

УДК 669.018.25 539.219:539.25

К.В. АЛМАЕВА^{1,2}, Н.А. ПОЛЕХИНА^{1,2}, И.Ю. ЛИТОВЧЕНКО^{1,2}, А.Н. ТЮМЕНЦЕВ^{1,2},
В.М. ЧЕРНОВ³, М.В. ЛЕОНТЬЕВА-СМИРНОВА³

ТЕРМИЧЕСКАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ МИКРОСТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ФЕРРИТНО-МАРТЕНСИТНОЙ СТАЛИ ЭК-181*

Проведено исследование термической стабильности микроструктуры и высокотемпературных механических свойств малоактивируемой 12 %-й хромистой ферритно-мартенситной стали ЭК-181 при температурах 700–800 °С. Показано, что после традиционной термической обработки и отжигов при температурах 700–800 °С в стали сохраняется ферритно-мартенситная структура и наблюдается повышение плотности грубодисперсных частиц $M_{23}C_6$. После отжига при $T = 800$ °С обнаружены начальные стадии рекристаллизации с формированием новых ферритных зерен субмикроструктурного масштаба. Повышение температуры отжига от 700 до 800 °С приводит к снижению прочностных свойств стали. При этом характер температурной зависимости прочности в интервале 700–800 °С аналогичен наблюдаемому при более низких температурах (500–700 °С).

Ключевые слова: ферритно-мартенситная сталь, термическая обработка, термическая стабильность, механические свойства, просвечивающая электронная микроскопия.

Введение

Жаропрочные 12 %-е хромистые ферритно-мартенситные стали – перспективные конструкционные материалы для активных зон и внутрикорпусных устройств ядерных и термоядерных реакторов нового поколения. Важным направлением разработки таких материалов является исследование их высокотемпературной (в том числе длительной) прочности и выяснение возможности повышения рабочих температур этих сталей в активной зоне реактора, в частности детальное исследование термической стабильности микроструктуры и механических свойств указанных сталей вблизи верхней границы их предполагаемых рабочих температур (650–700 °С).

В работе [1] исследовано влияние длительных (13500 ч) отжигов при более низких температурах (450 и 620 °С) на особенности микроструктуры и механические свойства ферритно-мартенситных сталей ЭК-181 и ЧС-139 после традиционной термической обработки (ТТО). Показано, что в результате таких отжигов происходит повышение объемной доли и размеров ферритных зерен и уменьшение объемной доли отпущенного мартенсита. Обнаружено также увеличение плотности и размеров грубодисперсных карбидов $M_{23}C_6$, которые присутствуют как на границах, так и внутри ферритно-мартенситной структуры. Механические испытания на растяжение показали, что характеристики кратковременной прочности и пластичности сталей после длительной выдержки при $T = 450$ и 620 °С сравнимы с исходными (до отжигов) после ТТО. Предел текучести сталей при $T = 620$ °С сохраняется после длительных отжигов на уровне не менее 300 МПа. Показано [1], что высокая термическая стабильность микроструктуры и механических свойств ферритно-мартенситных сталей связана с высокой плотностью наноразмерных частиц (≤ 10 нм) карбонитрида ванадия $V(C, N)$.

До сих пор особенности микроструктуры и механические свойства (в том числе в процессе испытаний на ползучесть) российских сталей ЭК-181, ЧС-139, ЭП-823 исследовали при температурах, не превышающих 700 °С [2, 3]. Показано [2], что в процессе длительных выдержек под нагрузкой в этих сталях происходит деградация реечной мартенситной структуры с уменьшением плотности дислокаций и образованием свободных от дислокаций субзерен, а также увеличение размеров частиц карбидной фазы $M_{23}C_6$. В настоящей работе исследована термическая стабильность микроструктуры и кратковременных механических свойств малоактивируемой 12 %-й хромистой ферритно-мартенситной стали ЭК-181 в интервале температур 700–800 °С.

* Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013–2020 годы, направление III.23. Исследования проведены с использованием оборудования Томского материаловедческого центра коллективного пользования ТГУ.

