

· XXXX ·



冷坩埚悬浮熔炼制备 K465 高温合金的组织及力学性能

潘 涛, 张华霞, 马秀萍, 于 昂, 吴柯汉

(北京航空材料研究院股份有限公司, 北京 100094)

摘 要:冷坩埚悬浮熔炼(CCLM)技术采用水冷铜坩埚而非耐火材质坩埚作为熔炼容器,可以有效解决高温熔体侵蚀坩埚的问题,适合于制备超高纯净度金属材料。本研究使用该工艺制备 K465 镍基铸造高温合金,当熔炼室真空度低于 0.01 Pa 时,通入高纯氩气开始熔炼,待金属原材料化清后精炼 10 min。最终制备的 K465 高温合金主元素含量可以满足合金成分要求,并且成分均匀性较好。合金中杂质元素 $w[\text{O}]$ 、 $w[\text{N}]$ 均为 0.000 3%, $w[\text{S}]$ 仅 0.000 049%。铸态合金的微观组织主要为 γ 相、 γ' 相、 $(\gamma+\gamma')$ 共晶相以及富含 Ti、W、Nb、Mo 的块状或条状碳化物,这与真空感应熔炼制备的合金微观组织一致。合金的室温抗拉强度大于 1 000 MPa、伸长率大于 5%,合金在 975 °C、225 MPa 条件下的高温持久寿命大于 45 h。研究结果表明,冷坩埚悬浮熔炼技术可以制备出高纯净度的 K465 镍基铸造高温合金,具备优异的力学性能,为高温合金纯净化熔炼提供了新思路。

关键词:悬浮熔炼; K465 高温合金; 纯净度; 微观组织; 力学性能

DOI:10. 20057/j. 1003-8620. N260113 **中图分类号:**TF133

Microstructure and Mechanical Properties of K465 Superalloy Prepared by Cold Crucible Levitation Melting

Pan Tao, Zhang Huaxia, Ma Xiuping, Yu Ang, Wu Kehan
(Beijing Baimtec Material Co., Ltd., Beijing 100094, China)

Abstract: The cold crucible levitation melting (CCLM) technology uses a water-cooled copper crucible instead of a refractory crucible as the melting container, which can effectively solve the problem of corrosion of the crucible by the high temperature melt, and is suitable for the preparation of ultra-high purity metal materials. In this work, the K465 nickel-based cast superalloy is prepared by CCLM technology. When the vacuum level in the melting chamber is lower than 0.01 Pa, high-purity argon gas is introduced to start smelting. After the metal raw materials are completely melted, refining is performed for 10 minutes. The results of the chemical composition test indicate that the contents of the main elements in the alloy fully meet the standard compositional requirements and the compositional uniformity is excellent. The impurity contents of oxygen $w[\text{O}]$ and nitrogen $w[\text{N}]$ in the alloy are both controlled at 0.000 3%, while the sulfur $w[\text{S}]$ content is as low as 0.000 049%. The microstructure of the as-cast alloy primarily consists of γ matrix phase, γ' strengthening phase, $(\gamma + \gamma')$ eutectic phase, as well as bulk and strip-shaped carbides enriched in titanium (Ti), tungsten (W), niobium (Nb), and molybdenum (Mo), which is consistent with the microstructural characteristics of the alloy prepared by vacuum induction melting (VIM). Mechanical property tests demonstrate that the K465 superalloy prepared by CCLM exhibits a room-temperature tensile strength exceeding 1 000 MPa and an elongation above 5%. Moreover, the high temperature rupture life of alloy achieves more than 45 h under the service condition of 975 °C and 225 MPa. The research results show that the cold crucible levitation melting technology can prepare high-purity K465 nickel-based cast superalloy, which has excellent mechanical properties. This study provides an innovative technical approach for the melting of ultra-high purity superalloys.

