

На правах рукописи



Дудко Валерий Александрович

**РОЛЬ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ
МАРТЕНСИТА И ВТОРИЧНЫХ ФАЗ
В ЖАРОПРОЧНОСТИ СТАЛИ 10Х9В2МФБР**

**Специальность 05.16.01 – Металловедение и термическая
обработка металлов и сплавов**

**АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук**

Москва – 2014

Работа выполнена в научно-исследовательской лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов ФГАОУ ВПО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет»

Научный руководитель

КАЙБЫШЕВ Рустам Оскарович,
доктор физико-математических наук,
старший научный сотрудник

Официальные оппоненты:

КОСТИНА Мария Владимировна,
доктор технических наук, доцент
(Институт металлургии и материаловедения
им. А.А. Байкова (ИМЕТ РАН))

ГЛАДШТЕЙН Владимир Исаакович,
доктор технических наук, заведующий
лабораторией турбинных сталей
(ОАО «Всероссийский дважды ордена
Трудового Красного Знамени теплотехни-
ческий научно-исследовательский
институт» (ОАО «ВТИ»))

Ведущая организация

ГНЦ РФ ФГУП «Центральный научно-
исследовательский институт черной метал-
лургии им. И.П. Бардина» (ЦНИИЧЕРМЕТ
им. Бардина)

Защита состоится «27» марта 2014 г. в 15:30 на заседании диссертационного совета Д 212.132.08 на базе ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС"» по адресу: 119049, г. Москва, Ленинский проспект, д. 4, ауд. Б-607. Отзыв в двух экземплярах просьба отправлять на имя ученого секретаря диссертационного совета.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС"».

Автореферат разослан « » февраля 2014 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
доктор физико-математических наук



Мухин С.И.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. В настоящее время в США, Японии, Китае, странах Европы строится большое количество угольных энергоблоков, работающих при суперсверхкритических параметрах пара ($T = 600-620^{\circ}\text{C}$, $P = 250-340$ атмосфер). Коэффициент полезного действия (КПД) этих устройств на ~6-7% выше КПД энергоблоков, работающих при температуре пара 545°C . Увеличение температуры и давления пара стало возможным благодаря разработке новых жаропрочных теплотехнических сталей мартенситного класса, содержащих 9%Cr, которые применяются для высокотемпературных контуров котлов и главного паропровода. Высокое сопротивление ползучести этих сталей достигается комплексным легированием, обеспечивающим как твердорастворное, так и дисперсионное упрочнение. Дислокационная структура мартенсита тоже вносит существенный вклад в жаропрочность. До постановки настоящей работы соотношения вкладов различных механизмов упрочнения в жаропрочность сталей, содержащих 9%Cr, оставались невыясненными. Это затрудняло разработку модификаций этих сталей с повышенной жаропрочностью, поскольку непонятен был их микроструктурный дизайн. В данной работе рассматривается роль структурных факторов в жаропрочности стали 10X9B2MФБР с температурой эксплуатации до 620°C , что позволяет дать научное обоснование микроструктурному дизайну сталей этого типа. Кроме того, эта сталь, сертифицированная ASME как P92, широко используется для высокотемпературных контуров котлов. Полученные в работе данные позволяют более точно предсказать поведение этого материала на больших ресурсах.

Стали мартенситного класса, содержащие 9%Cr, являются уникальными теплотехническими материалами, которые эксплуатируются с исходно неравновесной структурой, формирующейся при термической обработке, состоящей из нормализации и отпуска. Стабильность этой структуры при длительных отжигах и ползучести определяет жаропрочность стали. Основными целями нормализации являются растворение частиц карбидов и карбонитридов и формирование структуры пакетного мартенсита. Рекомендуемой температурой нормализации при окончательной термообработке изделий из современных сталей, содержащих 9%Cr, является температура в интервале $1050-1070^{\circ}\text{C}$. В то же время, температура началаковки высокохромистых мартенситных сталей обычно составляет 1150°C . При этой температуре уровень механических свойств позволяет проводить операции формообразования на стандартном оборудовании для обработки металлов давлением, а также происходит наиболее полное растворение карбидов и карбонитридов и, следовательно, формируются значительно более крупные аустенитные зерна. Известно, что чем крупнее размер аустенитного зерна, тем грубее продукты превращения при охлаждении и ниже уровень прочности стали. На момент постановки данной работы в литературе отсутствовали данные о влиянии размера исходного аустенитного зерна на микроструктуру после отпуска и сопротивление

ползучести современных сталей мартенситного класса. Данная работа восполняет этот пробел.

Основной целью отпуска жаропрочных мартенситных сталей, содержащих 9%Cr, является выделение карбидов и карбонитридов, которые обеспечивают устойчивость дислокационной структуры мартенсита против длительного старения и ползучести, а также дисперсионное упрочнение. Карбиды Me_{23}C_6 выделяются по границам исходных аустенитных зерен (ИАЗ), пакетов, блоков и реек. Карбонитриды $\text{Me}(\text{C},\text{N})$ выделяются равномерно в структуре. Количество, размер, распределение дисперсных частиц как по размеру, так и по объему материала являются основными факторами, определяющими сопротивление ползучести. Для обеспечения высокой жаропрочности необходимо, чтобы при температуре отпуска формировались дисперсные частицы минимального размера, которые будут устойчивы к коагуляции и растворению в течение длительного времени в условиях ползучести. На момент постановки данной работы в литературе отсутствовали систематические данные об эволюции микроструктуры как при отпуске, так и при ползучести сталей мартенситного класса нового поколения, содержащих 9%Cr. Было известно, что ширина реек увеличивается с ростом степени деформации при ползучести. Однако в большинстве работ, которые были посвящены изучению влияния ползучести на структуру сталей, содержащих 9%Cr, рассматривались только структуры, сформировавшиеся в разрушенных образцах. Эволюция микроструктуры на различных стадиях ползучести не изучалась. В рамках данной работы проводится детальный анализ структурных изменений в стали типа P92 в процессе ползучести и на основе полученных данных делается вывод о причинах уникально высокой жаропрочности сталей мартенситного класса, содержащих 9%Cr.

Цель работы — установить роль структуры в высоком сопротивлении ползучести стали 10X9B2МФБР. Для достижения поставленной цели решались следующие частные задачи:

1. Установить влияние режимов термической обработки на микроструктуру и сопротивление ползучести.
2. Выявить микроструктурные изменения в процессе ползучести стали 10X9B2МФБР.
3. Установить эффективность частиц различных вторых фаз в обеспечении стабильности дислокационной структуры мартенсита при долговременном старении и ползучести.
4. Определить последовательность структурной эволюции при ползучести стали 10X9B2МФБР, объясняющую многократное уменьшение скорости ползучести на первой стадии ползучести и роль карбонитридов $\text{Me}(\text{C},\text{N})$ в эволюции дислокационной структуры мартенсита и жаропрочности.

Научная новизна. Установлено, что тормозящая сила, обусловленная выделениями карбидов Me_{23}C_6 и фазы Лавеса как по большеугловым, так и по малоугловым границам, существенно больше, чем от частиц $\text{Me}(\text{C},\text{N})$, выделившихся равномерно в структуре. Зернограничные частицы обеспечивают эффективную стабилизацию дислокационной структуры мартенсита в условиях

длительного старения при 650°C. При ползучести частицы Me_{23}C_6 и фаза Лавеса коагулируют, что уменьшает тормозящую силу. Процессы рекристаллизации в стали 10X9B2MФБР при ползучести не развиваются. Переход от установившейся стадии ползучести к стадии ускоренной ползучести связан с миграцией малоугловых границ, что выражается в резком увеличении толщины реек и трансформации дислокационной структуры мартенсита в субзеренную.

Показано, что карбонитриды $\text{Me}(\text{C},\text{N})$ устойчивы к коагуляции как при длительном старении, так и при ползучести при 650°C. Их удельная доля не меняется. Они затрудняют движение дислокаций, что препятствует трансформации границ мартенситных реек в субзеренные границы. Высокая жаропрочность стали 10X9B2MФБР обусловлена высокими пороговыми напряжениями, источниками которых являются внутренние напряжения в дислокационной структуре мартенсита и карбонитриды $\text{Me}(\text{C},\text{N})$. Величина пороговых напряжений превышает долговременный предел ползучести.

На основе полученных на примере стали 10X9B2MФБР экспериментальных данных предложена последовательность структурной эволюции при ползучести сталей мартенситного класса. Переходная стадия ползучести связана с движением не закрепленных карбонитридами $\text{Me}(\text{C},\text{N})$ дислокаций, что приводит к их аннигиляции. При ползучести происходит укрупнение карбонитридов и уменьшение плотности дислокаций, что уменьшает пороговые напряжения и приводит к переходу пластического течения на третью стадию ускоренной ползучести.

