

微量元素 Zr 添加对 K492M 高温合金微观组织及力学性能的影响

徐志恒¹, 杨光昱¹, 杨一琰², 程会民³, 介万奇¹

(1 西北工业大学材料学院, 陕西 西安 710072)

(2 中国航发动力股份有限公司, 陕西 西安 710016)

(3 西安北方光电科技防务有限公司, 陕西 西安 710299)

摘要: 本文研究了微量 Zr 元素添加对 K492M 高温合金微观组织、室温和高温力学性能的影响作用。实验合金中的 Zr 含量在 60~580 ppm 范围内变化。结果表明, 微量 Zr 元素添加并未影响铸态和热处理态 K492M 合金的主要相组成, 铸态 K492M 合金主要由 γ 基体相、 γ' 沉淀相、MC 型碳化物和 $(\gamma+\gamma')$ 共晶相组成, 热处理后 $(\gamma+\gamma')$ 共晶相基本消失, 析出 $M_{23}C_6$ 型碳化物。微量 Zr 元素添加显著细化 K492M 合金的晶粒组织, 当 Zr 含量为 160 ppm 时, 铸态和热处理态合金的晶粒组织细化效果最为显著。随着 Zr 含量由 60 ppm 增加至 580 ppm, 铸态和热处理态 K492M 合金中 MC 碳化物趋于细化; Zr 元素添加对合金中 γ' 相体积分数及尺寸影响较小。Zr 元素含量变化对热处理态 K492M 合金的室温拉伸性能及高温 (760 °C) 拉伸强度影响较小, 但显著影响合金的高温塑性和持久性能 (760 °C/662 MPa), Zr 含量为 160 ppm 时, 合金的高温拉伸延伸率及持久寿命最高, 相比于含 0 ppm Zr 的合金分别提高了 53.8% 和 16.8%。

关键词: K492M 合金; Zr 元素; 微观组织; 拉伸性能; 持久性能

中图分类号: TG146.1⁺5 **文献标识码:** A **文章编号:**

随着我国航空工业的快速发展, 现代航空发动机装备日趋复杂, 服役工况愈加严苛, 这对高温结构材料的服役温度和综合力学性能提出了更高的要求^{[1][2][3]}。K492M 合金作为我国目前应用最广泛的镍基铸造高温合金之一, 主要用于制作航空发动机的叶片和辅助动力装置 (APU) 上的整体涡轮等零部件^[4]。这类高温合金部件在 760 °C 条件下服役时, 合金晶界处原子排列不规则, 裂纹易沿晶界萌生并扩展, 导致合金高温力学性能降低^[5]。镍基高温合金合金化程度较高, 合金中的元素种类繁多且作用不同, 这些合金元素可分为四类, 即固溶体形成元素 (如 Co、Cr、Fe、Mo、V 等)、析出相形成元素 (如 Al、Ti、V、Nb、Ta 等)、碳化物形成元素 (如 Ti、Ta、Nb、V、Mo、W 等) 和界面稳定化元素 (Cr、Co、B、Zr、Hf 等)^[6]。在镍基高温合金中, 微量元素 (如 C、B、Zr 等) 普遍存在, 且易在晶界处发生偏聚, 尽管微量元素在合金中的含量只有 ppm (1×10^{-4} wt.%) 级, 但它们对合金的力学性能具有重要影响^{[7][8]}。

Zr 元素是镍基高温合金中的一种重要强化元素, 其微量添加可有效调控镍基高温合金的微观组织, 从而改善合金的力学性能^[9]。Tsai 等人发现 TM-321 镍基高温合金中添加 Zr 元素可细化晶粒, 合金中 Zr 元素含量由 0.08 wt.% 增加至 0.42 wt.% 时, 晶粒尺寸由 90 μm 减小至

70 μm ^[10]。周阳等人研究发现随着 Zr 含量增加, K417 合金中的碳化物形貌由细长条状变为离散颗粒或短棒状, 这种形貌转变对合金的性能具有重要影响, 离散颗粒或短棒状碳化物有助于强化晶界, 从而提高合金的持久性能^[11]。Hsin-Erh Huang 等人研究表明 Zr 元素添加可显著提升 CM247LC 镍基高温合金的蠕变性能, 在 1033 K/725 MPa 条件下, Zr 含量为 0.15 wt.% 的合金蠕变寿命为 154-162 h, 约为 Zr 含量为 0.015 wt.% 的合金蠕变寿命的两倍^[12]。上述研究表明 Zr 元素在镍基高温合金中展现出显著的微观组织调控和性能优化作用, 然而针对 K492M 合金的研究较少, 且集中于 Zr 元素对铸造性能的影响^{[13][14]}, 关于 Zr 元素对 K492M 合金微观组织及力学性能的影响缺乏系统性研究。

本文以镍基铸造高温合金 K492M 为研究对象, 研究了 Zr 元素微量添加对 K492M 合金微观组织与力学性能的影响, 分析并讨论了 Zr 元素的作用机理, 为 K492M 合金中微量 Zr 元素的成分优化设计与组织调控提供理论依据和工业应用数据支撑。

1 实验材料与方法

本文所用实验材料为 K492M 合金, 母合金锭按表 1 所列化学成分配制, 料锭共重 530 kg, 采用 IS65V8-500

表 1 K492M 合金钆化学成分控制范围 (wt.%)

Table 1 The control range of chemical composition of K492M superalloy(wt.%)

Element	C	Cr	Co	Mo	W	Ta	Al	Ti	B	Zr	Ni
Content	0.06~ 0.10	12.0~ 13.0	8.5~ 9.5	1.65~ 2.15	3.85~ 4.50	3.85~ 4.50	3.15~ 3.60	3.75~ 4.20	0.01~ 0.02	0	Bal.

kg 真空感应炉进行熔炼。母合金铸锭经去除冒口并打磨去除氧化层后，按照 10 kg/份划分为若干小锭，并在 ZGDX-50B 型真空感应双性能炉中进行二次熔炼。当母合金完全熔化后，加入用镍箔包裹的海绵锆小料进行微量 Zr 元素添加，添加水平为 0 ppm、50 ppm、150 ppm、200 ppm、300 ppm 和 500 ppm。铸造过程中，精密铸造试棒所用陶瓷型壳预热温度为 (1000±10) °C，浇注型壳时合金液温度控制在 (1460±10) °C。浇注完成后，清除型壳并取出铸件，铸件切除冒口后获得铸态 K492M 合金试棒。采用热等静压工艺对合金铸态试棒进行热等静压处理，热等静压工艺制度为：1185 °C/171-175 MPa/4 h，随后采用 KSL-1200X 型箱式高温热处理炉对合金试棒进行热处理，热处理工艺制度为：1185 °C/2 h/AC+1121 °C/2 h/AC+843 °C/24 h/FC。

通过电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (ICP-AES) 测定 K492M 合金中 Zr 元素的含量，不同 Zr 元素添加水平下的合金中 Zr 元素的名义成分与实测成分如表 2 所示，以 Zr 元素实测成分命名合金，分别命名为 0Zr K492M 合金，60Zr K492M 合金，160Zr K492M 合金，190Zr K492M 合金，320Zr K492M 合金，580Zr K492M 合金。

表 2 不同 Zr 含量 K492M 合金中 Zr 元素的名义成分与实测成分 (ppm)

Table 2 Nominal composition and measured composition of K492M alloy with different Zr element addition(ppm)

Nominal composition	0	50	150	200	300	500
Measured composition	0	60	160	190	320	580

使用线切割机从 K492M 合金试棒工作端切取 φ5 mm×2 mm 的试样，经粗磨、细磨和抛光等处理后得到金相试样，配置 1 ml HF+33 ml CH₃COOH+33 ml H₂O 的溶液进行化学腐蚀，随后采用 OLYMPUS 光学显微镜观察枝晶组织。从试棒夹持端切取 25 mm×14 mm×2 mm 的样品用于晶粒组织观察，样品经金相处理后使用宏观腐蚀液 (50 ml HCL+10 ml H₂O₂+40 ml H₂O) 腐蚀 3~5 s，直至晶粒清晰可见，使用 XC15-45 数码相机拍摄晶粒并利用 Image-Pro Plus 6.0 软件统计平均晶粒尺寸。采用 TESCAN CLARA GMH 场发射扫描电镜 (SEM) 观察析出相和断口纵截面形貌，并采用附带的能谱仪 (EDS) 测试合金元素分布情况。

