm 时, 大多数 γ' 相形貌为尺寸较大的蝴蝶状, 见图 5a; 随着生长高度的增加, γ' 相形貌转变成规则的立方体, 见图 5b~5c; 在生长高度为 120 mm

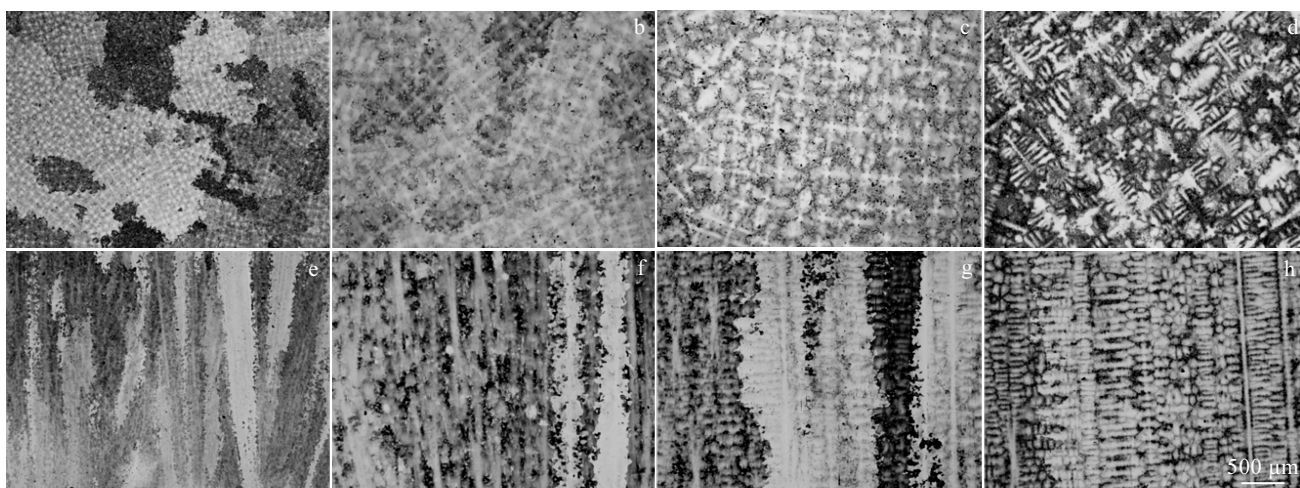


图 3 定向凝固 DZ4125 合金不同生长高度处光学显微组织

Fig.3 OM microstructures of cross section (a~d) and vertical section (e~h) of directionally solidified DZ4125 alloys at different growth heights (H): (a, e) $H=5$ mm, (b, f) $H=15$ mm, (c, g) $H=30$ mm, and (d, h) $H=120$ mm

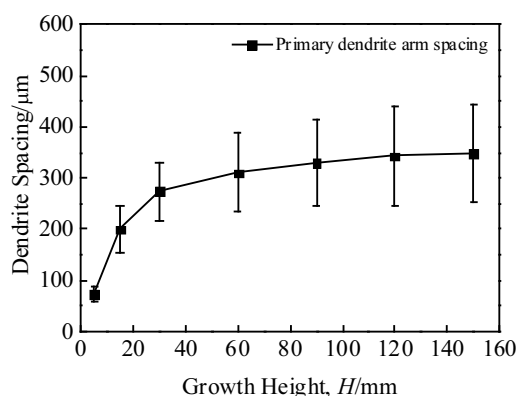


图4 定向凝固 DZ4125 合金不同枝晶间距与生长高度的关系

Fig.4 Relationship between dendrite spacing and growth height of directionally solidified DZ4125 alloy

时, γ' 相尺寸明显减小且形貌转变为无明显尖角的不规则形甚至球形, 见图 5d。在枝晶间处, 生长高度为 5 mm 时, γ' 相形貌为尺寸较大的不规则形状, 见图 5e; 在 15~30 mm 生长高度内, γ' 相形貌基本为尺寸较大的不规则形蝴蝶状, 见图 5f, 5g; 在生长高度为 120 mm 时, γ' 相形貌转变为立方体状, 见图 5h。图 6 显示了不同生长高度处枝晶间和枝晶干 γ' 相大小的变化。随着生长高度的增加, 枝晶间和枝晶干处 γ' 相尺寸分别由 5 mm 处的 0.547 和 0.498 μm 降低至 120 mm 处的 0.285 和 0.175 μm 。可见, 随着生长高度的增加, 枝晶间和枝晶干处 γ' 相尺寸均逐渐减小, 且枝晶间处 γ' 相尺寸明显大于枝晶干处。