Практическая значимость. Обоснованы оптимальные температуры нормализации и отпуска стали 10X9B2MФБР.

На защиту выносятся следующие положения:

1. Зависимость микроструктуры и сопротивления ползучести от режимов термической обработки стали 10X9B2MФБР.

2. Влияние длительного старения и ползучести при 650°C на структуру стали 10X9B2MФБР.

3. Закономерности эволюции структуры при ползучести стали 10X9B2MФБР, которые объясняют многократное уменьшение скорости ползучести на первой стадии и роль карбонитридов $\text{Me}(\text{C},\text{N})$ и дислокационной структуры мартенсита в жаропрочности.

4. Роль карбидов Me_{23}C_6 и фаз Лавеса Fe_2W в стабильности дислокационной структуры мартенсита при длительном старении и ползучести в стали 10X9B2MФБР.

Апробация работы. Основные результаты диссертационной работы были представлены на международных и российских конференциях: Второй международной конференции ECCC «Creep & Fracture in High Temperature Components – Design & Life Assessment», Дюбендорф, Швейцария, 2009; «International Conference on the Strength of Materials (ICSMA-15)», Дрезден, Германия, 2009; Всероссийской конференции с элементами научной школы для молодежи, Белгород, 2009; «Recrystallization and Grain Growth (ReX&GG IV)», Шеффилд, Великобритания, 2010; Международной конференции с элементами научной школы «Наноматериалы и нанотехнологии в металлургии и материаловедении» Белгород, 2011; «International Conference on Processing &

Manufacturing of Advanced Materials», Thermec'2011, Quebec City, Canada, 2011; «International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials», Thermec'2013, Las-Vegas, USA, 2013.

Вклад автора. Соискатель активно участвовал в постановке экспериментов, лично проводил эксперименты, структурные исследования, механические испытания, обработку и анализ результатов исследований; принимал участие в подготовке и написании научных публикаций.

Достоверность результатов диссертационной работы обусловлена использованием современного исследовательского оборудования от ведущих мировых производителей, проведением испытаний в соответствии с действующими ГОСТами, а также повторяемостью результатов, получением одних и тех же результатов с помощью различных методов исследования, сопоставимостью полученных результатов с литературными данными.

Публикации. Основное содержание диссертации отражено в 8 работах, включенных в перечень журналов ВАК.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов и списка литературы. Работа изложена на 132 страницах, содержит 45 рисунков и 10 таблиц. Список литературы включает 125 наименований.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обоснована актуальность выбранной темы диссертации. Сформулированы ее цель, научная новизна и практическая значимость.

Глава 1. Обзор литературы. В данной главе рассмотрены общие сведения о жаропрочных сталях мартенситного класса, области их применения, причины их высокого сопротивления ползучести. Подробно описано влияние легирующих элементов на структуру и свойства сталей мартенситного класса. Приведено описание карбидных реакций при отпуске сталей мартенситного класса. Описаны механизмы упрочнения, действующие при высокотемпературной ползучести высокохромистых сталей мартенситного класса. Проанализированы литературные данные о микроструктурных изменениях, происходящих при ползучести сталей с 9-12% Cr. Отмечено, что эволюция микроструктуры при ползучести сталей мартенситного класса детально не изучалась. В большей части работ, посвящённых исследованиям жаропрочных сталей, рассмотрены только конечные микроструктуры, сформировавшиеся в разрушенных образцах, тогда как микроструктуры на различных стадиях ползучести не исследовались. На основе анализа литературных данных сформулированы задачи диссертационной работы.

Глава 2. Материал и методики исследования. В качестве материала для исследования выбрана сталь 10X9B2МФБР, сертифицированная ASME как теплотехническая сталь P92. Эта промышленная сталь имеет наивысшую температуру эксплуатации среди всех 9%Cr мартенситных сталей. Химический состав стали приведен в таблице 1. Для исследований был использован металл опытно-промышленной плавки стали, отобранный из трубы с наружным диаметром 377 мм и толщиной стенки 50 мм, которая была изготовлена на Челябинском трубопрокатном заводе.

Термическая обработка стали состояла из нормализации и последующего отпуска при 720-760°C в течение трех часов. Для определения влияния размера аустенитного зерна на сопротивление ползучести стали образцы подвергались нормализации при 1150 и 1050°C и отпуску при 720°C. Образцы для исследования эволюции микроструктуры и фазового состава в процессе ползучести подвергались нормализации с 1050°C и отпуску при 720°C.

Таблица 1 – Химический состав стали 10X9B2MФБР, используемой в работе (Fe – основа) в масс. %

C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	W	V	Nb	N	B	S	P	Cu
0,097	0,17	0,54	8,75	0,21	0,51	1,6	0,23	0,07	0,04	0,003	0,004	0,007	0,15

Испытания на ползучесть были проведены на двух типах образцов. Образцы с диаметром рабочей части 10 мм и рабочей длиной 50 мм были испытаны на ползучесть до разрушения в ОАО ЦНИИТМАШ. Образцы, имеющие прямоугольное поперечное сечение 7×3 мм² и рабочую длину 25 мм, были испытаны в БелГУ до степеней деформации при ползучести, равных 1%, 4%, 8%, для того, чтобы исследовать микроструктуру на различных стадиях ползучести.

Структурные исследования проводились на образцах после отпуска и на продольных частях образцов после ползучести в захватной и рабочей частях с использованием сканирующего электронного микроскопа Quanta 600FEG, оборудованного анализатором дифракции обратно рассеянных электронов и системой построения карт разориентировки, и просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEM-2100 с приставкой для энергодисперсионного анализа. Микроструктура разрушенного образца была исследована в шейке и в захватной части, а образцов, испытанных до степеней деформации 1, 4, 8%, в рабочих частях. Фольги для ПЭМ получали струйной электрополировкой в растворе 10% хлорной кислоты и 90% уксусной ледяной кислоты. При идентификации частиц вторых фаз и определении размеров частиц использовались углеродные реплики. Размер зерен был определен по картам разориентировок как среднее расстояние между большеугловыми границами (БУГ) с углом разориентировки выше 15°. Размеры реек/субзерен были измерены по фотографиям ПЭМ методом секущих. Плотность дислокаций была определена путем подсчета отдельных дислокаций внутри как минимум шести произвольно выбранных фотографий ПЭМ для каждого состояния. Объемная доля фаз рассчитана с помощью программного обеспечения ThermoCalc с использованием баз данных TCFe4 и TCFe6.

Разориентировки границ реек были определены с использованием ПЭМ по анализу карт линий Кикучи. Как минимум 50 границ для каждого состояния было проанализировано. Микродеформации кристаллической решетки в отдельных рейках/субзернах были измерены по смещению компоненты вектора поворота в плоскости дифракционной картины. Внутренние напряжения изучались методом рентгеновской дифракции с использованием дифрактометра Rigaku.

Глава 3. Влияние режимов термической обработки, длительного старения и ползучести на микроструктуру стали 10X9B2МФБР.

Влияние температуры нормализации на структуру стали. Согласно литературным данным, точка A_{c1} в стали Р92 лежит в интервале температур от 800 до 835°C (в зависимости от скорости нагрева и отклонений химического состава стали), а точка A_{c3} – от 900 до 920°C. Расчеты с помощью программного обеспечения ThermoCalc показали, что объемная доля карбонитридов $Me(C,N)$ при 950°C составляет 0,2%, при 1050°C уменьшается до 0,13%, а при 1150°C равна нулю. Карбиды $Me_{23}C_6$ должны полностью раствориться при 900°C. Однако, согласно литературным данным, при температуре аустенитизации, равной 970°C, не все карбиды $Me_{23}C_6$ успевают раствориться. Следовательно, необходимо повышать температуру нагрева под нормализацию для более полного растворения карбидов и карбонитридов. При увеличении температуры аустенитизации от 970 до 1100°C размер исходного аустенитного зерна (ИАЗ) увеличивается от 10 до 30 мкм, а при дальнейшем увеличении температуры до 1150°C происходит его рост до 70 мкм. Таким образом, с одной стороны, при температурах нормализации 970-1070°C значительная часть карбонитридов остается не растворившейся и формируется достаточно мелкое аустенитное зерно. С другой стороны, при более высоких температурах нормализации (1100-1200°C) почти все карбонитриды растворяются и формируются крупные ИАЗ. В связи с этим была проведена оценка влияния температуры нагрева под нормализацию на микроструктуру и распределение дисперсных частиц вторых фаз, сформировавшихся в стали 10X9B2МФБР при последующем отпуске. Для формирования крупного ИАЗ нормализацию проводили при температуре 1150°C. Для формирования мелкого ИАЗ была выбрана температура 1050°C, которая соответствует рекомендуемой для окончательной термической обработки готового изделия. После нормализации стали в обоих случаях был проведен отпуск при 720°C.

