

新型高温合金 21Cr-32Fe-41Ni 高温长期时效组织演变研究

李天宇, 王立民

(钢铁研究总院 特殊钢研究院, 北京 100081)

摘要: 铁镍基合金长期服役于较高温下, 因此高温下的组织稳定性是合金的重要指标之一。利用扫描电子显微镜 (SEM)、透射电子显微镜 (TEM)、电子探针 (EPMA)、化学相分析等手段对 750 °C 不同时效时间下新型铁镍基高温合金 21Cr-32Fe-41Ni 组织与性能演变规律进行研究。结果表明, 长期时效后合金中析出相主要有 γ' 相、 σ 相、 α -Cr 相以及 MC 相。在时效 500 h 内, 基体中弥散分布的球形 γ' 相的质量分数和尺寸快速增加。时效时间从 500 h 增加至 2000 h, γ' 相的质量分数和尺寸增加速率逐渐降低。在长期时效过程中, σ 相沿晶呈块状或条状分布, 并与 α -Cr 相同时在晶内以针状或条状析出。随时效时间增加, σ 相和 α -Cr 相数量增加, 逐渐粗化。沿晶不连续分布的 σ 相逐渐相连, 存在向网状分布发展的趋势。随时效时间增加至 2000 h, 合金强度先升高后降低, 在时效 500 h 后达到峰值, 硬度保持增加趋势。

关键词: 铁镍基合金; 长期时效; γ' 相; σ 相; α -Cr 相

中图分类号: TG132.3*3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)04-1051-07

高温合金的组织稳定性较好, 在高温下具备优异的强度、抗疲劳性能、耐腐蚀、抗氧化性能等。航空发动机、燃气轮机的热端部件大量采用高温合金制造, 高温合金在航空航天、交通运输、石油化工、核电等领域得到广泛应用^[1-4]。目前, 在高温合金中镍基合金使用量最大。但由于其镍含量较高, 导致生产成本过高。为了降低成本, 各国相继开发了镍含量 (质量分数) 低于 50% 的铁镍基高温合金, 如 Crutonite[®]、NCF3015A、NCF4015A、VAT32、VAT36、LF2 等^[5-7]。

镍基和铁镍基高温合金通常以 γ' (Ni₃(Al,Ti)) 相作为主要强化相, γ' 相的形态、数量、尺寸以及分布情况对合金性能产生显著影响^[8-12]。姚志浩等^[13]对 GH735 镍基高温合金在长期时效过程中 γ' 相析出行为研究发现, 合金的硬度变化与 γ' 相体积分分数密切相关。随时效时间增加, γ' 相体积分分数减小导致合金硬度降低。除体积分分数外, γ' 相尺寸变化会对合金强度造成显著影响。崔彤等^[14]对一种镍基合金在长期时效过程中强度变化进行研究, γ' 相达到临界尺寸时合金强化机制会发生转变。在 800 °C 时效过程中, γ' 相小于临界尺寸时位错与 γ' 相交相互作用为切割机制。当 γ' 相大于临界尺寸时, 位错可以绕过 γ' 相粒子, 导致强化作用减弱。随 γ' 相进一步粗化, 合金强度开始下降。

高温合金中合金元素种类多、含量高, 在铸造、热处理或长期服役过程中易形成 σ 相、Laves 相等 TCP 相^[15-17]。TCP 相多为脆性相, 在合金中大量析出会导致合金强度和塑性等性能下降。为了避免或抑制 TCP 等有害相的析出, 研究人员对高温合金在长期时效过程中析出相的析出行为也进行了相关研究^[18-22]。

21Cr-32Fe-41Ni 是一种新型铁镍基高温合金。与 Inconel 751 等镍基合金相比, 21Cr-32Fe-41Ni 合金成本大幅降低并具备与 Inconel 751 合金相当的高温性能, 应用前景广阔。目前 21Cr-32Fe-41Ni 合金已经开始用于制造高负荷内燃机排气阀, 但对其长期服役过程中组织演变规律的系统性研究较少。本工作对 21Cr-32Fe-41Ni 合金在 750 °C 长期时效过程中组织演变规律和力学性能变化进行研究, 所得结论为实际应用提供理论参考。

1 实验

试验材料采用真空感应冶炼制备, 经开坯锻造后制成直径为 16 mm 的锻棒。其化学成分为 (% 质量分数): 0.05 C, 0.34 Si, 0.48 Mn, 20.93 Cr, 41.17 Ni, 2.19 Ti, 1.13 Al, 1.06 Nb, 0.76 Mo, 0.28 V, 余 Fe。试样先进行标准热处理 (固溶时效), 热处理制度为:

收稿日期: 2023-04-02

基金项目: 国家重点研发计划 (2017YFB0305203); 国家自然科学基金 (51971226)

作者简介: 李天宇, 男, 1998 年生, 硕士生, 钢铁研究总院特殊钢研究院, 北京 100081, E-mail: 345692086@qq.com

1010 °C×1 h, 水淬+740 °C×5 h, 空冷。经固溶时效热处理后, 试样在 750 °C 下进行长期时效, 时效时间分别为 500、1000、2000 h, 时效后空冷。

