

电子束滴熔工艺对 DZ125 返回料主元素挥发影响

薛佳宁, 安宁, 李重阳, 杨帆, 徐明舟, 张新平

(北京北冶功能材料有限公司, 北京 100192)

摘要: 电子束熔炼具有温度高、过热度大和真空度高等特点, 对含钎高温合金返回料中难熔夹杂物去除方面具有独特优势, 但在提纯的同时也会带来关键活泼元素烧损问题。本课题采用300 kW电子束滴熔设备开展电子束熔炼工艺试验, 研究了不同熔炼功率、熔炼速度和真空度等电子束工艺参数对返回料合金中活泼元素挥发的影响规律。试验观察到熔炼过程中存在蒸发主元素的冷凝现象, 电子束滴熔过程中除基体Ni以外, Cr元素为主要烧损元素。通过对每炉电子束滴熔前后铸锭实际成分进行定量表征, 建立了工艺参数对主元素烧损情况的影响规律。结果表明, 对主元素烧损影响最大的工艺参数为熔炼功率和熔炼速度, 随着熔炼速度降低至5.0 mm/min、熔炼功率增加至55 kW, Cr元素烧损率由0.91%显著增加到40.41%, 此时熔池平均温度达到2 410 ℃。

关键词: 电子束滴熔; DZ125返回料; 元素挥发; 工艺参数

中图分类号: TG146.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4977 (2026) 01-0057-10

DOI: 10.27014/j.cnki.zhuzao.2026.0009

作者简介:

薛佳宁 (1991-), 女, 高级工程师, 博士, 主要研究方向为铸造高温合金及高性能软磁合金材料的研发。电话: 010-62949541, E-mail: xuejianing@bygcg.com

基金项目:

国家重点研发计划“含钎铸造高温合金返回料超纯净电子束精炼技术研究”课题 (2022YFB3705003)。

收稿日期:

2025-07-28 收到初稿,
2025-09-10 收到修订稿。

引用格式:

薛佳宁, 安宁, 李重阳, 等. 电子束滴熔工艺对 DZ125 返回料主元素挥发影响 [J]. 铸造, 2026, 75(1): 57-66.
XUE Jianing, AN Ning, LI Chongyang, et al. Effect of electron beam drip melting process on the volatilization of main elements in DZ125 revert[J]. Foundry, 2026, 75(1): 57-66.

定向凝固高温合金因具有较高的高温强度和抗蠕变性能, 以及良好的组织稳定性和铸造性能, 已被广泛应用于航空发动机高压涡轮工作叶片材料^[1]。但铸造高温合金零件的材料利用率通常只有10%~20%, 其余均以返回料形式存在^[2]。其中定向合金铸件采用定向凝固工艺, 浇注温度超过1 500 ℃, 熔体与型壳接触时间长, 更易发生杂质和夹杂物累积并存在于返回料中^[3-5]。目前国内定向合金返回料并未得到正式应用, 部分返回料被降级使用或提取Ni等合金元素, 造成Hf、W、Mo和Ta等战略性金属资源的严重浪费和制造成本的显著提升^[6]。

电子束精炼技术是在高真空条件下利用高能量密度的电子束轰击材料表面使材料熔化并精炼的工艺过程, 具有真空度高和局部过热度大等特点, 在去除挥发性杂质元素及高、低密度夹杂等方面具有独特的优势, 被广泛应用于单元及多元合金精炼提纯^[7-8]。对于高品质高温合金, 西方发达国家在返回料处理过程中, 在真空感应熔炼之外就采用了电子束精炼以进一步提高合金的纯净度。目前, 国内学者对于钛合金及某些变形高温合金电子束高纯化制备技术开展了部分研究工作^[9-10], 在电子束精炼过程Al、Ti、Cr和Co等元素挥发规律及Al₂O₃、MgO、SiO₂、CaO、TiN低密度氧化物和氮化物夹杂的去除机理等方面取得了一定成果, 但采用的设备主要为小型冷床炉精炼或电子束层凝技术, 效率低、成本高, 无法实现大规模返回料连续熔炼^[11], 研究结果对规模化生产指导意义有限。此外, 代表性的定向铸造高温合金如DZ125返回料中含有氧化钎等主要夹杂物, 其分解温度高, 密度大于基体, 采用传统真空感应重熔难以有效去除, 需要借助于电子束精炼技术进一步净化^[12]。但电子束精炼能量密度高, 在获得超纯合金的同时, 存在主元素烧损严重的问题。目前关于电子束精炼含钎铸造高温合金返回料的研究较少, 对于电子束精炼过程中合金元素的挥发行为以及含钎氧化物夹杂的去除机理还不明确, 尚需进一步的研究。

本项目团队前期研究表明, 采用电子束滴熔工艺能够显著改善铸锭内夹杂物分布情况, 使难熔氧化钎等在电子束作用下大量聚集上浮至铸锭表面, 从而有效

提高合金纯净度^[12]。因此,本课题将进一步研究电子束熔炼功率、熔炼速度和真空度等工艺参数对活泼主元素挥发的影响规律,阐明电子束滴熔工艺下易烧损主元素的实际挥发速率与工艺参数定量关系,为进一步实现大规模工业化电子束提纯定向铸造高温合金返回料的工艺参数设计提供理论依据。

1 试验方法与内容

电子束滴熔工艺试验采用两个批次的真空感应熔铸DZ125返回料合金锭作为原料,原料成分如表1所示。试验采用电子束滴熔设备开展,设备原理示意图如图1所示。熔炼设备总体构造主要包括:炉体、送料系统、铸锭旋锭升降系统、电子枪系统、电源系统、配电控制系统、真空系统和水冷系统。电子束滴熔设备具有单个电子枪,最大功率达到320 kW,主要工艺参数为熔炼功率、熔炼速度和真空度。电子束熔炼前将原料棒经砂轮打磨棒材表面氧化皮后,用无水乙醇清洗表面。清理炉体后,将原料固定在送料系统,将引锭头固定于旋锭升降系统,炉门封闭后启动真空系统。当炉内真空度和电子枪真空度达到要求后预热电

