

# 50% 回炉料熔炼 K417G 合金的组织 and 性能

倪伟<sup>1</sup>, 于兴福<sup>2</sup>, 满延林<sup>1</sup>

(1. 中国航发沈阳黎明航空发动机有限责任公司精密铸造厂, 辽宁沈阳 110043; 2. 沈阳工业大学材料科学与工程学院, 辽宁沈阳 110870)

**摘要:** 采用50%回炉料+50%新料合金熔炼K417G镍基铸造高温合金, 共进行了三次返回的熔炼试验。测试了不同返回次数回炉料熔炼合金的化学成分及杂质含量, 并测试了合金的高温拉伸性能和持久性能, 采用扫描电镜对合金的微观组织进行了对比观察。结果表明: 不同返回次数回炉料熔炼的K417G合金的化学成分满足技术标准要求。采用回炉料熔炼K417G合金时, 不需要配入B、Zr元素; 新料和各不同返回次数合金中的O含量均高于N含量, 回炉料熔炼合金, 随返回次数增加, 合金中O含量升高而N含量略有降低; 回炉料熔炼合金的拉伸性能与新料相当, 而持久性能呈下降趋势。回炉料合金的铸造性能比新料略低, 浇注铸件的缺陷分布规律相当, 研究建议回炉料的循环使用次数应不超过3次。

**关键词:** Ni基合金; 回炉料; 微观组织; 力学性能

K417G合金不仅具有合金密度小、塑性好、中温强度高优点, 而且组织稳定性好, 在850 °C长期时效后不析出片状 $\sigma$ 相。合金具有良好的铸造性能, 适用于制作舰船或地面燃气轮机900 °C以下长期工作的叶片及其他高温用零件。当其作为制造燃气轮机叶片材料生产铸件时, 合金不同程度地会受到熔铸过程的污染, 导致合金中的杂质含量增加, 很容易形成疏松和夹杂, 影响合金的组织 and 力学性能, 并造成铸件合格率降低<sup>[1]</sup>。铸件中的疏松是补缩通道受阻或液体流动性差造成的, 而O、N等气体元素含量较高时, 将降低合金液的流动性和补缩性, 使块状碳化物位于枝晶间通道上, 阻塞补缩, 合金组织中的显微疏松明显增加, 合金力学性能降低<sup>[2-4]</sup>。O、N含量升高也会导致形成非金属夹杂和显微疏松, 是裂纹产生及扩展的有利位置, 将使合金的塑性和低周疲劳性能明显下降<sup>[2]</sup>, 疏松的增加使铸件的有效承载面积减少, 降低了工件的服役强度。合金返回料中, 以O、N和S等元素形成的细小夹杂物, 在熔炼过程中难以去除, 对合金的力学性能极其不利, 会明显降低合金的力学性能<sup>[5-11]</sup>。在K640S钴基高温合金返回料中, N含量升高导致合金枝晶组织粗大, 疏松增多, 力学性能下降<sup>[12]</sup>。控制疏松和夹杂的关键是O、N和S等元素含量的降低。在保证质量的前提下, 为充分利用K417G返回料并降低生产成本, 本工作开展了50%回炉料合金的多次熔炼试验, 旨在提高回炉料合金的冶金质量, 评估合金铸造性能的变化, 摸索K417G回炉料在生产应用上的可行性。

## 1 试验方法

采用K417G合金生产铸件产生的浇道、冒口及废铸件, 经表面清理后, 用ZG-0.2型真空感应炉熔炼浇注成回炉料锭, 同时采用合金元素熔炼新料母合金锭, 并测定两种料锭的化学成分。然后采用50%的回炉料与50%的新料合金锭经再次真空熔炼并微调化学成分后浇注成一次回炉料合金锭, 对其表面采用打磨法清除氧化皮及夹杂物后用于浇注铸件。二次回炉料合金锭就是用一次回炉料合金锭浇注铸件后产生的浇道、冒口和废铸件经真空熔炼浇铸成回炉料二次料锭, 取50%二次料锭与50%的

作者简介:

倪伟(1978-), 女, 研究员级高级工程师, 从事铸造高温合金生产工艺研究。E-mail: 849283380@qq.com

中图分类号: TG172

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2021)08-0945-07

收稿日期:

