

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«БЕЛГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Ткачёв Евгений Сергеевич

**ВЛИЯНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ И ДИСПЕРСНЫХ ЧАСТИЦ НА ПОЛЗУЧЕСТЬ  
СТАЛИ 10Х9К3В2НМАФБР С ПОВЫШЕННЫМ СОДЕРЖАНИЕМ БОРА**

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени кандидата  
технических наук

Научный руководитель:

Доктор физико-математических наук

Беляков А.Н.

**Белгород – 2020**

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность темы исследования.** В настоящее время в производстве электроэнергии преобладает тепловая энергетика. Значительная доля мирового и российского производства электроэнергии приходится на угольные тепловые электростанции. Повышение коэффициента полезного действия (КПД) этих электростанций позволяет не только повысить экономическую эффективность, но и сократить вредные выбросы. Повышение КПД достигается путем повышения температуры и давления пара перед турбиной за счет использования новых сталей с более высокими характеристиками сопротивления ползучести.

Стали мартенситного класса с содержанием хрома 9-12% используются в качестве конструкционного материала для изготовления компонентов парового контура современных угольных энергоблоков, работающих при температурах от 540°C до 620°C, что обусловлено сочетанием высокой жаропрочности, низкого коэффициента термического расширения и относительно низкой стоимостью. Термическая обработка данных сталей направлена на формирование структуры троостита отпуска аналогичной структуре пакетного мартенсита, включающей исходные аустенитные зерна, разделенные на пакеты, блоки, рейки и частицы вторых фаз. Частицы карбида  $M_{23}C_6$  выделяются по межкристаллитным границам всех элементов структуры, а карбонитриды  $M(C,N)$  гомогенно по объему ферритной матрицы. Возможность повышения температуры эксплуатации высокохромистых сталей мартенситного класса на 100°C и более до недавнего времени связывали исключительно с формированием наноразмерных частиц  $M(C,N)$ , которые обладают высокой стойкостью к укрупнению при ползучести. Известно, что 9-12%Cr стали сохраняют свою уникальную жаропрочность до тех пор, пока частицы вторых фаз обеспечивают стабильность реечной структуры мартенсита отпуска. Укрупнение частиц вторых фаз является основной причиной деградации исходной микроструктуры и преждевременного разрушения сталей из-за перехода от кратковременной ползучести, при которой исходная структура остается практически неизменной, к долговременной, при которой структура мартенсита отпуска претерпевает значительные изменения, что приводит к резкому снижению долговременной прочности с увеличением времени ползучести. Соответственно, работы по созданию высокохромистых сталей нового поколения с повышенной жаропрочностью направлены на уменьшение склонности частиц вторых фаз к укрупнению и повышению стабильности структуры троостита отпуска при ползучести.

На данный момент наиболее перспективным направлением увеличения сопротивления длительной ползучести является использование сталей с повышенным содержанием бора. Одновременно, эти стали имеют пониженное содержание азота для предотвращения образования частиц  $BN$ , которые охрупчивают материал. Несвязанные атомы бора замещают атомы углерода в карбиде  $M_{23}C_6$ , и сдерживают его рост при ползучести. Роль эволюции частиц карбида  $M_{23}C_6$  в сопротивлении ползучести высокохромистых сталей на момент постановки настоящей работы не была установлена однозначно. Несмотря на то, что частицы этого карбида обладают меньшей дисперсностью, чем частицы карбонитридов  $(Nb,V)(C,N)$ , они оказывают большее влияние на стабилизацию структуры из-за существенно большей объемной доли и их преимущественного расположения по границам реек и блоков. Кроме того, низкое содержание азота способствует уменьшению термодинамического стимула формирования

комплексного нитрида CrVN (Z-фаза), который, оказывает негативное влияние на сопротивление ползучести при длительных сроках эксплуатации сталей с содержанием азота ~0,05%. На основе такого подхода к стабилизации структуры при ползучести был разработан и сертифицирован ряд сталей типа P93 для угольных энергоблоков последнего поколения.

Несмотря на то, что исследованию влияния легирования бором на характеристики ползучести 9-12%Cr сталей уделяется достаточно большое внимание, сведений о процессах эволюции структуры и частиц вторых фаз при отпуске и ползучести в них относительно немного. Актуальность данной работы носит как фундаментальный, так и практический характер и обусловлена следующим. Детальное исследование эволюции структуры, дисперсных частиц вторых фаз и фазовых превращений в 9%Cr стали с повышенным содержанием В и пониженным содержанием N при термической обработке и ползучести и их влияния на механические свойства существенно углубляют современные представления физического материаловедения всех высокохромистых сталей ферритно-мартенситного типа. Важным практическим аспектом работы является исследование возможности применения данной стали в качестве присадочного материала при получении сварных соединений современных 9%Cr мартенситных сталей. Сделанные в работе выводы позволяют сформулировать требования к микроструктурному дизайну высокохромистых сталей, которые будут работоспособны при температурах более 620°C. По результатам проведенной работы была разработана и запатентована перспективная сталь нового поколения, а также технология термомеханической обработки, призванная обеспечить повышение долговременной прочности в мартенситных сталях с повышенным содержанием бора.

#### **Цель работы:**

Установить влияние отпуска, длительного старения и ползучести на микроструктуру, фазовый состав и механические свойства стали 10X9K3B2HMAФБР с повышенным содержанием бора и пониженным содержанием азота.

Для достижения поставленной цели решались следующие **задачи**:

1. Установить влияние температуры отпуска на параметры микроструктуры, фазовый состав и механические свойства стали.
2. Определить закономерности микроструктурных изменений и кинетику укрупнения частиц вторых фаз в стали в процессе ползучести и длительного старения при температуре 650°C, а также установить роль пластической деформации в этих процессах.
3. Выявить отличия механизмов деформации на различных стадиях кратковременной и длительной ползучести, оценить влияние на них изменений в микроструктуре, распределении и размере частиц вторых фаз.
4. Получить сварные соединения листов стали 11X9MBФБР с использованием присадочной проволоки из стали 10X9K3B2HMAФБР. Исследовать микроструктуру и определить механические свойства в различных зонах сварного соединения.

### **Научная новизна:**

1. Установлено, что повышение содержания бора до 120 ppm и понижение содержания азота до 70 ppm в стали 10X9K3B2HMAФБР приводит к неполному выделению частиц карбидов и карбонитридов при отпуске. При отпуске при 750°C в течение которых 3 часов выделяется не более 50% от равновесного удельного объема карбидов  $M_{23}C_6$ . Дальнейшее выделение этих карбидов до равновесной объемной доли наблюдается при ползучести. При отпуске выделяются частицы карбонитридов типа MX с широким распределением по V и Nb, которые, при последующей ползучести, разделяются на две группы, одна из них обогащена Nb, а другая - V. При этом удельный объем первой уменьшается, а второй возрастает с увеличением продолжительности ползучести. Такое разделение частиц  $(Nb,V)(C,N)$  завершается после  $\sim 5 \cdot 10^3$  часов ползучести. После  $\sim 1,7 \cdot 10^4$  часов ползучести формируются наноразмерные частицы нитрида  $Cr(Nb,V)N$  (Z-фаза) и распад становится трехфазным. Размер частиц всех трех типов карбонитридов и нитрида приблизительно одинаков.
2. Переход от кратковременной ползучести к долговременной сопровождается изменением механизмов деформации на всех трех стадиях ползучести стали 10X9K3B2HMAФБР. На переходной стадии кратковременной ползучести выделение частиц фаз Лавеса по границам реек замедляет диффузионно-контролируемые процессы взаимодействия решеточных дислокаций с дислокационными границами реек. При долговременной ползучести, на стадии неустановившейся ползучести, происходит как выделение частиц фазы Лавеса, так и их последующее укрупнение. Деформационное поведение стали на установившейся стадии при кратковременной ползучести характерно для дисперсионно-упрочненных материалов, а механизм деформации на установившейся стадии при длительных испытаниях типичен для ползучести, контролируемой переползанием дислокаций.
3. Установлено, что трансформация реечной структуры в равноосную субзеренную происходит в две стадии. Сначала укрупнение зернограницных частиц фазы Лавеса и карбида  $M_{23}C_6$  способствует миграции и слиянию реечных границ, что приводит к формированию протяженных кристаллов внутри блоков. Затем, под воздействием деформации такая структура трансформируется в равноосную субзеренную.
4. Деформация существенно ускоряет укрупнение карбидов  $M_{23}C_6$  в стали 10X9K3B2HMAФБР. Разработана теоретическая модель вызванного деформацией ускоренного роста зернограницных частиц  $M_{23}C_6$ . Влияние деформации на укрупнение частиц фаз Лавеса и карбонитридов MX незначительно.
5. Показано, что корреляция между минимальной скоростью ползучести и временем до разрушения, описываемая уравнением Монкмана-Гранта, имеет место в случае, если переход от кратковременной ползучести к долговременной сопровождается изменением механизма деформации на установившейся стадии.

### **Практическая значимость:**

Установлено влияние дополнительного легирования бором при снижении содержания азота на структуру и механические свойства мартенситной теплотехнической стали с 9%Cr. Показано, что довыделение частиц  $M_{23}C_6$  и MX в сочетании с выделением частиц фазы Лавеса в стали 10X9K3B2HMAФБР при ползучести приводит к значительному увеличению жаропрочности при краткосрочных испытаниях.

Продemonстрирована возможность использования стали 10X9K3B2HMAФБР в качестве присадочного материала при сварке современных 9%Cr сталей. На основе выявленных закономерностей была разработана и защищена патентом новая сталь с повышенной жаропрочностью (RU 2655496), а также технология термомеханической обработки, обеспечивающая повышение долговременной прочности (RU 2688017).

#### **Основные положения диссертации, выносимые на защиту:**

1. Закономерности влияния температуры отпуска на последовательность выделения частиц вторых фаз, микроструктурные параметры и механические свойства стали 10X9K3B2HMAФБР с пониженным содержанием азота.
2. Влияние повышенного содержания бора и пониженного содержания азота в стали 10X9K3B2HMAФБР на эволюцию размеров и химического состава частиц вторых фаз в процессе ползучести при температуре 650°С.
3. Микроструктурные изменения на различных стадиях ползучести и повышение стабильности структуры троостита отпуска в стали 10X9K3B2HMAФБР с повышенным содержанием бора и пониженным содержанием азота.
4. Влияние перехода от кратковременной к длительной ползучести на механизмы деформации на различных стадиях ползучести.
5. Механические свойства и микроструктура сварного соединения стали 11X9MBФБР, полученного с использованием присадочной проволоки из стали 10X9K3B2HMAФБР.