子枪,调整电子束斑轰击坩埚内引锭头表面形成一层熔池。调节电压及电流至试验设定的熔炼功率后,将原料缓慢送入电子束轰击区,原料熔化后熔融液滴滴入水冷铜坩埚中。操作铸锭升降系统以一定的拉锭速度下降,并调整电子束熔炼功率及送料速度,使坩埚中熔池始终保持1.0~1.5 cm的深度,并将熔池底部经水冷铜坩埚快速冷却凝固的铸锭逐步从坩埚底部拉出,保持此状态可进行连续熔炼。针对不同工艺参数熔炼后的铸锭成分进行化学定量分析,采用扫描电子显微镜(JEOL JSM-6500)及能谱仪(EDAX Genesis XM2 S60)对电子束熔炼后炉壁、坩埚和余料棒下方等部位出现片状附着物进行微观形貌及成分表征。

2 试验结果与分析

2.1 电子束滴熔过程中实际挥发元素分析

试验观察到电子束熔炼过程中主元素蒸发后冷凝的现象,具体表现在电子束熔炼后炉壁、坩埚和余料棒下方等部位均出现片状附着物,如图2(a)所示。对不同熔炼工艺下DZ125返回料合金电子束熔炼后炉

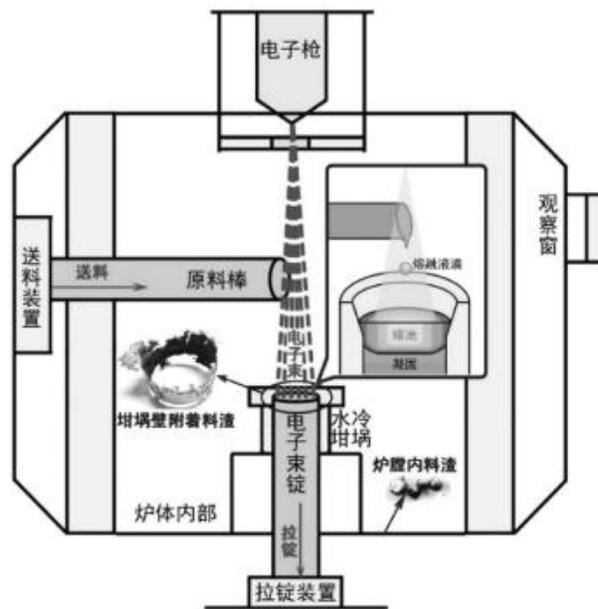


图1 电子束滴熔过程示意图

Fig. 1 Schematic diagram of electron beam drip melting process

表1 DZ125返回料化学成分
Tab. 1 Chemical compositions of the DZ125 revert

感应原料批次	C	Cr	Co	W	Mo	Ta	Al	Ti	Hf	B	Ni
批次1	0.105	8.77	9.89	6.84	1.99	4.09	5.19	1.16	1.54	0.015	余量
批次2	0.113	8.86	9.88	6.94	2.00	3.85	5.20	0.92	1.43	0.015	余量
DZ125合金成分范围	0.07~0.12	8.50~9.30	9.50~10.50	6.60~7.40	1.60~2.40	3.50~4.10	4.80~5.40	0.70~1.20	1.20~1.80	0.010~0.020	余量

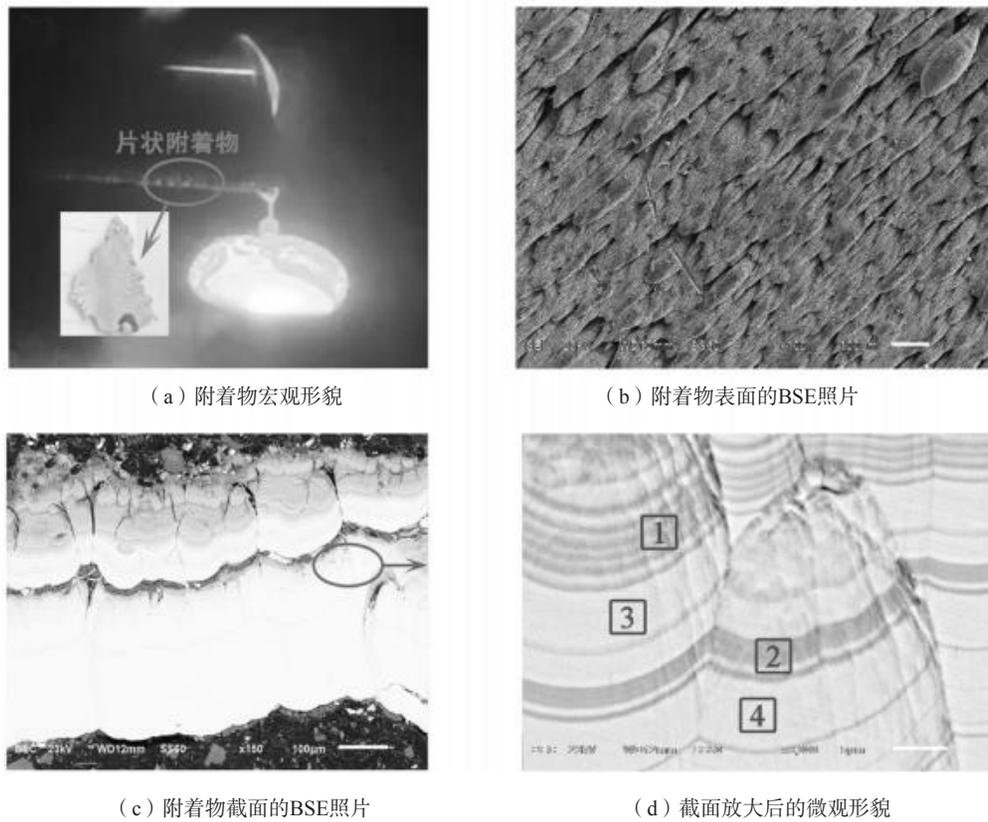


图2 炉壁及余料棒表面冷凝附着物及其显微组织分析
Fig. 2 The condensed attachments on the furnace wall and waste rod surface and the analysis of their microstructures

壁及余料棒表面提取的冷凝附着物进行显微组织分析和微区能谱分析，研究主元素挥发及杂质元素挥发问题。其中采用批次1原料以40 kW功率熔炼后，图2(b)为附着物表面的背散射微观形貌，图2(c)-(d)为附着物截面背散射微观形貌，可观察到附着物成疏松结构，沿原料棒或炉壁表面逐渐向外生长。采用能谱仪对附着物成分进行定量分析，结果如表2所示，可以看到该附着物仅含有Cr、Co、Ni、Al及O元素。其中颜色较深的附着层中O含量较高，达到10%左右；颜色较浅的附着层O含量则在5%左右。除Ni元素以外，附着层含量最高的元素为Cr，达到33%，结合感应原料中Cr、Co、Ni和Al四种主元素的占比情况分析，Cr的蒸发量占比最大。