对经热处理后试样进行室温拉伸以及硬度性能测试。拉伸试样尺寸为 $\Phi 5$ mm×65 mm, 标距为 25 mm。室温拉伸试验标准采用 GB/T228.1-2010《金属材料 拉伸试验第 1 部分: 室温试验方法》, 硬度试验标准采用 GB/T230.1-2004《金属洛氏硬度试验第 1 部分: 试验方法》。通过扫描电子显微镜 (FEI Quanta650) 对试样微观组织进行观察, 腐蚀采用氯化铜水溶液 (5 g CuCl₂+30 mL HCl+30 mL H₂O+25 mL C₂H₅OH)。通过透射电子显微镜 (FEI Tecnai G2 F20) 和配备的能谱分析仪 (Bruker Xflash 5030) 对析出相进行观察分析。透射样品采用电解双喷减薄制备, 电解液为 10%高氯酸乙醇溶液。在 -25 °C 和 80 mA 下, 对样品进行电解双喷。通过电子探针 (EPMA-1720H) 对析出相中元素分布情况进行分析。化学相分析采用 10 g/L 硫酸铵+10 g/L 柠檬酸水溶液对试样进行电解, 电流密度为 0.03 A/cm², 温度为 15~20 °C。使用微孔滤膜对残渣进行抽滤, 并用 10 g/L 柠檬酸水溶液进行冲洗。经冲洗后的残渣采用蒸馏水洗净沉淀, 干燥后得到析出相粉末。通过帕纳科 X'Pert MPD X 射线衍射仪和 5110VDV 电感耦合等离子体原子发射光谱仪对析出相粉末进行定性分析和定量分析。

2 结果与讨论

2.1 标准热处理后显微组织

图 1 为 21Cr-32Fe-41Ni 合金在长期时效前经 1010 °C×1 h+740 °C×5 h 标准热处理后显微组织图像。合金固溶时效后基体为单相奥氏体组织, 晶界处析出相数量较少, 沿晶分布少量颗粒状析出相, 如图 1a 所示。由 EDS 能谱 (图 1b) 可知, 晶界处 1~5 μ m 黑色块状析出相为 (Ti,Nb)C 相。晶内离散分布纳米级白色颗粒状析出相, 由 TEM 图像和衍射花样标定 (图 1c) 可知, 白色颗粒状析出相也为 (Ti,Nb)C 相。晶界处存在的 (Ti,Nb)C 相在凝固过程中形成, 其尺寸较大, 为一次 MC 相。由于 (Ti,Nb)C 相熔点较高, 在固溶时效过程中起到钉扎晶界的作用。纳米级 (Ti,Nb)C 相在固溶时效过程中形成, 其尺寸较小, 对合金起到一定强化作用, 为二次 MC 相。图 1d 为晶内球形 γ' 相 TEM 图像。基体中弥散分布的球形 γ' 相是合金的主要强化相, 平均直径为 10 nm 左右, 对合金起到显著强化作用。时效温度为 740 °C 时, 在晶界处发生不连续析出反应形成内部为片层结构的胞状析出相, 其与基体存

在明显边界。由 TEM 图像和衍射花样标定 (图 1e) 可知, 胞状析出相为 γ' 相。胞状 γ' 相从晶界向相邻晶粒生长, 生长前沿析出少量块状或不规则状析出相。由 TEM 图像和衍射花样标定 (图 1f) 可知, 胞状 γ' 相内部块状或不规则状析出相为 σ 相。胞内片层结构 γ' 相的形成消耗了基体中大量 Al、Ti、Ni 元素, 并导致周围基体中 Cr、Fe 等元素富集, 为 σ 相的形成提供了有利条件。

2.2 长期时效过程中显微组织演变

图 2a~2c 分别为合金在 750 °C 下时效 500、1000、2000 h 后的显微组织 SEM 图像。与进行长期时效前相比, 合金时效 500 h (图 2a) 后, 晶界处析出相数量明显增加, 沿晶呈颗粒状、块状或条状不连续分布。除 MC 相外, 晶内开始出现针状或条状析出相。标准热处理中在晶界处形成的胞状 γ' 相没有继续向晶内生

