

# 1050 ~ 1100 大气下等温锻造用模具材料 DM02 合金研究

Study on DM 02 Alloy Used as Die Material for Iso-thermal Forging at 1050 ~ 1100 in Air

肖程波, 宋尽霞, 韩雅芳, 李 青,  
王定刚, 余 乾, 曲士昱 (北京航空材料研究院, 北京 100095)  
XIAO Cheng-bo, SONG Jin-xia, HAN Ya-fang, LI Qing,  
WANG Ding-gang, YU Qian, QU Shi-yu  
(Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

**摘要:** 扫描电镜和能谱技术研究结果表明, DM 02 合金的组成相为  $\gamma$  相、 $\gamma'$  相、MC 碳化物和  $M_6C$  碳化物, 合金中的 Hf 能减少大块尺寸的  $M_6C$  碳化物, 从而提高合金的强度和塑性。按照模具材料的使用要求, 研究了 DM 02 合金的高温拉伸、压缩、持久、冷热疲劳及抗氧化性能。结果表明, DM 02 的 1050 拉伸屈服强度为 485MPa, 1050 压缩屈服强度达 700MPa, 1100 持久性能比 K21 合金高约 40%, 1050 冷热疲劳性能明显优于 K21 合金, 1050 /100h 静态抗氧化性能达到完全抗氧化级, 是适合于 1050~1100 大气下使用的模具材料, 其使用温度比国内目前使用温度最高的模具材料 K21 合金高约 50 。

**关键词:** Ni 基高温合金; 等温锻造; 模具材料; 1050 ~ 1100

中图分类号: TG132.32 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381 (2005) 02-0044-04

**Abstract:** The microstructure of alloy DM02 was consisted of  $\gamma$ ,  $\gamma'$ , MC and  $M_6C$  according to the analysis of scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectrum (EDS). The presence of Hf can improve the strength and ductility of the alloy by decreasing the volume percentage of  $M_6C$  with big size. The high temperature oxidation resistance and main mechanical properties, such as tensile properties, compressive properties, stress rupture properties and thermal fatigue properties of alloy DM02 were measured to meet the needs of die materials for iso-thermal forging. The tensile and compressive yield stress of alloy DM02 at 1050 is 485MPa and 700MPa, respectively. The stress rupture life of alloy DM02 at 1100 is 40% higher than that of alloy K21. The thermal fatigue properties and oxidation resistance of alloy DM02 at 1050 are much better than that of alloy K21. The results show that alloy DM02 is suitable for using as die material in air with the operating temperature up to 1050 ~ 1100, which is about 50 higher than the temperature capability of alloy K21.

**Key words:** Ni based superalloy; iso-thermal forging; die material; 1050 ~ 1100

等温变形是高温结构材料制件的主要成型工艺<sup>[1,2]</sup>, 而大气下等温锻造的关键是模具材料, 镍基粉末高温合金, 如 FGH95, FGH96, Rene 95, Rene 88DT, CH-98 等合金以及更先进的金属间化合物 (TiAl 等) 的变形温度都在 1050 以上<sup>[3]</sup>, 所以对 1050 以上温度使用的等温变形模具材料的研究与应用是国内外相关专业共同关心的方向。

国内外研究开发了大量的高温合金模具, 如欧美的 IN100, MAR-M-200, X-40, Udimet 700, Inconel713C, 俄罗斯的 6, 6, -1, -2, 114 以及中国的 K3, K465, K21 等, 这些合金除

K21 外, 合金的使用温度都在 1000 以下, K21 合金极限使用温度能达 1050 。

欧美利用钼基合金作为 1050 以上的模具材料, 其变形温度可达到 1200<sup>[4]</sup>, 应变速率为  $10^{-3} \sim 10^{-2} s^{-1}$ , 已经批量生产以 IN100, Rene 95, Rene 88DT 镍基合金为主的涡轮盘。但钼基合金 (TZM) 模具要求真空条件, 需要建立完善的全封闭等温锻造设备, 投资巨大。

国内自行研制的第二代粉末合金 FGH96 的变形温度为 1070 左右, 目前国内由于不具备全封闭等温锻造设备及 1050 以上使用的模具材料, 还难以满足大

直径粉末涡轮盘等温锻造的要求, 所以为满足粉末镍基涡轮盘以及更先进的金属间化合物 (TiAl 等) 的等温成形, 研究 1050 ~ 1100 大气下使用的模具材料具有重要的现实意义。