电子束熔炼后坩埚壁附着的料渣和溅到炉膛内部的炉渣表面也存在冷凝层。将这些料渣和炉渣取样在扫描电镜下观察横截面的微观形貌及各元素的成分变化情况，取样照片及截面的扫描电镜照片如图3所示。图3(a)和(c)分别为坩埚壁附着物和炉渣的实物照片，图3(b)和(d)分别为坩埚壁附着物剖面 and 炉渣剖面的扫描电镜照片。扫描电镜下观察炉渣和料渣的边缘部位均具有50~100 μm厚度的深色覆盖层，能谱分析表明同样只含有Cr、Ni、Co和Al四种元素，各元

素含量如表3所示，可以看到Cr元素含量最高可达到70%。因此推断该凝固层同样为挥发的气态主元素在遇到温度较低的坩埚壁表面后凝固而成的。坩埚壁附着物的凝固层中未分析到氧元素的存在，表明接近电子

表2 批次1原料采用40 kW功率熔炼后炉壁上冷凝附着物的能谱分析结果

Tab. 2 EDS analysis results of condensed attachments on the furnace wall of batch 1 raw materials melted at a power of 40 kW

位置	Al	Cr	Co	Ni	O
1	2.38	34.63	9.73	43.99	9.27
2	2.38	33.37	9.70	44.48	10.07
3	2.49	32.71	10.56	49.28	4.96
4	2.78	33.28	10.36	48.66	4.92

表3 坩埚壁附着物和内边缘能谱分析结果

Tab. 3 EDS analysis results of the attachments on the crucible wall and the slags in the furnace

能谱	O	Al	Cr	Co	Ni
坩埚壁凝固层-浅色	-	0.86	69.76	8.70	20.68
坩埚壁凝固层-深色	-	2.54	43.85	10.56	43.05
炉渣-凝固层	5.73	3.95	43.97	9.32	37.03

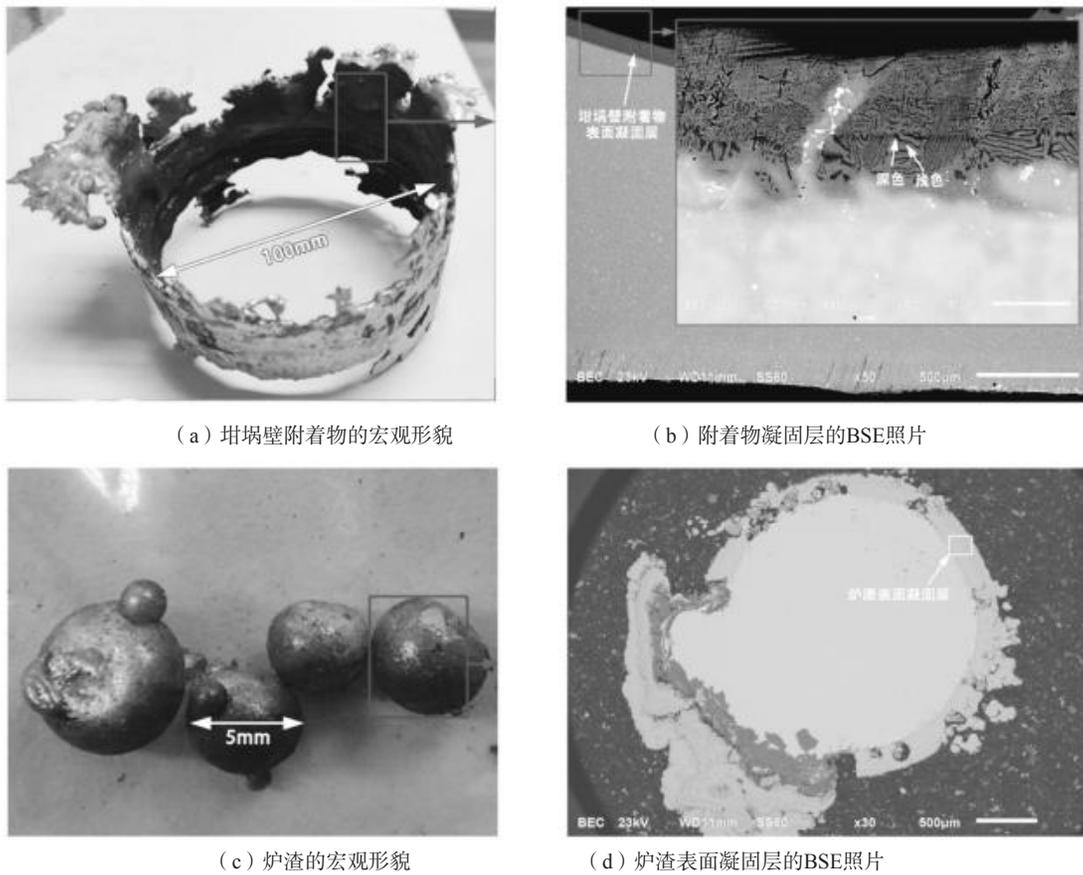


图3 坩埚壁附着物和炉渣及其背散射电子图像
Fig. 3 The attachment on the crucible wall and the slags in the furnace and their BSE images

束辐照位置能量更高、真空度更高，导致熔池内脱气反应更加明显，因此坩埚内壁位置的除氧效果更好。

真空冶炼过程中，基于Langmuir方程的合金元素*i*的理论蒸发速率表达式如下所示^[13]：

$$V_i = \alpha_i \times P_i^0 \times \sqrt{\frac{M_i}{2\pi RT}} \quad (1)$$

式中： P_i^0 是DZ125合金熔体中纯金属元素*i*的饱和蒸汽压； M_i 是元素*i*的摩尔质量； R 是气体常数（ $8.314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ）； T 是绝对温度； α_i 是元素*i*的活度。前期已有文献对DZ125合金体系中各元素的活度、饱和蒸汽压及理论蒸发速率随温度的变化规律进行了理

论计算。熔体温度在1 500 K时，DZ125合金体系中Ni、Cr、Al和Co元素的理论蒸发速率大约 $10^{-7} \text{ g} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ ，其他元素的理论蒸发速率则小于 $10^{-15} \text{ g} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ ；熔体温度增加至2 100 K，四种元素的理论蒸发速率增加到大约 $10^{-2} \text{ g} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ ，而其他元素的理论蒸发速率则不超过 $10^{-9} \text{ g} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ ，即Ni、Cr、Al和Co四种元素的蒸发速率远大于其他元素^[11]。试验结果与理论计算结果相符。

