

## 火花源原位统计分析技术对涡轮盘的成分分布分析

李冬玲<sup>1,2</sup>, 卢毓华<sup>1,2</sup>, 金呈<sup>3</sup>, 冯光<sup>1,2</sup>, 李福林<sup>1</sup>, 沈学静<sup>1,2</sup>

1. 北京材料基因工程高精尖创新中心, 北京 100081
2. 金属材料表征北京市重点实验室, 北京 100081
3. 钢研纳克检测技术股份有限公司, 北京 100081

**摘要** 火花源原子发射光谱原位统计分布分析技术(OPA)是近十几年发展起来的一种大尺度金属截面的高通量成分分布分析技术,具有分析速度快、多元素信号同时定位采集、统计解析信息量大等独特优势,已被广泛应用于中低合金钢铸坯中的成分分布分析。采用火花源 OPA 技术对铸 & 锻变形 FGH96 高温合金航空发动机涡轮盘纵剖面中的主要合金元素 Al, Cr, Co, Ti, W, Mo 和 Nb 进行了成分分布分析,并通过适宜的校准曲线的拟合实现了七种合金元素的定量统计解析。采用直读光谱仪对纵剖面轮毂至轮缘的不同部位进行了定点分析,两种方法具有较好的一致性。结果表明,经过新的铸 & 锻工艺生产的变形 FGH96 涡轮盘中除了含量较低的 Nb 元素外,大部分元素的统计偏析度都小于 5%。由于涡轮盘不同部位冷却方式的差异,导致轮毂和轮缘上某些元素分布的差异,其中 Ti, Nb 等碳化物形成元素在轮缘处存在一定的偏析,含量有所升高,而 W, Mo 和 Co 则在轮中部分布较不均匀,采用扫描电镜结合能谱分析的方法也观察到了轮缘处的大颗粒的 Ti 和 Nb 的碳化物的存在,进一步证实了涡轮盘边缘 Ti 和 Nb 偏析的存在。大尺度涡轮盘的元素成分分布分析结果对于 FGH96 合金涡轮盘新型铸 & 锻变形工艺的改进和性能提高具有重要的指导作用。

**关键词** 火花源原子发射光谱; 原位统计分布分析技术; 涡轮盘; FGH96 高温合金; 成分分布

**中图分类号:** O657.3 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3964/j.issn.1000-0593(2019)01-0014-06

### 引言

涡轮盘是航空发动机的关键热端零部件,其工作条件非常苛刻,对性能要求极高。而大尺寸涡轮盘从盘心到盘缘的温差相当大,导致其成分和微观组织结构存在不均匀性<sup>[1-3]</sup>。目前涡轮盘的制备工艺主要有两种,一种是粉末冶金工艺,另一种是铸 & 锻工艺生产,粉末冶金工艺生产的合金往往存在热诱导空洞和夹杂物含量高的问题,并且其昂贵的生产设备和较长的生产周期也导致涡轮盘的成本非常高。近年来随着冶金工艺水平的提高,我国开发了电渣重熔连续定向凝固(ESR-CDS)工艺,制备镍基变形 FGH96 合金铸锭,并采用多向锻造和等温锻造的方法成型<sup>[4-6]</sup>,控制并试图消除铸锭的宏观偏析,降低微观偏析,解决了组织均匀性的问题,因此大尺寸的涡轮盘内部的成分分布分析对于其工艺的改进具有重要作用。

