

## 熔炼次数对 M17 返回料合金成分、组织和性能的影响

董加胜 楼琅洪 张 匀 孙晓峰  
(中国科学院金属研究所, 沈阳 110016)

**摘 要** 实验结果表明, M17 铸造高温合金(% : 0.16C、8.79Cr、5.79Al、4.93Ti、3.29Mo、15.20Co、0.78V、0.015B、0.073Zr、0.002S、0.001P、0.0011O、0.0010N)经 25 kg 真空感应炉返回重熔后, Si 含量随重熔次数的增加而略有增加, 合金中主要元素和其它杂质元素 S、P、H 的含量变化不大, 而氧、氮略有增加; 合金中初生碳化物由新合金中的草书体逐渐向返回合金块状转变, 初生碳化物的遗传性堵塞合金凝固时的补缩通道, 使返回料合金的疏松倾向增大, 高温塑性下降较大。

**关键词** 铸造高温合金 M17 重复熔炼 返回合金 成分 组织 性能

## Effect of Recycled Smelting Number of Times on Chemical Composition, Structure and Mechanical Properties of Recycled Alloy M17

Dong Jiasheng, Lou Langhong, Zhang Yun and Sun Xiaofeng  
(Institute of Metal Research, Chinese Academy of Science, Shenyang 110016)

**Abstract** Test results showed that for smelting of recycled casting superalloy M17 (0.16C, 8.79Cr, 5.79Al, 4.93Ti, 3.29Mo, 15.20Co, 0.78V, 0.015B, 0.073Zr, 0.002S, 0.001P, 0.0011O, 0.0010N) by a 25 kg vacuum induction furnace, with increasing repeated smelting number of times, the Si content in alloy increased slightly, while the change of main elements in alloy and deleterious element S, P and H was not appreciable, and the O and N content tended to increase; and the morphology of primary carbides in alloy changed from Chinese script-type in fresh alloy to blocky type in recycled alloy, the inheritance of primary carbides interrupted the back feeding shrinkage passage during alloy solidification to increase the tendency of porosity formation and significantly decrease the plasticity of alloy at elevated temperature.

**Material Index** Casting Superalloy M17, Recycled Smelting, Recycled Alloy, Chemical Composition, Structure, Properties

M17 是铸造高温合金, 具有较高的综合性能和良好的铸造工艺性能。高温合金返回料的应用研究已引起越来越多的关注, 并取得了一些进展<sup>[1-3]</sup>, 在实际应用中取得了良好效果。采用精炼期过热和浇铸时使用氧化铝基泡状过滤网处理 Mar-M200 一类含 Hf 合金 100% 的铸造废料, 按铸件中显微疏松和夹杂来评定, 对于含 Hf 和不含 Hf 合金返回料, 返回料的质量和新合金料没有明显差别<sup>[4]</sup>。以上研究一般是针对使用过一次的合金废料。在实际生产管理过程中, 是否应对合金废料的应用和回收限定次

数, 取决于多次使用后合金成分、组织和性能的变化, 本文研究了多次返回重熔对 M17 合金成分、初生碳化物组织和性能的影响。

### 1 试验方法

新料和返回料熔炼均在 25 kg 真空感应炉内进行, 试验用合金成分如表 1 所示。一次返回料母合金由新料 M17 母合金铸零件, 其浇铸剩余的冒口和报废零件重新熔炼而成的合金锭, 二次返回料就是用一次返回料再浇铸零件, 剩余的冒口浇道再熔

表 1 新料和返回熔炼合金的化学成分和气体含量/%

Table 1 Chemical compositions and gas content of fresh alloy and recycled smelted alloy / %

合金	C	Cr	Al	Ti	Mo	Co	V	B	Zr	S	P	O	N	Si
新料	0.16	8.79	5.79	4.93	3.29	15.2	0.78	0.015	0.073	0.002	0.001	0.001 1	0.001 0	0.01
一返	0.15	8.78	5.72	4.90	3.27	15.2	0.78	0.014	0.072	0.002	0.001	0.001 2	0.001 5	0.02
二返	0.13	8.75	5.75	4.91	3.27	15.2	0.77	0.015	0.073	0.002	0.001	0.001 7	0.002 0	0.04
三返*	0.16	8.72	5.76	4.90	3.26	15.1	0.77	0.015	0.073	0.002	0.001	0.002 0	0.002 2	0.05
四返	0.15	8.74	5.75	4.89	3.26	15.2	0.77	0.015	0.072	0.002	0.001	0.002 2	0.002 5	0.05
纯净*	0.15	8.72	5.76	4.90	3.26	15.2	0.77	0.014	0.073	0.002	0.001	0.001 1	0.001 0	0.10

