

# 纯净化 DZ125 合金返回料研究

## Study on Purified DZ125 Superalloy Revert

张华霞, 吴昌新, 桂忠楼

(北京航空材料研究院, 北京 100095)

ZHANG Hua-xia, WU Chang-xin, GUI Zhong-lou

(Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

**摘要:** 在工业化生产型真空感应炉中, 对定向高温合金 DZ125 返回料净化技术进行研究, 用电子束纽扣法测定夹杂数量, 并对净化后的 100% 返回料锭和常规工艺生产的 100% 新料锭在纯净度、化学成分、力学性能和铸造性能方面进行对比。结果表明: 净化技术显著降低返回料中的氧化夹杂含量, 净化后的 100% 返回料锭和 100% 新料锭相比, 氧化夹杂数量稍有降低, 持久性能略有提高, 化学成分、室温拉伸性能和铸造性能均相当。

**关键词:** 镍基高温合金; 净化技术; 力学性能

**中图分类号:** TG146.1+5 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2009)08-0068-03

**Abstract:** A purification technology of the nickel-base DZ125 alloy revert was studied in the industrialized vacuum induction furnace. Inclusions quantity was tested by electron beam buttons. Purification effect, compositions, mechanical property and castability of purified revert and normal green alloy was studied. The results show that the quantity of inclusions of the revert was significantly decreased. Quantities of inclusions of purified 100% revert is slightly lower than one of the normal 100% green, and rupture life slightly higher. It also shows the same effect at composition, room temperature tensile properties and castability.

**Key words:** nickel-base superalloy; purification technology; mechanical property

DZ125 合金是国内目前性能水平较高的含钎定向凝固镍基铸造高温合金之一, 具有良好的中、高温综合性能及优异的热疲劳性能, 已在国内先进的航空发动机上获得应用<sup>[1]</sup>。但是随着用量的不断增加, 返回料越积越多, 造成了很大的经济损失。尤其是该合金含有 1.5% 的钎元素, 钎是一种重要的军事战略物资, 因此返回料的净化研究具有十分重要的意义。

在 DZ125 合金中, 由于含有 Al, Ti, Hf 等活性较大的元素, 在真空感应熔炼中, 会形成非金属夹杂和氧化膜, 所形成非金属夹杂降低液态金属流动性, 引起合金锭内部孔隙, 对高温合金的可靠性有不利影响, 是高温合金零件在使用时的裂纹源。国内资料<sup>[2-5]</sup>报道了返回料的研究, 大致可以归纳为以下两大类: 第一, 其研究方法是把熔炼好的返回料锭和新料锭, 按照不同的比例(30%, 50%, 70% 和 100%) 在试验用小炉上重熔浇注成相应的性能试样, 研究其化学成分、力学性能、显微组织等, 同时将比例为 50% 的合金浇铸成叶片, 研究其铸造性能。第二, 对返回料多次重熔后的性能变化进行研究, 主要方法也是在试验用小炉上反复熔炼。这两种方法的不足之处在于, 没有对不同比例

以及不同返回次数返回料纯净度进行定性定量的研究, 不能清楚地描述不同比例以及不同返回次数返回料的原始状态, 限于条件限制上述研究也仅仅处在实验室小炉试验阶段。基于上述不足, 本研究在工业化生产真空感应炉上从测量不同状态纯净度着手, 对返回料在原 BIAM 优质工艺的基础上<sup>[6]</sup>进行净化技术研究。

### 1 试验方法

将在航空工厂零件生产过程中产生的废叶片、浇铸系统等返回料首先经过特殊处理, 在 IS6V8 型(名义容量: 500kg) 工业化生产真空感应炉上, 按照净化技术进行熔炼浇注, 制成 100% 返回料合金锭, 为了对比试验结果, 同时熔炼了 100% 新料合金锭, 后者主要采取常规航空母合金工艺生产。