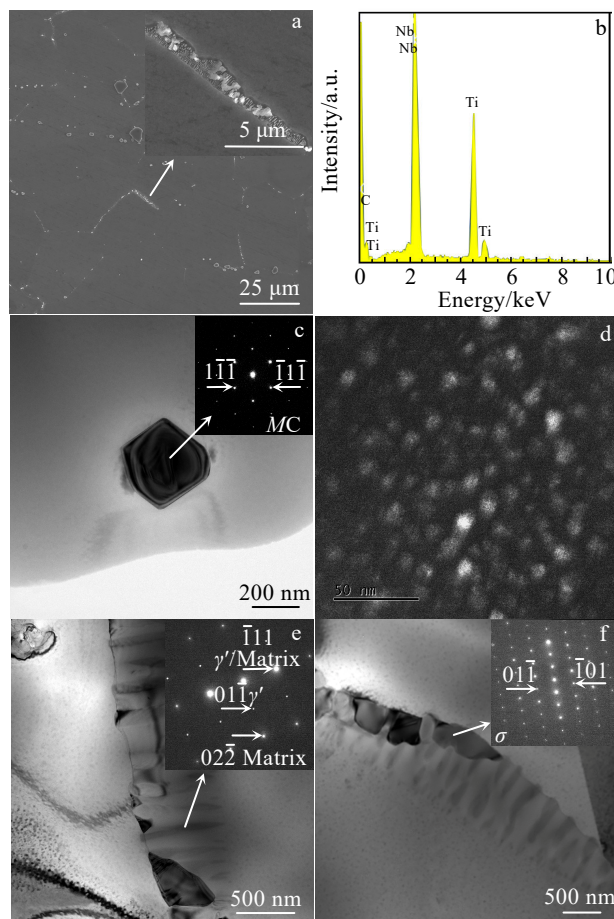


图 1 标准热处理后合金显微组织

Fig.1 Microstructure of the alloy before long-term aging: (a) SEM image, (b) EDS spectrum of bulk MC, (c) TEM image and SAED pattern of nano-scale MC, (d) TEM image of spherical γ' , (e) TEM image and SAED pattern of cellular γ' , and (f) TEM image and SAED pattern of σ phase

长，逐渐被沿晶析出相覆盖。随时效时间从 500 h 增加至 2000 h (图 2a~2c)，晶粒尺寸无明显变化。晶界处析出相数量增加并逐渐粗化，固溶时效过程中形成的胞状 γ' 相基本完全被覆盖。晶界处不连续分布的析出相逐渐相连，存在向沿晶网状分布转变的趋势。晶内针状或条状析出相数量大幅增加，尺寸增大。

图 3 为在 750 °C 下时效 2000 h 后合金中析出相 TEM 图像及 SAED 花样。经衍射花样标定 (图 3a~3d) 可知，晶内针状和条状析出相分别为 α -Cr 相和 σ 相，晶界块状和条状析出相为 σ 相。

为进一步确定合金中析出相种类及其分布情况，对在 750 °C 下时效 2000 h 后的试样进行 EPMA 分析，Cr、Fe、Ti、Nb、Mo 元素在各析出相中分布情况如图 4 所示。析出相中元素分布主要可分为 4 种不同情况：1 号-Ti、Nb 元素富集的晶内颗粒状析出相，2 号-Cr 元素富集的晶内针状析出相，3 号-Cr、Fe、Mo 元素富集的晶内针状或条状析出相，4 号-Cr、Fe、Mo 元素富集的晶界析出相。结合 2.1 节中所述，1 号析出相为固溶时效过程中析出的 (Ti,Nb)C 相，对合金起到一定强化作用。在 EPMA 结果中 2 号析出相的 Cr 元素含量为红色或黄色，表示 Cr 元素富集程度较高。2 号析出相中的 Cr 含量高于晶内其他类型析出相，

且没有其他元素富集。结合晶内针状析出相的衍射花样标定 (图 3a) 可知，2 号析出相为 α -Cr 相。3 号析出相中 Cr 含量低于同样富 Cr 的 2 号析出相，除 Cr 元素富集外，Fe、Mo 元素也在 3 号析出相中富集。结合晶内片状析出相的衍射花样标定 (图 3b) 可知，3 号析出相为 σ 相。晶界处形成的 4 号析出相与 3 号析出相的元素富集情况类似，Cr、Fe、Mo 元素在 4 号析出相中富集，但 Cr 含量相对较高。结合晶界析出相的衍射花样标定 (图 3c, 3d) 可知，晶界处形成的块状、条状析出相均为 σ 相。长期时效过程中， α -Cr 相和 σ 相在合金中大量析出。分布于晶内的 α -Cr 相和 σ 相均呈现针状或条状，从形态上无法完全区分。

2.3 γ' 相

γ' 相是与基体呈共格关系的面心立方结构金属间化合物相，其化学式一般为 $Ni_3(Al,Ti)$ 。图 5a~5c 为合金在 750 °C 下分别时效 500、1000、2000 h 后 γ' 相 TEM 图像。时效时间为 500 h (图 5a) 时，基体中 γ' 相的形貌保持一致，均为球形。 γ' 相的直径集中在 30~50 nm 之间，平均直径为 40.64 nm，如图 5b 所示。时效时间增加至 1000 h (图 5c) 时， γ' 相的形貌未发生变化，保持球形形态。 γ' 相逐渐粗化，平均直径从 40.64 nm 增加至 58.96 nm，如图 5d 所示。图 5e 为时效 2000 h

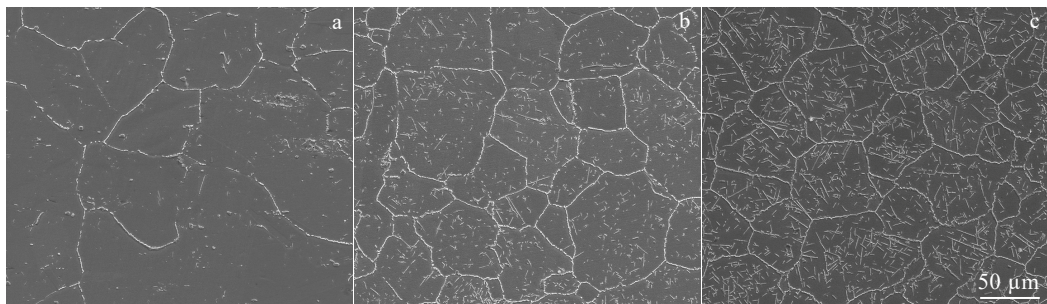


图 2 750 °C 时效不同时间后合金显微组织 SEM 图像

Fig.2 SEM images of the alloy after aging at 750 °C for different time: (a) 500 h, (b) 1000 h, and (c) 2000 h