#### **Вклад автора.**

Личный вклад автора диссертационной работы состоит в организации и проведении исследований, обработке и анализе полученных результатов, подготовке научных статей и представлении докладов на научных мероприятиях. Проведение научных экспериментов проводилось лично автором, либо с его непосредственным участием.

#### **Апробация результатов работы**

Результаты диссертационной работы были представлены для обсуждения в виде докладов на российских и международных конференциях, а именно: Международная конференция по получению и обработке современных материалов «THERMEC'2016», (г. Грац, Австрия, 29 мая – 3 июня 2016 г.); 17-я Всероссийская научная конференция «Уральская школа-семинар металловедов – молодых ученых» (г. Екатеринбург, 5-12 декабря 2016 г.); 14-ая Международная конференция по ползучести и разрушению инженерных материалов и композитов «Creep 2017», (г. Санкт-Петербург, 19-21 июня 2017 г.); Международная конференция по достижениям в области жаропрочных материалов «JOINT EPRI-123HIMAT», (г. Нагасаки, Япония, 21-25 октября 2019 г.); 5-й междисциплинарный форум с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии» (г. Москва, 30 октября – 1 ноября 2019 г.).

## Публикации

По результатам диссертации было опубликовано 14 научных работ, 9 из которых опубликованы в журналах из Перечня ВАК РФ. Получены 2 патента РФ (RU № 2655496 от 18.05.2017; RU № 2688017 от 19.07.2018).

## Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, шести разделов, выводов и списка литературы из 137 наименований. Общий объем составляет 148 страниц, включая 79 рисунков и 17 таблиц.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**ВО ВВЕДЕНИИ** обосновывается актуальность исследования, сформулированы его цель и задачи, описана научная новизна и практическая значимость работы.

**В ПЕРВОЙ ГЛАВЕ** приведен обзор области применения жаропрочных мартенситных сталей, и тенденции их развития. Описаны особенности микроструктуры мартенситных сталей после термической обработки, обуславливающие повышенное сопротивление ползучести. Подробно рассмотрены действующие механизмы упрочнения, включая твердорастворное, дисперсионное, дислокационное и зернограничное упрочнение. Представлен анализ деформационного поведения на разных стадиях ползучести и его связь с деградацией микроструктуры 9%Cr мартенситных сталей. Указаны основные причины потери сопротивления ползучести и возможные пути повышения жаропрочности мартенситных сталей. Приведено обоснование применения легирования, включая пониженное содержание азота и повышенное содержание бора. На основе проведенного анализа сформулированы цель и задачи диссертационной работы.

**ВО ВТОРОЙ ГЛАВЕ** описаны материал и методики исследования. В качестве материала исследования выбрана сталь мартенситного класса 10X9K3B2HMAФБР. Химический состав стали приведен в таблице 1.

Таблица 1. Химический состав стали в масс. %

Fe	C	Si	Mn	Ni	Cr	Co	Mo	W	V	Nb	B	N
Основа	0,1	0,12	0,41	0,24	9,05	2,86	0,58	1,8	0,2	0,05	0,012	0,007

Сталь получена выплавкой в вакуумно-индукционной печи, после чего подвергнута гомогенизирующему отжигу при температуре 1150°C и ковке в интервале температур 1150°C÷1000°C. Для установления влияния отпуска на микроструктуру и механические свойства стали была проведена термическая обработка, включающая отжиг при 1060°C в течение 0,5 часов, охлаждение на воздухе и последующий отпуск при температурах 350; 500; 650 и 750°C в течение 3 часов. Образцы, подготовленные для испытаний на ползучесть, были подвергнуты отпуску при 750°C в течение 3 часов.

Измерение твердости образцов стали проводилось по методу Бринелля в соответствии с ГОСТ 9012-59 на установке Wolpert 3000 BLD.

Для определения характеристик прочности и пластичности были проведены испытания на растяжение в соответствии с ГОСТ 1497-84 и ГОСТ 9651-84, с использованием универсальной электромеханической машины Instron 5882, с заданной скоростью деформирования 2 мм/мин. Испытания проводились на образцах с длиной рабочей части  $l_0=25$  мм и сечением  $S_0=3 \times 7$  мм<sup>2</sup>. Испытания на ударную вязкость при комнатной температуре проводились в соответствии с ГОСТ 9454-78, на образцах размерами 10x10x55 мм<sup>3</sup> с V-образным надрезом, с использованием копра Instron IVP460.

Для испытаний на ползучесть использовались стандартные плоские образцы, площадью поперечного сечения 7x3 мм<sup>2</sup> и длиной рабочей части 25 мм. Испытания на ползучесть проводились в соответствии с ГОСТ 3248-81, с использованием испытательных машин ATS 2330 при температуре 650°C и приложенных напряжениях 100-180 МПа.

Структурные исследования макрошлифов проводились методом оптической металлографии с использованием микроскопа Olympus GX-51. Для выявления границ в мартенситной структуре проводилось травление поверхности образцов в растворе H<sub>2</sub>O – 97%; HNO<sub>3</sub> – 2%; HF – 1%.

Исследование речной структуры и частиц вторых фаз проводилось методами просвечивающей (ПЭМ) и растровой (РЭМ) электронной микроскопии. Были использованы просвечивающие электронные микроскопы JEOL JEM-2100 и Tecnai G2 20F S-TWIN при ускоряющем напряжении 200 кВ и растровый электронный микроскоп FEI Nova NanoSEM 250 при ускоряющем напряжении 30 кВ. Локальный химический состав частиц определяли методом энергодисперсионного анализа характеристического излучения электронов с помощью приставки INCA на просвечивающем электронном микроскопе JEOL JEM-2100.

Равновесная объемная доля и химический состав фаз при различных температурах был рассчитан с использованием программного обеспечения ThermoCalc с базой данных для сталей TCFE7.

**В ТРЕТЬЕЙ ГЛАВЕ** рассматривается влияние температуры отпуска на микроструктурные изменения и механические свойства исследуемой стали.

Термодинамические расчеты с использованием программы ThermoCalc (фазы CrVN и BN были исключены из расчетов) показали, что после отпуска при температурах 350-750°C фазовый состав исследуемой стали включает карбиды  $M_{23}C_6$  и  $M_{23}(C,B)_6$ , интерметаллидную фазу  $Fe_2(W,Mo)$  и карбонитриды типа MX (где М - это атомы металла, Х - это атомы С и N), которые разделяются на Nb(C,N), обогащенный углеродом и

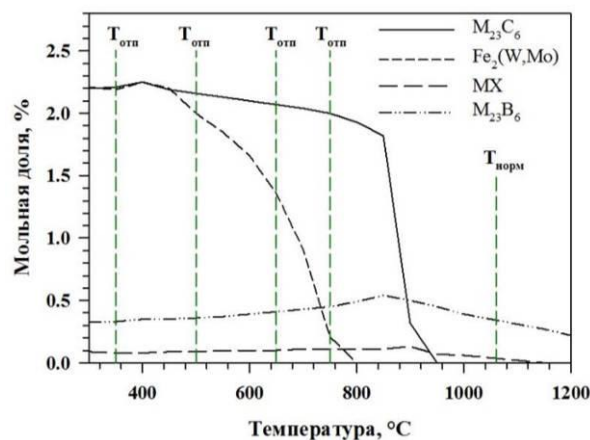


Рисунок 1 – Зависимость равновесных долей частиц вторых фаз от температуры в исследуемой стали. Пунктирными линиями обозначены исследуемые экспериментальные температуры отпуска.

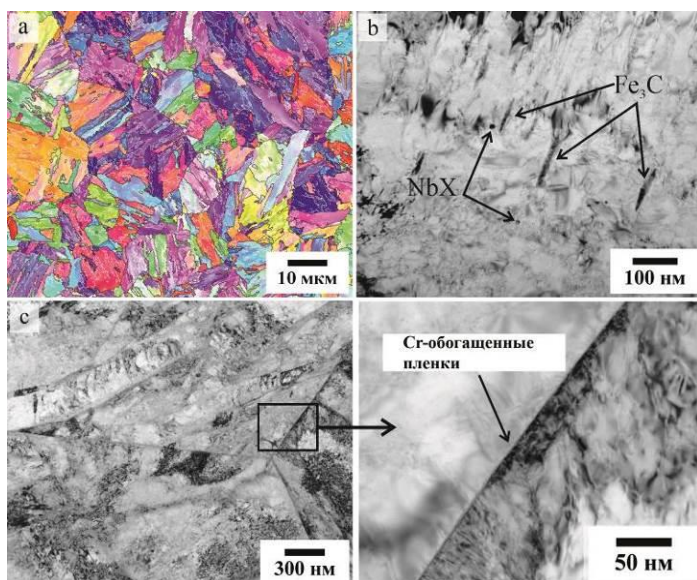


Рисунок 2 – Структура стали после отжига при 1060°C: ДОРЕ (а) и ПЭМ изображения (б,в,г).

V(C,N), обогащенный азотом (Рис. 1). Согласно термодинамическому расчету карбиды  $M_{23}C_6$  содержат большое количество Mo+W, тогда как фаза  $M_{23}(C,V)_6$  обогащенная бором характеризуется практически полным отсутствием Mo и W во всем исследуемом температурном интервале.

Микроструктура исследуемой стали после отжига при 1060°C представляет типичную мартенситную иерархическую структуру, включающую ИАЗ, пакеты, блоки, и мартенситные рейки.

В данном состоянии не было обнаружено  $\delta$ -феррита, а в мартенситной матрице были обнаружены карбиды NbC, имеющие сферическую форму и средний размер около 50 нм и частицы цементита  $M_3C$  обогащенные Fe, имеющие игольчатую форму со средней длиной 110 нм (Рис. 2). Результаты количественного анализа микроструктур представлены в таблице 2.

Таблица 2 - Влияние температуры отпуска на структурные параметры исследуемой стали.