首先采用电子束纽扣重熔法, 对 100% 新料锭、返回料锭以及原始返回料中夹杂数量进行测定, 为了保证数据的可靠性, 各种状态下各取 3 个平行试样进行试验; 其次对 100% 返回料锭和 100% 新料锭按照全新

料母合金的检验标准进行化学成分(常规元素、杂质、气体含量)和力学性能(室温拉伸, 760℃持久, 980℃持久)测试; 最后用 100% 返回料锭按正常定向凝固工艺浇注, 铸造成定向空心涡轮叶片, 研究返回料的铸造性能。

2 结果和讨论

2.1 净化对返回料夹杂含量的影响

净化后 100% 返回料锭、100% 新料锭和原始返回料夹杂含量如图 1 所示, 从图 1 可以粗略地看出: 原始

返回料的表面夹杂面积最大, 其次是 100% 新料锭, 最少的是净化后 100% 返回料锭。

为了更精确地比较以上三种合金的夹杂水平, 对纽扣试验样品中聚集的夹杂物进行了定量测算, 表 1 给出了合金夹杂水平测算数据结果, 统计检验表明: 100% 新料锭和经过本净化技术熔炼的 100% 返回料锭的氧化夹杂数量相当, 经过本净化技术熔炼的 100% 返回料和未经处理的返回料的氧化夹杂数量显著不同。从表 1 可以得出: 净化后 DZ125 合金 100%

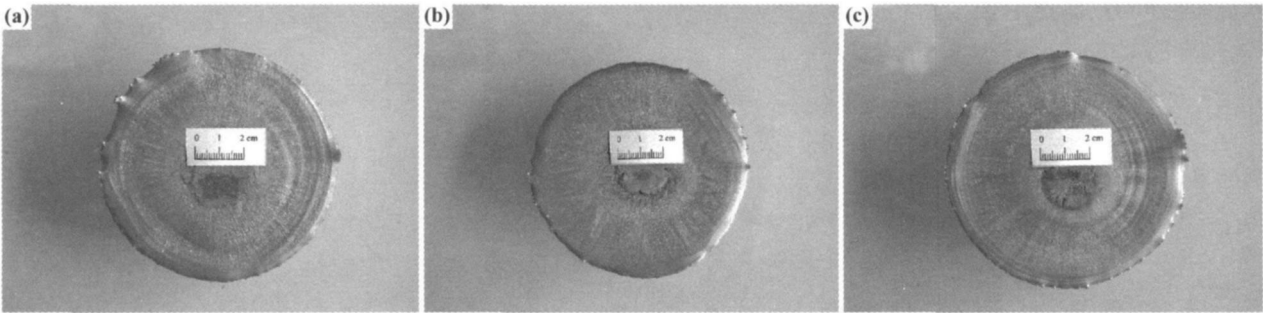


图 1 净化对合金夹杂含量的影响

(a) 原始返回料; (b) 常规 100% 新料锭; (c) 100% 返回料锭

Fig 1 Effect of purifying on the content of inclusions

(a) original revert; (b) normal 100% green; (c) purified 100% revert

返回料锭的氧化夹杂数量比原始返回料和 100% 新料锭分别降低了  $0.496\text{cm}^2/\text{kg}$  和  $0.078\text{cm}^2/\text{kg}$ , 即 67%

和 24% 左右, 由此可知, 经过净化处理的 100% 返回料锭纯净度最高, 冶金质量最好。

表 1 DZ125 合金夹杂水平测算结果

Table 1 The calculated average content of inclusions on alloy DZ125

Material	Mass of button/kg	Area of inclusions/ $\text{cm}^2$	Mass fraction of area/ $(\text{cm}^2 \cdot \text{kg}^{-1})$	Average inclusion / $(\text{cm}^2 \cdot \text{kg}^{-1})$
Original revert	1.20	0.725	0.604	0.739
	1.22	0.634	0.520	
	1.20	1.311	1.093	
Purified 100% revert	1.14	0.228	0.200	0.243
	1.60	0.487	0.304	
	1.20	0.269	0.224	
Normal 100% green	1.20	0.286	0.238	0.321
	1.23	0.345	0.280	
	1.24	0.551	0.444	