2019-11-13 收到初稿,  
2020-03-05 收到修订稿。

全新料合金锭经真空熔炼而成,依此类推,进行了三次回炉料熔炼。一次回炉料合金共熔炼3炉,二次回炉料合金共熔炼2炉,三次回炉料合金熔炼1炉。

熔炼回炉料合金时,添加碳元素用于除氧,合金元素Al、Ti成分按照固定含量进行补加。熔炼出的每炉次回炉料合金均需进行化学成分分析,并取平均值作为该次回炉料合金的化学成分值,一次和二次回炉料合金,每个炉次均浇注成形精铸毛坯试棒1组,每组试样为8根,测定每组试样的拉伸及持久力学性能,并取平均值作为返回熔炼回炉料合金的性能值。三次回炉料合金浇注2组成形精铸毛坯试棒,并测定其拉伸及持久性能,取平均值作为三次回炉料合金的力学性能。组织观察样品取自毛坯试样粗端,每组试样取一个进行组织观察。熔炼用真空炉的漏气率 $\leq 1.0$  Pa/min,极限真空度为0.067 Pa;当真空度 $\leq 0.67$  Pa时开始熔合金,合金精炼时真空度 $\leq 1.1$  Pa。经测定化学成分合格的回炉料合金经重熔后,用ZG-0.025型真空炉浇注成 $\Phi 7$  mm规格的成形精铸毛坯试棒。

试棒熔铸不同于铸件浇注工艺,采用专用试棒熔铸工艺,熔铸试棒型壳采用精密铸造粘土砂型壳,表层采用白钢玉,合金精炼温度为1 550~1 560  $^{\circ}\text{C}$ ,浇注温度为1 420~1 440  $^{\circ}\text{C}$ ,型壳预热温度为980  $^{\circ}\text{C}$ ,采用单壳浇注方式。经吹砂、X光检查无缺陷的试棒加工精磨成直径为 $\Phi 5$  mm的拉伸、持久试样。采用WDW-300型万能材料试验机、DCX-25T型高温试验机和GTW504

型蠕变试验机测定出合金900  $^{\circ}\text{C}$ 的拉伸性能和950  $^{\circ}\text{C}$  /235 MPa持久性能。用HCS-040G高频红外碳硫分析仪测定C、S含量,用TCH-600气体分析仪测定O和N的含量。对生产出的合金采用LEICA光学显微镜及带有能谱的S-3400型扫描电子显微镜进行组织形貌观察和能谱分析,微观组织观察用腐蚀液成分为:20 g  $\text{CuSO}_4 + 5$  mL  $\text{H}_2\text{SO}_4 + 100$  mL  $\text{HCl} + 80$  mL  $\text{H}_2\text{O}$ 。

## 2 试验结果及分析

### 2.1 返回料合金的化学成分

采用真空感应炉熔炼的K417G合金新料及回炉料合金,测定不同炉次合金的化学成分,获得的不同返回次数回炉料合金的化学成分如表1所示,氧、氮、硫含量见图1。

由表中数据可见,回炉料合金中的C含量比新料合金高,这是由于在采用回炉料熔炼合金的过程中,为了降低合金中的O含量,熔炼时补加了0.02%的C。采用回炉料一次料锭和新料锭熔炼回炉料合金时,根据一次料锭和新料锭化学分析结果,对Al、Ti进行了补充,其他主要合金元素未作调整,主要合金元素除Co、Cr元素有波动外,其余元素的含量变化很小。在采用回炉料熔炼时,未补加微量元素B、Zr,主要是由于其含量波动较小且能满足标准要求,说明熔炼工艺过程控制稳定,不添加B、Zr是可行的。从图1看出,S、N含量波动小,随返回次数增加,O含量增加,而且