Key Words: Levitation Melting; K465 Superalloy; Purity; Microstructure; Mechanical Properties

纯净度是评价高温合金品质的重要指标,一直是高温合金领域的研究重点。随着航空发动机、燃气轮机等高端装备的飞速发展,相关制造业对于超高纯净度高温合金的需求愈发迫切,探索新的高温合金纯净化熔炼工艺具有战略意义。目前,高温合金的主流制备方式是真空感应熔炼(VIM),通过控

制原材料杂质元素含量^[1-2]、提高熔炼真空度^[3-5]、优化精炼参数^[4-6]等方法可以有效提高合金的纯净度。VIM 过程中坩埚与高温熔体发生反应会引入非金属夹杂物,影响合金锭的品质。关于高温合金与坩埚反应机理的研究为坩埚材质选择、熔炼工艺优化提供了方向,在一定程度上可以缓解熔炼过程的坩埚

基金项目: 北京航空材料研究院股份有限公司自主立项项目(No.ZC00RZ2503)

作者简介: 潘 涛(1994—),男,博士,工程师; **E-mail:**pt_621@126.com; **收稿日期:** 2026-07-26

Editorial Office of Special Steel. OA under CC BY-NC-ND 4.0

侵蚀现象^[7-8],但是无法彻底消除坩埚耐火材料污染合金的风险。这也成了制约高温合金纯净化熔炼技术发展的重要问题。

冷坩埚悬浮熔炼(CCLM)工艺将水冷铜坩埚置于高频感应线圈产生的交变磁场中,通过坩埚开缝(分瓣)使电磁场进入坩埚内部,从而在金属导体内部形成感应电流使其熔化^[9-11]。在电磁力作用下将高温熔体推向中心使其与铜坩埚内壁分离,仅熔体底部与铜坩埚小范围接触,整个熔炼过程中熔体近似于悬浮状态。由于CCLM不使用耐火材质坩埚,有效解决了合金熔炼过程的坩埚侵蚀问题,适合于制备高纯度金属材料。该技术已经在高纯度靶材、TiAl金属间化合物、NiTi记忆合金等活泼金属制备领域得到广泛应用^[12-14]。在高温合金领域,研究发现,采用CCLM对高温合金锭进行二次重熔,可以使夹杂物在顶部聚集^[15-16],有利于提高合金锭纯净度。目前,关于使用CCLM技术直接熔炼金属材料制备高温合金的研究报道较少,该工艺路线的可行性有待探索。

以K465镍基铸造高温合金为研究对象,采用CCLM技术制备合金锭,对合金锭的化学成分、微观组织、力学性能进行检测分析,验证悬浮熔炼工艺路线的可行性。

1 实验合金和方法

1.1 合金制备

使用一台容量20 kg的CCLM炉将制备K465高温合金所需要的金属原材料熔炼成合金锭。熔炼开始前先将熔炼室真空度抽至 10^{-2} Pa以下,再充入高纯氩气,之后开始通电熔炼,待物料完全熔化后精炼10 min,最后,高温熔体在水冷铜坩埚中凝固得到合金锭。图1为K465合金CCLM过程中拍摄的高温熔体照片,在电磁力的作用下熔体与铜坩埚内壁分离。为了保证合金中化学成分的均匀性,熔炼结束后将凝固的合金锭顶部与底部翻转后再次放入坩埚中进行一次重熔。

1.2 合金锭检测

采用线切割、车削等加工方式对CCLM制备的K465高温合金锭进行取试样、取试末。采用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP)测定合金中Cr、Ni、Co、Mo、Al、Ti、W、Nb、Zr、Ce、Y、B主元素含量,采用红外吸收法测定合金中的C、O元素含量,采用热导法测定合金中的N、H元素含量,采用辉光放电质谱法(GDMS)测定合金中其他杂质元素含量。

