

УДК 669.018.25

Н.А. ШЕВЯКО*, И.Ю. ЛИТОВЧЕНКО*, **, А.Н. ТЮМЕНЦЕВ*, **,
Е.Г. АСТАФУРОВА*, М.В. ЛЕОНТЬЕВА-СМИРНОВА***, В.М. ЧЕРНОВ***, А.В. АНДРЕЕВ****

ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ ТЕРМООБРАБОТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ МАЛОАКТИВИРУЕМОЙ ФЕРРИТНО-МАРТЕНСИТНОЙ СТАЛИ ЭК-181¹

Исследовано влияние режимов термической обработки (ТО) на структурно-фазовое состояние жаропрочной ферритно-мартенситной стали ЭК-181. Показано, что применение промежуточных (между закалкой и отпуском) отжигов при пониженных температурах приводит к увеличению дисперсности наночастиц карбонитрида ванадия по сравнению с традиционной термической обработкой. Найдены режимы ТО, обеспечивающие высокую плотность наночастиц при одновременном снижении интенсивности отпуска мартенсита.

Ключевые слова: ферритно-мартенситная сталь, термическая обработка, наночастицы, дисперсное упрочнение.

Введение

Одним из приоритетных направлений реакторного материаловедения является разработка малоактивируемых высокохромистых ферритно-мартенситных сталей – перспективных материалов активных зон реакторов новых поколений. Для расширения диапазона рабочих температур таких сталей необходим поиск возможных резервов повышения их высокотемпературной прочности и снижения температуры вязко-хрупкого перехода [1, 2].

В [3, 4] начаты исследования закономерностей модификации гетерофазной структуры малоактивируемой стали ЭК-181 (Fe–12Cr–2W–V–Ta–B, разработка и патент ФГУП-ВНИИНМ [5]) путем изменения режимов ее ТО. Наиболее важным результатом этих работ является обнаружение наноразмерных (не более 10 нм) частиц карбонитридной фазы V(CN), высокая плотность которых является потенциально благоприятным фактором повышения высокотемпературной прочности стали [6].

В настоящей работе рассмотрены возможности модификации структурно-фазового состояния стали ЭК-181 путем повышения дисперсности указанных выше частиц. С этой целью изучены особенности ее микроструктуры в зависимости от режимов термообработки в процессе отпуска мартенсита. При структурных исследованиях использовали просвечивающие электронные микроскопы Philips CM30 (300 кВ) и Philips CM12 (120 кВ).

Результаты исследований

Исследование проведено на образцах жаропрочной высокохромистой стали ЭК-181, химический состав которой представлен в таблице.

Химический состав стали ЭК-181 (вес. %, основа Fe)

Cr	Mn	Ni	Cu	W	V	Ti	Zr	Nb	Mo	Si	Ta	Ce	C	N	B
12,00	0,60	0,03	0,01	1,30	0,40	0,05	0,05	<0,01	0,01	0,40	0,15	0,05	0,16	0,07	0,003

В качестве термических обработок использовались традиционная термическая обработка, включающая в себя закалку от 1100 °С, 1 ч + отпуск при 720 °С, 3 ч (ТТО), а также ступенчатые режимы обработки (СТО), когда между закалкой и отпуском при $T = 720$ °С проводятся отжиги при более низких (500 и 600 °С) температурах. Предполагалось, что при этих температурах выделение частиц V(CN) протекает в более термодинамически неравновесных условиях, что должно

¹ Исследование выполнено при поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, соглашения № 14.132.21.1597 и 8762, и гранта РФФИ № 12-03-00488-а.

приводить к снижению критических размеров зародышей второй фазы, увеличению их плотности и повышению дисперсности гетерофазной структуры [7]. С целью вариации кинетических условий выделения второй фазы и отпуска мартенсита изменялась продолжительность отжигов после закалки. Ступенчатые термические обработки проводились по следующим режимам:

– СТО-I: закалка от 1100 °C, 1 ч + отжиги 500 °C, 3 ч + 600 °C, 3 ч + 720 °C, 3 ч;

– СТО-II: закалка от 1100 °C, 1 ч + отжиги 500 °C, 1 ч + 600 °C, 1 ч + 720 °C, 1 ч.

