

同行专家业内评价意见书编号：20250856131

附件1

**浙江工程师学院（浙江大学工程师学院）
同行专家业内评价意见书**

姓名：陈纪杉

学号：22260208

申报工程师职称专业类别（领域）：材料与化工

浙江工程师学院（浙江大学工程师学院）制

2025年05月30日

填表说明

一、本报告中相关的技术或数据如涉及知识产权保护、军工项目保密等内容，请作脱密处理。

二、请用宋体小四字号撰写本报告，可另行附页或增加页数，A4纸双面打印。

三、表中所涉及的签名都必须用蓝、黑色墨水笔，亲笔签名或签字章，不可以打印代替。

四、同行专家业内评价意见书编号由工程师学院填写，编号规则为：年份4位+申报工程师职称专业类别(领域)4位+流水号3位，共11位。

一、个人申报

(一) 基本情况【围绕《浙江工程师学院(浙江大学工程师学院)工程类专业学位研究生工程师职称评审参考指标》，结合该专业类别(领域)工程师职称评审相关标准，举例说明】

1. 对本专业基础理论知识和专业技术知识掌握情况(不少于200字)

在材料与化工专业高性能高温服役结构材料研究方向上，我具备扎实且全面的基础理论知识与专业技术知识。

在专业理论知识方面，研究生期间我积极修读课程，共获得25学分，其中专业课15学分，专业学位课11学分，公共学位课8学分，加权成绩达到88分，这充分体现了我在课堂学习中的优异表现和对知识的良好掌握。为了深入钻研专业研究方向，我有针对性地阅读了《高温合金材料学》《材料表征方法》《材料科学基础》等专业书籍，并认真整理读书笔记。通过对这些书籍的学习，我系统地掌握了高温合金的成分、组织、性能之间的关系，了解了材料在高温环境下的服役行为和失效机制，以及材料表征的各种方法和原理，为我的科研工作奠定了坚实的理论基础。

在专业技术知识方面，我熟练掌握了多种专业设备的使用。能够熟练操作扫描电子显微镜和透射电子显微镜进行材料的组织表征，清晰地观察材料的微观结构，为材料性能的研究提供直观的依据。使用万能拉伸试验机、蠕变松弛试验机、维氏/布氏硬度计进行合金性能测试，准确获取材料的力学性能数据。我还能够根据材料的特性制定合适的热处理制度，以改善材料的性能。同时，我熟练掌握金相样品的制备技术，能够制备出符合各种表征要求的样品。此外，我了解各设备的使用原理，在设备出现简单故障时，能够进行维修，确保实验的顺利进行。

2. 工程实践的经历(不少于200字)

2023年7月-

2024年7月期间，我于浙江省科创新材料研究院参与了围绕新型含铝高强高韧铁基高温合金长时性能提升的工程实践项目。此项目聚焦于解决高温合金在实际应用中的性能瓶颈问题，具有重要的工程意义。

在实践过程中，我充分运用所学的材料与化工专业理论知识，深入分析了Nb、Cr等合金成分对高温合金性能的影响。通过查阅大量文献和进行理论计算，我明确了各合金元素在不同含量下对合金组织和性能的作用机制，为后续实验方案的制定提供了坚实的理论依据。

基于理论分析，我制定了一系列合理的热处理制度，并通过反复实验进行优化。在实验操作中，我熟练使用扫描电子显微镜、透射电子显微镜等设备进行组织表征，利用万能拉伸试验机、蠕变松弛试验机等设备进行性能测试，准确获取了实验数据。这些数据为评估合金性能和优化热处理工艺提供了关键支持。

在项目进行期间，万能拉伸试验机、振动抛光机和透射电子显微镜等设备均出现不同程度的故障，这可能会严重影响项目进度。我积极对接设备工程师，学习设备原理基本结构与原理，对故障进行了排查。经过仔细检查和分析，找到了故障原因并成功解决，确保了实验的顺利进行，保证了项目按计划推进。

通过这次工程实践，我不仅将专业理论知识应用到实际项目中，提升了自己解决实际问题的能力，还积累了丰富的工程实践经验，为今后在材料与化工领域的进一步发展奠定了坚实基础。

3. 在实际工作中综合运用所学知识解决复杂工程问题的案例(不少于1000字)

在工程实践的征程中，我积极响应高端制造领域对先进材料的迫切需求，借助浙江省科创新材料研究院和浙江大学高温合金研究所这两大优质平台，在校内外导师的悉心协同指导下，

全身心投入到一种成本低廉且高温性能优异的铁基高温合金的研发工作中。此项目聚焦于船舶工业、能源电力和航空航天等高端制造领域，这些领域对材料的高温性能、成本控制等方面有着极为严苛的要求，因此研发具有创新性和实用性的铁基高温合金迫在眉睫。

1. 明确实践目标

前期研发的铁基高温合金具备氧化铝以及 γ' 相形成能力，然而其中昂贵金属元素（如Nb、Ta等）的含量较高，导致成本居高不下。基于此，我的实践目标有两个关键方面。一方面，在保证合金性能不降低的基础上，降低昂贵金属元素的含量，从而实现合金的降本增效；另一方面，全面、深入地评估合金的蠕变性能与组织稳定性，以确保合金能够满足长时服役的需求。这两个目标相互关联、相互影响，需要综合考虑各种因素，运用所学的材料科学、物理冶金等多学科知识来实现。

2. 初次尝试：调整热处理与加工工艺

为了实现降本增效的目标，我首先从调整合金的热处理制度与加工工艺入手。热处理制度和加工工艺对合金的初始组织有着至关重要的影响，而初始组织又直接决定了合金的性能。通过对热处理工艺参数（如加热温度、保温时间、冷却速度等）和加工工艺（如锻造、轧制等）的精细调整，我试图挖掘已研发合金的性能潜力，拓展其应用场景。

经过大量的实验和优化，通过时效工艺的调整，成功将合金的蠕变寿命提高了两倍。这一成果表明，合理的热处理和加工工艺调整能够在一定程度上改善合金的性能。然而，与工程应用的实际需求相比，这一提升幅度远远不够。这也让我认识到，仅依靠调整工艺可能无法从根本上解决合金成本高和性能不足的问题，需要从更深入的层面进行探索。

3. 深入优化：进行合金成分调整

面对初次尝试未能满足工程应用需求的情况，我决定对合金进行成分优化。成分是决定合金性能的本质因素，合理调整合金成分有望从根本上改善合金的性能和降低成本。在众多合金元素中，我主要对Cr和Nb元素进行了调整。

在调整过程中，我充分运用所学的材料热力学和动力学知识，结合Jamtpro计算软件进行理论分析。Jamtpro计算结果能够为合金成分调整提供科学依据，帮助我筛选出理想的合金组织。然后，我对筛选出的成分方案进行了实验验证。

实验结果显示，成分调整对合金的拉伸性能影响不大，但极大地提高了合金的组织稳定性。在680 °C暴露480

h的条件下，合金没有新相析出，这表明合金的组织稳定性得到了显著提升。同时，相同条件下合金的蠕变寿命提高了9倍，这一巨大的提升为合金在长时服役环境下的应用提供了有力保障。此外，优化后的合金具有更低的成本，每吨合金节省约3400元，成功实现了合金的降本增效目标。

4. 深入探究：建立成分-组织-性能三元关系

在实验过程中，不可避免地会遇到一些科学问题。为了深入理解合金的性能变化机制，我结合先进表征手段（如扫描电子显微镜、透射电子显微镜、X射线衍射等），对合金的组织演变及塑性变形机制进行了深入探究。

通过对实验数据的分析和理论推导，我建立了合金的成分-组织-

性能三元关系。这一关系的建立为合金的进一步优化提供了理论指导，使我能够更加有针对性地调整合金成分和工艺，以获得性能更优的合金。

5. 成果转化与应用前景

目前，该合金已经取得了显著的成果。团队合著了合金手册，对合金的成分、性能、制备工艺等进行了系统总结，为合金的推广应用提供了技术支持。同时，我们试制了螺丝、弹簧、拉伸杆、垫片等多种零部件，验证了合金在实际零部件制造中的可行性。同时，合金已经完成吨级中试，这标志着合金的工业化进程稳步推进。我工作的相关内容已发表中文论文一篇，另有英文论文一篇在投，学位论文盲审全优。随着工业化的逐步实现，该合金在船舶工业、能源电力和航空航天等高端制造领域具有广阔的应用前景，有望为这些领域的发展提供高

性能、低成本的材料支持。

在整个项目过程中，我综合运用了材料科学、物理冶金学等多学科知识，通过不断尝试和创新，成功解决了铁基高温合金成本高和性能不足的复杂工程问题。同时，我也深刻体会到，解决复杂工程问题需要跨学科的知识融合、严谨的科学态度和勇于创新的精神。未来，我将继续努力，不断探索和创新，为高端制造领域的材料研发做出更大的贡献。

(二) 取得的业绩(代表作) 【限填3项, 须提交证明原件(包括发表的论文、出版的著作、专利证书、获奖证书、科技项目立项文件或合同、企业证明等) 供核实, 并提供复印件一份】

1. 公开成果代表作【论文发表、专利成果、软件著作权、标准规范与行业工法制定、著作编写、科技成果获奖、学位论文等】

成果名称	成果类别 [含论文、授权专利(含发明专利申请)、软件著作权、标准、工法、著作、获奖、学位论文等]	发表时间/ 授权或申 请时间等	刊物名称 /专利授权 或申请号等	本人 排名/ 总人 数	备注
时效对一种沉淀强化型奥氏体耐热钢组织与性能的影响	核心期刊	2025年04月28日	电子显微学报	1/8	
Nb元素对一种Ni3 (Al, Ti) 强化的AFA钢显微组织与性能的影响	学位论文送审专家评审结果全优	2025年04月15日	学位论文	1/1	

2. 其他代表作【主持或参与的课题研究项目、科技成果应用转化推广、企业技术难题解决方案、自主研发设计的产品或样机、技术报告、设计图纸、软课题研究报告、可行性研究报告、规划设计方案、施工或调试报告、工程实验、技术培训教材、推动行业发展中发挥的作用及取得的经济社会效益等】

(三) 在校期间课程、专业实践训练及学位论文相关情况	
课程成绩情况	按课程学分核算的平均成绩： 88 分
专业实践训练时间及考核情况(具有三年及以上工作经历的不作要求)	累计时间： 1 年(要求1年及以上) 考核成绩： 87 分
本人承诺	
个人声明：本人上述所填资料均为真实有效，如有虚假，愿承担一切责任，特此声明！	
申报人签名：陈红木	

工作单位考核评价：
格 罗 2015 年 5 月

日常表现 考核评价	非定向生由德育导师考核评价、定向生由所在工作单位考核评价： ☒优秀 ☐良好 ☐合格 ☐不合格 德育导师/定向生所在工作单位分管领导签字（公章）： 2025年5月30日
申报材料 审核公示	根据评审条件，工程师学院已对申报人员进行材料审核（学位课程成绩、专业实践训练时间及考核、学位论文、代表作等情况），并将符合要求的申报材料在学院网站公示不少于5个工作日，具体公示结果如下： ☐通过 ☐不通过（具体原因： ） 工程师学院教学管理办公室审核签字（公章）： 年 月 日

浙江大学研究生院
攻读硕士学位研究生成绩表

学号：22260208		姓名：陈纪杉		性别：女		学院：工程师学院			专业：材料与化工			学制：2.5年	
毕业时最低应获：24.0学分				已获得：27.0学分					入学年月：2022-09			毕业年月：	
学位证书号：					毕业证书号：					授予学位：			
学习时间	课程名称		备注	学分	成绩	课程性质	学习时间	课程名称		备注	学分	成绩	课程性质
2022-2023学年秋季学期	新时代中国特色社会主义思想理论与实践			2.0	93	公共学位课	2022-2023学年冬季学期	产业技术发展前沿			1.5	81	专业学位课
2022-2023学年秋季学期	工程技术创新前沿			1.5	88	专业学位课	2022-2023学年春季学期	科技创新案例探讨与实战			2.0	92	专业选修课
2022-2023学年秋季学期	金属学原理与先进合金材料			2.0	92	专业学位课	2022-2023学年春季学期	自然辩证法概论			1.0	82	公共学位课
2022-2023学年冬季学期	材料加工技术			2.0	92	跨专业课	2022-2023学年夏季学期	研究生英语基础技能			1.0	免修	公共学位课
2022-2023学年秋冬学期	工程伦理			2.0	83	公共学位课	2022-2023学年夏季学期	研究生论文写作指导			1.0	92	专业学位课
2022-2023学年冬季学期	工程中的有限元方法			2.0	97	专业选修课	2022-2023学年夏季学期	研究生英语			2.0	免修	公共学位课
2022-2023学年冬季学期	材料现代研究方法与应用实践			2.0	92	专业学位课	硕士生读书报告			2.0	通过		
2022-2023学年秋冬学期	高阶工程认知实践			3.0	90	专业学位课							

