

利用铪 K 边吸收增强空心叶片残芯 X 射线检出能力的原理和方法

吴汉昌^{1, 2}, 李玲², 曹红², 姚刚², 贺平逆¹

(1. 贵州大学物理学院, 贵州贵阳 550025; 2. 贵阳航发精密铸造有限公司, 贵州贵阳 550014)

摘要: 针对目前航空制造业对提高空心涡轮叶片残芯X射线检测质量的迫切需求, 本文提出, 利用示踪元素K边吸收, 以增强残芯的X射线检出能力, 这一新技术思路。通过模拟计算研究和试验验证, 明确以75~90 kVp W靶X射线作为检测光源, Er作为示踪元素, 可充分发挥K边吸收作用, 显著提高残芯标记检出效果。另外, 以ErCl₃作为示踪溶液, 对具备工程应用价值的浸泡标记法进行了试验研究, 同时结合现行脱芯工艺, 研究了KOH浸泡对Er渗入的促进机理。研究表明, Er在硅基陶瓷中的渗入量随ErCl₃溶液浓度、浸泡时间和浸泡温度的增加而增加。KOH预浸泡处理使硅基陶瓷由多晶结构转变为无定形结构, 促进了ErCl₃的渗入和滞留, 使Er在陶瓷中的渗入量显著增加。本文为基于X射线检测的残芯标记法走向工程化应用提供了新的技术思路和数据支撑。

关键词: 涡轮空心叶片; 残余型芯; X射线检测; K边吸收; 铪标记

作者简介:

吴汉昌(1984-), 男, 学士, 从事射线无损检测等方面的研究工作。E-mail: whc_11208@163.com

通信作者:

贺平逆, 男, 副教授, 博士。电话: 13885069007, E-mail: pnhe@gzu.edu.cn

中图分类号: TG115.28⁺1

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2025)02-0237-09

基金项目:

空心涡轮叶片残芯/缺陷的射线标识检出技术研究(GZ-2023-工程技术部-0005); 贵州大学引进人才科研基金(贵大人基合字-2020-38)。

收稿日期:

2024-08-09 收到初稿,

2024-12-12 收到修订稿。

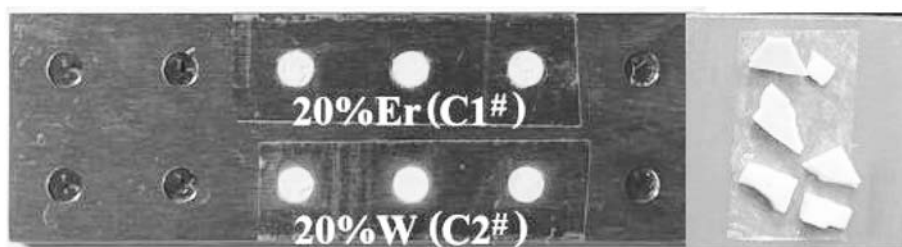
涡轮叶片是现代航空发动机中运行条件最苛刻的重要热端部件^[1-2]。随着发动机涡轮进口温度不断提高, 单纯提高叶片材料的高温强度已不能满足要求, 因此, 通过引入高效气冷系统来增强叶片承温能力的空心涡轮叶片被大量应用于现代航空涡轮发动机^[2-5]。近净形熔模精密铸造技术是目前空心涡轮叶片所采用的最主要生产制造技术^[1]。然而, 日趋复杂的叶片内部型腔和细小的通道结构, 使现有脱芯技术难以保证型芯被完全脱出, 形成残芯^[6-8]。残芯极易阻塞叶片冷却通道, 或在叶片上形成热点, 又或在高温下流动^[6, 9], 从而造成叶片的高温损坏或破坏发动机平衡, 严重影响航空发动机的性能和运行安全。因此, 对残芯的有效检出是航空发动机质量和安全的重要保障。

X射线照相检测法是目前应用于残芯检测的主要技术之一。其基本原理为利用叶片空腔中残芯与空气对X射线的吸收特性差异, 使穿透它们的X射线呈现不同的强度衰减, 从而在成像系统中形成对比度不同的影像, 以辨识残芯。然而, 由于叶片合金对X射线有极强的衰减作用, 只有能量高于50 keV的X射线才能穿透叶片。在如此高的射线能量下, 陶瓷残芯的线衰减系数极低, 与空气相当^[10], 二者的X射线影像对比度接近于零。因此, 仅依靠X射线照相极难检测到残芯。

针对上述困难, 叶片生产企业采用灌粉法^[11], 一种通过在叶片内腔中填充金属粉末, 以替换空气的射线检测补偿方法, 大幅提高了残芯的X射线影像识别度。但在面对拥有复杂内腔结构的叶片时, 由于金属粉末的充分填充和清除均存在困难, 使该方法的应用受到限制。此外, 通过向型芯胚料中掺入示踪氧化物, 以提高型芯X射线衰减系数的掺杂标记法, 也能明显增强残芯的X射线检出度。哈尔滨工业大学的赵俊皓等人使用X射线成功检测到1.0 mm厚DD6合金覆盖下, 20% HfO₂掺杂的0.44 mg(粒径约0.6 mm)铝基陶瓷残芯颗粒^[12]。美国专利5977007^[13]在X射线下观察到3.5 mm厚叶片合金覆盖的, 0.8 mm厚, 35% Er₂O₃掺杂的铝基陶瓷残芯影像。然而, 为获得较好的标记效果, 示踪氧化物的掺杂浓度需在15%以上, 这除对型芯的

综合性能有较大影响外,还会增加高温铸造过程中示踪元素向叶片基体扩散的风险,使该方法尚未获得工程化应用。为避免上述风险,将标记的时间节点放在叶片铸造和脱芯工艺完成之后,通过使用示踪溶液浸泡,利用渗入陶瓷孔隙中的示踪剂来标记残芯的浸泡标记法被大量研究。哈尔滨工业大学的杨芬芬研究了饱和 HfOCl_2 对铝基陶瓷残芯的浸泡标记效果^[14],赵俊皓研究了 Na_2WO_4 和 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 溶液在残芯中的渗入规律和标记效果^[15],他们的研究表明,由于示踪元素在残芯中的渗入量较少,浸泡法对残芯影像对比度的提升有限。可见,在规避铸造过程中极端高温带来的元素扩散风险的同时,进一步增强标记效果是基于X射线的残芯检测技术走向工程化应用的关键。