В стали после нормализации с 1150°C сформировалось ИАЗ со средним размером около 80 мкм. Наряду с пакетным был обнаружен и пластинчатый мартенсит. Удельная доля специальных границ составляла 13%, а расстояние между БУГ – 5 мкм. Поперечный размер реек мартенсита составлял около 340 нм; плотность дислокаций внутри них $4,3 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Границы реек и блоков были декорированы выделениями частиц со средним размером около 136 нм. Дисперсные частицы $V(C, N)$ были гомогенно распределены внутри реек. Размер дисперсных карбонитридов составлял в основном 5-10 нм, хотя имелись и более крупные частицы размером 20-30 нм.

В стали после нормализации с 1050°C размер ИАЗ уменьшился в 4 раза и составил 20 мкм. Практически весь мартенсит относился к пакетному типу. Уменьшение размера ИАЗ привело к уменьшению размера пакетов мартенсита и к увеличению доли специальных границ до 17%. Расстояние между БУГ уменьшилось до 2,6 мкм. Поперечный размер реек мартенсита составлял 330 нм, плотность дислокаций была равной $6,2 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$.

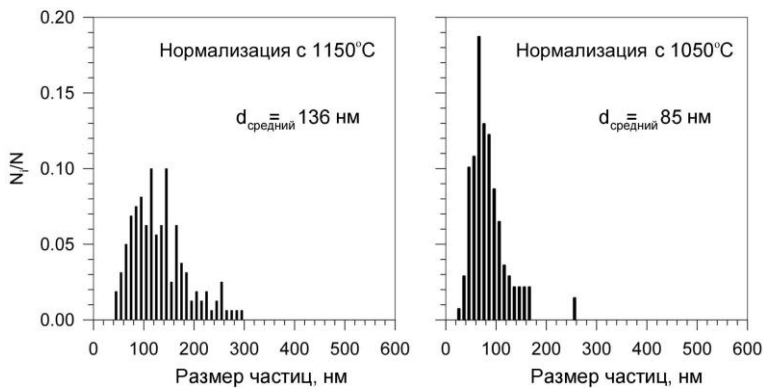


Рисунок 1 – Распределение по размерам частиц вторых фаз на границах в стали 10X9B2MФБР после нормализации и последующего отпуска (N_i – число частиц в заданном интервале размеров, N – общее число измеренных частиц)

аустенитизации не повлияла на распределение мелких частиц типа $Me(C,N)$ внутри мартенситных кристаллов.

Влияние температуры отпуска на микроструктуру и распределение дисперсных частиц в стали. Сталь, нормализованная с температуры 1050°C, была отпущена при различных температурах в интервале 400-760°C в течение 3-х часов при каждой температуре. Было установлено, что влияние температуры отпуска на структуру и фазовый состав стали 10X9B2MФБР аналогично влиянию на другие стали мартенситного класса, содержащие 9-10%Cr. При 400°C происходит выделение игольчатых карбидов Me_3C , обогащенных железом, длиной 110 и толщиной 20 нм с орторомбической структурой внутри реек мартенсита. Также внутри мартенситных реек были обнаружены частицы NbC круглой формы, средний размер которых составлял 30 нм. Отпуск при 525°C не привел к изменению размера и распределения карбидов Me_3C и NbC . Дополнительно выделяются пленки карбидов типа $Me_{23}C_6$ вдоль высокоугловых границ ИАЗ и пакетов. Увеличение температуры отпуска до 625°C привело к образованию карбидов $Me_{23}C_6$ круглой формы, средний размер которых составлял 100 нм, располагающихся на высокоугловых и малоугловых границах. Следует отметить, что отпуск в температурном интервале от 400 до 625°C не приводил к значительному изменению плотности дислокаций и поперечного размера реек, которые составляли $7 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ и 250 нм соответственно.

Структура стали после отпуска при 720°C состояла из блоков, реек и пакетов, разделяющих ИАЗ. Расстояние между большеугловыми границами (БУГ) составляло 2,6 мкм. Субструктура пакетов/блоков мартенсита состояла из дислокационных реек (рисунок 2а). Средняя толщина реек была равна 330 нм, а плотность дислокаций внутри них $6,2 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Большая часть границ реек имела разориентировку меньше 3° (рисунок 2б). Средний угол разориентировки реек, вычисленный методом линий Кикучи, составлял 2,7°. Как высокоугловые границы, так и малоугловые были декорированы частицами карбидов $Me_{23}C_6$, имеющими средний размер около 110 нм. Внутри реек были

При понижении температуры аустенитизации до 1050°C значительно уменьшался размер зернограницных частиц (рисунок 1), распределение частиц по объему зерен стало более однородным. Вследствие этого значительно увеличивалась плотность выделений вторичных фаз, что должно было привести к существенному повышению сопротивления ползучести, особенно времени до разрушения. Температура

гомогенно распределены частицы Nb(C, N) круглой формы и V(C, N) в форме «крылышек» (далее обозначены как Me(C, N)).

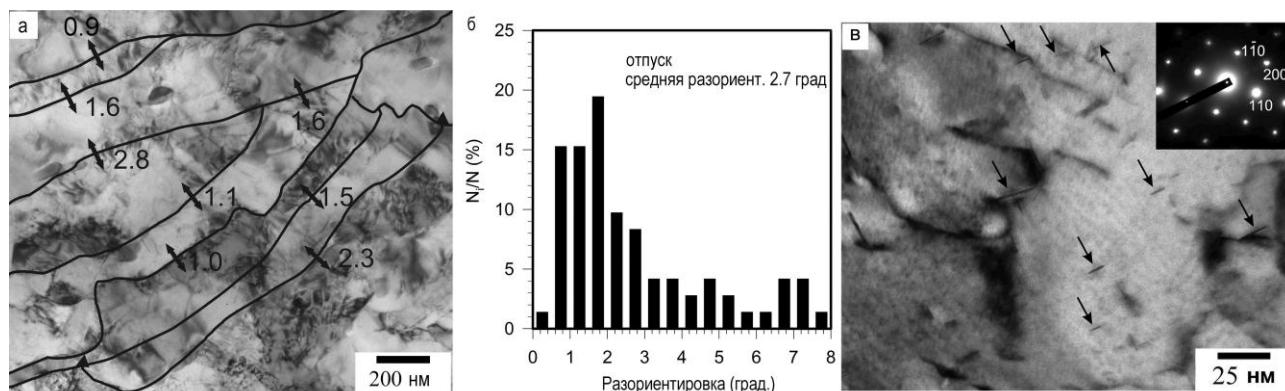


Рисунок 2 – Структура стали 10X9B2MФБР после отпуска при 720°C: а – речная структура (цифры означают углы разориентировок границ в градусах); б – распределение границ рек по углам разориентировок; в – наноразмерные частицы карбонитридов ванадия (указаны стрелками)

Средний размер частиц Me(C, N) составил около 30 нм. Следует отметить, что наряду с вышеописанными относительно крупными частицами было обнаружено выделение очень мелких дискообразных частиц V(C, N) (рисунок 2в), средняя длина которых 8 нм и ширина 2 нм; эти частицы подчиняются ориентационному соотношению Бейкера-Наттинга: $(100)_{VC} \parallel (100)_{\alpha}$, $[011]_{VC} \parallel [001]_{\alpha}$.

Повышение температуры отпуска до 760°C не привело к значительному изменению дислокационной структуры мартенсита (рисунок 3а), а также размеров и распределения карбидов $Me_{23}C_6$. Произошло лишь небольшое увеличение толщины рек до 400 нм, плотность дислокаций уменьшилась до $2,5 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Средний размер частиц карбидов $Me_{23}C_6$ уменьшился до 85 нм за

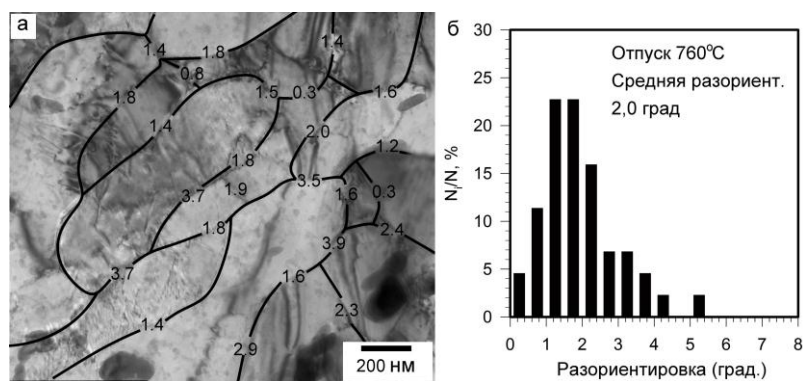


Рисунок 3 – Структура стали 10X9B2MФБР после отпуска при 760°C: а – речная структура (цифры означают углы разориентировок границ в градусах); б – распределение границ рек по углам разориентировок

счет дополнительного выделения этих частиц по малоугловым границам.

