



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 104046820 B

(45) 授权公告日 2016.06.29

(21) 申请号 201410251278.6

2-16 段.

(22) 申请日 2014.06.06

CN 101538664 A, 2009.09.23, 全文.

US 2012164020 A1, 2012.06.28, 全文.

(73) 专利权人 南京理工大学

CN 103498063 A, 2014.01.08, 全文.

CN 103757451 A, 2014.04.30, 全文.

地址 210094 江苏省南京市孝陵卫 200 号

专利权人 江苏省(丹阳)高性能合金材料研究院

南京鼎正新材料科技有限公司

南京一甲新材料科技有限公司

余竹焕等. 碳对镍基单晶高温合金 AM3 凝固组织的影响. 《稀有金属材料与工程》. 2011, 第 40 卷(第 8 期), 表 1.

审查员 胡晓笑

(72) 发明人 陈光 周雪峰 冯亚亚 李沛

(74) 专利代理机构 南京理工大学专利中心

32203

代理人 朱显国

(51) Int. Cl.

C22C 1/03(2006.01)

C22C 19/05(2006.01)

(56) 对比文件

CN 101994019 A, 2011.03.30, 说明书第

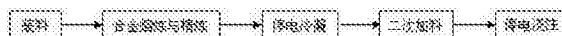
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种熔炼过程中分步多形式加碳冶炼镍基高温合金的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种熔炼过程中分步多形式加碳冶炼镍基高温合金的方法。该方法主要包括如下步骤:在 CaO 坩埚中依次加入 50-60wt.% 的 Ni、全部 Co、15-25wt.%Cr-C、全部 Ti、全部 Mo、全部 W、全部 Ta、全部 Re、全部 Hf 和剩余 Ni;在加料槽中分隔装入剩余 Cr-C、Al;抽真空至真空度达到 0.1Pa 时,熔化合金;熔化完毕后,在 1540℃-1560℃ 精炼 5~10 分钟,再加入剩余 Cr-C 中间合金至全部熔化后,停电、结膜、破膜加入 Al,均匀搅拌,在 1450℃~1500℃ 浇铸成母合金铸锭。本发明分步多形式加碳技术能够降低合金气体含量,保证碳元素充分发挥脱氧作用的同时,能够促进碳在高温合金中的溶解,易于精确控制合金元素成分。



CN 104046820 B

1. 一种熔炼过程中分步多形式加碳冶炼镍基高温合金的方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1)装炉

按目标合金成分设计母合金加料方式,其中Cr、C先冶炼成Cr-C中间合金,在CaO坩埚中依次加入50-60wt.%的Ni、全部Co、15-25wt.%Cr-C、全部Ti、全部Mo、全部W、全部Ta、全部Re、全部Hf和其余40-50wt.%的Ni;在加料槽中分隔装入其余Cr-C、Al,所述的目标合金成分如下:5-8%Cr,5-8%Co,0-2.5%Mo,0-8%W,0-6.5%Ta,0-3%Re,0-6.2%Al,0-2.5%Ti,0-0.2%Hf,0.05-0.1%C,Ni余量;

(2)合金熔炼与精炼

采用真空感应熔炼炉升温至炉料完全熔化进行熔炼,在1540-1560℃精炼5~10分钟;

(3)停电冷凝

精炼结束后,停电冷凝15-20分钟;

(4)二次加料

冷凝处理结束后,抽真空至真空度达到0.1Pa时,升温至1500℃熔合金,熔体冲开氧化膜后,加入剩余Cr-C合金、Al;

(5)停电浇注

二次加料结束后,在1500℃保温5-10分钟后停电冷凝,在1450℃~1500℃浇铸成母合金铸锭。

2. 根据权利要求1所述的熔炼过程中分步多形式加碳冶炼镍基高温合金的方法,其特征在于,步骤(2)中所述的升温速率为50℃/分钟。

3. 根据权利要求1所述的熔炼过程中分步多形式加碳冶炼镍基高温合金的方法,其特征在于,步骤(4)中所述的升温速率为50℃/分钟。

## 一种熔炼过程中分步多形式加碳冶炼镍基高温合金的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种熔炼过程加碳冶炼镍基高温合金的方法,通过分步添加Cr-C中间合金促进碳在镍基高温合金冶炼过程中的溶解以精炼母合金,优化合金组织,提高高温合金的性能,本发明可作为高性能、低杂质含量镍基高温合金铸锭的制备技术。