选取不同 Zr 含量热处理态 K492M 合金试棒，根据 HB5143-1996、HB5195-1996、HB5150-1996 标准开展室温、760 °C 拉伸力学性能测试以及 760 °C/662 MPa 持久性能测试。拉伸及持久性能测试试样标距长度为 25 mm，直径为 5 mm，具体加工尺寸如图 1 所示。拉伸实验在 Instron-20 型电子万能试验机上进行，其载荷能力为 100 KN，采用的拉伸速率为 1.0×10⁻⁴ s⁻¹，持久性能测试使用 QBR-30J 型高温持久蠕变试验机，实验条件为 760 °C/662 MPa，每个成分的合金至少选取 3 个试样进行性能测试，结果取算术平均值。

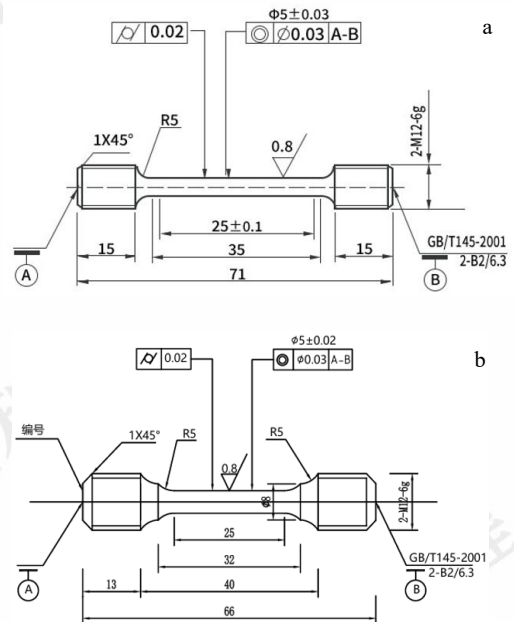


图 1 力学性能测试试样尺寸图: (a) 拉伸试样, (b) 持久试样

Fig.1 Mechanical properties test sample size diagram:(a)tensile specimen,(b) durable specimen

2 实验结果与讨论

2.1 铸态 0Zr K492M 合金的微观组织

图 2 为 0Zr K492M 合金的铸态组织。如图 2(a)所示，0Zr K492M 合金铸态组织中 γ 基体呈现明显的枝晶特征，且枝晶组织较为发达，其中一次枝晶和二次枝晶清晰可见，枝晶间 (黑色区域) 分布着大量析出相。铸态 0Zr K492M 合金的晶界析出相形貌如图 2(b)所示，晶界区域分布着长条状析出相 (白色区域) 及“葵花状”析出相 (深灰色区域)。图 2(c)为图 2(b)中白色方框区域的放大图。图 2(d)为图 2(b)中黑色方框区域的放大图，可

以看出，合金的晶内弥散分布着大量纳米级球状或立方状析出相，根据前人研究^{[15][16][17]}，可推测该析出相为 γ' 相 $Ni_3(Al, Ti)$ ，该相具有面心立方有序结构，在 γ 基体中共格析出。

图3为铸态 0Zr K492M 合金晶界处包含析出相区域的 SEM 图像及其 EDS 面扫描分析结果。可以看出，晶界上长条状析出相富含 C、Ti、Ta 元素；“葵花状”析出相富含 Al、Ti 元素。表3是图3中点1、点2、点3的

EDS 点分析结果。根据图3中点1、点2的点扫描结果可知，微米级长条状析出相中(Ti+Ta)元素与 C 元素的原子比约为 1:1，推测该长条状析出相为 MC 型碳化物^[18]。由图3中点3的点扫描结果可知，“葵花状”析出相主要富含 Al、Ti 元素，可推测该相为 $(\gamma+\gamma')$ 共晶组织^[19]。综上所述可知，铸态 0Zr K492M 合金主要由 γ 枝晶基体相、晶内弥散分布的 γ' 沉淀强化相、晶界处分布的 MC 型碳化物和 $(\gamma+\gamma')$ 共晶相组成。

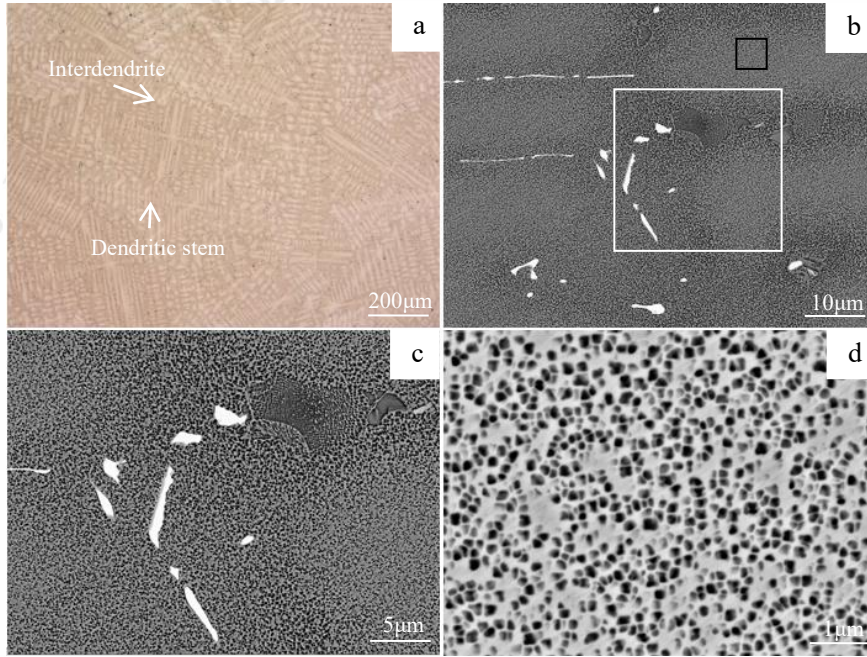


图2 0Zr K492M 合金铸态组织: (a) OM 组织, (b) 晶界和晶内析出相 SEM 图像, (c) 图(b)中白色方框放大图, (d) γ' 相 SEM 图像

Fig.2 Microstructures observations of as-cast 0Zr K492M alloy: (a) OM image, (b) SEM image of intergranular and intragranular precipitates, (c) Enlargement of the white-boxed region in Fig.2(b), (d) SEM image of γ' phase

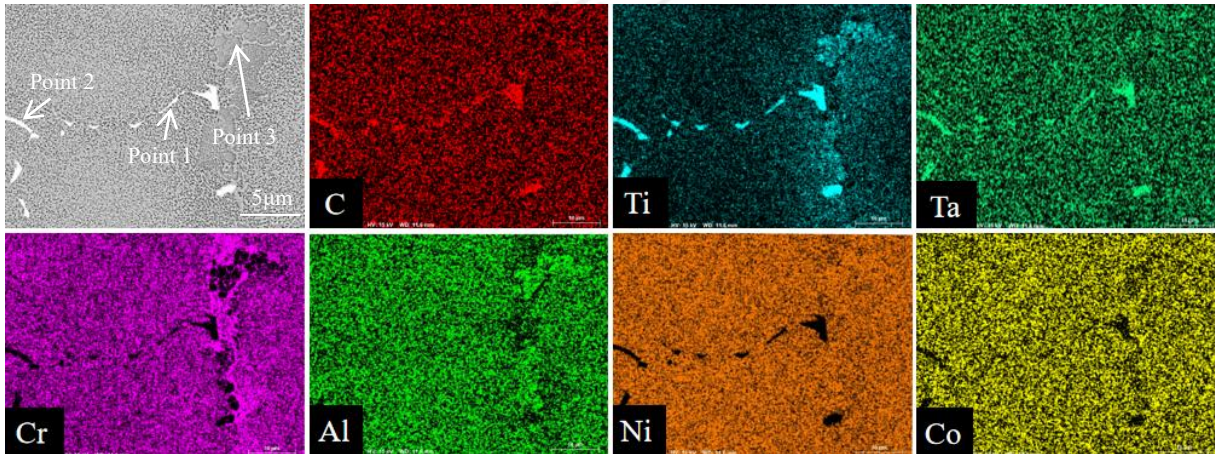


图3 晶界处包含析出相区域的 SEM 图像及其 EDS 面扫描分析结果

Fig.3 SEM images of the grain boundaries containing the precipitated phase regions and the corresponding EDS surface scan analysis results

表3 图3中不同析出相的 EDS 点扫描结果

Table 3 The EDS point scanning results of different precipitated phases in Figure 3

Point	C	Ti	Al	Cr	Zr	Ta	Co	Mo	Ni
Point 1	53.7	31.11	0	1.06	0.04	11.31	0	0	2.78
Point 2	57.5	22.01	0	2.14	0.01	11.41	0.81	1.39	4.73
Point 3	27.85	4.30	3.38	13.60	0	0	8.16	1.28	41.43