高温合金凝固组织中 γ' 相的形成主要有 2 种方式, 即从过饱和的 γ 相基体中脱溶而生成以及枝晶间共晶

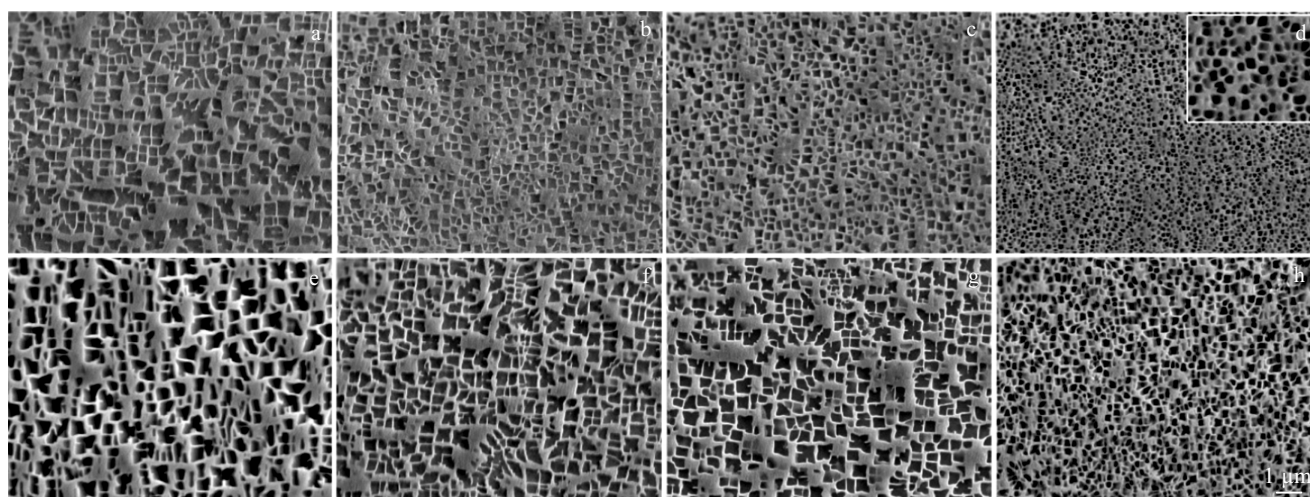


图5 定向凝固 DZ4125 合金不同生长高度处 γ' 形貌

Fig.5 SEM images of dendritic arm (a~d) and interdendritic (e~h) for γ' precipitates at different growth heights of directionally solidified DZ4125 alloys: (a, e) $H=5$ mm, (b, f) $H=15$ mm, (c, g) $H=30$ mm, and (d, h) $H=120$ mm

反应而生成初生相。前者是 γ' 相主要生成方式, 而后者是由于枝晶间残余液相中的溶质元素含量达到共晶成分时发生 $L \rightarrow \gamma + \gamma'$ 相变过程所致。从 γ 相基体中脱溶而生成 γ' 相属于固态相变的产物, 其形核与生长遵守扩散型相变规律^[23]。通常认为 γ' 相的尺寸取决于形核数目、生长速度、生长时间^[24]。对于初始生长区和枝晶间区域, 往往存在晶粒尺寸较大的蝴蝶状、立方体状 γ' 相组织。定向凝固过程中容易在枝晶间富集大量 Al、Ti 和 Ta 等 γ' 相形成元素, 枝晶间溶质过饱和度大于枝晶干, 使枝晶间 γ' 相形核早于枝晶干并具有较强的生长驱动力, 枝晶间的 γ' 相形核率大且生长时间较长, 从而导致枝晶间处存在晶粒尺寸较大的 γ' 相组织^[16]。而在试棒根部, 先凝固的 γ' 相生长时间较长,

因此其尺寸逐渐增大。蝴蝶状相出现是由于在冷却过程中立方形的 γ' 相分裂产生的。当 γ' 相的生长超过临界尺寸时, 为了使整个体系的能量降低, 这些不稳定的 γ' 相便会逐渐分解。高温下 γ' 相粒子通过内部错配位错的出现来使总能量降低。随着两相的界面处较多的错配位错集中出现, γ' 相周围便会出现凹陷, 从而降低了 γ' 相的能量。随着凹陷程度的逐渐增加, γ' 相粒子就会产生分裂, 进而形成蝴蝶状。随着生长高度的增加, 在试样上部经历液-固转变形成 γ' 相组织, 由于生长时间较短, 进而保持在立方体形态。而在顶端, 在析出初期, 为无明显尖角的不规则形甚至球状。在镍基高温合金中, γ' 相的形态和数量对合金的性能有较大的影响。细小的 γ' 相能够有效提高合金的持久性能^[25]。同时, 枝晶干和