Электронно-микроскопическое исследование показало, что после всех указанных выше режимов термической обработки гетерофазная структура стали качественно подобна. Наблюдаются, во-первых, карбиды $M_{23}C_6$ (размерами до 110 нм), расположенные как по границам мартенситных пластин, так и внутри зерен матрицы, во-вторых, наноразмерные частицы $V(CN)$ (рис. 1). Как видно из этого рисунка, после традиционной термической обработки эти частицы однородно распределены по объему материала, а их размеры не превышают 10 нм. Электронографический анализ кристаллической структуры указанных частиц показал [4], что они представляют собой фазу внедрения на основе ГЦК-карбонитрида ванадия с тетрагональными и моноклинными искажениями.

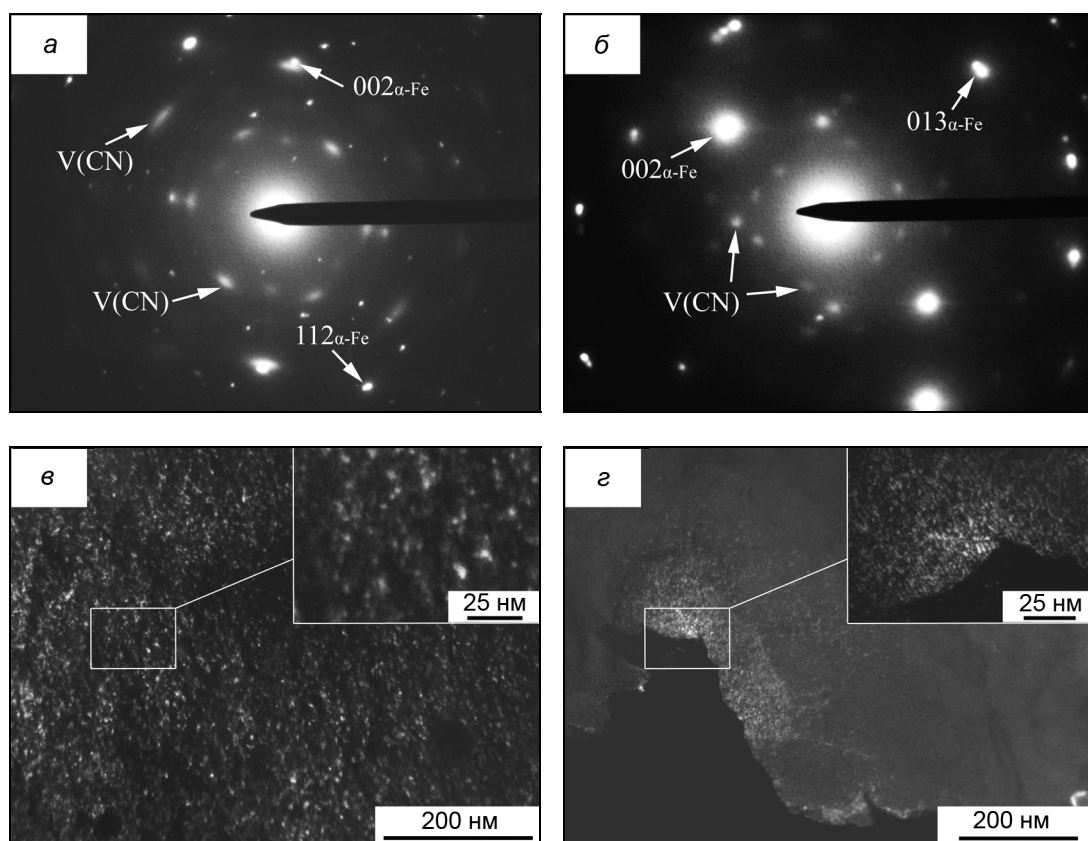


Рис. 1. Наночастицы $V(CN)$ в стали ЭК-181 после ТТО (а, в) и СТО-I (б, з): а, б – картины микродифракции (ось зоны матрицы типа $\langle 011 \rangle$ (а) и $\langle 130 \rangle$ (б), две оси зоны частиц $V(CN)$ типа $\langle 110 \rangle$), в, з – темнопольные изображения в рефлексах $V(CN)$