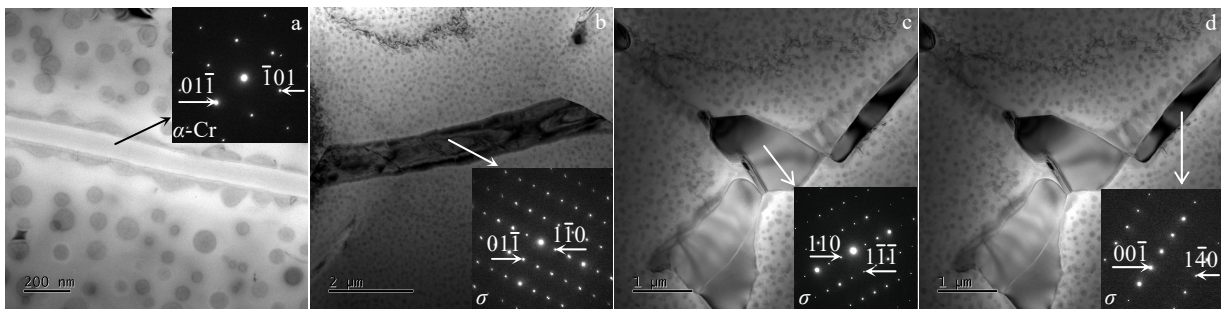


图 3 750 °C 时效 2000 h 后合金中析出相 TEM 图像及 SAED 花样

Fig.3 TEM images and SAED patterns of precipitates in the alloy aged at 750 °C for 2000 h: (a) α -Cr phase, (b) intragranular σ phase, (c) grain boundary block σ phase, and (d) grain boundary strip σ phase

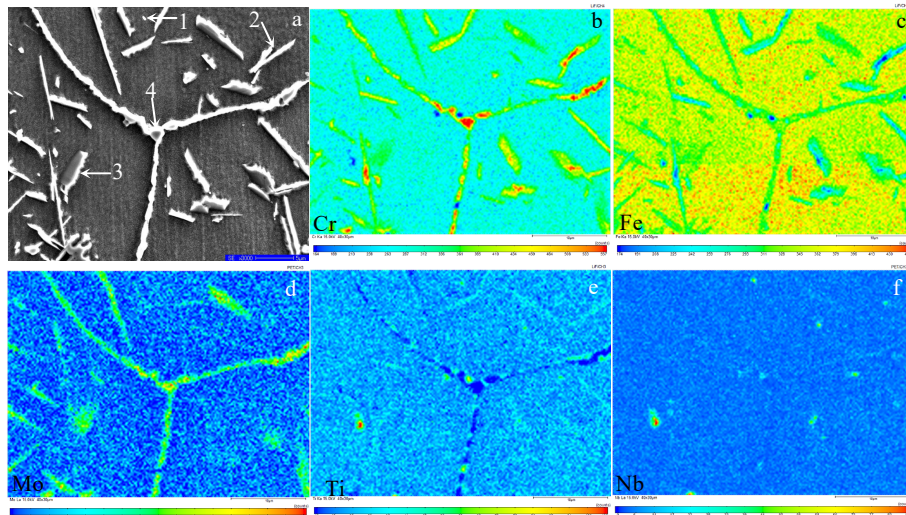


图 4 750 °C 长期时效 2000 h 后合金显微组织 SEM 图像及 EPMA 图像

Fig.4 SEM image (a) and EPMA images of elements Cr (b), Fe (c), Mo (d), Ti (e), and Nb (f) for the alloy after long-term aging at 750 °C for 2000 h

后 γ' 相 SEM 图像。 γ' 相仍保持球形形态, 表明合金中 γ' 相与基体错配度较小, γ' 相稳定性较高。随时效时间从 1000 h 增加至 2000 h, γ' 相平均直径从 58.96 nm 增加至 80.92 nm, 如图 5f 所示。在长期时效初期 γ' 相粗化速率最快, 时效 500 h 后, γ' 相的平均直径从 10 nm 左右增加至 40.64 nm。随时效时间增加, γ' 相粗化速率减慢。表 1 为在 750 °C 下分别时效 500、1000、2000 h 后 γ' 相的质量分数。随时效时间增加, γ' 相质量分数逐渐增加, 从 9.768% 增加至 14.417%。基体中 Ti、Al、Ni 元素逐渐进入 γ' 相中, Nb 元素在一定程度上也促进了 γ' 相的析出。 γ' 相质量分数的变化趋势与粗化的变化趋势保持一致, 长期时效初期 γ' 相质量分数增加速率最快。 γ' 相的粗化符合 Ostwald 熟化机制^[23], 以小颗粒溶解, 大颗粒长大的方式生长, 如图 6 所示。 γ' 相附近基体中的溶质浓度与粒子曲率半径有关^[24], 尺寸较大的 γ' 相周围溶质浓度相对较低。大小不同的 γ' 相之间形成溶质浓度梯度, 小尺寸 γ' 相周围溶质逐渐向大尺寸 γ' 相扩散, γ' 相析出和生长受基体中溶质扩散速率影响。随时效时间增加, γ' 相粒子数量减少, 间距增大, 相邻 γ' 相之间溶质扩散路径延长。基体中溶质逐渐减少, 浓度差减小, 溶质扩散驱动力降低, γ' 相的质量分数增加速率和粗化速率逐渐下降。

