# МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

# **MATERIAL SCIENCE**



**УДК** 669.14.018.8:620.186.1 **DOI** 10.17073/0368-0797-2023-2-168-176



Оригинальная статья Original article

# ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ АУСТЕНИТНОГО ЗЕРНА В 12 %-НЫХ ХРОМИСТЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ ФЕРРИТНО-МАРТЕНСИТНЫХ СТАЛЯХ

#### М. Ю. Беломытцев

Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» (Россия, 119049, Москва, Ленинский пр., 4)

Аннотация. Ферритно-мартенситные жаропрочные высокохромистые стали (ФМХС) с содержанием хрома 11 − 12 % подвергают закалке на мартенсит от температур 1050 − 1100 °C. Возможные нежелательные последствия нагревов на такие высокие температуры − увеличение размеров аустенитного зерна, увеличение количества дельта-феррита в итоговой структуре, снижение механических характеристик. В работе изучено изменение всех этих факторов при нагревах ФХМС до температур закалки в интервале 950 − 1250 °C. Проведен анализ соотношения содержания мартенсита (его количество отождествляли с долей аустенита перед закалкой) и высокотемпературного дельта-феррита на металлографических шлифах. Обнаружено, что изменение структуры изученных ФХМС при нагревах на температуры 1150 °C и выше зависит от структурного класса сталей. В сталях, которые при комнатной температуре состоят из мартенсита и дельта-феррита, или в которых дельта-феррит начинает образовываться при температурах нагрева 1200 °C и выше, размер аустенитного зерна уменьшается с ростом температуры в интервале 1200 − 1250 °C, а количество дельта-феррита увеличивается. Такие структурные превращения могут быть связаны с изменением положения и (или) наклона границ высокотемпературной области сосуществования аустенита и дельта-феррита на диаграммах фазового равновесия ФХМС при изменении температуры нагрева в этом интервале. Испытания на сжатие при 20 °C образцов стали 15Х12Г3СМВ2ФР после термообработок с закалкой от температур 1000 − 1250 °C показали, что образование дополнительного количества дельта-феррита при температурах выше 1200 °C является более важным фактором, чем измельчение аустенитного зерна. Это вызывает снижение предела текучести образцов.

*Ключевые слова*: жаропрочные стали, мартенсит, дельта-феррит, термическая обработка, предел текучести, уравнение Петча-Холла

**Для цитирования:** Беломытцев М.Ю. Закономерности формирования аустенитного зерна в 12 %-ных хромистых жаропрочных ферритномартенситных сталях. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2023;66(2):168–176. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-168-176

# FEATURES OF FORMATION OF AUSTENITE GRAINS IN 12 % CR HEAT-RESISTANT FERRITIC-MARTENSITIC STEELS

# M. Yu. Belomyttsev

National University of Science and Technology "MISIS" (4 Leninskii Ave., Moscow 119049, Russian Federation)

Abstract. Ferritic-martensitic heat-resistant high-chromium steels (FMHS) with chromium content of 11 - 12 % are quenched to martensite from temperatures of 1050 - 1100 °C. Possible undesirable consequences of heating to such high temperatures are an increase in the size of austenite grains, increase in the amount of delta ferrite in the final structure, and a decrease in mechanical characteristics. In this work, the change of all these factors during heating of FHMS to quenching temperatures in the range of 950 - 1250 °C was studied. Ratios of the contents of martensite (its amount was identified with the proportion of austenite before quenching) and high-temperature delta ferrite on metallographic sections were analyzed. It was found that behavior of structure of the studied FHMS upon heating to temperatures of 1150 °C and above depends on the steels structural class. In steels whose structure at room temperature consists of martensite and delta ferrite, or in which delta ferrite begins to form at heating temperatures of 1200 °C and higher, size of austenite grain decreases with increasing temperature in the range of 1200 - 1250 °C, and the amount of delta ferrite – increases. Such structural transformations can be associated with features of the phase equilibrium diagrams of steels of this class. Such structural transformations can be associated with a change in the position and (or) inclination of boundaries of the high-temperature region of coexistence of austenite and delta-ferrite in the phase equilibrium diagrams of FHMS at a change in heating temperature in this range. Compression tests at 20 °C of 15Cr12Mn3SiMoW2VB steel samples after heat treatment with heating to temperatures for hardening 1000 - 1250 °C showed that formation of an additional amount of delta ferrite at temperatures above 1200 °C is a stronger factor than the refinement of austenite grains. This causes a decrease in yield strength of the samples quenched from these temperatures followed by high tempering.