### 背景技术

[0002] 随着高温合金的发展,合金成分在不断的变化,其中碳的添加已成为在镍基高温合金中不可或缺的元素。碳在镍基高温合金中具有特殊的作用。首先,对于铸造多晶高温合金,通过形成多种碳化物强化晶界,尤其是铸造成型复杂构件时,碳的添加能够明显降低雀斑、小角度晶界等缺陷的形成。其次,对于单晶高温合金中,碳的添加强化了单晶中不可避免出现地小角晶界,提高单晶成品率。另外,碳是母合金熔炼时的精炼元素,碳的添加促使精炼过程中形成氧化物溢出,提高了合金的纯净度,改善了合金的铸造性能,一定量的碳的添加显著提高了合金的力学性能。

[0003] 镍基高温合金母合金的传统冶炼方法是,在装料过程中添加单质碳(专利:CN 101538664A),不能有效的发挥碳的脱氧作用,即使在熔炼过程中分步添加碳(专利号:CN 101994019A),虽然充分发挥了碳在精炼过程中的脱氧作用,但无法有效促进碳在高温合金中的溶解。因此,如何充分发挥碳在高温合金中的作用,关键是促进碳在镍基高温合金中的溶解,促使碳在铸造多晶镍基高温合金中形成碳化物以强化合金晶界,进一步提高镍基高温合金的高温性能。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的针对现有高温合金在装料或冶炼过程中添加单质碳,不能有效促进碳在镍基合金的溶解等不足,提供了一种熔炼过程中分步添加Cr-C中间合金冶炼镍基高温合金的方法,在保证合金冶炼过程中脱氧的同时,促进了碳在镍基高温合金中的溶解。

[0005] 实现本发明的技术方案是:一种熔炼过程中分步多形式加碳冶炼镍基高温合金的方法,包括以下步骤:

[0006] (1)装炉

[0007] 按目标合金成分设计母合金加料方式,其中Cr、C先冶炼成Cr-C中间合金,在CaO坩埚中依次加入50-60wt.%的Ni、全部Co、15-25wt.%Cr-C、全部Ti、全部Mo、全部W、全部Ta、全部Re、全部Hf和其余40-50wt.%的Ni;在加料槽中分隔装入其余Cr-C、Al,所述的目标合金成分如下:5-8%Cr,5-8%Co,0-2.5%Mo,0-8%W,0-6.5%Ta,0-3%Re,0-6.2%Al,0-2.5%Ti,0-0.2%Hf,0.05-0.1%C,Ni余量;

[0008] (2)合金熔炼与精炼

[0009] 采用真空感应熔炼炉升温至炉料完全熔化进行熔炼,在1540-1560℃精炼5~10分钟;

[0010] (3)停电冷凝

- [0011] 精炼结束后,停电冷凝15-20分钟;
- [0012] (4)二次加料
- [0013] 冷凝处理结束后,抽真空至真空度达到0.1Pa时,升温至1500℃熔合金,熔体冲开氧化膜后,加入剩余Cr-C合金、Al;
- [0014] (5)停电浇注
- [0015] 二次加料结束后,在1500℃保温5-10分钟后停电冷凝,在1450℃~1500℃浇铸成母合金铸锭。
- [0016] 步骤(2)中所述的升温速率为50℃/分钟。
- [0017] 步骤(4)中所述的升温速率为50℃/分钟。
- [0018] 本发明在熔炼过程中分步多形式加碳冶炼镍基高温合金具有如下优点:在母合金冶炼过程中添加碳,可以减少合金中的氧含量,提高合金的纯洁度,从而改善合金的铸造性能;本发明利用C在Cr中易于溶解形成Cr-C化合物优点,先炼制易于控制成分的中间合金,通过冶炼过程中添加Cr-C中间合金,促进碳在镍基高温合金中的溶解以优化合金组织,可以降低如雀斑、小角度晶界等晶粒缺陷的数量,特别是合金中的碳化物能够强化单晶中不可避免出现的小角度晶界,能够提高单晶成品率。