注: 三返中补加碳 0.01%; 纯净是指纯净化冶炼, 其中补加碳 0.01%, 采用真空感应冶炼双冷却工艺(精炼和终脱后分别冷冻), 精炼温度 (1 530 ± 10) °C, 真空度 0.1 Pa, 并进行钙终脱氧和 1 620 °C 熔体处理。

炼成的母合金,炼到第 4 次返回料母合金,对每一次返回料母合金都测定其化学成分、氧、氮含量、铸态合金的初生碳化物形态以及室温、高温拉伸性能。初生碳化物的获得是试样经过研磨抛光但不进行腐蚀而获得的<sup>[5]</sup>;合金纯净度的检查按 HB5406-1988《铸造高温合金锭浮渣试验方法》进行,升温到  $(1525 \pm 10)^\circ\text{C}$ ,停电,降温到  $1470^\circ\text{C}$  观察金属液面,视液面浮渣的多少判定合金纯净度的级别。

## 2 结果和讨论

### 2.1 多次返回料对化学成分的影响

由表 1 所见,随着返回次数的增加,主体元素及晶界强化微量元素 Zr、B、V 含量变化不大,返回重熔过程中不添加 B、Zr、V 是可行的。从新料到 4 次返回料,氧、氮的质量分数都明显增加,氧、氮含量从使用全新料的 0.001 1%、0.001 0%,分别增至 4 次返回料的 0.002 2%、0.002 5%。返回料中氧、氮高于新料,因为新料中氧、氮以氧化镍、氧化铬等形式存在,易于去除,只要熔炼时加入碳并保持较高的真空度,即可从钢液中大部分去除;而返回料中氧、氮与

钛、铝、锆等元素化合,极其稳定,熔炼时不易去除。第 5 次熔炼返回料时采用了纯净化冶炼工艺,取得了明显的效果,氧、氮的质量分数分别降至 0.001 1% 和 0.001 0%。浮渣检验表明了返回次数对合金纯净度的影响。用新料熔炼的合金纯净度很好,基本没有浮渣,随着原料返回次数的增加,合金的纯净度越来越差。用新料和 1 次返回料熔炼的合金纯净度达 22 级以上,用第 2、3 次返回料熔炼的合金液面有明显的浮渣,纯净度低于 22 级,第 5 次返回料熔炼时因采用了纯净化冶炼工艺,有效地去除了合金中的气体,所以液面也比较干净,纯净度达 22~24 级。

### 2.2 多次返回料对合金初生碳化物组织的影响

如图 1(a) 所示,在新料中的初生碳化物多为草书体排列并呈片条状,而返回料中[图 1(b, c, d)]则以块状为主,随返回次数的增加块化趋势更加明显,到第 4 次返回料[图 1(d)]则已经完全变成块状了。经过计算碳化物的宽长比,可知在二次返回料中其宽长比已经接近方块状了,证明大多数的

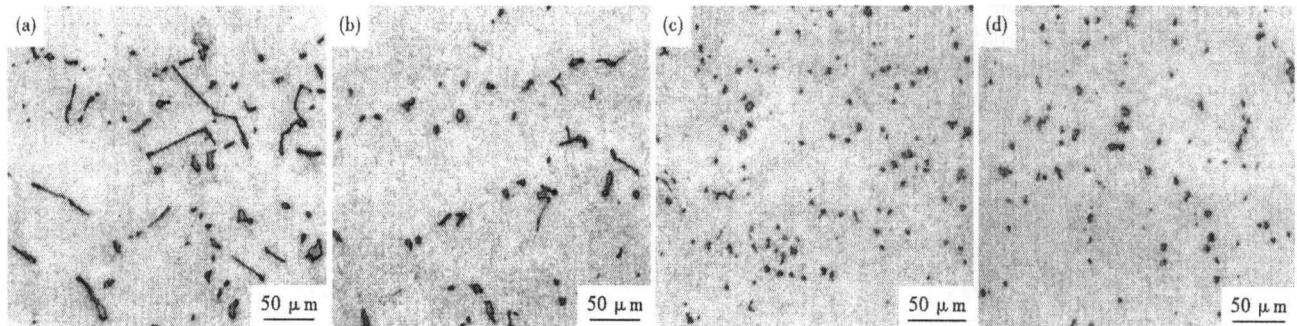


图 1 返回熔炼次数对 M17 合金片 MC 初生碳化物形态的影响:(a)新合金;(b)1 次;(c)3 次;(d)4 次返回熔炼合金

Fig. 1 Effect of repeated smelting number of times on morphology of primary carbide MC in fresh alloy (a); 1st (b), 3rd (c) and 4th (d) recycled smelting alloy M17