根据上述需求,本文提出利用示踪元素的K边吸收,增强残芯标记效果的新技术思路。按照这一思路,综合考虑不同管电压下X射线光谱的分布特点,叶片合金及示踪元素的滤波作用,以及示踪元素K边界能量,通过计算模拟研究和试验验证,明确了以75~90 kVp W靶X射线作为检测光源,Er作为示踪元素,可充分发挥K边吸收作用,获得最佳X射线衰减效果。选用 ErCl_3 溶液作为示踪剂,以硅基陶瓷型芯为试样,研究了浸泡标记法的时间、温度和浓度参数对Er元素在陶瓷中的渗入量和X射线检测效果的影响。最后,通过对比和分析KOH浸泡前后,硅基陶瓷的组织结构变化,指出KOH浸泡过程对促进 ErCl_3 在残芯中的扩散,增加其渗入量的作用机理。本文为基于X射线检测的残芯标记法走向工程化应用提供了新的技术思路和数据支撑。



(a) A1#检测试样

(b) A2#检测试样

图1 用于X射线检测的附加有标记陶瓷试样的DZ125合金试样示意图

Fig. 1 Schematic of the DZ125 alloy sample with additional tagged ceramic samples for X-ray testing

SiO_2 试样,用于模拟经示踪元素标记的陶瓷残芯,并填充于A1#试样表面柱状小孔中,如图1(a)所示。A2#块样,则用于对表面所粘贴的陶瓷试样进行X射线照相测试,详见2.1所述。

分别使用80 kVp和150 kVp W靶X射线对填充于A1#表面的C1#和C2#试样进行X射线照相检测,之后,使用ImageJ软件^[17]对检测照片中选定区域进行灰度测量,通过灰度值计算获得C1#和C2#试样的影像对比度,并与之

1 利用K边吸收增强标记效果的模拟计算和试验验证

1.1 方法

使用开源软件SpectrumGUI v1.03^[16],模拟穿过DZ125合金及不同附加滤片的W靶X射线。其中,DZ125合金(质量分数,%:7.0 W、3.8 Ta、2.0 Mo、1.5 Hf、8.9 Cr、10.0 Co、5.1 Al、1.0 Ti、Ni余量)通过将其组成元素,按照占比和密度,分别换算成不同厚度的薄片进行建模。合金模型厚度根据DZ125叶片的最大厚度设定为3.4 mm。用于模拟20% Er或20% W掺杂硅基陶瓷型芯(wt.%:≥99.9 SiO_2)的附加滤片厚度设定为1.0 mm。入射W靶X射线管电压分别设定为75 kVp、80 kVp、90 kVp、100 kVp、120 kVp和150 kVp。通过对在不同条件下,计算获得的透射X射线光谱进行对比分析,明确不同元素的K边吸收对标记效果的增强作用,以及X射线管电压对K边吸收的影响。

对模拟计算获得的最佳标记条件参数进行试验验证。试验所用DZ125合金块由贵阳航发精密铸造有限公司提供,经切割打磨,分别制成3.5 mm×20 mm×60 mm(A1#)块样和2.5 mm×20 mm×20 mm(A2#)块样,如图1(a)和图1(b)所示。其中,A1#块样表面按10 mm间隔等间距钻取直径3 mm,深0.5 mm的柱状小孔。将 SiO_2 纳米粉体分别与39.4%纳米 Er_2O_3 和47.0%纳米 WO_3 球磨混合,并使用水性纳米 SiO_2 分散剂作为粘接剂,分别制成泥状20 at.% Er掺杂 SiO_2 试样(C1#)和对比用20 at.% W掺杂 SiO_2 试样(C2#)

前的模拟计算结果进行比较分析。

X射线照相检测使用Comet iVario 320 X射线机(X射线管型号:MXR-320HP/11,W靶)和NOVO-22W探测器。影像对比度的计算公式^[18]为:

$$C = (D_1 - D) / D \quad (1)$$

式中: D_1 为指定区域的灰度值, D 为用作对比的选定区域或与指定区域相接触的周边区域的灰度值。

1.2 模拟计算

图2所示为穿过不同滤片后的150 kVp和80 kVp W靶X射线模拟谱图（左轴）和Er与W的X射线质量吸收系数（右轴）。图中，DZ125指厚3.4 mm的DZ125合金滤片，DZ125+Er指厚3.4 mm的DZ125合金滤片和叠加在其表面的厚1.0 mm的20% Er掺杂SiO₂滤片，DZ125+W指厚3.4 mm的DZ125合金滤片及叠加在其表面的厚1.0 mm的20% W掺杂SiO₂滤片。如图2（a）所示，从穿过3.4 mm厚DZ125合金的150 kVp W靶X射线谱线（灰色）可知，能量低于50 keV的光子无法穿透DZ125合

金；能量处于W靶X射线特征峰区域（57.98~69.1 keV）的光子维持了较高的透射量；当光子能量高于70 keV时，透射光子数量显著增加，峰值位于122 keV。对比图2（a）中，穿过DZ125合金及Er掺杂SiO₂滤片的X射线谱线（粉色）和穿过DZ125合金及W掺杂SiO₂滤片的X射线谱线（蓝色）可知，Er对于能量在57.5~69.5 keV范围内的X射线的衰减作用强于W，而当X射线能量高于69.5 keV时，W则重新展现出更为优异的X射线衰减作用。