2.4 σ 相和 α -Cr 相

σ 相为四方结构的金属间化合物相, 在铁镍基合金中一般为 FeCr 型, 属于拓扑密排相 (TCP)。若合金中添加 Mo 元素, 在时效过程中 Mo 元素也会进入 σ 相, 促进 σ 相形成。 α -Cr 为体心立方结构的富 Cr 脆

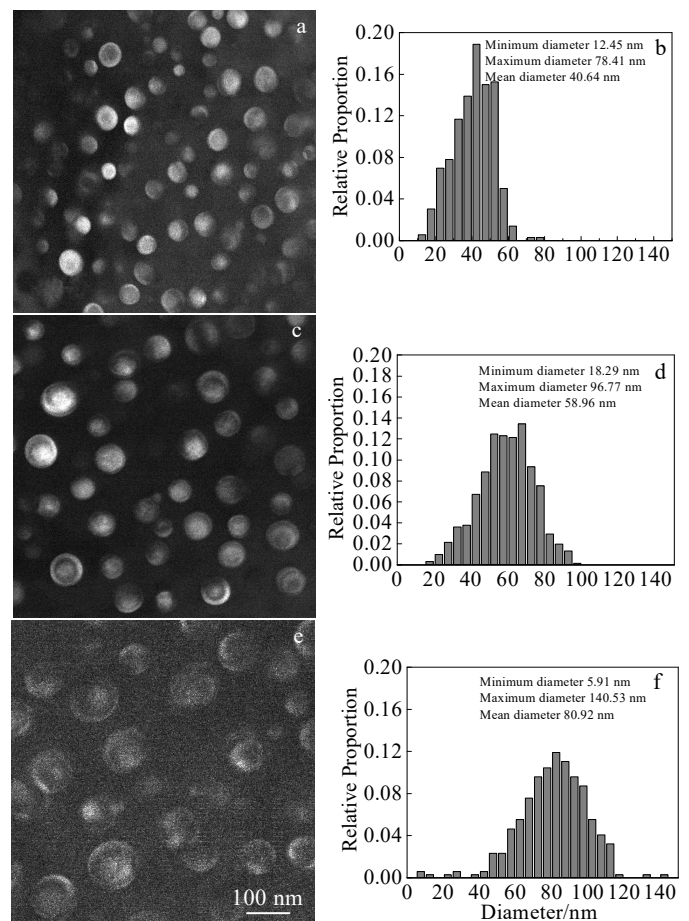


图 5 750 °C 时效不同时间后合金中 γ' 相 SEM 图像以及尺寸统计
Fig.5 SEM images (a, c, e) and size statistics (b, d, f) of γ' in the alloy after aging at 750 °C for different time: (a, b) 500 h, (c, d) 1000 h, and (e, f) 2000 h

表 1 750 °C 时效不同时间后合金中 γ' 相质量分数

Table 1 Mass fraction of γ' in the alloy after aging at 750 °C for different time

Aging time/h	Mass fraction of each element in γ' /%						Mass fraction of γ' /%
	Ni	Fe	Cr	Nb	Ti	Al	
0	7.048	0.240	0.352	0.436	1.277	0.415	9.768
500	9.661	0.333	0.178	0.511	1.470	0.540	12.693
1000	10.449	0.349	0.209	0.565	1.516	0.588	13.676
2000	11.021	0.368	0.224	0.592	1.586	0.626	14.417

