

重型燃机用大尺寸 UGTC47 定向柱晶叶片中雀斑的形成机理及其对持久性能的影响

束国刚¹, 玄伟东², 余旭², 段方苗¹, 白小龙¹, 葛丙明³,

王保军², 张振强², 张诚江², 任忠鸣²

(1 中国联合重型燃气轮机技术有限公司, 北京 100061)

(2 上海大学材料科学与工程学院, 省部共建高品质特殊钢冶金与制备国家重点实验室, 上海 200444)

(3 江苏永瀚特种合金技术股份有限公司, 江苏 无锡 214100)

摘要: 采用光学显微镜(OM)、扫描电子显微镜(SEM)、持久试验等手段对重型燃气轮机用大尺寸 UGTC47 定向柱晶叶片中雀斑的形成机理及其对持久性能的影响进行了研究。结果表明, 在叶片榫头的中部和根部区域出现雀斑缺陷, 形成机制为偏析导致的液相密度反转, 在重力的作用下引起熔液对流, 导致了枝晶臂断裂从而形成雀斑。在 900 °C/380 MPa 时, 雀斑面积百分数对 UGTC47 合金的持久性能产生明显影响。随着雀斑含量的增加, 合金的持久寿命由无雀斑时的 131.83 h 下降到雀斑含量 62% 时的 33.66 h。

关键词: 大尺寸定向柱晶叶片; 微观组织; 雀斑含量; 持久性能

中图分类号: TG132.3+3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)0?-0??-0?

镍基定向高温合金消除了横向晶界, 在高温下具有优异的力学性能和抗氧化性能, 被广泛应用于燃气轮机、航空发动机的涡轮叶片和其他热端部件铸造^[1-2]。为了提升重型燃气轮机的功率和效率, 透平前入口温度不断升高, 透平叶片的设计变得越来越复杂和大型化, 这对叶片铸造工艺提出了更高的要求。同时, 叶片中难熔元素含量的增加, 促进了定向凝固过程中雀斑或其他晶粒缺陷的形成。由于晶界强度随温度升高而急剧下降, 叶片在离心载荷下产生的裂纹易于沿着横向晶界迅速扩展, 取向随机的雀斑晶粒会降低定向合金材料的持久性能。

雀斑通常由取向杂乱的微小晶粒沿重力方向分布在铸件表面, 严重破坏铸件的完整性^[3]。为了解决叶片中存在雀斑的问题, 研究者们对雀斑的形成机制进行了广泛而深入的研究^[4-7]。早期学者通过定向浇铸外型简单的棒状铸件来模拟叶片凝固过程, 提出了多种雀斑形成机制。例如, 铸件棱角位置由于偏析元素富集, 导致雀斑形成(即棱角效应); 铸件截面突变时, 对雀斑形成具有阻断或激发作用(即台阶效应); 收缩斜面位置易形成雀斑(即斜面效应)^[6,8-12]。此外, 研究者们对铸件成分因素进行了大量的研究, Wang 等人^[13]观察到铸件中雀斑的数量与铝的含量相关。Pollock 和 Murphy 等^[14]的研究表明, Re 和 W 的偏析引发热溶质对流, 对流的金属液导致枝晶臂重熔或断裂。C 的添加导致碳化物的析出,

也影响雀斑的形成^[15]。上述对雀斑缺陷的研究主要集中在简单铸件的凝固过程中, 对于超常规的大尺寸叶片定向凝固过程中雀斑缺陷形成机制研究较少。

韩东宇等人^[16]研究了雀斑缺陷对单晶高温合金高温及中温持久性能的影响。结果表明, 雀斑缺陷使单晶高温合金的持久性能下降。在高温低应力条件下, 雀斑试样沿晶裂纹的形成机制主要是晶界滑移引起的楔形裂纹; 而在中温高应力条件下, 则主要是空洞形核长大引起的 γ 形裂纹, 导致持久性能降低更明显。随着重型燃气轮机用定向柱晶叶片尺寸大型化和内腔结构复杂化, 叶片铸造过程中产生雀斑的倾向随之增加, 其对叶片持久性能的损伤机制有待进一步研究。

本研究选取了中国重燃 300MW 级 F 级重型燃机用 UGTC47 定向高温合金开展雀斑研究。该合金是在原有 CM247LC DS 公开成分的基础上, 基于设计材料制造一体化理念, 通过控制 75 种合金元素的比重, 包括氧氮硫总和的限制要求, 形成的具有中国重燃自主知识产权的定向凝固高温合金。本研究利用高速凝固法(HRS)技术制备了 UGTC47 大尺寸定向柱晶叶片, 研究了叶片中雀斑缺陷的形成机制及其对高温合金持久性能的损伤机理, 旨在为在大型定向柱晶叶片中雀斑缺陷抑制以及叶片的质量、可靠性和寿命评估提供参考依据, 为透平叶片的优化设计和制备工艺提供有益的理论支持和指导。

收到初稿日期:

基金项目: 国家自然科学基金项目(52274386, 92060104)

作者简介: 束国刚, 男, 1964 年生, 博士, 高级工程师, 中国联合重型燃气轮机技术有限公司, 北京 100061, shuguogang@spic.com.cn

1 实验

使用德国 ALD 定向凝固炉在 1490 °C, 1500 °C 和 1510 °C 三种不同保温温度下进行 UGTC47 叶片的定向凝固, 叶片的合金成分如表 1 所示。用 1:1 比例的盐酸和双氧水混合溶液对叶片进行宏观腐蚀, 以观察其表面

表 1 UGTC47 合金的名义成分(wt%)

Table 1 Nominal composition (wt%) of UGTC47 alloy

Element	Co	Cr	Mo	W	Al	Ta	Hf	Ti	C	Ni
(wt.%)	9.41	8.03	0.5	9.87	5.49	2.9	1.36	0.74	0.094	Bal

对燃气轮机大尺寸叶片进行标准热处理, 依次包括固溶热处理和时效热处理。固溶热处理条件为: 950 °C/1 h + 1050 °C/1.5 h + 1200 °C/0.1 h + 1270 °C/8 h/氩气风扇快冷; 时效热处理条件为: 1080 °C/6 h + 870 °C/16 h/空冷。在榫头出现雀斑的位置切取板状持久试样, 其尺寸示意图如图 1, 持久试验测试条件为 900 °C/380 MPa。

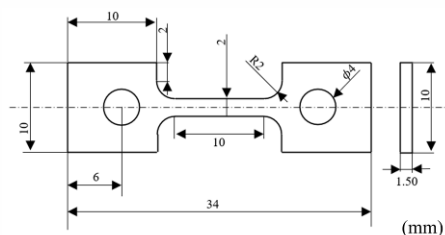


图 1 板状持久试样尺寸示意图

Fig.1 Schematic diagram of the size of a plate-like persistent specimen

2 结果与讨论

2.1 雀斑形态

的宏观晶粒。在榫头出现雀斑处取样, 经过研磨抛光后, 使用 $\text{FeCl}_3(8 \text{ g}) + \text{HCl}(24 \text{ ml}) + \text{H}_2\text{O}(21 \text{ ml})$ 的化学腐蚀剂对样品表面进行刻蚀。使用 Leica DM 6000 型光学显微镜和 FEI-Quanta 450 型扫描电子显微镜观察刻蚀样品的微观组织和雀斑形貌, 并利用 EDS 能谱仪对雀斑元素进行分析。

图 2 展示了在不同保温温度下的重型燃气轮机用大尺寸叶片的宏观形貌。可以明显观察到, 雀斑缺陷呈现出长条状的特征, 主要分布在榫头的中部(S2)和根部区域(S1)。相比之下, 叶身区域以及大尺寸叶片的棱角区域并没有出现雀斑缺陷。