Средний угол разориентировки границ рек незначительно уменьшился до 2,0° (рисунок 3б). Так же, как и при более низкой температуре отпуска, были

обнаружены карбонитриды Me(C,N), которые хорошо разделяются на частицы, обогащенные ванадием и ниобием.

Средние размеры частиц VX и NbX составили 35 и 26 нм соответственно. Следует отметить, что после отпуска при 760°C в стали не были обнаружены пластинчатые частицы V(C, N) размером менее 10 нм.

Образование фазы Лавеса при отпуске не было обнаружено, что хорошо согласуется с результатами других работ. Известно, что фаза Лавеса выделяется при ползучести и ее объемная доля достигает термодинамически равновесного значения после 1000 и более часов.

Таким образом, повышение температуры нагрева под нормализацию до 1150°C приводит не только к увеличению размера исходного аустенитного зерна, но и к выделению более крупных дисперсных частиц Me_{23}C_6 при последующем отпуске. Последовательность карбидных реакций при отпуске в стали P92 согласуется с литературными данными для стали P911+3%Co и стали типа TOS110. Отпуск стали при 720-760°C приводит к выделению большого количества частиц по различным границам, благодаря чему малоугловые границы реек стабилизируются. Повышение температуры отпуска от 720 до 760°C не приводит к существенному изменению размера реек и размера и распределения карбидов Me_{23}C_6 . Однако происходит выделение более крупных частиц карбонитридов $\text{V}(\text{C}, \text{N})$.

Влияние размера исходного аустенитного зерна на структуру после ползучести. Было показано, что температура нормализации влияет на поведение стали при ползучести. Время до разрушения образцов, исходно нормализованных с температур 1150°C и 1050°C и отпущенных при 720°C, составило 513 и 1271 час соответственно. При ползучести происходили трансформация дислокационной структуры мартенсита в равноосные субзерна, рост размера частиц вторичных фаз, а также уменьшение плотности свободных дислокаций. В образце после аустенитизации при 1150°C поперечный размер субзерен и плотность дислокаций внутри них составляли 930 нм и $1,4 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ соответственно. В образце, нормализованном с температуры 1050°C, средний размер субзерен составлял 740 нм и плотность дислокаций 10^{14} м^{-2} .

Распределение по размерам частиц вторичных фаз, исходно располагавшихся вдоль границ блоков и реек, после ползучести показано на

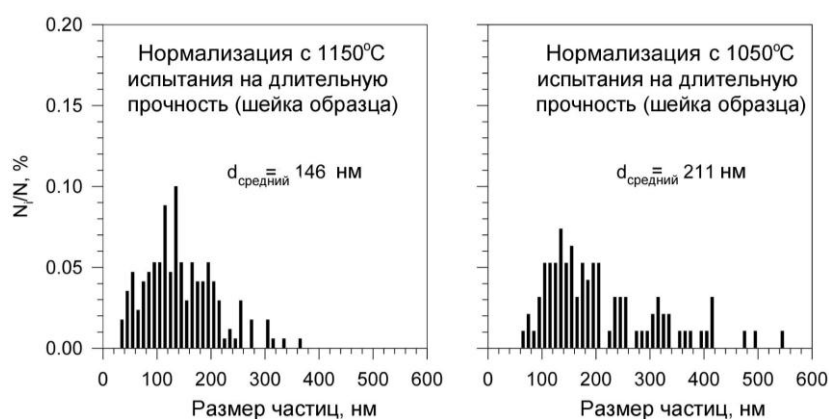


Рисунок 4 – Распределение по размерам частиц в стали 10X9B2MФБР после ползучести

рисунке 4. Установлено, что больший средний размер частиц в образце, нормализованном с 1050°C, обусловлен большей длительностью испытания и связан с выделением крупных частиц фазы Лавеса.

Можно заключить, что образец с меньшим исходным аустенитным зерном характеризовался более однородным распределением частиц вторичных фаз, большей долей специальных границ, более устойчивых к локальной миграции по сравнению с малоугловыми дислокационными субграницами и

границами зерен общего типа. Вследствие этого время до разрушения увеличилось более чем в 2 раза.

Влияние температуры ползучести на структуру. В данной части работы образцы перед испытаниями на длительную прочность были нормализованы с 1050°C и отпущены при 720°C в течение 3 часов. Для анализа микроструктурных изменений были выбраны два образца, испытанные при 600°C и 650°C под напряжениями 196 и 118 МПа соответственно. Время до разрушения образцов, испытанных при 600 и 650°C, составило 920 и 1271 час соответственно. Пластическая деформация при повышенных температурах привела к увеличению элементов микроструктуры независимо от условий испытания. Однако образец, испытанный при 600°C, имел более мелкую микроструктуру. Расстояние между БУГ составляло 2,2 и 3,1 мкм, а поперечный размер субзерен был равен 600 и 740 нм после испытаний при 600 и 650°C соответственно. Увеличение размеров зерен/субзерен при испытании на ползучесть сопровождалось уменьшением плотности дислокаций до $2,8 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ и $1,0 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ при 600 и 650°C соответственно. Следует заметить,

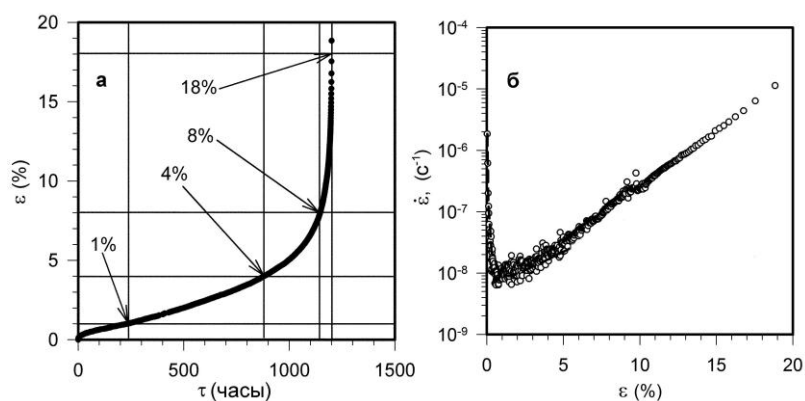


Рисунок 5 – Кривая ползучести (а) и зависимость скорости деформации от степени деформации (б) для стали 10Х9В2МФБР при 650°C под начальным напряжением 118 МПа. Стрелки на рисунке (а) показывают образцы, выбранные для микроструктурных исследований

что пластическое течение приводило к укрупнению всех типов частиц. Средний размер частиц увеличился до 110 и 210 нм в образцах, испытанных при 600 и 650°C соответственно.

Результаты показали, что в образце, испытанном при более низкой температуре, параметры микроструктуры, такие как размер зерен/субзерен, рек, частиц вторых фаз, имеют меньший размер. Это

означает, что повышение температуры испытания ускоряет эволюцию микроструктуры в исследуемой стали и, следовательно, именно развитие полигонизации ограничивает рабочую температуру и ресурс стали.

Эволюция микроструктуры при ползучести. Исходная термическая обработка образцов для испытания на ползучесть состояла из нормализации при 1050°C и последующего отпуска при 720°C. Зависимость деформации при ползучести (ϵ) от времени (τ) и изменение скорости ползучести ($\dot{\epsilon}$) от степени деформации, определенные при температуре 650°C и напряжении 118 МПа, показаны на рисунке 5. Для выявления последовательности структурных изменений при ползучести были исследованы микроструктуры после ползучести до 1, 4, 8, 18%. В таблице 2 представлены результаты количественного анализа микроструктур после отпуска и различных степеней ползучести.