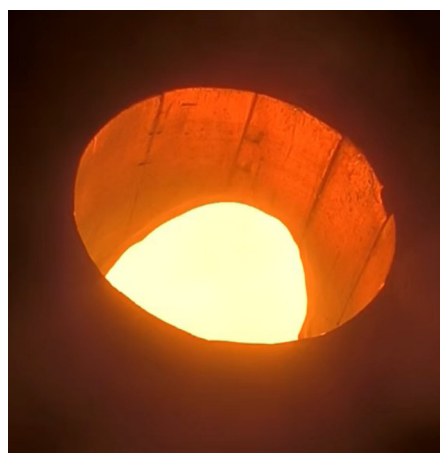


图1 K465合金冷坩埚悬浮熔炼过程的高温熔体
Fig. 1 High-temperature melt of K465 superalloy during cold crucible levitation melting process

从合金锭上取10 mm×10 mm×10 mm的试块,经打磨、抛光制备成金相试样,之后使用体积比1:2:2的硝酸、氢氟酸、甘油混合溶液进行腐蚀处理。采用场发射扫描电子显微镜(SEM)对合金的微观组织形貌进行观察,并使用能谱仪(EDS)对析出相的化学成分进行检测分析。

为了评价合金的力学性能,使用一台30 kg的真空感应熔炼炉将合金锭重熔浇注为成型试棒,之后对试棒进行热处理,热处理制度为:1 210 °C/4 h,空冷。最后将热处理后的试棒加工成力学性能试样,分别测试其室温拉伸性能和975 °C、225 MPa条件下的高温持久性能。

2 结果与分析

2.1 CCLM制备K465高温合金的化学成分

CCLM制备的K465合金锭纵剖面如图2(a)所示,合金锭内部存在缩孔,这是由于熔炼结束后高温熔体直接在水冷铜坩埚中快速凝固,并且没有采取任何补缩措施。从合金锭内部不同位置取样进行化学成分分析,具体取样方案如图2(b)所示,覆盖横向和纵向5个不同位置,编号1#-5#。各个位置的主元素检测结果见表1,均满足K465合金的化学成分要求,并且元素分布的均匀性较好。

K465高温合金锭中杂质元素以及气体元素O、N、H的测定结果见表2,由表2可以看出,CCLM对于合金中杂质元素含量控制较好,特别是 $w[S]$ 仅为0.000 049%。此外,合金中气体元素含量较低, $w[O]$ 和 $w[N]$ 均为0.000 3%, $w[H]$ 为0.000 1%。这

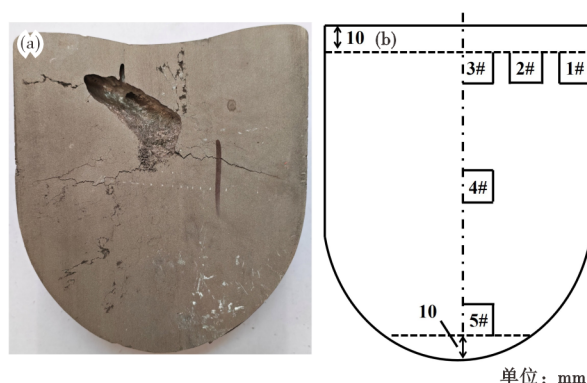


图2 合金锭纵剖面及取样位置示意图:(a)纵剖面,(b)取样位置

Fig. 2 Longitudinal section of the ingot and schematic diagram of sampling position:(a)longitudinal section,(b)sampling position

表1 K465 高温合金不同位置主元素检测结果(质量分数)