分别提取两个批次原料在不同工艺下熔炼后炉壁及余料棒部位的冷凝附着物，在扫描电镜下进行成分定量表征，结果如表4所示。对比不同原料批次和熔炼

表4 不同电子束滴熔工艺下冷凝附着物的能谱分析结果
Tab. 4 EDS analysis results of the condensed attachments under different EB drip melting processes $w_B/\%$

原料	熔炼功率/kW	熔炼速度/(mm·min ⁻¹)	平均熔池温度/℃	Al	Cr	Co	Ni	O
批次1	36	6.5	1 860	2.06	39.63	10.05	44.41	3.85
	40	6.5	1 950	2.62	38.19	10.12	44.4	4.67
	46	6.5	2 075	5.38	34.37	10.01	43.74	6.5
批次2	30	5.0	1 810	2.78	32.22	11.06	52.02	1.92
	40	5.0	2 140	2.31	28.36	11.33	53.39	4.61
	48	5.0	2 290	3.60	25.00	11.13	55.14	5.13

工艺下冷凝附着物的成分发现,随着熔池平均温度的逐渐增加,Al含量逐渐增加,且氧含量也相应升高。由此推断,熔池温度的增加意味着熔池表面高能电子束辐照强度增加,更充分的发生脱气反应,并且部分上浮到表面的氧化铝在高能束斑辐照下发生了分解反应,使得冷凝附着物中O和Al含量增加。团队前期研究结果表明,电子束滴熔对熔池起到搅拌作用,结合夹杂物与熔池界面处产生的马兰戈尼效应,使HfO₂和Al₂O₃等夹杂物能够大量聚集上浮到表面来去除^[11],因此高能束斑辐照导致的分解并非主要的氧化物去除机制。批次1原料采用40 kW功率熔炼后O+N+S杂质总含量即可降低至 10×10^{-6} 以下^[14]。结合主元素挥发规律综合考虑,采用电子束滴熔工艺提纯DZ125返回料,电子束熔炼功率不宜过高。

对于Ni、Cr和Co元素,依据文献中理论蒸发速率计算结果可知,随着熔体温度从1 500 K增加至2 100 K, Ni元素的蒸发速率逐渐超过Cr元素^[11]。而表4数据表明,不同熔炼工艺下冷凝附着物中Co和Ni元素的百分比几乎不变,但Cr的含量随着熔池平均温度增加而逐渐减少,该趋势符合理论计算结果。尽管Ni元素含量高于Cr,但由于合金中Ni含量(60%)远高于Cr(9%),因此在实际电子束熔炼过程中,Cr元素依然为主要挥发主元素。批次2原料电子束熔炼后冷凝附着物中易挥发成分比例与批次1熔炼后的结果相似,即Cr含量随着熔池平均温度的逐渐升高而下降,反之Al元素的占比逐渐增加,但Cr和Ni依然是占比最大的蒸发元素。另外观察到O含量随温度的变化趋势也是相似的,即熔池温度越高,附着物中含氧量越高。

2.2 滴熔工艺参数对 DZ125 返回料主元素烧损的影响规律

首先探究了相似工艺参数下,不同炉体真空度对DZ125返回料主元素挥发的影响规律。电子束滴熔设备装炉后,先启动机械泵及罗茨泵,对枪室和炉体进行粗抽,当真空度达到 1.0×10^1 Pa时启动扩散泵,当枪室

真空度 $\leq 1.0 \times 10^{-2}$ Pa时对电子枪灯丝进行预热,预热完成后调节轰击电压/电流形成电子束斑。由于该过程炉体内一直采用扩散泵抽真空,炉体的真空度无法主动调节,因此需挑选熔炼过程中真空度差异较大的相近工艺不同炉合金作为研究对象。炉内真空度范围从 3.0×10^{-1} Pa至 5.0×10^{-3} Pa范围内,相差两个数量级,每炉真空度、功率等工艺参数和成分实测值如表5所示。

当熔池平均温度在1 810~1 890 °C范围内时,随着真空度从 3.0×10^{-1} Pa提升至 1.0×10^{-2} Pa,铸锭中主要活泼主元素Cr含量有所下降,从8.59%烧损至8.49%水平。但真空度进一步达到 5.0×10^{-3} Pa时,Cr烧损率并没有继续下降,而是维持在1.48%。熔池温度提高至1 930~1 985 °C范围、真空度在 10^{-3} Pa数量级变化时,Cr的烧损率最高也只达到3.65%。可以观察到Cr烧损并未随着真空度达到 10^{-3} Pa数量级而出现显著升高的现象,因此当真空度达到滴熔设备熔炼要求后,滴熔工艺下的实际真空度对合金熔炼过程中主元素挥发没有显著影响。

电子束滴熔工艺的两个重要可调参数包括熔炼速率和熔炼速度。电子束滴熔工艺可通过调整拉锭速度控制熔炼速度,熔炼速度越慢,合金熔体在电子束斑下辐照的时间越长。在相同熔炼功率下,对采用不同熔炼速度进行电子束熔炼后的DZ125批次1返回料铸锭进行化学分析,结果如表6所示。随着电子束滴熔的熔炼速度从9.0 mm/min逐渐下降至5.0 mm/min,Cr元素的烧损率有显著增加。采用5.0 mm/min的熔炼速度提纯后Cr含量降低至7.98%,烧损率达到9.01%,已显著低于DZ125所要求的成分范围。

分析原因可知,降低熔炼速度意味着合金单位熔体的熔炼时间延长,即电子束辐照时间增加,这导致Cr元素的挥发量显著增加,如图4所示。综上所述,考虑到Cr和Ni等活泼主元素烧损情况,电子束滴熔法提纯DZ125返回料的熔炼速度不宜低于6.0 mm/min以下。

对采用不同功率电子束熔炼后的DZ125返回料铸

表5 不同炉内真空度下电子束滴熔铸锭的化学成分
Tab. 5 Chemical compositions of EB drip melted ingots under different vacuum in the furnace $w_B/\%$