以 1500 °C 的保温温度下大尺寸叶片 S1 区域雀斑缺陷组织为例, 从图 3(d)中可以观察到, 大尺寸叶片中雀斑缺陷前沿存在明显的沟槽偏析现象。随着定向凝固的进行, 这些沟槽的宽度逐渐从窄变宽, 并交汇于一处, 形成了宽度稳定的沟槽。这些交汇点也成为雀斑缺陷的起始位置(如图 3(c)所示)。图 4 展示了在不同保温温度下, S1 区域不同位置的雀斑缺陷放大图。图中白色虚线为雀斑区域, 黄色虚线为沟槽偏析, 通过图像可以看出, 大尺寸叶片中绝大部分雀斑缺陷由沟槽偏析和雀斑区域两部分组成。

2.2 沟槽内偏析元素分布规律

根据对大尺寸叶片中雀斑形态的观察, 发现雀斑缺陷通常伴随着沟槽偏析现象, 沟槽偏析可以视为雀斑缺陷形成的一种前提条件。在高温合金的定向凝固过程中,

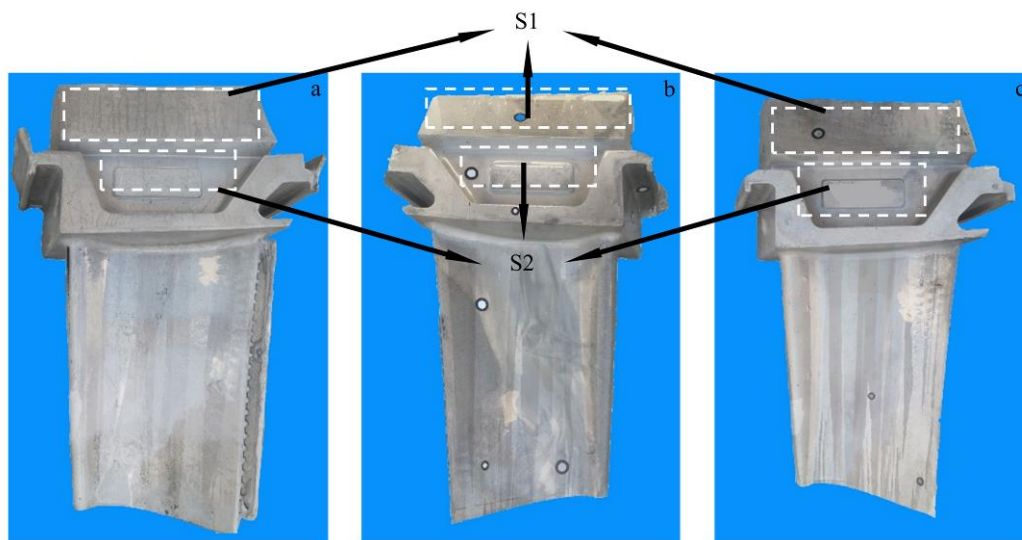


图 2 不同保温温度下大尺寸叶片宏观形貌图: (a) 1490 °C; (b) 1500 °C; (c) 1510 °C

Fig.2 Macromorphology of large-size blades at different insulation temperatures: (a) 1490 °C; (b) 1500 °C; (c) 1510 °C

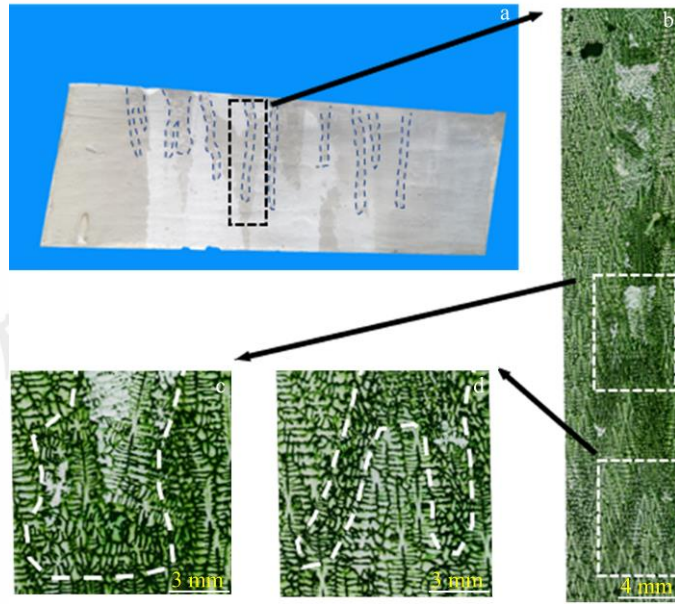


图3 保温温度 1500 °C、S1 区域某雀斑缺陷微观形貌: (a) 雀斑宏观形貌; (b) 雀斑缺陷放大图; (c) 雀斑缺陷形成起始位置; (d) 沟槽偏析形成起始位置

Fig.3 Microscopic morphology of a freckle defect in the S1 area with a thermal insulation temperature of 1500 °C: (a) macroscopic schematic diagram; (b) enlarged view of freckle defects; (c) the starting position of freckle defect formation; (d) the starting position of groove segregation formation

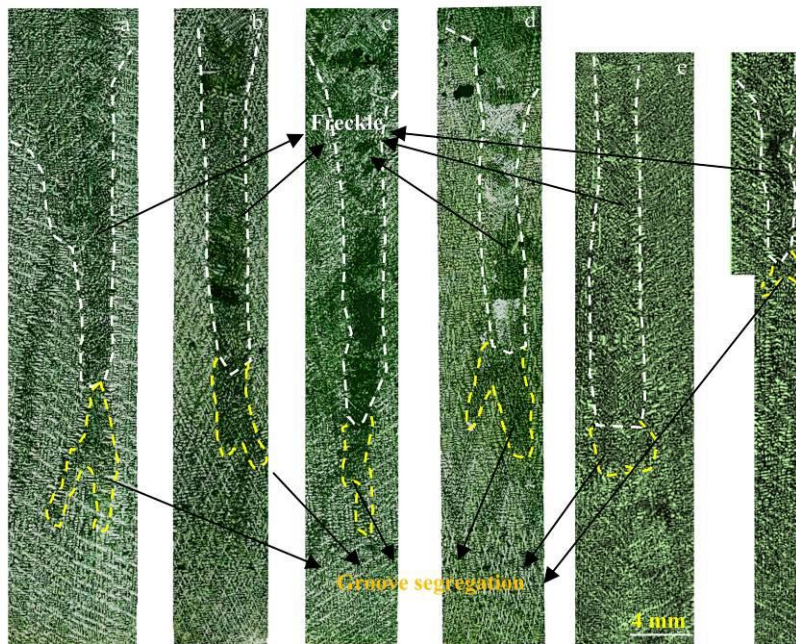


图4 不同保温温度下 S1 区域某雀斑缺陷放大图: (a, b) 1490 °C; (c, d) 1500 °C; (e, f) 1510 °C

Fig.4 Enlarged view of a freckle defect in the S1 area at different insulation temperatures: (a, b) 1490 °C; (c, d) 1500 °C; (e, f) 1510 °C

溶质因液相和固相的溶解度差异而重新分配。当溶质元素在固相中的溶解度小于其在液相中的溶解度时，会从固相排出到液相中，称为正偏析元素；当溶质元素在固相中的溶解度大于其在液相中的溶解度时，则会从液相中扩散到固相中，称为负偏析元素^[17]。