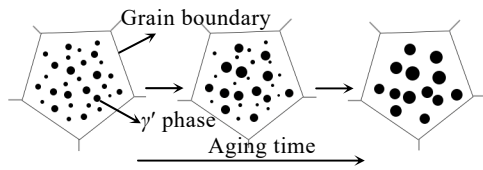


图 6 长期时效过程中 γ' 相演变示意图

Fig.6 Diagram of γ' precipitates evolution during long-term aging

性相，通常在合金中以针状或条状析出。 σ 相和 α -Cr 相均为脆性相，两相的大量析出可能会使合金脆化，导致材料的冲击韧性大幅下降^[25-26]。21Cr-32Fe-41Ni 合金中 σ 相在固溶时效过程中已经形成，如图 1 所示。晶界处胞状 γ' 相的形成导致周围基体中富集 Cr、Fe 等 σ 相形成元素，为 σ 相形成提供了有利条件，促进了 σ 相的析出。但合金在 740 °C 下时效 5 h 后，晶界处胞状 γ' 相析出较少，仅在部分晶界处的胞状 γ' 相生长前沿发现块状 σ 相。图 7a~7c 为合金在 750 °C 下长期时效后晶界 σ 相 SEM 图像。750 °C 时效 500 h (图 7a) 后，胞状 γ' 相在晶界处大量析出，同时促进了 σ 相析出。块状 σ 相粗化相连形成条状，并沿晶不连续分布。晶内 σ 相和 α -Cr 相少量形成，尺寸较小，如图 7b 所示。合金中 Ni 含量较高，Ni 元素可以抑制 σ 相的析出。因此，晶内 σ 相的形成时间较晚，在长期时效过程中析出。时效时间增加至 1000 h (图 7c)，胞状 γ' 相没有向晶内生长， σ 相析出量增加，大部分胞状 γ' 相被 σ 相覆盖。晶内 σ 相和 α -Cr 相数量增多，但尺寸与时效 500 h 后晶内 σ 相和 α -Cr 相差异较小，如图 7d 所示。时效时间增加至 2000 h (图 7e)，晶界处 σ 相进一步粗化。基本所有胞状 γ' 相都被 σ 相覆盖，沿晶不连续分布的 σ 相逐渐相连，沿晶呈网状分布。晶界处 σ 相析出受胞状 γ' 相影响，其演变过程如图 8 所示。晶内 σ 相和 α -Cr 相数量明显增多，尺寸增大，如图 7f 所示。 σ 相和 α -Cr 相中 Cr 含量较高，大量析出会

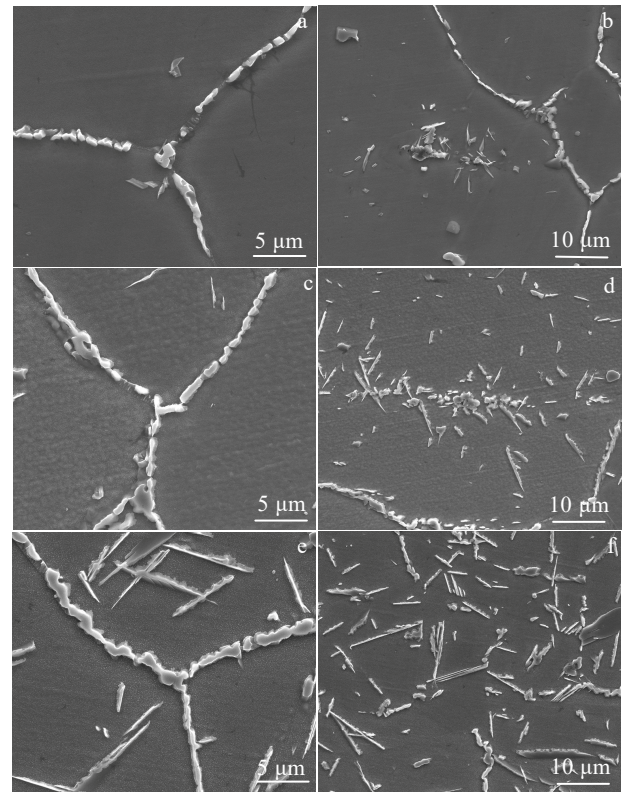


图 7 750 °C 时效不同时间后合金中晶界 σ 相以及晶内 σ 相和 α -Cr 相 SEM 图像

Fig.7 SEM images of grain boundary σ phase and intragranular σ phase, α -Cr phase in the alloy after aging at 750 °C for different time: (a, b) 500 h, (c, d) 1000 h, and (e, f) 2000 h

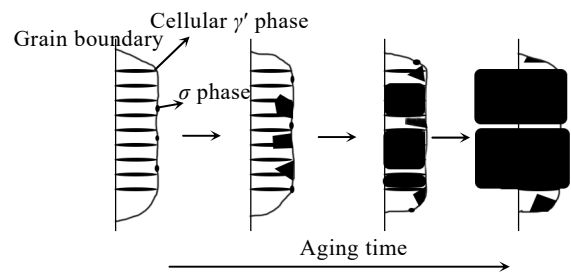


图 8 长期时效过程中 σ 相演变示意图

Fig.8 Diagram of σ phases evolution during long-term aging

导致基体中 Cr 含量降低，合金耐蚀性在一定程度上下降。 σ 相和 α -Cr 相为脆性相，针状或条状 σ 相和 α -Cr 相可能会成为裂纹源和裂纹扩展通道，导致合金塑韧性下降。同时，晶界处 σ 相逐渐粗化相连也会导致合金塑韧性降低。