2.2 热处理态 0Zr K492M 合金的微观组织

图 4 是 0Zr K492M 合金的热处理态组织。图 4(a)显示,与铸态组织相比,热处理后 0Zr K492M 合金中仍可观察到枝晶组织,但枝晶形貌明显减轻,表明合金偏析有所改善,组织变得更均匀^[20]。热处理态 0Zr K492M 合金晶界析出相形貌如图 4(b)所示,晶界碳化物相呈现块状、长条状、细小颗粒状三种形貌,而“葵花状”(γ+γ')共晶相基本消失。研究表明^{[21][22][23]},晶界处分布的微米级块状和长条状碳化物相为 MC 型碳化物。图 4(c)是图 4(b)中白色方框区域的放大图,可观察到细小颗粒状碳化物相沿晶界密集分布。如图 4(d)所示,热处理态 0Zr K492M 合金的 γ'相分布均匀性较铸态组织显著提高,合金中存在两种尺寸差别较大的球状 γ'相,其中大尺寸 γ'相直径超过 400 nm,而小尺寸 γ'相直径小于 300 nm。固溶热处理过程中,枝晶干区域的 γ'相溶于基体并在冷却过程中重新析出;而枝晶间区域的 γ'相部分溶解于基体,未溶解的 γ'相在热处理过程中进一步长大,导致其最终尺寸增大^[24]。

通过 EDS 进一步分析图(c)中细小颗粒状碳化物物

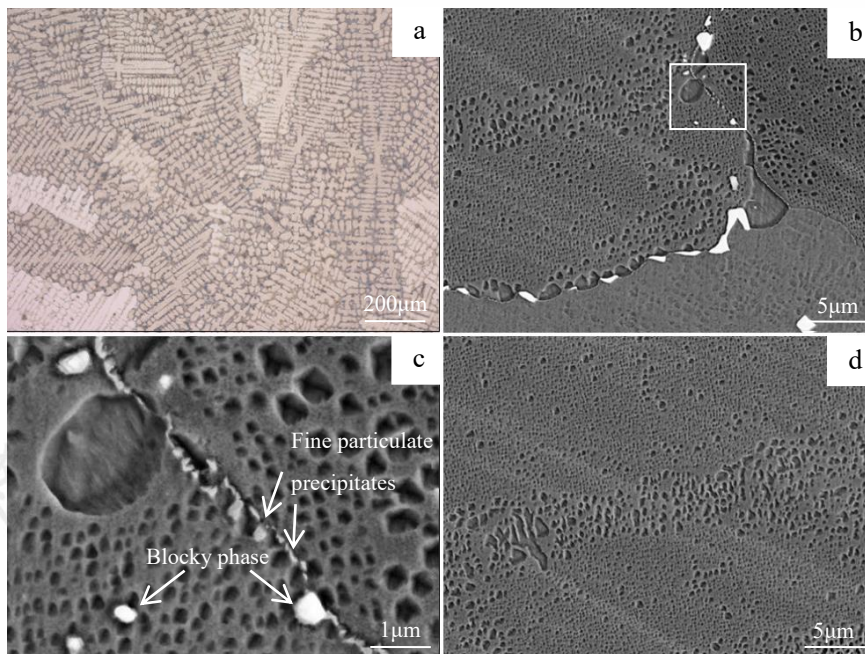


图 4 0Zr K492M 合金的热处理态显微组织: (a) OM 组织, (b) 晶界析出相 SEM 图像, (c) 图 (b) 中白色方框放大图, (d) γ' 相 SEM 图像

Fig.4 Microstructures observations of heat-treated 0Zr K492M alloy: (a) OM image, (b) SEM image of grain boundary, (c)

Enlargement of the white-boxed region in Fig.4(b), (d) SEM image of γ' phase

相组成的面扫描分析结果和点分析结果如图 5 和表 4 所示。可以看出,细小颗粒状碳化物相富含 Cr 元素。根据图 5 点 1、点 2、点 3 的点扫描结果可知,细小颗粒状析出相中(Ni + Cr)元素与 C 元素的原子比约为 23 : 6,可推测细小颗粒状析出相为 $M_{23}C_6$ 型碳化物,该相在镍基多晶高温合金热处理过程中由 MC 碳化物分解形成^[25]。综上所述,热处理态 0Zr K492M 合金主要由 γ 枝晶基体相、晶内弥散分布的 γ'沉淀强化相、晶界处分布的 MC 型碳化物及 $M_{23}C_6$ 型碳化物组成。

2.3 不同 Zr 含量铸态 K492M 合金的微观组织

研究表明^{[26][27][28]},晶粒尺寸显著影响镍基多晶高温合金的力学性能,细晶组织可有效提高合金的综合力学性能。图 6 为不同 Zr 元素含量铸态 K492M 合金的晶粒组织,表 5 为不同 Zr 含量铸态合金的晶粒尺寸统计数据。可以看出,合金呈现出典型的多晶体凝固组织特征,即中心区域为粗大不规则等轴晶,边缘区域为细小等轴晶,中心区域与边缘区域之间存在少量柱状晶。随着 Zr 含量的增加,铸态合金晶粒尺寸呈现先减小后增大的变化趋势。在不同 Zr 含量下,铸态合金晶粒组织得到了不同程

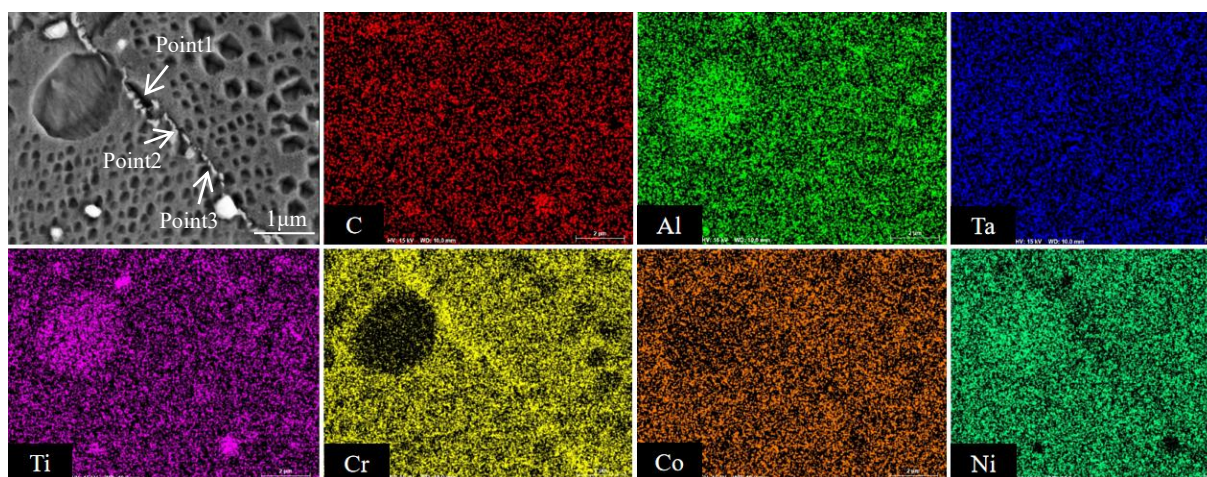


图 5 晶界处包含析出相区域的 SEM 图像及其 EDS 面扫描分析结果

Fig.5 SEM images of the grain boundaries containing the precipitated phase regions and the corresponding EDS surface scan analysis results

表 4 图 4(c) 中细小颗粒状析出相的 EDS 点扫描结果

Table 4 The EDS point scanning results of the fine granular precipitated phase in Figure 4(c)

Element	C	Al	Ti	Cr	Co	Ni
Point 1	31.84	3.98	2.97	19.44	6.06	35.70
Point 2	27.38	3.58	3.00	21.27	7.12	37.65
Point 3	31.72	3.95	2.93	16.35	6.70	38.35

度细化，其中 160Zr K492M 合金晶粒细化效果最显著，晶粒尺寸由母合金的 1.52 mm 减小至 1.03 mm。合金晶粒尺寸的演化主要受形核和长大过程控制。研究表明^{[20][27]}，添加 Zr 元素使镍基高温合金晶界处的长条状碳化物转变为细小颗粒状碳化物，在凝固过程中这类细小颗粒状碳化物相可作为异质形核核心，增加形核质点，提高形核率，促进合金晶粒细化。同时，晶界处细化的碳化物能够钉扎晶界，降低晶界扩散速率，抑制晶粒长大，有效细化晶粒^{[29][30]}。当铸态 K492M 合金中 Zr 含量超过 160 ppm 时，铸态合金晶粒出现相对粗化现象，这主要归因于过量的 Zr 元素促使 $(\gamma+\gamma')$ 共晶相、富 Zr 相