Keywords: heat-resistant steels, martensite, delta ferrite, heat treatment, yield strength, Petch-Hall equation

For citation: Belomyttsev M.Yu. Features of formation of austenite grains in 12 % Cr heat-resistant ferritic-martensitic steels. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2023;66(2):168–176. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-168-176

#### Введение

Стали, содержащие 10-13 % (по массе) хрома (ферритно-мартенситные жаропрочные высокохромистые стали (ФМХС)), в зависимости от содержания легирующих элементов могут испытывать мартенситное превращение при охлаждении с высоких температур и иметь после этого смешанную структуру, состоящую из мартенсита, бейнита и высокотемпературного дельта-феррита ( $\delta$ -феррита) [1-3]. Ниже приведены обоснования для применения высоких температур нагрева для таких сталей в процессе термических обработок:

- высокое содержание легирующих элементов, которое приводит к повышению критических температур (Ac1 и Ac3);
- образование в структуре карбидов легирующих элементов (V, Mo, W, Nb, Ta), имеющих высокие температуры растворения в аустените [4];
- сложный химический состав, который делает ФМХС склонными в процессе кристаллизации к формированию сильно развитой химической неоднородности, основа которой ликвация легирующих элементов [5].

Все эти причины влекут за собой повышение применяемых температур нагрева под закалку до 1000 °C (чаще 1050 – 1100 °C) [6; 7], а температур гомогенизационного отжига для уменьшения ликвационных явлений до 1050 – 1240 °C с выдержкой до 10 ч [8; 9]. Нагревы до указанных температур вызывают опасения, связанные с ростом размеров аустенитного зерна и изменением соотношения фазовых составляющих (аустенита и б-феррита). Возможность второго процесса иллюстрируется экспериментально полученными диаграммами фазового равновесия [10]. В соответствии с этими диаграммами при указанных температурах может изменяться соотношение между аустенитом (который при охлаждении превращается в мартенсит) и δ-ферритом из-за перехода сплава из фазовой области у в фазовую область  $\gamma + \delta$ , а также из-за изменения положения границы областей  $\gamma \leftrightarrow \gamma + \delta$  при изменении температуры.

Во всех работах, в которых описано влияние высоких температур нагрева при гомогенизации на изменения в структуре ФМХС, большее внимание уделяется количеству  $\delta$ -феррита, ухудшающего некоторые механические и технологические характеристики этих сталей [10 – 12]. В основополагающей работе [10] показана возможность немонотонного (с минимумом при некотором времени гомогенизационного отжига) изменения содержания  $\delta$ -феррита в стали 1X16H4Б. В работе [7] отмечено, что итоговая термическая обработка, проводимая после гомогенизационного отжига с нагре-

вом на 1050 °C для стали 07X12HMФБ, обеспечивает некоторое среднее содержание δ-феррита независимо от его содержания после гомогенизирующих отжигов. Однако авторы работы [6] в сталях 10Х9К3В2МФБР, 02Х9К3В2МФБР, 005З9К3В2МФБР не наблюдали изменения количества б-феррита при температурах гомогенизации 1000 – 1200 °C, а авторы работы [8] при нагреве стали 10X11B3K2ФБТаNdP (SAVE12) до температуры 1050 – 1100 °C с выдержкой до 20 ч отмечали только уменьшение количества б-феррита. Вопросам размеров зерен δ-феррита и образующихся зерен аустенита целенаправленного внимания в работах [13 – 15] практически не уделено. В том же плане представлены и результаты, полученные в работе [16] для стали Р92. Как сопутствующие гомогенизационным отжигам отмечены рост или постоянство [7] размеров зерен б-феррита для стали 07Х12НМФБ в интервале температур гомогенизации 1150 – 1240 °C, неизменность [6] или увеличение [6; 17; 18] размеров зерен аустенита в сталях 10Х9К3В2МФБР, 02Х9К3В2МФБР, 005Х9К3В2МФБР (при 1000 – 1200 °C) [6] и в стали 27X16M2B2Ф при 900 – 1150 °C [18]. В целом единообразного поведения структуры для всех ФМХС в анализируемом диапазоне температур не наблюдается.