上述现象是由于Er和W的K壳层电子的结合能（K

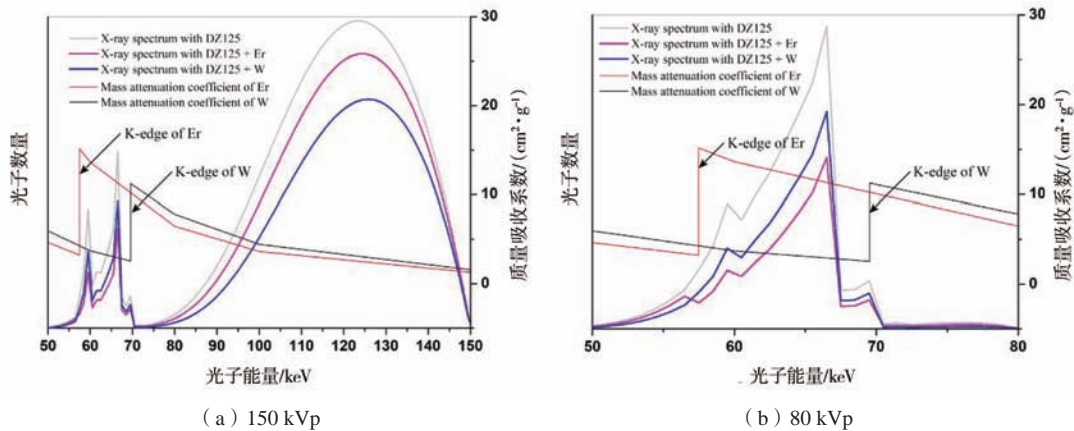


图2 穿过不同滤片的不同管电压W靶X射线谱图（左轴）和Er与W的X射线质量吸收系数（右轴）

Fig. 2 Tungsten X-ray spectra at different tube voltages with different added filters (left axis) and the mass attenuation coefficients for erbium and tungsten (right axis)

边界能)不同所致。当X射线能量略高于Er的K边界能（57.5 keV）时，Er利用光电吸收（K边吸收），使对X射线的衰减显著增强。然而，随着X光子能量进一步升高，Er的光电吸收概率按照 $1/E^3$ 的比例迅速降低^[10]，这里，E指光子能量。此外，当X光子能量达到并超过W的K边界能（69.5 keV）时，在K边吸收的加持下，W对X射线的衰减重新强于Er。

上述结果还表明，尽管通过K边吸收，Er对W靶特征峰区域X射线的衰减强于W，但W在70~150 keV更为广泛区域展现出的射线吸收优势，使其对150 kVp W靶X射线的整体衰减强于Er。对比图2（a）中，不同滤波条件下，透射光子的总数量可知，Er和W掺杂滤片对透过DZ125合金的150 kVp X光的衰减率分别为14.8%和29.4%。然而，当更改W靶X射线的管电压为80 kVp时，如图2（b）所示，由于DZ125合金的滤波作用，穿过DZ125合金的X射线仅分布于W靶特征峰区域。显然，借助K边吸收，Er对80 kVp W靶X射线的吸收强于W。根据图2（b）计算得到，Er和W滤片对透过DZ125合金的80 kVp X光的衰减分别为45.1%和32.9%，强于对150 kVp X射线时的衰减率。

图3所示是厚度均为1.0 mm的20% Er掺杂和20% W掺杂的SiO₂滤片，对透过3.4 mm厚DZ125合金的W靶X射线的衰减率与X射线管电压的关系图。由图3可知，随着X射线管电压的升高，Er掺杂滤片对X射线的衰减率逐渐降低，而W掺杂滤片对X射线的衰减则经

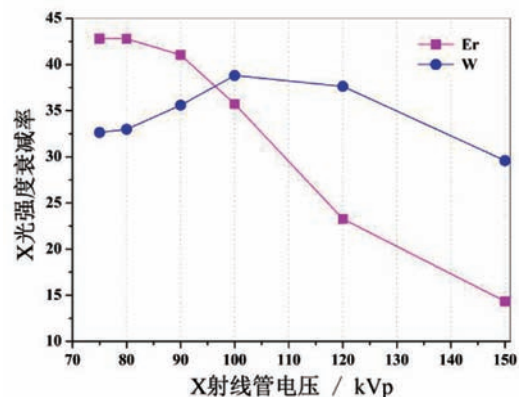


图3 Er和W对穿过DZ125合金的W靶X射线的衰减率与管电压的关系

Fig. 3 Attenuation rate of erbium and tungsten for tungsten X-ray passing through DZ125 alloy as a function of tube voltage

历了先增加,在100 kVp达到峰值之后,再逐渐降低的过程。从图3还可以看到,当X射线管电压超过90 kVp时,Er掺杂滤片对X射线的衰减率迅速降低,并从97.5 kVp开始,低于W掺杂滤片对X射线的衰减率。尽管如此,当管电压小于90 kVp时,Er掺杂滤片对X射线的衰减率均大于40%,高于所有管电压下W掺杂滤片对X射线的衰减率。这表明,由于DZ125合金自身对X射线的吸收作用,使管电压低于90 kVp的W靶X射线中,仅能在W靶特征峰区域(57.98~69.1 keV)的光子能穿过合金,参考图2(b);而这也恰好利于Er充分发挥其K边吸收的作用,增强对X射线的吸收。这同时说明,结合75~90 kVp的W靶X射线管电压,Er将可作为残芯的最佳示踪元素。

1.3 试验验证

图4所示为填充于DZ125合金试样(A1[#])表面预制小孔中的,20% Er掺杂SiO₂试样(C1[#])和20% W

掺杂SiO₂试样(C2[#]),分别在80 kVp和150 kVp下的W靶X射线检测照片。Er和W掺杂试样在合金表面的填充位置如图1(a)所示,其中C1[#]试样填充于A1[#]表面第一排,3、4和5孔中(从左向右),C2[#]试样填充于第二行,3、4和5孔中,其余小孔空置。使用ImageJ软件^[17]对图4中选定区域进行灰度测量,获得图4(a)中C1[#]、C2[#]填充区域和空置小孔区域的平均灰度值分别为238.2、162.1和126.1;图4(b)中C1[#]、C2[#]填充区域和空置小孔区域的平均灰度值分别为232.4、207.3和140.0。将上述灰度值代入公式(1),可得图4(a)中C1[#]和C2[#]相对于空置小孔的影像对比度分别为88.9%和28.5%;图4(b)中C1[#]和C2[#]相对于空置小孔的影像对比度分别为66.0%和48.0%。由此可见,同比例Er掺杂SiO₂试样的影像对比度优于W掺杂试样;当使用80 kVp X射线进行检测时,Er掺杂SiO₂具有最高的影像对比度,约是同条件下W掺杂试样影像对比度的2.4倍,这一结果与1.2节的模拟结果符合得很好。