等非平衡相析出，进而增大了枝晶干和枝晶间之间的溶质浓度梯度^{[31][32]}。晶粒粗化速度主要受晶界迁移机制控制，其中包括扩散诱导晶界迁移与应力诱导晶界迁移^[33]。K492M 铸态合金晶粒的长大主要与扩散诱导晶界迁移机制有关^{[34][35]}，晶界附近较大的溶质浓度梯度促进了晶界的迁移，进而使得晶粒粗化。此外，粗大的 $(\gamma+\gamma')$ 共晶相和富 Zr 相的析出改变了晶界的相结构，这些非平衡相可能削弱了晶界处细小块状碳化物的钉扎作用，最终使得晶粒粗化^{[13][36]}。

镍基多晶高温合金中存在大量过渡族难熔元素（如 Ti、Ta 等），这些元素与 C 元素结合形成 MC、M₂₃C₆、

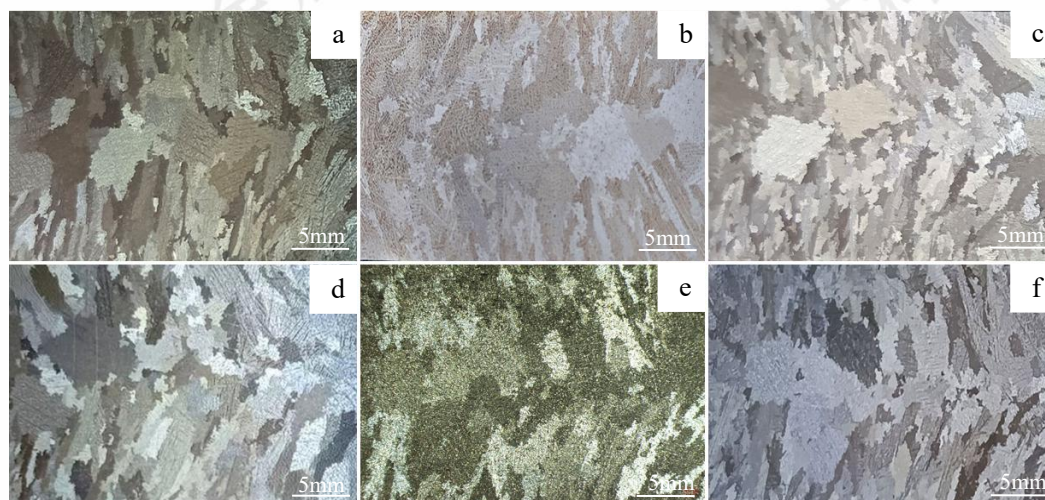


图 6 不同 Zr 含量铸态 K492M 合金晶粒组织: (a)0 ppm, (b)60 ppm, (c)160 ppm, (d)190 ppm, (e)320 ppm, (f)580 ppm

Fig.6 The grain morphologies of the as-cast K492M alloys with different Zr element contents: (a)0 ppm, (b)60 ppm, (c)160 ppm, (d)190 ppm, (e)320 ppm, (f)580 ppm

表 5 不同 Zr 含量铸态 K492M 合金晶粒尺寸

Table 5 Grain size of as-cast K492M alloy with different Zr contents

Alloy	0Zr K492M	60Zr K492M	160Zr K492M	190Zr K492M	320Zr K492M	580Zr K492M
As-cast state	1.52 mm	1.32 mm	1.03 mm	1.22 mm	1.35 mm	1.49 mm

M₆C 等类型的碳化物相。研究表明^[37], 碳化物相主要在合金凝固过程中沿枝晶间和晶界析出, 其形貌特征和分布对合金性能具有重要影响。图 7 为不同 Zr 元素含量的铸态 K492M 合金中碳化物相形貌图, 表 6 为不同 Zr 含量合金中碳化物的尺寸。可以看出, 不同 Zr 含量铸态合金析出相均由 γ' 沉淀强化相、MC 型碳化物相和 $(\gamma+\gamma')$ 共晶相组成, 表明 Zr 含量变化并未影响铸态 K492M 合金的主要相组成。如图 7(a)和(b)所示, 在低含量 Zr 合金中存在长条状和骨架状两种形貌的 MC 型碳化物, 且平均尺寸较大; 随着 Zr 含量增加, 合金中 MC 型碳化物逐渐转变为弥散分布的细小块状结构, 平均尺寸显著减小。研究表明^{[11][38]}, Zr 元素的溶入增大了 MC 碳化物与 γ 基体的晶格错配度, 提高了界面能, 为降低比界面能, MC

碳化物会逐渐细化。在相同体积条件下, 与长条状或骨架状碳化物相比, 块状碳化物表面积更小。因此, 为使表面能最小, 碳化物更倾向于形成块状而非长条状或骨架状结构^[39]。

γ' 沉淀相作为镍基多晶高温合金的主要强化相, 在高温环境下能够保持长程有序结构, 是合金强度的主要来源^{[40][41]}。图 8 为不同 Zr 元素含量铸态 K492M 合金的 γ' 相形貌图, 可以看出铸态 K492M 合金中 γ' 相呈球状或方状形貌。Zr 含量变化对铸态 K492M 合金中 γ' 相的尺寸及体积分数影响较小。随着 Zr 元素含量增加, 合金中 γ' 相尺寸在 0.16 μm ~0.20 μm 范围内变化; γ' 相的体积分数在 23%~24% 范围内波动。

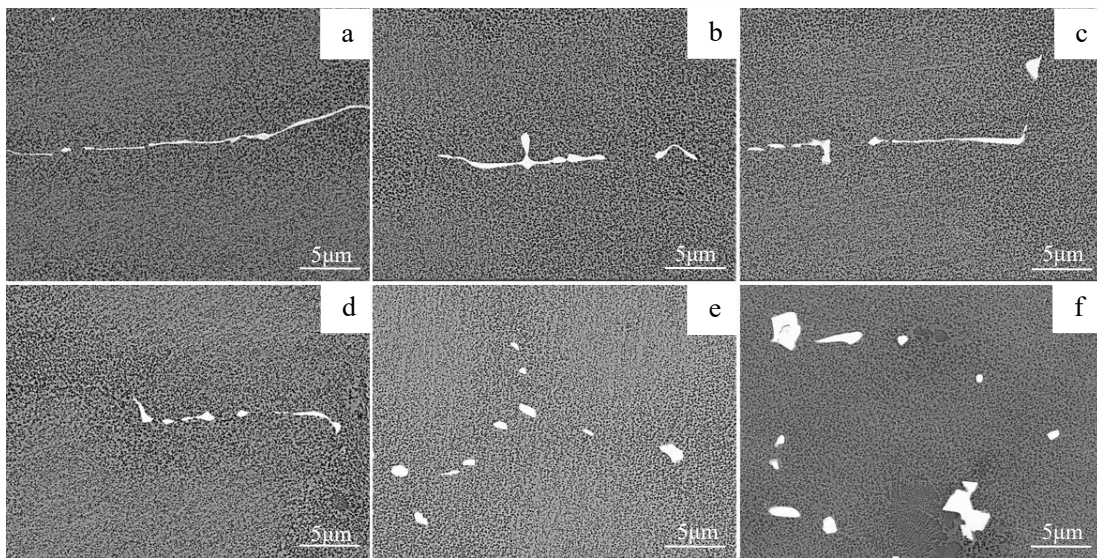


图 7 不同 Zr 含量铸态 K492M 合金碳化物形貌: (a)0 ppm, (b)60 ppm, (c)160 ppm, (d)190 ppm, (e)320 ppm, (f)580 ppm

Fig.7 The carbide morphologies of the as-cast K492M alloys with different Zr element contents: (a)0 ppm, (b)60 ppm, (c)160 ppm, (d)190 ppm, (e)320 ppm, (f)580 ppm

表 6 不同 Zr 含量铸态 K492M 合金 MC 碳化物尺寸

Table 6 The size of MC carbides in as-cast K492M alloy with different Zr contents

Alloy	0Zr K492M	60Zr K492M	160Zr K492M	190Zr K492M	320Zr K492M	580Zr K492M

Size	15.3 μm	10.5 μm	6.87 μm	4.86 μm	2.16 μm	3.14 μm
------	--------------------	--------------------	--------------------	--------------------	--------------------	--------------------