目前已有的成分分布分析技术主要分为微区分布分析方

法和宏观分布分析方法,扫描电镜/能谱仪以及电子探针显微分析能给出微区的成分分布分析,但观测的视场范围有限,同时分析速度慢、定量灵敏度低。激光诱导击穿光谱法(LIBS)在材料的成分分布分析方面也有了较快的发展<sup>[7-11]</sup>,但还没有实现大尺寸截面的成分分布分析。火花源原子发射光谱原位统计分布分析技术(OPA)是近十几年发展起来的一种大尺度金属截面的高通量成分分布分析技术,具有分析速度快、多元素同时定位采集、统计解析信息量大等独特优势,广泛应用于中低合金钢铸坯中的成分偏析分析<sup>[12-13]</sup>。本工作采用火花源 OPA 技术对铸 & 锻变形 FGH96 高温合金航空发动机涡轮盘(直径 514 mm)纵剖面中的主要合金元素 Al, Cr, Co, Ti, W, Mo 和 Nb 进行了高通量成分统计分布表征方法的研究,通过扫描参数、光源激发条件等的优化,以及匹配的合金元素定量工作曲线绘制获得了 Al, Ti, Co, W, Cr, Mo 和 Nb 在纵剖面上的定量分布统计表征,并分轮毂、轮中和轮缘三个区域考察了各元素平均含量和统计偏析度的变化规律,同时采用扫描电镜结合能谱分析的方法对轮

收稿日期: 2017-06-27, 修订日期: 2017-11-06

基金项目: 国家重点研发计划课题任务(2016YFB0701401), 北京市科技计划项目(D161100002416002)资助

作者简介: 李冬玲, 1973 年生, 钢铁研究总院教授级高级工程师 e-mail: lidongling@ncschina.com

缘偏析部位的微观组织进行了观察,解释了偏析存在的原因。并采用直读光谱仪对纵剖面从轮毂至轮缘的不同部位进行了定点分析,考察了其方法的可靠性。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

火花源原子发射光谱金属原位分析仪(OPA-200)(钢研纳克检测技术股份有限公司)利用机械手和同步扫描平台夹持样品并实现定位移动。采用火花放电实现移动样品的连续激发,并产生原子发射光谱。通过光栅系统分光后,由高速数据采集系统采集每次放电火花的谱线强度与位置,以数字方式实时记录,并通过统计解析,最终实现样品的成分分布分析(偏析度分析),仪器基本结构如图 1 所示。

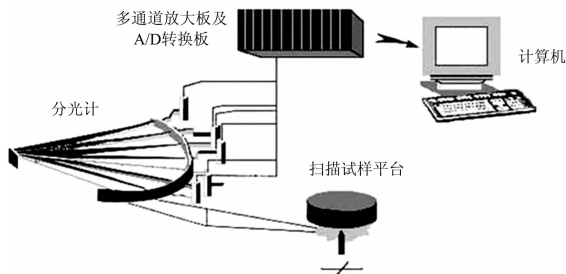


图 1 OPA-200 基本结构图

Fig. 1 Schematic setup of OPA-200

### 1.2 样品及仪器

所测的 FGH96 高温合金的主要成分和含量如表 1 所示。取样的涡轮盘外形如图 2 所示,涡轮盘直径为 514 mm。从涡轮盘径向截取一个厚度为 15 mm 的纵剖面,OPA-200 测定区域如图 3 方框所示,测定区域面积为 164 mm×24 mm。为了验证其成分分布分析结果的可靠性,采用

表 1 FGH96 合金的主要元素的质量分数(%)

Table 1 Mass fraction of main elements in FGH96 alloy(%)

元素	Cr	Co	W	Mo	Al	Ti	Nb	Ni
质量分数	15.69	13.17	3.98	4.01	2.21	3.85	0.71	Bal.