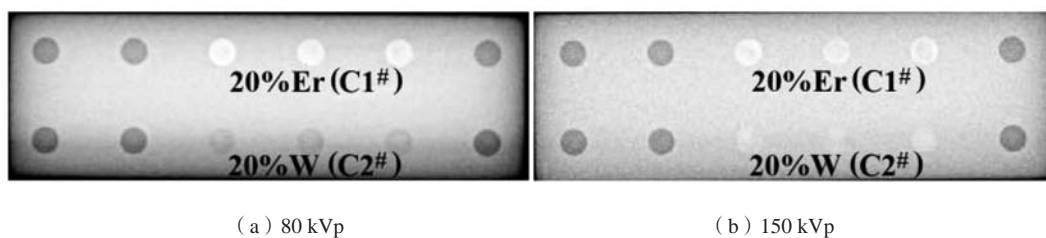


图4 填充在DZ125合金表面的不同掺杂SiO₂试样在不同管电压下的W靶X射线检测照片

Fig. 4 The tungsten X-ray images at different tube voltages of different doped SiO₂ samples filled on the surface of DZ125 alloy

2 ErCl₃浸泡标记试验

2.1 样品制备与试验方法

浸泡标记试验用硅基陶瓷型芯、DZ125合金和DZ125空心涡轮叶片均由贵阳航发精密铸造有限公司提供。硅基陶瓷型芯经过切割和打磨,制成3 mm × 5 mm × 10 mm的块状试样(C3[#]),用于浸泡增重测试。另从机械破碎后的型芯中选取厚0.52 mm和1.12 mm的碎片试样(C4[#]),用于浸泡标记效果测试。图1(b)所示的A2[#]块样,用于对其表面粘贴的C4[#]试样进行X射线照相测试。ErCl₃示踪溶液使用麦克林公司99.99% ErCl₃·6H₂O与去离子水配制而成。

ErCl₃浸泡标记试验在带有聚四氟乙烯内衬的不锈钢反应釜中进行。分别用丙酮和乙醇超声清洗15 min后的C3[#]和C4[#]试样,经120 °C/180 min烘干,称重,与ErCl₃溶液共同封装于反应釜中,ErCl₃溶液与陶瓷样的体积比大于100。将反应釜置于干燥箱中加热至测试温度,升温速率5 °C/min。ErCl₃溶液浓度对标记效果的影响试验在0.5 MPa, 150 °C下进行,浸泡时间12 h,ErCl₃溶液浓度分别为10%、20%、30%、40%和50%;

浸泡温度对标记效果的影响试验在0.5 MPa, 40% ErCl₃溶液中进行,浸泡时间12 h,测试温度分别为30、60、90、120和150 °C;浸泡时间对标记效果的影响试验在0.5 MPa, 150 °C, 40% ErCl₃溶液中进行,浸泡时间分别为1.5、3、6、12和24 h。浸泡标记结束后,将陶瓷试样从釜中取出,经过5 min去离子水超声清洗,再经120 °C/180 min烘干后,称重,进行表征分析,并取厚1.12 mm的C4[#]试样贴于A2[#]合金试样表面,进行X射线照相测试。

KOH浸泡处理对ErCl₃浸泡标记效果的影响试验仍然在上述反应釜中进行。首先,将经丙酮和乙醇超声清洗,烘干后的C4[#]试样置于0.5 MPa, 160 °C, 36% KOH溶液中,浸泡反应10 h;然后,将C4[#]试样取出,使用去离子水超声清洗,烘干后,再置于0.5 MPa, 150 °C, 40% ErCl₃溶液中,浸泡12 h;最后,取出C4[#]试样,去离子水超声清洗,烘干后,进行表征分析,并与未经KOH浸泡处理的ErCl₃浸泡标记C4[#]碎片试样贴于DZ125叶片表面,进行X射线照相对比检测。

陶瓷块样(C3[#]) 在ErCl₃浸泡标记前后的质量变化

使用精度0.01 mg的电子称测量。C3[#]试样的质量增加率由下式计算：

$$W_r = (m_a - m_b) / m_b \times 100\% \quad (2)$$

式中： m_b 和 m_a 分别为C3[#]试样在ErCl₃溶液浸泡之前和之后的质量。

浸泡标记后的陶瓷碎片断面的形貌、组织结构和元素分布使用扫描电镜（SEM）、能谱仪（EDS）和X射线衍射仪（XRD）进行表征分析。X射线照相检测设备 and 影像对比度计算公式参见1.1节所述。

2.2 ErCl₃ 浸泡参数对标记效果的影响

提高陶瓷残芯中Er的含量，将获得更好的标记效果。图5是硅基陶瓷试样（C3[#]）的质量增加率（ W_r ）随ErCl₃浸泡条件参数的变化关系。由图5（a）可知，当浸泡温度、时间和压强分别为150℃、12 h和0.5 MPa时， W_r 随ErCl₃溶液浓度的增加而增加，而当ErCl₃溶液浓度达到40%后， W_r 的增加趋势变缓，表明Er在陶瓷中的渗入量趋于饱和。拟合公式为 $W_r = 4.697 - 3.859e^{[-(C-10.686)/15.038]}$ ，式中C为ErCl₃溶液浓度。需要说明的是，由于ErCl₃·6H₂O在室温下的饱和溶解度低于50%，因此，在后续浸泡试验中均选用40%的ErCl₃溶液。从图5（b）可看到，当浸泡压强、时间和溶液浓

度分别为0.5 MPa、12 h和40%时， W_r 随浸泡温度近似按幂函数增加，拟合公式为 $W_r = 6.338 \times 10^{-4} T^{1.795}$ ，式中T为ErCl₃溶液温度。可见，在条件允许的情况下，采用尽可能高的浸泡温度将能明显促进Er在硅基陶瓷中的渗入量。如图5（c）所示，当浸泡压强、温度和溶液浓度分别为0.5 MPa、150℃和40%时， W_r 随浸泡时间呈线性增加，拟合公式为 $W_r = 0.133 + 0.534t$ ，式中t为浸泡时间。从图5（c）可知，Er渗入量并没有随浸泡时间的增加而趋于饱和，这可能是因为C3[#]陶瓷试样较大的尺寸，为Er的扩散提供了足够大的空间，使在测试时间内表现出近似线性关系。