Температура отпуска, °C	После отжига при 1060°C	350	500	650	750
Ширина мартенситных реек, нм	250±35	250±30	280±40	280±35	300±50
Плотность дислокаций, $\times 10^{14} \text{ м}^{-2}$	5,4±1,2	6,1±1,1	3,8±0,7	2,3±0,5	2,6±0,5
Расстояние между БУГ, мкм	2,7±0,5	2,8±0,6	2,5±0,4	3,4±1,1	3,7±1,3
Ширина пластинчатого карбида $M_{23}C_6$ , нм	15±4	23±7	35±13	50±18	-
Средний размер глобулярных частиц $M_{23}C_6$ , нм	-	-	57±10	64±28	70±25
Средний размер VX, нм	-	-	-	-	49±16
Средний размер NbX, нм	48±10	42±11	43±13	45±15	47±10
Средний размер TiX, нм	-	68±18	78±19	70±12	75±14
Средний размер $M_3C$ , нм	110±25	105±20	123±32	-	-

При температурах отпуска до 750°C не происходит существенного роста ширины мартенситных реек. Значительное снижение плотности решётчных дислокаций происходит при повышении температуры отпуска до 500°C.



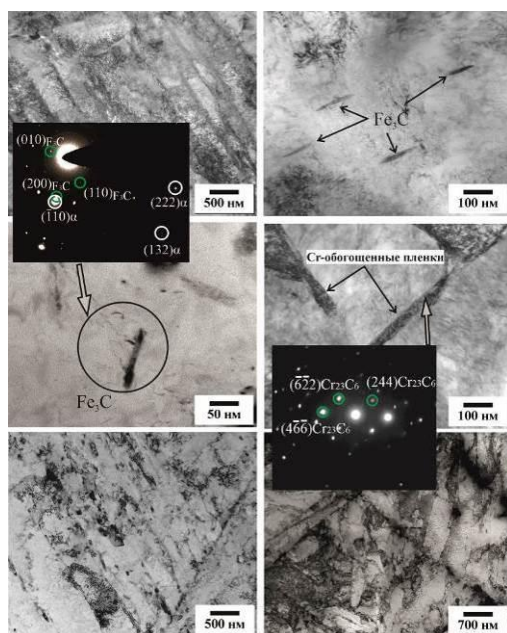


Рисунок 3 – ПЭМ изображения структуры стали после отпуска при температурах: 350°C (а,б,в), 500°C (г), 650°C (д) и 750°C (е).

500°C были обнаружены глобулярные частицы  $M_{23}C_6$ , со средним размером 55 нм. При увеличении температуры отпуска до 650°C глобулярные частицы  $M_{23}C_6$  декорируют большую часть границ реек и блоков. Ширина пластинчатого карбида увеличивается до 65 нм и происходит его фрагментация на отдельные частицы. При отпуске при 650°C происходит полное растворение частиц  $M_3C$ .

Помимо этого, при отпуске при 750°C происходит формирование частиц  $M(C,N)$  обогащенных V. Большинство частиц  $V(C,N)$  имеют сферическую форму, а их средний размер составляет 35 нм. В химическом составе частиц карбонитридов  $V(C,N)$  и  $Nb(C,N)$  средние соотношения элементов составляют  $V/Nb=6$  и  $Nb/V=10$  соответственно. Все частицы карбонитридов типа  $M(C,N)$  распределены гомогенно по объему ферритной матрицы.

Отпуск при 350°C не оказывает существенного влияния на механические свойства за исключением незначительного увеличения ударной вязкости с 43 до 54 Дж/см<sup>2</sup>. Такие значения ударной

Между частицами  $M_3C$  и мартенситом было выявлено ориентационное соотношение (ОС), известное как соотношение Багарятского (Рис. 3):

$$[001]_{Fe_3C} \parallel [\bar{1}01]_{\alpha\text{-ferrite}},$$

$$[100]_{Fe_3C} \parallel [111]_{\alpha\text{-ferrite}},$$

$$[010]_{Fe_3C} \parallel [\bar{1}2\bar{1}]_{\alpha\text{-ferrite}}$$

Увеличение толщины пластинчатого карбида  $M_{23}C_6$  при отпуске сопровождается увеличением в нем содержания Cr и W. В процессе роста данный карбид формирует практически непрерывный слой на поверхности межкристаллитных границ. Помимо карбидов с пластинчатой морфологией, после отпуска при

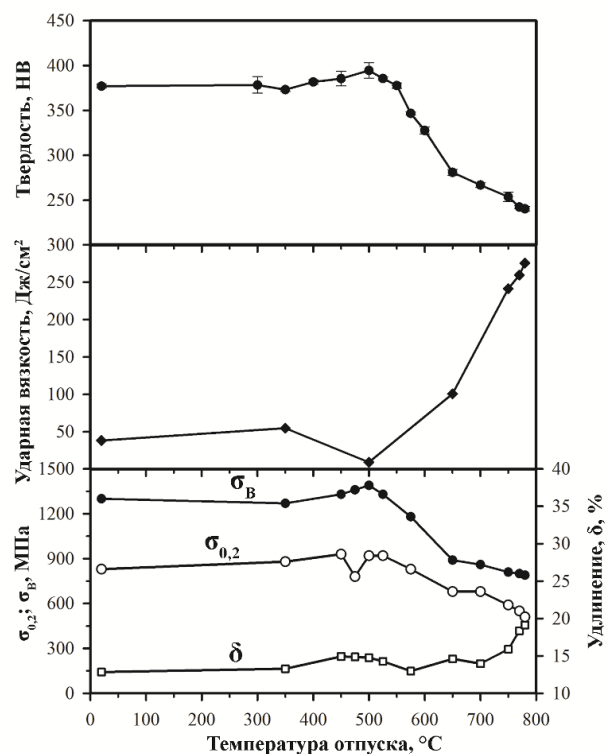


Рисунок 4 – Влияние температуры отпуска на твердость, ударную вязкость и характеристики растяжения ( $\sigma_{0.2}$ ,  $\sigma_B$ ,  $\delta$ ).

вязкости после закалки и низкотемпературного отпуска являются нетипично высокими для 9%Cr мартенситных сталей. В интервале 400–500°C твердость,  $\sigma_B$  и  $\delta$  увеличиваются с увеличением температуры отпуска. Наибольшие значения твердости и прочностных характеристик достигаются при температуре отпуска 520°C. В исследуемой стали прирост прочностных характеристик при отпуске приблизительно в 3 раза меньше чем в сталях с 0,05% вес. N. Увеличение твердости,  $\sigma_{0,2}$  и  $\sigma_B$  при этой температуре по сравнению с состоянием после отжига с охлаждением на воздухе составило 5%, 11% и 7% соответственно (Рис. 4). Вместе с этим наблюдается уменьшение ударной вязкости до 8,5 Дж/см<sup>2</sup>. Дальнейшее увеличение температуры отпуска сопровождается уменьшением твердости,  $\sigma_{0,2}$  и  $\sigma_B$ . Увеличение пластичности начинается при  $T > 580^\circ\text{C}$ . После отпуска при 750°C твердость,  $\sigma_{0,2}$ ,  $\sigma_B$  и  $\delta$  составили 236 НВ, 590 МПа, 810 МПа и 16% соответственно. Указанные свойства после отпуска соответствуют предъявляемым к данному классу сталей требованиям и позволяют использовать исследуемую сталь без дополнительных ограничений.

**В ЧЕТВЕРТОЙ ГЛАВЕ** рассматривается эволюция микроструктуры исследуемой стали в процессе ползучести при 650°C. На Рисунке 5 стрелками указаны степени деформации, при которых испытания отдельных образцов были остановлены для проведения детального исследования микроструктуры на различных стадиях ползучести.

Установлено, что ползучесть приводит к значительным изменениям исходной микроструктуры, сформированной при термической обработке. Анализ картин ДОРЭ исследуемой стали в состоянии после термической обработки указывает на то, что мартенситное превращение происходит с соблюдением ориентационного соотношения  $(110)_\alpha \parallel (111)_\gamma [1\bar{1}\bar{1}]_\alpha \parallel [01\bar{1}]_\gamma$  или ОС Курдюмова–Закса. Типичный для данного ОС вид полюсных фигур сохраняется при ползучести вплоть до наступления стадии ускоренной ползучести. Доля БУГ с углами разориентировки от 49 до 60° остается практически неизменной в процессе ползучести, что является следствием сохранения границ блоков, пакетов и ИАЗ, на что так же указывают близкие значения среднего расстояния между БУГ на разных стадиях ползучести.

Ползучесть приводит к перераспределению малоугловых границ рек внутри блоков, что является ключевым микроструктурным изменением при ползучести. Стадия неустановившейся ползучести сопровождается увеличением ширины рек с 300 до 350 нм (Рис. 6).

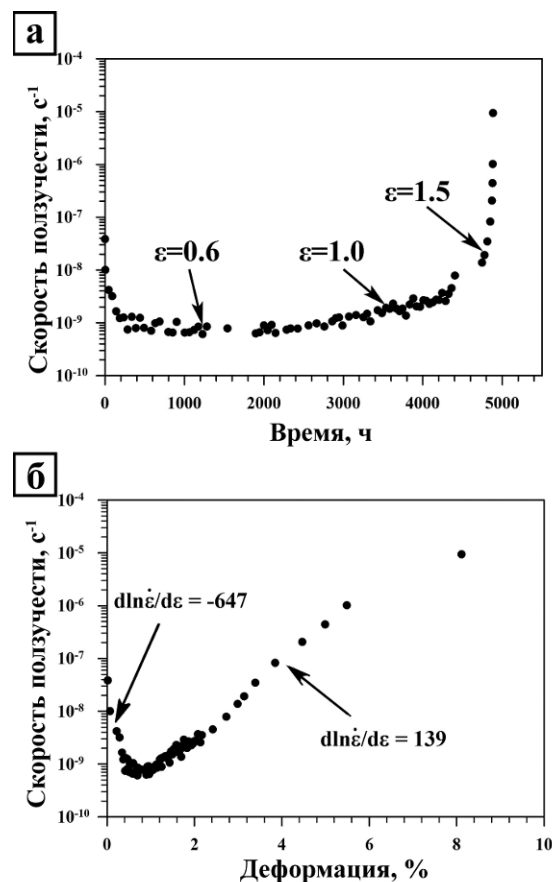


Рисунок 5 – Зависимость скорости ползучести от времени (а) и деформации при температуре 650°C и напряжении 118 МПа.