图5展示了保温温度为 1490 °C 时，某雀斑缺陷前沿的沟槽偏析和雀斑晶界处的微观形貌。从图中可以看出，沟槽内部存在着大量碳化物(图 5(b))，而沟槽外部的碳化物则较为稀少，雀斑晶界富集了大量的碳化物(图 5(c))。为了进一步分析雀斑晶界处的碳化物情况，对图

5(c)中的棒状和块状组织进行 EDS 面扫分析, 结果显示在图 6 中。结果表明, 该组织主要包含 Ti、Ta 和 C 等元素, 几乎不含 Cr、Co、Ni 等元素, 推测该组织为含有 Ti 和 Ta 的碳化物(图 6(a-c))^[18]。

在定向凝固的过程中, 碳元素是沟槽偏析区域内富集的重要元素之一。对沟槽偏析外部元素的微观偏析进行检测, 通过式(1)得到偏析比 K' , 如表 2 所示。微观偏

析比计算公式为:

$$K' = C_D / C_I \quad (1)$$

式中: C_D 为枝晶干元素成分, C_I 为枝晶间元素成分。计算结果表明, Al、Ti、Hf、Ta 的偏析比 K' 小于 1, 表明这些元素会从枝晶干向枝晶间析出, 为正偏析元素; 而 W 的偏析比 K' 大于 1, 表示该元素会从枝晶间向枝晶干析出, 为负偏析元素。此外, 对沟槽偏析外(图 5(a)

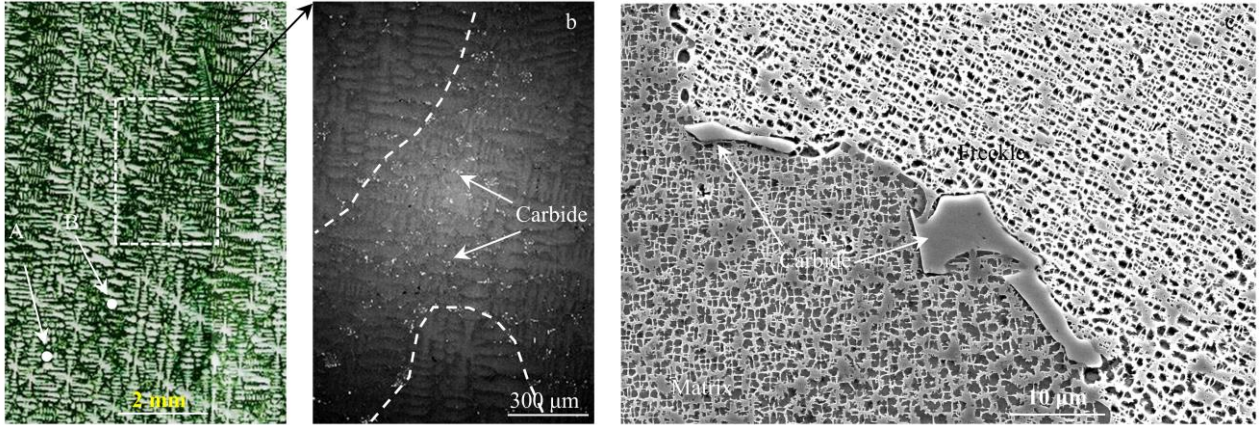


图 5 保温温度 1490 °C 下某雀斑缺陷前沿沟槽偏析微观形貌: (a) 雀斑缺陷放大图; (b) SEM 图; (c)雀斑晶界微观形貌

Fig.5 Micromorphology of segregation of a freckle defect frontier groove at a holding temperature of 1490 °C: (a) Enlarged view of freckle defect; (b) SEM diagram; (c) Microscopic morphology of freckle grain boundaries

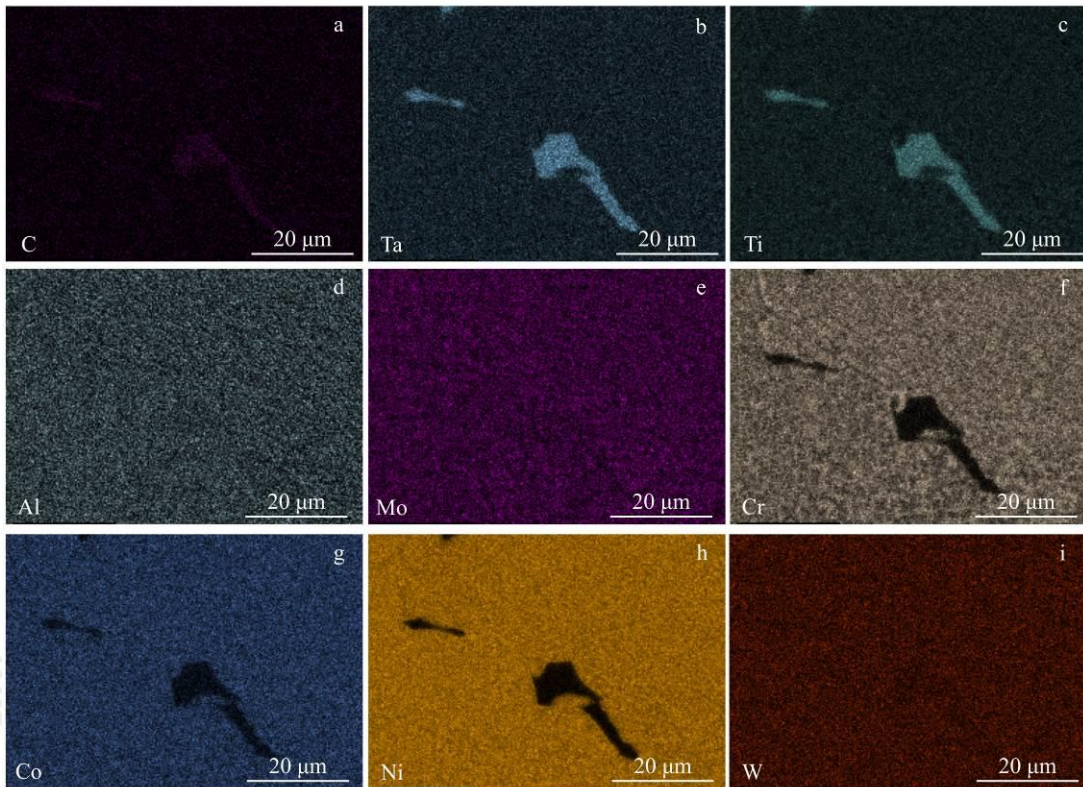


图 6 图 5(c)中雀斑晶界处组织 EDS 面扫图像

Fig.6 EDS surface scan image of the microstructure at the grain boundary of freckles in Figure 5 (c)

表 2 1490 °C下 A 点枝晶干和枝晶间各元素含量及偏析比 K' (wt. %)

Table 2 The content and segregation ratio of elements K'(wt.%) between dendrites and dendrites at point A at 1490 °C

Element	Al	Ti	Hf	Ta	W
Dendrite stem	5.687	0.666	0.258	1.995	9.647
Interdendritic	6.927	1.152	2.434	3.041	6.166
K'	0.821	0.578	0.106	0.656	1.868

中 A 点)和沟槽偏析起始位置(图 5(a)中 B 点)进行 EDS 点扫分析, 两点元素分布情况如图 7 所示。B 点 Al、Ti、Hf、Ta 元素含量高于 A 点, 而 W 元素含量低于 A 点。可以推断, 由于溶质再分配作用, 沟槽偏析内富集了大量正偏析元素, 而负偏析元素含量则有所降低。