炉内真空度/Pa	熔炼速度/(mm·min ⁻¹)- 熔炼功率/kW-原料批次	熔池平均温度/°C	C	Cr	Co	W	Mo	Ta	Al	Ti	Hf	B	Ni
3.0×10^{-1}	6.5-32-2	1 890	0.135	8.59	9.85	7.40	2.11	3.69	5.44	1.02	1.44	0.015	余量
1.0×10^{-2}	6.7-32-2	1 810	0.123	8.49	9.67	6.87	2.11	4.03	5.35	0.97	1.52	0.015	余量
5.1×10^{-3}	6.5-36-1	1 860	0.124	8.64	10.28	7.46	2.15	4.03	5.34	1.28	1.47	0.015	余量
9.7×10^{-3}	6.5-40-1	1 950	0.104	8.48	10.31	7.67	2.08	4.03	5.25	1.19	1.36	0.014	余量
6.3×10^{-3}	6.5-39-1	1 930	0.113	8.42	9.93	7.27	2.11	3.78	5.22	1.09	1.22	0.013	余量
4.8×10^{-3}	6.5-39-2	1 985	0.133	8.83	10.10	7.40	2.04	3.68	5.24	0.91	1.30	0.012	余量

表6 不同熔炼速度下电子束滴熔铸锭的化学分析结果
Tab. 6 Chemical compositions of EB drip melted ingots at different melting speeds

熔炼速度/(mm·min ⁻¹)	C	Cr	Co	W	Mo	Ta	Al	Ti	Hf	B	Ni
批次1原料	0.105	8.77	9.89	6.84	1.99	4.09	5.19	1.16	1.54	0.015	余量
9.0	0.109	8.83	9.96	7.03	2.04	4.24	5.14	1.22	1.49	0.014	余量
6.5n	0.115	8.64	9.93	7.14	2.07	4.07	5.16	1.24	1.50	0.016	余量
6.0n	0.119	8.51	9.81	7.11	2.03	3.81	5.25	1.11	1.46	0.015	余量
5.0	0.104	7.98	9.84	7.17	2.10	3.78	5.28	1.12	1.45	0.015	余量

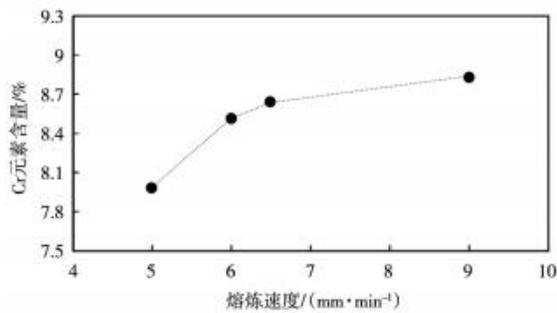


图4 电子束滴熔铸锭中Cr含量随熔炼速度变化

Fig. 4 The variations of Cr contents in EB drip melted ingots with the melting rates

锭进行化学成分分析,结果如表7所示,并建立熔炼功率对Cr、Hf、Al、W、Mo和Ta等主元素熔炼后含量及烧损率的影响规律。试验挑选出三组分别在相同熔炼速度下调节熔炼功率后冶炼的铸锭成分数据,分析不同工艺下熔炼功率对合金主元素含量的影响趋势是否相似。随着电子束熔炼功率逐渐增加, Cr元素的烧损情况最为明显。Cr作为主要烧损的活泼主元素,在熔炼速度为6.5 mm/min不变的情况下,46 kW功率电子束熔炼批次1原料后Cr含量降低至8.45%,已低于DZ125所要求的成分范围。而对于Hf元素,批次2经过46 kW熔

炼后含量降至1.30%,尽管能够达到合金的成分要求范围,但熔炼前后的损失率达到了15.58%。分析原因可知,含钪DZ125返回料中Hf元素的赋存性质并不仅以固溶态和碳化物形式存在,返回料中还存在较多的氧化钪,电子束熔炼过程中,大量氧化钪聚集并迁移至熔池表面的最后凝固区^[12],因此电子束熔炼后铸锭内部以氧化物形式存在的钪元素显著降低,从而导致铸锭中钪含量下降。

对批次2熔炼试验结果分析可知,当熔炼速度为5.0 mm/min,随着熔炼功率从30 kW进一步增加至55 kW,熔池平均温度可达到2 410 ℃,此时的Cr含量仅为5.28%,烧损率高达40.41%,合金中Cr含量及烧损随功率的变化关系如图5所示。但值得注意的是Hf元素含量随功率增加逐渐升高,55 kW达到1.67%,并且W、Mo和Ta等难熔金属元素及Al元素含量同样随着功率增加而异常升高,均超过DZ125成分范围的上限。结合表4分析可知,批次2中Ni元素挥发占比随功率增加而逐渐增加,因此推断随着功率进一步增加,基体Ni元素挥发严重,导致难熔金属元素等其他主元素含量占比超过上限。

表7 不同熔炼功率下电子束滴熔铸锭的化学成分
Tab. 7 Chemical compositions of EB drip melted ingots at different melting powers

熔炼功率/kW	原料批次-熔炼速度/(mm·min ⁻¹)	熔池平均温度/℃	C	Cr	Co	W	Mo	Ta	Al	Ti	Hf	B	Ni
22	批次1	1 400	0.112	8.76	9.99	7.22	2.00	4.12	5.23	1.15	1.52	0.012	余量
26	9.0	1 545	0.112	8.69	10.17	7.31	2.15	4.12	5.25	1.35	1.50	0.016	余量
36	批次1	1 860	0.124	8.64	10.28	7.46	2.15	4.03	5.34	1.28	1.47	0.015	余量
40	6.5	1 950	0.104	8.48	10.31	7.67	2.08	4.03	5.25	1.19	1.36	0.014	余量
46	6.5	2 075	0.111	8.45	10.21	7.69	2.13	3.96	5.24	1.24	1.30	0.015	余量
30	批次2	1 900	0.114	8.12	9.97	7.34	2.11	3.85	5.32	1.11	1.38	0.013	余量
40	5.0	2 140	0.118	7.91	9.72	7.37	2.14	3.50	5.37	1.01	1.28	0.015	余量
48	5.0	2 290	0.112	7.85	9.87	7.41	2.14	4.02	5.54	1.02	1.46	0.016	余量
55	5.0	2 410	0.123	5.28	9.62	8.57	2.50	4.51	5.90	1.17	1.67	0.017	余量