本工作在“863”计划和航空基金的资助下研究开发了承温达 1100 的 DM 02 合金, 并按照模具材料的使用要求, 研究了 DM 02 合金的主要力学性能和物理化学性能。

## 1 实验方法

DM 02 合金采用双真空感应熔炼法, 先在真空感应炉中熔炼成直径 75 ~ 80 mm 的母合金锭, 然后在真空感应熔炼炉中重熔浇注。为了对比研究, 按同样的方法制做 K 21 合金的试棒和试块。

用于持久和拉伸试样在工作部位尺寸为  $\phi 8\text{ mm} \times 25\text{ mm}$ , 持久性能按 HB5150-96 测试, 实验在大气下进行, 设备为固定载荷蠕变实验机, 实验温度精度控制在  $\pm 5$  ; 拉伸性能按 GB/T 4338-1995 测试。压缩试样尺寸为  $\phi 8\text{ mm} \times 12\text{ mm}$ , 实验在 Gleeble 3500 热模拟实验机上进行, 实验温度为 1050 ~ 1100 , 合金的变形速率为  $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (此速率为高温合金等温锻造常用的变形速率)。抗氧化实验的试样尺寸为  $30\text{ mm} \times 10\text{ mm} \times 1.5\text{ mm}$ , 按 HB5258-2000 测试合金的 1050 /100h 的静态抗氧化性能, 实验在大气下进行, 采用重量增重法评定合金的抗氧化性。

抛光后的微观分析试样在硝酸 氢氟酸 甘油 = 1 : 2 : 2 的溶液中浸蚀, 然后在带有能谱的 JSM-5600LV 型扫描电镜下观察。

## 2 实验结果和讨论

### 2.1 DM02 合金的微观组织

DM 02 合金是复杂合金化的镍基高温合金, 采用 Mo, W 等高熔点元素进行固溶强化基体  $\gamma$  相和  $\gamma'$  相,

Al, Ti, Nb, Ta 等形成  $\gamma'$  相及少量的碳化物进行第二相强化, C, B, Zr 等元素进行晶界强化, 同时添加微量 Y 以细化组织和改善抗氧化性能。图 1 为铸态 DM 02 合金的背散射电子图像。由图 1 可见, 其微观组织主要由  $\gamma + \gamma'$ 、初生  $\gamma'$  (深灰色) 以及碳化物相 (白亮色) 组成。能谱 (EDS) 定量分析结果表明, DM 02 合金中存在两种碳化物, 图 1 中大块、锚状碳化物富集 Mo, W, 为初生  $\text{M}_6\text{C}$  相; 小块、骨架状碳化物富集 Ti, Nb, Ta, 为 MC 相。大块的初生  $\text{M}_6\text{C}$  相对合金的强度和塑性均有不利影响, 因为一方面  $\text{M}_6\text{C}$  相中富集 W, Mo 等合金化元素, 使其对基体的固溶强化作用减弱; 另一方面  $\text{M}_6\text{C}$  相本身硬而脆, 难以和基体协调变形, 对合金的塑性不利。由于 Hf 是 MC 碳化物的强形成元素, Hf 的添加将促进 MC 相的析出, 同时抑制大块初生  $\text{M}_6\text{C}$  相的形成, 因而 DM 02 合金中适量 Hf 的存在有利于改善合金的塑性和铸造工艺性能。

### 2.2 DM02 合金的高温抗氧化性能

图 2 显示了 DM 02 与 K 21 合金在 1050 氧化 100h 的氧化动力学曲线, 在整个氧化实验过程中, K 21 合金的氧化增重明显高于 DM 02 合金, 最终的增重量约为 DM 02 合金的 2.5 倍。表 1 为按照 HB5258-2000 的实验方法测得的两种合金氧化 50 ~ 100h 的平均氧化速度和单位面积氧化皮脱落量, 可见, K 21 合金的氧化增重速率是 DM 02 合金的 3 倍多, DM 02 合金的氧化皮脱落量略高于 K 21 合金的, 但均小于  $1.0 \text{ g/m}^2$ 。按照 HB5258-2000 的规定, DM 02 合金的 1050 抗氧化性能为完全抗氧化级, 而 K 21 合金为 1050 抗氧化级。可见 DM 02 合金的 1050 抗氧化性能比 K 21 合金高一个数量级。