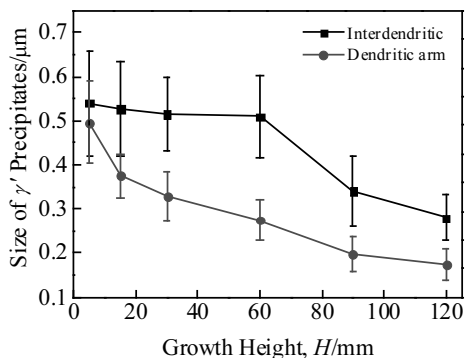


图6 定向凝固 DZ4125 合金不同生长高度处 γ' 相尺寸变化
Fig.6 Size change of γ' precipitates at different growth heights of directionally solidified DZ4125 alloys

枝晶间处 γ' 相大小、含量和分布的不同, 其强化效果也存在明显差异^[26]。在变形过程中, 在 γ' 相强化效果低的区域易产生裂纹, 从而降低合金的持久性能。因

此, 在定向凝固过程中需要高的温度梯度以及较快的抽拉速度来满足冷却速率的提高, 进而实现 γ' 相均匀细化组织的精确控制以获得最优的力学性能。

图 7 为定向凝固 DZ4125 合金不同生长高度处碳化物的组织形貌。从图中可以看出, 碳化物主要分布于枝晶间区域。随着生长高度的增加, 枝晶间碳化物含量逐渐增加。碳化物的形貌由初始抽拉时小块状逐渐向条状、骨架状转变。碳化物含量的逐渐增加, 主要是由于随着生长高度的增加, 二次枝晶干数量增多, 阻碍了元素的扩散, 促进了碳化物在枝晶间处形核。表 2 为图 7a₂~图 7c₂ 中不同生长高度处碳化物的 EDS 能谱分析结果。可以看出, 随着生长高度的增加, 碳化物中都富含 C、Ta、Hf 和 Ti 元素, 这些都是典型的初生 MC 碳化物形成元素^[27]。在生长高度 $H=5\text{ mm}$ 处, 碳化物中含有相对较多的元素 Hf。元素 Hf 可以使碳化物形状由草书状向细小的不连续块状转变, 消除和延缓裂纹的萌生和扩展, 提高合金的中温强度和塑性^[28,29]。

图 8 为定向凝固 DZ4125 合金不同生长高度处共

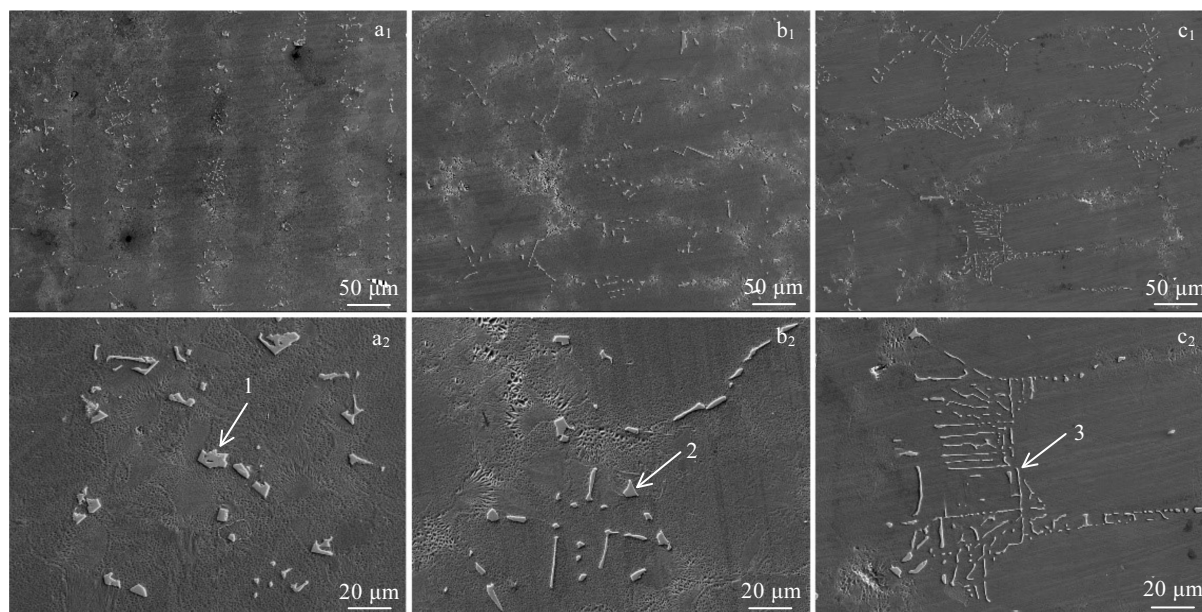


图 7 定向凝固 DZ4125 合金不同生长高度处碳化物的形貌

Fig.7 Morphologies of carbides at different growth heights of directionally solidified DZ4125 alloy: (a₁, a₂) $H=5\text{ mm}$, (b₁, b₂) $H=60\text{ mm}$, and (c₁, c₂) $H=120\text{ mm}$