图 2 涡轮盘外形图

Fig. 2 Outside diagram of turbine disk

ARL4460 直读光谱仪(美国热电)沿图 3 箭头方向依次进行 18 个区域的定点成分分析,每个激发点的间隔为 10 mm。

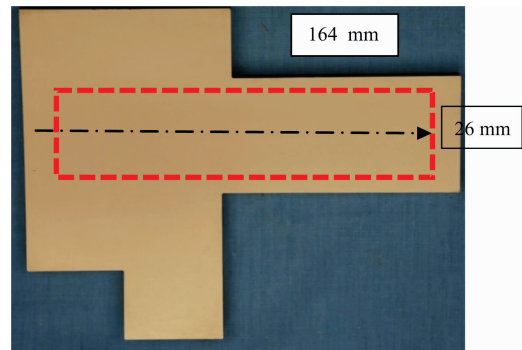


图 3 涡轮盘 OPA-200 测定区域

Fig. 3 Analytical area of turbine disk for OPA-200

原位分析仪参数:激发频率 500 Hz,激发电容 7.0  $\mu\text{F}$ ;激发电阻 6.0  $\Omega$ ;火花间隙 3.0 mm;氩气纯度 99.999%;电极材料为纯钨电极,450 顶角,直径 3.0 mm;样品扫描方式为面扫描。测定元素及其波长(nm): Al: 396.1; Cr: 267.7; Co: 345.3; W: 400.8; Mo: 203.8; Nb: 319.5; Ti: 337.2; 由于样品所含合金元素多,而且成分含量高,为了保证样品表面成分的充分激发,适当调高了样品室的氩气流量,由 80  $\text{mL} \cdot \text{s}^{-1}$  调至到 100  $\text{mL} \cdot \text{s}^{-1}$ ;同时扫描速度也由 1  $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$  降到了 0.75  $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ 。

### 1.3 校准曲线的建立

根据待测样品的元素含量,找到特别匹配的系列高温合金光谱标准样品较为困难,因此从实验室选取了几个成分均匀的不同牌号的块状高温合金样品,钻孔截取屑样,用酸分解后定量转移配制溶液,采用电感耦合等离子体光谱仪测定了各元素的平均含量。其块状高温合金的牌号和测得的化学成分如表 2 所示。按照 1.2 的参数,对 7 块高温合金进行面扫描,扫描区域为 16 mm×16 mm,以基体镍为参比,绘制含量与相对平均强度的校准曲线,发现七种元素的二次函数拟合校准曲线都有较好的相关系数,大部分元素相关系数均在 0.99 以上, Cr, Co, Al, Ti, Mo 和 W 的校准曲线如图 4 所示。

表 2 块状高温合金牌号和测得的元素含量(%)

Table 2 Material designation of block super-alloy and element contents determined (%)

牌号	Cr	Co	Al	Ti	W	Mo	Nb
IN939	22.12	18.66	1.9	3.46	2.01	0.007 7	1.05
GH708	18.51	/	2.14	1.28	6.49	5.07	/
GH738	19.0	13.34	1.41	2.97	/	4.31	/
GH93	20.17	18.27	1.39	2.48	0.054	/	0.001 6
K417	8.89	14.9	5.43	4.77	/	3.01	/
K452	21.04	11.14	2.48	3.48	3.38	0.52	0.26
K488	16.16	8.32	3.5	3.46	2.64	1.74	0.86