Таблица 2 – Параметры микроструктуры стали 10X9B2МФБР после отпуска при 720°C и ползучести при 650°C до различных степеней деформации

Параметры		Отпущенное состояние	Захватная часть	Рабочая часть			
Степень деформации		0%	18%	1%	4%	8%	18%
Фаза Лавеса	Размер, нм	–	256±41	215±32	286±43	313±47	303±47
	Объемная доля, %	–	1,17	1,17	1,17	1,17	1,17
Me ₂₃ C ₆	Размер, нм	110±25	110±25	140±33	169±39	158±9	195±39
	Объемная доля, %	1,79	1,79	1,79	1,79	1,79	1,79
MeX	Размер, нм	31±15	34±17	31±16	42±9	36±8	46±24
	Объемная доля, %	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23
Поперечный размер реек/субзерен, нм		330±25	330±25	330±25	430±60	710±20	740±50
Расстояние между БУГ, мкм		2,6±0,4	2,8±0,5	2,8±0,4	3,4±0,5	3,4±0,5	4,5±0,8
Плотность дислокаций, 10 ¹⁴ м ⁻²		6,2±0,7	4,4±0,9	3,6±1,2	2,2±0,7	1,0±0,4	1,0±0,4

Выше было отмечено, что после отпуска при 720°C в стали были обнаружены карбонитриды ванадия длиной 8 нм и толщиной 2 нм. Следует отметить, что в образцах после различных степеней деформации ползучести эти частицы обнаружены не были. Следовательно, такие мелкие частицы не являются стабильными и при деформации происходит их растворение, что приводит к повышению концентрации ванадия в твердом растворе и увеличивает вероятность выделения крупных частиц Z-фазы, которые, как известно из литературы, оказывают негативное влияние на сопротивление ползучести.

Одной из причин растворения мелких когерентных частиц при деформации может быть перерезание частиц дислокациями. Если размер перерезанных частиц будет меньше критического, то они будут растворяться. Когерентные частицы могут быть перерезаны дислокациями, если напряжения, необходимые для создания антифазной границы (АФГ), в частице будут меньше, чем напряжения, необходимые для огибания частицы по механизму Орована. В настоящей работе был оценен критический размер частицы, при котором напряжения Орована равны напряжению для создания АФГ при условии, что только частицы Me(C, N) препятствуют движению мобильных дислокаций. При проведении расчёта мы исходили из того, что постоянная объемная доля карбонитридов равна 0,23%. Расчёт показал, что при среднем размере частиц Me(C, N) 21 нм и меньше напряжения для создания АФГ меньше, чем напряжения Орована. Это означает, что мобильные дислокации могут преодолевать частицы размером менее 21 нм путем их перерезания, что должно постепенно приводить к разделению одной частицы на несколько мелких. Если их размер окажется меньше критического размера зародыша, то произойдет растворение этих частиц. При повышении температуры отпуска происходит выделение более крупных карбонитридов ванадия, которые устойчивы и не растворяются при деформации.

Измерение разориентировок границ рек после различных степеней деформации ползучести при 650°C под напряжением 118 МПа показало, что средняя разориентировка границ рек незначительно изменяется (рисунок 6).

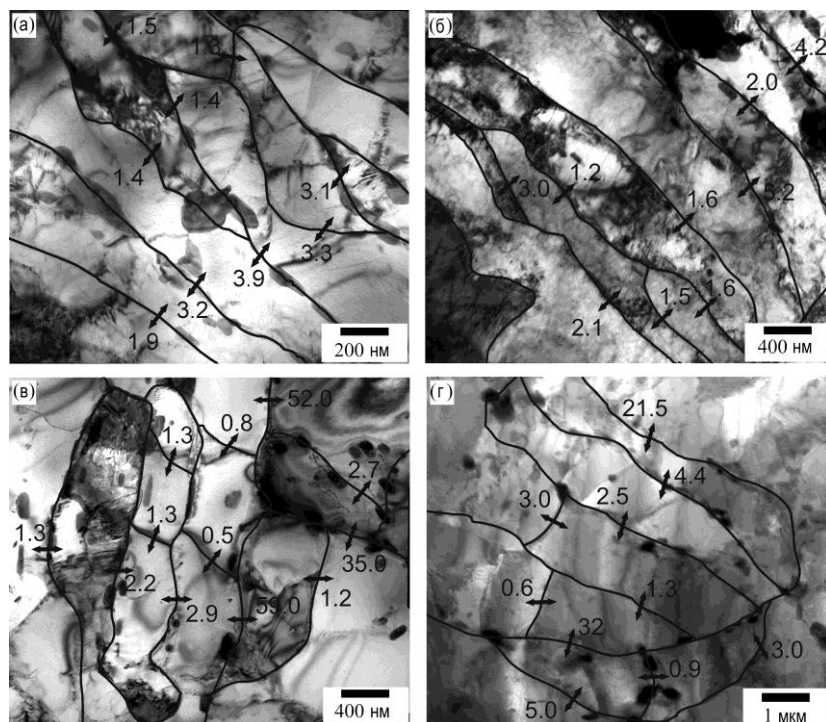


Рисунок 6 – Эволюция речной структуры при ползучести: 650°C, 118 МПа, 1% (а), 4% (б), 8% (в), 18% (г)

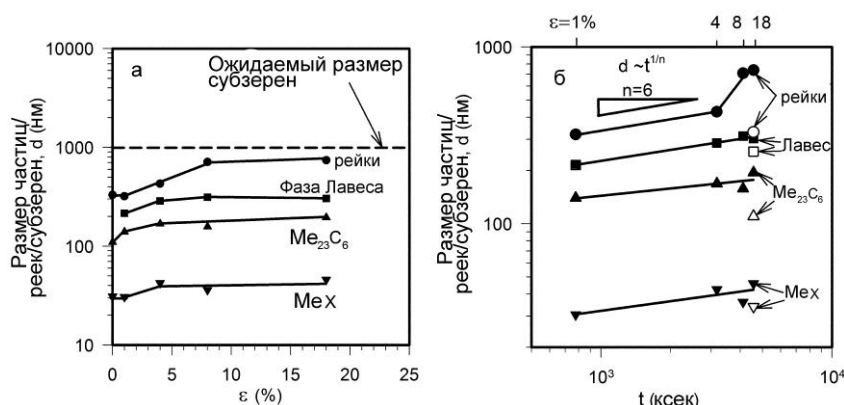


Рисунок 7 – Изменения размеров рек/субзерен и частиц в рабочей (закрашенные символы) и захватной (не закрашенные символы) частях образца стали 10Х9В2МФБР при 650°C, как функция степени деформации (а) и времени ползучести (б)

на постепенное увеличение размеров рек/субзерен при ползучести, их размеры значительно меньше, чем ожидаемый, равный 1 мкм.

Изменение размеров рек/субзерен, частиц Me_{23}C_6 и фазы Лавеса может быть описано степенной функцией времени ползучести с экспонентой роста, равной 6 (рисунок 7б). Измеренные величины экспоненты времени обычно

Накопления разориентировок границами рек не происходит. Рекристаллизационные процессы не развиваются в стали при ползучести. Взаимосвязь между ростом размеров рек и дисперсных частиц и степенью деформации ползучести и времени испытания в рабочей и захватной частях образцов показана на рисунке 7. В рабочей части имело место существенное увеличение размеров рек (рисунок 6) и частиц, тогда как в головке образца их размеры остались неизменными. Горизонтальная линия на рисунке 7а показывает ожидаемый размер субзерен на конечной стадии ползучести, который рассчитан как $D = 10bG/\sigma$, где b – вектор Бюргерса, G – модуль сдвига, равный 60 ГПа при 650°C, σ – истинное напряжение течения, равное 142 МПа в шейке образца, где проводились структурные исследования. Несмотря

лежат в интервале от 2 до 10. В данном исследовании высокая величина экспоненты роста, равная 6, говорит о том, что сплав имеет повышенную стабильность размеров частиц вторых фаз. Корреляция размеров реек/субзерен и частиц вторых фаз свидетельствует об одновременном росте как мартенситных реек, так и частиц вторых фаз во время второй стадии ползучести. Рост реек/субзерен во время третьей стадии ползучести, т. е. при степени деформации при ползучести больше 4%, происходит существенно быстрее, чем укрупнение частиц вторых фаз. Это однозначно показывает, что переход от второй к третьей стадии ползучести сопровождается уменьшением тормозящей силы, действующей на границы реек/субзерен от частиц вторых фаз.

Глава 4. Роль вторичных фаз в жаропрочности.

Роль частиц в торможении миграции границ зерен. На основании приведенных выше результатов исследования эволюции микроструктуры при 650°C под напряжением 118 МПа в работе были проанализированы тормозящие силы, действующие на границы при различных степенях деформации ползучести. Уравнение Зинера для тормозящей силы, действующей на границу от однородно распределенных сферических частиц, может быть записано как

$$P_z = 3\gamma F_v/d, \quad (1)$$

где γ – поверхностная энергия границы, приходящаяся на единицу площади, F_v и d – объемная доля и размер дисперсных частиц соответственно.

Помимо распределенных случайным образом частиц $\text{Me}(\text{C}, \text{N})$ структура отпущенного мартенсита содержит карбиды Me_{23}C_6 , которые расположены на границах пакетов/блоков/реек. По аналогии с решением Зинера тормозящая сила от частиц на границах может быть оценена как результат действия максимальной сдерживающей силы и числа частиц на единицу площади границы. Таким образом, тормозящая сила, замедляющая рост реек толщиной l , вычисляется как

$$P_B = \gamma F_v l/d^2, \quad (2)$$

где F_v и d – объемная доля и размер частиц, выделенных на границах реек соответственно, l – средняя толщина реек. Такое же уравнение может быть использовано для оценки тормозящих сил, действующих от частиц фазы Лавеса, расположенных на границах реек/зерен. Для вычисления тормозящей силы, действующей на высокоугловые границы, размер зерен D должен быть использован вместо толщины рейки в уравнении (2).