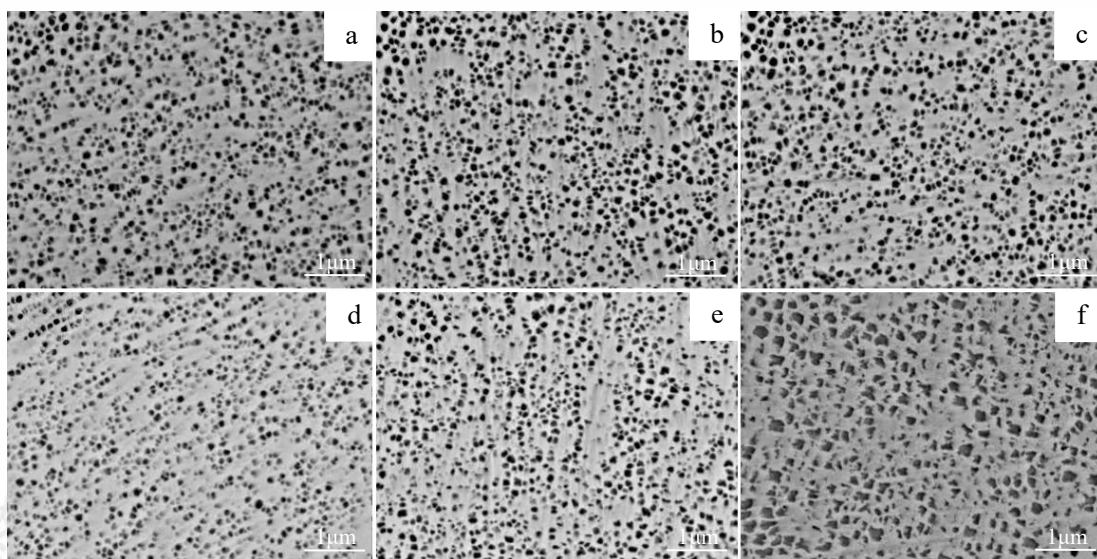


图 8 不同 Zr 含量铸态 K492M 合金 γ' 相形貌: (a) 0 ppm, (b) 60 ppm, (c) 160 ppm, (d) 190 ppm, (e) 320 ppm, (f) 580 ppm

Fig.8 The γ' phase of the as-cast K492M alloys with different Zr element contents: (a)0 ppm, (b)60 ppm, (c)160 ppm, (d)190 ppm, (e)320 ppm, (f)580 ppm

2.4 不同 Zr 含量热处理态 K492M 合金的微观组织

图 9 为不同 Zr 元素含量热处理态 K492M 合金的晶粒组织,表 7 为不同 Zr 含量的热处理态合金的晶粒尺寸统计数据。热处理态合金晶粒尺寸随 Zr 含量增加的变化趋势与铸态合金保持一致。与铸态合金相比,经热处理后不同 Zr 含量合金的晶粒尺寸均发生了明显长大。热处理态 K492M 合金中适量 Zr 元素可使晶粒明显细化,其中 160Zr K492M 合金晶粒细化效果最显著,晶粒尺寸为 1.63 mm。然而,当 Zr 含量达到 580 ppm 时,热处理态

合金出现晶粒异常长大现象。在热处理过程中,随着 $(\gamma + \gamma')$ 共晶相、 η 相及富 Zr 相等非平衡相的逐渐溶解,不同元素在晶界附近发生相互扩散,形成较高的浓度梯度,从而加快晶界迁移速率,促使晶粒长大^[42]。对于 Zr 含量较高的热处理态 K492M 合金(580Zr K492M)而言,由于存在更多 $(\gamma + \gamma')$ 共晶相及富 Zr 相,其溶解过程中在晶界附近形成更高、持续时间更长的浓度梯度,因此进一步促进晶界迁移,导致晶粒明显粗化^[43]。

图 10 为不同 Zr 元素含量的热处理态 K492M 合金

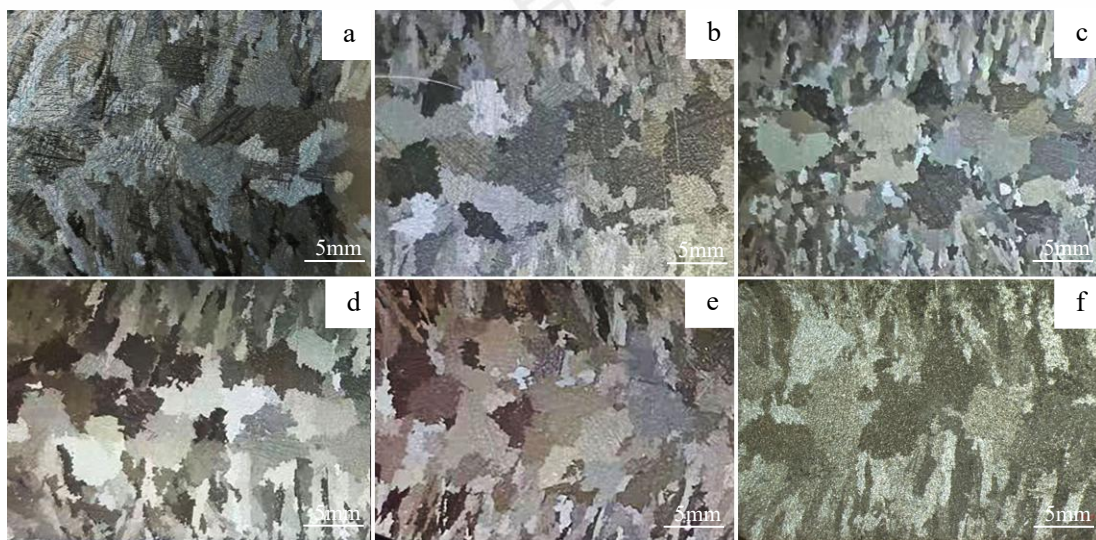


图 9 不同 Zr 含量热处理态 K492M 合金晶粒组织: (a) 0 ppm, (b) 60 ppm, (c) 160 ppm, (d) 190 ppm, (e) 320 ppm, (f) 580 ppm

Fig.9 The grain morphologies of the heat-treated K492M alloys with different Zr element contents: (a)0 ppm, (b)60 ppm, (c)160 ppm, (d)190 ppm, (e)320 ppm, (f)580 ppm

表 7 不同 Zr 含量热处理态 K492M 合金晶粒尺寸

Table 7 Grain size of heat-treated K492M alloy with different Zr contents

Alloy	0Zr K492M	60Zr K492M	160Zr K492M	190Zr K492M	320Zr K492M	580Zr K492M
Heat-treated state	2.08 mm	1.76 mm	1.63 mm	1.72 mm	1.98 mm	2.15 mm

中碳化物相形貌图,表 8 为不同 Zr 含量合金中碳化物的尺寸。可以看出, Zr 含量变化不改变热处理态 K492M 合金主要相组成,合金析出相均主要由 γ' 沉淀强化相、MC 型碳化物相和 $M_{23}C_6$ 型碳化物相组成。随着 Zr 含量增加,合金中 MC 型碳化物逐渐细化,形貌由长条状或骨架状转变为细小块状,这一变化趋势与铸态 K492M 合金的碳化物形貌演变规律相似。与铸态合金相比,热处理后各 Zr 含量合金中的碳化物尺寸变化不大。MC 型碳化物的转变温度约为 1340 °C^[44], 本研究中 K492M 合金的热等静压处理和热处理温度均低于该温度,因此热等静压处理及热处理过程对合金中 MC 碳化物的影响较小。

图 11 为不同 Zr 元素含量热处理态 K492M 合金的 γ' 相形貌图。与铸态合金相比,热处理态 K492M 合金中 γ' 相呈立方状且体积分数显著增加,但平均尺寸变化不明显。不同 Zr 含量热处理态合金中 γ' 相的体积分数在 32.8%~37.8% 范围内波动;合金中 Zr 含量由 0 ppm 增至 160 ppm 时, γ' 相平均尺寸由 0.214 μm 减小至 0.152 μm ; 继续增加 Zr 含量至 580 ppm 时, γ' 相平均尺寸回升至 0.18 μm 。值得注意的是,580Zr K492M 合金中的 γ' 相(如图 11(f)所示)呈现立方度降低和形貌不规则现象,表现出

明显的“溃散”特征,这种形貌可能会恶化 γ' 相的稳定性及其强化效果。研究表明^{[45][46]}, Zr 原子主要固溶于 γ 基体相和 γ' 沉淀相中,这种固溶行为增大了 γ/γ' 两相之间的晶格错配度,提高了共格应变,而较高的共格应变导致 γ' 相稳定性降低,引发 γ' 相形貌的不规则化和溃散。

2.5 Zr 含量变化对 K492M 合金力学性能的影响

表 9 为不同 Zr 含量热处理态 K492M 合金的室温及高温(760 °C)拉伸性能测试结果。热处理态 K492M 合金室温抗拉强度(UTS)在 1190~1204 MPa 范围内变化,室温屈服强度(YS)介于 945~998 MPa 之间,延伸率则在 8.7%~9.3% 范围内波动。室温条件下, Zr 元素含量变化对热处理态 K492M 合金的拉伸性能影响较小。760 °C 条件下, Zr 元素含量变化对热处理态 K492M 合金强度影响较小,但对合金的塑性影响较为显著。160Zr K492M 合金表现出最优的高温塑性,其延伸率达 12%,较 0Zr K492M 合金提高了 53.8%。图 12 为三种 Zr 含量合金(0Zr K492M、160Zr K492M、580Zr K492M)的高温拉伸试样断口的纵截面形貌图。从图 12 中可以看出,三种不同 Zr 含量合金的拉伸断口均呈现沿晶断裂特征,裂纹附近可观察到块状或不规则形状的 MC 型碳化物(白色区域)。0Zr K492M 合金高温拉伸断口纵剖面中可观察到较多裂