В [4] установлено, что наночастицы $V(CN)$ ориентированы относительно решетки матрицы в соответствии с типичным для ГЦК-фаз внедрения в ОЦК-кристаллах ориентационным соотношением типа Бейна. При этом одна из плоскостей $\{200\}$ ОЦК-решетки матрицы параллельна плоскости $\{200\}$ второй фазы, а две другие – плоскостям $\{220\}$. При параметре решетки матрицы $a = 0,2876$ нм и величинах $d_{220} = (0,146–0,148)$ нм карбонитрида $V(C,N)$ параметр несоответствия кристаллических решеток частиц второй фазы с матрицей составляет $\Delta d/d = 1,5–3,0$ %. Это – направления оптимального сопряжения, являющиеся направлениями преимущественного роста наночастиц. В перпендикулярном им направлении (при сопряжении $\{200\} \parallel \{200\}$) величина $\Delta d/d$ составляет более 40 %. Поэтому наночастицы должны зародиться и расти в виде тонких пластинок

с плоскостями, параллельными плоскостям куба ОЦК-матрицы. При параметре решетки наночастиц $a \approx 0,414$ нм их образование сопровождается полуторакратным (примерно от 0,012 до 0,018 нм³) увеличением атомного объема. Зарождение и рост таких частиц должны приводить к значительным локальным напряжениям и требуют большого количества вакансий.

Результатом ступенчатой термической обработки СТО-I является повышение дисперсности наночастиц кубического карбонитрида ванадия V(CN). Как видно из сравнения рис. 1, в и з, плотность этих частиц после СТО-I превышает таковую после ТТО. При этом их максимальные размеры примерно вдвое меньше таковых после ТТО и не превышают значений около 5 нм (рис. 1, з).

Электронно-микроскопическое исследование особенностей дефектной микроструктуры показало, что в процессе термообработки СТО-I развиваются более интенсивные, по сравнению с режимом ТТО, эффекты отпуска мартенсита. Эти эффекты заключаются в повышении (примерно в 2–3 раза) объемной доли ферритной составляющей, увеличении средних размеров фрагментов пакетного мартенсита, снижении плотности дислокаций и релаксации внутренних напряжений. Проведенное в [4] исследование дефектной субструктуры стали ЭК-181 после ТТО показало, что ее важной особенностью является структурное состояние с непрерывными разориентировками, которое является источником локальных внутренних напряжений, сравнимых с пределом текучести стали при комнатной температуре. Величина скалярной плотности дислокаций составляет при этом $\rho \approx 10^{11}$ см⁻². Как видно из рис. 2, а, после СТО-I эта величина уменьшается до $\rho \approx 10^{10}$ см⁻², а структурных состояний с непрерывными разориентировками не обнаружено.

С целью снижения интенсивности отпуска мартенсита времена отжига в процессе ступенчатой обработки СТО-II были сокращены до 1 ч. Как показало электронно-микроскопическое исследование (рис. 2, б), такая обработка приводит к значительному (по сравнению с СТО-I) уменьшению объемной доли феррита. Эта доля, размеры пластин пакетного мартенсита и скалярная плотность дислокаций ($\rho \approx 10^{11}$ см⁻²) сравнимы с таковыми после ТТО.