Целью работы является исследование влияния температуры нагрева в фазовую область аустенит +  $\delta$ -феррит на размер аустенитного зерна, размер зерен (областей)  $\delta$ -феррита и предела текучести экспериментальных ФМХС с разным «исходным» соотношением структурных составляющих мартенсит —  $\delta$ -феррит.

#### Методика проведения исследований

Исследования проводили на пяти сталях экспериментального состава, выплавленных в вакуумной индукционной печи, и стали 40X12 промышленной плавки.

Представленные в работе стали отобраны по признаку содержания в них  $\delta$ -феррита. Они иллюстрируют собой «крайние точки» по содержанию  $\delta$ -феррита (0 и 100%) (табл. 1, стали I и S), с минимальным ( $\sim 0-1,5$ %) содержанием  $\delta$ -феррита (табл. 1, сталь S), наиболее часто получаемые значения в сталях с оптимальными механическими свойствами (табл. S), сталь S), а также сталь с большим (40%) содержанием S-феррита (табл. 1, сталь S).

Слитки экспериментальных сталей массой 3 кг подвергали горячей ковке на пруток квадратного сечения со стороной ~14 мм. Сталь 40X12 использовалась в виде прутка круглого сечения диаметром 40 мм. Химический состав всех сталей определялся масс-спектрометрическим методом и представлен в табл. 1.

Химический состав и некоторые характеристики исследованных сталей

Table 1. Chemical composition and some indicators of the studied steels

юмсрі	пост	иψ	Эрмі	тров	апи	л ау	CICIIIIII	ного зерна в 12 %-ных хромис
Содержание δ-феррита, % (об.)	1250*	0	1,5	8,6	65	100		Структура и гом определяют тов, способству
	1100*	0	0	2,8	40	100		(γ-стабилизаторо В качестве обос это свойство, п ленты по Шефф
Значения критических точек, °C	Мн	323	250	240	220	ı		их расчетов, мог таких формул Ц
	Ac3	870	088	596	1010	ı		Рагхавана, Юфе модель, которая д чений структуры
Содержание легирующих элементов, % (по массе) 3начения хромоникелевых 3начени эквивалентов То	Ac1	810	092	780	006	I		щей работе ист формул, найден ниже формулах,
	Ni-эквивалент	9,1	4,29	4,78	2,92	5,07		валентов, конценченных их хими процентах. Расслентов приведен Сг-Ni-эквивален
	Ст-эквивалент	9,82	10,86	11,97	11,98	15,21		описывает сигм
	В	I	0,004	0,006	0,004	0,004		Ст-эквива
								+ 1,5Si $+ 1,$
	Ta	ı	1	I	I	0,1	,1 % (по массе)	+ 0,387
	S S	ı	ı	I	0,35	0,34	0П) %	Ni-эквива
	>	ı	0,30	0,17	0,12	0,31	$^*$ Указание на температуру закалки, $^\circ \text{C}$ $^{**}$ В этой стали дополнительно содержится медь в количестве $0,1$ $^9$	+ 0,750
	M	ı	90,0	1,42	ı	2,10		Термическая водилась в среде
	Мо	I	0,11	0,56	1,70	1,60		% 100
	Mn	0,51	1,98	2,80	I	1,33		nddэф-60 -
	Si	0,23	0,48	0,50	0,21	0,55		Содержание д-феррита, %
	ï	0,24	0,28	0,11	0,20	0,13		O Coder
	Cr	12,1	11,7	12,2	11,8	12,3		Рис. 1. Связь об
	C	0,38	0,13	0,15	0,11	0,14	азание <u>в</u> этой ста	δ-феррита в экспе раб
Cranb		I**	2	3	4	5	* YK	Fig. 1. Relatio and amount of δ-f in th