Методика эксперимента

Исследована жаропрочная ферритно-мартенситная 12 %-Cr сталь ЭК-181, элементный состав которой представлен в табл. 1. Режим ТТО включал нормализацию при $T = 1100$ °С в течение 1 ч и отпуск при $T = 720$ °С, выдержка в течение 3 ч. Механические испытания проводили методом активного растяжения в интервале температур $T = 700$ – 800 °С в вакууме $\sim 3 \cdot 10^{-3}$ Па в структурном состоянии после ТТО, а также после дополнительных отжигов длительностью 1 ч при температуре испытания. Образцы для испытаний были изготовлены в форме двойных лопаток с размерами рабочей части $\sim 13 \times 2 \times 1$ мм. Структурные исследования проводили с помощью просвечивающего электронного микроскопа Philips CM12 при ускоряющем напряжении 120 кВ. Фольги для просвечивающей электронной микроскопии готовили методом электролитической полировки в растворе хромового ангидрида CrO_3 в ортофосфорной кислоте H_3PO_4 .

Таблица 1

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

C	Cr	Mn	Mo	Nb	V	W	Ni	N	Ta	Ce	Ti	B	Zr
0.16	11.17	0.74	0.01	0.01	0.25	1.13	0.03	0.04	0.08	0.15	0.05	0.006	0.05

Результаты исследования

После ТТО сталь имеет ферритно-мартенситную структуру, представленную отпущенным пакетным мартенситом и ферритными зернами. В этой структуре наблюдаются наноразмерные (5–10 нм) частицы карбонитрида ванадия $\text{V}(\text{C}, \text{N})$ и грубодисперсные карбиды M_{23}C_6 размерами до 100 нм, которые выделяются преимущественно на границах зерен и мартенситных ламелей [4–6].

Электронно-микроскопическое исследование показало, что после ТТО и последующих отжигов при 750 и 800 °С исследуемая сталь сохраняет ферритно-мартенситную структуру (рис. 1 и 2). После отжига при 750 °С наблюдается значительное увеличение плотности грубодисперсных частиц M_{23}C_6 , которые выделяются не только по границам зерен и мартенситных ламелей, но и внутри ферритно-мартенситной структуры (рис. 1). Согласно [2, 3], такое увеличение может привести к уменьшению содержания хрома в твердом растворе и отрицательно сказаться на коррозионных свойствах стали.

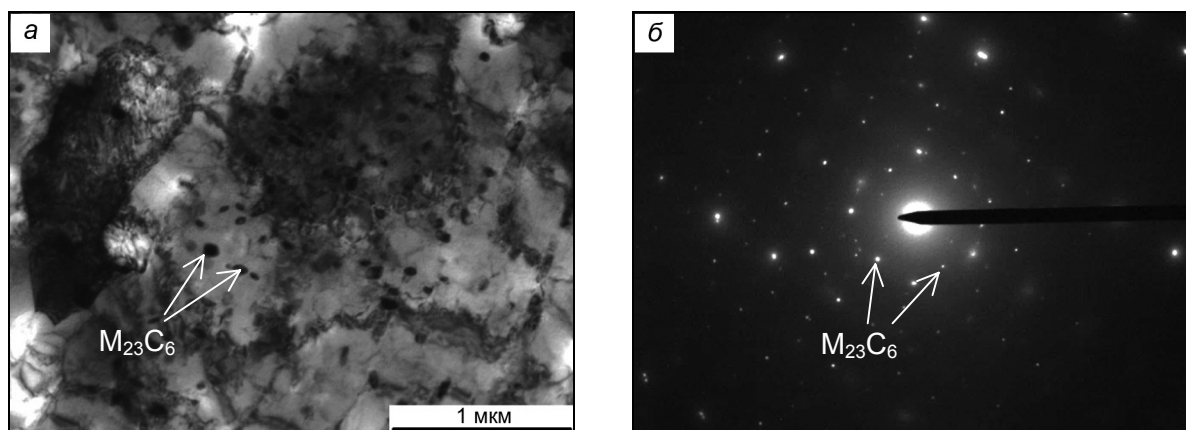


Рис. 1. Частицы M_{23}C_6 (показаны стрелками) в стали ЭК-181 после ТТО и дополнительного отжига при $T = 750$ °С 1 ч: *a* – светлопольное изображение; *б* – микродифракционная картина