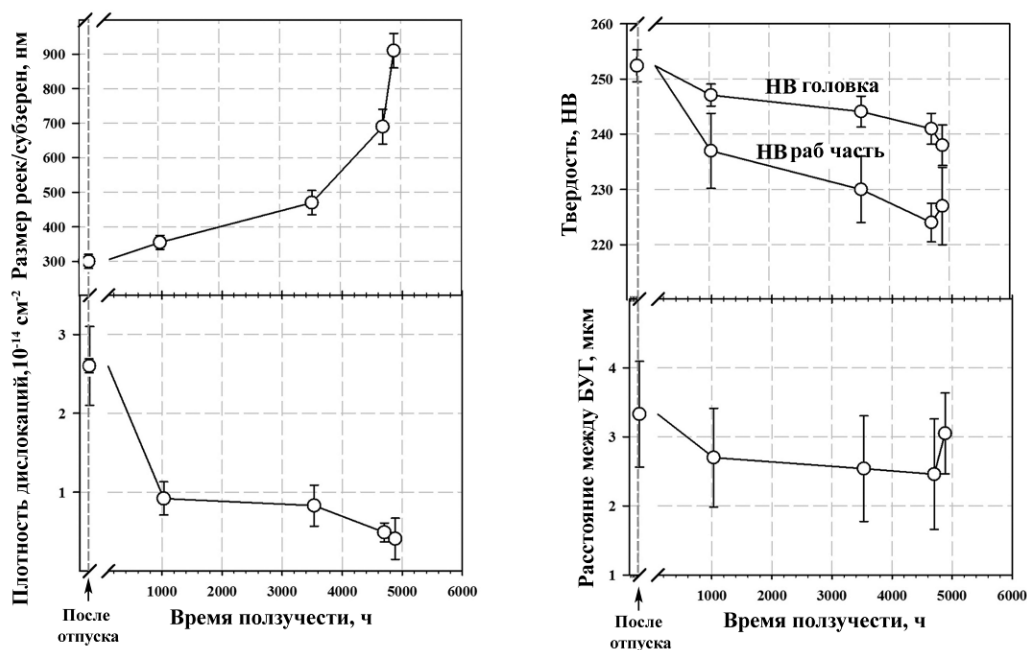


Рисунок 6 – Изменение размера реек/субзерен, плотности дислокаций, твердости и среднего расстояния между БУГ в процессе ползучести при температуре 650°C и напряжении 118 МПа.

Помимо укрупнения реечной структуры при ползучести происходит снижение плотности дислокаций в ~2,8 раз. Ползучесть на установившейся стадии не приводит к существенному изменению плотности дислокаций, однако сопровождается непрерывным укрупнением реечной структуры. К моменту завершения стадии установившейся ползучести часть реек, расположенных близко к границам блоков, укрупняется до структурных элементов в виде пластин. На стадии ускоренной ползучести, крупные пластины, в свою очередь, трансформируются в относительно равноосные, крупные, субзерна со средним размером 910 нм. Изменения в реечной структуре сопровождаются снижением плотности дислокаций до  $\sim 0,4 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$  в образце, испытанном до разрушения. Следует отметить, что изменения в исходной реечной структуре троостита отпуска при отжиге длительностью 4 883 ч при 650°C заключаются в небольшом укрупнении реек до 440 нм и снижении плотности дислокаций до  $\sim 1,2 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ . В исследуемой стали структура троостита

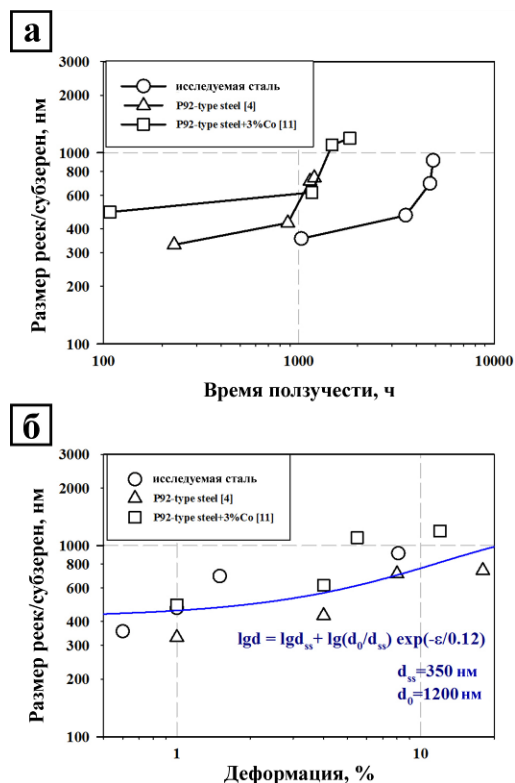


Рисунок 7 – Зависимость размера реек/субзерен от времени ползучести (а) и степени деформации (б) в сталях типа P92 при температуре 650°C.

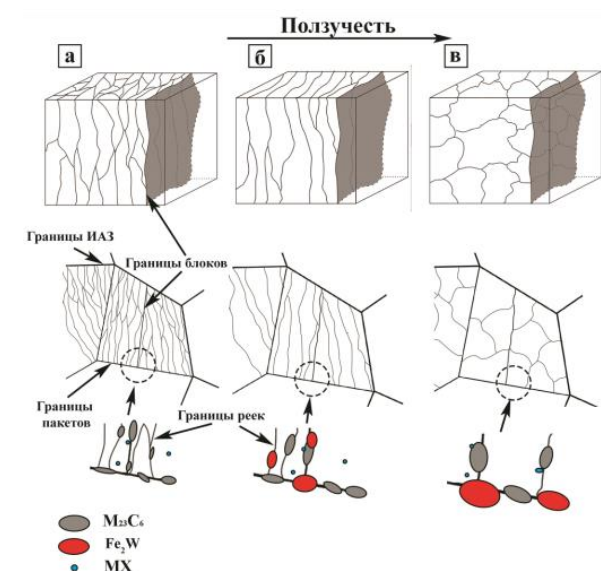


Рисунок 8 – Схематическое изображение микроструктурных изменений в процессе ползучести: реечная структура после термической обработки (а); слияние мартенситных реек и образование крупных вытянутых пластин (б); Образование относительно равноосных субзерен на стадии ускоренной ползучести (в).

исследуемой стали указывает на то, что снижение содержания азота и дополнительное легирование бором оказывает слабое влияние на эволюцию микроструктуры в процессе ползучести. Однако измерение твердости показало, что в отличие от других сталей типа Р92 увеличение степени деформации при ползучести не приводит к значительному разупрочнению в области равномерного удлинения.

Трансформация реечной структуры в субзеренную в процессе ползучести является отличием исследуемой стали от схожих по составу 10%Cr сталей с 0,003% N и 0,008% В, характеризующихся повышенным сопротивлением ползучести. Последовательность микроструктурных изменений в исследуемой стали схематически изображена на Рисунке 8.

В процессе I и II стадии ползучести происходит постепенное увеличение ширины реек за счет слияния реечных границ. К моменту наступления стадии ускоренной ползучести значительная часть реечной структуры преобразуется в крупные вытянутые пластины. Далее, на ускоренной стадии ползучести, в области образования шейки, наблюдается интенсивная трансформация структуры в равноосную субзеренную. Таким образом, формирование субзерен в исследуемой стали происходит путем фрагментации крупных пластин при резком увеличении степени деформации на ускоренной стадии ползучести.

Наиболее значительная разница в исходном размере и кинетике укрупнения наблюдается для частиц карбида  $M_{23}C_6$  (Рис. 9). Уже в исходном состоянии размер частиц  $M_{23}C_6$  в 2 раза меньше чем в сталях со стандартным содержанием бора.

отпуска обладает повышенной стабильностью по сравнению со сталями Р92 и Р92+3%Со (Рис. 7). Скорость укрупнения реек/субзерен на стадии установившейся ползучести монотонно возрастает, и значительно увеличивается на стадии ускоренной ползучести. Следует отметить, что для исследуемой стали характерны относительно небольшие степени деформации, соответствующие началу стадий установившейся и ускоренной ползучести.

Было выявлено, что, как исследуемая сталь, так и стали аналоги типа Р92 подчиняются экспериментальной зависимости:

$$\lg d = \lg d_{ss} + \lg(d_0/d_{ss}) \cdot \exp(-\varepsilon/0.12) \quad (1)$$

где  $d_{ss}$  – ширина реек или размер субзерен при степени деформации  $\varepsilon$ ,  $d_0$  – исходная ширина реек. Близкая корреляция изменения размера реек/субзерен как в сталях Р92 и Р92+3%Со, так и в

Взаимодействие бора с дислокациями несоответствия может приводить к снижению межфазной энергии и уменьшению критического размера зародышей частиц карбида  $M_{23}C_6$ . Критический размер зародыша определяется следующим уравнением:

$$r_0 = 2\sigma/\Delta g_u \quad (3)$$

где  $\sigma$  и  $\Delta g_u$  – межфазная энергия и разница между свободной энергией карбида  $M_{23}C_6$  и ферритной матрицей соответственно. Значения свободной энергии Гиббса карбидов  $M_{23}C_6$ , рассчитанные в программе ThermoCalc для исследуемой стали ( $-47.4$  кДж моль $^{-1}$  для  $M_{23}C_6$  и  $-47.7$  кДж моль $^{-1}$  для  $M_{23}(B,C)_6$ ) незначительно меньше таковых для стали Р92 ( $-46.1$  кДж моль $^{-1}$  для  $M_{23}C_6$ ). При прочих равных, такая разница в свободной энергии образования частиц  $M_{23}C_6$  приведет к изменению в исходном размере зародышей в 1,03 раза. Таким образом, меньший размер частиц в исходном состоянии в исследуемой стали можно связать с понижением межфазной энергии. Если принять исходный размер частиц после отпуска за критический размер, то межфазная энергия частиц  $M_{23}C_6$  в исследуемой стали составляет 0,6-0,7 от межфазной энергии этих частиц в сталях Р92 и Р92+3%Со. Низкое значение межфазной энергии так же приводит к уменьшению скорости укрупнения частиц по механизму Оствальдского созревания в процессе ползучести. Среди частиц вторых фаз, присутствующих в структуре исследуемой стали наибольшую объемную долю составляют частицы  $M_{23}C_6$ . Во многих работах было отмечено, что большое количество частиц данной фазы, является основным фактором, определяющим стабильность исходной реэчной структуры в процессе ползучести. Уменьшенный в 1,5 раза размер частиц  $M_{23}C_6$  по сравнению со стандартными мартенситными сталями типа Р92 приводит как к увеличению силы Зинера, сдерживающей миграцию границ, так и к повышению дисперсионного упрочнения по механизму Орована. Можно заключить, что повышенная стабильность исходной структуры троостита отпуска в исследуемой стали связана с наличием дисперсных частиц  $M_{23}C_6$ , характеризующихся высокой стойкостью к укрупнению в процессе ползучести.