2.2 净化对合金化学成分影响

常规工艺生产的 100% 新料锭和经过净化熔炼的 100% 返回料锭成分和气体分析结果见表 2。从表 2 可以看出: 净化处理的 100% 返回料锭和 100% 新料锭相比: 氧、氮、氢气体质量分数都在较低的水平 ( $\leq$

$0.001\%$ ), 质量较好; 杂质元素没有明显区别; 常规元素基本相当, 碳含量和钨含量略有降低, 但均在合格范围内。由此可知, 本净化技术能大幅度降低合金的夹杂含量, 能使该合金 100% 返回料的纯净度达到 100% 新料的水平。

表 2 成分分析结果(质量分数/%)  
Table 2 Composition of the superalloy( mass fraction/%)

	C	Cr	Co	W	Mo	Al	Ti	Ta	Hf	B
Standard <sup>[7]</sup>	0 07/0 12	8 4/9 4	9. 5/10 5	6 5/7 5	1. 5/2 5	4 8/5. 4	0 7/1 2	3 5/4 1	1. 2/1 8	0 01/0 02
100% revert	0 096	8 77	10	7. 29	2	5. 13	1 03	3 7	1. 42	0 015
100% green	0 11	8 82	9 88	7. 17	2 01	5. 21	1 0	3 8	1. 54	0 016
	Zr	Fe	As	Sb	Bi	Pb	Sn	O	N	H
Standard <sup>[7]</sup>	≤0 08	≤0 3	≤0. 001	≤0 001	≤0 00005	≤0. 0005	≤0 001			
100% revert	< 0 08	0 1	< 0. 001	< 0 00038	< 0 000044	< 0. 0005	< 0 00057	0 0006	< 0 0005	< 0 0001
100% green	< 0 08	< 0 1	< 0. 001	< 0 00038	< 0 000044	< 0. 0005	< 0 00057	0 0008	< 0 0005	< 0 0001

2 3 净化对拉伸性能的影响

图 2 给出了经过净化熔炼的 100% 返回料锭和

100% 新料锭的室温拉伸性能( $\alpha_b$ ,  $\alpha_{0.2}$ ,  $\delta$ ,  $\psi$ ) 试验结果。可以看出, 室温拉伸性能和延伸率基本相当。

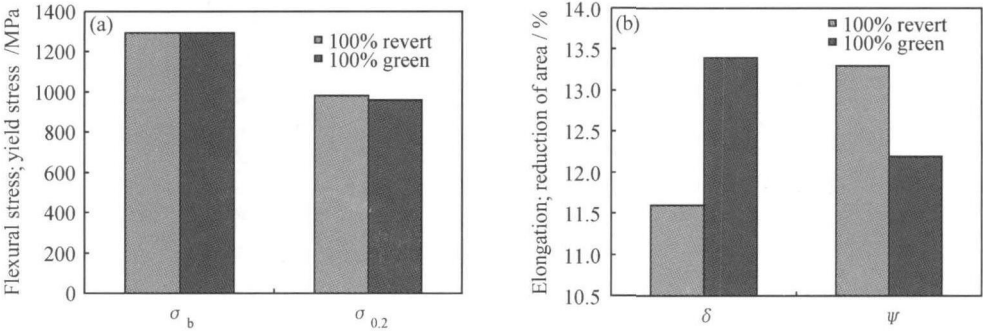


图 2 净化对合金室温拉伸性能的影响 (a) 抗拉强度和屈服强度; (b) 延伸率和面收缩率  
Fig 2 Effect of purifying on tensile properties of the alloy at room temperature  
(a) flexural stress and yield stress; (b) elongation and reduction of area

2 4 净化对持久性能的影响

表 3 是 760℃/725MPa, 980℃/235MPa 条件下的持久性能试验结果。

表 3 100% 新料锭和 100% 返回料锭的持久性能  
Table 3 The stress-rupture properties of 100% green and 100% revert