表 2 图 7a₂~7c₂ 中标识 1~3 位置碳化物的 EDS 能谱分析结果
Table 2 EDS analysis results of carbides of position 1~3 marked in Fig.7a₂~7c₂ ($\omega/\%$)

Position	C	Ti	Cr	Co	Mo	Hf	Ta	W
1	4.78	6.68	0.55	0.76	2.16	22.86	52.03	3.96
2	4.79	8.32	0.76	0.51	2.89	7.76	60.21	6.56
3	5.14	8.18	0.93	1.02	2.92	11.51	59.24	5.34

晶组织形貌。由图 8 可以看出, 合金中 $\gamma+\gamma'$ 共晶多由外部粗大、内部细小的网状 γ' 相组成, 且共晶组织大多分布在枝晶间区域。随着生长高度的增加, 共晶组织尺寸有所减小。在初始抽拉情况下, 二次枝晶生长不明显, 共晶组织分布在一次枝晶间且粗大, 见图 8a。当二次枝晶出现时, 共晶组织更多地出现在二次枝晶间, 见图 8b~8c。在定向凝固高温合金中, 共晶组织生成的驱动力取决于凝固过程中的溶质显微偏析程度。 $\gamma+\gamma'$ 共晶组织的生成被认为是凝固过程溶质偏析的体现。在枝晶生长过程中, 由于溶质的重新分配使得 Al、Ti 等共晶组织的形成元素富集到枝晶间区域。随着枝晶间残余液相元素的偏析程度逐渐增加, 当达到发生共晶反应的临界条件时, 大量的 $\gamma+\gamma'$ 共晶组织出现。图 8d, 8e 为枝晶干和枝晶间处的 EDS 能谱分析结果。对比可以发现, 相比于枝晶干, 枝晶间共晶组织中存在一定含量的元素 Hf。Hf 是强正偏析元素, 同时又是 γ' 相形成和强化元素, 可以显著促进 $\gamma+\gamma'$ 共晶的形成^[30]。同时, 元素 Hf 的存在使液-固相线之间的温度范围变宽^[31]。在凝固后期, 富 Hf 的合金熔体具有良好流动性和独特的趋肤效应, 改善了合金的可铸性^[32]。

2.3 定向凝固 DZ4125 合金的生长形态及晶粒竞争生长

图 9 为不同生长高度处横截面和纵截面晶体生长变化图。由于晶体的竞争生长, 使激冷端大量的初始

晶粒随着生长高度的增加而逐渐消失, 最终只有约 16 个择优生长晶粒保留, 见图 9a。其中, 彩色图为标记最终保留的择优晶粒在不同截面处所对应的位置及晶粒面积。由于在初始抽拉时晶粒细小, 仅标记最终保留择优晶粒截面处面积变化, 而被淘汰的晶粒未做标记。大部分晶粒随着生长高度的增加, 面积逐渐增加。同时, 择优晶粒位置沿高度方向的变化, 由试棒心部 ($H=30\text{ mm}$) 向边部发散, 在 $H=90\sim 120\text{ mm}$ 处占据整个横截面。其中, 随着生长高度的增加, 晶粒 B~F 晶界明显向外侧 (近炉壁侧) 变化。图 9b 为与图 9a 对应位置的纵截面宏观组织照片。同样的, 随着生长高度的增加, 晶粒数量减少的同时, 枝晶的生长向近炉壁处倾斜。表现为中心部晶粒淘汰边缘晶粒发生稳定生长, 在最终生长区内主要存在定向起始段的中心部晶粒。将不同晶粒面积分数的变化进行统计, 见图 10。从图中曲线可以看出, 晶粒面积的变化有 2 种趋势。一种是, 部分晶粒所占的面积分数随着生长高度的增加而逐渐增加。比如图 9 中的相邻的 A (深灰色) 和 B (蓝色) 晶粒, 其面积分数分别由 30 mm 处的 4% 和 0.8% 增加至 150 mm 处的 24% 和 6%。另一种是, 部分晶粒面积分数随着生长高度的增加而发生上下波动, 如晶粒 G (浅灰色), 其面积分数在 90 mm 处达到最大, 为 13%。其中, A 和 B 晶粒在空间中其相对位置基本没有变化, 其面积分数的逐渐增加, 表明其在竞争生长过程中一直占据优势, 其晶界发生侧向迁