механические свойства сталей во мнося соотношением легирующих элеменующих стабилизации либо аустенита ов), либо феррита (α-стабилизаторов). общенных параметров, описывающих ринято использовать Cr- и Ni-эквиварлеру [1]. Формулы, используемые для гут быть различны (известны варианты **Шеффлера**, Шнейдера, Бидули, Потака, ерова и др.). Каждый автор выбирает ту дает лучшее совпадение прогнозных знаного состава с наблюдаемым. В настояпользован собственный вариант таких ных экспериментально. В приведенных использованных для определения эквинтрации легирующих элементов, обозначескими символами, берутся в весовых считанные значения Cr- и Ni-эквиваны в табл. 1. Параметр «обобщенный  $_{HT} = (Cr-эквивалент) - (Ni-эквивалент)»$ моидальной зависимостью количество алях, использованных в проведенных где представлены также данные по всем алям (более 70) (рис. 1). Значения обобпентов вместе с значениями критических Мн показаны в табл. 1.

$$Cr$$
-эквивалент =  $0.75Cr + 4.13Al + 3.75V +$   
+  $1.5Si + 1.31Nb + 1.13Mo + 1.88Ti + 0.56W +$   
+  $0.38Ta + 0.75Zr + 1.5Ce,Y + 1.157;$   
 $Ni$ -эквивалент =  $0.75Ni + 22.5C + 18.78N +$   
+  $0.75Co + 0.38Mn + 0.23Cu - 0.593.$ 

Термическая обработка образцов во всех случаях проводилась в среде аргона. Образцы в ампуле, заполненной

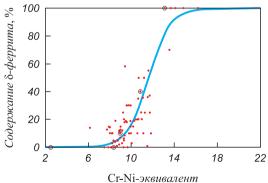


Рис. 1. Связь обобщенного Cr-Ni-эквивалента и количества δ-феррита в экспериментальных сталях (описываемые в данной работе стали выделены кружками)

Fig. 1. Relationship between generalized Cr-Ni-equivalent and amount of  $\delta$ -ferrite in experimental steels (the steels described in the article are highlighted in circles)

инертным газом, помещали в предварительно разогретую печь. После выдержки 15 мин их закаливали в масло.

Типовой термической обработкой для ферритномартенситных сталей исследуемого класса, применяемой для получения требуемого комплекса эксплуатационных свойств, является закалка от температур 1050 – 1120 °C с отпуском при 650 – 780 °C [19]. От тех же температур 1050 – 1120 °C проводят и нормализацию образцов ферритно-мартенситных сталей для определения их структурного класса (по методу Гийе). В настоящем исследовании закалка от температуры 1100 °C с последующим отпуском при 720 °C в течение 2 ч применялась для придания всем образцам однотипного исходного состояния. Именно в этом состоянии определялось содержание δ-феррита в сталях, данные о котором представлены на рис. 1 и в табл. 1 в графе, отвечающей за температуру закалки 1100 °C. Для исследования влияния собственно температуры закалки на структуру опытных сталей образцы подвергались повторному нагреву до температур 900 - 1250 °C, выдержке при этих температурах 15 мин и закалке в масло. Отпуск после повторной закалки на образцах для металлографических исследований не проводился.

Образцы для изучения структуры представляли собой кубики со стороной 6-8 мм. Перед приготовлением шлифа с выбранной плоскости удаляли слой металла не менее 0,7 мм. Структуру металла выявляли реактивом Вилелла (слабый раствор соляной, азотной и пикриновой кислот в этиловом спирте) и далее анализировали на микроскопе Axio Lab.A1. Изображения сохраняли в виде электронных документов. Размеры аустенитных зерен (отождествляемые с размерами мартенситных областей) определяли методом секущих. Размеры областей (зерен)  $\delta$ -феррита почти всегда рассчитывали по измерениям их максимальных диаметров. Эти же данные использовали и для расчета объемной доли  $\delta$ -феррита.

Для оценки механических свойств из «кубиков» со стороной  $\sim 8$  мм, подвергнутых закалке, изготавливали цилиндрические образцы диаметром и высотой 5-6 мм, после чего их отпускали при 720 °C в течение 2 ч в среде аргона с последующим охлаждением на воздухе. Проводили испытания на сжатие при 20 °C с определением предела текучести.

#### Результаты исследований и их обсуждение

Типичная структура ФМХС после закалки с различным содержанием δ-феррита и размером зерна мартенсита приведена на рис. 2.