#### 附图说明

- [0019] 图1是本发明镍基高温合金熔炼流程图。

#### 具体实施方式

- [0020] 实施例1
- [0021] 本实施例合金成分及原材料牌号见表1
- [0022] 表1
- [0023]

合金元素	Cr	Co	Mo	W	Ta	Re	Al	Ti	Hf	C	Ni
含量	7.0	7.5	1.5	6.0	6.0	1.0	6.0	1.5	0.15	0.05	平衡余量
牌号	JCr99-B	Co998	Mo-3	W-3	TD-2	纯度99.9%	Al99.90	TA1	HHf-01	TSC	Ni9990

- [0024]
- [0025] (1)装炉
- [0026] 在CaO坩埚中依次加入50wt.%的Ni、全部Co、15wt.%Cr-C、全部Ti、全部Mo、全部W、全部Ta、全部Re、全部Hf和剩余50wt.%的Ni;在加料槽中分隔装入剩余Cr-C、Al。
- [0027] (2)合金熔炼与精炼;
- [0028] 采用真空感应熔炼炉进行熔炼,当真空感应熔炼炉真空度达10Pa时,给小电流烘坩埚排除附着气体;当真空度达0.1Pa时,增加功率,以50℃/分钟的升温速率升温至炉料完全熔化,在1540℃精炼10分钟。
- [0029] (3)停电冷凝;
- [0030] 精炼结束后,停电冷凝15分钟。
- [0031] (4)二次加料;
- [0032] 冷凝处理结束后,抽真空至真空度达到0.1Pa时,以50℃/分钟的升温速率升温至1500℃熔合金,熔体冲开氧化膜后,依次加入剩余Cr-C、Al。

[0033] (5)停电浇注。

[0034] 二次加料结束后,在1500℃保温10分钟后停电冷凝,在1450℃浇铸成母合金铸锭。

[0035] 采用以上方法冶炼的镍基高温合金母合金杂质含量明显降低,表2、表3、表4分别为采用传统的在冶炼过程中加入单质碳冶炼母合金和本发明方法冶炼母合金的氧含量、合金成分及所制备的单晶室温力学性能比较。

[0036] 表2

[0037]

	O(ppm)
传统冶炼工艺	115
本发明冶炼工艺	32

[0038] 表3

[0039]

合金元素	Cr	Co	Mo	W	Ta	Re	Al	Ti	Hf	C	Ni
传统冶炼工艺	7.01	7.46	1.55	6.08	6.05	1.10	5.91	1.33	0.152	0.022	-

[0040]

本发明冶炼工艺	7.00	7.49	1.51	6.02	6.01	1.05	5.97	1.42	0.151	0.046	-
---------	------	------	------	------	------	------	------	------	-------	-------	---

[0041] 表4

[0042]

	抗拉强度 $\sigma_b$ /MPa	屈服强度 $\sigma_{0.2}$ /MPa
传统冶炼工艺	1020	921
本发明冶炼工艺	1086	951

[0043] 实施例2

[0044] 本实施例选用与实施例1相同牌号的原材料和合金成分,冶炼方法如下:

[0045] (1)装炉

[0046] 在CaO坩埚中依次加入60wt.%的Ni、全部Co、25wt.%Cr-C、全部Ti、全部Mo、全部W、全部Ta、全部Re、全部Hf和剩余40wt.%的Ni;在加料槽中分隔装入剩余Cr-C、Al。

[0047] (2)合金熔炼与精炼;

[0048] 采用真空感应熔炼炉进行熔炼,当真空感应熔炼炉真空度达10Pa时,给小电流烘坩埚排除附着气体;当真空度达0.1Pa时,增加功率,以50℃/分钟的升温速率升温至炉料完全熔化,在1560℃精炼5分钟。。

[0049] (3)停电冷凝;

[0050] 精炼结束后,停电冷凝20分钟。

[0051] (4)二次加料;