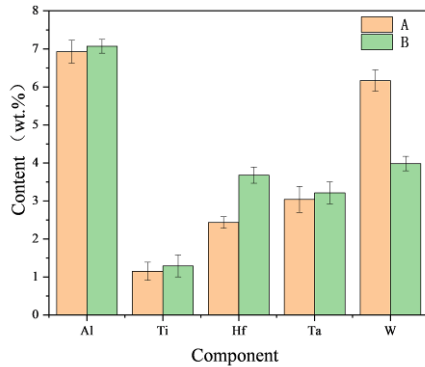


图 7 不同点位处残余液相成分含量: A-沟槽偏析外; B-沟槽偏析起始位置

Fig.7 Residual liquid phase composition content at different points: A-groove segregation; B-trench segregation start position

2.3 枝晶间熔液流动形成机制

沟槽偏析被视为一种宏观偏析, 其形成通常归因于枝晶间的熔液对流。雀斑缺陷的形成是由于定向凝固过程中, 特定局部区域存在热质对流通道, 导致枝晶臂出现熔断。断裂的枝晶臂在这些通道内具备生存和长大的条件, 进而形成垂直链状分布的雀斑缺陷^[19-23]。

在高温合金中, 基体元素镍的密度与其余元素的密度存在差异。由于各组元素的溶质分配系数各异, 在定向凝固过程中, 枝晶间的溶质浓度并不均匀地沿着凝固方向分布。在 UGTC47 柱晶中, 主要成分的密度大小为: Al<Ti<Ni<Hf<Ta<W。如 2.2 节所述, 枝晶间会富集 Al、Ti、Hf 和 Ta 等元素, 而 W 元素的含量则大幅降低。这些成分的变化导致了枝晶间液相的密度小于凝固前沿合金液的密度, 从而引发了垂直方向上合金液密度的反转现象。当枝晶间液相与凝固前沿合金液密度的差异达到一定程度时, 这种密度差会产生足够的浮力, 当

浮力超过液态金属的粘滞阻力时, 液相以熔质卷流的方式流出糊状区。与此同时, 固液前沿的合金液会流入糊状区, 实现合金液的补充, 从而形成清晰可见的熔液对流通道, 如图 8 所示。

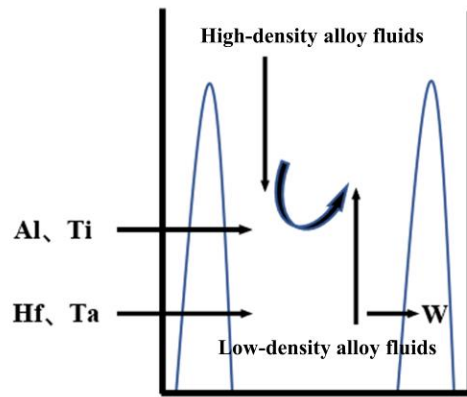


图 8 熔液密度反转导致的熔液对流机理示意图

Fig.8 Schematic diagram of the convection mechanism of the melt caused by the inversion of the melt density

2.4 沟槽偏析及雀斑缺陷形成机制

雀斑缺陷产生的本质是糊状区内熔液对流导致枝晶受到熔液冲击甚至熔断, 许多研究者从溶液动力学的角度来解释雀斑的形成机制^[24-26]。金属熔体的自然对流大小可以用一个无量纲的瑞利数来描述, 相应的表达式可以写成:

$$Ra_h = \frac{g\bar{K}h}{\alpha\nu} \left(\frac{\Delta\rho}{\rho_0} \right) \quad (2)$$

式中: Ra_h 为瑞利数, 其中的下标 h 表示糊状区高度的平均值, g 是重力加速度 ($g = 9.81m/s^2$), α 表示热扩散系数, ν 表示糊状区中熔体的运动粘度, h 与局部温度梯度有关, $h = (T_l - T) / G$, 其中 T 是液相线温度。本研究中, $\alpha\nu$ 的取值为 $5 \times 10^{-12}m^4/s^2$ ^[27]。 ρ_0 是合金原始成分的液相密度, $\Delta\rho$ 是合金原始成分液相密度和糊状区液态金属密度的差值。糊状区的平均渗透率 \bar{K} 可以由以下公式计算:

$$\bar{K} = K_0 \frac{(1-\bar{\epsilon}_s)^3}{\bar{\epsilon}_s^2} \quad (3)$$

式中： $K_0 = 6 \times 10^{-4} \lambda^2$ ， λ 是一次枝晶间距(μm)^[28]， $\bar{\epsilon}_s$ 是平均固相体积分。一次枝晶间距 λ 的大小直接影响了瑞利数 Ra_h 的值。一次枝晶间距越大，瑞利数越大，表示合金熔体中的熔液对流更加强烈，雀斑形成的倾向也更大。

高温合金定向凝固过程中，一次枝晶间距随着叶片高度的增加呈现出线性增大的趋势。图9为保温温度为1500℃下大尺寸叶片的榫头部位与叶身部位的横截面微观组织形貌及对应部位的瑞利数值。榫头部位的一次枝晶干更加发达，枝晶组织更粗大，一次枝晶间距更大，测得榫头根部和中部的一次枝晶间距分别为470 μm 和430 μm 。叶身部位的枝晶组织排列相对紧密，枝晶间距相对更小，测得叶身部位的一次枝晶间距分别为340 μm 和300 μm ，符合一次枝晶间距随着叶片高度的增加呈现出增大的规律。经过计算得出，榫头根部和中部瑞利数分别为0.57和0.45，叶身部位瑞利数为0.23和0.17。由于产生对流的瑞利数临界值为0.25，而榫头部位瑞利数大于该临界值，因此明榫头部位在凝固过程中金属熔液达到产生对流的条件，容易产生雀斑缺陷；叶身部位瑞利数小于该临界值，在凝固过程中不会发生对流，因此

难有雀斑产生。本研究的凝固试验结果与瑞利数模型预测结果相符合。

根据图4可知，大尺寸叶片中雀斑缺陷的形成除了需要满足金属熔液产生对流的条件之外 ($Ra_h > 0.25$)，还需要存在沟槽偏析。沟槽偏析形成的原因为随着枝晶间低密度元素的富集，枝晶间液相密度减小，产生上升流动。同时，周围枝晶间液体补充，从而形成环流，导致上升流道的枝晶臂被熔断，造成其流动阻力进一步减小，流动加剧，由此形成一条与定向凝固方向平行、狭窄的通道。图10(b)显示了偏析通道中存在断裂的枝晶臂，证明了在沟槽偏析的形成过程中存在着枝晶断裂的现象。在熔液流动的过程中，这些断裂的枝晶会在通道内滞留，随着凝固的推进，这些断裂枝晶将作为异质核心逐渐生长，最终在铸件中形成雀斑缺陷。然而，这些雀斑缺陷的起始位置通常位于沟槽偏析的中部区域，如图11(a)所示，从图中可以看出，沟槽偏析的熔液对流还不足以形成雀斑缺陷。但随着定向凝固的进行，起初位于沟槽偏析起始处的偏析溶质在溶液对流的作用下会逐渐上浮，通道内部析出大量的偏析元素。在沟槽偏析生长过程中，液相密度逐渐减小，熔液密度反转效应逐渐增强，熔液对流速度逐渐增大。当对流速度达到能够熔断枝晶臂并形成雀斑的临界速度时，雀斑缺陷最终形成。