图6所示为经过不同条件参数的ErCl₃溶液浸泡标记后及其80 kVp X射线检测照片，粘贴于2.5 mm厚DZ125合金（A2[#]）表面的，陶瓷碎片试样（C4[#]，厚1.12 mm）。由图6（a）可知，经过0.5 MPa，150℃，12 h，①50%、②40%和③30%浓度ErCl₃溶液浸泡后的陶瓷试样极易被识别，10% ErCl₃溶液浸泡的试样⑤可勉强识别，但对于20% ErCl₃溶液浸泡的试样④，则因照片下缘出现严重的边蚀而无法被观测到。出现边蚀的原因是因为所粘贴的陶瓷试样中Er含量存在差异，且试样面积占比较大，以及为提高影像对比度，曝光时间较长（120 s），从而在Er含量较低的陶瓷试样（如④和

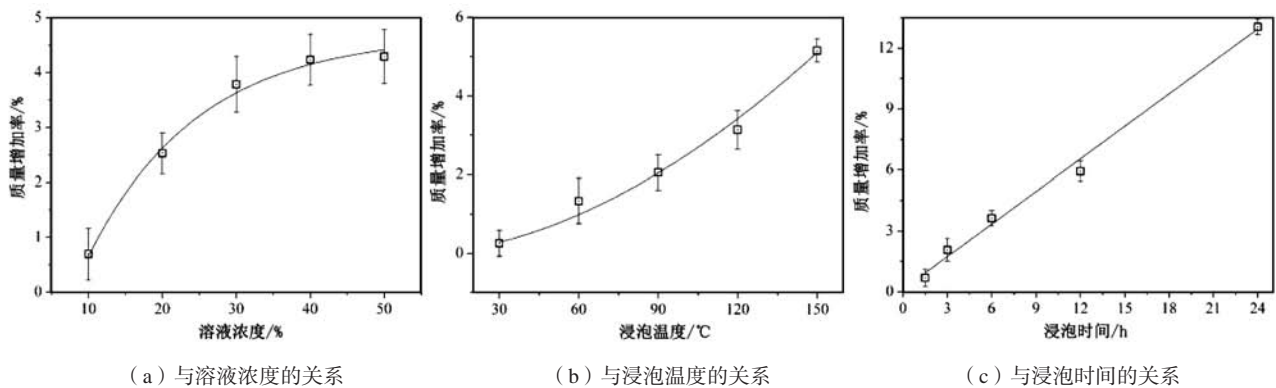
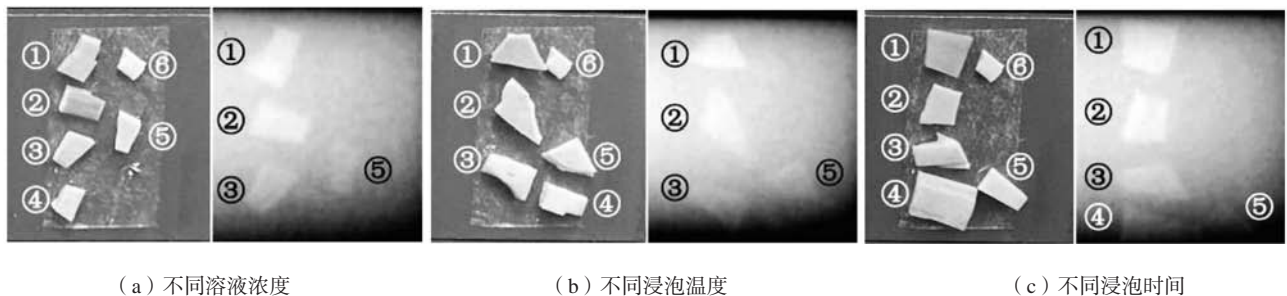


图5 硅基陶瓷试样的质量增加率随浸泡参数的变化关系

Fig. 5 Weight increment rate of silica-base ceramic as a function of immersion conditions



(a) 不同溶液浓度

(b) 不同浸泡温度

(c) 不同浸泡时间

图6 经过不同条件浸泡标记的粘贴在DZ125合金表面的硅基陶瓷试样及其80 kVp X射线检测照片

Fig. 6 Silica-base ceramic samples pasted on the surface of DZ125 alloy after immersion tagging under different conditions and their X-ray images at 80 kVp

⑤)及其粘贴位置边缘出现过散射线,引起边蚀现象。另外,未浸泡试样⑥未被检出。使用ImageJ对图6(a)测量得到①、②、③和⑤试样相对于周边背景区域的影像对比度分别为16.8%、12.5%、6.3%和4.6%,这与图5(a)所示Er渗入量的变化趋势一致。由图6(b)可以看出,经过0.5 MPa,12 h,40% ErCl₃溶液分别在①150 ℃和②120 ℃下浸泡的陶瓷试样可被明显识别,在③90 ℃和⑤30 ℃下浸泡的试样可被勉强识别,没有浸泡的试样⑥则无法识别。此外,60 ℃下的浸泡的试样④,则因边蚀效应而无法观测。使用ImageJ测量得到①、②和③和⑤试样相对于周边背景区域的影像对比度分别为13.9%、7.5%、2.3%和2.3%,对比度差异基本反映了图5(b)所示Er渗入量的变化趋势。最后,从图6(c)可以看出,经过0.5 MPa,150 ℃,40% ErCl₃溶液分别浸泡①24、②12和③6 h后的陶瓷碎片试样均可被明显识别。浸泡3 h的试样④和1.5 h的试样⑤因边蚀效应,仅能观察到局部影像,且试样⑤仅可依稀识别,而没有浸泡的试样⑥依然无法识别。使用ImageJ测量得到①、②和③试样相对于周边背景区域的影像对比度分别为12.6%、12.3%和9.9%。可见,使用饱和ErCl₃溶液,尽可能提高浸泡温度和延长浸泡时间,将能有效提升Er在陶瓷残芯中的含量,从而提高标记效果。