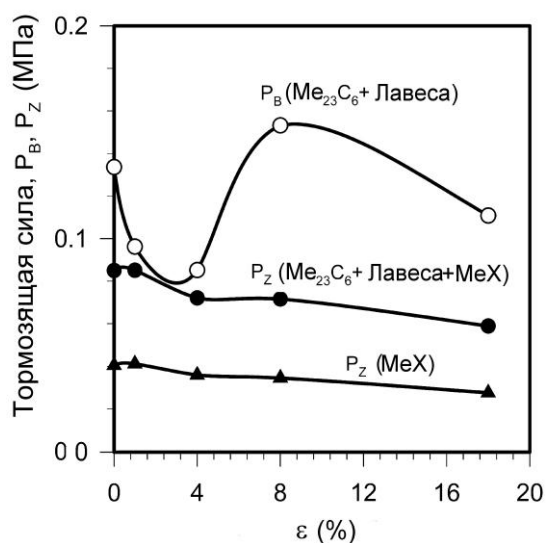


Рисунок 8 – Изменения тормозящих сил P_z , P_B в стали 10X9B2МФБР в зависимости от степени деформации

Зависимости тормозящих сил от степени деформации ползучести показаны на рисунке 8. Силы были найдены отдельно для

частиц $Me(C, N)$ по уравнению (1), для $Me_{23}C_6$ и фазы Лавеса по уравнению (2), при этом мы исходили из предположения, что они расположены на границах при всех степенях деформации ползучести. Также, предполагая, что все частицы, т. е. $Me(C, N)$, $Me_{23}C_6$ и фазы Лавеса, распределены однородно, мы вычислили силы P_Z по уравнению (1). Поверхностная энергия границы вычислена по уравнению Рида и Шокли: $\gamma = Gb\theta(A - \ln\theta)/4\pi(1-\nu)$, где ν – коэффициент Пуассона, постоянная $A = 0,45$, угол разориентировки (θ) 1,5 и 15 градусов для границ рек и зерен соответственно.

Изменение механизма торможения миграции границ частицами при ползучести может быть показано схематически (рисунок 9). До конца второй

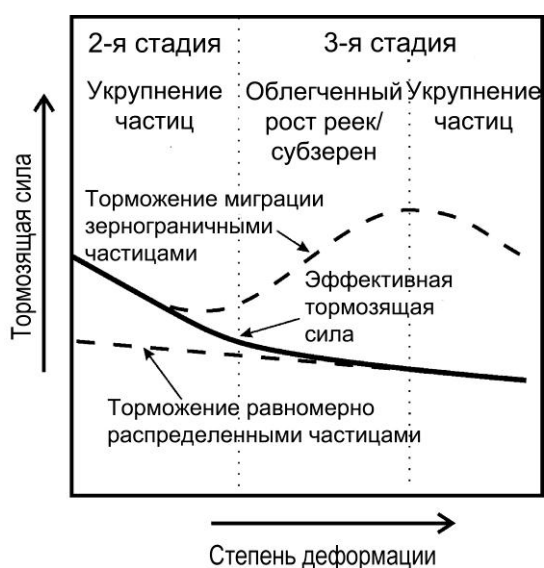


Рисунок 9 – Схематическая иллюстрация изменений механизмов торможения миграции границ в стали 10X9B2MФБР при ползучести

стадии ползучести структура эффективно стабилизируется частицами, выделенными на границах рек, так как тормозящая сила от них существенно больше, чем от случайно распределенных частиц (рисунок 9). Постепенное увеличение размера частиц приводит к уменьшению тормозящей силы и отрыву границ от выделений. Поэтому верхняя – растущая – ветвь кривой на рисунке 9 не реализуется. Рост рек/зерен более не предотвращается; границы освобождаются от частиц и могут двигаться. При отрыве границ рек/зерен от декорирующих их частиц размер структурных элементов начинает контролироваться однородно распределенными частицами, тормозящая сила от которых значительно меньше.

Следовательно, изменение эффективности торможения границ зерен частицами приводит к обнаруженной деградации сопротивления ползучести. Из этого расчета следует, что сопротивление карбидов $Me_{23}C_6$, расположенных на границах рек, является ключевым фактором, контролирующим сопротивление ползучести стали типа Р92. Однако это противоречит хорошо известному из литературы факту, что уникально высокое сопротивление ползучести сталей типа Р92 связано с карбонитридами $Me(C, N)$, а не с карбидами $Me_{23}C_6$. Введение карбонитридов $Me(C, N)$ в 9%Cr стали мартенситного класса позволило повысить температуру их эксплуатации на 100°C. Следовательно, подавление миграции малоугловых границ рек за счет зернограницных частиц, безусловно, замедляет переход к ускоренной стадии ползучести. Однако этот процесс не связан с рекордно низкими скоростями ползучести на установившейся стадии.

Роль пороговых напряжений в ползучести стали 10X9B2MФБР.

Зависимости скоростей ползучести от степеней деформации при 650°C для

различных напряжений показаны на рисунке 10а. На графике видно, что в интервале степеней деформации от 1 до 4% достигается минимальная скорость деформации при всех исследованных напряжениях. Зависимость минимальной скорости деформации ($\dot{\varepsilon}_{min}$) от напряжений обычно подчиняется степенному закону: $\dot{\varepsilon}_{min} = A \sigma^{n^*}$, где A – постоянная, n^* – кажущийся показатель степени при напряжении.

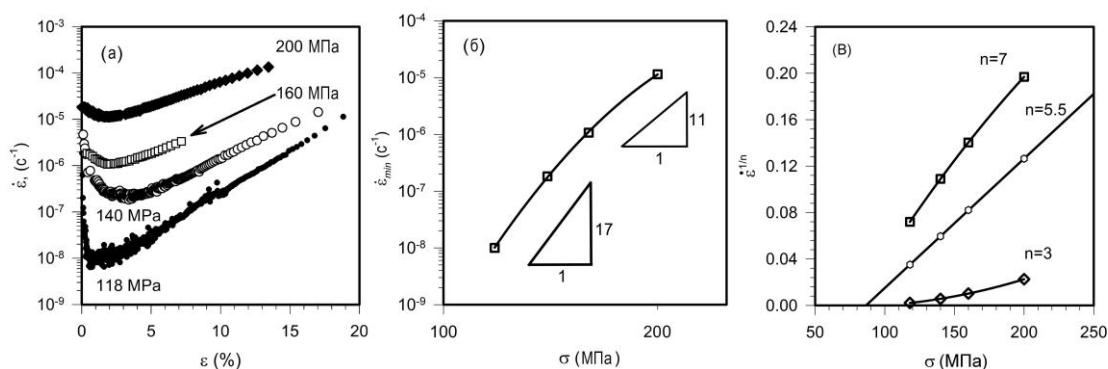


Рисунок 10 – Поведение при ползучести стали 10X9B2МФБР при 650°С

Деформационное поведение стали Р92 при 650°С характеризуется сравнительно высоким кажущимся показателем степени при напряжении. Более того, n^* уменьшается от 17 до 11 при увеличении σ от 118 до 200 МПа (рисунок 10б).

Такое изменение показателя n^* свидетельствует о наличии в стали пороговых напряжений. Скорость деформации на установившейся стадии, где пороговые напряжения препятствуют движению дислокаций, обычно подчиняется зависимости: $\dot{\varepsilon}_{min} = A(\sigma - \sigma_{th})^n$, где σ_{th} – это пороговые напряжения, n – истинный показатель степени при напряжении. Было найдено (рисунок 10в), что $n = 5,5$, а $\sigma_{th} = 88$ МПа. Следовательно, сталь эксплуатируется в режиме горячей деформации, а ее сопротивление ползучести обеспечивается исключительно присутствием пороговых напряжений. Следует отметить, что величина пороговых напряжений несколько больше допустимых для этой стали на ресурс 10^5 часов. Это подтверждает тот факт, что именно пороговые напряжения являются причиной высокой жаропрочности.