[0052] 冷凝处理结束后,抽真空至真空度达到0.1Pa时,以50℃/分钟的升温速率升温至1500℃熔合金,熔体冲开氧化膜后,依次加入剩余Cr-C、Al。

[0053] (5)停电浇注。

[0054] 二次加料结束后,在1500℃保温10分钟后停电冷凝,在1500℃浇铸成母合金铸锭。

[0055] 实施例3

[0056] 本实施例选用与实施例1相同牌号的原材料和合金成分,冶炼方法如下:

[0057] (1)装炉

[0058] 在CaO坩埚中依次加入55wt.%的Ni、全部Co、20wt.%Cr-C、全部Ti、全部Mo、全部W、全部Ta、全部Re、全部Hf和剩余45wt.%的Ni；在加料槽中分隔装入剩余Cr-C、Al。

[0059] (2)合金熔炼与精炼；

[0060] 采用真空感应熔炼炉进行熔炼，当真空感应熔炼炉真空度达10Pa时，给小电流烘坩埚排除附着气体；当真空度达0.1Pa时，增加功率，以50℃/分钟的升温速率升温至炉料完全熔化，在1550℃精炼7.5分钟。

[0061] (3)停电冷凝；

[0062] 精炼结束后，停电冷凝17.5分钟。

[0063] (4)二次加料；

[0064] 冷凝处理结束后，抽真空至真空度达到0.1Pa时，以50℃/分钟的升温速率升温至1500℃熔合金，熔体冲开氧化膜后，依次加入剩余Cr-C、Ni-B、Al-Y、Al。

[0065] (5)停电浇注。

[0066] 二次加料结束后，在1500℃保温10分钟后停电冷凝，在1475℃浇铸成母合金铸锭。

[0067] 实施例4

[0068] 本实施例合金成分见表5。

[0069] 表5

[0070]

合金元素	Cr	Co	C	Ni
含量	5	5	0.05	平衡余量
牌号	JCr99-B	Co998	TSC	Ni9990

[0071] (1)装炉

[0072] 在CaO坩埚中依次加入50wt.%的Ni、全部Co、15wt.%Cr-C和剩余50wt.%的Ni；在加料槽中分隔装入剩余Cr-C。

[0073] (2)合金熔炼与精炼；

[0074] 采用真空感应熔炼炉进行熔炼，当真空感应熔炼炉真空度达10Pa时，给小电流烘坩埚排除附着气体；当真空度达0.1Pa时，增加功率，以50℃/分钟的升温速率升温至炉料完全熔化，在1540℃精炼10分钟。

[0075] (3)停电冷凝；

[0076] 精炼结束后，停电冷凝15分钟。

[0077] (4)二次加料；

[0078] 冷凝处理结束后，抽真空至真空度达到0.1Pa时，以50℃/分钟的升温速率升温至1500℃熔合金，熔体冲开氧化膜后，依次加入剩余Cr-C。

[0079] (5)停电浇注。

[0080] 二次加料结束后，在1500℃保温10分钟后停电冷凝，在1450℃浇铸成母合金铸锭。

[0081] 实施例5

[0082] 本实施例合金成分见表6，采用与实施例1相同的冶炼方法冶炼母合金。

[0083] 表6

[0084]

合金元素	Cr	Co	Mo	W	Ta	Re	Al	Ti	Hf	C	Ni
含量	6.5	6.5	1.25	4.0	3.25	1.5	3.1	1.25	0.1	0.075	平衡余量

牌号	JCr99-B	Co998	Mo-3	W-3	TD-2	纯度99.9%	Al99.90	TA1	HHf-01	TSC	Ni9990
----	---------	-------	------	-----	------	---------	---------	-----	--------	-----	--------

[0085] 实施例6

[0086] 本实施例合金成分见表7,采用与实施例1相同的冶炼方法冶炼母合金。

[0087] 表7

[0088]

合金元素	Cr	Co	Mo	W	Ta	Re	Al	Ti	Hf	C	Ni
含量	8	8	2.5	8	6.5	3.0	6.2	2.5	0.2	0.1	平衡余量
牌号	JCr99-B	Co998	Mo-3	W-3	TD-2	纯度99.9%	Al99.90	TA1	HHf-01	TSC	Ni9990



图1