说明：1. 研究生课程按三种方法计分：百分制，两级制（通过、不通过），五级制（优、良、中、及格、不及格）。

2. 备注中“*”表示重修课程。

学院成绩校核章：

成绩校核人：张梦依

打印日期：2025-06-03



稿件录用通知

陈纪杉, 丁青青*, 郝炜倩, 徐诚雄, 邹南, 魏晓, 张泽, 贝红斌* 同志:

您的论文题目为: 时效对一种沉淀强化型奥氏体耐热钢组织与性能的影响 已经审理完毕, 我刊决定录用, 计划刊登于中文核心期刊要目总览(中文核心期刊)/中国科技论文统计源期刊(中国科技核心期刊)/中国科学引文数据库来源期刊(核心库期刊)《电子显微学报》2025 年第 44 卷第 6 期或者 2026 年第 45 卷第 1 期上。

按规定, 请按下列账户、开户银行和账号, 于接到本通知起 20 日内汇寄版面费 5250 元(含 0 个彩版, 700 元/每版; 审稿费+邮寄费)。汇出后速将汇款凭据通知编辑部, 我刊在接到此款后, 才能将您的稿件送印刷厂排版印刷, 否则, 将顺延出版。

《汇款开增值税普通发票缴纳方式说明》

户 名: 北京英柏会议服务有限公司

帐号: 1105 0170 5200 0000 1123

开户行: 中国建设银行股份有限公司北京东四十条支行

建行银行行号: 105100012034

重 要 说 明

- 一、贵单位汇出款后需要将汇款凭证扫描件(复印件或者拍照)发送到: dzxwxb_cps@163.com 同时抄送到 cems_djw@163.com 邮箱下, 告知: (1) 汇款单位; (2) 汇款金额; (3) 汇款日期(姓名和手机号码)。
- 二、同时必须提供开发票的信息和发送电子发票的邮箱: (1) 贵单位户名; (2) (纳税人识别号或三证合一) 统一社会信用代码; (3) 电子邮箱。
- 三、有以上两项内容, 以便电镜学会查询汇款! 没有告知以上内容, 无法确认, 无法开具发票。
- 四、发票联系人: 郑舒允 电话: 18966491310, 邮箱: dzxwxb_cps@163.com 同时抄送到 cems_djw@163.com

《电子显微学报》编辑部

2025 年 4 月 28 日

编辑部

财务说明：

《电子显微学报》无独立账户，财务委托“北京英柏会议服务有限公司”代收，以用来支付印刷费及排版费，敬请理解。



【版面费汇款后，将以下信息发送到发送到：cems_djw@163.com 同时抄送到 dzxwxb@126.com 邮箱。】

发票类型：电子发票

文章题目：

作者姓名：

汇款时间：

汇款金额：

汇款单位：

汇 款 人：

开发票的信息（单位户名，（纳税人识别号或三证合一）统一社会信用代码）：

发送电子发票的电子邮箱：

时效对一种沉淀强化型奥氏体耐热钢

组织与性能的影响¹

陈纪杉¹, 丁青青^{1*}, 郝炜倩¹, 徐诚雄¹, 邹南¹, 魏晓¹, 张泽^{1,2}, 贝红斌^{1*}

(1. 浙江大学 材料科学与工程学院, 浙江 杭州 310027; 2. 浙江大学 硅材料国家重点实验室, 浙江 杭州 310027)

摘要 Fe-(24-30)Ni-(13-16)Cr-(1.5-3.5)Al-(1.2-2.8)Ti-(0-2)Mo-(0.02-0.2)C 是一种由 Ni₃(Al, Ti) (γ') 强化的奥氏体耐热钢, 高温性能优异; 该耐热钢不含 Ta、Nb 等较为贵重的合金元素, 在高端制造领域具有广阔的应用前景。拟服役温度和超温服役时的组织和性能稳定性是评估这类材料服役寿命的必要数据。本文利用先进电子显微学技术研究了耐热钢 Fe-29Ni-14Cr-3Al-2.25Ti 在拟服役温度 680 °C 和超温服役温度 750 °C 时效过程中显微组织的变化, 并结合拉伸试验揭示了不同温度下时效对材料力学性能的影响。结果表明, 在 680 °C 时效过程中, 合金的晶粒度变化较小, 晶界处逐渐析出少量 Ni₂AlTi 和 σ 相, γ' 相的体积分数几乎不变, 且时效对拉伸强度影响不大, 但晶界 σ 相的析出可能导致合金更易沿晶界发生开裂, 合金的断裂延伸率随时效时长增加而降低。750 °C 时效过程中晶粒度同样没有明显变化, 晶界上析出大量 Ni₂AlTi 和 σ 相, 且晶内析出 Ni₂AlTi 相, 随着时效时间增加, Ni₂AlTi 和 σ 相的体积分数增加, 而晶粒内部 γ' 相体积分数减少, 合金的室温和高温强度不断降低, 室温拉伸延伸率不断下降而高温拉伸延伸率不断上升。

关键词 时效; 析出强化; 显微组织; 力学性能

中图分类号: TG146.1

近年来, 全球人口增长与气候环境恶化, 对电能的高效、清洁供应提出了严峻的挑战^[1]。中国作为煤炭大国, 能源结构以火力发电为主体。尽管目前也在大力发展非化石能源, 如太阳能、风能、水能、核能等, 但在可预见的未来, 火力发电仍将在中国电力行业中占据主导地位^[2-3]。中国已建设超过300台600 °C超超临界 (ultra-supercritical, USC) 发电站^[4], 为缓解火力发电所带来的环境压力, 需要通过提高电站蒸汽参数的方式进一步提高电站的热效率, 从而降低煤耗与碳排放。然而, 更高的蒸汽温度和更高的压力对电站关键部

¹ **基金项目**: 国家自然科学基金资助项目 (Nos. 52201027, 52471019); 浙江省自然科学基金资助项目 (No. LR24E010001); 国家科技重大专项 (J2019-III-0008-0051); 中央高校基本科研业务费专项资助项目 (226-2024-00044)。

作者简介: 陈纪杉 (2000-), 女 (汉族), 辽宁人, 硕士. E-mail: dljessiechen@zju.edu.cn

***通讯作者**: 贝红斌 (1969-), 男 (汉族), 浙江人, 教授. E-mail: hbei2018@zju.edu.cn

丁青青 (1992-), 女 (汉族), 江西人, 副研究员. E-mail: qq_ding@zju.edu.cn

位材料的性能提出了更高的要求^[5-7]。目前广泛应用于600℃ USC电站中的大口径管的关键材料为P91/P92马氏体耐热钢，其使用上限温度为628℃^[4,8]。当蒸汽温度超过630℃后，大口径管只能使用Inconel 617B和Inconel 740H等高温性能优异的镍基高温合金，但镍基合金成本较高难以大规模使用^[9,10]。因此，亟需开发低成本、高性能的结构材料以满足新一代USC发电站的建设需求。

近期报道的一种新型 Fe-(26-29)Ni-(13-19)Cr-(2.8-3.0)Al-(1.8-2.4)Ti (wt.%)^[11-13]耐热钢，具有优异的高温力学性能和抗氧化性能，可能在能源电力领域具有较大的应用前景。这种耐热钢前期研究主要集中在成分设计、力学性能及抗氧化性能方面^[11-13]，优异的高温性能来源于奥氏体中体积分数~20%的Ni₃(Al, Ti)(γ')相，析出强化效果使该合金在700℃时屈服强度(yield stress, YS)超过600 MPa。此外，该耐热钢在750℃氧化480 h后依旧能够保持金属光泽^[13]，具有Al₂O₃保护膜形成能力。能源电力领域结构材料往往需要在超长时条件下服役，拟服役温度和超温服役时的组织和性能稳定性是评估这类材料长时服役寿命的必要数据。

本研究在拟服役条件(680℃)和超温服役条件(750℃)下对Fe-29Ni-14Cr-3.0Al-2.25Ti (wt.%)合金进行了时效，结合扫描和透射电子显微技术揭示了时效过程中合金的显微组织演化规律，重点关注 γ' 相的尺寸变化以及相组成的变化；利用力学性能测试技术研究了时效过程中组织演变对合金拉伸性能的影响，并阐明了显微组织和性能间关联关系。研究结果可以为发展高组织稳定性的高强耐热钢提供科学依据。

1 实验材料与方法

试验用耐热钢名义成分如表1所示。使用真空电弧熔炼制备尺寸为60 mm×25 mm×12.5 mm的合金铸锭。在1225℃下均匀化4 h，淬火至室温。对均匀化后的钢锭进行冷轧，从12.5 mm冷轧至2 mm。使用管式炉对冷轧板进行再结晶(1200℃/0.5 h)和沉淀强化(700℃/24 h)处理。选择了两个温度在空气中进行时效，即拟服役温度(680℃)和超温服役温度(750℃)，时效时长分别为24 h、120 h、480 h和1000 h。

扫描电子显微镜(scanning electron microscopy, SEM)样品经电火花线切割至适宜尺寸后进行热镶嵌，用SiC砂纸打磨至2000目后振动抛光制得。使用配有二次电子(secondary electron, SE)、背散射电子(backscattered electron, BSE)和能谱(energy dispersive spectroscopy, EDS)探头的HITACHI TM4000 Plus SEM对合金的晶粒度及相组成进行表征，加速电压为15 kV，工作距离10 mm。

透射电子显微镜(transmission electron microscopy, TEM)样品制备首先将试样研磨至100 μm，然后使用冲样器冲出直径为2-3 mm的圆片，研磨至50 μm厚，随后在18℃的7%高氯酸+93%乙酸(vol.%)溶液中进行电解抛光(电压为11 V)。使用FEI Tecnai F20场发射TEM拍摄暗场(dark field, DF)图像、选区电子衍射(selected area electron diffraction, SAED)图像、扫描透射电子显微(scanning transmission electron

microscopy, STEM) 图并进行 EDS 分析。

使用 Netzsch 差示量热扫描仪 (differential scanning calorimetry, DSC) 测试耐热钢析出相回溶温度, 测试过程中氩气流速为 20 mL/min, 升温速率为 10 °C/min。狗骨棒状拉伸样品的标距段尺寸为 12.7 mm×3.2 mm×2 mm, 在装配有感应加热器的 CMT-5504 三思泰捷万能拉伸试验机上进行拉伸实验, 拉伸速率为 0.75 mm/min, 对应于工程应变速率为 10^{-3} s^{-1} 。所有拉伸实验至少进行 3 次重复实验以保证性能测试结果的可靠性。YS 通过 0.2 % 偏移法计算得到, 应力应变曲线仅保留合金发生塑性变形后的部分。

表 1 试验材料名义成分 (wt. %)

Table 1 Nominal composition of the experimental alloy (wt. %)

Ni	Cr	Mo	Al	Ti	C	B	Fe
29	14	2	3	2.25	0.2	0.005	余量

2 实验结果与讨论

2.1 时效对沉淀强化型耐热钢显微组织的影响

图 1 展示了沉淀强化型耐热钢在时效前的初始显微组织。时效前, 合金为等轴晶 (图 1a), 平均晶粒尺寸约 27 μm 。微米级黑色衬度的块状析出相均匀分布在合金中 (图 1a 中红色箭头标出), EDS 面扫结果 (图 1b) 表明该块状析出相富含 C、Ti 和 Mo 元素, 可能为碳化物。[011]和[001]两个方向上的 SAED 图 (图 1c) 表明该析出相具有面心立方 (face centered cubic, FCC) 结构, 晶格常数 $a = 0.435 \pm 0.04 \text{ nm}$, 推测为 MC 型碳化物 (M: Ti、Mo 和 Ta 等, $Fm-3m$, $a = 0.432 \text{ nm}$)。这类碳化物具有较高的熔点与热稳定性, 通常在铸造过程中形成且在长期时效过程中不会发生明显的粗化^[14,15]。合金的晶粒内部存在大量纳米级析出相, 如 DF 图 (图 1d) 所示, 平均直径约为 12 nm 的球形析出相均匀分布在基体中。EDS 面扫结果显示 (图 1e), 该相主要富 Ni、Al 和 Ti 元素。原子分辨的 HAADF-STEM 图 (图 1f) 显示该相在[001]方向上与 FCC 结构的奥氏体基体 (γ) 基本共格。[011]方向的 SAED 图 (图 1g) 中除 FCC 衍射点外, 还存在 FCC 消光衍射点 (红色圈), 这表明该析出相具有 $L1_2$ 超晶格结构。此外, 根据 SAED 结果计算该相的晶格常数 $a = 0.352 \pm 0.05 \text{ nm}$ 。由于成分和结构特征与文献中报道的 $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ (γ' , $Pm-3m$, $a = 0.357 \text{ nm}$) 相吻合^[16,17], 纳米析出相应为 γ' 相。

