

УДК 669.018.25:539.219:539.25

**Микроструктура и механические свойства спеченных образцов
жаропрочной 12%-й хромистой ферритно-мартенситной стали**И.С. Тимошов¹, В.В. Осипова², А.Д. Рудаков¹Научный руководитель: к.ф.-м.н. Н.А. Полехина²¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055

E-mail: ist11@tpu.ru

**Microstructure and mechanical properties of sintered samples
of heat-resistant 12 % chromium ferritic-martensitic steel**I.S. Timoshov¹, V.V. Osipova², A.D. Rudakov¹Scientific Supervisor: Ph.D. N.A. Polekhina²¹Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050²Institute of Strength Physics and Materials Science, Russia, Tomsk, Akademicheskii str., 2/4, 634055
E-mail: ist11@tpu.ru

Abstract. The phase composition and microstructure characteristics of sintered cylindrical specimens of 12 % chromium ferritic-martensitic steel were investigated using transmission electron microscopy (TEM), X-ray diffraction (XRD) analysis, and optical metallography. The formation of a characteristic high-defect lamellar martensitic structure with M_3C carbide particles and retained austenite, appearing as interlayers along grain boundaries, was observed. Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) results revealed heterogeneity in the elemental composition across different structural regions, particularly in the distribution of Cr and Ni. The microhardness distribution along the diameter and height of the cylindrical specimen was relatively uniform; however, significant point-to-point variations in microhardness values were noted.

Key words: ferritic-martensitic steel, powder metallurgy, microstructure, microhardness.

Введение

Жаропрочные 9–12%-е хромистые стали рассматриваются в качестве перспективных материалов для реакторов нового поколения. Для расширения температурного интервала применения необходимо повышение их высокотемпературной прочности и снижение уровня хладноломкости. Основными материаловедческими приемами являются оптимизация режимов термомеханических обработок и/или системы легирования сталей. Одним из перспективных методов получения новых составов стальных образцов является порошковая металлургия. В настоящей работе рассмотрена возможность создания образцов 12%-й хромистой стали ферритно-мартенситного класса методом спекания порошков.

Экспериментальная часть

Исследованы образцы 12%-й хромистой ферритно-мартенситной стали, полученные методами порошковой металлургии. Исходные порошки в соотношении, указанном в табл. 1, смешивались в установке типа «пьяная бочка» в течение 24 часов. Затем из порошковой смеси формовали навески под одноосным давлением 675 МПа. Спекание сформованных образцов проводили в среде Ag при $T = 1100$ °C (2 часа) с последующей закалкой на воздухе. Образцы имели цилиндрическую форму с диаметром 9 мм и высотой 7 мм. Поверхность спеченных образцов исследовали методами оптической металлографии (Axiovert 200MAT).

Таблица 1

Элементный состав исследуемой стали

Элемент	Fe	C	Cr	Si	Ni	Mn	Mo	W	B
Массовая доля, %	85,345	0,150	11,000	1,200	0,700	0,500	0,500	0,500	0,005

Фазовый состав стали исследовали методами рентгеноструктурного анализа (РСА, ДРОН-8, $\text{Cu-K}\alpha$ -излучение, съемка в симметричной геометрии по схеме Брэгга-Брентано). Исследования тонкой структуры стали проводили методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ, JEOL JEM-2100, оснащенный системой энергодисперсионного микроанализа – ЭДС, INCA Energy). Тонкие фольги готовили электролитической полировкой в растворе $\text{CrO}_3 + \text{H}_3\text{PO}_4$. Микротвердость (H_μ) стали измеряли по методу Виккерса (AFFRI DM 8, нагрузка 100 г, 10 с) в двух направлениях – вдоль диаметра и высоты цилиндра.

Результаты

Исследования насыпной плотности основных порошковых компонентов стали показали, что для порошков Ni, Cr, Fe, Si она составляет $4,38 \pm 0,14 \text{ г/см}^3$, $3,21 \pm 0,14 \text{ г/см}^3$, $2,91 \pm 0,14 \text{ г/см}^3$ и $0,66 \pm 0,14 \text{ г/см}^3$, соответственно. Насыпная плотность порошковой смеси имеет значение $\approx 2,43 \pm 0,17 \text{ г/см}^3$. После спекания навесок происходит усадка на $\approx 11 \%$. Плотность готового цилиндрического образца составляет $\approx 8,0 \pm 0,2 \text{ г/см}^3$, что типично для стальных материалов. Согласно данным оптической металлографии, пористость полученных образцов $\approx 5 \%$.

Согласно данным РСА (рис. 1), основной структурной составляющей спеченных образцов является твердый раствор α -Fe. Следы каких-либо других фаз этим методом не обнаружены.