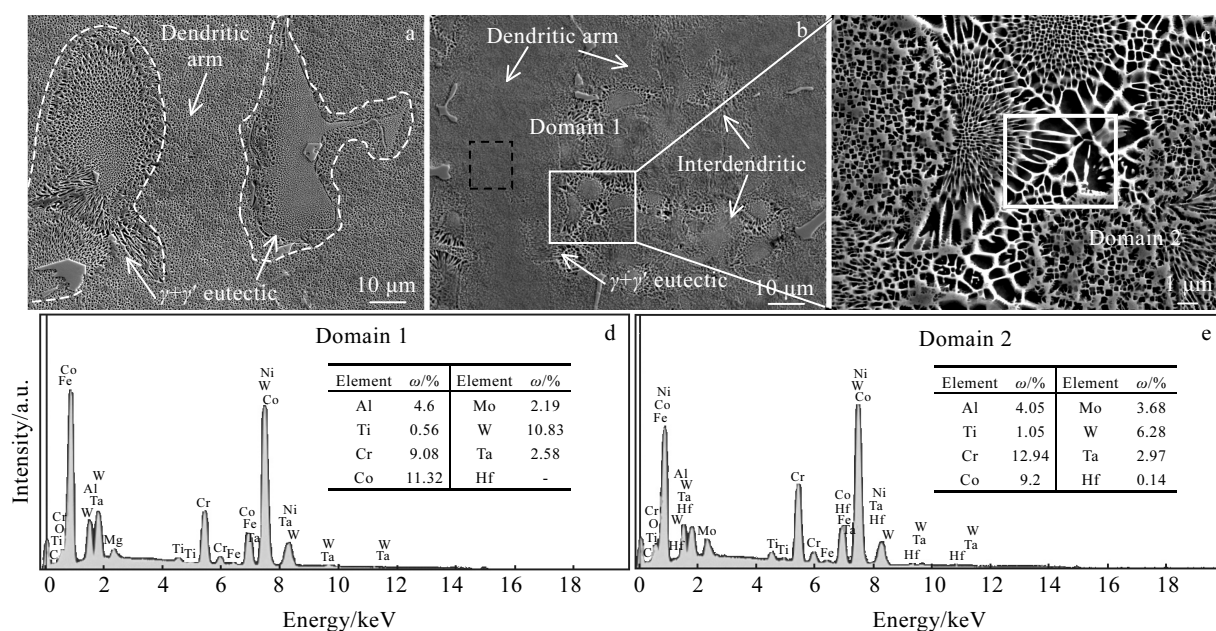


图 8 定向凝固 DZ4125 合金不同生长高度处 $\gamma+\gamma'$ 共晶组织形貌及 EDS 能谱分析

Fig.8 Morphologies of $\gamma+\gamma'$ eutectic in directionally solidified DZ4125 alloy at $H=5\text{ mm}$ (a) and $H=60\text{ mm}$ (b, c) and EDS results of the domain 1 marked in Fig.8b (d) and domain 2 marked in Fig.8c (e)