Table 1 Contents of main elements at different positions of K465 superalloy

%

试样号	C	Cr	Co	Mo	Al	Ti	W	Nb	Ce	Y	Zr	B
范围	0.13~0.20	8.00~9.50	9.00~10.50	1.20~2.40	5.10~6.00	2.00~2.90	9.50~11.00	0.80~1.20	≤0.02	≤0.01	≤0.040	≤0.035
1#	0.192	8.79	10.09	1.52	5.45	2.59	9.85	1.01	0.004	0.0012	0.021	0.017
2#	0.185	8.76	10.07	1.52	5.42	2.58	9.84	1.00	0.004	0.0011	0.020	0.016
3#	0.192	8.76	10.05	1.52	5.43	2.58	9.82	1.00	0.004	0.0011	0.021	0.016
4#	0.182	8.81	10.16	1.52	5.45	2.56	9.97	1.00	0.004	0.0011	0.020	0.016
5#	0.190	8.85	10.20	1.54	5.46	2.60	10.01	1.01	0.004	0.0011	0.021	0.016

是由于铜坩埚内壁表面无耐火材料,当高温熔体与其直接接触时不会发生侵蚀反应,从而避免将氧化物杂质引入合金中。上述化学元素分析结果表明,采用CCLM工艺可以制备出高纯净度的K465高温合金。

表2 K465 高温合金杂质元素和气体元素检测结果(质量分数)

Table 2 Contents of impurity elements and gaseous elements in K465 superalloy

%

元素	含量	元素	含量
Fe	0.002 1	Se	0.000 081
Si	0.000 99	Te	<0.000 001
Mn	0.000 059	Tl	<0.000 001
S	0.000 049	V	0.000 64
P	0.000 073	Hf	0.000 63
Pb	<0.000 005	O	0.000 3
Bi	<0.000 001	N	0.000 3
Ag	0.000 025	H	0.000 1

2.2 CCLM 制备 K465 高温合金的微观组织

图3为使用SEM观察到的合金锭铸态微观组织形貌,CCLM制备的K465合金锭微观组织主要包括

γ 相、 γ' 相、 $(\gamma+\gamma')$ 共晶相以及块状和条状的碳化物。对比文献中采用真空感应熔炼制备的K465合金微观组织^[17-19],CCLM和VIM两种熔炼方式制备的合金铸态微观组织类型相同。使用能谱仪对合金中的碳化物成分进行检测分析,图4为碳化物的EDS面扫结果,主要富含的金属元素为Ti、W、Nb、Mo。

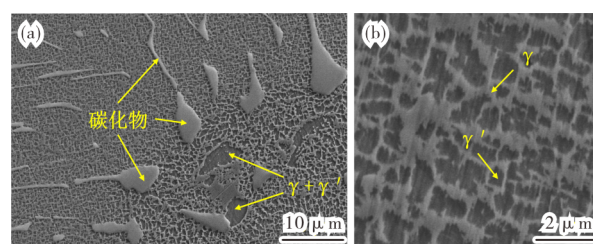


图3 冷坩埚悬浮熔炼制备的K465合金铸态微观组织:(a)2000倍,(b)5000倍

Fig. 3 As-cast microstructure of K465 superalloy prepared by cold crucible levitation melting:(a)2000×,(b)5000×