MC 初生碳化物由新料的片条状变成了块状。

### 2.3 返回料次数对力学性能的影响

由图 2 可见,随着返回次数的增加,高温强度略有降低,但变化不大,塑性急剧下降,从第 2 次返回料开始,塑性基本上就难以达到技术指标要求了 ( $900^\circ\text{C} R_m \geq 637 \text{ MPa}, A \geq 6\%, Z \geq 8\%$ )。合金室温性能如表 2 所示,变化不大,塑性略有下降。

### 2.4 讨论

经返回熔炼后 M17 合金的高温塑性下降很大,断口和横截面有很多疏松,通过降低浇铸温度,在返回料重熔过程中这种疏松并未见显著减少,在疏松的边缘及通道上有很多的块状初生碳化物存在(图 3),这种碳化物的存在严重的堵塞了钢液凝固时的

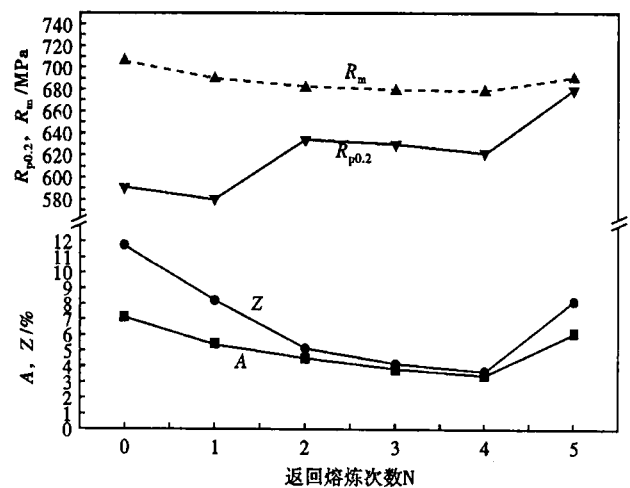


图 2 返回熔炼次数对 M17 合金 900 °C 高温拉伸性能的影响  
Fig. 2 Effect of recycled smelting number of times on high temperature tensile properties of alloy M17 at 900 °C

补缩通道(图 4a),促进了疏松的进一步发展。在新料中这种现象较少见到,分析表明,这种块状的碳化物为返回料重熔过程中在钢液中并未熔化净的原有碳化物颗粒形成的。从图 4(b)中可以看到,在返回料中的初生碳化物中一般都存在有一个核心<sup>[6]</sup>,能谱分析证明,其是氮化物,这也是一般意义上熔化处理难以消除碳化物遗传效应的原因之一。

表 2 返回料次数对 M17 合金室温力学性能的影响  
Table 2 Effect of recycled smelted number of times on mechanical properties of alloy M17

合金熔炼次数	$R_m$ /MPa	$A$ /%	$Z$ /%
新	1 071	11.6	10.9
1	1 093	11.2	9.8
2	1 050	10.8	8.8
3	1 071	10.8	8.5
4	1 010	8.9	8.3
纯净化	1 004	12.0	16.5