После отжига при 800 °С элементы структуры отпущенного пакетного мартенсита с грубодисперсными карбидами M_{23}C_6 сохраняются (рис. 2, *a*, *б*). Обнаружены начальные стадии рекристаллизации ферритно-мартенситной структуры с образованием новых ферритных зерен (рис. 2, *в*, *г*). Это проявляется в уменьшении плотности малоугловых границ с последующей трансформацией отпущенного мартенсита в ферритную структуру и увеличении средних размеров ферритных зерен. Тем не менее размеры фрагментов ферритно-мартенситной структуры после указанного выше отжига остаются в пределах субмикроструктурного масштаба (рис. 2). Плотность малоугловых границ остается при этом достаточно высокой, о чем свидетельствуют характерные для такой структуры дифракционные картины с азимутальными малоугловыми разориентировками (рис. 2, *б*, *г*).

Размеры мелкодисперсных частиц карбонитрида ванадия $V(C, N)$ в процессе отжига при $T = 700\text{--}800\text{ }^\circ\text{C}$ практически не меняются и не превышают 10 нм. Это свидетельствует об их значительно более высокой, по сравнению с частицами $M_{23}C_6$, термической стабильности.

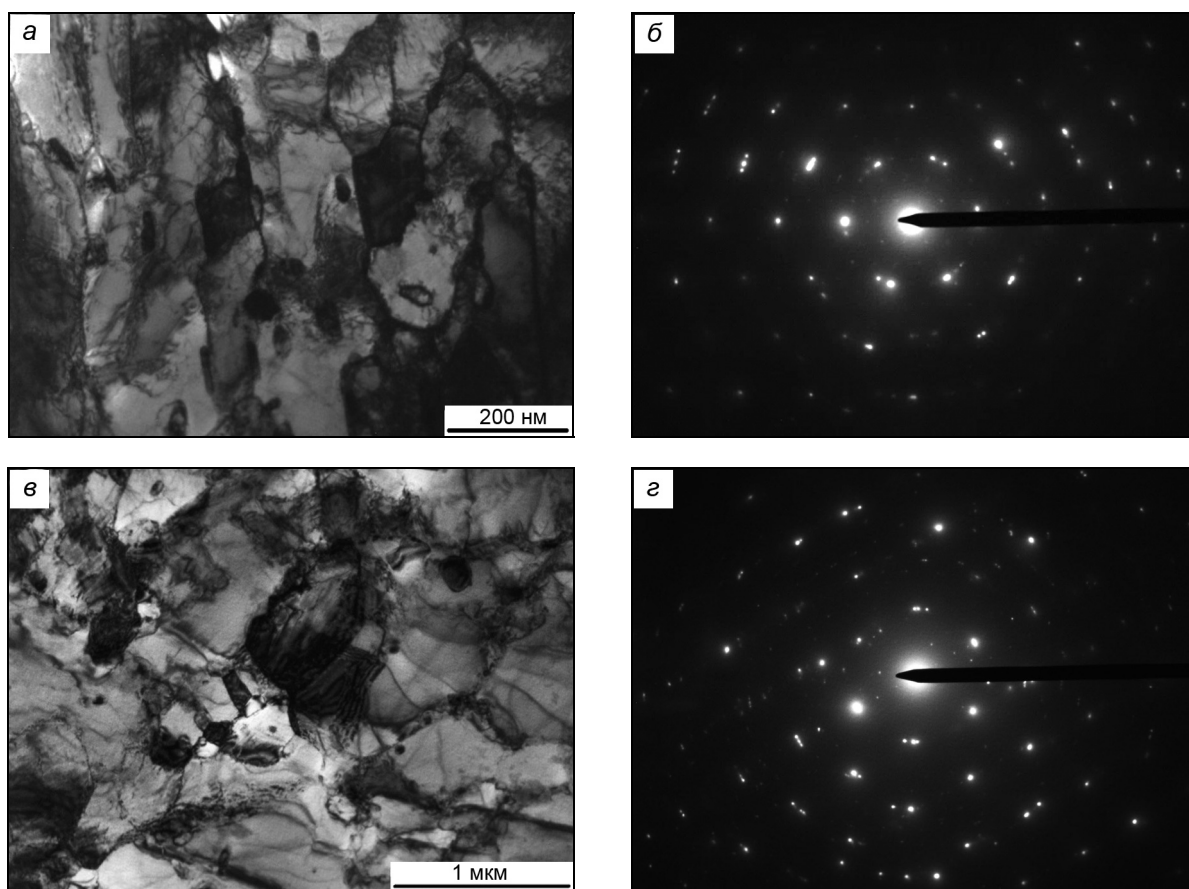


Рис. 2. Микроструктура стали ЭК-181 после ТТО и дополнительного отжига при $T = 800\text{ }^\circ\text{C}$ 1 ч: а, в – светлопольные изображения; б, г – соответствующие микродифракционные картины

Испытания на растяжение образцов после ТТО показали (табл. 2), что при увеличении температуры испытаний от 700 до 800 °С значения характеристик прочности снижаются от 225 ($\sigma_{0.1}$) и 244 (σ_b) МПа до 105 ($\sigma_{0.1}$) и 135 (σ_b) МПа, а величина относительного удлинения возрастает от 11 до 44 %.

Таблица 2
Механические свойства стали ЭК-181 в интервале температур 700–800 °С

Температура испытаний, °С	Режим обработки					
	ТТО			ТТО + отжиги при температуре испытаний		