表1 熔炼后合金的平均化学成分  
Table 1 Chemical composition of superalloys

合金状态	C	Zr	Cr	Al	Mo	Ti	Co	$w_B/\%$
新料	0.153	0.062	8.87	5.11	3.12	4.58	10.13	
一返	0.172	0.077	9.23	5.33	3.11	4.60	10.32	
二返	0.181	0.058	9.34	5.25	3.17	4.53	10.24	
三返	0.183	0.067	9.12	5.23	3.12	4.57	9.97	
标准要求	0.14~0.20	0.05~0.09	8.60~9.50	4.90~5.70	2.55~3.50	4.20~4.70	9.2~11.0	
合金状态	V	B	Si	Mn	S	O	N	
新料	0.72	0.018	0.066	0.017	0.001 1	0.002 7	0.001 1	
一返	0.72	0.017	0.061	0.021	0.001 1	0.003 1	0.001 3	
二返	0.71	0.016	0.064	0.025	0.001 3	0.003 7	0.000 9	
三返	0.74	0.016	0.067	0.024	0.001 1	0.004 7	0.000 7	
标准要求	0.6~0.9	0.013~0.022	$\leq 0.20$	$\leq 0.20$	$\leq 0.010$	-	-	
合金状态	P	Pb	As	Sb	Bi	Sn		
新料	<0.015	<0.000 5	<0.005	<0.001	<0.000 1	<0.002		
一返	<0.015	<0.000 5	<0.005	<0.001	<0.000 1	<0.002		
二返	<0.015	<0.000 5	<0.005	<0.001	<0.000 1	<0.002		
三返	<0.015	<0.000 5	<0.005	<0.001	<0.000 1	<0.002		
标准要求	$\leq 0.015$	$\leq 0.000 5$	$\leq 0.005$	$\leq 0.001$	$\leq 0.000 1$	$\leq 0.002$		

相同状态的合金中O含量高于N含量。由于对返回料采用表面滚磨处理,去掉了表面富氮层,而且采用高温高真空精炼工艺,合金中氮含量随返回次数增加呈下降趋势。经三次返回熔炼后,合金中Pb、Sn、As、Bi、Sb、P等有害杂质元素未发现超限的情况,Si、Mn含量保持稳定状态,均满足技术标准的要求。

## 2.2 返回料合金的微观组织形貌

用光学显微镜观察不同合金中碳化物分布形貌如图2所示。基体上的颗粒相为析出的碳化物,主要以块状、条状及颗粒状存在于合金中。回炉料合金与新料合金中的碳化物数量相当,但是回炉料合金中碳化物尺寸大于新料合金中碳化物尺寸,这是因为回炉料合金中的碳含量高于新料合金所致。随着返回次数的增加,回炉料合金中碳化物的数量和尺寸未见明显变化。

扫描电镜下观察新料合金和三次回炉料合金中的碳化物和共晶组织形貌如图3所示。对合金中的碳化物采用能谱分析,其成分见表2,碳化物中主要富含Ti、Mo元素,新料和回炉料中成分相当。

## 2.3 合金的力学性能

### 2.3.1 合金的拉伸性能

测定出不同返回次数的回炉料合金,铸态下900℃

拉伸性能平均值如表3所示。回炉料合金的抗拉强度、断面收缩率及断后伸长率变化不大,与新料基本相当。

K417G合金中的碳化物多以块状、条状及颗粒状存在于合金中。碳化物的存在方式对合金力学性能具有一定影响。拉伸期间,裂纹的萌生主要产生于碳化物附近,图4为新料合金和回炉料合金拉伸期间碳化物被撕裂形成裂纹的形貌。由于碳化物为裂纹萌生点,因此碳化物的形态对合金的力学性能产生影响。当碳化物以块状或颗粒状存在于合金内时,因其尺寸较