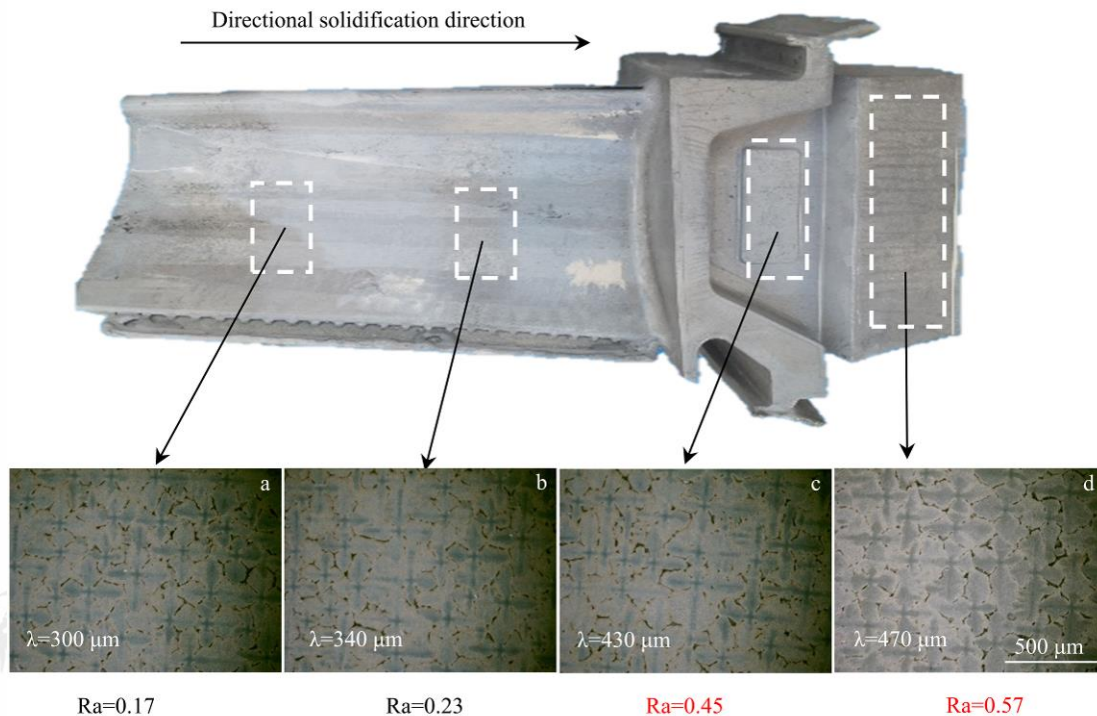


图9 不同叶片高度横截面微观组织及瑞利数：(a, b) 叶身部位；(c, d) 榫头部位

Fig.9 Microscopic tissue of cross-sections and Rayleigh number at different heights of the blade: (a,b) joint head position; (c,d) blade body position

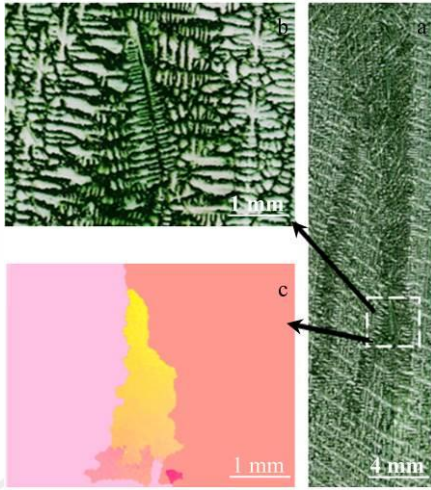


图 10 雀斑缺陷断裂枝晶形貌图: (a) 雀斑缺陷放大图; (b) 沟槽偏析内断裂枝晶; (c) 断裂枝晶 EBSD 图

Fig.10 Morphology of freckle defect fracture dendrites: (a) enlarged view of freckle defect; (b) fractured dendrites within groove segregation; (c) fractured dendrite EBSD diagram

仅依靠槽偏析内液相与凝固前沿合金液密度差所引起的熔体对流并不足以充分熔断枝晶臂。如图 11(b) 所示。可以观察到，雀斑前端的两条沟槽偏析中存在由

断裂枝晶臂形成的杂晶，由于熔液对流的不足，无法形成足够通畅的通道，因此无法导致雀斑缺陷的形成。然而，在定向凝固的过程中，当两条偏析通道交汇时，由于两条通道中形成的液相成分和浓度存在差异，会导致在两条通道交界处出现熔质均匀化对流，如图 11(c)所示。这种现象会提高熔液的流动速度，进而促进雀斑缺陷的形成。

2.5 雀斑缺陷对持久性能的影响

按图 1 的试样尺寸对出现雀斑的棒头部位进行试样切割，制成标距段含有雀斑和无雀斑的板状持久试样，如图 12(a)所示。在进行持久试验之前，首先对试样的标距段进行了 EBSD 测试，测试结果见图 12(b-d)。从观测结果可以看出，无雀斑试样的标距段呈现出取向单一的单晶结构，而带有雀斑的试样标距段中存在着取向杂乱的雀斑晶粒。进一步统计发现，在图 12(c)和图 12(d)试样中，雀斑占据标距段面积的百分比分别为 12% 和 62%。

图 13 为标准热处理后基体与雀斑晶界处组织形貌。可以观察到，热处理并不能完全消除共晶组织，晶界附近仍有残余共晶，热处理后部分共晶开裂，形成了尺寸较大的孔洞。放大观察晶界上的碳化物发现，碳化物中出现微孔，这些微孔将会成为持久过程中的潜在裂纹源。

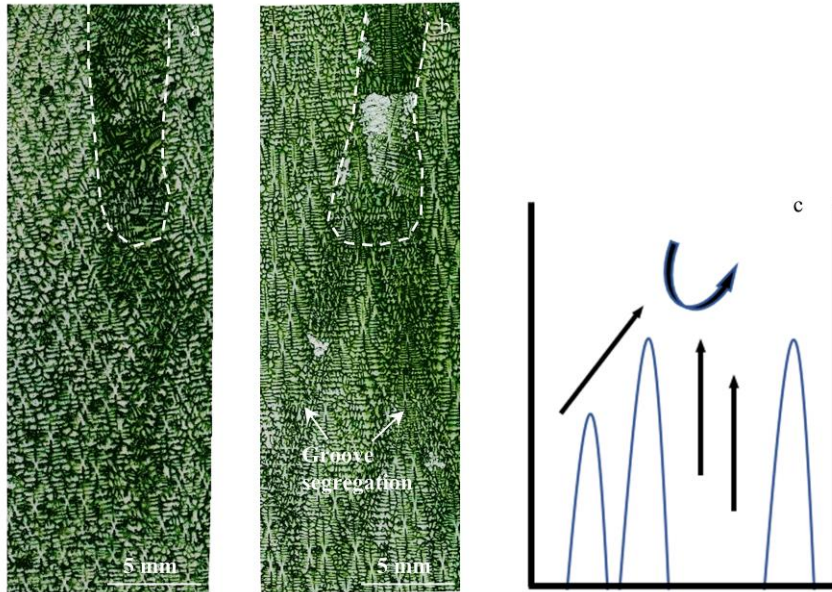


图 11 通道中熔液对流机理示意图: (a) 熔液密度反转导致的熔液对流; (b) 通道合并导致的熔液对流; (c) 通道合并导致的熔液对流示意图

Fig.11 Schematic diagram of the mechanism of melt convection in the channel: (a) melt convection caused by inversion of melt density; (b) convection of the melt resulting from channel merging; (c) schematic diagram of melt convection resulting from channel merging