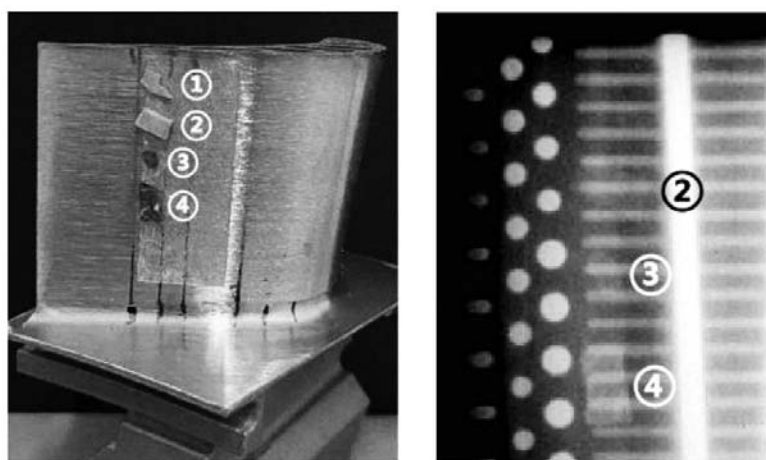
2.3 KOH 碱煮脱芯工艺对 ErCl₃ 溶液浸泡标记效果的影响

在实施ErCl₃溶液浸泡标记前,根据现行碱煮脱芯工艺,对陶瓷试样进行KOH预浸泡处理,同时,对比和评价KOH预浸泡处理对ErCl₃标记效果的影响,是浸

泡标记方法能否最终走向工程化应用的重要前提。图7所示为,经0.5 MPa,150 ℃,40% ErCl₃溶液浸泡12 h后的,厚度分别为①0.52 mm、②1.12 mm、③0.29 mm和④0.77 mm的陶瓷型芯碎片试样(C4[#]),在DZ125叶片表面的粘贴位置,如图7(a),和80 kVp X射线检测照片,如图7(b)。其中,试样③和④在ErCl₃溶液浸泡前,使用36% KOH,在0.5 MPa,160 ℃下浸泡10 h。经过KOH浸泡,试样③和④的厚度分别从之前的0.52和1.12 mm减少至0.29和0.77 mm。图7(a)所示为试样粘贴位置,该位置的叶片合金厚度约为2.1 mm,荆条,如图7(b)所示浅色横条位置厚度约2.5 mm。从图7(b)可看出,经过KOH预浸泡的试样③和④的影像可被清晰识别,而未经过KOH预浸泡处理的试样②可被勉强识别,试样①则因影像对比度较低,加上叶片内腔荆条边缘产生的大量散射线的影响而极难被分辨。尽管这些陶瓷试样的ErCl₃浸泡条件相同,且试样③和④的厚度薄于②,但如图7(b)所示,试样③和④仍然分别展现出13.3%和36.2%,较好的影像对比度,而试样②则因影像轮廓不完整,无法测算出其对比度。这表明KOH预浸泡能显著增强ErCl₃浸泡标记效果,提高残芯的X射线检出率。因KOH碱煮脱芯工艺被普遍应用于目前空心叶片生产流程中,因此,与碱煮工艺的结合使得针对硅基陶瓷残芯的ErCl₃浸泡标记方法具备工程化应用的价值。

2.4 KOH 浸泡对 Er 在硅基陶瓷中渗入量的促进作用

图8所示为经过0.5 MPa,150 ℃,12 h,40% ErCl₃溶液浸泡后的硅基陶瓷试样(C4[#])断面的SEM和Er元

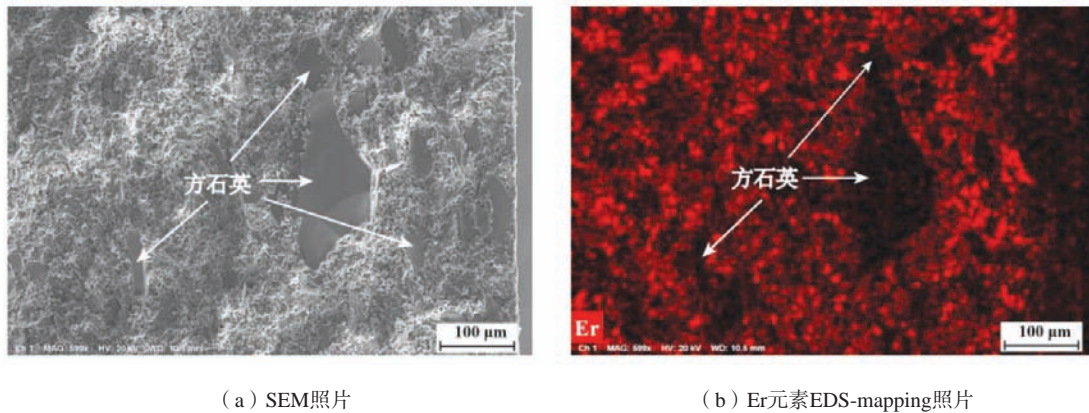


(a) 试样粘贴位置

(b) X射线检测结果

图7 经过ErCl₃溶液浸泡标记的粘贴在DZ125叶片表面的不同类型硅基陶瓷试样及其80 kVp X射线检测照片

Fig. 7 Different types of silica-base ceramic samples pasted on the surface of DZ125 alloy after immersion tagging by ErCl₃ solution and their X-ray images at 80 kVp



(a) SEM照片

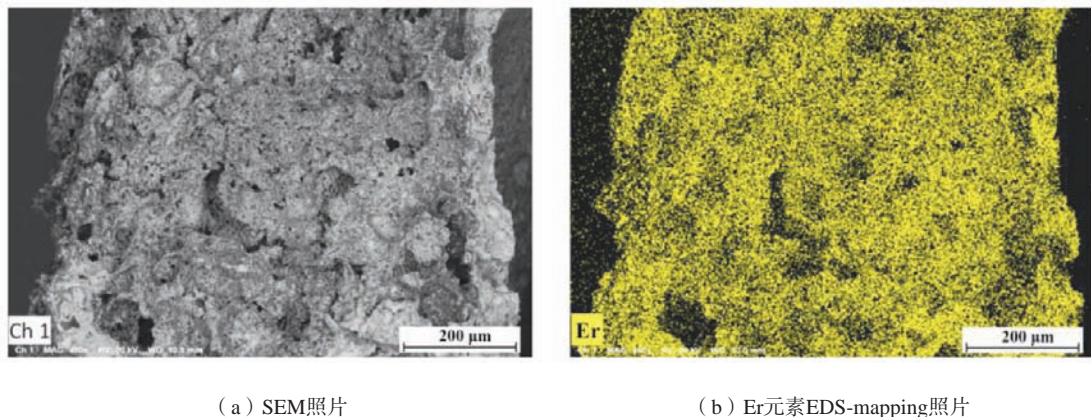
(b) Er元素EDS-mapping照片

图8 经ErCl₃溶液浸泡后的硅基陶瓷试样断面的SEM和EDS-mapping照片Fig. 8 SEM and EDS-mapping images of cross-section of silica-base ceramic sample after immersion in ErCl₃ solution