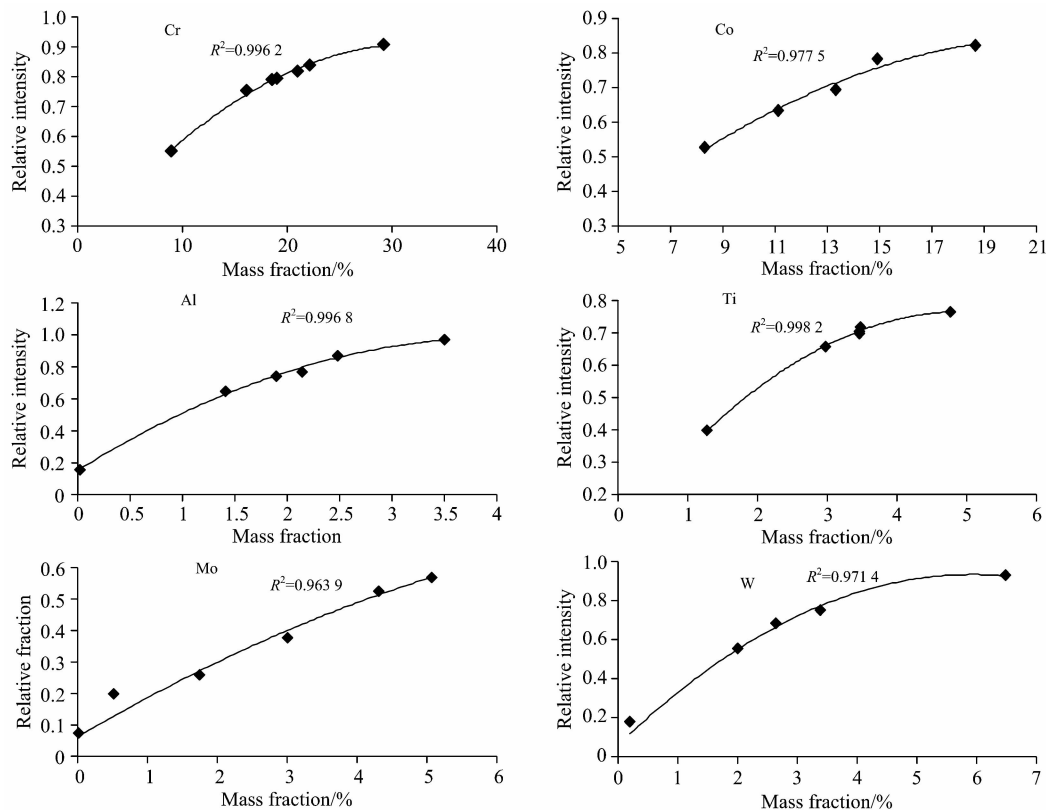


图 4 Cr, Co, Al, Ti, Mo 和 W 的校准曲线

Fig. 4 Calibration curves for Cr, Co, Al, Ti, Mo, W

## 2 结果与讨论

### 2.1 OPA-200 对涡轮盘纵剖面的成分分布分析结果

将涡轮盘纵剖面用铣床加工出光洁的表面,并用无水乙醇将表面的油污和灰尘清除干净,按照 1.2 所述的仪器参数,采用 OPA-200 对样品进行面扫描分析,并根据已经绘制的校准曲线,将每个火花放电原始位置处的各元素光谱强度转化为含量,从轮毂(左侧)至轮缘(右侧)的各元素含量二维分布图和线分布图如图 5 所示。结果表明,由于涡轮盘不同部位冷却方式的差异,导致轮毂和轮缘上某些元素分布的差异,其中轮缘处 Ti 和 Nb 等碳化物形成元素以及 Al 和 Cr 元素存在一定的偏析,含量有所升高,而 Co, W 和 Mo 则在剖面中部分布较不均匀。将整个扫描区域沿径向(X 方向)分割成三个区域,从左至右,0~48 mm 区域为靠近盘心区域,48~106 mm 为涡轮盘中部区域,106~164 mm 为涡轮盘边缘区域,分别考察各个区域的各元素的平均含量和统计偏析度,其中统计偏析度是根据金属原位通则国家标准 GB/T24213—2009 中的公式计算得到。在样品扫描范围内,以数理统计方法对特定元素的含量分布进行解析,求得该元素 95% 置信度下,以含量中位值为中心的含量置信区间为  $[c_1, c_2]$  的统计偏析度 S,其计算公式见式(1),统计偏析度数值越大,偏析越严重,无偏析时,统计偏析度为 0。样品各元素