图 2 为合金在 680 °C (图 2a-c) 和 750 °C (图 2d-f) 时效后的 BSE 图。680 °C 时效时, 合金组织初期基本无变化 (图 2a), 120 h 后晶界处开始出现极少量交织分布的两种析出相, 如图 2b 中白色 (衬度较暗) 和蓝色 (衬度较亮) 箭头所示。在 680 °C 时, 合金组织非常稳定, 即使时效 1000 h 后交织分布的析出相面

积分数仍小于 1%，尺寸小于 $0.6\ \mu\text{m}$ （图 2c）。时效的温度的升高，明显加快了这两种相的析出。750 °C 时，仅 24 h 后合金中晶界上已析出面积分数约 1% 交织分布两种析出相，如图 2d 所示，同时晶内开始析出少量衬度较暗的颗粒状析出相（图 2d 绿色箭头）。120 h 后，晶界上析出相尺寸增大至约 $1.0\ \mu\text{m}$ （图 2e），颗粒状析出相数量增多（图 2e 绿色箭头），晶内出现衬度较暗的针状析出相（图 2e 橙色箭头）。当时效时长增长至 1000 h（图 2f），晶界析出相的尺寸增大至约 $1.5\ \mu\text{m}$ ，晶内颗粒和针状析出相的数量增多同时尺寸增大。

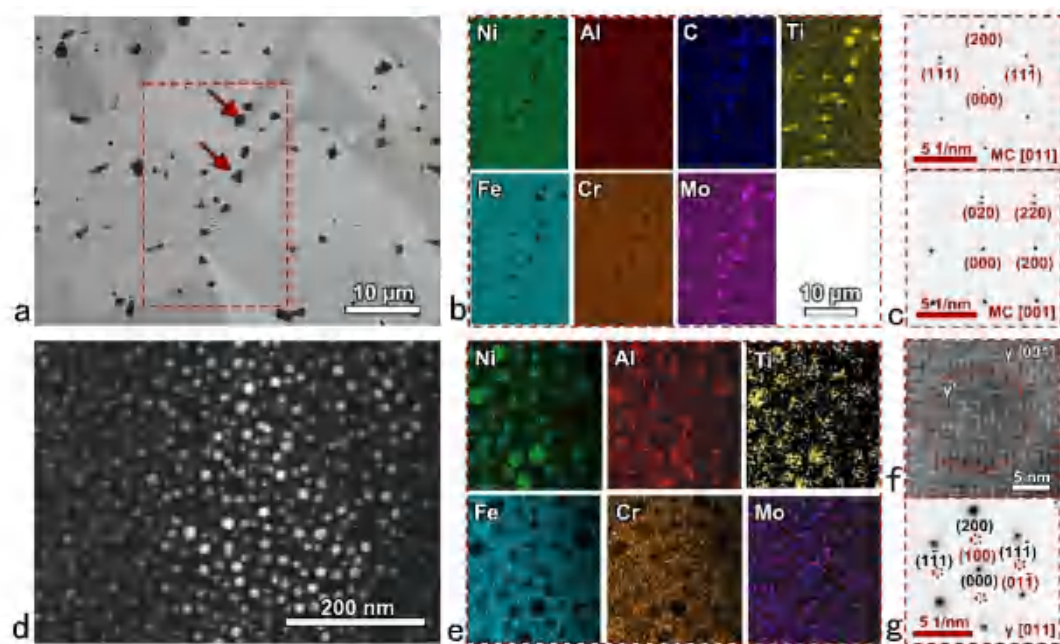


图 1 耐热钢时效前的显微组织。a. BSE 图像；b. 图 1a 中虚线框区域对应的 EDS 面扫结果；c. 碳化物相沿[011]和[001]方向的 SAED 图；d. 耐热钢晶粒内部 γ' 相的 DF 图像；e. γ' 相的 EDS 面扫结果；f. [001] 方向 γ/γ' 两相高分辨 HAADF-STEM 图；g. 耐热钢沿[011]方向的 SAED 图，红色圈标识出 γ' 相的超晶格衍射点。

Fig.1 Microstructures of the stainless steel before aging. a. BSE image; b. EDS maps of the area indicated by dash rectangle in Fig.1a; c. SAED patterns of the carbide phase along the [011] and [001] directions; d. DF image of the γ' phase inside the grain of the stainless steel; e. EDS mapping results of the γ' phase; f. HAADF-STEM image with atomic resolution of the γ/γ' phase along the [001] direction; g. SAED pattern of the γ' phase along the [011] direction, with the superlattice diffraction spots of γ' phase marked by red circles.

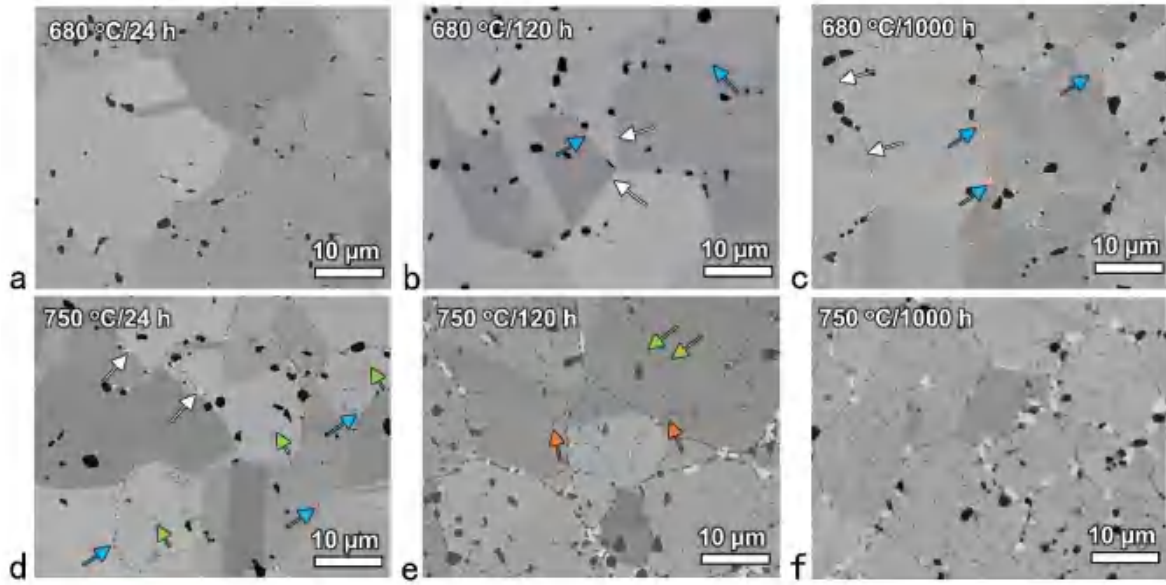


图2 耐热钢时效后的显微组织。a-c. 680 °C 下时效不同时长后合金的 BSE 图像；d-f. 750 °C 时效不同时长后合金的 BSE 图像。时效温度和时长标注在图的左上角。

Fig.2 Microstructures of the stainless steel after aging. a-c. BSE images of the steel after aging at 680 °C for different times; d-f. BSE images of the steel after aging at 750 °C for different times. Note that aging temperature and time are indicated at the upper left corner of each image.

时效过程中产生的析出相尺寸相对较小，SEM 难于分辨，使用 TEM 进行晶体结构和成分分析，结果表明 680 °C 和 750 °C 时效时产生的析出相种类相同。图 3a 为 680 °C 时效 1000 h 后晶界析出相的 HAADF-STEM 图，其衬度与原子序数相关（与 BSE 类似），晶界上同样存在着交织分布的两种衬度不同的析出相，分别用白色和蓝色箭头标识。EDS 结果（图 3a 插图）表明晶界上衬度较亮的相富 Fe、Cr 和 Mo，而衬度较暗的相含 Ni、Al 和 Ti。定量分析表明富 Fe、Cr、Mo 相的成分为 47.2Fe-38.5Cr-9.1Mo-5.2Ni (at.%)。SAED 图（图 3b）显示，该相在[110]和[12-2]方向衍射花样均呈现四方结构，晶格常数为 $a = 0.876 \pm 0.05 \text{ nm}$ ， $c = 0.457 \pm 0.04 \text{ nm}$ 。其晶体结构和成分均与 Fe(Cr, Mo)相（ σ 相， $P4_2/mnm$ ， $a = 0.88 \text{ nm}$ ， $c = 0.454 \text{ nm}$ ）相符，衬度较亮的相应为 σ 相^[18]。衬度较暗的含 Ni、Al 和 Ti 相成分为 48.4Ni-31.7Al-13.3Fe-6.6Ti (at.)，沿 [-111]和[1-20]方向的衍射花样（图 3c）与 $L2_1$ 结构相符，晶格常数为 $a = 0.588 \pm 0.05 \text{ nm}$ ，与 Ni_2AlTi 相（ $Fm-3m$ ， $a = 0.584$ ）相吻合，因此衬度较暗的相应为 $L2_1$ 结构的 Ni_2AlTi 。该相成分偏离 Ni_2AlTi 严格的化学计量比，但与 Wolff-Goodrichd 等人报道的 $L2_1$ 结构的 Ni_2AlTi 相成分相接近^[19]，可能是由于合金元素 Fe 的影响，金属间化合物偏离严格化学计量比在其他合金体系^[20-22]中普遍存在。利用类似的方法，发现 750 °C 时效时晶界析出相和 680 °C 时效产生的晶界析出相种类相同，均为 σ 相和 Ni_2AlTi 相，而晶内生成的颗粒和针状析出相均为 $L2_1$ 结构的 Ni_2AlTi 相（图 3d）。 Ni_2AlTi 相的生成还影响了 γ' 相的分布，如图 3d 红色箭头

所示, Ni_2AlTi 相附近存在一层 200~400 nm 厚的无 γ' 相区域 (precipitate-free zone, PFZ), SAED 图 (图 3d 插图) 进一步证实 PFZ 区域仅有 γ 基体的衍射斑不存在 γ' 相, 这可能是由于 Ni_2AlTi 的析出和长大消耗了 γ' 相形成元素 Ni、Al 和 Ti 导致的^[23]。

时效过程中不仅会析出新相, γ' 相的尺寸和分布也会发生变化。图 4a 和 4b 分别展示了 680 °C 和 750 °C 时效不同时长后 γ' 相的 DF 图像, 表明两个温度时效时, 合金中的 γ' 纳米强化相均会随着时效时长的增加发生粗化。温度较低时粗化较慢, 例如时效 1000 h 后, 680 °C 时效的 γ' 相尺寸仅从初始的 12 nm 增大至 27 nm, 且仍为球形, 而 750 °C 时效的 γ' 相尺寸则达到 75 nm, 形状也转变为方球状。为确定温度对 γ' 相粗化的影响, 利用 Lifshitz-Slyozov-Wagner (LSW) 模型^[24]计算了 γ' 相的粗化速率 (K), 如式 2-1 所示:

$$r_t^3 - r_0^3 = Kt \quad (2-1)$$

其中 r_t 是时间为 t 时 γ' 相的半径, r_0 是 γ' 相初始状态的半径。根据统计结果进行拟合, 结果如图 4c 所示, 拟合的 R^2 均超过 99%, 表明 γ' 相的粗化规律与模型吻合程度较高。显然, 750 °C 时效时 γ' 相的粗化速率 (50.7 nm^3/h) 远高于 680 °C 时的粗化速率 (2.2 nm^3/h), 表明较高的时效温度促使 γ' 相在较短的时间内发生显著的尺寸和形貌变化。为确定 γ' 相体积分数的变化, 我们统计了时效不同时长后样品中的 γ' 相面积分数 (Ni_2AlTi 相附近的无 γ' 相区未统计), 结果如图 4d 所示。680 °C 时效时, γ' 相面积分数几乎不变, 但超温 (750 °C) 时效时, 随着时效时间的延长而逐渐降低, 且时效时长大于 120 h 时 γ' 相面积分数降低更显著。750 °C γ' 体积分数的降低可能是由于 γ' 相平衡体积分数下降导致的。为验证这一推测, 对耐热钢进行了 DSC 分析, 结果如图 5 所示, γ' 相溶解温度为 690~900 °C, 即 690 °C 时 γ' 相开始溶解, 900 °C 以上 γ' 相完全溶解, 合金为固溶体合金。因此, 680 °C 时效时, γ' 相几乎不发生回溶, 时效过程中体积分数基本不变, 而 750 °C 时 γ' 相发生回溶, 体积分数降低。