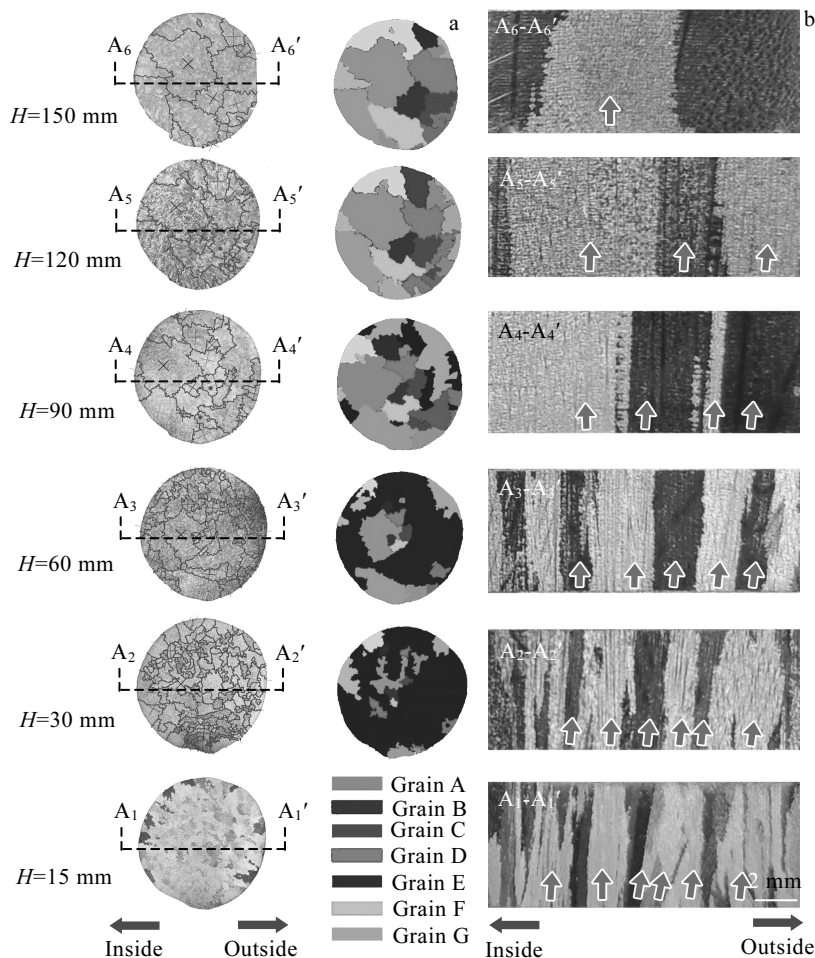


图 9 定向凝固 DZ4125 合金不同生长高度处晶体的竞争生长过程

Fig.9 Competitive growth of grains at different growth heights of directionally solidified DZ4125 alloy: (a) OM images of the cross section at different heights with grain boundaries and (b) OM images of the longitudinal section at the corresponding position in Fig.9a (the color diagram in Fig.9a shows the area fractions of different grains at different growth heights)

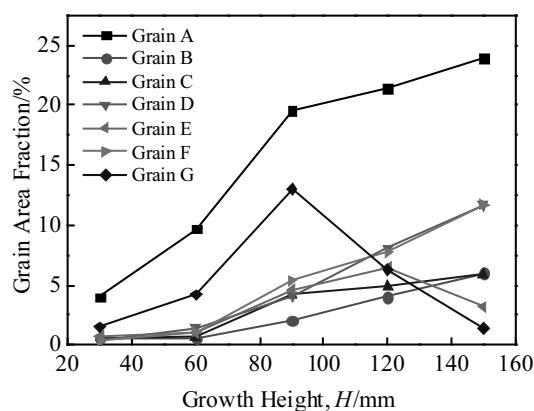


图 10 不同生长高度的横截面处晶粒面积分数的变化规律

Fig.10 Variation of grain area fraction at cross sections of different growth heights

移。对于晶粒 G，其面积分数的变化，表明其在竞争生长某一阶段占据优势，随后又逐渐被淘汰。

当温度梯度较低时，热流容易偏离晶体轴向方向，从而导致晶体取向的偏离。试样经抽拉，近炉壁一侧由加热区即将进入冷却区时，近炉壁侧散热较为剧烈，而较远的一侧可能因各种遮挡效果而冷却速度较慢，使等温线呈倾斜状分布^[33]。此时在隔热挡板上方，近炉壁侧温度场要高于内侧。反之，在隔热挡板下方，不断地有大量侧向热流排除，试样外侧温度要低于中心处。在隔热挡板处，等温线相对水平^[20,33]。图 11 为晶体竞争生长示意图。当固/液界面位于隔热挡板上方时，容易造成热流向近炉壁侧发生偏离，使外侧晶体的生长偏离择优生长方向，进而使晶体的竞争生长模式主要为发散竞争生长，见图 11a。在本实验晶体生长条件下，凸起的固/液界面位于隔热挡板上方，试棒