Анализ структуры сталей в зависимости от температуры нагрева под закалку показывает, что для всех сталей в интервале температур  $950-1175\,^{\circ}\mathrm{C}$  наблюдается ожидаемый рост аустенитного зерна. Однако во всех сталях с исходными ферритно-мартенситной и мартенситной

структурами (кроме стали 40X12) при дальнейшем увеличении температуры картина меняется — размеры образующегося аустенитного зерна начинают уменьшаться. Одновременно с этим возрастает количество  $\delta$ -феррита (рис. 3). Такое поведение характерно для сталей 2-4.

Такой эффект наблюдается только в том случае, если в стали при данной температуре нагрева начинает появляться  $\delta$ -феррит (сталь 2), его количество начинает резко возрастать (стали 3, 4). Так, в стали 2  $\delta$ -феррит не обнаруживается металлографическим методом после закалки от  $1100\,^{\circ}$ С, что позволило отнести эту сталь к мартенситному классу. Однако он начинает фиксироваться при температурах нагрева  $1200\,^{\circ}$ С и выше и этому сопутствует измельчение образующегося аустенитного зерна (рис. 3, a).

В стали I (марка 40X12) после нагрева до любых (из исследованных) температур  $\delta$ -феррит не обнаруживается. В этой стали наблюдается классический непрерывный рост аустенитного зерна с увеличением температуры нагрева под закалку от 950 до 1250 °C (рис. 3,  $\delta$ ). В однофазных сталях (сталь 5 со 100 % феррита или аустенитная сталь 08X18H10T) эффекта измельчения зерна с ростом температуры нагрева не наблюдается (рис. 3,  $\epsilon$ ,  $\epsilon$ ).

Дельта-феррит, являясь температурно-устойчивой формой железа, не подвергается полиморфным превращениям при нагреве, в отличие от мартенсита, являющегося основной структурной составляющей ФМХС при комнатной температуре. В этом отношении δ-феррит мог бы являться той фазой, которая служила бы «механическим» препятствием для роста аустенитных зерен. Однако сопоставление расстояния между объемами δ-феррита («межферритного расстояния») и размерами образующегося при этом аустенитного зерна (рис. 4) такое предположение не подтверждает (рис. 5) (в противном случае точки на рис. 5 располагались бы вдоль сплошной линии, проведенной под углом 45° к осям координат).

Описываемая последовательность изменения размера аустенитного зерна в сталях 2-4 и характеристик  $\delta$ -феррита в зависимости от температуры закалки не зависит от исходного состояния ОЦК-фазы, предшествующей нагреву (мартенсит закалки или феррит от изотермического превращения). Так, в стали 3 изотермическими закалками при  $650-680\,^{\circ}$ С и выдержкой  $350-500\,^{\circ}$ Ч была сформирована полностью ферритная структура (смесь  $\alpha$ - и  $\delta$ -феррита) с некоторым количеством ( $\sim$ 0,3%) первичных карбидов, выделяющихся на первой стадии изотермического распада переохлажденного аустенита. Последующие опыты, проведенные на стали с такой структурой, дают аналогичную зависимость размера аустенитного зерна от температуры, как и на стали с исходной структурой мартенсит +  $\delta$ -феррит (рис. 3, a).

Необычная зависимость структуры от температуры нагрева поставила вопрос об обратимости наблюдаемых изменений. Для исследования были проведены

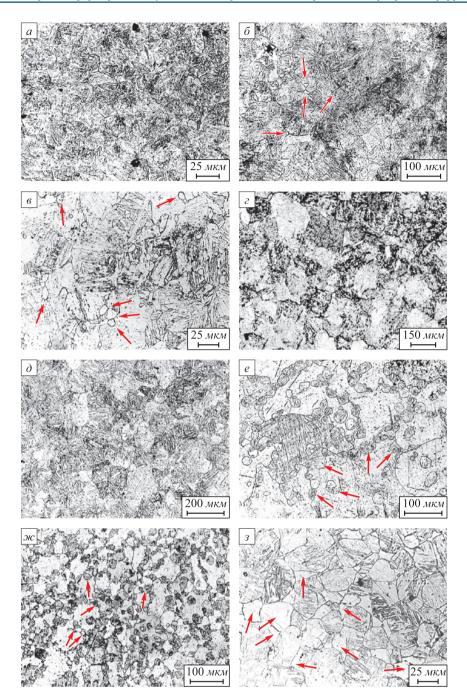


Рис. 2. Структуры ФМХС после термической обработки:

Fig. 2. Structures of FMHS after heat treatment:

двухступенчатые опыты с нагревами в высокотемпературную область стали 3:

- первые нагревы до 1200 1250 °C для формирования условно большого количества  $\delta$ -феррита ( $\sim$ 9 %);
- вторые нагревы до типовых температур закалки 1080-1110 °C, при которых количество  $\delta$ -феррита в сталях значительно меньше ( $\sim$ 3 %).