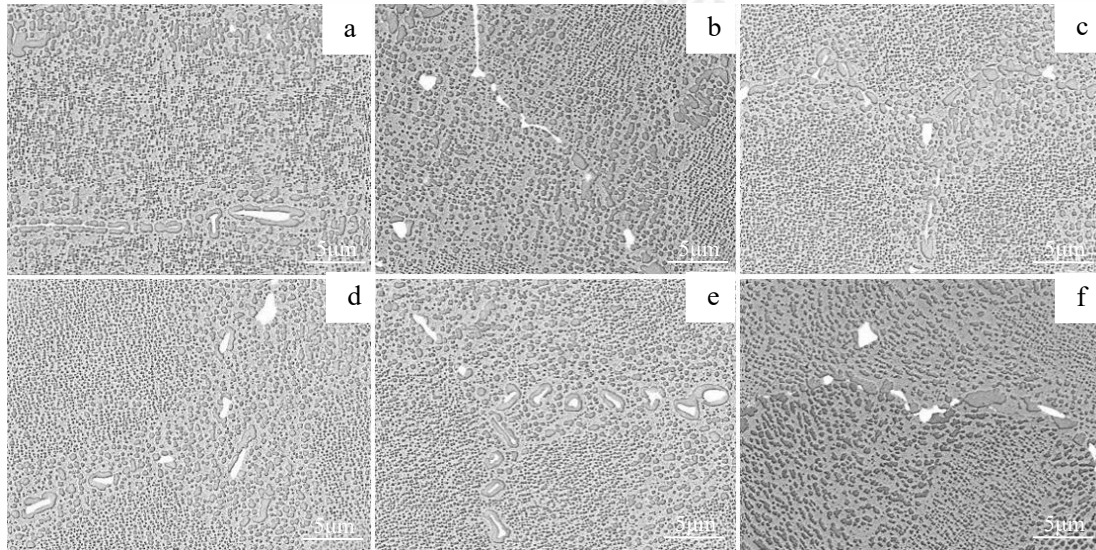


图 10 不同 Zr 含量热处理态 K492M 合金碳化物形貌: (a) 0 ppm, (b) 60 ppm, (c) 160 ppm, (d) 190 ppm, (e) 320 ppm, (f) 580 ppm

Fig.10 The carbide morphologies of the heat-treated K492M alloys with different Zr element contents: (a) 0 ppm, (b) 60 ppm, (c) 160 ppm, (d) 190 ppm, (e) 320 ppm, (f) 580 ppm

表 8 不同 Zr 含量热处理态 K492M 合金 MC 碳化物尺寸

Table 8 The size of MC carbides in heat-treated K492M alloy with different Zr contents

Alloy	0Zr K492M	60Zr K492M	160Zr K492M	190Zr K492M	320Zr K492M	580Zr K492M
Size	14.9 μm	12.1 μm	6.98 μm	4.26 μm	2.06 μm	2.01 μm

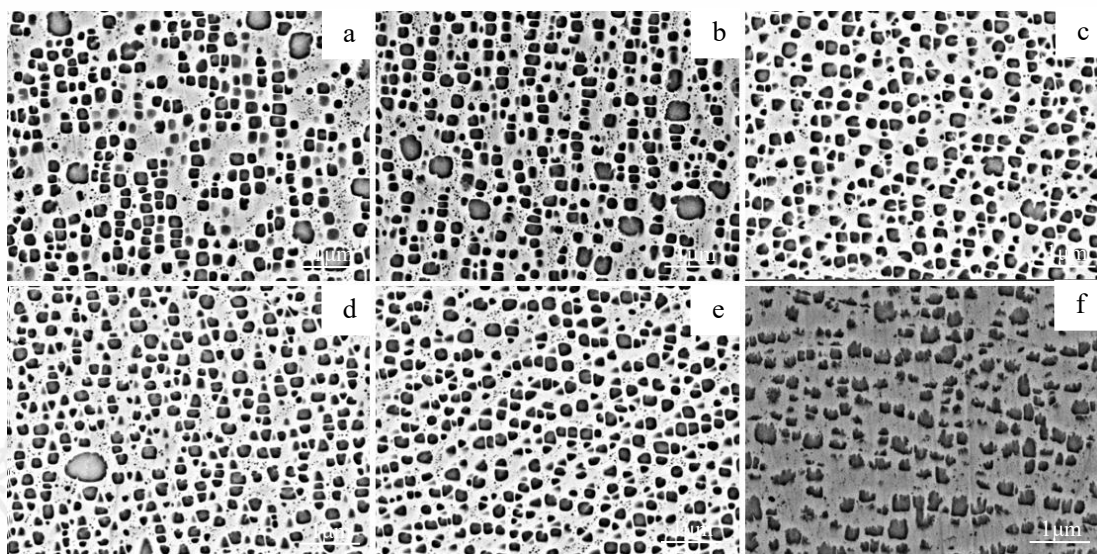


图 11 不同 Zr 含量热处理态 K492M 合金 γ' 相形貌: (a) 0 ppm, (b) 60 ppm, (c) 160 ppm, (d) 190 ppm, (e) 320 ppm, (f) 580 ppm

Fig.11 The γ' phase of the heat-treated K492M alloys with different Zr element contents: (a) 0 ppm, (b) 60 ppm, (c) 160 ppm, (d) 190 ppm, (e) 320 ppm, (f) 580 ppm

纹，主要分布于断口和晶界区域，合金中长条状或层状碳化物是断裂的主要裂纹源及扩展通道。随着 Zr 含量增加至 160 ppm，合金高温拉伸断口纵剖面裂纹数量显著减少，且裂纹主要集中在断口附近。随着合金中 Zr 含量进一步增加至 580 ppm，合金的断口纵剖面裂纹较少，主要出现在断口区域，合金内部存在少量沿晶裂纹。结合前文分析可知，随着 Zr 含量增加，K492M 合金中碳化物形貌逐渐由长条状转变为细小块状。在晶界处，层状分布的碳化物在高温长时间载荷作用下易引起应力集中而成为裂纹源，导致延伸率降低；而块状或颗粒状碳化物弥散分布，能够有效抑制位错运动，缓解应力集中，

从而延缓裂纹的萌生扩展，有利于提高合金的力学性能 [47][48][49]。580Zr K492M 合金中碳化物呈细小块状分布，一定程度上可延缓裂纹扩展，但由于晶粒较为粗大，晶界密度较低，在相同外力下单个晶粒承受的变形量较大，更易引发局部应力集中而开裂，因此合金的塑性较低 [50]。

760 °C/662 MPa 条件下，不同 Zr 含量热处理态 K492M 合金持久性能测试结果见表 10。可以看出，Zr 元素含量变化对热处理态 K492M 合金的持久性能影响较为显著。当 Zr 元素含量由 0 ppm 增加至 160 ppm 时，合金持久寿命从 119 h 显著提升至 139 h，增幅为 16.8%，

表 9 不同 Zr 含量热处理态 K492M 合金的室温和高温 (760 °C) 力学性能

Table 9 The tensile properties of the experimental heat-treated alloys with different Zr element contents at room temperature and 760 °C

Alloy	Test temperature/°C	UTS/MPa	YS/MPa	El/%
0Zr K492M	25	1197	980	9.0
60Zr K492M	25	1200	998	8.7
160Zr K492M	25	1190	945	9.2
190Zr K492M	25	1197	967	9.0
320Zr K492M	25	1203	965	9.3
580Zr K492M	25	1204	963	9.0
0Zr K492M	760	1110	910	7.8
60Zr K492M	760	1110	918	9.8
160Zr K492M	760	1100	876	12.0
190Zr K492M	760	1110	933	11.7