**В ПЯТОЙ ГЛАВЕ** рассматриваются характеристики ползучести стали при краткосрочных и длительных испытаниях и описано влияние процесса укрупнения дисперсионных частиц на деградацию долговременной прочности. Поведение ползучести исследуемой стали было рассмотрено в сравнении со схожими по химическому составу сталями Р92 и Р92+3%Со со стандартным содержанием азота и бора. Во всем исследуемом интервале приложенных напряжений исследуемая сталь обладает повышенным временем до разрушения ( $t_r$ ) (Рис. 10 а).

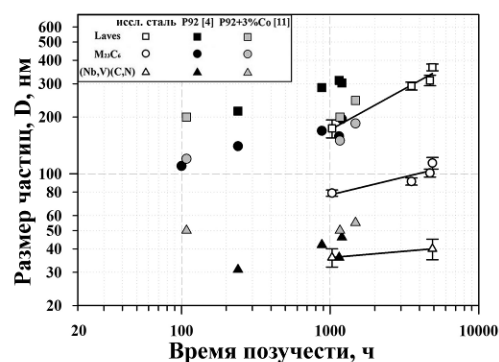


Рисунок 9 – Кинетика роста частиц вторых фаз в сталях типа Р92.



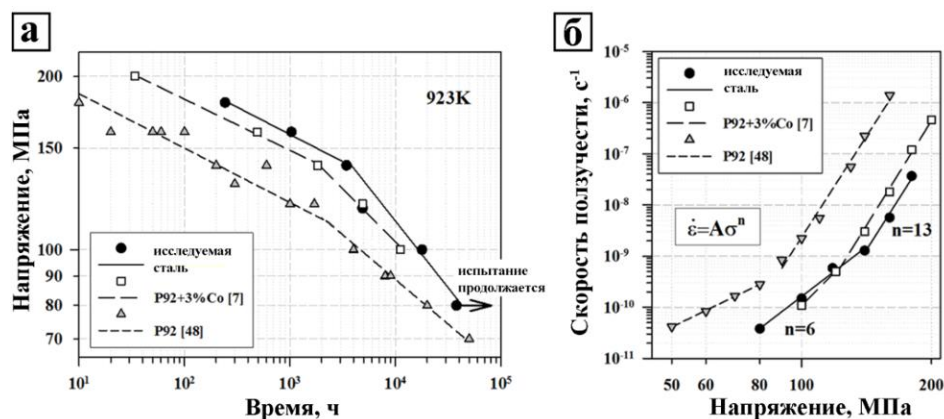


Рисунок 10 – Кривые длительной прочности (а) и зависимость минимальной скорости ползучести от напряжений (б) исследуемой стали и сталей P92 и P92+3%Co при 650°C.

Рассматриваемые стали характеризуются наличием перегиба на кривых длительной прочности, разделяющего режимы кратковременной и длительной ползучести. Напряжение, соответствующее точке перелома для исследуемой стали, и стали P92+3%Co приблизительно совпадает и составляет ~140 МПа. Время до разрушения, при котором наблюдается перегиб, для исследуемой стали в ~2 раза больше чем в сталях P92 и P92+3%Co. В исследуемой стали наблюдается хорошая корреляция между перегибом на кривой длительной прочности и зависимостью минимальной скорости ползучести от приложенных напряжений, на которой наблюдается уменьшение значения  $n$  в степенном законе ползучести с 13 до 6 (Рис. 10 б).

Перелом на кривой длительной прочности в 9%Cr мартенситных сталях, как правило, сопровождается нарушением зависимости Монкмана-Гранта:

$$t_r = (C_{MG} / \dot{\epsilon}_{\min})^\alpha, \quad (4)$$

где  $C_{MG}$  – константа Монкмана-Гранта, а  $\alpha$  – константа, значение которой обычно меньше единицы. В исследуемой стали зависимость между временем до разрушения,  $t_r$ , и минимальной скоростью ползучести,  $\dot{\epsilon}_{\min}$ , в логарифмических координатах имеет линейный вид, без существенных отклонений от уравнения (4) (Рис. 11 а).

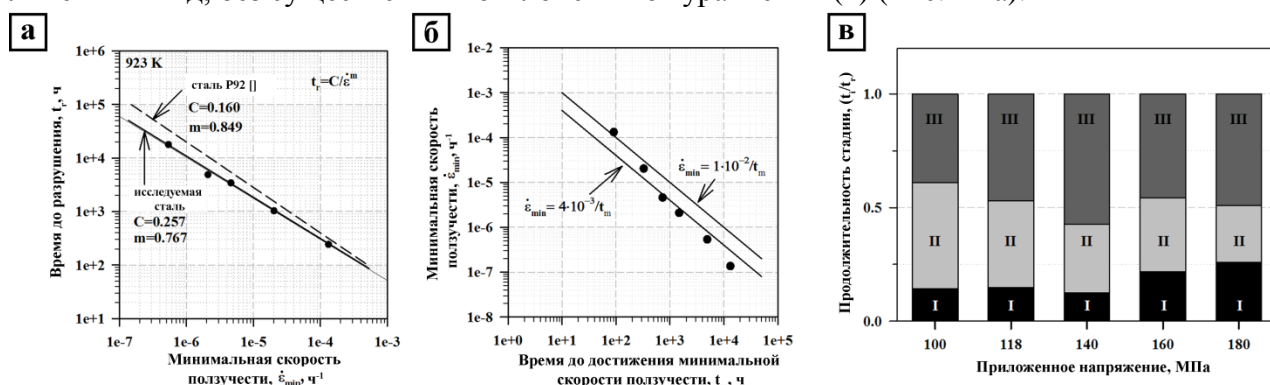


Рисунок 11 – Зависимость времени до разрушения от минимальной скорости ползучести (а), зависимость минимальной скорости ползучести от времени до её достижения (б) и удельная продолжительность стадий ползучести исследуемой стали при напряжениях 100-180 МПа (в).

Относительно большое значение постоянной  $C_{MG}=0,257$  (Рис. 11 а) означает, что исследуемая сталь имеет слабую зависимость времени до разрушения от минимальной скорости ползучести, что указывает на повышенную роль деградации микроструктуры в сопротивлении ползучести стали при низких приложенных напряжениях.

В условиях кратковременной ползучести наблюдается более выраженная зависимость между временем до достижения минимальной скорости ползучести,  $t_m$ , и  $\dot{\epsilon}_{min}$  что указывает на упрочнение стали на стадии неуставившейся ползучести, которое приводит к достижению более низкой  $\dot{\epsilon}_{min}$  и более продолжительной стадии установившейся ползучести (Рис. 11 б).

При краткосрочных испытаниях на ползучесть вклад ускоренной стадии ползучести в общее время до разрушения является более существенным, чем при длительных испытаниях (Рис. 11 в). При низких приложенных напряжениях более продолжительные стадии неуставившейся и установившейся ползучести компенсируются значительным сокращением стадий ускоренной ползучести, что в сумме приводит к сохранению зависимости Монкмана-Гранта. В условиях длительной ползучести, с уменьшением приложенных напряжений, наблюдается монотонное

отклонение на прямолинейной зависимости  $\ln t_m$  от  $\ln \dot{\epsilon}_{min}$ . Такое отклонение указывает на деградацию сопротивления ползучести стали, вызванную разупрочнением стали на всех трех стадиях, т.е. на стадии неуставившейся, установившейся и ускоренной ползучести.

Реечная структура не претерпевает существенных изменений в процессе длительного отжига. За ~5000 часов отжига средний поперечный размер реек увеличился в 1,5 раза, а плотность дислокаций уменьшилась в 2 раза до  $1,2 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ . Пластическая деформация в области шейки образцов приводит к значительным изменениям в исходной реечной структуре троостита отпуска (Рис. 12).

Важной особенностью исследуемой стали является сохранение реечной структуры в областях равномерного удлинения образцов на ползучесть при всех приложенных напряжениях. При длительной ползучести, слияние реечных границ внутри блоков приводит к возникновению протяженных кристаллов с лентикулярной морфологией.

Такое изменение структуры обуславливает образование более крупных, равноосных субзерен в области шейки образцов (Таблица 3, Рис. 13).

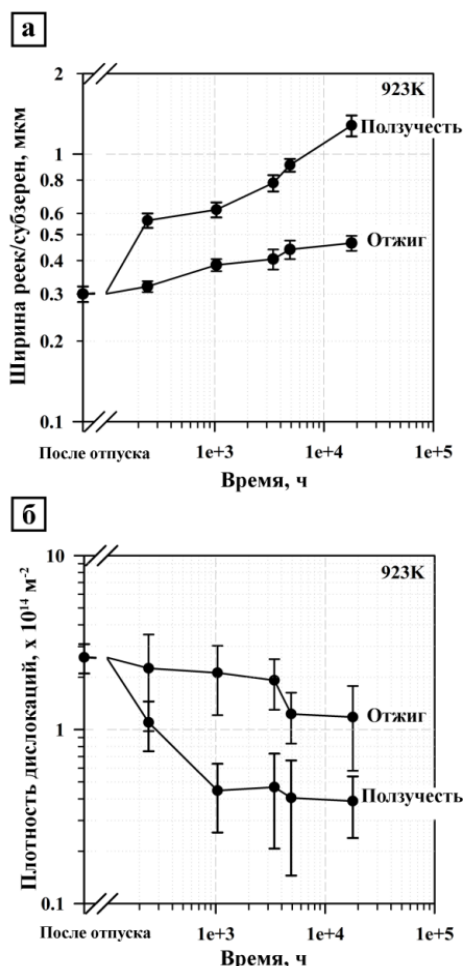


Рисунок 12 – Средняя ширина реек/размер субзерен (а) и плотность дислокаций (б) в исследуемой стали после отжига и ползучести.