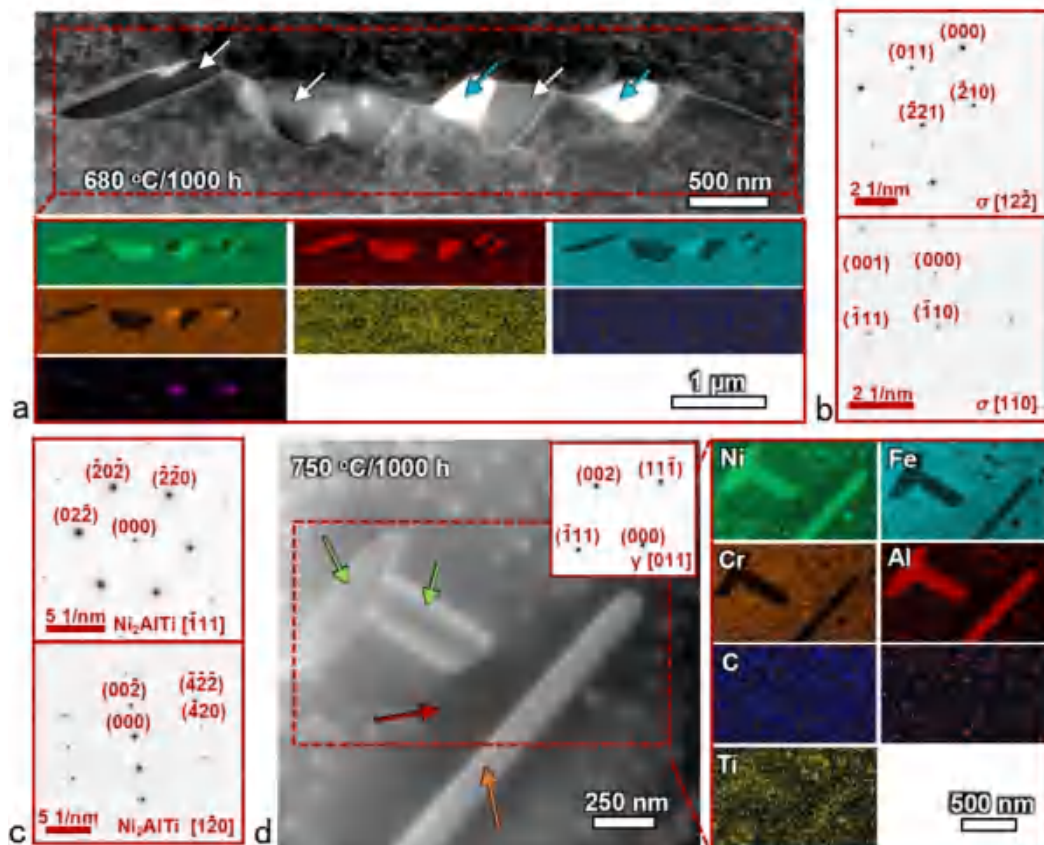


图3 耐热钢在时效过程中产生的相的 TEM 分析。a. 680 °C 时效 1000 h 后晶界相 STEM 和对应 EDS 面扫图；b. 衬度较亮的相 SAED 衍射图，表明其晶体结构为四方晶系；c. 衬度较暗的相 SAED 衍射图，表明其晶体结构为 $L2_1$ ；d. 750 °C 时效 1000 h 后晶内衬度较暗的相 STEM 图和对应 EDS 面扫图，小图为 PFZ 的 SAED 衍射图，表明仅存在 γ 基体。

Fig.3 TEM analysis of the phases formed during the aging process of the stainless steel. a. STEM image of the grain boundary phase and the corresponding EDS mapping image after aging at 680 °C for 1000 h; b. SAED diffraction pattern of the phase with brighter contrast, indicating that its crystal structure is a tetragonal system; c. SAED diffraction pattern of the phase with darker contrast, indicating $L2_1$ crystal structure; d. STEM image of the phase with darker contrast within the grain and corresponding EDS maps after aging at 750 °C for 1000 h. The inset is the SAED pattern of the PFZ, indicating that there is no γ' precipitates in PFZ.

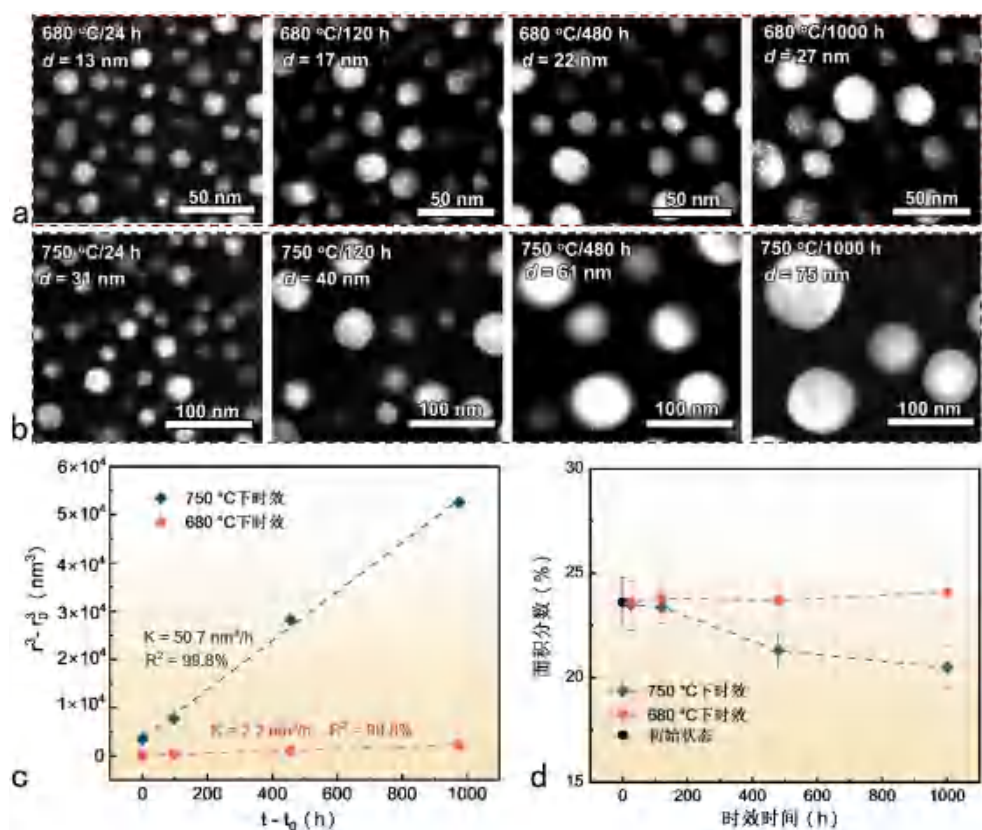


图4 耐热钢时效过程中 γ' 相的变化。a. 680 °C 和 b. 750 °C 时效不同时长后晶粒内部 γ' 相的 DF 图；c. LSW 模型拟合的 γ' 相粗化速率；d. γ' 相的面积分数随时效时长的变化趋势。

Fig.4 Changes of γ' precipitates in the stainless steel during aging. a-b. DF images of γ' precipitates within grains after aging at 680 °C (a) and 750 °C (b) for different times; c. The coarsening rate of the γ' phase obtained according to the LSW model; d. Area fraction of γ' phase as a function of aging time.

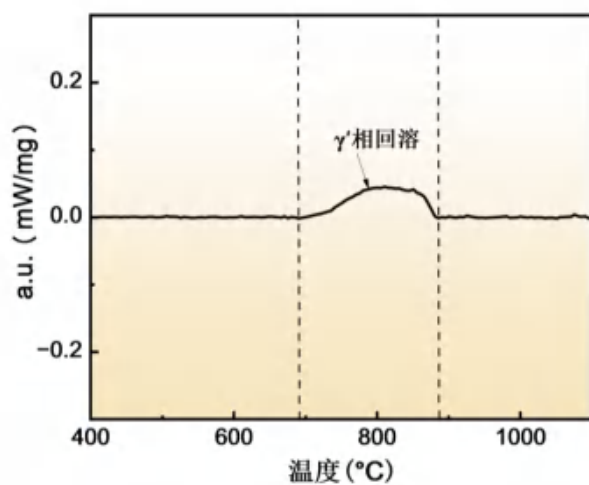


图5 耐热钢的 DSC 曲线，虚线区间为 γ' 相回溶峰。

Fig. 5 DSC curve of the stainless steel. The dashed region indicates the temperature range of γ' dissolution.

2.2 时效对沉淀强化型耐热钢力学性能的影响

为明确时效过程中耐热钢力学性能的变化，对 680 °C 和 750 °C 时效不同时长后的样品进行室温和 680 °C 拉伸性能测试，结果如图 6 所示。680 °C 时效后，合金室温和 680 °C 力学性能变化较小，拉伸曲线基本重叠，如图 6a 所示。室温拉伸时，合金持续加工硬化。680 °C 拉伸时，合金 YS 仅比室温降低约 70 MPa，在应变小于~10%时即达到抗拉强度（ultimate tensile strength, UTS）。680 °C 时效对合金 YS、UTS 和延伸率（elongation to fracture, EF）的影响如图 6b 所示，YS 和 UTS 几乎不变，EF 轻微下降但始终高于 26%。750 °C 时效后，合金依旧在室温下呈现出比 680 °C 拉伸时更显著的加工硬化现象（图 6c），且时效越久合金强度越低。750 °C 时效对合金 YS、UTS 和延伸率的影响如图 6d 所示。时效 24 h 对合金强度影响较小，但随着时效时长的增加，室温和高温拉伸的 YS 和 UTS 均随着时效时长的增加而降低，750 °C 时效 1000 h 后合金 YS 和 UTS 均比时效前降低~200 MPa。室温拉伸时 EF 随着时效时长的增加不断降低，在时效 1000 h 后仍高于 20 %。680 °C 拉伸时 EF 则随时效时长的增加而升高，最高达到~35 %。

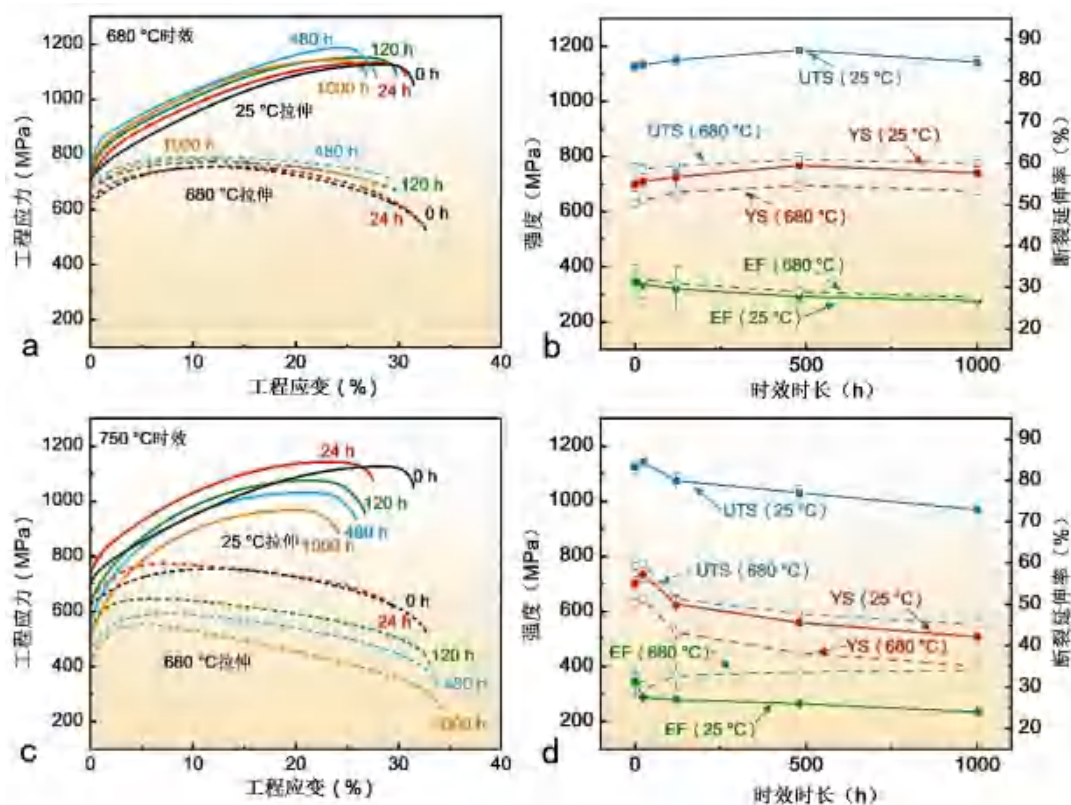


图 6 耐热钢在 680 °C (a, b) 和 750 °C (c, d) 时效后的拉伸性能。a, c. 工程应力-应变曲线；b, d. 合金 YS、UTS 和 EF 随时效时长的变化。

Fig.6 The tensile properties of the stainless steel after aging at 680 °C (a, b) and 750 °C (c, d). a, c. Engineering stress strain curves of the steel; b, d. YS, UTS and EF of the steel as a function of aging time.