2.3 CCLM 制备 K465 高温合金的力学性能

对热处理态K465合金的室温拉伸性能和975℃/225 MPa条件下高温持久性能进行了测试,为了确保测试结果的准确性,每项测试内容分别使

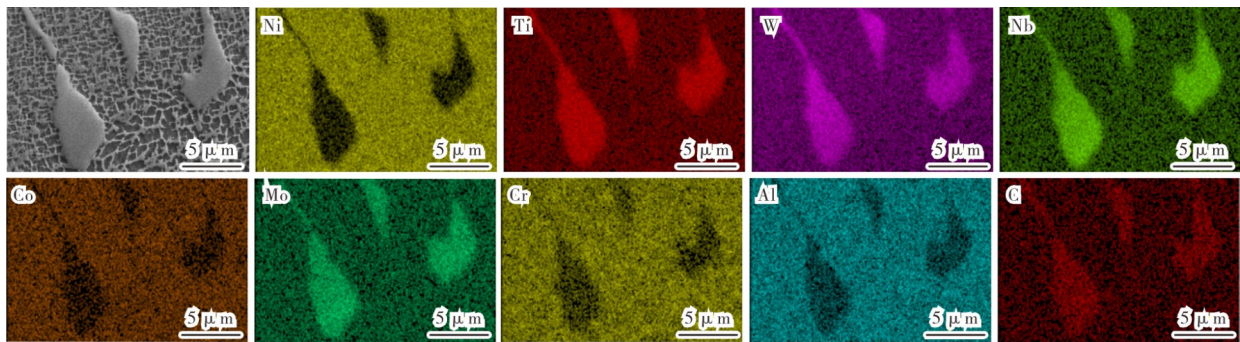


图4 K465合金中碳化物成分
Fig. 4 Carbide composition in K465 superalloy

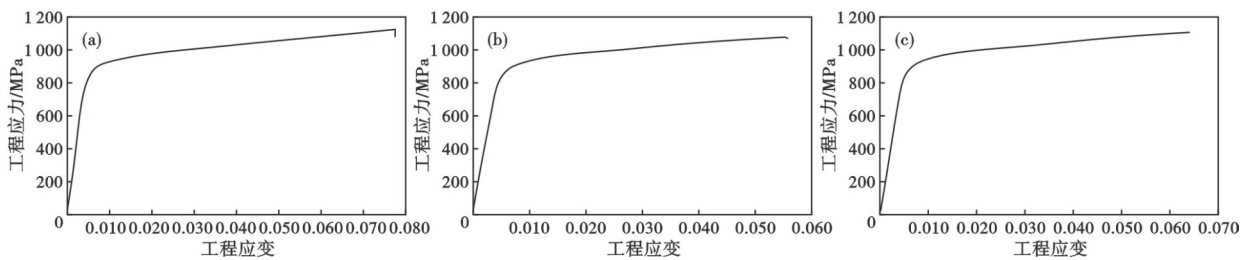


图5 室温拉伸过程的应力-应变曲线:(a)1#试样,(b)2#试样,(c)3#试样
Fig. 5 Stress-strain curves of tensile tests at room temperature: (a)1# sample, (b)2# sample, (c)3# sample

表3 K465高温合金力学性能检测结果
Table 3 Mechanical properties of K465 superalloy

室温拉伸				975℃/225MPa高温持久		
试样号	测试内容	抗拉强度/MPa	伸长率/%	试样号	测试内容	持久寿命/h
	性能要求	≥830	≥3		性能要求	≥40
1#	测试结果	1 130	8.5	4#	测试结果	49.45
2#		1 080	5.5	5#		47.18
3#		1 120	6.5	6#		56.55

用3个力学试样开展平行试验,图5为室温拉伸过程合金的应力-应变曲线。力学性能的检测结果见表3,对照《中国高温合金手册》中关于K465合金的力学性能要求^[20],CCLM制备的K465合金可以满足技术要求。结合前面章节关于合金化学成分以及微观组织的检测分析结果,研究表明,CCLM技术可以应用于高温合金熔炼领域,为制备超高纯净度高温合金提供了新的工艺思路。

3 结论

采用CCLM技术制备K465镍基铸造高温合金,

对其化学成分、微观组织及力学性能进行检测分析,主要结论如下:

1)制备的K465合金纯净度较好, $w[\text{O}]$ 、 $w[\text{N}]$ 、 $w[\text{H}]$ 气体含量分别为0.0003%、0.0003%、0.0001%, $w[\text{S}]$ 含量为0.000049%;

2)制备的K465合金铸态微观组织主要包括 γ 相、 γ' 相、 $(\gamma+\gamma')$ 共晶相以及富含Ti、W、Nb、Mo元素的碳化物;