2.5 长期时效后力学性能变化

21Cr-32Fe-41Ni 合金在 750 °C 下时效不同时间后室温强度及硬度如图 9 所示。在进行长期时效前，经

1010 °C×1 h+740 °C×5 h 固溶时效处理的合金抗拉强度为 1196 MPa, 屈服强度为 719 MPa。时效 500 h 后, 合金抗拉强度为 1239 MPa, 屈服强度为 808 MPa, 分别提高 3.6%和 12.4%。在室温下变形过程中, 位错与 γ' 相主要存在 2 种交互作用。当 γ' 相尺寸较小时, 位错通过切割机制运动。 γ' 相尺寸增大, 与基体错配度增大, 强化效果增强。当 γ' 相尺寸较大时, 位错通过绕过机制运动。 γ' 相尺寸增大, 位错绕过 γ' 相阻力减小, 强化效果减弱^[27-28]。随时效时间增加至 500 h, γ' 相平均直径从 10 nm 左右增加至 40.64 nm, 质量分数从 9.768%增加至 12.693%。 γ' 相尺寸较小, γ' 相的粗化和析出量增加都有利于提高合金强度。当时效时间为 1000 h 时, 合金强度下降, 抗拉强度降低至 1028 MPa, 屈服强度降低至 778 MPa。Sharma 等人^[29]在 Nimonic 90A 镍基合金中发现, 随 γ' 相平均直径从 16.5 nm 增加至 60 nm, 变形机制由位错切割机制转变为位错绕过机制。随时效时间从 500 h 增加至 1000 h, γ' 相平均直径从 40.64 nm 增加至 58.96 nm。 γ' 相的持续粗化可能导致合金的变形机制发生变化, 绕过机制占据主导作用。虽然 γ' 相的质量分数从 12.693%增加至 13.676%, 在一定程度上提高了强化效果。但 γ' 相的粗化以及针状或条状 σ 相和 α -Cr 相的大量析出导致了合金强度的持续降低。随时效时间增加至 2000 h, 合金强度保持下降趋势, 抗拉强度下降速度减慢。合金硬度保持上升趋势, 从 30.6 HRC 增加至 35.8 HRC。

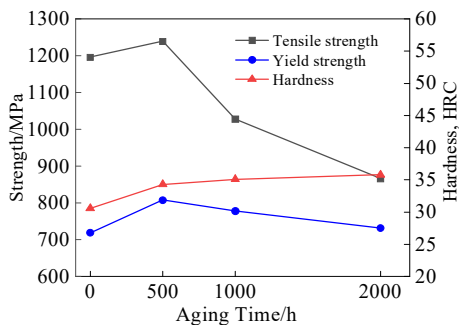


图 9 750 °C 长期时效不同时间后合金强度和硬度

Fig.9 Strength and hardness of the alloy after long-term aging at 750 °C for different time

3 结 论

1) 经固溶时效标准热处理后, 合金中析出相包括 γ' 相、MC 相以及少量 σ 相。经 750 °C 长期时效后, 合金中析出相包括 γ' 相、 σ 相、 α -Cr 相以及 MC 相。

2) 合金中 γ' 相存在 2 种形态, 分别为球形 γ' 相和胞状 γ' 相。胞状 γ' 相在晶界处形成, 在 750 °C 长期

时效过程中不存在向晶内生长的趋势。球形 γ' 相在晶内形成, 稳定性较高, 在 750 °C 长期时效过程中保持球形形态不变。时效时间从 0 h 增加至 500 h, 球形 γ' 相粗化速率和质量分数增加速率较快。随时效时间增加, γ' 相粗化速率和质量分数增加速率逐渐减慢。

3) 合金中 σ 相存在 3 种形态, 分别为块状 σ 相、针状 σ 相和条状 σ 相。在固溶时效过程中块状 σ 相优先析出, 集中在胞状 γ' 相生长前沿位置形核。750 °C 长期时效过程中, 在晶界处块状 σ 相粗化相连接形成条状 σ 相。随时效时间增加, 晶界处 σ 相析出量增加, 粗化的 σ 相将晶界处胞状 γ' 相基本覆盖。晶内针状或条状 σ 相形成时间较晚, 在 750 °C 长期时效过程中析出。时效时间为 500 h 时, 晶内 σ 相析出量较少。随时效时间从 500 h 增加至 2000 h, 晶内 σ 相析出量显著增加。

4) α -Cr 相仅在 750 °C 长期时效过程中以针状或条状在晶内析出。随时效时间增加, α -Cr 相析出量提高, 尺寸增大。

5) 随时效时间增加, 合金硬度保持上升趋势, 强度先升高后降低, 在时效 500 h 后达到峰值。抗拉强度峰值为 1239 MPa, 屈服强度峰值为 808 MPa。

参考文献 References

[1] Zhang Jian(张 健), Wang Li(王 莉), Wang Dong(王 栋) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2019, 55(9): 1077

[2] Du Jinhui(杜金辉), Lv Xudong(吕旭东), Dong Jianxin(董建新) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2019, 55(9): 1115

[3] Pandey P, Sawant A K, Nithin B *et al.* *Acta Materialia*[J], 2019, 168(4): 37

[4] Joseph C, Persson C, Colliander M H. *Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 679(1): 520

[5] Xue Chengcheng(薛丞丞), Wang Limin(王立民), Jiang Yehua(蒋业华) *et al.* *Iron & Steel(钢铁)*[J], 2015, 50(5): 75

[6] Pierce D, Haynes A, Hughes J *et al.* *Progress in Materials Science*[J], 2019, 103(6): 109

[7] Bayata F, Alpas A T. *Wear*[J], 2021, 480-481(9): 203943

[8] Xie Leipeng(解磊鹏), Sun Wenyaoyao(孙文瑶), Chen Minghui(陈明辉) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2022, 58(8): 992