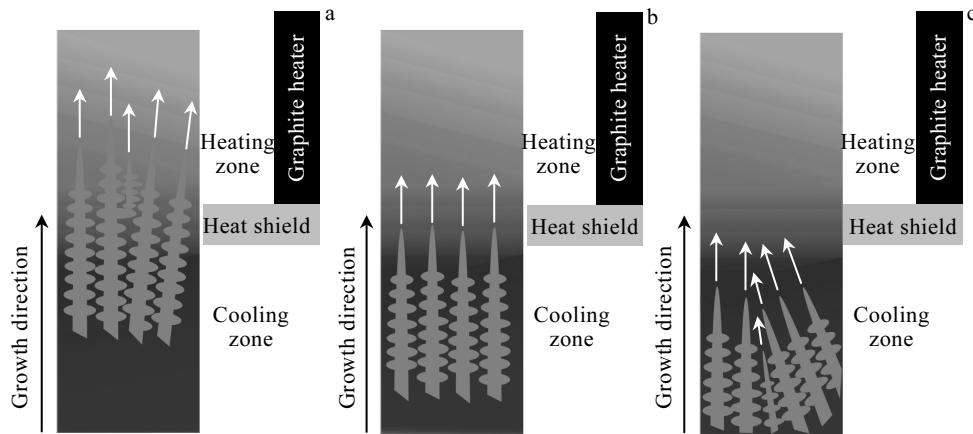


图 11 枝晶生长示意图

Fig.11 Schematic diagram of dendrite growth (the solid-liquid interface is located above (a), horizontally (b) and below (c) the heat shield)

外侧晶粒由于吸收侧向热流而向外发散,这可以从图 1c 和图 9b 组织中看出。呈发散位相关系的两组枝晶,其生长前沿不断地获得开放的生长空间,且晶界处将获得充分的溶质扩散。因此,晶界处二次枝晶臂或三次枝晶臂将得到充分发展,一部分三次枝晶臂将成为新的枝晶主轴。当固/液界面位于隔热挡板附近时,达到稳态生长条件,生长界面也是平直的,见图 11b。当抽拉速度比较大时,固液界面处于隔热挡板下方,界面往往呈凹状,枝晶的生长模式为汇聚生长,见图 11c。汇聚生长的 2 个枝晶尖端将不断靠近,直到枝晶前沿没有空间进一步生长,某一枝晶将被淘汰。通常情况下,晶体汇聚生长过程中,择优晶粒将淘汰晶界处非择优取向枝晶,晶界沿着热流方向分布;当择优取向枝晶的尖端低于非择优取向枝晶尖端时,可能会发生非择优取向枝晶淘汰择优取向枝晶的反常淘汰^[34]。

3 结 论

1) 随着定向凝固 DZ4125 柱晶高温合金生长高度的增加,一次枝晶间距增加, γ' 相尺寸逐渐减小,且 γ' 相形貌由不规则的蝴蝶状向立方体状、近球状转变。枝晶间处 γ' 相尺寸和数量均明显高于枝晶干处。

2) 碳化物和 $\gamma+\gamma'$ 共晶组织主要分布于枝晶间区域,且随着生长高度的增加,碳化物的形貌由初始抽拉时细小块状逐渐向条状、骨架状转变。

3) 定向凝固过程中,随着生长高度的增加,晶粒的竞争生长使柱状晶数量明显减少。在凸固/液界面生长条件下,晶粒向近炉壁侧倾斜发散生长,中心部晶粒淘汰边缘晶粒,在最终生长区内主要存在定向起始段的中心部晶粒。

参考文献 References

- [1] Fu Hengzhi(傅恒志). *Directional Solidification Processing of Aero High Temperature Materials*(航空航天材料定向凝固)[M]. Beijing: Science Press, 2015: 5
- [2] Meng X B, Lu Q, Zhang X L et al. *Acta Materialia*[J], 2012, 60(9): 3965
- [3] Pollock T M, Argon A S. *Acta Metallurgica et Materialia*[J], 1992, 40(1): 1
- [4] Zhang Jian(张 建), Wang Li(王 莉), Wang Dong(王 栋) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2019, 55(9): 1077
- [5] Li Jiarong(李嘉荣), Xiong Jichun(熊继春), Tang Dingzhong(唐定中). *Advanced High Temperature Structural Materials and Technology (I)*(先进高温结构材料与技术(上))[M]. Beijing: National Defend Industry Press, 2012: 3
- [6] Henderson P J, Mclean M. *Acta Metallurgica*[J], 1982, 30(6): 1121
- [7] Nystrom J D, Pollock T M, Murphy W H et al. *Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 1997, 28(12): 2443
- [8] Min Zhixian(闵志先), Shen Jun(沈 军), Feng Zhourong(冯周荣) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2010, 46(12): 1543
- [9] Guo Yongguan(郭勇冠), Li Shuangming(李双明), Liu Lin(刘 林) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2008, 44(3): 365
- [10] Shi D, Liu J, Yang X et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 528(1): 233
- [11] *China Superalloys Handbook (II)*(中国高温合金手册(下))[M]. Beijing: Standards Press of China, 2012: 474
- [12] Chen Rongzhang(陈荣章), Wang Luobao(王罗宝), She Li(余力) et al. *Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 1997(9): 9