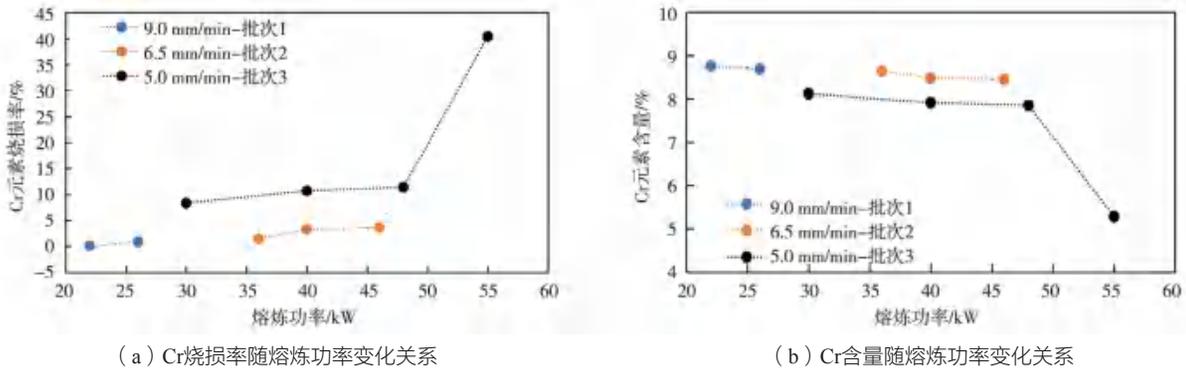


图5 电子束滴熔铸锭中Cr含量和烧损率随熔炼功率变化
Fig. 5 The variations of Cr contents and burn loss rates in the EB drip melted ingots with different melting powers

2.3 熔池平均温度对 DZ125 返回料成分控制影响研究

电子束滴熔试验过程中，熔炼速度、熔炼功率、熔池面积等工艺参数均对熔池平均温度有显著影响。通过对不同工艺参数电子束滴熔后的DZ125返回料铸锭进行化学成分分析，可建立不同熔池平均温度与熔炼前后主元素烧损率的定量关系，如表8所示。计算不同元素在不同熔池平均温度下的烧损率可知，主元素烧损率为正值的主要有Cr元素，部分工艺下Hf元素和Ta元素烧损率也为正值。而W、Mo、Al和Ti等元素则为负值。这表明主要烧损元素除Cr之外还有主元素Ni，基体Ni的大量烧损会使W、Mo和Ta等难熔金属元素含量增加。

对于主要烧损元素Cr，熔池平均温度与Cr烧损率的关系如图6所示，可以看到Cr烧损变化的大致趋势是随熔池温度的升高逐渐增加。以感应原料中Cr含量为8.8%计算，5%的烧损率收得Cr含量为8.36%，略低于

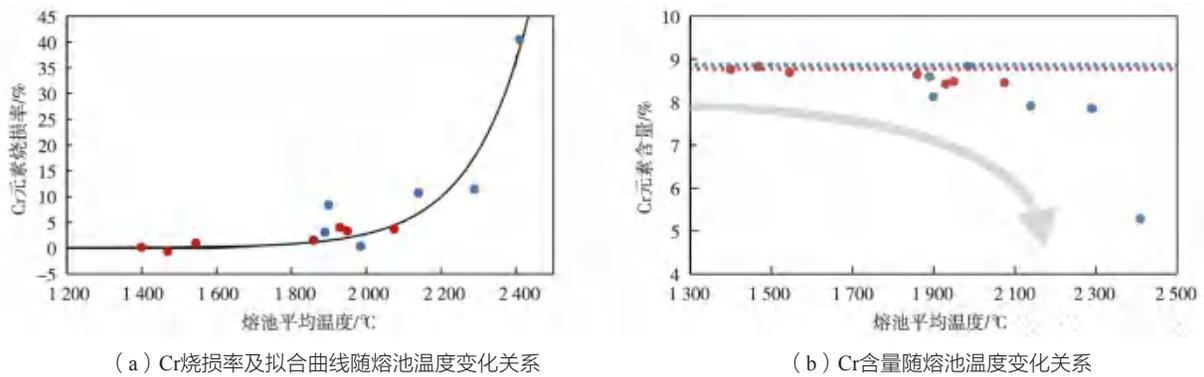
指标范围，对应的熔池温度在2 000 ℃左右。观察不同电子束滴熔工艺对应的熔池平均温度值与实际Cr含量变化规律可知，所有数据的整体变化趋势是大致相同的，即Cr含量均随熔池平均温度的逐渐增加而下降，尤其是温度达到2 000 ℃以上后，Cr含量下降趋势明显加快。文献中理论计算结果表明主元素蒸发速率随温度变化成指数关系^[14]，因此采用指数函数对Cr元素实际烧损率随各工艺参数耦合对应熔池平均温度的变化规律进行拟合，拟合曲线如图6所示。建立Cr元素烧损率拟合数学表达式如下：

$$\text{Cr元素烧损率}(\%) = 6.24 \times 10^{-6} \times \exp\left(\frac{T}{154}\right) \quad (2)$$

式中： T 为熔池平均温度，℃。该拟合公式的调整 R 方（Adjusted R-Squared）达到0.93，拟合优度良好。根据拟合算式可计算出两批次原料在电子束滴熔提纯过程中，Cr含量满足DZ125下限范围要求（ $\geq 8.50\%$ ）的最高熔池平均温度值。批次1原料Cr含量为8.77%，最大烧损率不应超过3.08%，计算得到电子束滴熔的熔池温

表8 不同熔池平均温度下电子束滴熔铸锭的化学成分
Tab. 8 Chemical compositions of EB drip melted ingots at different average temperatures of melt pool $w_B/\%$

原料批次	熔池平均温度/℃	C	Cr	Co	W	Mo	Ta	Al	Ti	Hf	B	Ni
批次1	1 400	0.112	8.76	9.99	7.22	2.00	4.12	5.23	1.15	1.52	0.012	余量
	1 470	0.109	8.83	9.96	7.03	2.04	4.24	5.14	1.22	1.49	0.014	余量
	1 545	0.112	8.69	10.17	7.31	2.15	4.12	5.25	1.35	1.50	0.016	余量
	1 860	0.124	8.64	10.28	7.46	2.15	4.03	5.34	1.28	1.47	0.015	余量
	1 930	0.113	8.42	9.93	7.27	2.11	3.78	5.23	1.09	1.22	0.013	余量
	1 950	0.104	8.48	10.31	7.67	2.08	4.03	5.25	1.19	1.36	0.014	余量
	2 075	0.111	8.45	10.21	7.69	2.13	3.96	5.24	1.24	1.30	0.015	余量
批次2	1 890	0.135	8.59	9.85	7.40	2.11	3.69	5.44	1.02	1.44	0.015	余量
	1 900	0.114	8.12	9.97	7.34	2.11	3.85	5.32	1.11	1.38	0.013	余量
	1 985	0.133	8.83	10.1	7.4	2.04	3.68	5.24	0.91	1.3	0.012	余量
	2 140	0.118	7.91	9.72	7.37	2.14	3.50	5.37	1.01	1.28	0.015	余量
	2 290	0.112	7.85	9.87	7.41	2.14	4.02	5.54	1.02	1.46	0.016	余量
	2 410	0.123	5.28	9.62	8.57	2.50	4.51	5.90	1.17	1.67	0.017	余量