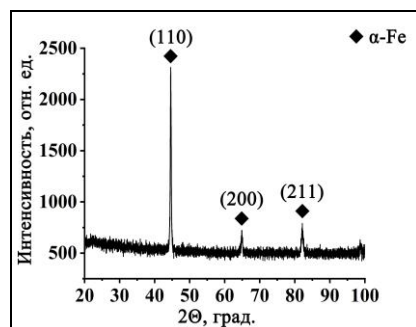


Рис. 1. Дифрактограмма спеченного образца ферритно-мартенситной стали

Электронно-микроскопические изображения сформированной микроструктуры образцов стали после спекания показаны на рис. 2. Сталь имеет типичную для сталей рассматриваемого класса (в закаленном состоянии) ферритно-мартенситную структуру. Ширина мартенситных ламелей изменяется в пределах от 0,1 до $\approx 1 \text{ мкм}$ (рис. 2, а). Наблюдается достаточно высокая плотность дислокаций $\rho \sim 10^{11} \text{ см}^{-2}$. Локально обнаруживаются зерна с сильно деформированной микроструктурой (рис. 2, в, г), о чем можно судить по практически кольцевым электронограммам. По-видимому, их формирование может быть связано с деформацией исходной порошковой смеси в ходе перемешивания и/или прессования. Помимо матричной фазы, обнаружены отдельные частицы карбида M_3C (где М – Fe, Cr, Mn и др.) и следы остаточного аустенита. Как карбидные частицы, так и γ -Fe имеют форму тонких пластинок (шириной в несколько десятком нм) и располагаются в основном по границам структурных элементов стали (рис. 2, в–ж). Объемная доля этих фаз не велика ($< 5 \%$). Результаты ЭДС исследования элементного состава спеченных образцов приведены в таблице 2. В целом полученный состав исследуемых образцов соответствует марочному составу стали (табл. 1 и 2, рис. 2). Обнаружена неоднородность в распределении

легирующих элементов от зерна к зерну. Наблюдаются области с пониженным содержанием Cr (табл. 2, рис. 2, в, точка 2), а также с повышенным содержанием Ni (табл. 2, рис. 2, з, точка 3).

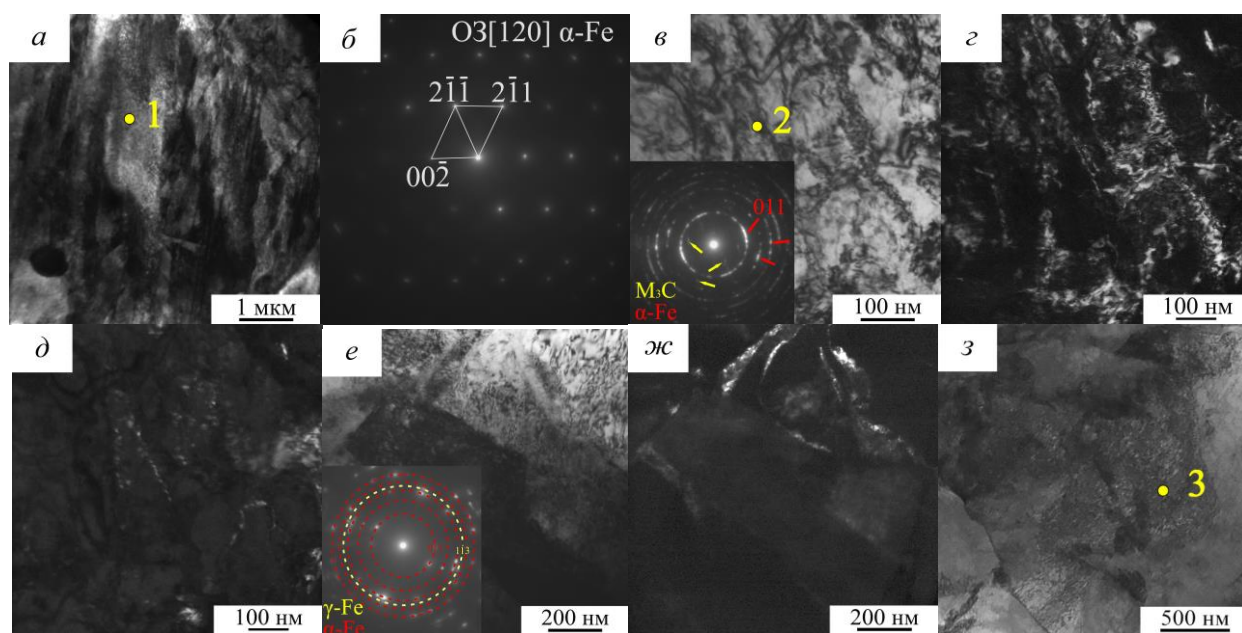


Рис. 2. ПЭМ изображения микроструктуры спеченных образцов стали: а, в, е, з – светлопольные изображения; б – соответствующая рисунку а картина микродифракции; г, д – темнопольные изображения в рефлексах α -Fe и частиц M_3C , соответствующие рисунку в; ж – темнопольное изображение в рефлексе остаточного γ -Fe, соответствующее рисунку е

Таблица 2

Данные локального рентгеновского ЭДС микроанализа по точкам 1–3 на рисунке 2

№ спектра	Содержание элементов, %						
	Fe	Cr	Si	Ni	Mn	Mo	W
1	79,31	11,34	0,46	0,68	1,18	0,00	7,03
2	87,42	7,58	1,30	0,17	0,75	0,86	1,92
3	83,35	6,96	0,59	7,12	0,08	0,64	1,26

Измерение значений микротвердости по направлению высоты цилиндра и по диаметру не выявило существенных различий в зависимости от сечения образца. Однако наблюдается значительный разброс величины H_μ от точки к точке (от 0,84 до 4,32 ГПа). Среднее значение микротвердости стали составляет 2,08 ГПа.

Заключение

Методами порошковой металлургии получены образцы 12 % хромистой ферритно-мартенситной стали. Показано, что в результате спекания при 1100 °С сформированных под давлением 675 МПа образцов выбранного состава происходит формирование типичной ламельной мартенситной структуры с карбидами M_3C и прослойками остаточного аустенита по границам структурных элементов. Обнаруженные неоднородности по дефектности микроструктуры, элементному составу, а также наличие пористости способствуют существенному разбросу значений микротвердости спеченных образцов. Для исключения этих недостатков необходима оптимизация режимов перемешивания и спекания образцов.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, тема номер FWRW-2021-0008.