[9] Ding Yutian(丁雨田), Zhang Baobing(张宝兵), Gao Yubi(高钰璧) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2022, 51(7): 2490

[10] Chen Jingyang(陈晶阳), Ren Xiaodong(任晓冬), Zhang Mingjun(张明军) *et al.* *Heat Treatment of Metals(金属热处理)*[J],

- 2023, 48(1): 100
- [11] Anderson M, Thielin A L, Bridier F *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 679(1): 48
- [12] Osada T, Gu Y F, Nagashima N *et al. Acta Materialia*[J], 2013, 61(5): 1820
- [13] Yao Zhihao(姚志浩), Dong Jianxin(董建新), Chen Xu(陈旭) *et al. Transactions of Materials and Heat Treatment(材料热处理学报)*[J], 2013, 34(1): 31
- [14] Cui Tong(崔彤), Wang Jijie(王继杰), Yu Zhaoyuan(俞肇元) *et al. Heat Treatment of Metals(金属热处理)*[J], 2006, 31(8): 49
- [15] Xu Zhiqiang(徐志强), Yang Shufeng(杨树峰), Zhao Peng(赵朋) *et al. Journal of Iron and Steel Research(钢铁研究学报)*[J], 2022, 34(6): 588
- [16] Hu Ri(胡日). *Study on the Evolution Law of Long-Term Aging Structure of NCF3015 Valve Alloy (NCF3015 气阀合金长期时效组织演变规律研究)*[D]. Anshan: University of Science and Technology Liaoning, 2018
- [17] Qu Jinglong(曲敬龙), Yi Chushan(易出山), Chen Jingwei(陈竞炜) *et al. Journal of Materials Engineering(材料工程)*[J], 2020, 48(8): 73
- [18] Wang Limin(王立民), Hu Ri(胡日). *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2022, 51(9): 3323
- [19] Xu Yulai, Yang Caixiong, Ran Qingxuan *et al. Materials & Design*[J], 2013, 47(5): 218
- [20] Gobbi V J, Gobbi S J, Reis D A P *et al. Metals*[J], 2018, 8(11): 877
- [21] Xiong Jiangying(熊江英), Yin Chao(尹超), Wang Chong(王冲) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2023, 52(8): 2885
- [22] Hu Liang(胡亮), Wang Yu(王钰), Ju Jia(巨佳) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2022, 51(11): 4219
- [23] Zhang Hongjun(张红军), Zhou Rongcan(周荣灿), Hou Shufang(侯淑芳) *et al. Proceedings of the CSEE(中国电机工程学报)*[J], 2011, 31(8): 108
- [24] Qiu Y Y. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 1998, 270(1-2): 145
- [25] Wang Gailian(王改莲), Wu Cuiwei(吴翠微), Zhang Maicang(张麦仓) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2002, 31(1): 37
- [26] Dong Jianxin(董建新), Xie Xishan(谢锡善). *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2005, 41(11): 1159
- [27] Tian Zhongliang(田仲良), Bao Hansheng(包汉生), He Xikou(何西扣) *et al. Journal of Iron and Steel Research(钢铁研究学报)*[J], 2015, 27(9): 1
- [28] Li Jun, Ding Ran, Guo Qianying *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 812(4): 141113
- [29] Sharma K K, Banerjee D, Tewari S N. *Materials Science and Engineering A*[J], 1988, 104(10): 131

Microstructure Evolution of New Superalloy 21Cr-32Fe-41Ni During Long-Term Aging at High Temperature

Li Tianyu, Wang Limin

(Research Institute of Special Steels, Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081, China)

Abstract: Fe-Ni based alloys serve in high temperature environment for a long time, so the microstructure stability at high temperature is one of the important indexes of the alloys. The microstructure and properties evolution of a new Fe-Ni based superalloy 21Cr-32Fe-41Ni at 750 °C for different aging time were investigated by scanning electron microscope (SEM), transmission electron microscope (TEM), electron probe microanalysis (EPMA) and chemical phase analysis. The results show that the precipitates in the alloy are mainly γ' , σ , α -Cr, and MC phases after long-term aging. The mass fraction and size of the dispersed spherical γ' in the matrix are increased rapidly within 500 h aging. With the increase in aging time from 500 h to 2000 h, the increase rate of mass fraction and size of γ' gradually decreases. During the long-term aging process, the σ phases are distributed along the grain boundaries in block or strip shape and within grains in needle or strip shape. The distribution of α -Cr phases in the grains is the same as that of σ phases. With the increase in aging time, the number of σ and α -Cr phases is increased and they are gradually coarsened. The σ phases with discontinuous distribution along the grain are gradually connected, and there is a tendency to develop into a network distribution. With the increase in aging time to 2000 h, the strength of the alloy increases first and then decreases, and reaches the peak after aging for 500 h. While, the hardness keeps increasing.

Key words: Fe-Ni based alloy; long-term aging; γ' phase; σ phase; α -Cr phase

Corresponding author: Wang Limin, Ph. D., Professor, Research Institute of Special Steels, Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081, P. R. China, E-mail: wanglimin@nrcast.com