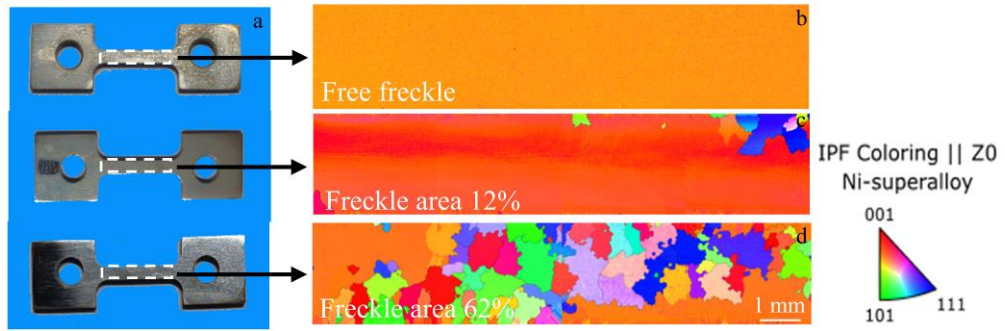


图 12 高温持久实验的试样标距段的取向面分布图: (a)榫头上切取下来的试样; (b)无含雀斑试样; (c)雀斑面积占比 12% 试样; (d)雀斑面积占比 62% 试样

Fig.12 presents the orientation surface distribution map of the gauge section in high-temperature creep experiments: (a) sample cut from tenon; (b) freckle-free sample; (c) sample with 12% freckle area ratio; (d) sample with 62% freckle area ratio

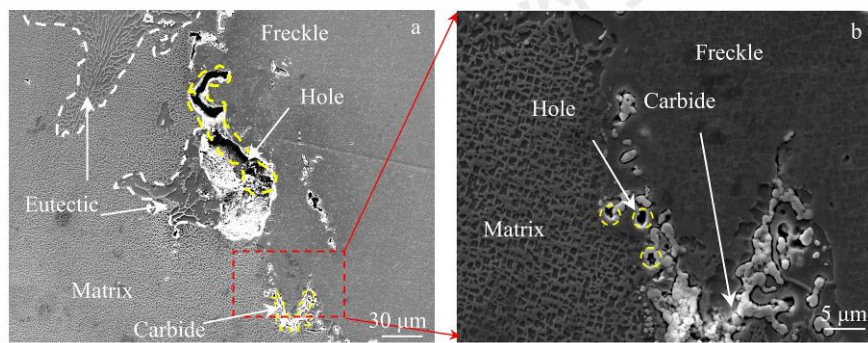


图13 热处理后晶界处微观形貌

Fig.13 Micromorphology at grain boundaries after heat treatment

对上述试样开展 900 °C/380 MPa 下的持久实验, 结果如表 3 所示, 图 14 为不同雀斑含量试样的蠕变曲线。无雀斑试样的持久寿命为 131.83 小时, 雀斑面积占比为 12% 和 62% 试样的持久寿命分别为 81.64 和 33.66 小时。可以发现, 合金持久寿命随着雀斑含量的增加而降低。与无雀斑试样对比, 两种不同雀斑含量试样的持久寿命分别降低了 38% 和 74%。此外, 当雀斑面积占比较大时, 试样的断裂延伸率大幅度降低。持久试验结果表明雀斑对定向柱晶叶片的持久寿命具有显著的影响。

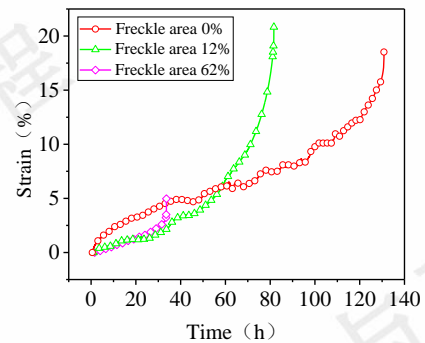


图 14 900 °C/380 MPa 下不同雀斑面积占比试样的蠕变曲线

Fig. 14 Creep curves of different freckle area ratio specimens at 900 °C/380 MPa

表3 900 °C/380 MPa 下不同雀斑面积占比试样的持久性能

Table 3 Creep Rupture Properties of different freckle area proportions specimens at 900 °C/380 MPa

Freckle area (%)	Stress rupture life (h)	Elongation rate (%)
0	131.83	18.52
12	81.64	20.82
62	33.66	4.97

2.6 雀斑对持久性能的影响机理

图 15 展示了 900 °C/380 MPa 条件下无雀斑试样持久断裂后的断口形貌。观察发现，断口由形状不规则的小平面和网状浅韧窝组成，部分小平面的中心存在形状不规则的微孔，如图 15(c)所示。小平面的中心存在形状不规则的微孔，如图 15(c)所示。小平面及韧窝由撕裂棱相互连通，呈现出典型的微孔聚集型断裂特征。图 16 为 900 °C/380MPa 条件下雀斑面积含量 62% 试样持久断裂后的断口形貌。断口可以分为两个区域，区域 I 为雀斑区域，裂纹沿雀斑晶界快速扩展，如图 16(c)所示。区域 II 为基体区域，与无雀斑试样的断口特征类似，存在一些微孔及较小的裂纹，如图 16(d)所示。无雀斑试样及含雀斑试样基体中的裂纹均属于晶内开裂，主要与持久过程中的位错和微孔有关^[29-31]。

试验结果显示，在 900 °C/380 MPa 条件下，无雀斑试样的断口微观形貌呈现微孔聚集型断裂特征，如图 15 所示。以往研究表明，高温合金的持久寿命与热处理后的显微组织密切相关，涉及残余共晶、显微疏松和碳化物含量等^[32-35]。无雀斑试样在蠕变过程中的断裂主要在材料内部的微小孔洞以及残余共晶周围萌生^[27]。其中，微小孔洞的形成包含两种主要途径^[36-37]：一方面，碳化物与基体的界面上位错大量积累，当这些位错积累的弹性应变能量能够克服碳化物与基体之间的界面结合力时，碳化物与基体分离从而在界面上形成微小孔洞；另一方面，碳化物本身在外部加载的作用下会发生碎裂，从而形成孔洞。由于热处理过程改善了元素偏析的情况，无雀斑试样中残余共晶含量大幅度下降，因此，其初始

裂纹主要萌生于微小孔洞周围。从裂纹扩展速度的角度来看，无雀斑试样的断裂破坏经历了孔洞的生成、增长、扩散和聚集等阶段，裂纹扩展相对较为缓慢^[24]。

雀斑缺陷的存在将晶界引入高温合金中，并且在晶界处富集共晶组织和碳化物，研究表明，共晶组织和碳化物的含量与雀斑面积占比成正相关关系，即共晶组织和碳化物含量均随着雀斑面积百分比的增加而增加，如图 17(b,c)所示。许多研究已经表明共晶组织对合金的持久寿命有显著影响，为了减轻共晶的影响，通常对叶片进行热处理^[38-39]。但研究发现，在热处理后，共晶组织并不能完全消除，仍然存在部分残余共晶。由于共晶组织在凝固过程中最后形成，含有大量低熔点金属元素，因此在热处理过程中，尤其是固溶热处理中容易引起非对称扩散。这种扩散会导致晶界处形成大量微孔，其体积分数随着雀斑面积百分比的增加而增加，如图 17(a)所示。晶界处大量存在的共晶组织导致含雀斑试样中微孔含量增加，进而降低了试样的持久性能。此外，晶界上观测到大量碳化物，在外部应力的作用下容易破碎，导致孔洞和裂纹的萌生。含雀斑试样中裂纹的微观形貌表明，裂纹首先沿着雀斑晶界开始扩展，然后迅速蔓延并形成粗大的裂缝，导致了含雀斑试样的持久寿命与断裂延伸率显著下降。而基体区域仍然表现出微孔聚集型的韧性断裂特征(见图 16(d))，基体区域保留了试样的部分持久寿命。以上结果表明，雀斑引入晶界导致晶界处富集大量共晶组织和碳化物是定向柱晶持久寿命快速下降的主要原因。