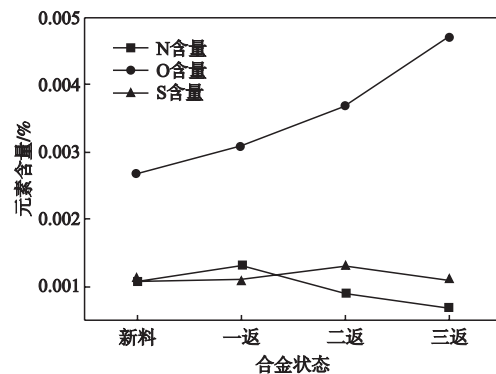
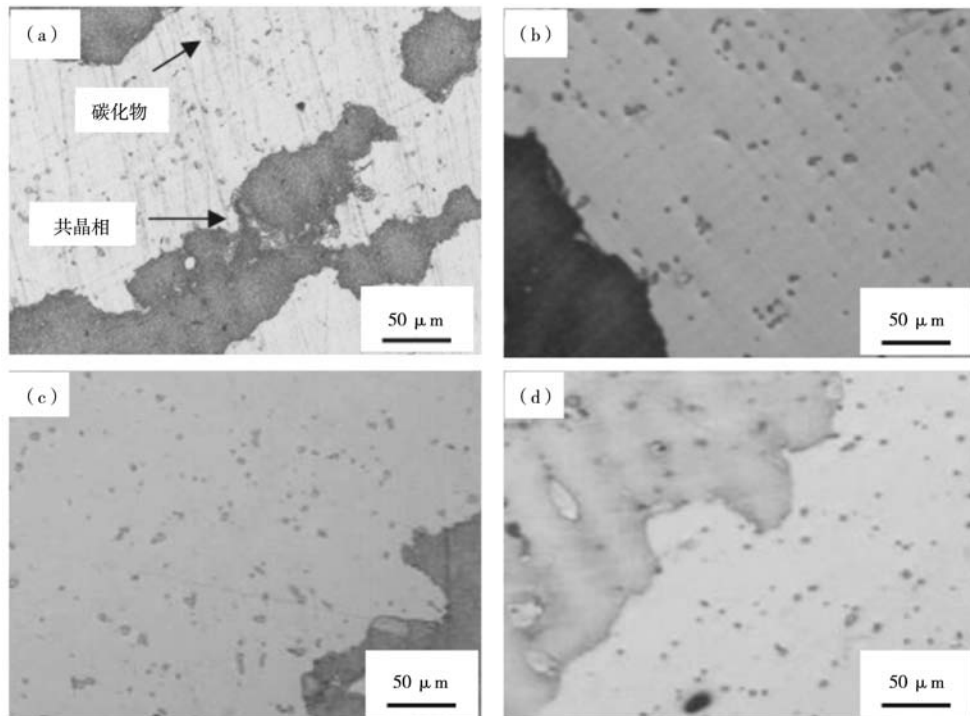


图1 不同合金中的O、N、S含量

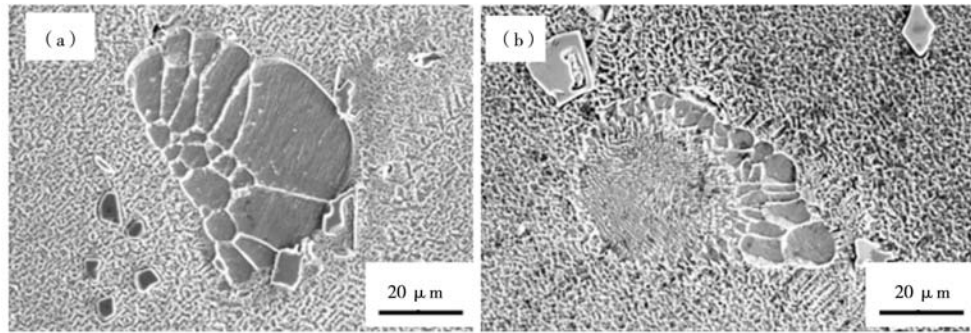
Fig. 1 Content of O, N and S in various alloys



(a) 新料; (b) 一返; (c) 二返; (d) 三返

图2 不同合金的碳化物分布

Fig. 2 Carbide distribution of various alloys



(a) 新料

(b) 三次回炉料

图3 合金中共晶相及碳化物形貌

Fig. 3 Morphologies of eutectic phase and carbide in alloys prepared by new metal alloy and three times returned alloy, respectively

小，拉伸期间与之相连的基体总体变形量较小，碳化物受力也较小，因此在碳化物上产生裂纹所需宏观应力较大。但是当碳化物以长条状存在时，基体变形期间，与碳化物相连的基体整体变形量较大，碳化物所受的应力也较大，因此只需较小的宏观应力就能使碳

化物断裂，从而撕裂碳化物产生裂纹。

晶界及共晶相边缘碳化物形态对合金的力学性能也会产生影响。图5为900℃拉伸期间新料合金和回炉料合金共晶相界及晶界碳化物处产生裂纹的组织形貌。无论是新料合金还是回炉料合金，共晶相及其周边碳化物是产生裂纹的主要位置，而晶界碳化物也能够成为裂纹萌生地，新料合金和回炉料合金的裂纹产生区域相当。当碳化物在晶界以断续状析出时，有利于提高合金的拉伸性能和持久寿命。