统计值见表 3 所示。可以看出,经过新的铸 & 锻工艺生产的变形 FGH96 涡轮盘的统计偏析度都较低,除了含量较低的 Nb 元素外,绝大部分元素的统计偏析度都小于 5%,但局部的偏析情况仍然存在,如涡轮盘边缘 Ti 和 Nb 的偏析度变大,含量也有所增高,而 W, Mo 和 Co 则在轮中部分布较不均匀,采用扫描电镜结合能谱分析的方法对涡轮盘三个区域进行了其组织结构和析出相的观察,发现在涡轮盘的边缘区域晶粒组织有所长大,而且出现了较多量大颗粒的 Ti, Nb 的碳化物,由此导致了涡轮盘边缘 Ti, Nb 含量的增高和偏析度的增加。盘缘的碳化物的形貌和成分如图 6 所示。

$$S = (c_1 - c_2) / 2c_0 \quad (1)$$

式中:  $c_0$  为含量中位值;  $c_1$  和  $c_2$  为含量置信区间的上、下限。

### 2.2 直读光谱仪对轮毂至轮缘的不同区域的定点成分分析结果

采用 ARL4460 直读光谱仪对涡轮盘轮毂至轮缘的 18 个区域进行了定点成分分析,获得了 Al, Cr, Ti 和 Nb 从轮毂至轮缘的元素含量的线分布图,如图 7 所示。可以看出直读光谱仪定点测得的各元素在轮毂、轮中和轮缘的含量与火花原位分析仪测得结果具有较好的一致性,尤其是 Ti 和 Nb 的分布趋势和 OPA-200 扫描得到的趋势完全吻合,轮缘含量(图 7 右侧)均有所上升,再次说明了轮毂存在大颗粒的 Ti 和 Nb 的碳化物的富集。