Результаты таких опытов показали, что повторные нагревы в область, где содержание  $\delta$ -феррита должно быть небольшим (с выдержкой в этой области до 3 ч), не приводят к восстановлению значений как содержаний, так и размеров «областей»  $\delta$ -феррита до значений, характерных для «низкой» температуры (табл. 2): в стали продолжает наблюдаться 6-8%  $\delta$ -феррита.

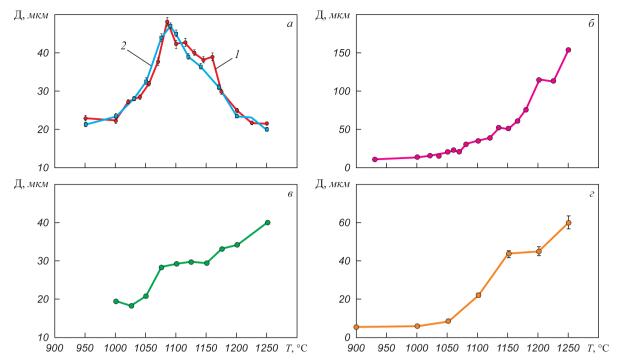


Рис. 3. Зависимость размера зерна аустенита от температуры нагрева в сталях: a — сталь 3 (1, 2 — с исходной структурой  $\delta$ -феррит + мартенсит и  $\delta$ -феррит +  $\alpha$ -феррит соответственно);  $\delta$  — сталь I;  $\theta$  — зерна феррита в стали  $\delta$ ;  $\varepsilon$  — 08X18H10T

Fig. 3. Dependence of grain size of austenite in steels on heating temperature: a – steel 3 (1, 2 – with the initial structure  $\delta$ -ferrite + martensite and  $\delta$ -ferrite +  $\alpha$ -ferrite, respectively);  $\delta$  – steel 1;  $\epsilon$  – ferrite grains in steel 5;  $\epsilon$  – 08Kh18N10T

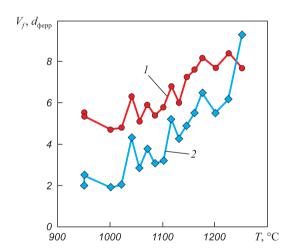
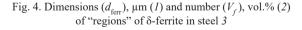
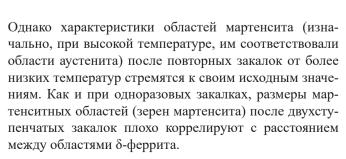


Рис. 4. Размеры ( $d_{
m \varphi epp}$ ), мкм (I) и количество ( $V_f$ ), % (об.) (2) «областей»  $\delta$ -феррита в стали 3





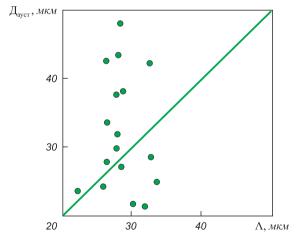


Fig. 5. Relationship between grain sizes of austenite ( $D_{\rm aust}$ ) and distance between the volumes of  $\delta$ -ferrite ( $\Lambda$ )

Наблюдения, описывающие изменения количества  $\delta$ -феррита с ростом температуры нагрева в области температур выше  $1080\,^{\circ}$ С, могут отражать особенности «перемещения» точки, соответствующей химическим составам сталей на диаграммах фазового состояния. На рис. 6 приведены варианты фазовых диаграмм для сталей с  $12-16\,^{\circ}$  Cr систем  $Fe-12\,^{\circ}$  Cr – C и  $Fe-16\,^{\circ}$  Cr –  $2\,^{\circ}$  Ni – C [9-10]. Экспериментально

# Характеристики областей феррита и мартенсита в стали 3 после двойных закалок

Table 2. Characteristics of ferrite and martensite regions in steel 3 after double quenching