	$\sigma_{0.1}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %	$\sigma_{0.1}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
700	225	244	11	236	292	25
750	153	189	28	136	180	36
800	105	135	44	74	111	34

После отжига при $T = 700\text{ }^\circ\text{C}$, 1 ч прочностные свойства стали в условиях растяжения при той же температуре не изменяются, оставаясь на достаточно высоком (более 200 МПа, табл. 2) уровне. Относительное удлинение возрастает при этом примерно в 2 раза. При более высоких температурах отжига 750–800 °С наблюдается значительное (примерно на 20–30 МПа) снижение пределов текучести и прочности, при этом относительное удлинение достигает значений $> 30\%$. Сравнение с результатами электронно-микроскопических исследований (рис. 2) свидетельствует о том, что

указанное выше снижение прочности может быть связано с увеличением размеров зерен в процессе частичной трансформации отпущенного мартенсита в ферритную структуру.

В работе [6] при исследовании температурной зависимости механических свойств сплава ЭК-181 показано, что зависимость $\sigma_{0.1}(T)$ в интервале температур от 500 до 700 °С близка к линейной, при значении $\Delta\sigma_{0.1}/\Delta T \approx 1.5$ МПа/град. Эти результаты, совместно с результатами табл. 2, приведены на рис. 3. Как следует из этого рисунка, характер температурной зависимости пределов текучести и прочности в интервале температур 700–800 °С аналогичен представленной в работе [6]. Это свидетельствует о том, что в изученном в настоящей работе температурном интервале снижение прочностных свойств стали при повышении температуры может быть связано с теми же физическими процессами, что и в интервале температур 500–700 °С, и, согласно [6], обусловлено снижением напряжения Орована вследствие термически активируемых процессов преодоления дислокациями наноразмерных частиц карбонитрида ванадия.