2.3 时效过程中沉淀强化型耐热钢显微结构演化与性能关联关系

利用先进电子显微学揭示不同温度时效不同时间的样品拉伸变形后的显微结构。680 °C 时效前, 合金在室温 (图 7a) 和 680 °C (图 7b) 拉伸后断口形貌相似, 均布满韧窝 (图 7a 和 b 橙色箭头), 为典型的韧性断裂。680 °C 时效 1000 h 后, 合金在室温 (图 7c) 和 680 °C (图 7d) 拉伸后的断口中除韧窝外均存在一些沿晶裂纹 (图 7c 和 d 绿色箭头)。断口附近显微组织的表征结果 (图 7e-7f) 进一步表明, 合金在室温 (图 7e) 和 680 °C (图 7f) 拉伸后的裂纹主要分布在晶界上 (图 7e 和 f 绿色箭头), 且微孔主要出现在晶界 σ 相周围 (图 7e 和 f 红色箭头)。该相通常由高 Cr (>15 at.%) Fe-Cr-Ni^[21,25] 合金在长期时效过程中析出, 形貌多样 (包括块状、片层状和针状等) ^[26]。形变过程中, 硬且脆的 σ 相易成为裂纹源^[27,28], 降低合金韧性。

750 °C 时效时, 初期 (24 h) 合金强度变化较小, 但随着时效时间的继续增加, 室温和高温强度显著降低 (图 6c 和 6d), 这可能是由于 γ' 相体积分数在时效初期变化较小但 24 h 后随时效时间增加而减小导致的 (图 4b 和 4d)。750 °C 时效 24 h 后, 合金在室温 (图 8a-b) 和 680 °C (图 8c-d) 时拉伸断裂方式类似, 断口均观察到大量韧窝 (图 8a 和 8c 中橙色箭头) 和一些沿晶裂纹 (图 8a 和 8c 中绿色箭头), 样品断裂后侧面显微组织也可观察到晶界析出相附近的微裂纹和沿晶裂纹, 如图 8b 和 8d 绿色箭头所示。因此 750 °C 时效 24 h 后合金韧性均下降应该与晶界脆性析出相有关。

750 °C 时效时间大于 24 h 后, 合金室温韧性逐渐下降, 而 680 °C 韧性逐渐上升, 如图 6d 所示。图 8e 和 8f 是 750 °C 时效 1000 h 合金在室温拉断的断口 (图 8e) 以及断裂后样品侧面显微组织 (图 8f), 断口上存在韧窝和沿晶裂纹 (分别如图 8e 橙色和绿色箭头所示), 断口附近组织也能发现许多沿晶微裂纹 (图 8f 绿色箭头), 且裂纹尖端微孔主要萌生在 σ 相内部 (图 8e 插图红色箭头), 晶界 σ 相应是室温形变时的裂纹源。所以 750 °C 时效 1000 h 后合金晶界上产生大量 σ 相是导致合金室温韧性显著下降的原因。750 °C 时效 1000 h 后的合金在 680 °C 时失效方式和室温拉伸时完全不同, 如图 8g 和 8h 所示, 断口布满韧窝, 不存在沿晶裂纹 (图 8g), 且断裂后样品侧面显微组织也未观察到沿晶裂纹 (图 8h), 晶界 σ 相附近基本无微孔, 这表明合金发生穿晶断裂且 σ 相可能不再是裂纹源, 尽管 750 °C 时效 1000 h 后晶界 σ 相和 Ni_2AlTi 相均显著多于时效 24 h 样品。750 °C 时效 1000 h 后晶界不再是裂纹源可能与晶内强度显著下降以及 L_{21} 结构 Ni_2AlTi 可以参与塑性变形有关。

对于 γ' 相沉淀强化的合金, 晶内强度主要由 γ' 相的体积分数决定^[29]。750 °C 时效时, 随时长的增加, 晶界相和晶内 Ni_2AlTi 体积分数增加 (图 2d-f), 晶内 γ' 相体积分数减小 (图 4b 和 4d)。更重要的是, 680 °C 拉伸样品中 Ni_2AlTi 相似乎均沿着拉伸方向排列 (图 8h 中白色箭头), 而室温拉伸样品中 Ni_2AlTi 相排列方向与拉伸前几乎没有变化, 这表明 680 °C 可能高于 Ni_2AlTi 相韧脆转变温度^[30], L_{21} 结构 Ni_2AlTi 可以参与塑性变形, 而在室温时 Ni_2AlTi 相是作为强化相, 可阻碍基体中位错的运动。为验证这一猜测, 对 750 °C 时效 1000 h 合金不同温度拉断后的组织进行 TEM 分析 (图 9)。室温拉断样品中 Ni_2AlTi 相内几乎不存在位错

(图 9a)，而 680 °C 拉伸后 Ni_2AlTi 中位错密度较高 (图 9b)。因此，晶内强度可能低于晶界强度，合金不再发生沿晶断裂。

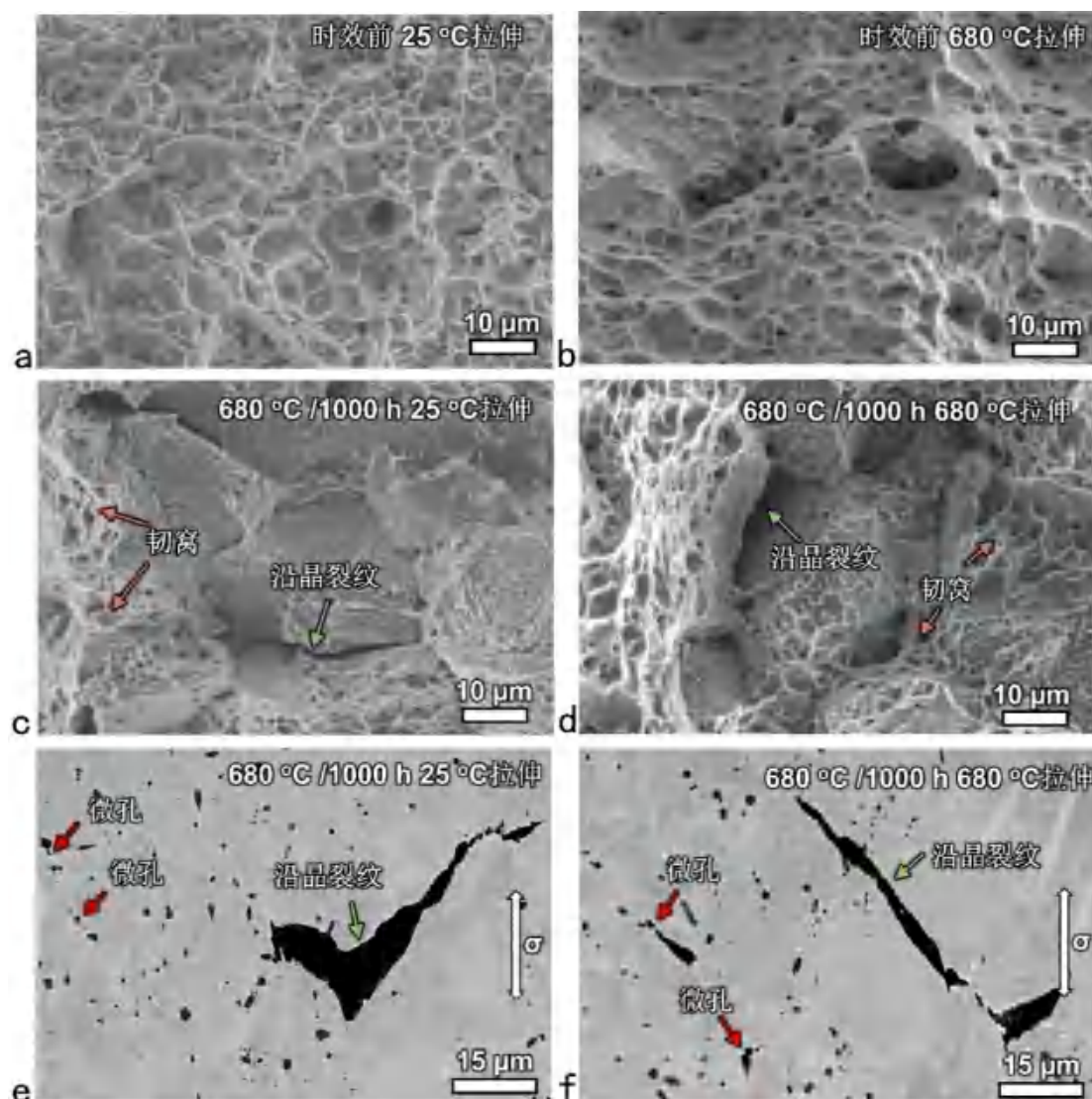


图 7 680 °C 时效不同时长后合金的断裂分析。a, b. 时效前合金在 25 °C 和 680 °C 拉伸的断口 SE 图；c, d. 680 °C 时效 1000 h 后在室温和 680 °C 拉伸的断口 SE 图；e, f. 680 °C 时效 1000 h 后在 25 °C 和 680 °C 断裂后样品侧面显微组织 BSE 图。

Fig.7 Fracture analysis of the alloy after aging at 680 °C. a, b. SEM images of the fracture surfaces of the alloy tensile tested at 25 °C and 680 °C before aging; c, d. SEM images of the fracture surfaces of the alloy tensile tested at 25 °C and 680 °C after aging at 680 °C for 1000 h; e, f. BSE images of the side-view microstructure of the alloy tensile tested at 25 °C and 680 °C after aging at 680 °C for 1000 h.

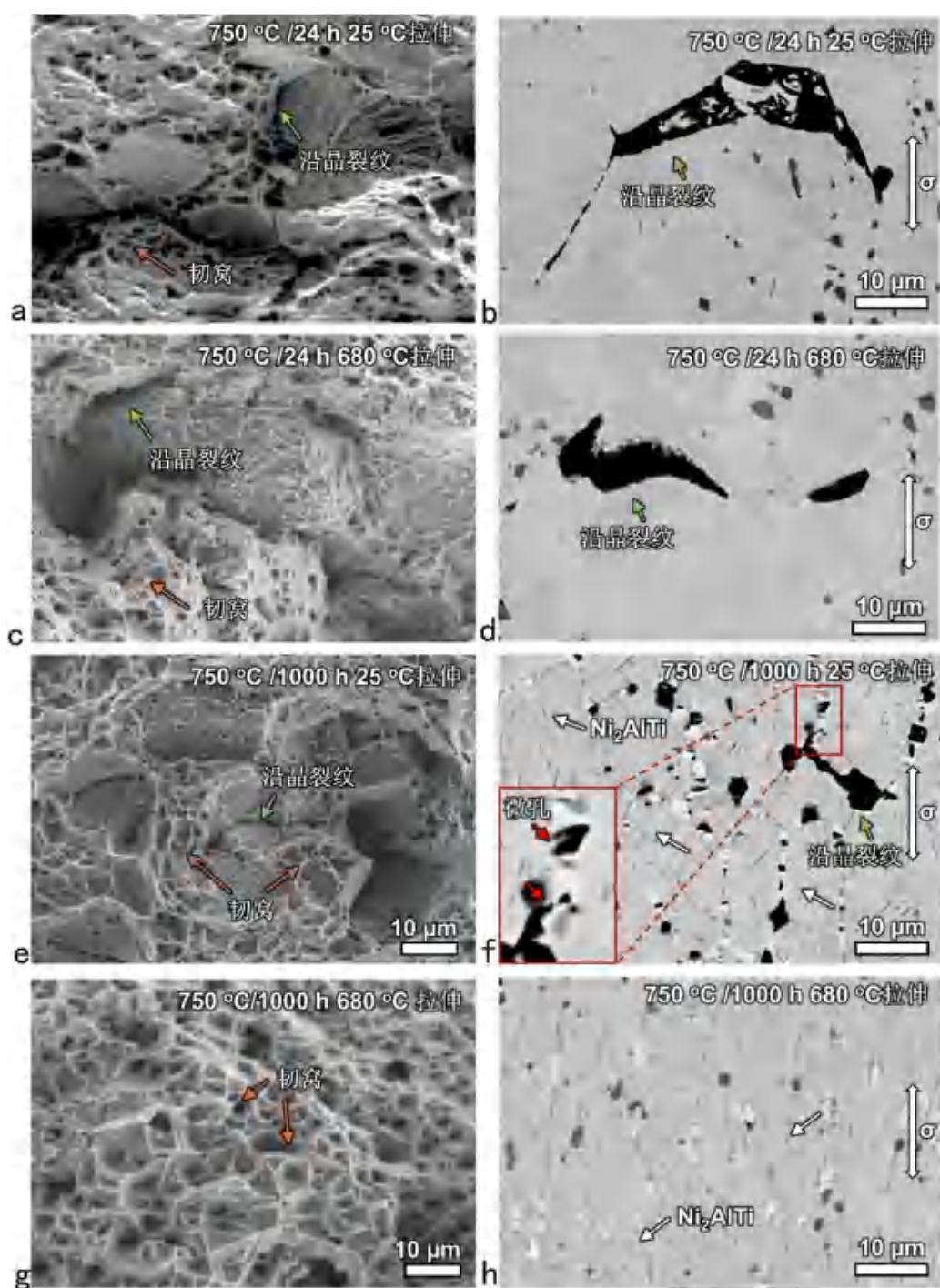


图 8 750 °C 时效不同时长后合金的断裂分析。a-d. 750 °C 时效 24 h 合金在 25 °C (a, b) 和 680 °C (c, d) 拉伸样品；e-f. 750 °C 时效 1000 h 合金在 25 °C (e, f) 和 680 °C (g, h) 拉伸样品。左列图片(a, c, e, g)均为拉伸断口 SE 图，右列图片(b, d, f, h)均为断裂后样品侧面显微组织的 BSE 图。

Fig.8 Fracture analysis of the alloy after aging at 750 °C. a-d. Samples of the alloy aged at 750 °C for 24 h after tensile fractured at 25 °C (a, b) and 680 °C (c, d); e-h. Samples of the alloy aged at 750 °C for 1000 h after tensile fractured at 25 °C (e, f) and 680 °C (g, h).