素的EDS-mapping照片。硅基陶瓷型芯主要由石英玻璃（无定形SiO₂）基体及其在特定温度下转变析出的方石英晶体构成^[19]。由图8（a）可知，方石英晶体均匀散布于硅基陶瓷试样基体中，其中分布在试样表层区域（厚约200 μm）的方石英晶粒多呈长条状，且尺寸较大，多在20~50 μm之间，而表层以下的陶瓷基体则密集分布有小尺寸（20~30 μm）方石英晶粒。方石英晶粒的大量存在，制约了ErCl₃在陶瓷中的扩散行为和渗入量。如图8（b）所示，Er元素主要富集于方石英

晶粒之间的无定形SiO₂区域，而方石英自身所处位置则无Er元素分布。这表明陶瓷中无定形SiO₂的孔隙结构为ErCl₃提供了扩散通道和滞留空间，而大量方石英晶粒的存在则抑制了ErCl₃扩散行为，同时挤占其留存空间，减少了其渗入总量。

图9所示为先经过36% KOH，0.5 MPa，160 ℃，10 h浸泡处理，再使用40% ErCl₃溶液，在0.5 MPa，150 ℃下浸泡12 h的硅基陶瓷试样（C4[#]）断面的SEM和Er元素的EDS-mapping照片。与图8（a）相比，图9

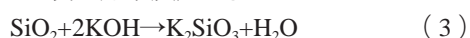


(a) SEM照片

(b) Er元素EDS-mapping照片

图9 依次经过KOH和ErCl₃溶液浸泡后的硅基陶瓷试样断面的SEM和EDS-mapping照片Fig. 9 SEM and EDS-mapping images of cross-section of silica-base ceramic sample after immersion in KOH followed by ErCl₃ solution

（a）所示陶瓷试样的断面中没发现方石英晶粒，且孔隙明显增多。这应该是由于在KOH溶液浸泡过程中，硅基陶瓷与KOH发生如下反应^[20]：



反应生成的K₂SiO₃溶于水，在浸泡和后续超声水洗过程中溶解脱出，剩余无定形SiO₂溃散成分。对图8和图9所用陶瓷试样的断面进行XRD扫描，从扫描结果（图10）可知，没有经过KOH浸泡处理的陶瓷试样呈现出明显的方石英相，而当经过KOH浸泡后，陶瓷试

样中的方石英相完全消失。这一结果进一步表明KOH浸泡致使硅基陶瓷由多晶结构转变为无定形结构。而存在于无定形SiO₂结构中的大量孔隙，如图9（a）所示，为随后的ErCl₃渗入和滞留提供了更为便利的条件和空间。如图9（b）所示，Er元素在整个断面区域均匀分布，没有发现图8（b）所示的因方石英晶粒占位所导致的Er元素缺失现象。对图9（b）所示陶瓷断面区域的EDS扫描结果显示，Er元素的质量和原子占比分别为50.01 wt.%和11.87 at.%，远高于图8（b）所示陶瓷

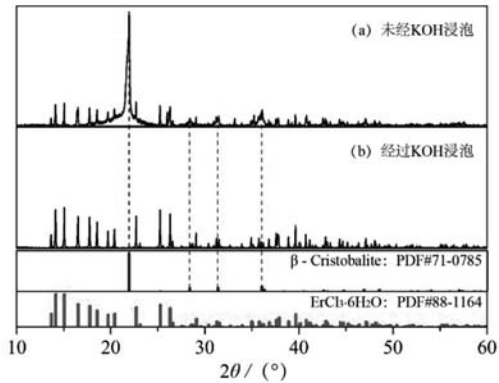


图10 经过不同KOH预处理的 ErCl_3 浸泡硅基陶瓷试样断面的XRD谱图

Fig. 10 XRD patterns of the cross-sections of ErCl_3 immersed silica-base ceramic samples with different KOH pretreating

断面区域Er元素的6.86 wt.%质量占比和0.88 at.%原子占比。KOH浸泡使Er在陶瓷中的渗入量显著增加。

3 结论

本文针对国内企业现行X射线检测技术难以满足拥有复杂内腔结构的空心涡轮叶片残芯检测需求的现状,提出利用Er的K边吸收,增强标记效果,提高残芯X射线检出度的技术思路;并对这一新技术思路进行了相应模拟研究和试验验证;此外,对具备工程应用价值的Er浸泡标记法的浸泡条件参数进行了试验研究;同时结合现行脱芯工艺,研究了KOH浸泡对Er在残芯

中渗入量的促进机理。获得以下主要结论:

(1) 选择Er作为示踪元素,可以利用Er的K边界能略低于W靶X射线特征峰能量这一特点,发挥Er对W靶K系特征谱线区域X射线的光电吸收作用,加强对X射线的衰减作用,增强对残芯的示踪效果。

(2) 选用90 kVp以下的X射线作为检测光源,借助DZ125叶片的滤波作用,使透射光子能量集中在W靶特征谱线区域,利于发挥Er的K边吸收,增强Er的示踪作用。模拟计算结果表明,当X射线管电压低于90 kVp时,附着在3.4 mm厚的DZ125合金表面,厚度为1.0 mm的20% Er掺杂 SiO_2 滤片,对X射线的衰减率大于40%。该衰减率高于75~150 kVp范围内,相同附着条件、厚度和掺杂比例下的W掺杂 SiO_2 滤片对X射线的衰减率。试验验证结果表明,当管电压为80 kVp时,附着在3.0 mm厚DZ125合金表面,厚度为0.5 mm的,20% Er掺杂 SiO_2 试样的X射线影像对比度,约是相同附着条件、厚度和掺杂比例下,W掺杂 SiO_2 试样的影像对比度的2.4倍。