### 2.3 DM02 合金的高温拉伸和压缩性能

DM 02 合金 900, 1000, 1050, 1100 的拉伸性能如表 2 所示, K 21 合金的 1050 和 1100 拉伸性能

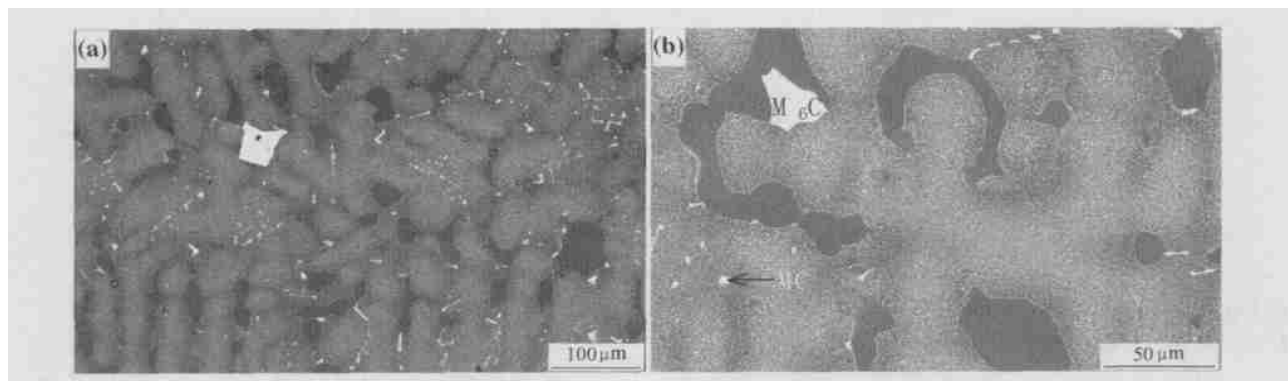


图 1 铸态 DM 02 合金的背散射电子图像 (a) 低倍; (b) 高倍  
Fig. 1 Back scattered electron image (BSEI) of as-cast DM 02 alloy  
(a) low magnification; (b) high magnification

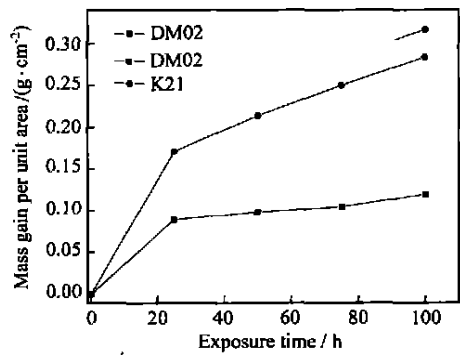
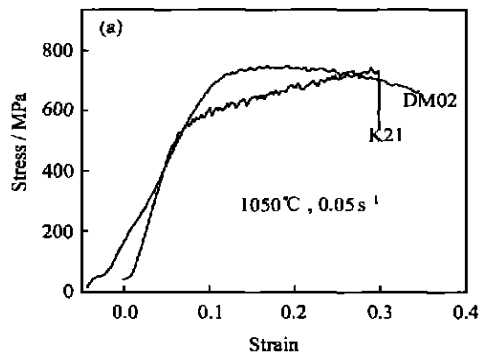


图2 DM02与K21合金的1050 °C氧化动力学曲线  
Fig. 2 Oxidation kinetic curves of alloy DM02 and K21 at 1050 °C

表1 DM02及K21合金的1050 °C/100h静态氧化速率  
和氧化皮脱落量

Table 1 Static oxidation results of alloy DM 02 and K21 at 1050 °C for 100h		
Alloy	Average oxidation rate between 50 ~ 100h / (g · m <sup>-2</sup> · h <sup>-1</sup> )	Amount of spalled oxides per unit area within 100h / (g · m <sup>-2</sup> )
DM02	0.04	0.64
K21	0.14	0.28