Images in the left column (a, c, e, g) are SE images of the fracture surface and those in the right column (b, d, f, h) are BSE images showing sideview microstructure.

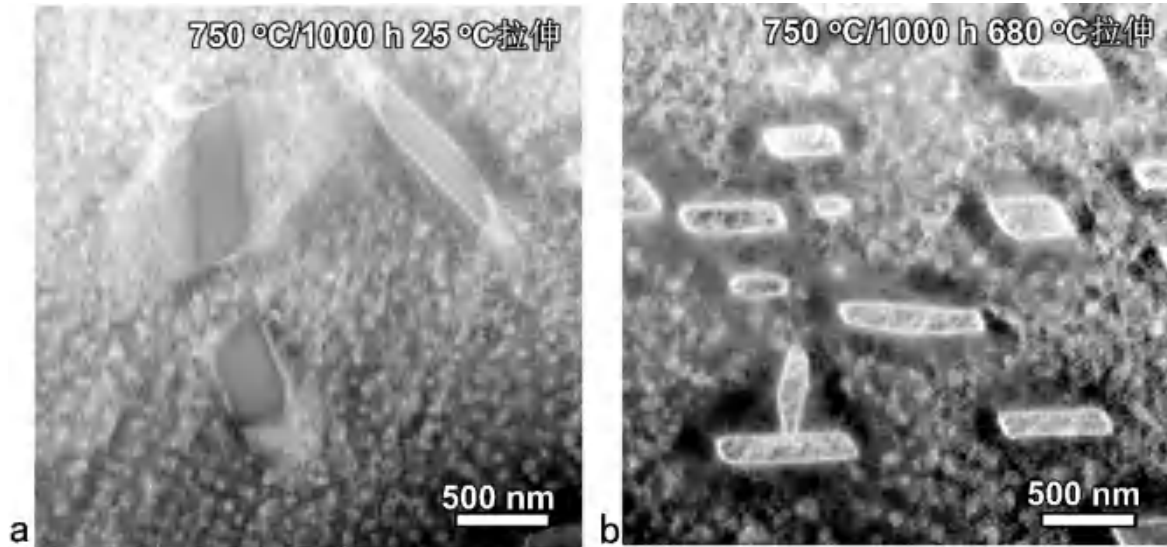


图 9 750 °C 时效 1000 h 后在(a) 25 °C 和(b) 680 °C 下拉伸后 Ni_2AlTi 相与位错的相互作用。

Fig.9 Interaction between Ni_2AlTi phase and dislocations at (a) 25 °C and (b) 680 °C in the steel aged at 750 °C for 1000 h.

3 结论

本文利用先进电子显微学，研究了耐热钢 Fe-29Ni-14Cr-3Al-2.25Ti 在拟服役温度 680 °C 和超温服役温度 750 °C 时效时显微组织的变化，并利用拉伸试验揭示了不同温度下时效对该耐热钢力学性能的影响，发现时效时长和温度均会影响显微组织和力学性能，但温度对其影响更显著。主要结论如下：

(1) 在 680 °C 时效过程中合金的晶粒度变化不大，晶界上会逐渐析出少量 Ni_2AlTi 和 σ 相， γ' 相体积分数基本不变。

(2) 由于 680 °C 时效对合金显微组织影响较小，对合金室温和高温拉伸强度基本无影响。晶界上析出少量 σ 相易引入晶间微裂纹导致合金发生沿晶开裂，时效时长的增加会略微降低合金的 EF，但合金室温和高温 EF 始终高于 26 %。

(3) 750 °C 时效对合金晶粒度也基本无影响，晶界上析出大量 Ni_2AlTi 和 σ 相，晶内也析出 Ni_2AlTi 相， Ni_2AlTi 相附近存在一层无 γ' 相析出区，同时晶内 γ' 相体积分数减小。

(4) 750 °C 时效 24 h 后，合金强度几乎不变但韧性下降，韧性下降应该与晶界脆性析出相有关。750 °C 时效时长大于 24 h 后， γ' 相体积分数显著降低，导致合金室温和高温强度显著降低。室温拉伸时晶界 σ 相是裂纹源，合金室温韧性持续下降；680 °C 拉伸时，由于 Ni_2AlTi 相可以发生显著塑性形变，合金晶内强度下降，使得合金发生穿晶断裂，合金韧性提高。

参考文献:

- [1] VISWANATHAN R, HENRY J F, TANZOSH J, et al. U.S. program on materials technology for ultra-supercritical coal power plants [J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2005, 14: 281–292.
- [2] FAN H, ZHANG Z, DONG J, et al. China's R&D of advanced ultra-supercritical coal-fired power generation for addressing climate change [J]. *Thermal Science and Engineering Progress*, 2018, 5: 364–371.
- [3] 江泽民. 对中国能源问题的思考 [J]. *中国石油和化工经济分析*, 2008, 06: 4–16.
- [4] 刘正东, 陈正宗, 何西扣, 等. 630~700 °C 超超临界燃煤电站耐热管及其制造技术进展 [J]. *金属学报*, 2020, 56: 539 – 548.
- [5] 毛健雄, 毛健全. 当前我国燃煤火电机组降低 CO₂ 排放的途径 [J]. *电力建设*, 2011, 32: 5–10.
- [6] FUKUDA Y. Development of advanced ultra supercritical fossil power plants in Japan: materials and high temperature corrosion properties [J]. *Materials Science Forum*, 2011, 696: 236–241.
- [7] 周荣灿, 范长信. 超超临界火电机组材料研究及选材分析 [J]. *中国电力*, 2005, 08: 41–47.
- [8] KHAYATZADEH S, TANNER D W J, TRUMAN C E, et al. Influence of thermal ageing on the creep behaviour of a P92 martensitic steel [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, 708: 544–555.
- [9] HU R Z, Li W Q, GUO C, et al. Inconel 740H prepared by additive manufacturing: microstructure and mechanical properties [J]. *Metals*, 2024, 14: 809.
- [10] 王珏, 董建新, 张麦仓, 等. 三种 700 °C 以上超超临界电站用过热器管材[J]. *世界钢铁*, 2011, 11: 26-35.
- [11] 张昊翔, 丁青青, 姚霞, 等. 热处理对一种新型析出强化型奥氏体不锈钢显微组织与性能的影响 [J]. *电子显微学报*, 2024, 43(5): 540–548.
- [12] 丁青青, 张泽, 贝红斌, 等. 一种析出强化的高强度抗氧化铁基高温合金及其制备方法 [P]. 中国: ZL202210669337. 6. 2023–01–03.
- [13] ZHANG H, DING Q, LI Y, et al. Nanoprecipitate strengthened, alumina forming austenitic stainless steels for elevated temperature applications [J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2024, 30: 6447–6456.
- [14] LIANG T, WANG L, LIU Y, et al. Role of script MC carbides on the tensile behavior of laser-welded fusion zone in DZ125L/IN718 joints at 650 °C [J]. *Journal of Materials Science*, 2020, 55: 13389–13397.
- [15] BUYAKOVA S P, DEDOVA E S, WANG D, et al. Phase evolution during entropic stabilization of ZrC, NbC, HfC, and TiC [J]. *Ceramics International*, 2022, 48: 11747–11755
- [16] LI L, DING Q, ZHANG Z, et al. The effect of Al and Ti on the microstructure, mechanical properties and oxidation resistance of γ' -Ni₃(Al, Ti) strengthened austenitic stainless steels [J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, 24: 4650–4660.

- [17] YAMAMOTO Y, MURALIDHARAN G, BRADY M P. Development of L1₂-ordered Ni₃(Al, Ti)-strengthened alumina-forming austenitic stainless steel alloys [J]. Scripta Materialia, 2013, 69: 816–819.
- [18] BERGMAN G, SHOEMAKER D P. The determination of the crystal structure of the sigma phase in the iron-chromium and iron-molybdenum systems [J]. Acta Crystallographica, 1954, 7: 857-865.
- [19] WOLFF-GOODRICH S, HAAS S, GLATZEL U, et al. Towards superior high temperature properties in low density ferritic AlCrFeNiTi compositionally complex alloys [J]. Acta Materialia, 2021, 216: 117113.
- [20] YAN Y Q, CHA W H, LIU S, et al. Ductilization of 2.6-GPa alloys via short-range ordered interfaces and supranano precipitates [J]. Science, 2025, 387: 401–406.
- [21] CHEN J, ZHOU Y, YU L, et al. Enhancing strength-ductility combination of Fe–Ni–Cr–Al–Ti high-entropy alloys via co-precipitation of sigma and L2₁ phases [J]. Materials Science and Engineering: A, 2024, 913: 147062.
- [22] ZHANG L, WEN Y, LIU Y, et al. Cr-promoted formation of B2+L2₁ composite nanoprecipitates and enhanced mechanical properties in ferritic alloy [J]. Acta Materialia: 2023, 243: 118506.
- [23] ZINDAL A, JAIN J, PRASAD R, et al. Effect of heat treatment variables on the formation of precipitate free zones (PFZs) in Mg-8Al-0.5Zn alloy [J]. Materials Characterization, 2018, 136: 175–182.
- [24] LIFSHITZ I M, SLYOZOV V V. The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions [J]. Journal of Physics and Chemistry of Solids, 1961, 19: 35–50.
- [25] PADILHA A F, ESCRIBA D M, MATERNA-MORRIS E, et al. Precipitation in AISI 316L(N) during creep tests at 550 and 600 °C up to 10 years [J]. Journal of Nuclear Materials, 2007, 362(1): 132-138.
- [26] SOURMAIL T. Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels [J]. Metal Science Journal, 2001, 17(1): 1-14.
- [27] LONG F, YOO Y S, JO C Y, et al. Formation of η and σ phase in three polycrystalline superalloys and their impact on tensile properties [J]. Materials Science and Engineering: A, 2009, 527(3): 361–369.
- [28] WANG C, WU Y, GUO Y, et al. Precipitation behavior of sigma phase and its influence on mechanical properties of a Ni-Fe based alloy [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 784: 266–275.
- [29] ZHOU Q, DING Q, LIU D, et al. The grain boundary brittleness at intermediate temperature in a precipitation strengthened Ni-based polycrystalline alloy [J]. Acta Materialia, 2025, 285: 120681.
- [30] BEI H, YAMAMOTO Y, BRADY M P, et al. Aging effects on the mechanical properties of alumina-forming austenitic stainless steels [J]. Materials Science & Engineering A, 2010, 527(7-8): 2079-2086.

Aging effects on the microstructure and mechanical property of a precipitation-strengthened austenitic stainless steel

CHEN Jishan¹, DING Qingqing^{1*}, HAO Weiqian¹, XU Chengxiong¹,

ZOU Nan¹, WEI Xiao¹, ZHANG Ze^{1,2}, BEI Hongbin^{1*}

(1. School of Materials Science and Engineering, Zhejiang University, Hangzhou, Zhejiang 310027;

2. State Key Laboratory of Silicon Materials, Zhejiang University, Hangzhou, Zhejiang 310027)

Abstract Fe-(24-30)Ni-(13-16)Cr-(1.5-3.5)Al-(1.2-2.8)Ti-(0-2)Mo-(0.02-0.2)C is a austenitic heat-resistant steel strengthened by Ni₃(Al, Ti) (γ') precipitates, exhibiting excellent high-temperature performance. This heat-resistant steel does not contain expensive alloying elements such as Ta and Nb, and has broad potential applications for the manufacturing field. The stability of the microstructure and properties at both service and over-temperature conditions are essential for evaluating the service life of such materials. This study employs advanced electron microscopy techniques to investigate the microstructural changes of the heat-resistant steel Fe-29Ni-14Cr-3Al-2.25Ti during aging at temperatures of 680 °C and 750 °C and effects of aging on mechanical properties of the alloy are revealed in combination with tensile tests at room temperature and 680 °C. The results indicate that aging at 680 °C has little influence on the alloy's grain size and the γ' volume fraction, but a small amount of Ni₂AlTi and σ phases precipitate at the grain boundaries. Moreover, aging at 680 °C has little effect on the tensile strength, but slightly decrease the elongation to fracture (EF) due to the precipitation of the σ phase along grain boundaries. During aging at 750 °C, the grain size similarly shows no significant change. A large amount of Ni₂AlTi and σ phases precipitates at the grain boundaries, while Ni₂AlTi also forms within grains. As the aging time increases, the volume fraction of Ni₂AlTi and σ phases increases, while the volume fraction of γ' phase inside the grains decreases, therefore leads to changes in mechanical properties. The aging effects on the mechanical properties are discussed based on the deformation microstructure and fracture analysis.