Таблица 3 – Микроструктурные параметры стали после ползучести при 650°C в различных областях образцов.

	Отпуск при 750°C	180 МПа, 243 ч		140 МПа, 3 430 ч		100 МПа, 17 863 ч		
		Область Захвата	3 мм от пов-ти разр-ия	Область Захвата	3 мм от пов-ти разр-ия	Область Захвата	10 мм от пов-ти разр-ия	3 мм от пов-ти разр-ия
Ширина реек/субзерен, мкм	0,3±0,02	0,32±0,02	0,57±0,04	0,41±0,04	0,78±0,06	0,47±0,03	0,51±0,05	1,28±0,12
Плотность дислокаций, $\times 10^{14} \text{ м}^{-2}$	2,60±0,5	2,25±1,3	1,10±0,4	1,92±0,6	0,47±0,3	1,18±0,6	0,40±0,1	0,38±0,1
Размер $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , нм	66±3	74±3	76±4	81±3	107±4	113±3	142±9	154±11
Размер $(\text{Fe,Cr})_2(\text{W,Mo})$ , нм	-	161±19	165±12	256±18	283±18	458±40	525±25	550±51
Размер МХ, нм	35±5	35±8	35±7	38±7	40±8	50±7	52±10	54±7

Исследование структуры стали в непосредственной близости от поверхности разрушения позволило установить, что её формирование происходит в условиях непрерывной динамической рекристаллизации. Уменьшение приложенных напряжений приводит к увеличению среднего размера зерен в рекристаллизованной структуре. Так же следует отметить, что развитие рекристаллизации сопровождается уменьшением доли  $\Sigma 3$  границ с углом разориентировки 60,4° (Рис. 13).

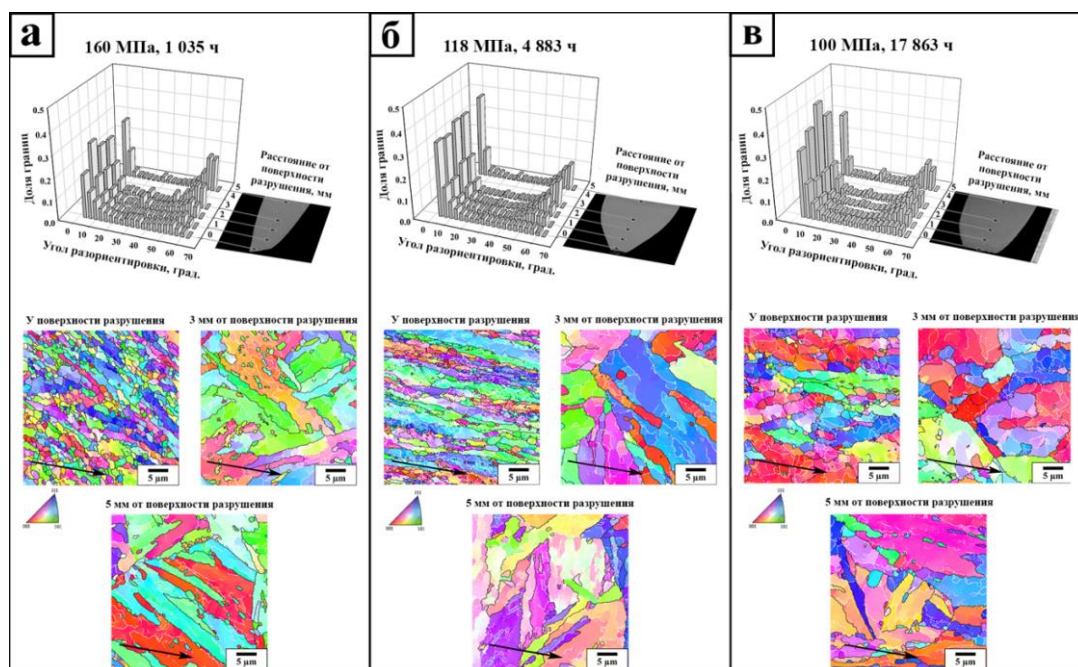


Рисунок 13 – Микроструктуры исследуемой стали после ползучести при напряжениях 160 МПа (а), 118 МПа (б) и 100 МПа (в) сформированные на различном расстоянии от поверхности разрушения. Стрелками указано направление растяжения.



При кратковременной ползучести на большинстве границ реек и блоков сохраняется значительная часть частиц фазы Лавеса и  $M_{23}C_6$ . Однако с увеличением времени ползучести происходит преимущественный рост частиц на границах пакетов и ИАЗ, приводящий к уменьшению плотности частиц на границах реек и блоков (Рис. 14).

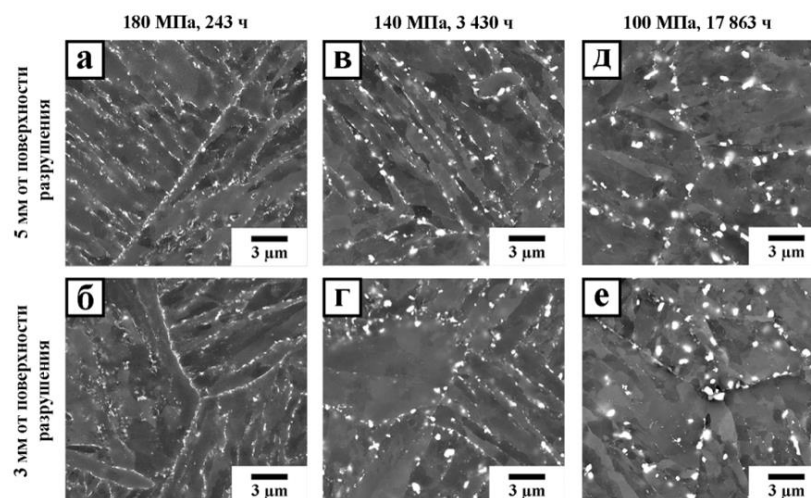


Рисунок 14 – Темнопольные РЭМ изображения, показывающие частицы  $(Fe,Cr)_2(W,Mo)$  и  $M_{23}C_6$  в образцах после испытаний на ползучесть при напряжениях 180 МПа (а,б), 140 МПа (в,г), и 100 МПа (д,е) на различном отдалении от поверхности разрушения.

Таким образом, изменение сопротивления ползучести стали при переходе от кратковременного режима ползучести к длительному хорошо коррелирует с изменением в распределении зернограницных частиц в структуре. Следствием такого изменения так же является увеличение доли малоугловых границ с углами разориентировки от 2 до 5° в рабочей части образцов после длительной ползучести.

Локализация деформации существенно ускоряет кинетику укрупнения частиц вторых фаз, в особенности частиц  $M_{23}C_6$ . Экспоненты роста частиц  $M_{23}C_6$  в условиях ползучести и длительного отжига составили  $N = 6,1$  и  $N = 10,5$  соответственно (Рис. 15). Более того, по распределению частиц по размерам видно, что деформация приводит к увеличению разброса в размерах данных частиц.

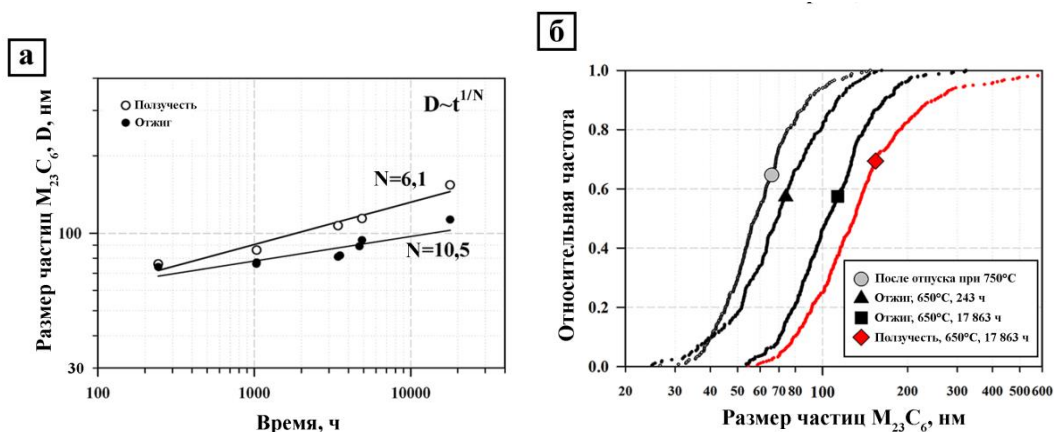


Рисунок 15 – Влияние отжига и ползучести на средний размер частиц  $M_{23}C_6$  (а) и их распределение по размерам (б).

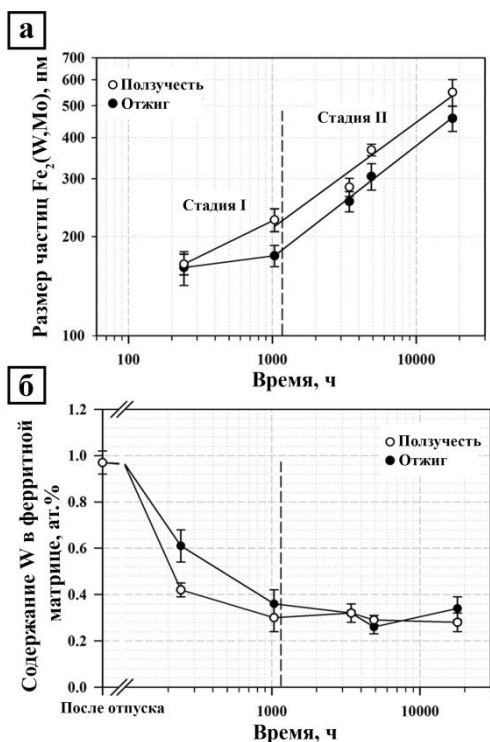


Рисунок 16 – Изменение размеров частиц  $(Fe, Cr)_2(W, Mo)$  при ползучести и отжиге (а) и изменение содержание W в ферритной матрице при ползучести и отжиге (б).