也列于其中以作比较。从表2可以看出，DM02合金1050 °C以上的高温拉伸强度明显优于K21合金，1050 °C的屈服强度比K21合金的高约60~70MPa，1100 °C的屈服强度比K21合金的高约50~60MPa，



同时DM02合金在900 °C和1000 °C也具有较高的高温拉伸强度和较好的塑性。

表2 DM02合金及K21合金高温拉伸性能  
Table 2 High temperature tensile properties of alloy DM 02 and K21

Alloy	Temperature	$\sigma_b$ / MPa	$\sigma_{0.2}$ / MPa	$\delta$ / %	$\psi$ / %
DM 02	900	790	700	4.0	8.5
		820	760	2.5	5.0
	1000	645	580	6.5	10.5
		610	530	4.0	7.0
	1050	535	485	4	5
		540	490	3.5	7
K21	1100	410	395	1	3
		410	385	2.5	3
	1050	495	420	5.0	7.0
		480	415	2.5	4.5

DM02和K21合金在1050 °C和1100 °C下，变形速率为0.05s<sup>-1</sup>、变形量为30%的条件下的高温压缩性能如图3所示，可见，DM02合金的高温压缩强度明显高于K21合金，1050 °C时高约150MPa，1100 °C时高约100MPa。另外，从图3a可见，K21合金在1050 °C的压缩屈服强度在500~550MPa之间，而图3b中显示的DM02合金在1100 °C的屈服强度达600MPa，因为锻造过程中模具材料主要受压应力，因

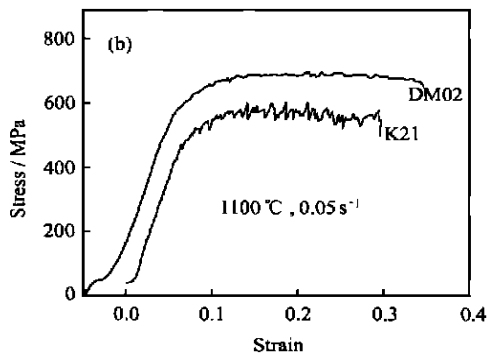


图3 DM02合金和K21合金的高温压缩曲线 (a) 1050 °C ; (b) 1100 °C  
Fig. 3 Compressive curves of alloy DM02 and K21 (a) 1050 °C ; (b) 1100 °C

此DM02合金的承温能力比K21合金高约50 °C。

2.4 DM02合金的高温持久性能

DM02合金及K21合金高温持久性能如表3所示，可见，DM02合金持久性能优于K21合金，在1100 °C/70MPa的条件下，持久寿命比K21合金的高

约40%。

2.5 DM02合金的热疲劳性能

热疲劳实验在大气条件下进行，实验温度为1050 °C，在55s内将试样加热至1050 °C，然后在5s内水淬至室温作为一个周期，到一定周期后测量缺口处

裂纹长度。DM02, K21 合金经不同周期热循环后缺口尖端的裂纹长度示于表 4 中, 结果表明, DM02 合金的热疲劳性能明显优于 K21 合金的, 其疲劳寿命是 K21 合金的 2~5 倍。

表 3 DM02 合金及 K21 合金高温持久性能  
Table 3 High temperature stress rupture properties of alloy DM02 and K21

Alloy	Temperature and stress	$\tau$ /h
DM02	1050 /147MPa	10.5
		9.0
	1100 /70MPa	56.7
		57.5
K21	1090 /72.56MPa	46.8
	1100 /70MPa	39.8

表 4 DM02, K21 合金热疲劳实验缺口尖端裂纹长度  
Table 4 Crack length at the tip of notch of thermal fatigue specimens of alloys DM02 and K21

Alloy	Crack length at the tip of notch/mm					
	5 times	10 times	20 times	50 times	80 times	100 times
DM02	0	—	0.43	1.65	—	4.76
	0	—	0.39	1.17	—	5.04
	—	—	0.49	2	2.89	3.43
	—	—	0.42	1.35	2.1	2.95
K21	0.54	0.81	4.5	—		
	—	—	—	4.28		
	—	—	—	3.7		