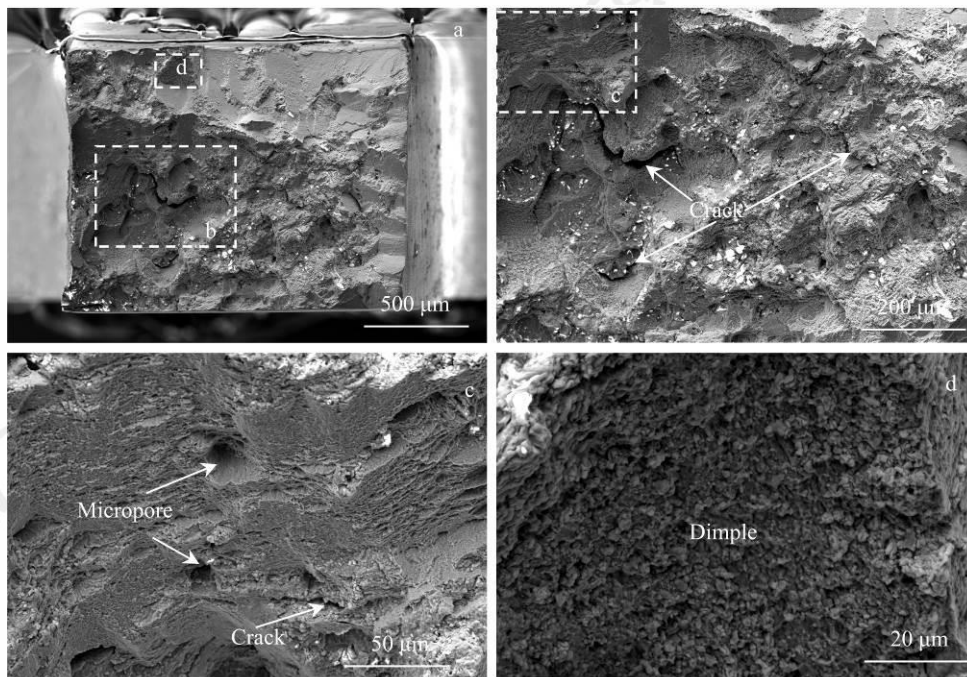


图 15 无雀斑试样在 900 °C/380 MPa 持久断裂后的断口形貌

Fig.15 displays the fracture surface morphology of freckle-free specimens after creep fracture at 900 °C/380 MPa

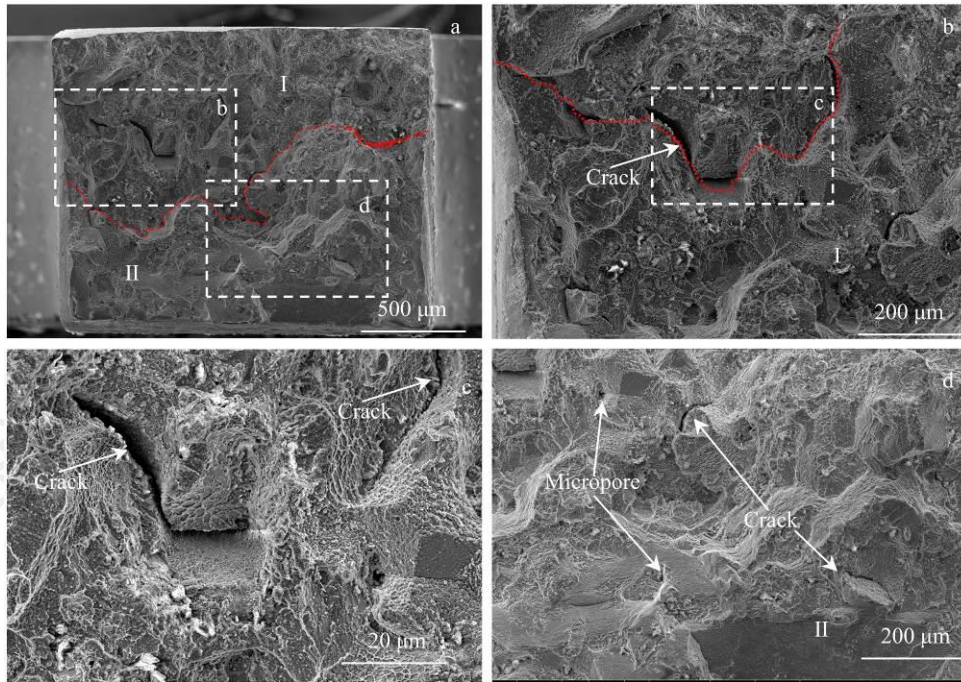


图 16 含雀斑试样在 900 °C/380 MPa 持久断裂后的断口形貌

Fig. 16 depicts the fracture surface morphology of specimens with freckles after creep fracture at 900 °C/380 MPa

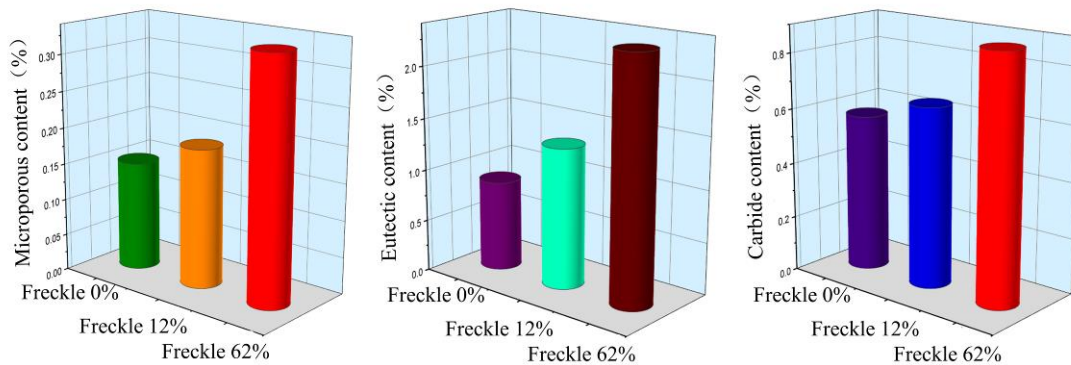


图 17 (a) 不同雀斑面积占比试样的微孔体积分数; (b) 不同雀斑面积占比试样的共晶含量; (c) 不同雀斑面积占比试样的碳化物含量

Fig.17 (a) Volume fraction of micropores in samples with different freckle area ratios; (b) Eutectic content in samples with different freckle area ratios; (c) Carbide content in samples with different freckle area ratios

3 结论

1) 熔液对流是引起沟槽偏析和雀斑缺陷的前提条件。液相内元素偏析导致枝晶间液相密度降低, 引发垂直方向上熔液密度反转现象, 这种密度差会产生足够的浮力, 当浮力超过液态金属的粘滞阻力时, 液相以熔质卷流的方式流出糊状区。同时, 固液前沿合金液会流入糊状区, 实现合金液的补充, 从而形成清晰可见的熔液对流通道。

2) 大尺寸定向柱晶叶片的凝固周期更长, 随着叶片高度增加, 一次枝晶间距增大, 导致局部端

利数增大, 并在棒头部位超过产生对流的临界瑞利数值(0.25), 因此仅在叶片棒头部位出现雀斑。液相内偏析元素上浮, 液相密度反转效应增强, 熔液流动速度增大, 当流速足以断裂枝晶臂时, 雀斑缺陷产生。熔液流动速度不足以引起枝晶臂断裂时, 当两条偏析通道合并, 熔质产生均匀化流动, 增强了熔液对流, 促进枝晶臂断裂。