Рост частиц фазы Лавеса происходит в 2 стадии (Рис. 16). На первой стадии рост частиц сопровождается постоянным увеличением их объемной доли и уменьшением перенасыщения твердого раствора. Деформация значительно увеличивает скорость роста частиц на этой стадии, что приводит к увеличению их среднего размера до ~200 нм после ползучести при напряжении 160 МПа. Вторую стадию роста можно отнести к Оствальдовскому созреванию, протекающему при сохранении объемной доли частиц, движущей силой которого является уменьшение площади поверхности раздела фаз. Интересно, что деформация не приводит к существенному увеличению кинетики роста частиц фазы Лавеса на второй стадии, а разница в размерах данных частиц после длительной ползучести и отжига, в первую очередь, связана с более интенсивным укрупнением частиц при ползучести на первой стадии.

Длительная ползучесть сопровождается двухфазным разделением карбонитридов MX на частицы, обогащенные Nb и V (Рис. 17).

В отличие от 9-12%Cr сталей с содержанием азота ~0,05%, выраженное двухфазное разделение данных частиц по химическому составу происходит только после  $\sim 10^3$  ч ползучести при 650°C. Частицы карбонитридов MX обладают высокой стойкостью к укрупнению, как при отжиге, так и при ползучести.

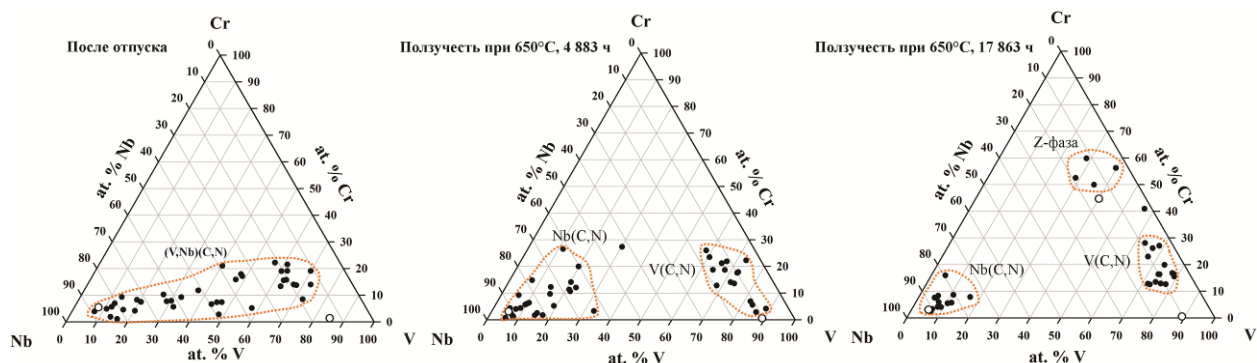


Рисунок 17 – Изменение в химическом составе частиц карбонитридов  $(V, Nb)(C, N)$  с увеличением времени ползучести. Незакрашенными символами обозначены равновесные химические составы частиц Nb(C,N); V(C,N) и Z-фазы.

Средний размер частиц после ползучести и отжига длительностью 17 863 ч существенно не отличается и составляет 50 и 54 нм соответственно. Тем не менее, следует отметить, что длительная ползучесть так же приводит к трансформации частиц MX в частицы комплексного нитрида Z-фазы (Рис. 18).

Исследования структуры рассматриваемой стали не выявили существенных различий в ориентационных соотношениях частиц  $M_{23}C_6$  с ферритной матрицей при

отжиге и ползучести. Можно сделать вывод, что ползучесть не приводит к значительному изменению межфазной энергии данных частиц.

Несмотря на значительную разницу в среднем размере частиц в исследуемой стали и стали P92+3%Co, изменение разницы в размере частиц при ползучести происходит с приблизительно одинаковой скоростью, что указывает на то, что уменьшение межфазной энергии не оказывает значительного влияния на спровоцированное деформацией ускоренное укрупнение.

Рассчитанные средние размеры частиц для разных времен отжига были представлены как  $r^n - r_0^n$  от времени отжига, где  $n=3,4,5$  соответствуют контролирующему массопереносу путем объемной, зернограницной и трубочной диффузии, соответственно. При отжиге наилучшее совпадение экспериментальных данных наблюдается для зависимости  $r^4 - r_0^4$ , что подтверждает зернограницный механизм укрупнения частиц  $M_{23}C_6$ .

В качестве наиболее вероятной причины ускорения укрупнения карбидов  $M_{23}C_6$  за счет деформации при ползучести может служить дополнительный диффузионный поток вдоль линий дислокаций, которые задерживаются на частицах  $M_{23}C_6$  и различных межкристаллитных границах при скольжении и/или переползании (Рис. 19). Так как скорость укрупнения частиц пропорциональна плотности диффузионного потока атомов направленных к частице:

$$\frac{dr}{dt} = \sum_i J_i, \quad (5)$$

где  $J_i$  – плотность диффузионного потока  $i$ -го механизма массопереноса, можно получить следующее уравнение, объединяющее зависимости  $t^{1/4}$  и  $t^{1/5}$ :

$$\frac{dr}{dt} = \frac{K_{GB}}{r^3} + \frac{\bar{N}K_P}{r^4}, \quad (6)$$

где  $N$  – среднее количество дислокаций находящихся в контакте с каждой частицей. Уравнение (6) корректно описывает процесс укрупнения в случае массопереноса по границам зерен ( $K_P = 0$ ) и по дислокационным трубкам ( $K_{GB} = 0$ ). При этом, следует учитывать, что

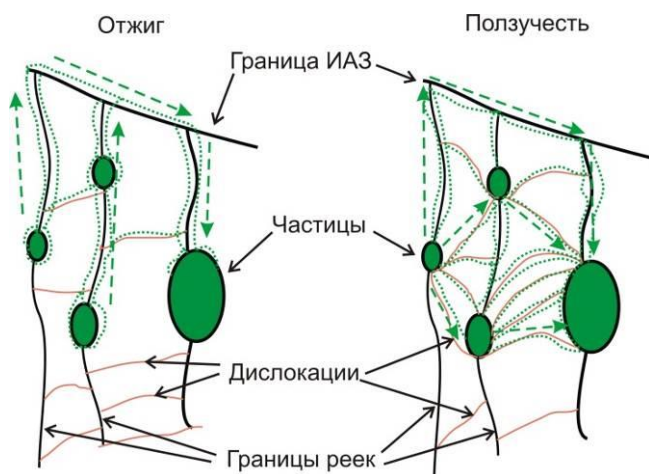


Рисунок 19 – Схематическое изображение, иллюстрирующее возникновение дополнительного диффузионного потока к частицам  $M_{23}C_6$  по дислокациям в условиях ползучести.

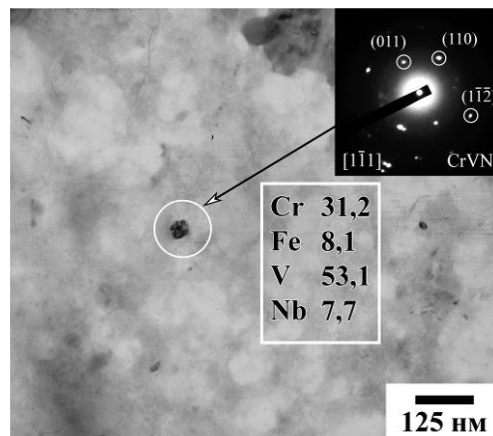


Рисунок 18 – Частица Z-фазы в исследуемой стали после ползучести длительностью 17 863 ч при 650°C. Химический состав указан в ат.%.

разработанная модель укрупнения для смешанного механизма массопереноса не учитывает разброс в размерах частиц на границах различного типа в исходном состоянии, а также изменение в химическом составе частиц с увеличением времени ползучести/отжига.

**В ШЕСТОЙ ГЛАВЕ** рассматриваются механические свойства и структура сварного соединения 9%Cr мартенситной стали, полученного с использованием присадочной стали 10X9K3B2HMAФБР. В качестве основного металла (ОМ) была выбрана, хорошо зарекомендовавшая себя в эксплуатации, сталь 11X9MBФБР, P911 по американской классификации ASME (Таблица 4).

Таблица 4 – Химический состав свариваемой стали 11X9MBФБР (% вес.).

	Fe	C	Si	Mn	Cr	Mo	W	V	Nb	B	N
11X9MBAФБР	ост.	0,11	0,06	0,36	9,09	1,02	1,11	0,22	0,09	0,005	0,05

Сварка стали осуществлялась аргонно-дуговым методом с использованием подогрева свариваемых листов до температуры  $\sim 250^{\circ}\text{C}$ . Полученные сварные соединения были медленно охлаждены для обеспечения завершения мартенситного превращения и затем подвергнуты отпуску при температуре  $760^{\circ}\text{C}$  в течение 2-х часов.

Зоны сварного соединения хорошо различимы после химического травления (Рис. 20 а). Как в металле шва (МШ), так и в зоне термического влияния (ЗТВ) микроструктура полностью представлена мартенситом отпуска без включений  $\delta$ -феррита. В ЗС исследуемого сварного соединения формируются участки с вытянутыми исходными аустенитными зернами, что, связано с процессом направленной кристаллизации сварочной ванны. Средний размер ИАЗ в ЗС и ЗТВ составил  $15\pm 6$  мкм и  $8\pm 3$  мкм, соответственно.

Характерной особенностью микроструктуры стали в зоне сплавления (Рис. 20 б) является высокая плотность дислокаций  $\sim 2,03\pm 0,61\times 10^{14} \text{ м}^{-2}$  внутри мартенситных реек, что указывает на наличие высоких внутренних напряжений в этой зоне. Размер частиц вторых фаз в зоне сплавления существенно меньше размера частиц в ОМ и ЗТВ. Это объясняется комплексным легированием присадочного металла, включающим повышенное содержание бора для снижения скорости укрупнения частиц карбида  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  и уменьшенное содержание азота, что влияет на образование и рост частиц карбонитридов МХ.

Твердость стали в зоне ОМ составила 242 НV. Видно, что твердость МШ приблизительно на 25% выше твердости ОМ (Рис. 20 в). По мере удаления от границы зоны сплавления твердость снижается, и достигает наименьших значений  $\sim 220$  НV в ЗТВ. Значения предела текучести и предела прочности полученного сварного соединения при комнатной температуре (470 и 670 МПа) близки к таковым для стали 11X9MBФБР (500 и 675 МПа). Предел длительной прочности исследуемого сварного соединения ( $\sigma_{10^5}^{650} = 70$  МПа) незначительно уступает жаропрочности стали 11X9MBФБР ( $\sigma_{10^5}^{650} = 80$  МПа), являющейся металлом основы, что объясняется дополнительным разупрочнением в ЗТВ, вызванным нагревом околосшовной области металла при сварке (Рис. 20 г).