	Параметры первичной закалки									
Характеристика*		1250 °C – 15 мин		1225 °C – 15 мин		1100 °C – 15 мин				
	Параметры повторной закалки									
	без повторной закалки	1100 °C – 15 мин	1100 °С – 3 ч	без повторной закалки	1100°C – 15 мин	без повторной закалки				
% б-феррита	$9,6 \pm 3,10$	$5,85 \pm 0,75$	$8,0 \pm 1,00$	$6,2 \pm 2,40$	$5,9 \pm 1,80$	$2,8 \pm 0,10$				
$d_{\text{ферр}}$ , мкм	$7,7 \pm 0,56$	$9,90 \pm 0,31$	$11,2 \pm 0,21$	$8,4 \pm 0,26$	$7,3 \pm 0,15$	$5,8 \pm 0,13$				
$d_{\scriptscriptstyle{ ext{MAPT}}}$ , мкм	$19,6 \pm 0,57$	$34,10 \pm 0,69$	$42,9 \pm 0,96$	$21,6 \pm 0,40$	$40,7\pm0,60$	$42,2 \pm 1,10$				
$\lambda_{\phi epp}$ , мкм	22,2	47,1	32,5	30,1	26,6	32,4				

 $<sup>^*</sup>d_{_{ ext{depp}}}$  – размеры областей  $\delta$ -феррита;  $d_{_{ ext{Mapt}}}$  – размеры областей мартенсита;  $\lambda_{_{ ext{depp}}}$  – расстояние между областями  $\delta$ -феррита

построенные фазовые диаграммы для сталей с более сложным легирующим комплексом, которым обладают современные ФМХС, не найдены, а диаграммы, построенные программами синтеза фазовых областей типа TermoCalc, не представляются в достаточной степени достоверными. На представленных диаграммах матовой вертикальной линией выделена область с характерным для исследуемых ФМХС содержанием углерода. Из приведенных диаграмм следует два вывода:

— с повышением температуры нагрева в составе сталей может появляться (если при более низких температурах нагрева его не наблюдали) или нарастать количество  $\delta$ -феррита, это определяется положением и наклоном линии, разграничивающей область  $\delta$  +  $\gamma$  с областью существования только фазы  $\gamma$ ;

- с повышением легированности сталей область сосуществования  $\delta + \gamma$  наблюдается при все более низких температурах и расширяется до все больших содержаний углерода. Видимо, этот эффект и проявляется в опытах, проведенных в настоящей работе.

Анализ предела текучести сталей, измеренный при 20 °C, в зависимости от температуры нагрева показывает, что повышение количества  $\delta$ -феррита в структуре при увеличении температуры закалки от 1200 °C и выше вызывает снижение характеристики  $\sigma_{0.2}^{20}$  (рис. 7).

Разница в характеристиках прочности определяется двумя факторами:

 измельчение зерна должно вызывать упрочнение сталей в соответствии с законом Петча-Холла [20]:

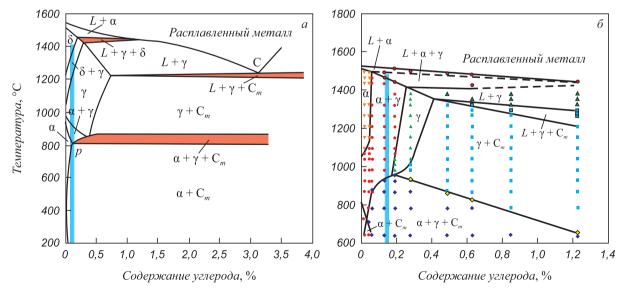


Рис. 6. Диаграммы фазового равновесия системы Fe – 12 % Cr – С (a) и Fe – 16 % Cr – 2 % Ni – С  $(\delta)$  (обозначение  $C_m$  на рисунках указывает на образование карбидов)

Fig. 6. Phase equilibrium diagrams of the systems Fe – 12 % Cr – C (a) and Fe – 16 % Cr – 2 % Ni – C ( $\delta$ ) (C<sub>m</sub> indicates the formation of carbides)

$$\Delta \sigma \sim \frac{K_{\rm y}}{\sqrt{\prod_{\rm 3epha}}}$$
,

где  $K_y$  – постоянная Петча-Холла;  $Д_{\text{зерна}}$  – размер зерна; – увеличение количества  $\delta$ -феррита в структуре стали должно снижать ее прочность:

$$\Delta \sigma \sim (1 - kV_f^n),$$

где k, n — константы;  $V_f$  — объемная доля феррита [20], так как предел текучести феррита примерно в два раза ниже предела текучести мартенсита того же состава, как это было показано в работе [21].