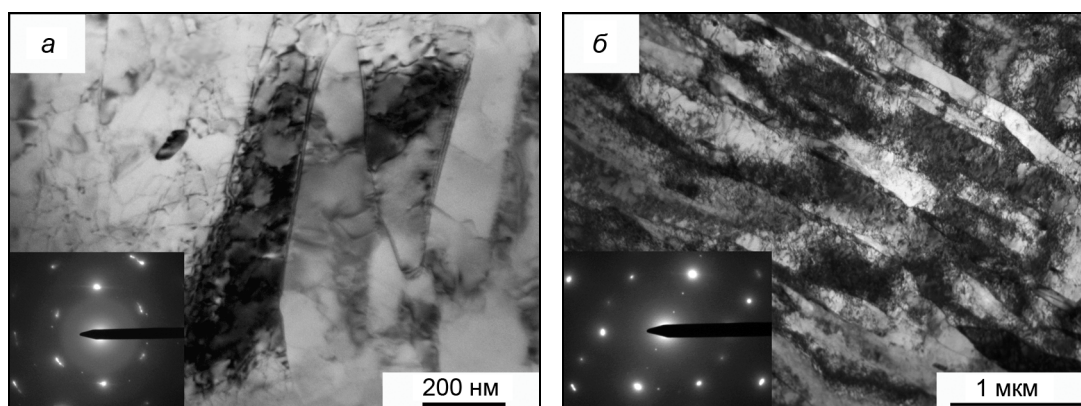


Рис. 2. Микроструктура стали ЭК-181 после термообработок по режиму СТО-I (а) и СТО-II (б)

Таким образом, с использованием ступенчатых режимов термообработки, изменяя термодинамические и кинетические условия выделения частиц V(CN), в режиме СТО-II удастся значительно повысить их дисперсность при сохранении высокодефектной структуры пакетного мартенсита.

В заключение отметим, что в условиях дисперсного упрочнения по механизму Орована (огибания частиц скользящими дислокациями) с обратной зависимостью прироста предела текучести $\Delta\sigma$ от размера частиц R указанное выше примерно двукратное уменьшение размера частиц должно приводить к двукратному повышению величины дисперсного упрочнения $\Delta\sigma \approx G|b|/\lambda$; $\lambda \approx R(2\pi/3f)^{1/2}$ [8]. Здесь G – модуль сдвига; λ – расстояние между частицами; f – их объемная доля. Последнее свидетельствует о возможности существенного увеличения прочности стали в широком интервале температур путем вариации режимов ее термообработки. Кроме того, представленные выше наночастицы, закрепляя дислокации и другие дефекты мартенситной структуры, могут повысить эффективность субструктурного упрочнения.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Леонтьева-Смирнова М.В., Агафонов А.Н., Ермолаев Г.Н. и др. // Перспективные материалы. – 2006. – № 6. – С. 40–52.
2. Леонтьева-Смирнова М.В., Иолтуховский А.Г., Чернов В.М. и др. // ВАНТ. Сер. Материаловедение и новые материалы. – 2004. – Вып. 2(63). – С. 142–155.
3. Шевяко Н.А., Астафурова Е.Г., Тюменцев А.Н. и др. // Изв. вузов. Физика. – 2009. – Т. 52. – № 12/2. – С. 137–141.
4. Тюменцев А.Н., Чернов В.М., Леонтьева-Смирнова М.В. и др. // ЖТФ. – 2012. – № 12-2. – С. 52–58.
5. Солонин М.И., Иолтуховский А.Г., Леонтьева-Смирнова М.В. и др. // Патент 2211878 РФ. Малоактивируемая жаропрочная радиационностойкая сталь. – Заявл. 06.07.2001.
6. Ланская К.А. Высокохромистые жаропрочные стали. – М.: Металлургия, 1976.
7. Чустов К. В. Старение металлических сплавов. – Киев: Наукова думка, 1985. – 230 с.
8. Физика прочности и пластичности: сб.: пер. с англ. – М.: Металлургия, 1972. – С. 304.

*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия

Поступила в редакцию 11.02.13,

**Сибирский физико-технический институт им. В.Д. Кузнецова

после доработки – 13.05.13.

Национального исследовательского Томского государственного университета,
г. Томск, Россия

***ОАО Высокотехнологический научно-исследовательский институт
неорганических материалов им. акад. А.А. Бочвара, г. Москва, Россия

****Национальный исследовательский Томский государственный университет,
г. Томск, Россия

E-mail: nadejda89tsk@yandex.ru

Шевяко Надежда Александровна, аспирантка;

Литовченко Игорь Юрьевич, к.ф.-м.н., доцент, ст. науч. сотр.;

Тюменцев Александр Николаевич, д.ф.-м.н., профессор, зав. лаб. физики структурных превращений;

Астафурова Елена Геннадьевна, к.ф.-м.н., доцент, ст. науч. сотр.;

Леонтьева-Смирнова Мария Владимировна, к.т.н., доцент, руководитель отдела;

Чернов Вячеслав Михайлович, д.ф.-м.н., профессор, гл. науч. сотр.;

Андреев Александр Витальевич, магистрант.