Process	760℃/725MPa		980℃/235MPa			
	$\tau_1$ /h	$\delta_1$ /%	$\tau_1$ /h	$\delta_1$ /%	$\tau_2$ /h	$\delta_2$ /%
100% revert	48	3.44	20	0.8	68.25	27.68
100% green	48	3.2	20	0.4	61.42	19.6

Note: thermal treatment: (1180±10)℃/2h+ (1230±10)℃/3h air cool+ (1100±10)℃/4h air cool+ (870±10)℃/2h air cool

从表 3 可以看出: 净化后 100% 返回料锭的持久寿命不但没有降低, 反而稍高于 100% 新料锭。根据 Smith 等人<sup>[8]</sup>的理论, 钢中的非金属夹杂物和缺陷的存在, 将使运动着的位错受阻, 形成位错塞积群, 当塞积到一定程度后将在其前端形成裂纹源, 随后伴随形变的进一步发展, 裂纹会逐渐快速扩散, 最后导致试样完全断裂, 试验结果也表明返回料合金中的夹杂物数

量和大小对合金的性能产生重要影响, 净化降低了返回料中大量的夹杂和铸造缺陷, 使得返回料的纯净度有了明显的提高, 致使位错塞积减少, 微裂纹减少, 从而使返回料的持久性能均和新料相当, 有的甚至比新料高一些。

2 5 100% 返回料锭铸造性能

将经过净化熔炼的 100% 返回料锭按照现行某发动机涡轮叶片浇铸工艺浇铸成叶片, 经过检验无一出现裂纹, 与 100% 新料锭浇铸叶片的合格率相当, 说明其和新料的铸造性能相当, 这主要得益于返回料纯净度的提高。

3 结论

(1) 经过本净化技术熔炼的 100% 返回料锭的氧化夹杂数量在现有原始返回料的水平上降低了 67% 以上, 氧化夹杂数量与 100% 新料锭相比降低了 24% 左右。

(下转第 75 页)

表面质量良好(  $\alpha > 260\text{MPa}$ ,  $\alpha > 340\text{MPa}$ ,  $\delta > 12\%$  ) 的高 Al 镁合金圆棒材。

(2) Al 含量高可提高镁合金的屈服强度, 但会降低塑性; Zn 可显著提高合金的抗拉强度, 并且对塑性没有恶劣的影响; 未发现 Mn 对镁合金强度、塑性的影响。

(3) 均质化预处理可使  $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  相溶解, 并使得 Al 原子过饱和固溶至  $\alpha\text{-Mg}$  基体中, 因此使得强度、塑性同时提高。

(4) 流线型模配以合适的定径带长度, 较平模、锥模更适合高 Al 镁合金挤压成形。

(5) 挤压使镁合金组织得到极大的细化, 当  $\lambda = 14$  时, 晶粒由  $300\mu\text{m}$  细化至  $20\mu\text{m}$ , 因此强度、塑性均大幅提高。

#### 参考文献

- [1] 丁文江. 镁合金科学与技术[M]. 北京: 科学出版社, 2007.
- [2] 潘复生, 韩恩厚. 高性能变形镁合金及加工技术[M]. 北京: 科学出版社, 2007.
- [3] AGFION E, BRONFIN B. Magnesium alloys development towards the 21<sup>st</sup> century[J]. Materials Science Forum, 2000, 350–351: 19–28.
- [4] YU K, LI W X, WANG R C. Mechanical properties and microstructure of as-cast and extruded  $\text{Mg}(\text{Ce}, \text{Nd})\text{-Zn-Zr}$  alloy[J]. J Cent South Univ, 2005, 12(5): 499–502.
- [5] CIZEK L, GREGER M, PAWLICA L, et al. Study of selected properties of magnesium alloy AZ91 after heat treatment and forming[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2004, 157–158: 466–471.