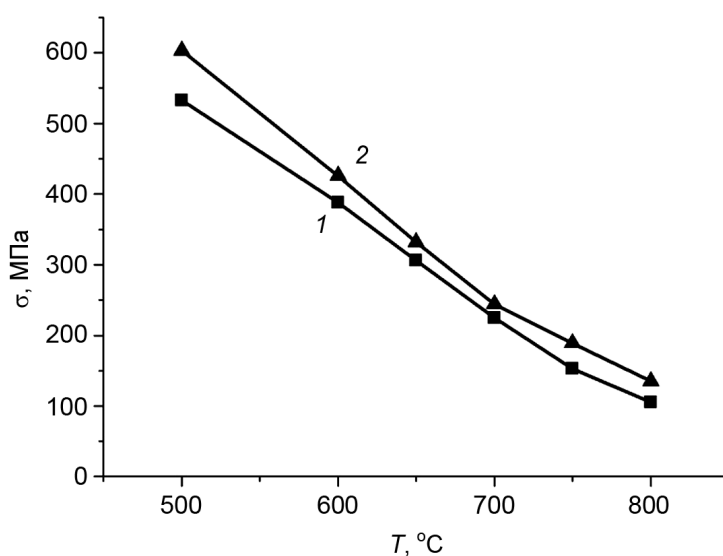


Рис. 3. Температурная зависимость механических свойств стали ЭК-181 после ТТО: кр. 1 – $\sigma_{0.1}$; кр. 2 – σ_b

Заключение

Исследована термическая стабильность микроструктуры и механических свойств ферритно-мартенситной стали ЭК-181 в температурном интервале 700–800 °С. В процессе часовых отжигов при $T = 750$ –800 °С обнаружено значительное увеличение плотности грубодисперсных частиц $M_{23}C_6$ и частичная трансформация отпущенного мартенсита в феррит с увеличением средних размеров ферритных зерен, приводящая (после отжига при $T = 800$ °С) примерно к 1.5-кратному снижению предела текучести. Изменения размеров (около 10 нм) мелкодисперсных частиц карбонитрида ванадия $V(C, N)$ при этом не наблюдается, что свидетельствует об их более высокой, по сравнению с частицами $M_{23}C_6$, термической стабильности. Характер температурной зависимости прочности в интервале 700–800 °С аналогичен наблюдаемому при более низких (500–700 °С) температурах. Предполагается, что это связано со снижением напряжения Орована вследствие термически активируемых процессов преодоления указанных выше частиц дислокациями.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Чернов В.М., Леонтьева-Смирнова М.В., Можанов Е.М. и др. // ЖТФ. – 2016. – Т. 86. – Вып. 2. – С. 53–58.
2. Сагарадзе В.В., Кочеткова Т.Н., Катаева Н.В. и др. // ФММ. – 2017. – Т. 118. – № 5. – С. 522–534.
3. Вершинина Т.Н., Иванов М.Б., Колобов Ю.Р. и др. // Изв. вузов. Физика. – 2007. – Т. 50. – № 11. – С. 36–42.
4. Тюменцев А.Н., Чернов В.М., Леонтьева-Смирнова М.В. и др. // ЖТФ. – 2012. – Т. 82. – Вып. 1. – С. 52–58.

5. Литовченко И.Ю., Полехина Н.А., Тюменцев А.Н. и др. // ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез. – 2014. – Т. 37. – Вып. 1. – С. 41–46.
6. Полехина Н.А., Литовченко И.Ю., Тюменцев А.Н. и др. // ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез. – 2017. – Т. 40. – Вып. 4. – С. 92–102.

¹ Национальный исследовательский Томский государственный университет, г. Томск, Россия Поступила в редакцию 03.05.18.

² Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия

³ Акционерное общество «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов им. акад. А.А. Бочвара», г. Москва, Россия

Алмаева Ксения Викторовна, аспирантка НИ ТГУ, лаборант-исследователь ИФПМ СО РАН, e-mail: kseni_ya_almaeva@mail.ru;

Полехина Надежда Александровна, к.ф.-м.н., инженер-исследователь НИ ТГУ, мл. науч. сотр. ИФПМ СО РАН, e-mail: nadejda89tsk@yandex.ru;

Литовченко Игорь Юрьевич, к.ф.-м.н., доцент, ст. науч. сотр. НИ ТГУ, ст. науч. сотр. ИФПМ СО РАН, e-mail: litovchenko@spti.tsu.ru;

Тюменцев Александр Николаевич, д.ф.-м.н., профессор, зав. лабораторией НИ ТГУ, зав. лабораторией ИФПМ СО РАН, e-mail: tyuments@phys.tsu.ru;

Чернов Вячеслав Михайлович, д.ф.-м.н., профессор, гл. науч. сотр, e-mail: VMChernov@bochvar.ru;

Леонтьева-Смирнова Мария Владимировна, к.т.н., доцент, руководитель отдела, e-mail: MVLeonteva-Smirnova@ bochvar.ru.