- [13] Ge Bingming(葛丙明), Liu Lin(刘 林), Zhao Xinbao(赵新宝) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(11): 2222
- [14] Zhang W G, Liu L, Zhao X B *et al. Rare Metals*[J], 2009, 28(6): 633
- [15] Ge Bingming(葛丙明), Liu Lin(刘 林), Zhang Shengxia(张胜霞) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2011, 47(11): 1470
- [16] Zhang Weiguo(张卫国), Liu Lin(刘 林), Huang Taiwen(黄太文) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2009, 45(5): 592
- [17] Zhao Xinbao(赵新宝), Liu Li(刘 林), Zhang Weiguo(张卫国) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(1): 9
- [18] Zhou Y Z, Volek A, Green N R. *Acta Materialia*[J], 2008, 56(11): 2631
- [19] Zhou Y Z. *Scripta Materialia*[J], 2011, 65(4): 281
- [20] Fu Hengzhi(傅恒志), Guo Jingjie(郭景杰), Liu Lin(刘 林) *et al. Directional Solidification and Processing of Advanced Materials*(先进材料定向凝固)[M]. Beijing: Science Press, 2008: 504
- [21] Hunt J D. *Solidification and Casting of Metals*[M]. London: The Metals Society, 1979: 3
- [22] Huang Taiwen(黄太文), Liu Lin(刘 林), Zhang Weiguo(张卫国) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2009, 45(10): 1225
- [23] Zou Minming(邹敏明), Zhang Jun(张 军), Liu Lin(刘 林) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2008, 44(1): 59
- [24] Ge Bingming(葛丙明), Liu Lin(刘 林), Zhang Jun(张 军) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(5): 840
- [25] Bettge D, Osterle W, Ziebs J. *Zeitschrift Fur Metallkunde* [J], 1995, 86(3): 190
- [26] Xia Pengcheng(夏鹏成), Yu Jinjiang(于金江), Sun Xiaofeng(孙晓峰) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2010, 39(1): 69
- [27] Ma Dexin(马德新), Wang Fu(王 富), Wen Xuhui(温序晖) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2017, 53(12): 1603
- [28] Kotval P S, Venables J D, Calder R W. *Metallurgical & Materials Transactions B*[J], 1972, 3(2): 457
- [29] Duhl D N, Sullivan C P. *JOM*[J], 1971, 23(7): 38
- [30] Shi Zhenxue(史振学), Li Jiarong(李嘉荣), Liu Shizhong(刘世忠) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2010, 39(3): 490
- [31] Tresa M. Pollock, Sammy Tin. *Journal of Propulsion & Power*[J], 2006, 22(2): 361
- [32] Zheng Yunrong(郑运荣). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 1986, 22(2): 31
- [33] Yu Jing(于 靖), Xu Qingyan(许庆彦), Li Jiarong(李嘉荣) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2007, 43(10): 1113
- [34] Yu H L, Li J J, Lin X *et al. Journal of Crystal Growth*[J], 2014, 402(15): 210

Microstructure Evolution and Competitive Growth During Grain Growth of Directionally Solidified Column Crystal DZ4125 Superalloy

Xu Mang¹, Liu Guohuai¹, Zhang Xianglong¹, Li Zeyu¹, Wang Bingxing¹, Wang Zhaodong¹, Guo Jingjie²

(1. State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China)

(2. School of Materials Science and Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

Abstract: The directionally solidified column crystal DZ4125 superalloy was prepared by Bridgman directional solidification. The microstructure evolution and competitive growth of oriented crystal at a constant withdrawal rate were studied. The results show that the primary dendrite spacing increases and the sizes of the γ' precipitates decrease, as the growth height increases. The morphologies of γ' precipitates change from irregular butterfly shape into regular cube and sphere shapes, and the size and amount of γ' phase in the interdendrite are higher than those in the dendritic arm. The $\gamma+\gamma'$ eutectics and carbides mostly distribute in the interdendritic areas and the morphology of carbides gradually changes from small block into strip or skeleton shape with the increase of growth height. Moreover, due to the competitive growth proceeding, the number of columnar crystals decrease significantly with the increase of growth height and the central grains of the initial segment are retained in the final growth zone. This is mainly due to the existence of convex solid-liquid interface, the crystals diverge towards the furnace wall and the central grains grow steadily and the edge grains are gradually eliminated.

Key words: directional solidification; DZ4125 alloy; microstructure; competitive growth

Corresponding author: Liu Guohuai, Associate Professor, School of Materials Science and Engineering, Northeastern University, Shenyang 110819, P. R. China, Tel: 0086-24-83686739, E-mail: liugh@ral.neu.edu.cn