(a) Cr烧损率及拟合曲线随熔池温度变化关系

(b) Cr含量随熔池温度变化关系

图6 电子束滴熔铸锭中Cr含量和烧损率随熔池平均温度的变化

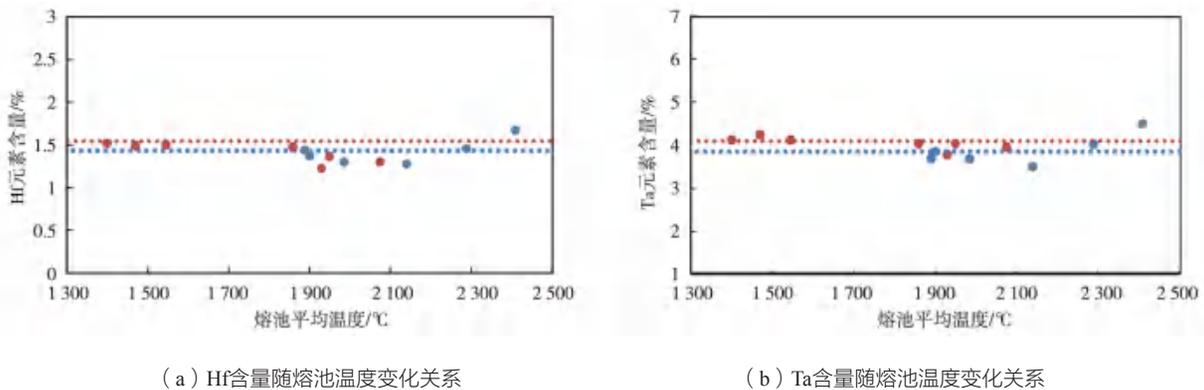
Fig. 6 The variations of Cr contents and burn loss rates in EB drip melted ingots with the melt pool average temperatures

度不超过2 019 °C；批次2原料Cr含量为8.86%，最大烧损率不应超过4.06%，计算得到电子束滴熔的熔池温度不超过2 061 °C。

Hf元素和Ta元素含量及烧损率随熔池平均温度的变化趋势如图7所示，两者较为相似。在熔池温度1 860~2 140 °C范围内，Hf和Ta含量有下降趋势，但熔池温度进一步升高至2 290 °C以上，两种元素含量显著升高。这是因为DZ125返回料中有较多氧化钨和粗大碳化物的存在，碳化物中Ta含量达到50%以上，电子束熔炼后，氧化钨和粗大碳化物等夹杂物聚集上浮至铸锭表面^[12]，使得铸锭内部即表面的Hf和Ta元素分配不均匀。而熔池温度进一步升高后，大量基体Ni元

素蒸发，造成Hf和Ta等难熔合金元素的占比显著增加。

W、Mo和Al这三种元素电子束滴熔后的含量随熔炼工艺变化趋势较为明显，如图8所示，均随着熔池平均温度升高而增加。这是由于基体Ni元素严重挥发，导致W和Mo等难熔金属元素占比逐渐增高。值得注意的是，尽管Al元素饱和蒸汽压高，但采用电子束滴熔工艺后，其烧损率随功率增加反而成负值，即Al元素在DZ125组分体系中并未出现明显烧损。推断该现象与溶质偏析特性有关，即Al原子在Ni基体中为正偏析溶质原子，倾向于在液相中均匀分散，与Co和Ni原子具有更强的相互作用，因此未出现明显蒸发现象。



(a) Hf含量随熔池温度变化关系

(b) Ta含量随熔池温度变化关系

图7 电子束滴熔铸锭中Hf、Ta含量随熔池平均温度变化

Fig. 7 The variations of Hf and Ta contents in EB drip melted ingots with the melt pool average temperatures

3 结论

(1) DZ125返回料在电子束滴熔过程中，通过对坩埚壁及余料棒附着物和炉渣表面存在的冷凝层所含元素进行分析，确定易挥发元素为Cr、Ni、Co和Al四种主元素，除基体Ni以外，Cr为主要烧损元素，冷凝层中Cr元素含量最高可达到70%。

(2) 电子束滴熔主要工艺参数包括熔炼速度、熔炼功率和真空度。当炉内真空度达到设备熔炼要求

后，滴熔工艺下的实际真空度对合金熔炼过程中主元素挥发没有显著影响。但熔炼速度和熔炼功率对主元素挥发影响明显。熔炼速度越慢，熔炼功率越高，合金熔体在电子束斑下辐照的时间越长。随着熔炼速度从9.0 mm/min逐渐下降至5.0 mm/min，Cr元素的烧损率显著增加到9.01%。随着熔炼功率从30 kW增加至55 kW，Cr含量仅为5.28%，烧损率高达40.41%。