Для того, чтобы выявить природу пороговых напряжений, в работе были исследованы микродеформации кристаллической решетки и связанные с ними внутренние напряжения в вытянутых рейках методом линий Кикучи, полученных в сходящемся пучке. Сдвиговые напряжения (τ_{lath}), связанные с максимальным упругим искажением кристаллической решетки, были вычислены по уравнению:

$$\tau_{lath}/G = 0,35t\theta/l_\tau, \quad (4)$$

где t – толщина фольги, θ – угол разориентировки между двумя точками внутри рейки, l_τ – расстояние между точками внутри рейки, в которых определена ориентировка. Внутренние напряжения были рассчитаны после отпуска при

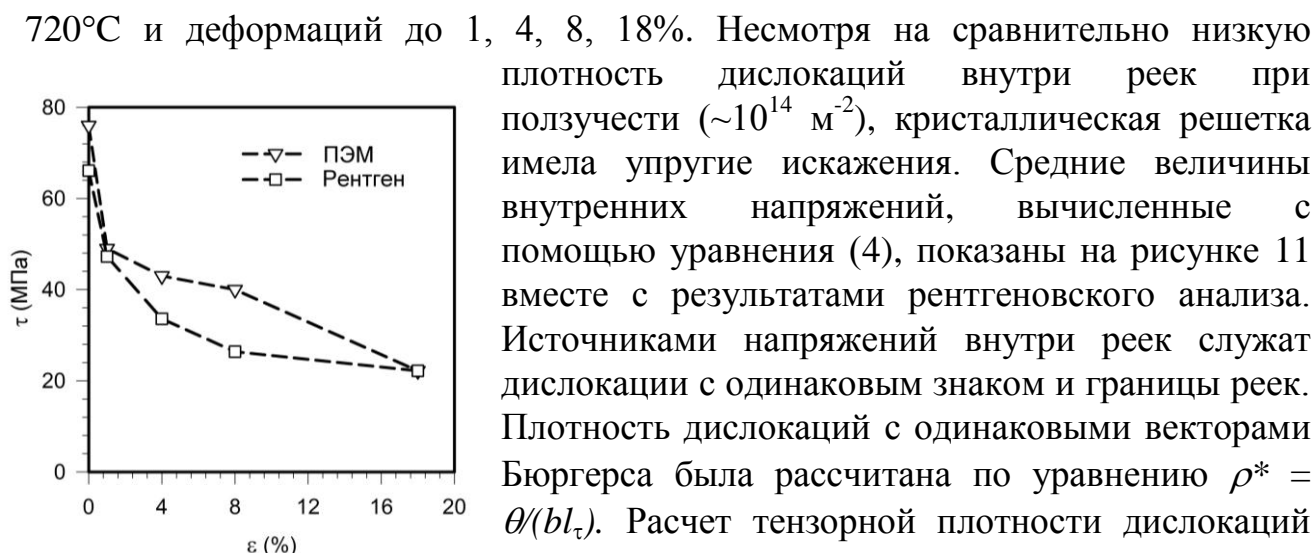


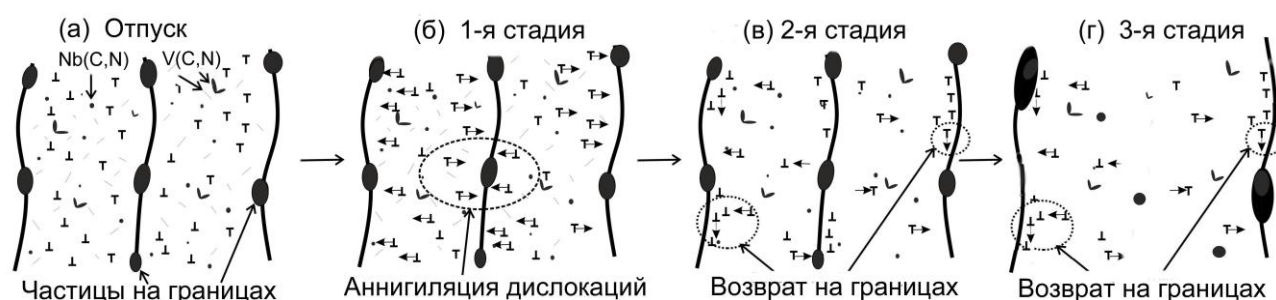
Рисунок 11 – Изменения внутренних сдвиговых напряжений от степени деформации ползучести стали 10Х9В2МФБР при 650°C, определенные с помощью ПЭМ и рентгеновского анализа

показал, что, в отличие от общей плотности дислокаций, которая определена путем подсчета отдельных дислокаций внутри реек, ρ^* почти не зависит от деформации при ползучести свыше 1%. После быстрого уменьшения на первой стадии ползучести от $1,15 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ до $0,7 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ ρ^* остается почти постоянной вплоть до

разрушения. Границы реек формируются при мартенситном превращении из дислокаций, двигавшихся по различным системам скольжения. Такие дислокационные границы описываются в терминах границ элементов низкоэнергетической дислокационной структуры, и они являются источниками дальнедействующих полей напряжений. Перестройка дислокаций может привести к их преобразованию в совершенные субзеренные границы. Это не должно привести к уменьшению их разориентировки, но позволит уменьшить или даже вообще устранить дальнедействующие упругие напряжения. Зернограницные частицы Me_{23}C_6 и внутризеренные карбонитриды $\text{Me}(\text{C},\text{N})$, блокируя движение дислокаций, препятствуют этой перестройке.

Было объяснено уменьшение скорости ползучести почти на 2 порядка на переходной стадии ползучести (рисунок 10). Изменение плотности дислокаций при ползучести наглядно иллюстрирует схема, изображенная на рисунке 12. После отпуска имеется множество мобильных дислокаций внутри реек (рисунок 12а). Они начинают двигаться немедленно при нагружении, из-за чего и наблюдается высокая скорость деформации в начале первой стадии ползучести (рисунок 12б). Далее часть этих дислокаций аннигилирует, а часть захватывается границами реек. Число подвижных дислокаций уменьшается на первой стадии ползучести, что приводит к уменьшению скорости ползучести, которая достигает минимума. Это приводит к уменьшению внутренних напряжений. Дальнейшая деформация требует работы источников дислокаций внутри дислокационных границ реек мартенсита. Причем движение дислокаций, эмитированных этими источниками, замедляется внутренними обратными напряжениями от дислокационных границ реек. Эти напряжения

играют роль пороговых. Следовательно, после достижения минимальной скорости ползучести движение дислокаций будет зависеть от контролируемого диффузией переползания дислокаций, которое обеспечивает уменьшение внутренних обратных напряжений (рисунок 12в). Многочисленные частицы вторых фаз, такие как Me_{23}C_6 и фаза Лавеса, располагающиеся на границах реек, играют важную роль в предотвращении возврата дислокационной реечной структуры. Постепенный отрыв границ реек/субзерен от частиц при ползучести способствует возврату и уменьшению внутренних напряжений, что приводит к увеличению скорости ползучести (рисунок 12г). Однако основную роль в замедлении движения дислокаций играют карбонитриды $\text{Me}(\text{C}, \text{N})$.



Обычно источником пороговых напряжений являются дисперсные частицы. В сталях типа Р92 карбиды Me_{23}C_6 и фаза Лавеса преимущественно расположены по границам реек, блоков и исходных аустенитных зерен и не могут служить препятствием для подвижных дислокаций. Поэтому источником пороговых напряжений могут быть только частицы $\text{Me}(\text{C}, \text{N})$, которые однородно распределены в ферритной матрице. Величины теоретических пороговых напряжений, рассчитанные по известным моделям, приведены в таблице 3 вместе с экспериментально определенными значениями пороговых и внутренних напряжений. Следующие параметры были использованы для вычисления теоретических величин τ_0 , τ_b и τ_d : $G = 60$ ГПа при 650°C , $b = 2,48 \times 10^{-10}$ м. Расстояние между частицами на плоскости $\lambda = 0,5d(\pi/(6F_v))^{0,5}$, где F_v – объемная доля частиц $\text{Me}(\text{C}, \text{N})$, т. е., 0,23% и d – средний размер частиц $\text{Me}(\text{C}, \text{N})$. Параметр релаксации (K) был принят равным 0,6. Низкая величина $K=0,6$ была выбрана для наилучшего соответствия теоретической величины порогового напряжения экспериментальной. Однако в многочисленных исследованиях напряжений отрыва представлены величины K больше, чем 0,8. Следовательно, реально действующие напряжения отрыва должны быть меньше, чем те, которые представлены в таблице 3.

Величины напряжений отрыва и внутренних напряжений, измеренных рентгеновским и ПЭМ методами, близки к экспериментально определенным пороговым напряжениям (таблица 3). Вероятно, эти два механизма торможения движущихся дислокаций действуют одновременно, внося совместный вклад в жаропрочность. Стали мартенситного класса могут сопротивляться ползучести

до тех пор, пока карбонитриды $Me(C,N)$ тормозят движение дислокаций и, соответственно, препятствуют релаксации внутренних напряжений из-за перестройки дислокаций в границах реек. На основании этих соображений нами была обоснована повышенная (до $760^\circ C$) температура отпуска, поскольку она обеспечивает формирование обогащенных V карбонитридов $Me(C,N)$, устойчивых к перерезанию и эффективно тормозящих движение дислокаций.