表2 碳化物化学成分

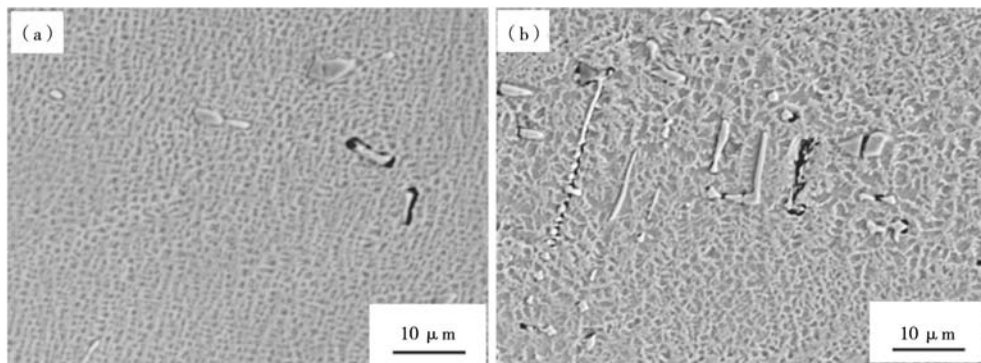
Table 2 Chemical composition of carbide in alloys prepared by new metal alloy and three times returned alloy, respectively

元素	新料	三次回炉料
C	20.79	25.62
Al	0.85	0.92
Ti	28.91	29.26
V	1.32	1.21
Cr	3.18	6.05
Co	3.5	3.16
Ni	23.53	16.88
Mo	17.92	16.90
总量	100	100.00

表3 不同合金在900℃的拉伸性能均值

Table 3 Average tensile properties of various alloys at 900℃

合金状态	抗拉强度/MPa	断后伸长率/%	断面收缩率/%
新料	742	10	16
一返	730	9.5	12.5
二返	745	10.5	15.5
三返	728	10.2	12
标准要求	≥637	≥6.0	≥8.0

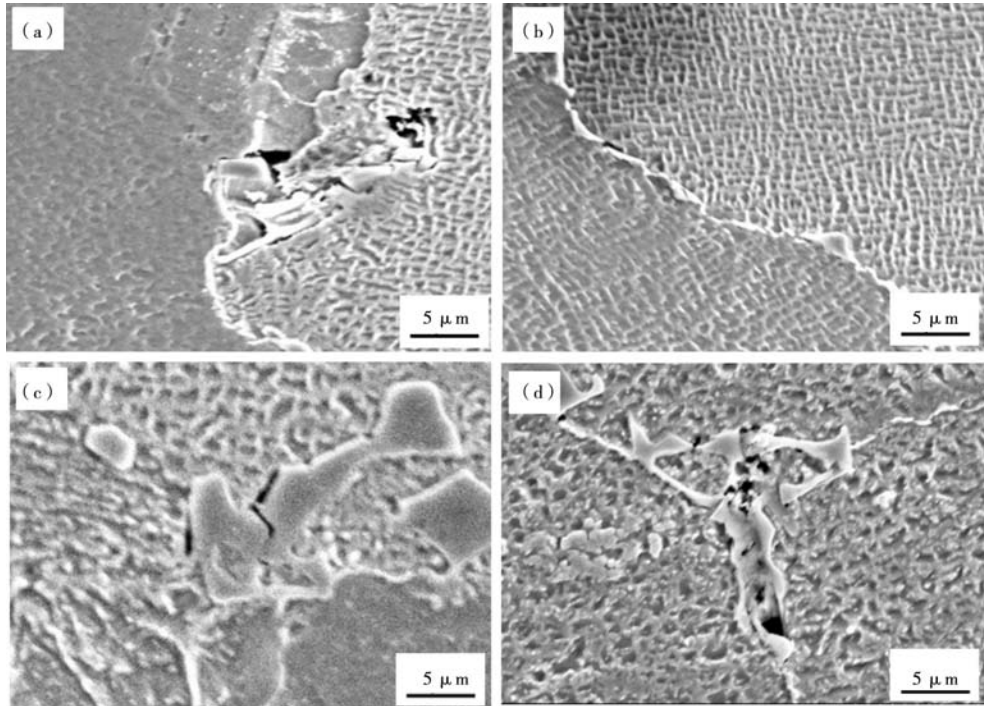


(a) 新料

(b) 一返合金

图4 碳化物处裂纹萌生形貌

Fig. 4 Morphology of carbides in the crack initiation in alloys prepared by new metal alloy and once returned alloy, respectively



(a) 新料共晶相界；(b) 新料晶界；(c) 三次回炉料共晶相界；(d) 三次回炉料晶界

图5 900 °C拉伸期间裂纹萌生

Fig. 5 Crack initiation during 900 °C tension in alloys prepared by new metal alloy and three times returned alloy, respectively