(3) 通过对不同工艺参数电子束滴熔后的DZ125

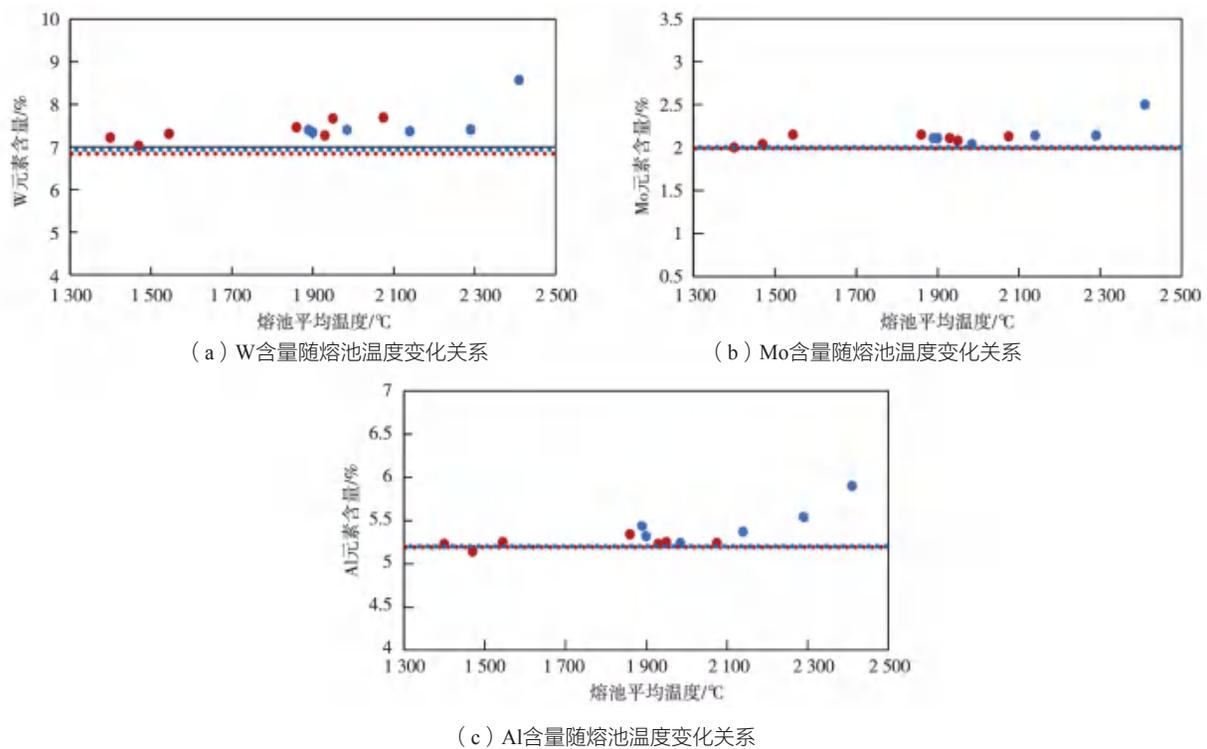


图8 电子束滴熔铸锭中W、Mo和Al含量随熔池平均温度变化

Fig. 8 The variations of W, Mo and Al contents in EB drip melted ingots with the melt pool average temperatures

返料铸锭进行化学成分分析，建立了不同熔池平均温度与熔炼前后Cr、Al、Hf、W、Mo和Ta等主元素烧损率的定量关系。电子束滴熔工艺下，随着熔池平

均温度增加，主要烧损元素包括Cr和Ni，而基体Ni的大量烧损会使W、Mo和Ta等难熔金属元素含量显著增加。

参考文献:

- [1] 钟明君, 于浩, 王子若, 等. 镍基高温合金的研究进展及发展趋势 [J]. 热加工工艺, 2025 (10): 1-9.
- [2] 张春晓, 陈林军, 马琛, 等. 镍基铸造高温合金返料回收再利用现状及发展趋势 [J]. 大型铸锻件, 2024 (5): 47-51.
- [3] 张华夏, 吴昌新, 桂忠楼. 净化DZ125合金返料研究 [J]. 材料工程, 2009 (8): 68-70.
- [4] 解方良, 骆合力, 李尚平, 等. 精密铸造用DZ125合金返料净化处理研究 [J]. 特种铸造及有色合金, 2017, 37 (8): 875-877.
- [5] 刘恩泽, 刘晓飞, 郭金花, 等. DZ125L合金返料性能研究 [J]. 有色矿冶, 2021, 37 (3): 45-47.
- [6] YANG X, WANG X, LI J, et al. The effect of revert addition on microstructure and mechanical properties of K418 Ni-base superalloy [C]// Proceedings of 2015 5th International Conference on Information Engineering for Mechanics and Materials (ICIMM 2015), 2015: 375-379.
- [7] SHCHUKIN G V, KONSTANTINOV O V. Measurement of silicon melt temperature during electron beam refining [J]. Journal of Applied Mechanics and Technical Physics, 2023, 64 (5): 767-771.
- [8] PARK H, NA T, YANG S, et al. Thermodynamic analysis of oxygen refining during electron-beam additive manufacturing of pure titanium products [J]. Materials Letters, 2019, 236: 106-108.
- [9] NIU S, ZHAO L, YOU X, et al. Fatigue deformation behavior of revert Ni-based superalloys via electron beam technology at low and middle temperature [J]. Materials Characterization, 2021, 179: 111330.
- [10] 夏福宽, 谭毅, 白如圣, 等. 电子束精炼FGH4097母合金夹杂物迁移行为研究 [J]. 铸造技术, 2024, 45 (7): 659-671.
- [11] 李毅. 电子束精炼制备超纯净DZ125合金的冶金行为及高温性能研究 [D]. 大连: 大连理工大学, 2024.
- [12] 黄丹蓝, 薛佳宁, 安宁, 等. 电子束熔炼对DZ125合金返料夹杂物分布的影响研究 [J]. 稀有金属材料与工程, 2025, 54 (5): 1229-1234.
- [13] LANGMUIR I. The vapor pressure of metallic tungsten [J]. Physical Review, 1913, 2 (5): 329-342.
- [14] ZHANG X, WANG X, GAO L, et al. Purification of DZ125 superalloy reverts through droplet electron-beam melting and centrifugal directional solidification [J]. Metals, 2025, 15 (9): 1-13.

Effect of Electron Beam Drip Melting Process on the Volatilization of Main Elements in DZ125 Revert

XUE Jia-ning, AN Ning, LI Chong-yang, YANG Fan, XU Ming-zhou, ZHANG Xin-ping
(Beijing Beiyue Functional Materials Co., Ltd., Beijing 100192, China)

Abstract:

Electron beam (EB) melting has the characteristics of high temperature, extreme overheating, and high vacuum, which have unique advantages in removing refractory inclusions in the revert of hafnium containing superalloys. But during purification, it also brings about the problems of key active element burnings. In this project, the electron beam melting process experiments had been carried out by using of a 300 kW EB drip melting equipment, and the influences of different electron beam process parameters such as melting power, melting rate, and vacuum degree on the volatilization of active elements in the revert alloy were investigated. It was observed through the experiments that the condensation phenomena of evaporated main elements existed during the melting processes, and besides the matrix element Ni, Cr was the main burned element during the EB drip melting processes. Through quantitatively characterizings of the actual ingot compositions before and after the EB drip melting, the affecting laws of the process parameters on the burning loss conditions of main elements were established. The results show that the process parameters of having the greatest impact on the burning loss of main elements are melting power and melting rate. As the melting rate is decreased to 5.0 mm/min and the melting power is increased to 55 kW, the burning loss rate of Cr element is significantly increased from 0.91% to 40.41%, and at this time, the temperature of the molten pool is reached to 2 410 °C .

Key words:

electron beam drip melting; DZ125 revert; element volatilization; process parameters