Таблица 3 – Пороговые напряжения (МПа) в стали 10X9B2МФБР

ε , %	Напряжения Орована	Локальное переползание	Напряжения отрыва	Внутр. напряжения (ПЭМ)	Внутр. напряжения (рентген)	Экспериментальные пороговые напряжения
	$\tau_0 = 0,84Gb/(\lambda-d)^*$	$\tau_b = 0,3Gb/\lambda$	$\tau_d = Gb(1-K^2)^{1/2}/\lambda^{**}$	τ_{lath} Ур. (4)	τ_{X-Ray}	$\tau_{th} = \sigma_{th}/\sqrt{3}$
0	62	19	51	76	66	–
1	62	19	51	49	47	51
4	62	19	38	43	34	–
8	53	16	44	40	26	–
18	42	13	34	22	22	–

Глава 5. Длительная прочность после оптимального режима термической обработки. В работе были проведены исследования структуры образцов стали 10X9B2МФБ после длительных испытаний. Сталь была термообработана по режиму: нормализация с $1050^\circ C$ и последующий отпуск при $760^\circ C$ в течение 3 часов на основе данных, полученных в главе 4. Образец был испытан на длительную прочность при $600^\circ C$ и приложенных напряжениях 137 МПа. Время до разрушения составило 40738 часов. Основные микроструктурные изменения при ползучести отражены в таблице 4.

Таблица 4 – Параметры микроструктуры после отпуска при $760^\circ C$ и после испытания на ползучесть при $600^\circ C$, 137 МПа в течение 40738 часов.

	Отпуск	Ползучесть	Старение
Средний размер субзерен/реек, мкм	$0,4 \pm 0,05$	$0,89 \pm 0,10$	$0,57 \pm 0,10$
Плотность дислокаций, m^{-2}	$2,5 \times 10^{14}$	$4,68 \times 10^{13}$	$1,74 \times 10^{14}$
Средний размер $Me_{23}C_6$, нм	85 ± 20	182 ± 20	152 ± 20
Средний размер V(C, N), нм	35 ± 5	36 ± 5	38 ± 5
Средний размер Nb(C, N), нм	26 ± 5	55 ± 10	55 ± 10
Средний размер Fe_2W , нм	–	293 ± 20	286 ± 20
Средний размер CrVN, нм	–	97 ± 20	48 ± 20
Средняя разориентировка реек, град	2,0	1,7	–
Твердость, HV	217	165	195

Особенностями эволюции микроструктуры при долговременной ползучести являлись следующие: (I) укрупнение карбидов $Me_{23}C_6$, (II) выделение фазы Лавеса, (III) замещение карбонитридов, обогащенных

ванадием, частицами Z-фазы с последующим их укрупнением и (IV) трансформацией реечных границ в субзеренные границы с последующей миграцией или коалесценцией реек. В целом, микроструктурные изменения, произошедшие при испытании при 600°C под напряжением 137 МПа в течение 40738 часов, сопоставимы с изменениями после испытания на ползучесть при 650°C под напряжением 118 МПа в течение 1271 часа. Основной отличительной особенностью долгосрочных испытаний являлось замещение карбонитридов ванадия более крупной Z-фазой. Однако не все частицы карбонитридов были замещены Z-фазой. Значительная часть частиц V(C, N), имеющих средний размер 36 нм, сохранялась в рабочей части до разрушения. Поскольку 600°C является рабочей температурой для стали 10X9B2МФБ, можно сделать вывод, что сталь обладает высоким сопротивлением ползучести, пока в ней сохраняются наночастицы карбонитридов Me(C,N).

Выводы:

1. Показано, что увеличение температуры нормализации стали 10X9B2МФБР с 1050 до 1150°C приводит к увеличению среднего размера исходного аустенитного зерна в 4 раза и к снижению жаропрочности в 2 раза.

2. Увеличение температуры отпуска стали 10X9B2МФБР с 720°C до 760°C приводит к замене дискообразных, обогащенных ванадием карбонитридов Me(C,N) на устойчивые к коагуляции и растворению при ползучести частицы Me(C,N) размером около 35 нм.

3. Установлено, что на первой и второй стадиях ползучести изменение размеров реек/субзерен, частиц $Me_{23}C_6$ и фазы Лавеса может быть описано степенной функцией времени ползучести с показателем степени при размере, равном 6. Рост реек/субзерен во время третьей стадии ползучести, т. е. при степени деформации при ползучести больше 4%, происходит значительно быстрее, чем укрупнение частиц вторых фаз, что связано с уменьшением удельной доли частиц, расположенных на границах реек.

4. Установлено, что эффективность торможения миграции границ реек мартенсита карбидами $Me_{23}C_6$ при ползучести непрерывно уменьшается в результате постепенного отрыва границ реек от них. Это приводит к ускоренному укрупнению реек и трансформации дислокационной структуры мартенсита в субзеренную, что сопровождается переходом от второй к третьей стадии ползучести. Зернограничные частицы карбидов $Me_{23}C_6$ и фазы Лавеса эффективно подавляют миграцию большеугловых границ на всех стадиях ползучести.

5. Установлено, что микроструктура после отпуска характеризуется большими внутренними упругими напряжениями, величиной 75 МПа. В интервале степеней деформации от 1 до 8% внутренние напряжения уменьшаются до 40-50 МПа, что совпадает с экспериментально оцененными пороговыми напряжениями (51 МПа) при степени деформации 1%.

6. Показано, что при длительных испытаниях на ползучесть происходит частичное замещение обогащенных ванадием карбонитридов Me(C,N) со средним размером 35 нм более крупными частицами Z-фазы, размер которых после испытания в течение 40000 часов составил 97 нм, что является одной из причин падения жаропрочности стали.

Основное содержание диссертации опубликовано в следующих работах:

1. Дудко, В.А. Структурные изменения в жаропрочной стали 10X9B2MФБР в процессе ползучести при 650 °С / В.А. Дудко, А.Н. Беляков, В.Н. Скоробогатых, И.А. Щенкова, Р.О. Кайбышев // МиТОМ. – 2010. – №3. – С. 26-32.
2. Дудко, В.А. Влияние температуры аустенитизации на сопротивление ползучести стали 10X9B2MФБР / В.А. Дудко, Р.О. Кайбышев, А.Н. Беляков, В.Н. Скоробогатых, И.А. Щенкова // МиТОМ. – 2010. – №4. – С. 27-31.
3. Dudko, V. Microstructure evolution and pinning of boundaries by precipitates in a 9 pct Cr heat resistant steel during creep / V. Dudko, A. Belyakov, D. Molodov, R. Kaibyshev // Metal. and Mat. Trans. A. – 2013. – Vol. 44 (SUPPL. 1). – P. S162-S172.
4. Skorobogatykh, V. Microstructure Evolution in a 9%Cr Heat Resistant Steel during Creep Tests / V. Skorobogatykh, I. Schenkova, V. Dudko, A. Belyakov, R. Kaibyshev // Mater. Sci. Forum. – 2010. – V. 638-642. – P. 2315-2320.
5. Dudko, V. Dynamic polygonization in 9%Cr heat resistant steel / V. Dudko, A. Belyakov, V. Skorobogatykh, I. Schenkova, R. Kaibyshev // Jornal of Physics: conference Series. – 2010. – V. 240, 012070.
6. Dudko, V. Effect of Tempering on Mechanical Properties and Microstructure of a 9% Cr Heat Resistant Steel / V. Dudko, A. Belyakov, R. Kaibyshev // Mater. Sci. Forum. – 2012. – V. 706-709. – P. 841-846.
7. Kolesnikov, D. Zinner pinning pressure in tempered martensite lath structure / D. Kolesnikov, A. Belyakov, A. Kipelova, V. Dudko, R. Kaibyshev, D. Molodov // Mater. Sci. Forum. – 2012. – V. 715-716. – P. 745-750.
8. Dudko, V. Structural Changes in a 9% Cr Creep Resistant Steel during Creep Test / V. Dudko, A. Belyakov, V. Skorobogatykh, I. Schenkova, R. Kaibyshev // Mater. Sci. Forum. – 2012. – V. 715-716. – P. 895-900.
9. Belyakov, A. Effect of Heat Treatment and Creep on Microstructure of a 9%Cr Steel / A. Belyakov, R. Kaibyshev, V. Dudko, V. Skorobogatykh, I. Schenkova // Creep & Fracture in High Temperature Components edited by Shibli, I.A., Holdsworth, S.R., DEStech Publications, Inc., 2009.