### 2.3.2 合金的持久性能

对各状态合金的铸态试棒进行了760 °C/645 MPa、900 °C/315 MPa、950 °C/235 MPa条件下的持久性能测试，每个条件下测试两根试样，寿命取平均值，结果见图6。

从图6中看出，随返回次数增加，50%返回料合金各温度下的持久性能呈下降趋势，但760 °C/647 MPa的持久性能比新料高。返回料的持久性能下降与合金中气体含量增加有关。760 °C/645 MPa条件下新

料与一次返回料持久断口形貌如图7所示。图7a为一次回炉料合金试样的断口形貌，图7b为新料合金试样断口形貌。由图7a可见，持久断口的断裂方式主要为穿晶断裂，断口表面存在大量方块特征，说明断裂裂纹主要沿碳化物产生，这是持久断裂碳化物典型的撕裂特征；此外，回炉料合金断口上存在少量疏松。图7b的断裂主要为沿枝晶区域断裂，在断口表面存在疏松数量较多，这也是造成新料合金持久寿命低的原因。新料合金疏松数量较多，与浇注工艺参数密切相关。

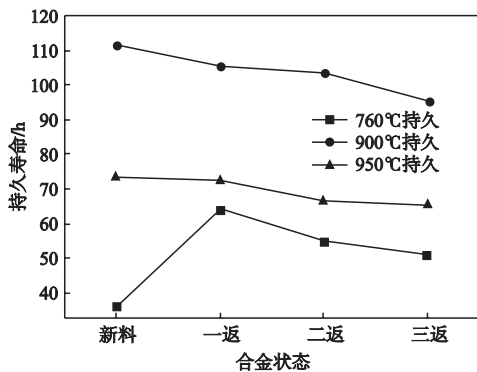


图6 不同合金的持久性能

Fig. 6 Creep-rupture life of various alloys

## 3 合金的铸造性能

用新料合金锭和经返回熔炼得到的回炉料合金，按照某型燃机铸件现行工艺浇注成铸件，各批次铸件的合格率如表4所示。从表中可以看出，采用50%回炉料合金生产的铸件合格率略低于采用新料生产的铸件，回炉料合金在夹杂、裂纹、荧光检查等方面产生的废品较高，主要是回炉料中含有杂质成分造成的。回炉料合金的铸造性能虽然有所降低，但是仍然可以满足产品质量要求，这主要得益于回炉料合金化学成分稳定且杂质含量较低，但建议控制每50%回炉料合金的使用次数不超过3次。

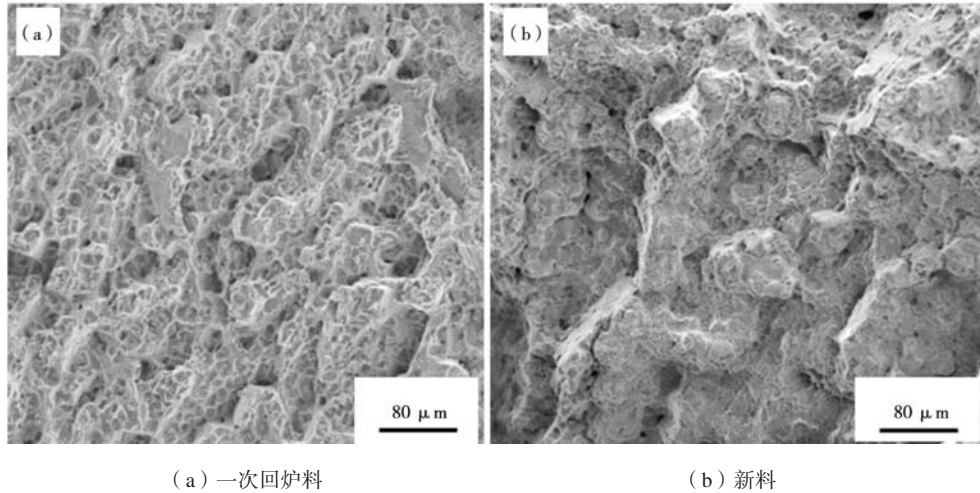


图7 760 °C/645 MPa断裂后的断口形貌

Fig. 7 Fracture morphology of alloys under 760 °C/645MPa, prepared by once returned alloy and new metal alloy, respectively