3 结论

DM02 的 1050~1100 拉伸、压缩强度均比 K21 合金高, 1050 拉伸屈服强度达到 485MPa, 1050 压缩屈服强度达 700MPa, 1100 持久性能比 K21 合金高约 40%, 1050 冷热疲劳寿命是 K21 合金的 2~5 倍, 1050 /100h 静态抗氧化性能优于 K21 合金, 达到完全抗氧化级, 是适用于 1050~1100 大气下使用的模具材料, 其使用温度比 K21 合金高约 50 。

参考文献

[1] DAVID F. Forging aerospace components [J]. Advanced Materials & Processes, 1999, 3: 33.  
[2] 曾汉民. 高技术新材料要览 [M]. 北京: 中国科学技术出版社. 1993. 203.  
[3] 李青, 韩雅芳, 肖程波. 等温锻造用模具材料的同内外研究发展状况 [J]. 材料导报, 2004, 18 (4): 9- 11.  
[4] 崔健. P/M Rene 95 合金等温变形与 STMP 工艺研究 [D]. 北

京: 北京航空材料研究院, 1995.  
基金项目: 国家 “863 ” 计划 (2002AA331140); 航空科学基金资助项目 (02G21001)  
收稿日期: 2004-09-28; 修订日期: 2004-11-28  
作者简介: 肖程波 (1970- ), 男, 博士, 高级工程师, 主要从事铸造高温合金和金属间化合物的研究, 联系地址: 北京航空材料研究院 1 分箱 (100095)。

\* \* \* \* \*

(上接第 43 页)

[3] TABUCHI MASAOKI, ADACHI TAKESHI, YOKOBORI JR A, et al. Evaluation of creep crack growth properties using circular notched specimens [J]. International Journal of Pressure Vessels and Piping. 2003, 80 (7- 8): 417- 425.  
[4] SUGIMOTO K, SAKAKI T, HORIE T, et al. Plastic anisotropy and notch - tensile creep strength of superalloy single crystals [A]. Pineridge Press Ltd: Proceedings of the Second International Conference on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures [C]. Swansea Wales: 1984. 371- 382.  
[5] KAKEHI KOJI. Effect of plastic anisotropy on the creep strength of single crystals of a nickel-based superalloy [J]. Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, 2000, V31A (2): 421- 430.  
[6] BASOALTO H C, ARDAKANI M, GHOSH R N, et al. Multi-axial lifetime predictions of single-crystal superalloys: use of reference stresses [J]. Materials and Manufacturing Processes, 2002, 17 (4): 519- 528.  
[7] LUKAS P, PRECLIK P, CADEK J. Notch effects on creep behaviour of CMSX-4 superalloy single crystals [J]. Materials Science and Engineering A, 2001, 298: 84- 89.  
[8] MERAH N. Notch-strengthening phenomenon under creep-fatigue loading conditions [J]. Journal of Pressure Vessel Technology, Transactions of the ASME, 2000, 122 (1): 15- 21.  
[9] JOHN REJI, BU CHANAN DENNIS J, ZAWADA LARRY P. Creep deformation and rupture behavior of a notched oxide/oxide Nextel 720/ AS composite [J]. Ceramic Engineering and Science Proceedings, 2000, 21 (3): 567- 574.  
[10] YUE Z F, LU Z Z, WANG X M. A numerical study of damage development and creep life in circular notched specimens during creep [J]. Mat At High Temp, 2002, 19: 147- 152.  
[11] 成晓鸣, 尹泽勇, 陈兆靖. DD3 单晶合金蠕变参数的确定 [J]. 机械强度, 2000, 22 (3): 197- 199.  
[12] 岳珠峰, 吕震宙. 双剪切试样在镍基单晶合金蠕变变形损伤和寿命研究中的应用 [J]. 金属学报, 2002, 38 (8): 809- 813.  
[13] 万建松. 基于有限变形晶体滑移理论的单晶力学行为及应用研究 [D]. 西安: 西北工业大学, 2003.

基金项目: 国家自然科学基金 (50005016, 50375124); 航空科学基金 (02C53011, 03B53003); 教育部留学回国人员基金  
收稿日期: 2004-03-23; 修订日期: 2004-08-12  
作者简介: 于庆民 (1975- ), 男, 硕士研究生, 主要从事先进材料的力学性能研究, 联系地址: 西安西北工业大学工程力学系 (710072)。