3) 在 900 °C/380 MPa 条件下, 无雀斑试样的持久寿命为 131.83 小时, 其断裂机制为微孔聚集型断裂, 断裂过程经历了孔洞生成、增长、扩散和聚集等阶段, 裂纹扩展相对较慢。含雀斑试样的持久

寿命随着雀斑含量的增加而下降,雀斑面积占比为12%和62%试样的持久寿命分别为81.64和33.66小时,主要发生沿晶界断裂,裂纹沿晶界快速扩展,导致含雀斑试样持久寿命显著降低。晶界上富集的大量共晶组织和碳化物导致孔洞和裂纹的萌生是大尺寸柱晶叶片持久性能恶化的根本原因。

参考文献 References

- [1] Gudivada G, Pandey A K. Journal of Alloys and Compounds[J], 2023: 171128
- [2] Davis J R. ASM specialty handbook: heat-resistant materials[M]. Asm International, 1997
- [3] Wang Zhicheng(王志成), 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], 2022, 51(10): 3533-3541
- [4] Ren N, Panwisawas C, Li J et al. Acta materialia[J], 2021, 215: 117043
- [5] Auburtin P, Wang T, Cockcroft S L et al. Metallurgical and materials transactions B[J], 2000, 31: 801-81
- [6] MA Dexin(马德新). Acta Metall Sin(金属学报)[J], 2016, 52(4): 426-436
- [7] Wang Zhicheng(王志成), Li Jiarong(李嘉荣), Liu Shizhong(刘世忠) et al. Journal of Materials Engineering(材料工程)[J], 2021, 49(7): 1-9
- [8] Ma D X, Dong Z H, Wang F, et al. Metallurgical and Materials Transactions A[J], 2020, 51: 88-92
- [9] Ma D, WU Q, B ührig-polaczek A. Metallurgical and Materials Transactions B[J], 2012, 43: 344-353
- [10] Ma Dexin(马德新). Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2021, 50(12): 4357-4364
- [11] Hong J, Ma D, Wang J et al. Journal of Alloys and Compounds[J], 2015, 648: 1076-1082
- [12] Karagadde S, Yuan L, Shevchenko N et al. Acta materialia[J], 2014, 79: 168-180
- [13] Wang L, Dong J X, Tian Y L, et al. Journal of University of Science and Technology Beijing[J], 2008, 15(5): 594-599
- [14] Pollock T M, Murphy W H. Metallurgical and Materials Transactions A[J], 1996, 27(4): 1081-1094
- [15] Tin S, Pollock T M, Murphy W. Metallurgical and Materials Transactions A[J], 2001, 32(7): 1743-1753
- [16] Han Dongyu(韩东宇). University of Science and Technology of China[D], 2021
- [17] Jin Tao, Li Jinguo, Zhao Nairen et al. Journal of Materials Engineering[J], 2002, 3: 36-48
- [18] Lv Peisen(吕培森), Gao Qiang(高强), Li Changjin(李常金) et al. Acta Aeronautica et Astronautica Sinica(航空学报)[J], 2021, 42(6): 424073-424073
- [19] Zhang Y, Jia Y, Zhou J, et al. Journal of Materials Research and Technology[J], 2024, 30: 1518-1530
- [20] Liu Y, Wang F, Ma D, et al. Acta Materialia[J], 2024, 266: 119702
- [21] Wang Z, Li J, Liu S, et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China[J], 2024, 34(4): 1191-1203
- [22] Tin S, Pollock T M. Journal of Materials Science[J], 2004, 39(24): 7199-7205
- [23] Böttger B, Seiz A, Sowa R, et al. Computational Materials Science[J], 2024, 236: 112854
- [24] Ramirez J C, Beckermann C. Metallurgical and Materials Transactions A[J], 2003, 34(7): 1525-1536
- [25] Yang Wanhong, Chen Wei, Chang K M et al. Metallurgical and Materials Transactions A[J], 2001, 32(2): 397-406
- [26] Tin S, Pollock T M. Metallurgical and Materials Transactions A[J], 2003, 34(9): 1953-1967
- [27] Beckermann C, Gu J P, Boettinger W J. Metallurgical and Materials Transactions A[J], 2000, 31(10): 2545-2557
- [28] Schneider M C, Gu J P, Beckermann C et al. Metallurgical and Materials Transactions A[J], 1997, 28(7): 1517-1531
- [29] Zhang Chengjiang(张诚江). Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(12): 3930-3938
- [30] Wu J J, Meng J, Zou M K, et al. Materials Science and Engineering: A[J], 2023, 872: 144941
- [31] Wang G L, Qi D Q, Liu J L, et al. Journal of Materials Science & Technology[J], 2023, 163: 237-244
- [32] Murakumo T, Kobayashi T, Koizumi Y et al. Acta Materialia[J], 2004, 52(12): 3737-3744
- [33] Bae J S, Lee J H, Kim S S et al. Scripta Materialia[J], 2001, 45(5): 503-508
- [34] Benjamin R, Carla M, Lais M R et al. Scripta Materialia[J], 2018, 155: 139-143
- [35] Zhang Y, Liu L, Huang T et al. Scripta Materialia[J], 2017, 136: 74-77
- [36] Zhong Qunpeng(钟群鹏), Zhao Zihua(赵子华). Fracture science(断口学)[M]. Beijing: Higher Education Press, 2006
- [37] Cai Zegao(蔡泽高), Liu Yikuan(刘以宽), Wang Chengzhong(王承忠) et al. Metal is worn and broken(金属磨损与断裂)[M]. Shanghai: Shanghai Jiaotong University Press, 1985
- [38] Zhou P J, Yu J J, Sun X F et al. Scripta Materialia[J], 2007, 57(7): 643-646
- [39] Zhang H W, Qin X Z, Li X W et al. Materials Science and

The formation of freckles in large UGTC47 directionally solidified columnar crystal blades for heavy-duty gas turbines and its influence on stress rupture property

Shu Guogang¹, Xuan Weidong², Yu Xu², Duan Fangmiao¹, Bai Xiaolong¹, Ge Bingming³, Wang Baojun²,

Zhang Zhenqiang², Zhang Chengjiang², Ren Zhongming²

(1. China United Gas Turbine Technology., Ltd, Beijing 100061, China)

(2. Shanghai University School of Materials Science and Engineering, State Key Laboratory of Advanced Special Steel, Shanghai 200444, China)

(3. Jiangsu Yonghan Special Alloy Technology Co., Ltd, Wuxi, 214100, China)

Abstract: The formation mechanism of freckles in large-sized UGTC47 directionally solidified turbine blades for heavy-duty gas turbines and their effects on the stress rupture property performance were investigated using optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), and endurance performance testing. The results indicate that freckle defects form in both the middle and root regions of the blade tenon, with the formation mechanism being the density inversion caused by liquid phase segregation, resulting in fluid convection under the action of gravity, leading to the fracture of dendrite arms and thus the formation of freckles. At 900 °C/380 MPa, the percentage of freckle area has a significant impact on the endurance performance of the UGTC47 alloy. With the increase in freckle content, the stress rupture property life of the alloy decreases from 131.83 h without freckles to 33.66 h when freckle content was 62%.

Key words: Large directionally solidified cylindrical crystal blades; Microstructures; Freckle content; Stress rupture property

Corresponding author: Xuan Weidong, Ph. D., Professor, Shanghai University School of Materials Science and Engineering, State Key Laboratory of Advanced Special Steel, Shanghai 200444, P. R. China, Tel: 0086-21-66136579, E-mail: wdxuan@shu.edu.cn