表4 浇注的铸件合格率  
Table 4 Qualification rate of produced castings

合金状态	提交数	合格数	初检夹杂	裂纹	荧光夹杂	荧光裂纹	X光夹杂	合格率/%
一返	68	33	4	5	9	9	8	48.5
二返	45	23	1	2	7	8	4	51.1
三返	40	19	2	1	5	6	7	47.5
新料	37	20	1	1	4	6	5	54.1

## 4 结论

(1) 熔炼50%返回料合金时, 不配入B、Zr可满足要求; 返回料合金中O含量高于N含量, 随返回次数增加, N含量呈下降趋势、而O含量呈上升趋势。

(2) 新料合金和50%返回料合金中碳化物数量相当, 但返回料合金中碳化物尺寸大于新料合金中碳化物尺寸。

(3) 随返回次数增加, 50%返回料合金900 °C的拉伸性能与新料相当, 持久性能呈下降趋势。

(4) 50%回炉料合金的铸造性能比新料略低, 浇注的铸件缺陷主要为夹杂, 铸件的合格率满足铸造使用要求。

(5) 建议50%回炉料合金的使用次数不超过3次。

### 参考文献:

- [1] 孙宝, 鲁悦, 林中天, 等. K417G合金铸件荧光显示问题研究 [J]. 铸造, 2018, 67 (10): 915-917.
- [2] 袁超, 郭建亭, 李谷松, 等. 铸造高温合金中氮的影响机理与控制 [J]. 中国有色金属学报, 2011, 21 (4): 733-746.
- [3] 满延林, 吕秀翁, 王宇飞, 等. 返回熔炼次数对K417G合金热疲劳性能的影响 [J]. 铸造, 2016, 65 (4): 375-378.
- [4] 满延林, 王宇飞, 于兴福, 等. 回炉料对K417G合金初熔温度及持久寿命的影响 [J]. 铸造, 2015, 64 (3): 251-255.
- [5] 黄乾尧, 李汉康. 高温合金 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 2000: 64.
- [6] 郭建亭. 高温合金材料学 (上册) [M]. 北京: 科学出版社, 2008: 187-190.
- [7] 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.
- [8] DURBAR G L R, OSGERBY S, QUESTED P N. Effect of small amount s of nitrogen and silicon on microstructure and properties of MAR-M002 nickel base superalloy [J]. Met. Technol., 1984, 11 (4): 129-137.

- [9] APELIAN D, SUTTON W H. Utilization of ceramic filters to produce cleaner superalloy melts [C]//Superalloys 1984. Warrendale: TMS, 1984: 421-432.
- [10] PAPP J F. Superalloy recycling 1976-1986 [C]//Superalloys 1988. Warrendale: TMS, 1988: 367-376.
- [11] 满延林, 王宇飞, 王兴雅, 等. 返回熔炼对K414合金组织及性能的影响 [J]. 铸造, 2013, 62 (7): 666-669.
- [12] 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 [J]. 金属学报, 2000, 39 (9): 961-965.

---

## Microstructure and Properties of K417G Ni-Based Superalloy Melted with 50% Return Alloy

NI Wei<sup>1</sup>, YU Xing-fu<sup>2</sup>, MAN Yan-lin<sup>1</sup>

(1. Investment Casting Foundry, AECC, Shenyang Liming Aero-Engine Co., Ltd., Shenyang 110043, Liaoning, China;  
2. School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang 110870, Liaoning, China)

### Abstract:

K417G nickel base superalloy was prepared with 50% return alloy +50% new metal alloy and 100% new metal alloy, where the return alloy was from once returned alloy, twice returned alloy and three times returned alloy, respectively, so the melting was conducted by using different returned alloys. The chemical composition and impurity elements content of the four superalloys were analyzed, the tensile properties and creep-rupture properties at high temperature were tested, and the microstructures were compared. The results show that the chemical composition of the four K417G alloys could meet the requirements of technical standard, and when the K417G alloy was melted with the return charge, B and Zr elements do not need to be added. The content of O in the new material alloy and in the alloys with return alloy was all higher than the content of N, and with an increase in the return times, the content of O in the alloy increased, while the content of N decreased slightly. The tensile properties of the superalloys with return alloy are comparable to that of the superalloy melted with 100% new metal alloy, but the creep-rupture life is decreasing. Furthermore, the castability of the alloys is slightly inferior to that of the new metal alloy. Therefore, it is suggested that the recycling of superalloy return charge should not be more than 3 times.

### Key words:

nickel-base superalloy; return alloy; microstructures; mechanical properties