320Zr K492M	760	1103	885	10.7
580Zr K492M	760	1146	961	9.2

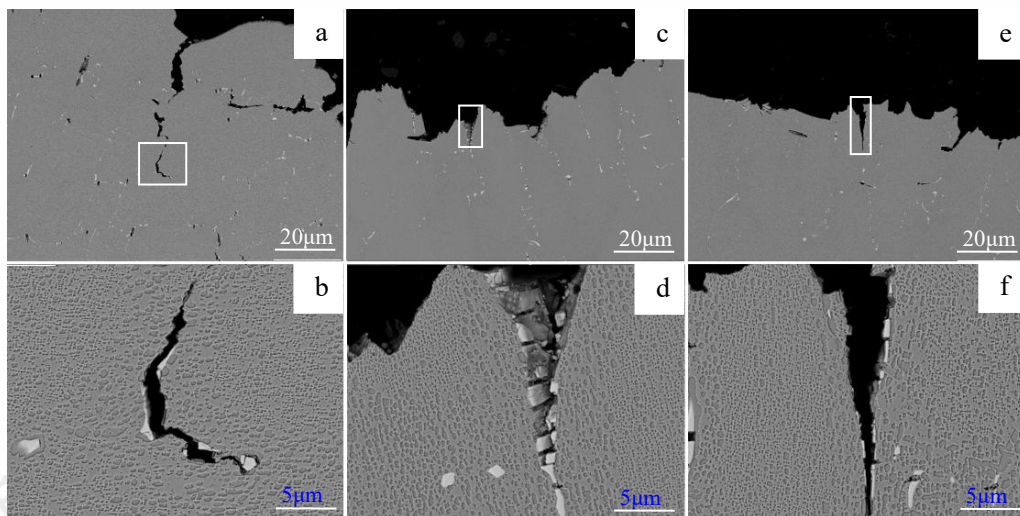


图 12 三种 Zr 含量热处理态 K492M 合金 760℃ 拉伸断裂纵截面形貌图: (a, b) 0 ppm, (c, d) 160 ppm, (e, f) 580 ppm

Fig.12 The longitudinal tensile fracture morphologies of the experimental heat-treated alloys with three different Zr element contents: (a,b) 0 ppm, (c,d) 160 ppm, (e,f) 580 ppm

合金持久延伸率稳定在 6.2%~6.7%之间；继续增加 Zr 含量至 320 ppm 时，合金持久寿命下降至 121 h，而延伸率上升至 7.8%；合金中 Zr 含量达到 580 ppm 时，持久寿命提升至 140 h，但持久延伸率急剧降至 4.3%。160Zr K492M 合金综合持久性能最优，持久寿命达 139 h，持久延伸率为 6.2%。

图 13 为三种 Zr 含量热处理态 K492M 合金（0Zr K492M、160Zr K492M、580Zr K492M）的持久试样断口的纵截面形貌图。0Zr K492M 合金和 160Zr K492M 合金断口区域可观察到多条沿晶裂纹沿 MC 碳化物扩展，而 580Zr K492M 合金的持久断口发现了裂纹沿(γ+γ')共晶组织相扩展的现象。0Zr K492M 合金中 MC 碳化物呈

长条状分布，长条状 MC 碳化物与基体界面处易产生位错塞积，导致应力集中，促使尺寸较大的 MC 碳化物脱落形成微孔，从而降低合金的持久性能^[46]。相比之下，160Zr K492M 合金中块状 MC 碳化物改善了碳化物周围的应力分布状态，降低了局部应力集中程度并抑制了裂纹扩展，这与合金持久寿命显著提高一致。580Zr K492M 合金断口区域发现裂纹沿(γ+γ')共晶相扩展，该现象与过量 Zr 元素增加合金中共晶相体积分数直接相关^[51]。由于(γ+γ')共晶相属于脆性组织，其体积分数的增加为裂纹萌生和扩展提供了更多机会，这与合金持久延伸率显著下降一致。

表 10 不同 Zr 含量热处理态 K492M 合金 760℃/662MPa 条件下持久寿命和持久延伸率

Table 10 Stress rupture life and elongation of the heat-treated K492M alloys with different Zr element contents at 760℃/662MPa

Alloy	Stress rupture life/h	EI/%
20Zr	119	6.3
60Zr	128	6.7
160Zr	139	6.2
190Zr	122	7.2
320Zr	121	7.8
580Zr	140	4.3

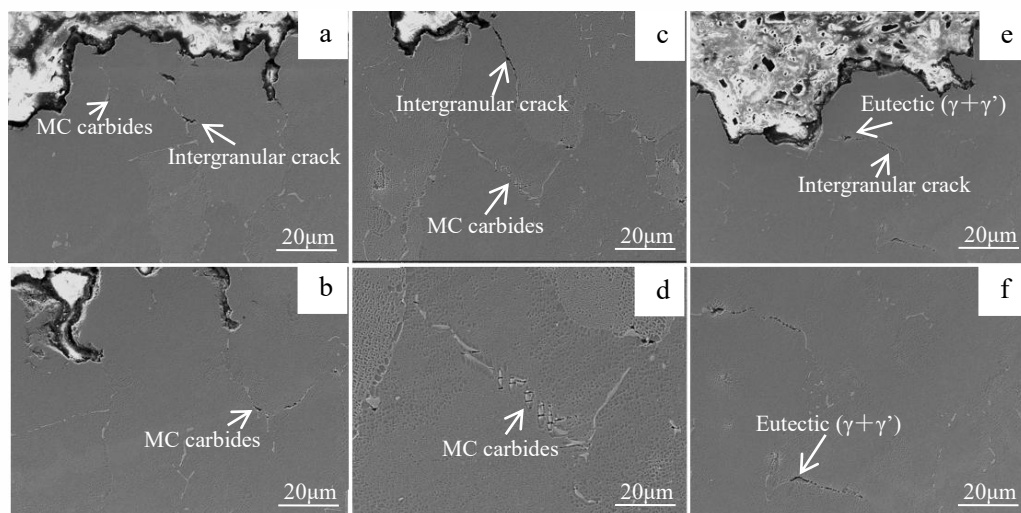


图 13 三种不同 Zr 含量热处理态 K492M 合金在 760℃/662MPa 条件下的持久断口纵截面图: (a, b)0 ppm; (c, d)160 ppm; (e, f)580 ppm

Fig.13 The longitudinal fracture morphologies of the heat-treated K492M alloys with three different Zr element contents at 760℃/662MPa: (a,b)0 ppm, (c,d)160 ppm, (e,f)580 ppm

3 结论

本文研究了微量 Zr 元素添加对 K492M 合金微观组织和力学性能的影响, 主要研究结论如下:

(1)微量 Zr 元素添加并未影响铸态和热处理态 K492M 合金的主要相组成。铸态 K492M 合金的微观组织主要由 γ 基体相、晶内 γ' 沉淀相、晶界 MC 型碳化物和 $(\gamma+\gamma')$ 共晶相组成。热处理后合金中 $(\gamma+\gamma')$ 共晶相基本消失, 析出 $M_{23}C_6$ 型碳化物。

(2)微量 Zr 元素添加显著细化 K492M 合金的晶粒组织, 其中 Zr 含量为 160 ppm 时, 合金的晶粒组织细化最为显著, 铸态合金晶粒尺寸由 0Zr K492M 合金的 1.52 mm 细化至 1.03 mm, 热处理态合金晶粒尺寸由 0Zr K492M 合金的 2.08 mm 细化至 1.63mm。

(3)随着 Zr 含量由 60 ppm 增加至 580 ppm, 铸态和热处理态 K492M 合金中的 MC 型碳化物趋于细化, 形貌由长条状转变为细小块状; Zr 元素添加对铸态和热处理态 K492M 合金中 γ' 相的体积分数及尺寸影响较小。

(4)Zr 元素含量变化对热处理态 K492M 合金的室温拉伸性能及高温 (760 °C) 拉伸强度影响较小, 但显著影响合金的高温塑性和持久性能 (760 °C/662 MPa), 其中 160Zr K492M 合金高温拉伸延伸率及持久寿命最高, 相比于 0Zr K492M 合金分别提高了 53.8%和 16.8%。

参考文献 References

- [1] A. K. Jena, M. C. Chaturvedi. *Journal of Materials Science*[J],1984, 19(10):3121-3139
- [2] Meetham G W. *Metals Technology*[J],1984,11(1):414-418
- [3] Zhou Haotian, Su Haijun, Guo Yinuo et al. *Acta Metallurgica Sinica*[J],2023,36(9):1433-1453
- [4] Liu Xiaoguang (刘晓光). *The 13th Annual Conference on Superalloys in China*(第十三届中国高温合金年会)[C].Beijing, 2016:292-295
- [5] Chen Guangyao, Liao Houjin, Deng Shaowen et al. *Materials*[J], 2024,17(18):4674
- [6] Zhou Yang(周阳), Li Wentao(李文韬), Wang Bo(王博) et al. *Aeronautical Manufacturing Technology*(航空制造技术)[J], 2024,67(23):46-57
- [7] Zhou Yang, Wang Bo, Li Shuping et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J],2022,897(0):163-169
- [8] Le Xia, Su Haijun, Hu Quandong et al. *Acta Metallurgica Sinica*[J], 2024,37(10):1667-1679
- [9] JH Wood. *Journal of the Electrochemical Society*[J],1972,119(8): 243-249
- [10] D. Heydari, A. Shahkaram Fard, A. Bakhshi et al. *Journal of Materials Processing Technology*[J],2014,214(3):681-687
- [11] Tsai Yi-Lung, Wang Sea-Fue, Bor Hui-Yun et al. *Materials Science and Engineering:A*[J],2014,607:294-301
- [12] Zhou Yang(周阳), Cui Yanna(崔艳娜), Wang Bo(王博) et al. *Nonferrous Metal Materials and Engineering*(有色金属材料与工程)[J],2024,45(5):10-17
- [13] Hsin-Erh Huang, Chun-Hao Koo. *Materials Transactions* [J],2004, 45(2):554-561
- [14] S. M. Seo, I. S. Kim, J. H. Lee et al. *Journal of Materials Science & Technology*[J],2008,24(1):110-114
- [15] Yang Jinxia, Zheng Qi, Zhang Hongyu et al. *Materials Science and Engineering:A*[J],2010,527(4-5):1016-1021