- [6] 李秀华, 陈立佳, 白或. 热挤压及后续热处理对 AZ91 镁合金微观组织和力学性能的影响[J]. 沈阳航空工业学院学报, 2006, 23(4): 6–8.
- [7] DAHLE A K, LEE Y C, NAVE M D, et al. Development of the as-cast microstructure in magnesium-aluminum alloys[J]. Journal of Light Metals, 2001, (1): 61–72.
- [8] WANG W X, JIANG B L, YUAN S, et al. Microstructure evolution during solidification of AZ91D magnesium alloy in semisolid[J]. J Mater Sci Technol, 2006, 22(3): 311–314.
- [9] 徐春杰, 张忠明, 郭学锋, 等. 热挤压 AZ91D 镁合金的组织与力学性能[J]. 西安理工大学学报, 2005, 1(4): 356–360.
- [10] 张妍, 王宁, 李峰, 等. 工艺参数和热处理对挤压铸造 AZ91D 力学性能的影响[J]. 轻合金加工技术, 2006, 34(12): 23–25.
- [11] 金军兵, 王智祥, 刘雪峰, 等. 均匀化处理对 AZ91 镁合金组织和力学性能的影响[J]. 金属学报, 2006, 42(10): 1014–1018.
- [12] 王晓明, 张金山. 镁基中间合金对 ZA85 组织和性能的影响[J]. 铸造设备研究, 2006, (1): 19–23.
- [13] MABUCHI I M, CHINO Y, IWASAKI H, et al. The grain size and texture dependence of tensile properties in extruded  $\text{Mg-9Al-1Zn}$ [J]. Mater Trans, 2001, 42(7): 1182–1189.
- [14] VALLE J A, PEREZ P M T, PUANO O A. Texture evolution during large-strain hot rolling of the Mg AZ61 alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2003, (A355): 68–78.

基金项目: 973 资助项目(2007CB613703); 广东省重大科技专项资助项目(2008A090300004)

收稿日期: 2008-09-09; 修订日期: 2009-03-30

作者简介: 李静媛(1970—), 女, 副教授, 工学博士, 主要研究铝镁合金挤压工艺与理论, 金属及合金组织与性能控制. 联系地址: 北京科技大学材料学院(100083), E-mail: jerranlee@yahoo.com.cn

(上接第 70 页)

(2) 经过本净化技术熔炼的 100% 返回料锭的化学成分、力学性能能够达到 100% 新料的水平。

(3) 经过净化熔炼的 100% 返回料锭和 100% 新料的铸造性能相当。

#### 参考文献

- [1] 陈荣章, 余力, 张宏伟, 等. DZ125 定向凝固高温合金的影响[J]. 航空材料学报, 2000, 20(4): 14–19.
- [2] 张宏伟. 返回料比例对 K4002 合金成分和持久性能的影响[J]. 航天制造技术, 2006, (6): 35–37.
- [3] 陈荣章. 含钎高温合金返回料的应用[J]. 军用新材料资料, 1989, (3): 10.
- [4] 陈荣章, 王罗宝, 陈新予. DZ22 合金返回料的应用研究[J]. 材料

工程, 1993, (2): 7–9.

- [5] 余力, 陈荣章. 多次重熔对 DZ125 合金返回料组织和性能的影响[J]. 材料与冶金学报, 2005, 4(4): 308–312.
- [6] 桂忠楼, 吴昌新, 孙传棋, 等. 航空用优质高温合金锭制造技术的研究[J]. 材料工程, 2002, (3): 20–23.
- [7] HB 7762–2005. 航空发动机用定向凝固柱晶和单晶高温合金锭规范[S].
- [8] 金属机械性能编写组. 金属机械性能[M]. 北京: 机械工业出版社, 182.

收稿日期: 2008-09-10; 修订日期: 2009-03-12

作者简介: 张华霞(1977—), 女, 工程师, 硕士, 从事专业: 铸造高温合金及工艺, 联系地址: 北京市 81 信箱 78 分箱(100095), E-mail: zhang-huaxia@163.com