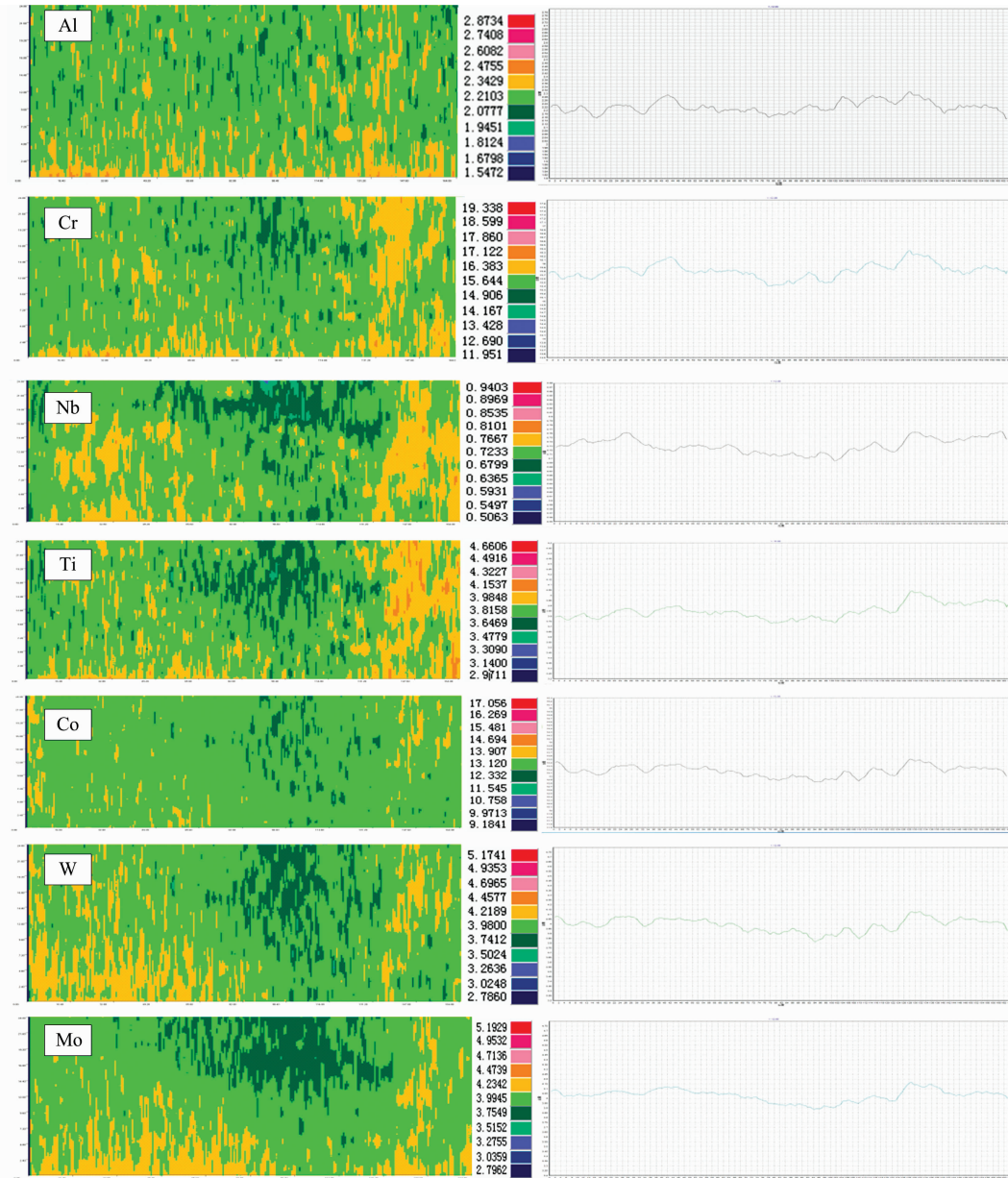


图 5 Al, Cr, Nb, Ti, Co, W 和 Mo 的含量二维分布图(左)和线分布图(右)

Fig. 5 Content 2D distribution (left) and line distribution maps (right) for Al, Cr, Nb, Ti, Co, W, Mo

表 3 不同区域的元素平均含量和统计偏析度

Table 3 Average content and statistic segregation degree in different area

元素	平均含量/%			统计偏析度		
	轮毂	轮中部	轮缘	轮毂	轮中部	轮缘
Al	2.214	2.205	2.221	0.042 2	0.043 0	0.046 7
Cr	15.645	15.525	15.774	0.028 9	0.033 3	0.036 0
Nb	0.722	0.705	0.725	0.045 2	0.058 7	0.059 6
Ti	3.818	3.769	3.866	0.034 4	0.040 6	0.043 7
Co	13.262	13.024	13.127	0.022 2	0.031 9	0.030 4
W	4.407	3.933	3.969	0.030 3	0.048 7	0.041 7
Mo	4.033	3.947	4.009	0.038 0	0.052 2	0.042 3