(3) 选用 ErCl_3 溶液作为示踪溶液。Er在硅基陶瓷中的渗入量随 ErCl_3 溶液浓度、浸泡时间和浸泡温度的增加而增加。其中,浸泡温度和时间对Er在硅基陶瓷中的渗入量有较为明显地促进作用。较高的Er渗入量有利于提升标记效果。

(4) KOH浸泡处理使硅基陶瓷由多晶结构转变为无定形结构。无定形 SiO_2 的孔隙结构利于 ErCl_3 渗入和滞留,使Er在陶瓷中的渗入量显著增加,进一步提升了陶瓷的X射线影像对比度。

参考文献:

- [1] 曹腊梅, 汤鑫, 张勇, 等. 先进高温合金近净形熔模精密铸造技术发展 [J]. 航空材料学报, 2006, 26 (3): 238-243.
- [2] ZHANG X S, CHEN Y, HU J. Recent advances in the development of aerospace materials [J]. Progress in Aerospace Sciences, 2018, 97: 22-34.
- [3] KANYO J E, SCHAFFÖNER S, UWANYUZE R S, et al. An overview of ceramic molds for investment casting of nickel superalloys [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2020, 40 (15): 4955-4973.
- [4] LU Z L, CAO J W, JING H, et al. Review of main manufacturing processes of complex hollow turbine blades [J]. Virtual and Physical Prototyping, 2013, 8 (2): 87-95.
- [5] 康海峰, 李飞, 赵彦杰, 等. 镍基合金空心叶片浇铸用硅基陶瓷型芯的制备及性能 [J]. 航空材料学报, 2013, 33 (4): 1-8.
- [6] 李彪, 祝强, 金磊, 等. 空心涡轮叶片内腔残留型芯的检测技术 [C]//第十四届全国铸造年会暨2020中国铸造活动, 2020: 1-9.
- [7] 王倩妮, 郭广平, 顾国红, 等. 航空发动机叶片残余型芯中子照相检测 [J]. 失效分析与预防, 2021, 16 (1): 76-82.
- [8] 王飞, 李飞, 余建波, 等. 空心叶片用陶瓷型芯脱芯工艺研究现状 [J]. 中国材料进展, 2019, 38 (3): 264-270.
- [9] 李航, 温伟伟, 王胜, 等. 镍合金中铝基残芯的中子标记成像检出灵敏度 [J]. 核技术, 2012, 35 (1): 17-20.
- [10] HUDA W. Review of Radiologic Physics. Third Edition [M]. Philadelphia: Lippincott Williams & Wilkins, 2009.
- [11] 张孝玲, 熊瑛. 空心叶片残芯及异物射线检测技术 [J]. 无损探伤, 2014, 38 (5): 5-7.
- [12] ZHAO J H, WU S P, DONG Y, et al. Detection technology of micro residual core in small inner cavity of complex castings [J]. China Foundry, 2018, 15 (4): 307-313.

- [13] LASSOW E S, SQUIER D L, FAISON J A. Erbium-bearing core: US 5977007 [P]. 1999-11-02.
- [14] 杨芬芬. 空心叶片内部微量残芯的检测方法及工艺 [D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2011.
- [15] 赵俊皓. 空心涡轮叶片残芯X射线检测技术 [D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2018.
- [16] LESSARD F, ARCHAMBAULT L, PLAMONDON M, et al. Validating plastic scintillation detectors for photon dosimetry in the radiologic energy range [J]. *Medical Physics*, 2012, 39 (9): 5308–5316.
- [17] SCHNEIDER C A, RASBAND W S, ELICEIRI K W. NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis [J]. *Nature Methods*, 2012, 9 (7): 671–675.
- [18] 高祥熙, 尹伟, 顾国红, 等. 基于钷掺杂法的空心涡轮叶片残芯冷中子照相检测 [J]. *无损检测*, 2021, 43 (6): 1–5.
- [19] 潘继勇, 刘孝福, 何立明, 等. 硅基陶瓷型芯的研究进展 [J]. *铸造*, 2012, 61 (2): 174–178.
- [20] 张湛. 陶瓷型芯脱除工艺的研究 [J]. *特种铸造及有色合金*, 1983 (4): 5–9.

Principle and Method of X-Ray Detection Quality for Residual Core in Hollow Turbine Blade Enhanced by Erbium K-Edge Absorption

WU Han-chang^{1,2}, LI Ling², CAO Hong², YAO Gang², HE Ping-ni¹

(1. School of Physical Sciences, Guizhou University, Guiyang 550025, Guizhou, China; 2. Guiyang AECC Power Precision Casting Co., Ltd., Guiyang 550014, Guizhou, China)

Abstract:

In response to the urgent demand of the aviation manufacturing industry to improve the quality of X-ray detection of hollow turbine blade residual cores, this paper proposed a new technology approach to enhance the X-ray detection ability of the residual cores by utilizing the K-edge absorption of tracer elements. Through simulation calculations and experimental validation, it was clarified that using 75-90 kVp W target X-ray as the detection source and Er as the tracer element can fully utilize the K-edge absorption and significantly improved the detection effect of the residual cores. In addition, an experimental study on the immersion tagging method with practical engineering value was conducted using ErCl_3 as the tracer solution, and the mechanism of KOH immersion promoting Er penetration was studied in combination with the current removal process of residual cores. The results showed that the penetration of Er in silicon-based ceramics increased with the increase of ErCl_3 solution concentration, immersion time, and immersion temperature. The pre-immersion treatment with KOH converted the polycrystalline structure of the silicon-based ceramic into an amorphous structure, which promoted the penetration and retention of ErCl_3 , resulting in a significant increase in the penetration of Er in the ceramic. This paper provided new technical ideas and data support for the engineering application of the residual cores tagging method based on X-ray detection.

Key words:

turbine hollow blade; residual core; X-ray detection; K-edge absorption; erbium tagging