- [16] Jiang Hua(姜华),Li Xianghui(李相辉),Gai Qidong(盖其东) *et al.* Foundry(铸造)[J],2019,68:574-577
- [17] J. Lecomte-Beckers. Metallurgical Transactions[J],1988,19: 2333-2340
- [18] Wang Liang(王良),Hu Yiwen(胡议文),Zhou Peishan(周培山) *et al.* Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J],2025,54(4): 1015-1025
- [19] Yang Jingyu(杨经雨),Su Jie(苏捷),Tan Liming(谭黎明) *et al.* Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J],2025,54(5):1299-1306
- [20] Zhang Weiguo,Liu Lin,Fu Hengzhi *et al.* China Foundry[J],2012, 9(1):11-14
- [21] Ma Wen-Bin,Liu Guo-Quan,Hu Ben-Fu *et al.* Metallurgical and Materials Transactions A[J],2014,45A(1):208-217
- [22] Jiang Hua(姜华),Li Xianghui(李相辉),Gai Qidong(盖其东) *et al.* Foundry(铸造)[J],2019,68(6):574-577
- [23] Yang Peixin,Su Haijun,Hu Quandong *et al.* Journal of Materials Research & Technology[J],2024,33:9630-9640
- [24] Li Cong(李聪),Liu Xu(刘旭),Ren Yanjie(任延杰) *et al.* Materials China(中国材料进展)[J],2025,44(4):360-372
- [25] L. L. Liu,D. Y. Hu,D. Li *et al.* Procedia Structural Integrity[J], 2017,7:174-181
- [26] Huang T.Proceedings of the 9th International Symposium on Superalloy 718 & Derivatives: Energy, Aerospace, and Industrial Applications[C].Cham:Springer International Publishing,2018:275-286
- [27] Chen Cheng(陈诚),Yang Guangyu(杨光昱),Jin Menghui(金梦辉) *et al.* Acta Metallurgica Sinica(金属学报)[J],2024,60(7): 926-936
- [28] Ou Meiqiong,Ma Yingche,Hou Kunlei *et al.* Journal of Alloys and Compounds[J],2022,916,1
- [29] Chang Guowei(常国威).Crystal Growth and Control during Metal Solidification Process(金属凝固过程中的晶体生长与控制)[M].Beijing:Metallurgical Industry Press,2002:39-50
- [30] Merton C. Flemings(弗莱明斯).Solidification(凝固过程)[M]. Beijing:Metallurgical Industry Press,1981:265-290
- [31] Qi Feng,Yu Lianxu,Zhao Guangdi *et al.* Journal of Alloys and Compounds[J],2020,835(6):155-243
- [32] Zhao Guangdi,Zang Ximin,Liu Fang *et al.* China Foundry[J], 2022,19:17-26
- [33] Guo Honggang(郭宏钢),Li Yang(李阳),Wang Yan(王岩) *et al.* Hot Working Technology(热加工工艺) [J],2014,43(6): 161-163
- [34] Bai Xianming,Zhang Yongfeng,Michael R. Tonks *et al.* Acta Materialia[J],2015,85:95-106
- [35] Yang Jieren(杨劫人),Zhang Liteng(张立腾),Gao Zitong(高子彤) *et al.* Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J],2021,50(2):699-708
- [36] Shinya Hibino,Kazushige Fujimitsu,Ryutaro Okada *et al.* Materials Transactions[J],2021,62(3):436-441
- [37] Ma X.-F,Liu Enze,Guan X.-R. *et al.* Heat Treatment of Metals[J], 2010,35(4):10-13
- [38] Zheng Yunrong(郑运荣),Cai Yulin(蔡玉林),Ruan Zhongci(阮中慈) *et al.* Journal of Aeronautical Materials(航空材料学报)[J], 2006,26(3):25
- [39] Zhou Pengjie,Yu Jinjiang,Sun Xiaofeng *et al.* Transactions of Nonferrous Metals Society of China[J],2012,22(7):1594-1598
- [40] Wang Guanglei(王广磊),Duan Ran(段然),Huang Shuo(黄烁) *et al.* Journal of Iron and Steel Research(钢铁研究学报) [J],2024, 36(12):1612-1620
- [41] Yang Peixin,Su Haijun,Guo YINUO *et al.* Materials Science and Engineering: A[J],2024,902
- [42] Zhao Guangdi(赵广迪),Zang Ximin(臧喜民),Gao Shuo(高硕) *et al.* Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J],2022,51(9):3372-3380
- [43] Yu Xun(于洵),Wang Linlin(王琳琳),Ou Meiqiong(欧美琼) *et al.* Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J],2019,48(05):1488-1496
- [44] Matthew J. Donachie,Stephen J. Donachie.Superalloys: a technical guide[M].ASM international,2002
- [45] R. C. Reed.The Superalloys: Fundamentals and Application[M]. New York:Cambridge University Press,2006:34-49
- [46] W. Z. Wang,H. U. Hong,I. S. Kim *et al.* Materials Science and Engineering A[J],2009,523(1-2):242-245
- [47] Hasebe Y,Yoshida M,Maeda E *et al.* Proceedings of the 9th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives[C]. Pittsburgh: MMMS,2018:527
- [48] Li Xiaoxiao,Ou meiqiong,Wang Min *et al.* Journal of Materials Science and Technology[J],2021,60:177-185
- [49] Zhang Wei(张伟), Chen Zishuai(陈子帅), Dong Rui Feng(董瑞峰) *et al.* Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J],2023,52(9):3170-3178
- [50] Yu Shaoxia(于少霞),Wang Qi(王麒),Deng Xiangtao(邓想涛) *et al.* Acta Metallurgica Sinica(金属学报)[J],2023,59(10): 1365-1375
- [51] Yang Jinxia,Zheng Qi, Ji Manqing *et al.* Materials Science and Engineering: A[J],2011,528(3):1534-1539

Effect of Trace Element Zr Addition on Microstructure and Mechanical Properties of K492M Superalloy

Xu Zhiheng¹, Yang Guangyu*¹, Yang Yiyan², Cheng Huimin³, Jie Wanqi¹

(1.School of Materials Science and Engineering, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

(2.AECC Aviation Power Co.,Ltd., Xi'an 710016, China)

(3.Xi'an North Electro-Optic Science and Technology Defense Co., Xi'an 710299, China)

Abstract: The influence of trace Zr element addition on the microstructure, room temperature and high-temperature mechanical properties of K492M superalloy was studied. The Zr content in the experimental alloys ranged from 60 ppm to 580 ppm. The results indicate that the addition of Zr element did not change the main phase constitution of the as-cast and heat-treated K492M alloys. The microstructure of the as-cast K492M alloy mainly consists of γ matrix phase, γ' precipitated phase, MC carbides and $(\gamma+\gamma')$ eutectic phase. After heat treatment, the $(\gamma+\gamma')$ eutectic phase is nearly eliminated, accompanied by the precipitation of $M_{23}C_6$ carbides. The addition of Zr element significantly refines the grain structure of the as-cast and heat-treated K492M alloys. When the Zr content is 160 ppm, the grain structures of both the as-cast and heat-treated alloys exhibit the greatest refinement. With the increase of Zr content from 60 ppm to 580 ppm, the MC carbides in both the as-cast and heat-treated alloys tend to be refined, while Zr element addition has a minor effect on the volume fraction and size of γ' phase. The variation of Zr content has little effect on the tensile properties at room temperature and the tensile strength at high temperature (760 °C) of the heat-treated alloys, but significantly influences the ductility at 760 °C and stress rupture life at 760 °C/662 MPa. The alloy with 160 ppm Zr demonstrated the highest high-temperature elongation and the stress rupture life, which were 53.8% and 16.8% higher, respectively, compared to the alloy containing 0 ppm Zr.

Key words: K492M superalloy; Zr element; Microstructure; Tensile property; Stress rupture property

Corresponding author: Yang Guangyu, Ph. D., Professor, State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, Tel: 029-81662098, E-mail: ygy@nwpu.edu.cn