Keywords: aging; precipitation-strengthened steel; microstructure; mechanical property

文后必须提供以下信息

时效对一种沉淀强化型奥氏体耐热钢组织与性能的影响+丁青青+15058119389+qq_ding@zju.edu.cn+311500+浙江省杭州市桐庐县城南街道尹家路 18 号浙江大学高温合金研究所

学号：22260208

姓名：陈纪杉

论文题目：Nb元素对一种Ni3(Al, Ti)强化的AFA钢显微组织与性能的影响

英文题目：Effect of Nb on the microstructure and properties of a Ni3(Al, Ti)-strengthened alumina-forming austenitic stainless steel

评阅意见

* 评阅意见：

本文研究Nb元素含量对 γ 相强化的AFA钢显微组织和性能的影响，本文系统的研究了不同Nb含量下的相组成及稳定性，力学性能及高温蠕变和腐蚀性能。本文研究为开发低成本高性能AFA合金提供了重要参考依据。
论文的研究方案和内容设计合理，研究工作系统、工作量大。论文的结论正确，表述规范、语言流畅、图表清晰。论文撰写反应出作者具有非常优秀的学科专门知识，系统的分析问题、解决问题的能力，已具备从事该领域专业工作的能力。

* 不足之处及修改意见：

1. KEY WORDS $\rightarrow$ KEYWORDS
2. 绪论，“近期报道了一种成本低廉，高温性能优异的沉淀强化型AFA钢Fe-(24-30)Ni-(13-16)Cr-(1.5-3.5)Al-(1.2-2.8)Ti-(0-0.2)Mo-(0.02-0.2)C。”给出参考文献，增加论文可信度；
3. 3.2节“基于前期的研究成果，通过理论计算获得了向Fe-29Ni-14Cr-2Mo-3Al-2.25Ti-0.2C wt.%合金中添加0~2.0 wt.%Nb后合金的平衡态相组成”，指明理论计算的方法；
4. 延伸率（Elongation to Fracture, EF），文中建议直接采用延伸率，不采用EF缩写。

* 总体评价：

A（优秀）

* 评阅结果：

同意答辩

学号：22260208

姓名：陈纪杉

论文题目：Nb元素对一种Ni3(Al, Ti)强化的AFA钢显微组织与性能的影响

英文题目：Effect of Nb on the microstructure and properties of a Ni3(Al, Ti)-strengthened alumina-forming austenitic stainless steel

答辩申请

答辩申请

答辩申请

评阅意见

* 评阅意见：

本学位论文围绕奥氏体不锈钢（Alumina-forming Austenitic Stainless Steel, AFA 钢），系统研究了不同Nb含量对合金显微组织、拉伸性能、组织稳定性、蠕变性能、水蒸汽氧化性能的影响。总体来说，研究内容详实，数据量大，图表美观，写作规范，符合硕士学位论文答辩需求。但是摘要、结论、创新点的呈现方式，有直接让AI生成的嫌疑，请进行优化修改。

* 不足之处及修改意见：

1. P37页最后一行出现乱码； P38页降低自由能后的147需去掉
2. “Nb 元素作为 γ 相形成元素通常在 γ 基体中含量较低，因此我们认为 Nb 元素并不会显著影响单位体积自由能，但却能够降低晶界自由能”原因没解释，如果是引用文献内容，需加引用；
3. 图3-4标题描述没按顺序 可以考虑把图的顺序相应排版 （c）0.8Nb 不是1.6Nb；
4. 图3-6标题（b）从衍射斑点只能看取向关系，不能看是否共格；
5. 表3-2请给出标准偏差；
6. P46页 即合金的拉伸性能主要由合金晶粒内部的强度所决定 表述需修改；
7. P49页 Nb 元素通过改变 γ 基体的成分以及相应的剪切模量等物理参数，促使三种强化机制的贡献随着Nb 含量的增加而增大，进而提升合金的整体强度，在论文哪个部分体现了Nb对剪切模量物理参数的改变？
8. P54 P63/mmc 3是下标
9. 图4.13需要是自己画的 但是机制是已有的 建议引用参考文献；
10. 每章小节建议进一步凝练 突出重点的创新研究成果； 6.2部分结论也是 需要进一步凝练
11. 6.1部分（4） 是否有一个最优的Nb含量，即可以提高短期强度，又不会削弱长期服役性能。

* 总体评价：

A（优秀）

* 评阅结果：

同意修改后直接答辩

学号: 22260208

姓名: 陈纪杉

论文题目: Nb元素对一种Ni3(Al, Ti)强化的AFA钢显微组织与性能的影响

英文题目: Effect of Nb on the microstructure and properties of a Ni3(Al, Ti)-strengthened alumina-forming austenitic stainless steel

评阅意见

* 评阅意见:

提升燃煤利用效率、降低能源消耗及减少二氧化碳排放量是当代火力发电技术发展的核心方向。AFA不锈钢在不显著增加成本、且维持抗蠕变性能的基础上, 展现出更高的使用温度及优异的抗腐蚀特性, 为700℃超超临界发电技术提供了极具潜力的候选材料。本论文选题紧扣工程实际需求, 具有重要的应用价值。研究通过系统调控Nb元素含量, 深入探讨了其对合金微观组织、力学性能、组织稳定性及抗氧化性能的影响规律。文献综述全面详实, 研究思路清晰严谨, 行文规范, 符合研究生学位论文的学术要求。

* 不足之处及修改意见:

论文整体已达到答辩要求, 建议对部分细节进行完善后提交答辩。
1. 建议仔细核对文献引用顺序, 确保部分文献内容与引文准确对应, 如Ref.87等引用文献与内容不对应。
2. 对于JmatPro软件的计算结果, 建议优化相图展示方式: 考虑到当前0-100标尺下各相含量差异不明显, 建议调整标尺范围或补充数据表格, 以更清晰地呈现Nb元素对相组成的影响规律。
3. 在统计 γ 相平均直径时, 建议补充误差分析, 以提高数据的科学性和可靠性。

* 总体评价:

A (优秀)

* 评阅结果:

同意修改后直接答辩

分类号: TG 132.3

单位代码: 10335

密 级: 公开

学 号:

浙江大学

硕士学位论文
(专业学位)



中文论文题目: Nb 元素对一种 $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ 强化的 AFA 钢显微
组织与性能的影响

英文论文题目: Effect of Nb on the microstructure and properties
of a $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ -strengthened alumina-forming
austenitic stainless steel

申请人姓名:

指导教师:

合作导师:

专业学位类别: 材料与化工

专业学位领域: 材料工程

所在学院:

论文提交日期: 二〇二五年四月十五日

摘要

具有氧化铝形成能力的奥氏体不锈钢（Alumina-forming Austenitic Stainless Steel, AFA 钢）具有低成本、抗氧化性和耐蠕变等优势，有望成为航空航天、能源电力等领域的理想高温结构材料。引入 Ni_3Al (γ') 相并优化合金成分，可使 AFA 钢的力学性能接近镍基高温合金的水平。Nb 是传统 AFA 合金设计中的关键元素，其添加量一般不低于 0.5 wt.%, 被认为在强化 γ' 相和提高 AFA 钢高温抗氧化性方面具有重要作用。然而，Nb 的价格昂贵，其具体添加量对合金组织、力学性能、组织稳定性及抗氧化性能的影响在不同合金体系中存在差异，需深入研究以实现性能与成本的平衡。

本研究设计并制备了三种不同 Nb 含量的 AFA 合金，命名为 NSAFA-xNb ($x = 0, 0.8, 1.6 \text{ wt.}\%$)，系统研究了 Nb 元素对其组织和性能的影响，主要结论如下：

(1) 显微组织：合金初始组织均由等轴晶、初生 MC 相和球状 γ' 相组成，Nb 主要集中于 MC 相，少量形成 γ' 相，极少量溶于 γ 基体。Nb 对 γ' 相溶解温度和晶粒度影响较小，0.8 wt.% 的 Nb 加入几乎不影响 γ' 相体积分数，但当 Nb 含量从 0.8 wt.% 提高到 1.6 wt.% 时， γ' 相的体积分数从 24 % 提高到 26 %。

(2) 拉伸性能：每 0.8 wt.% 的 Nb 加入，能够将合金在室温至 800 °C 范围内的屈服强度提高 30~50 MPa，延伸率则有所下降。强度的提升主要来源于沉淀强化的贡献，约占室温强度的 50 %，合金的变形机制主要依赖于 $a/2[110]$ 型位错剪切 γ' 相。1.6 wt.% 的 Nb 会导致合金时效后析出含 Nb 晶界相，大幅降低合金韧性。

(3) 组织稳定性：Nb 能够提高 γ' 相的稳定性，并促进晶界相的析出。不含 Nb 合金晶界析出 Ni_2AlTi 和 σ 相。Nb 的加入促进 Laves 相析出，进而促进 Ni_2AlTi 和 σ 相的析出。680 °C 时效时新相仅在晶界析出，750 °C 时效时，晶内也会生成 Ni_2AlTi 相。随时效时间的增加，680 °C 时效时，合金的室温和高温强度均先升后降，但整体变化不大，韧性不断降低， σ 相是裂纹源；750 °C 时效时，合金强度持续下降，室温韧性降低但高温韧性升高。 Ni_2AlTi 相消耗晶内 γ' 相降低晶内强度且随基体发生变形是合金高温韧性提高的主要原因。

(4) 蠕变性能：含 Nb 合金的蠕变性能优于传统奥氏体钢。Nb 促进晶界相在蠕变过程中的析出，降低合金的断裂应变和蠕变寿命，但不改变蠕变变形机制。位错主要通

过 Orowan 绕过和弓出与 γ' 相产生相互作用。晶界相析出增多易成为裂纹源，导致合金提前进入蠕变第三阶段。

(5) 水蒸汽氧化性能: NSAFA 合金的抗水蒸汽氧化性能优于 A286 和 316L 合金，但低于 Inconel 718 合金。氧化膜结构呈现三层结构：富 Fe 氧化层、富 Mo-Ti-Nb-Cr 氧化层和 Al_2O_3 层。Nb 的加入导致氧化增重上升，抗水蒸汽氧化性能下降，可能与 Nb 促进富 Nb 氧化物的生成并削弱 Al_2O_3 保护层的作用有关。

关键词：奥氏体不锈钢；Nb 元素；力学性能；组织稳定性；抗氧化性能

ABSTRACT

Alumina-forming austenitic stainless steels (AFA steels) offer advantages such as low cost, oxidation resistance, and creep resistance, making them promising high-temperature structural materials for aerospace, energy, and power generation applications. Introducing the Ni_3Al (γ') phase and optimizing the alloy composition can significantly enhance the mechanical properties of AFA steels, approaching the performance levels of nickel-based superalloys. Niobium (Nb) is a key element in traditional AFA alloy design, typically added at levels no lower than 0.5 wt.%, and is generally considered crucial for strengthening the γ' phase and improving the high-temperature oxidation resistance of AFA steels. However, given the high cost of Nb, the effects of its specific addition level on alloy microstructure, mechanical properties, microstructural stability, and oxidation resistance vary across different alloy systems. Therefore, in-depth research is needed to achieve a balance between performance and cost.

This study, based on a self-developed γ' precipitation-strengthened AFA alloy (NSAFA), designed and prepared three NSAFA-xNb alloys with varying Nb contents ($x = 0, 0.8, 1.6$ wt.%). The effects of Nb on the microstructure and properties were systematically investigated. The main conclusions are as follows:

(1) Microstructure: All three alloys consisted of equiaxed grains, MC carbides, and spherical γ' precipitates. Nb was mainly concentrated in the MC carbides, with a small amount participating in the formation of the γ' phase and a trace amount dissolved in the γ matrix. Nb had a minor effect on the γ' solvus temperature and grain size. The addition of 0.8 wt.% Nb had almost no effect on the γ' volume fraction, but when the Nb content increased from 0.8 wt.% to 1.6 wt.%, the γ' volume fraction increased from 24 % to 26 %.

(2) Tensile Properties: Each 0.8 wt.% addition of Nb increased the yield strength of the alloy by 30~50 MPa in the temperature range of room temperature to 800 °C, with a corresponding decrease in elongation. The strength improvement was mainly attributed to solid solution strengthening, precipitation strengthening, and grain boundary strengthening, with precipitation strengthening contributing the most, accounting for approximately 50 % of the room-temperature strength. The deformation mechanism of the alloy primarily relied on $a/2[10-1]$ type dislocation shearing of the γ' phase. 1.6 wt.% Nb led to the precipitation of Nb-containing grain boundary phases after aging, significantly reducing the alloy's toughness.