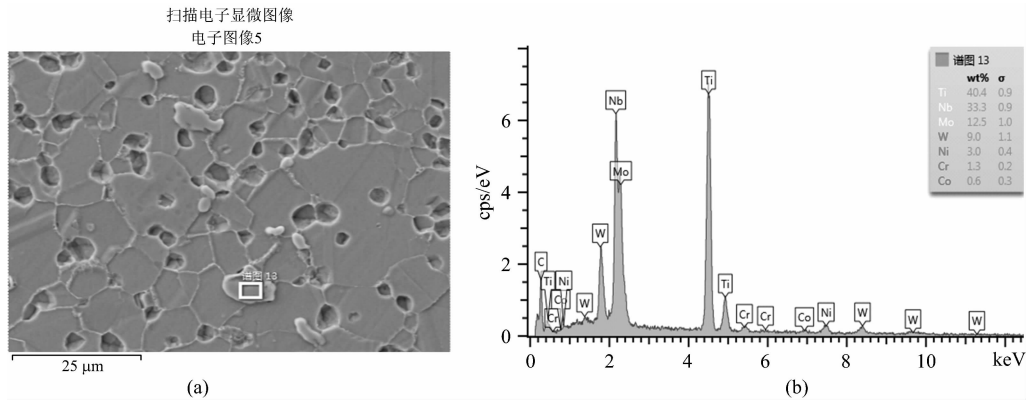


图 6 轮缘的碳化物的形貌和成分

(a): 碳化物扫描电子显微下微观形貌; (b): 碳化物能谱分析成分图

Fig. 6 Carbides morphology and compositions in wheel flange

(a): Carbides morphology b SEM; (b): Carbides composition by EDS

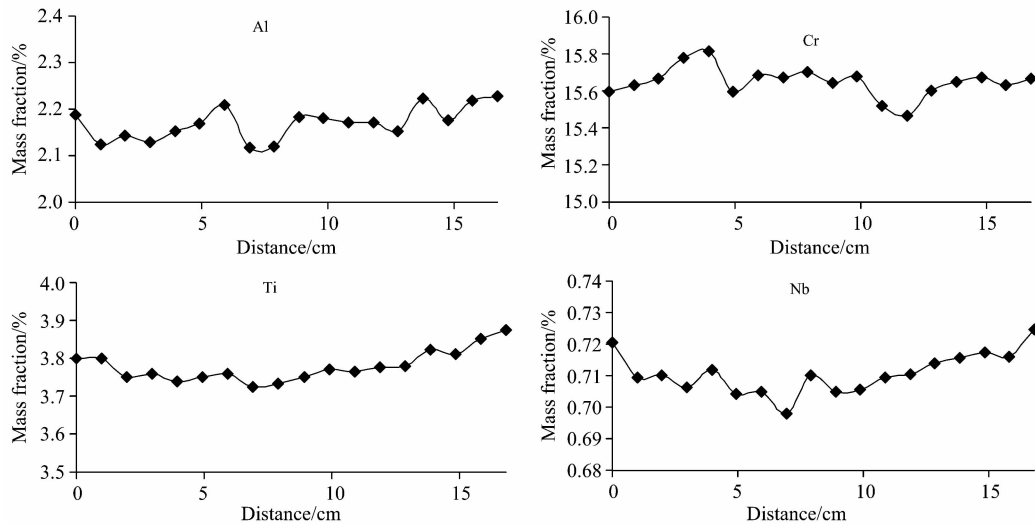


图 7 Al, Cr, Ti 和 Nb 从轮毂至轮缘的元素成分的线分布图

Fig. 7 Contents distribution map of Al, Cr, Ti, Nb from wheel hub to flange

### 3 结论

采用火花源 OPA 技术对大尺寸的 FGH96 涡轮盘纵剖面中的主要合金元素 Al, Cr, Co, Ti, W, Mo 和 Nb 进行了定量统计分布分析, 其结果与直读光谱仪定点分析的结果具有较好的一致性, 同时采用扫描电镜结合能谱分析的方法也

解释了 Ti 和 Nb 在轮缘分布不均匀的原因。可见火花源原子发射光谱原位统计分布分析技术(OPA)在大尺寸金属截面的成分定量统计分布分析上具有独特优势, 分析速度快, 多元素同时定位采集, 统计解析信息量大, 解决了大尺寸高温合金涡轮盘内部成分均匀度表征的难题, 对于 FGH96 合金涡轮盘盘新型铸 & 锻变形工艺的改进和性能提高具有重要的指导作用。

### References

- [1] Li F L, Fu R, Yin F J, et al. Materials Science & Engineering A, 2017, 696: 273.
- [2] LIU Jian-tao, TAO Yu, ZHANG Yi-wen, et al(刘建涛, 陶宇, 张义文, 等). Transactions of Materials and Heat Treatment(材料热处理学报), 2010, 31(5): 71.
- [3] WEI Jia-hu, DONG Jian-xin, FU Shu-hong, et al(韦家虎, 董建新, 付书红, 等). Failure Analysis and Prevention(失效分析与预防), 2013, 8(6): 321.
- [4] FU Rui, FENG Di, CHEN Xi-chun, et al(付锐, 冯涤, 陈希春, 等). Journal of Iron and Steel Research(钢铁研究学报), 2011, 23