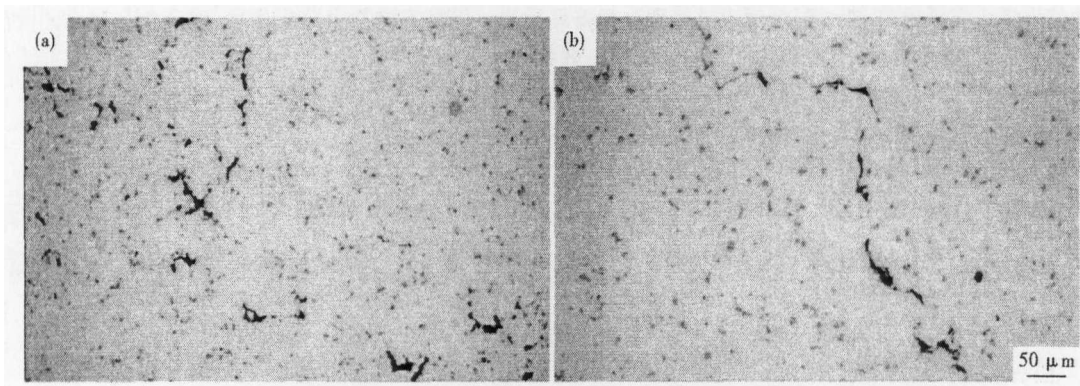


图 3 返回料熔炼 M17 合金宏观组织及其疏松:(a) 1420 °C 浇铸;(b) 1390 °C 浇铸

Fig. 3 Macrostructure and porosity of recycled smelted alloy M17: casting at 1420 °C (a) and casting at 1390 °C (b)

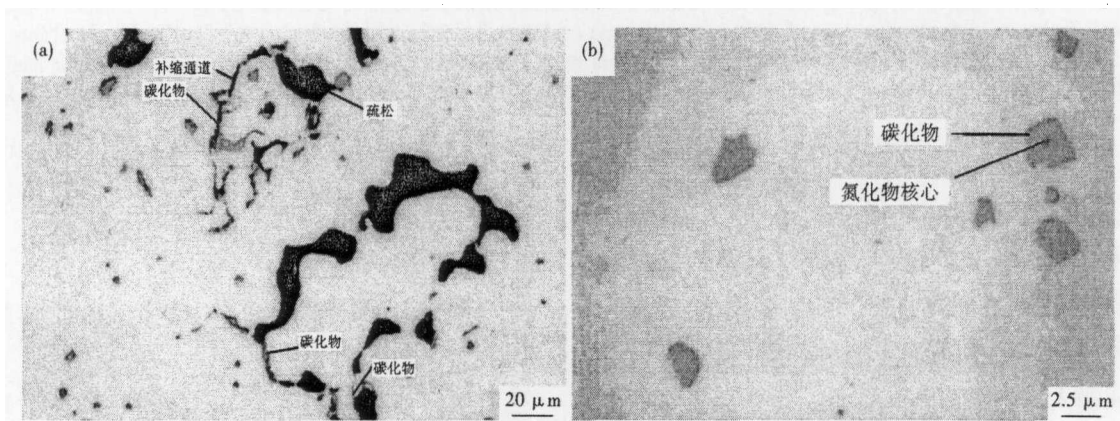


图 4 初生碳化物堵塞补缩通道导致的疏松(a);初生碳化物中氮化物的核心(b)

Fig. 4 Porosity caused by primary carbides interrupted back feeding shrinkage passage (a); nitride core in primary carbides (b)

### 3 结论

(1) M17 合金料经 4 次返回熔炼后,主体元素及微量元素 Zr、B、V 含量变化不大。

(2) 氧、氮含量随返回料返回次数的增加明显上升。采取纯净化冶炼后,合金的氧、氮含量明显下降,但合金的显微疏松依然大量存在。

(3) 随着返回料返回次数的增加,合金的高温塑性下降很多,严重偏离了指标,不经纯净化处理的合金是不能继续使用,而合金的室温性能下降不大,究其原因是高温塑性对显微疏松较敏感所致。

(4) 返回料最好是经纯净化处理后与新料搭配使用,这样能够确保合金接近新料的性能水平。

### 参考文献

- 1 谢多洛夫 B B. 铸造高温合金冶炼工艺中的冶金原则. 航空材料学报,1996,11(增刊):6
- 2 袁超,郭建亭,王铁利,等. 返回料添加比例对铸造钴基高温合金 K640S 组织与性能的影响. 金属学报,2000,39(9):961
- 3 陈荣章,王罗宝,王玉屏. 高强度定向凝固高温合金 DZ22 的研究与应用. 航空材料学报,1991,11(1):1
- 4 Viatour J P, Drapier J M. Casting Condition, Microstructure and Creep properties of MAR-M-002 Blades. High Temp. Alloys for Gas Turbines,1982:875
- 5 蔡玉林,郑运荣. 高温合金的金相研究. 北京:国防工业出版社,1986
- 6 Fegans, Kattamis T Z, Morral J. Variation of MC Carbide Geometry with Local Solidification Time in Cast Inconel 713C Alloy. Mater Science,1975,10(7):103

董加胜(1973-),男,硕士,高级工程师,高温合金铸造及纯净化处理。

收稿日期:2007-11-29