(3) Microstructural Stability: Nb improved the stability of the γ' phase and promoted the precipitation of grain boundary phases. In the Nb-free alloy, Ni_2AlTi and σ phases precipitated at the grain boundaries. The addition of Nb promoted the precipitation of Laves phases, which in turn promoted the precipitation of Ni_2AlTi and σ phases. During aging at 680 °C, new phases precipitated only at the grain boundaries. During aging at 750 °C, Ni_2AlTi phases also formed within the grains. With increasing aging time, the room-temperature and high-temperature strengths of the alloy aged at 680 °C initially increased and then decreased, but the overall change was small, and the plasticity continuously decreased, with the σ phase acting as a crack initiation site. During aging at 750 °C, the alloy strength continuously decreased, the room-temperature plasticity decreased, but the high-temperature plasticity increased. The consumption of intragranular γ' phases by Ni_2AlTi phases, which reduces intragranular strength, and the plastic deformation of Ni_2AlTi phases with the matrix are the main reasons for the improved high-temperature toughness of the alloy.

(4) Creep Properties: The creep properties of the Nb-containing alloys were superior to those of conventional austenitic steels. Nb promoted the precipitation of grain boundary phases during creep, reducing the alloy's fracture strain and creep life, but did not change the creep deformation mechanism. Dislocations interacted with the γ' phase mainly through Orowan bypassing and bowing. The increased precipitation of grain boundary phases easily became crack initiation sites, leading to the alloy entering the tertiary creep stage prematurely.

(5) Water Vapor Oxidation Resistance: The water vapor oxidation resistance of the NSAFA alloy was superior to that of A286 and 316L alloys but inferior to that of Inconel 718 alloy. The oxide film structure exhibited a three-layer structure: a Fe-rich outer layer, a Mo-Ti-Nb-Cr-rich intermediate layer, and an Al_2O_3 inner layer. The addition of Nb led to an increase in oxidation weight gain and a decrease in water vapor oxidation resistance, possibly due to Nb promoting the formation of Nb-rich oxides and weakening the protective effect of the Al_2O_3 layer.

KEY WORDS: Austenitic stainless steel; Nb element; Creep performance; Microstructural stability; Tensile properties; Steam oxidation resistance

目 录

摘 要	I
ABSTRACT	III
目 录	V
1 绪论	1
1.1 引言	1
1.2 AFA 钢的概述	2
1.2.1 AFA 钢的研究背景	2
1.2.2 AFA 钢的发展历程	3
1.2.3 AFA 钢的成分特征	4
1.2.4 AFA 钢的相组成	5
1.3 γ' 相强化的 AFA 钢	10
1.3.1 γ' 相强化的 AFA 钢概述	10
1.3.2 拉伸性能	11
1.3.3 组织稳定性	14
1.3.4 蠕变性能	16
1.3.5 抗氧化性能	18
1.4 Nb 元素的作用	20
1.4.1 Nb 对显微组织和力学性能的影响	20
1.4.2 Nb 对抗氧化性能的影响	23
1.5 课题的研究意义及内容	24
2 实验材料与方法	26
2.1 合金设计及原料制备	26
2.1.1 合金成分设计	26
2.1.2 合金原料	27
2.1.3 熔炼工艺	27
2.1.4 塑性变形及热处理工艺	28

2.2 性能测试	29
2.2.1 拉伸性能测试	29
2.2.2 蠕变性能测试	30
2.2.3 组织稳定性能测试	31
2.2.4 抗水蒸汽氧化性能测试	31
2.3 显微结构表征	32
2.3.1 扫描电子显微镜	32
2.3.2 透射电子显微镜	32
2.3.3 图像分析与统计	33
3 Nb 元素对 NSAFA 合金显微组织和拉伸性能的影响	34
3.1 引言	34
3.2 Nb 元素对 NSAFA 合金显微组织的影响	35
3.2.1 合金成分设计	35
3.2.2 热处理工艺制定	36
3.2.3 显微组织分析及 Nb 元素分布	37
3.3 Nb 元素对 NSAFA 合金拉伸性能的影响	41
3.4 形变及断裂机制分析	42
3.4.1 形变机制	43
3.4.2 断裂机制	46
3.5 本章小结	48
4 Nb 元素对 NSAFA 合金组织稳定性的影响	50
4.1 引言	50
4.2 Nb 元素对长期时效后合金组织稳定性的影响	51
4.2.1 晶内和晶界新相的析出行为	51
4.2.2 γ' 的演变规律	55
4.3 Nb 元素对长期时效后合金拉伸性能的影响	58
4.4 长期时效过程中合金形变及断裂机制分析	60
4.4.1 形变机制	61
4.4.2 断裂机制	67

4.5 本章小结	69
5 Nb 元素对 NSAFA 合金蠕变及抗水蒸汽氧化性能的影响	72
5.1 引言	72
5.2 Nb 元素对 NSAFA 合金蠕变性能的影响	72
5.2.1 蠕变寿命	72
5.2.2 蠕变后合金的显微组织	74
5.2.3 蠕变变形机制	76
5.2.4 断裂机制	78
5.3 Nb 元素对 NSAFA 合金抗水蒸汽氧化性能的影响	81
5.3.1 氧化增重	81
5.3.2 氧化层形貌及组成	82
5.3.3 抗氧化机制	85
5.4 本章小结	86
6 总结与展望	88
6.1 创新点	88
6.2 结论	88
6.3 展望	90
参考文献	93
致 谢	110
作者简介及在学期间主要研究成果	112

6 总结与展望

6.1 创新点

本研究通过自主研发的 γ' 沉淀强化型 AFA 合金 (NSAFA)，设计并制备了三种不同 Nb 含量的 NSAFA-xNb 合金 ($x=0, 0.8, 1.6 \text{ wt.}\%$)，系统研究了 Nb 元素对其显微组织、力学性能、长期时效稳定性、蠕变性能及抗水蒸汽氧化性能的影响。结合 SEM、TEM 和 EDS 等表征手段，深入揭示了 Nb 元素对合金性能的作用机制。主要创新点如下：

(1) 打破传统 AFA 钢的合金设计观念：传统观点认为 Nb 是 AFA 合金设计的必要元素，但本研究表明，Nb 并非不可或缺。通过优化合金设计，成功实现了降本增效，为低成本高性能 AFA 合金的开发提供了新思路。

(2) 成功研发低成本高性能 AFA 钢：本研究开发的 NSAFA 合金在保持优异蠕变性能的同时，显著降低了成本，为高温应用领域提供了一种经济高效的解决方案。

(3) 揭示 Nb 对氧化膜稳定性的负面影响：与已有研究不同，本研究发现少量 Nb 元素的加入不仅不能稳定 Al_2O_3 保护层，反而会破坏其连续性，削弱其保护作用，导致合金抗水蒸汽氧化性能下降。

(4) 阐明 Nb 对短期强度与长期服役性能的差异化影响：对于短期强度，Nb 元素通过强化 γ' 相显著提高晶内强度；然而，对于长期服役性能（如蠕变性能），Nb 元素会促进晶界相的形成，削弱晶界强度。这种差异化影响表明，Nb 的加入虽有利于拉伸强度，但对蠕变性能和 EF 不利。

6.2 结论

基于上述研究，得出以下主要结论：

(1) Nb 对显微组织的影响：时效处理后三种不同 Nb 含量合金的显微组织由等轴晶、MC 相及球状 γ' 相组成。Nb 主要集中于初生 MC 相，少量参与 γ' 相形成，极少量溶于 γ 基体。Nb 含量增加对 γ' 相溶解温度和晶粒度影响不大，但会改变 γ' 相体积分数，0Nb 和 0.8Nb 合金中 γ' 相体积分数约 0.24，1.6Nb 合金则约为 0.26。0.8Nb 合金中 Nb 和 Mo 元素在晶界偏聚，而 1.6Nb 合金则在晶界析出含 Nb 相。

(2)Nb 对拉伸性能的影响:Nb 含量的增加不改变合金拉伸性能随温度变化趋势,但能够提高室温至 800 °C 范围内的 YS 和 UTS,同时降低 EF。合金强度随温度升高不断下降,EF 则先降低后升高。合金强度源于晶界强化、固溶强化和沉淀强化,其中沉淀强化贡献最大, $a/2[10-1]$ 型位错剪切 γ' 相是合金拉伸变形的主要机制。Nb 使固溶强化和沉淀强化机制贡献增大,含 Nb 晶界相的析出合金使断裂模式转变,导致 1.6Nb 合金 EF 降低。

(3)Nb 对长期时效过程中合金组织的影响:两合金长期时效晶粒度变化小,但会导致晶界析出新相,高温下晶界新相析出更多,含 Nb 合金的晶界相为 Laves 相、 Ni_2AlTi 相和 σ 相,不含 Nb 合金的晶界相则为 Ni_2AlTi 相和 σ 相,当时效温度高于 750 °C 时,合金晶粒内部也会生成 Ni_2AlTi 相。 γ' 相粗化符合 LSW 关系,680 °C 时效面积分数变化小,750 °C 时效降低。Nb 元素能够提高 γ' 相稳定性和反向畴界能,促进晶界相的析出。

(4)Nb 对长期时效过程中合金性能的影响:随着时效时间的延长,680 °C 时效时合金强度先增高后降低,塑性不断下降,680 °C 时效时,合金强度不断下降,室温塑性降低而高温塑性升高。合金强度随时效时间和温度的变化主要受 γ' 相尺寸和面积分数影响,形变机制随 γ' 相尺寸的增大发生 WCD 到 SCD 到 Orowan 绕过的机制转变。EF 则受新相析出行为影响,晶界相附近容易萌生微孔导致合金塑性降低,晶内析出的 Ni_2AlTi 相在高温变形过程中与基体协同变形能够提高合金塑性。Nb 元素能够使合金强度增高、EF 下降,但不改变拉伸变形机制。

(5)Nb 对蠕变性能的影响:NSAFA 合金蠕变性能优于多种马氏体钢、传统奥氏体钢,略高于部分高温合金和新型奥氏体耐热钢接近。Nb 加入降低合金断裂应变和蠕变寿命,促进晶界相析出,稳定 γ' 相尺寸,但不改变蠕变变形和断裂机制。蠕变过程中位错主要通过 Orowan 绕过和攀移经过 γ' 相。含 Nb 合金具有更多的晶界相,在蠕变过程中易成为裂纹源,使合金提前进入第三阶段,导致断裂应变和寿命下降。

(6)Nb 对水蒸汽氧化性能的影响:NSAFA 合金抗水蒸汽氧化性能优于 A286 和 316L 合金但低于 Inconel 718 合金。合金氧化膜具有三层结构,分别是最外侧的富 Fe 氧化层,中间的富 Mo-Ti-Nb-Cr 氧化层以及最内侧的 Al_2O_3 层。Nb 元素的加入导致合金的氧化增重上升,抗水蒸汽氧化性能下降,可能与 Nb 促进富 Nb 氧化物的生成,削弱 Al_2O_3 层的保护作用有关。

综上所述，本研究揭示了 Nb 元素在 NSAFA 合金中的多重作用机制，为优化合金成分设计、平衡强度、塑性、蠕变性能和抗氧化性能提供了重要的理论依据。这些发现不仅拓展了 AFA 合金的设计思路，也为低成本高性能高温合金的开发奠定了坚实基础。

6.3 展望

本研究围绕 γ' 沉淀强化型 AFA 合金（NSAFA）中 Nb 元素的作用展开深入探究，收获了一系列创新成果，但受限于研究条件和时间，仍存在一些有待改进的地方。一方面，实际工况中合金受温度、应力、介质等多因素耦合作用，而本研究仅聚焦于 Nb 元素单一变量影响，未开展多因素耦合实验，难以精准掌握复杂工况下合金性能演变规律；微观结构方面，研究依赖静态表征，缺乏对合金热加工、时效、蠕变时微观结构动态演变的实时高分辨监测，限制了对 Nb 作用微观机制的深度理解；工业化应用层面，虽实验室证实 NSAFA 合金优势，但大规模制备工艺尚未研究，对生产难题缺少应对，且未在实际工业设备中验证长期服役性能，应用存在不确定性。

展望后续研究，计划搭建多场耦合实验平台，模拟复杂服役环境，结合原位测试技术，构建多因素耦合下合金性能预测模型；引入原位 TEM 等先进技术，联合分子动力学、相场模拟，从原子与介观尺度解析 Nb 影响微观结构演变的机制；与企业合作，优化 NSAFA 合金大规模制备工艺，制作工业部件进行长期服役测试，加速实验室成果向工业化应用的转化，为高温领域提供实用材料解决方案。