- (Supplement 2): 1.
- [ 5 ] SHI Chang-xu, ZHONG Zeng-yong(师昌绪, 仲增墉). *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*, 2010, 46(11): 1281.
- [ 6 ] LI Fu-lin, FU Rui, FENG Di, et al(李福林, 付锐, 冯涤, 等). *Chinese Journal of Rare Metals(稀有金属)*, 2015, 39(3): 201.
- [ 7 ] CHEN Jin-zhong, WANG Jing, SONG Guang-ju, et al(陈金忠, 王敬, 宋广聚, 等). *Chinese Science Bulletin(科学通报)*, 2016, 61(10): 1086.
- [ 8 ] SHEN Gui-hua, LI Hua-chang, SHI Ye-hong(沈桂华, 李华昌, 史烨弘). *Metallurgical Analysis(冶金分析)*, 2016, 36(5): 16.
- [ 9 ] LI Dong-ling, JIN Cheng, MA Fei-chao, et al(李冬玲, 金呈, 马飞超, 等). *Metallurgical Analysis(冶金分析)*, 2014, 34(1): 1.
- [10] QU Hua-yang, HU Jing-yu, ZHAO Lei, et al(屈华阳, 胡净宇, 赵雷, 等). *Metallurgical Analysis(冶金分析)*, 2013, 33(2): 13.
- [11] LI Dong-ling, ZHAN Yong, WANG Hai-zhou, et al(李冬玲, 张勇, 王海舟, 等). *Journal of the Chinese Society of Rare Earths(中国稀土学报)*, 2014, 32(1): 76.
- [12] WANG Ke-jie, LI Wei(王克杰, 李维). *Metallurgical Analysis(冶金分析)*, 2012, 32(1): 7.
- [13] LI Dongling, Wang Haizhou. *ISIJ International*, 2014, 54(1): 160.

## Element Distribution Analysis of Turbine Disk by Original Position Statistic Distribution Analysis Technique with Spark Source

LI Dong-ling<sup>1,2</sup>, LU Yu-hua<sup>1,2</sup>, JIN Cheng<sup>3</sup>, FENG Guang<sup>1,2</sup>, LI Fu-lin<sup>1</sup>, SHEN Xue-jing<sup>1,2</sup>

1. Beijing Advanced Innovation Center for Materials Genome Engineering, Beijing 100081, China

2. Beijing Key Laboratory of Metal Material Characterization, Beijing 100081, China

3. NCS Testing Technology Co., Ltd., Beijing 100081, China

**Abstract** As a high-throughput element distribution analysis technique for metal surface with a large size original position statistic distribution analysis (OPA) combined with spark source atomic emission spectrometry has been developed for more than ten years with the advantage of rapid analysis speed, simultaneous locating acquisition of multi-element signals and large information of statistic analysis. This technique has been widely used in the casting billet segregation analysis for medium and low alloyed steel. In this paper, OPA technique with spark source was used for the distribution analysis of main alloy elements such as Al, Cr, Co, Ti, W, Mo, Nb in FGH96 super-alloy turbine disk prepared by casting & forging deformation. The quantitative statistic analysis of these elements has been obtained by the application of appropriate calibration curves. Fix point analysis in different turbine disk position from wheel hub to flange was done by direct-reading spectrometer and a good agreement of the results of two methods has been obtained. It was found that the statistic segregation degree of the most of the elements in turbine disk is less than 5% except the element of Nb. The distribution in different position of turbine disk was varied with different type of cooling in disk. A certain segregation of carbide forming elements such as Ti and Nb existed in disk flange and the content of elements increased and on the contrary the inhomogeneous distribution of Co, W, Mo occurred in the middle part of turbine disk. Carbides with a large size were also observed by scanning electron microscope combined with energy spectrum analysis and it can be a further evidence to explain the existence of the segregation of Nb and Ti in disk flange. The element distribution quantitative analysis results will guide the preparation of FGH96 alloy turbine disk by new casting & forging deformation technology and help improve performance.

**Keywords** Spark source atomic emission spectrometry; Original position statistic distribution analysis; Turbine disk; FGH96 super-alloy; Element distribution

(Received Jun. 27, 2017; accepted Nov. 6, 2017)