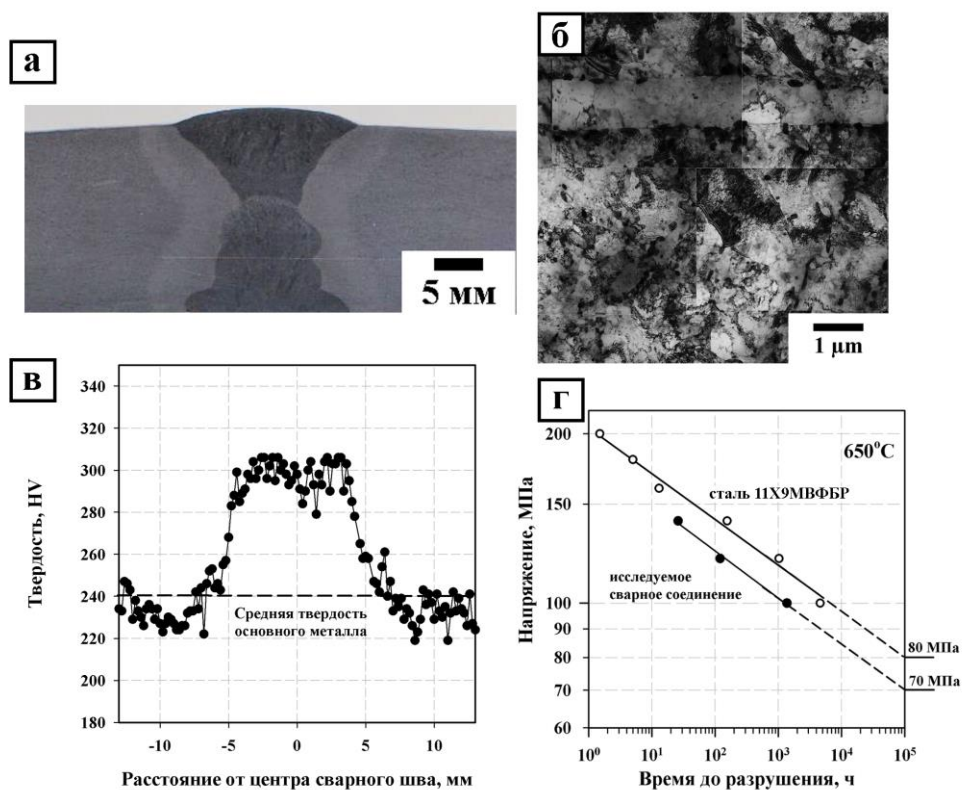


Рисунок 20 – Исследуемое сварное соединение в поперечном срезе после химического травления (а), ПЭМ изображение структуры в зоне сплавления (б), распределение твердости по сечению сварного шва (в), длительная прочность стали 11Х9МВФБР и исследуемого сварного соединения при 650°C (г).

Как при испытаниях на растяжение, так и при испытаниях на ползучесть локализация деформации и разрушение сварного соединения происходило в ЗТВ. Средний размер частиц  $M_{23}C_6$  и  $MX$  в ЗТВ после сварки превышает таковой в ОМ на 24% и на 7% соответственно. За 1375 часов ползучести в ЗТВ происходит формирование крупных равноосных субзерен, тогда как в ОМ и МШ сохраняется речная структура.

Таким образом, использование стали 10Х9К3В2НМАФБР в качестве присадочного материала при аргонодуговой сварке позволяет получать высокопрочные сварные соединения, из современных 9%Cr мартенситных сталей, характеризующихся повышенным сопротивлением ползучести металла шва.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. В стали 10X9K3B2HMAФБР с 120 ppm бора и 70 ppm азота с увеличением температуры отпуска от 350 до 750°C реализуется следующая последовательность выделения карбидов железа и хрома: Мартенсит→ $M_3C$ →  $M_{23}C_6$  пластинчатый→  $M_{23}C_6$  глобулярный

Формирование пластинчатого карбида  $M_{23}C_6$  при температуре отпуска 500°C приводит к охрупчиванию стали. Замена пластинчатого карбида  $M_{23}C_6$  на глобулярный  $M_{23}C_6$  при  $T_{отп} \geq 650^\circ C$  и формирование частиц  $(V,Nb)(C,N)$  при  $T_{отп}=750^\circ C$  сопровождается изменением механизма разрушения с хрупкого на вязкий и увеличением ударной вязкости до 244 Дж/см<sup>2</sup>. Частицы  $(Nb,V)(C,N)$  после высокотемпературного отпуска характеризуются широким распределением Nb/V. Удельный объем карбидов  $M_{23}C_6$  и карбонитридов  $M(C,N)$ , выделившихся при отпуске при 750°C, длительностью 3 ч. существенно меньше термодинамически равновесных величин.

2. В процессе длительного старения и ползучести при 650°C происходит выделение частиц фазы  $(Fe,Cr)_2(W,Mo)$ , преимущественно по границам реек и блоков. Частицы  $(Fe,Cr)_2(W,Mo)$  характеризуются относительно высокой скоростью укрупнения с экспонентой роста ~2. Влияние деформации на укрупнение данных частиц находится в пределах погрешности измерений. Выделение зернограницных частиц  $(Fe,Cr)_2(W,Mo)$  упрочняет сталь на переходной стадии и приводит к снижению минимальной скорости ползучести, особенно в условиях кратковременных испытаний, тогда как рост и растворение данных частиц по границам реек и блоков при длительной ползучести приводит к изменению зависимости приложенных напряжений от времени до разрушения и уменьшению показателя  $n$  в степенном законе ползучести с 13 до 6.

3. На переходной стадии ползучести происходит довыделение частиц карбида  $M_{23}C_6$ , в основном, на существующих после отпуска частицах. Деформация приводит к увеличению скорости укрупнения данных частиц, несмотря на то, что рациональные ориентационные соотношения  $M_{23}C_6$ /феррит сохраняются при ползучести. Растворение частиц, располагающихся по границам реек, на стадии переходной и установившейся ползучести коррелирует с переходом от кратковременной к длительной ползучести.

4. При ползучести длительностью более  $\sim 5 \cdot 10^3$  часов происходит полное двухфазное разделение частиц карбонитридов  $MX$  на частицы обогащенные Nb и V. При длительной ползучести, под воздействием деформации происходит образование частиц Z-фазы. Частицы карбонитридов  $MX$  характеризуются низкой склонностью к укрупнению с экспонентой роста ~18, при этом деформация не оказывает значительного влияния на скорость укрупнения данных частиц.

5. Сварное соединение стали 11X9MBФБР, полученное с использованием присадочной проволоки из стали 10X9K3B2HMAФБР при комнатной температуре демонстрирует высокое значение прочностных характеристик на уровне 90% и выше от прочности стали 11X9MBФБР. Повышенное сопротивление ползучести сварного соединения в зоне сплавления объясняется высокой дисперсностью и низкой скоростью укрупнения частиц вторых фаз в металле шва.

**ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ ИЗЛОЖЕНО В СЛЕДУЮЩИХ РАБОТАХ, ОПУБЛИКОВАННЫХ В НАУЧНЫХ ЖУРНАЛАХ, ВХОДЯЩИХ В ПЕРЕЧЕНЬ ВАК:**

1. Fedorova, I., Kostka, A., **Tkachev, E.**, Belyakov, A., & Kaibyshev, R. Tempering behavior of a low nitrogen boron-added 9% Cr steel // Materials Science and Engineering: A. – 2016. – Т. 662. – С. 443-455.
2. Fedoseeva, A., **Tkachev, E.**, Dudko, V., Dudova, N., & Kaibyshev, R. Effect of alloying on interfacial energy of precipitation/matrix in high-chromium martensitic steels // Journal of Materials Science. – 2017. – Т. 52. – №. 8. – С. 4197-4209.
3. **Tkachev, E.**, Odnobokova, M., Kipelova, A., Belyakov, A., & Kaibyshev, R. Effect of tempering on microstructure and creep properties of P911 steel // Materials Science Forum. – Trans Tech Publications, 2017. – Т. 879. – С. 1963-1968.
4. **Tkachev E.**, Belyakov A., Kaibyshev R. Creep behavior and microstructural evolution of a 9% Cr steel with high B and low N contents // Materials Science and Engineering: A. – 2018. – Т. 725. – С. 228-241.
5. **Tkachev E.**, Belyakov A. Microstructure and mechanical properties of a modified P911-type steel weld joint // AIP Conference Proceedings. 2018. (2051). С. 020307.
6. **Tkachev E.**, Belyakov A. Effect of tempering on microstructure and mechanical properties of a Ta-added 9% Cr steel with high B and low N contents // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – IOP Publishing, 2019. – Т. 525. – №. 1. – С. 012049.
7. **Tkachev E.**, Belyakov A., Kaibyshev R. Creep strength breakdown and microstructure in a 9% Cr steel with high B and low N contents // Materials Science and Engineering: A. – 2020. – Т. 772. – С. 138821.
8. **Ткачѐв Е. С.**, Беляков А. Н. Стабильность дислокационной структуры жаропрочной стали 10Х9К3В2МФБР в процессе ползучести при температуре 650° С // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. – 2016. – Т. 21. – №. 3.
9. **Ткачѐв Е. С.**, Беляков А. Н., Кайбышев Р.О. Роль деформации в коагуляции частиц карбида  $M_{23}C_6$  в 9%Cr стали // Физика Металлов и Металловедение – 2020. – Т. 121. – №. 8 – С. 884-891.

**Патенты:**

Патент РФ № RU 2655496. Жаропрочная сталь мартенситного класса / Федосеева А. Э., Кайбышев Р. О., **Ткачѐв Е. С.**, Мишнев Р. В., Дудко В. А., Дудова Н. Р. / Зарегистрирован в Государственном реестре изобретений РФ 28 мая 2018 г.

Патент РФ № RU 2688017. Способ термомеханической обработки жаропрочной стали мартенситного класса/ Кайбышев Р.О., Дудова Н. Р., Дудко В.А., Федосеева А.Э., Мишнев Р.В., **Ткачѐв Е.С.** / Зарегистрирован в Государственном реестре изобретений РФ 17 мая 2019 г.