3)制备的K465合金力学性能优异,室温抗拉强度大于1000MPa,975℃、225MPa高温持久寿命大于45h。

参考文献

[1] 姜周华, 张新法, 刘福斌, 等. 镍基高温合金生产用原材料有害杂质的控制[J]. 钢铁, 2017, 52(9): 1-10.
[2] 赵 帅, 金开锋, 乔 峰, 等. 燃机用高纯净度IN792母合金工业制备及其性能研究[J]. 铸造设备与工艺, 2025(1): 30-34+66.
[3] 韩 旭, 姚志浩, 杨玉军, 等. 镍基高温合金关键熔炼工艺及

- 其质量控制策略[J]. 特殊钢, 2025, 46(6): 54-71.
- [4] 张春晓, 李树索, 吴华杰, 等. 镍基铸造高温合金 Ni80Cr20 和 NiCoCrMoX 真空感应熔炼过程中 Se 元素的控制研究[J]. 大型铸锻件, 2024(6): 40-43+78.
- [5] 郑 亮, 张国庆, 张利冲, 等. 高温合金制备工艺精确定制: 策略、方法与验证[J]. 航空材料学报, 2025, 45(5): 1-25.
- [6] 王建桥, 何钦生, 李 方, 等. 退火工艺对 Haynes 282 高温合金丝材组织及性能的影响[J]. 特殊钢, 2026, 47(4): 87-95.
- [7] 郭 佳, 陈光耀, 邓少文, 等. Al_2O_3 和 MgO 耐火材料与高温合金界面反应差异性研究[J]. 耐火材料, 2026, 60(3): 185-191.
- [8] 刘星立, 邢一丹, 黄潇阳, 等. 真空感应熔炼高温合金与坩埚耐火材料相互作用的研究进展[J]. 耐火材料, 2025, 59(6): 536-541.
- [9] 宋青竹, 董 辉, 鄂东梅, 等. 电磁悬浮真空熔铸技术进展[J]. 真空, 2019, 56(6): 43-48.
- [10] Bojarevics V, Pericleous K, Harding R A, et al. The development and experimental validation of a numerical model of an induction skull melting furnace [J]. Metallurgical and Materials Transactions B, 2004, 35(4): 785-803.
- [11] 李 磊, 张 森. 真空悬浮熔炼技术[J]. 冶金设备, 2015 (5): 13-17.
- [12] 冯 涤, 骆合力, 邹敦叙, 等. 冷坩埚感应悬浮熔炼技术[J]. 钢铁研究学报, 1994, 6(4): 24-30.
- [13] Spirlet J C, Wellum R. A new multi-purpose furnace for the preparation of compounds, alloys and single crystals[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 2004, 521(1): 239-241.
- [14] 陈瑞润, 丁宏升, 毕维生, 等. 电磁冷坩埚技术及其应用[J]. 稀有金属材料与工程, 2005, 34(4): 510-514.
- [15] Gao X Y, Zhang L, Qu X H, et al. Application of levitation melting to the separation of oxide inclusions from nitrides and carbides in Ni-based superalloy [J]. Metallurgical Research & Technology, 2020, 117(2): 206.
- [16] Gao X Y, Zhang L, Zhang L F, et al. Non-metallic inclusions in a superalloy during refining through cold crucible levitation melting process[J]. Metallurgical Research & Technology, 2022, 119 (2): 207.
- [17] 冯文静, 王立军, 崔利民, 等. 添加 Ce 和 Y 稀土元素铸造 K465 合金组织与性能[J]. 铸造技术, 2025, 46(6): 576-581.
- [18] Liu Y, Wang L N, Liang J J. Effect of melt temperature on the quasi-equilibrium solidification of K465 Ni-based superalloy [J]. Journal of Materials Research and Technology, 2024, 30: 4487-4495.
- [19] Zhang L H, Xing W J, Luo Y S, et al. Synergistic influence of cerium and yttrium micro-addition on microstructure and mechanical tensile properties of K465 nickel based superalloy [J]. Materials Letters, 2024, 369: 136742.
- [20] 中国金属学会高温材料分会. 中国高温合金手册[M]. 北京: 中国标准出版社, 2012: 234.