Снижение прочности свидетельствует о том, что в данных условиях испытаний упрочнение от уменьшения размера зерна аустенита — это более слабый фактор, чем разупрочнение от нарастания количества  $\delta$ -феррита. Связь измеряемых характеристик ( $\sigma_{0,2}^{20}$ ,  $V_f$ ,  $\mathcal{I}_{3\text{срна}}$ ) в этом температурном интервале (1175 — 1250 °C) можно описать общим уравнением

$$\sigma_{0.2}^{20} = 201 V_f^{0.053} \Pi_{\text{3epha}}^{0.41}$$
.

Описанные выше явления свидетельствуют о том, что количество  $\delta$ -феррита, содержание которого может являться браковочным признаком для промышленных ФМХС, можно уменьшать в некоторых пределах, снижая температуру нагрева под закалку и одновременно увеличивая время выдержки при этой температуре. Это может быть реализовано как на этапе гомогенизирующих отжигов, так и на этапе заключительной термической обработки по типу «закалка + отпуск».

#### Выводы

В жаропрочных высокохромистых сталях с мартенситно-ферритной структурой размер мартенситного зерна с ростом температуры нагрева ведет себя не монотонно: при нагреве на температуры 1200 °С и выше он уменьшается. В структуре при этом повышается содержание δ-феррита.

В ФМХС  $\delta$ -феррит образуется не только в высокотемпературной области диаграммы фазового равновесия (в интервале температур кристаллизации), но и значительно ниже – вплоть до типовых температур нагрева под закалку таких сталей.

Повышение содержания δ-феррита в ФМХС при температурах закалки 1200 °С и выше приводит к снижению предела текучести таких сталей при 20 °С, несмотря на измельчение аустенитного зерна.

# Список литературы / References

**1.** Калин Б.А., Платонов П.А., Тузов Ю.В., Чернов И.И., Штромбах Я.И. *Физическое материаловедение. Т. 6.* 

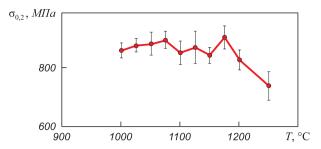


Рис. 7. Зависимость предела текучести стали 3 при испытании на сжатие при  $20\,^{\circ}$ С в зависимости от температуры нагрева под закалку

Fig. 7. Dependence of yield strength of steel 3 during compression test at  $20~{\rm ^{\circ}C}$  depending on heating temperature for guenching

Конструкционные материалы ядерной техники. Москва: НИЯУ МИФИ; 2012:736.

Kalin B.A., Platonov P.A., Tuzov Yu.V., Chernov I.I., Shtrombach Ya.I. *Physical Materials Science. Vol. 6. Structural Materials of Nuclear Technology.* Moscow: National Research Nuclear University MEPhI; 2012:736. (In Russ.).

- Escobar J.D., Faria G.A., Maia E.L., Oliveira J.P., Boll T., Seils S., Mei P.R., Ramirez A.J. Fundamentals of isothermal austenite reversion in a Ti-stabilized 12Cr – 6Ni – 2Mo super martensitic stainless steel: Thermodynamics versus experimental assessments. Acta Materialia. 2019;174:246–259. http://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.05.026
- Bettanini A.M., Ding L., Mithieux J.-D., Parrens C., Idrissi H., Schryvers D., Delannay L., Pardoen T., Jacques P.J. Influence of M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> dissolution on the kinetics of ferrite to austenite transformation in Fe-11Cr-0.06C stainless steel. *Materials* and Design. 2019;162:362–374. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.12.005
- 4. Оленин М.И., Павлов В.Н., Быковский Н.Г., Осипова И.С., Башаева Е.Н., Гусельникова Т.М., Приймина Т.А. Влияние гомогенизации на хладостойкость высокопрочной коррозионно-стойкой стали марки 07Х16Н4Б. Вопросы материаловедения. 2009;2(58):33–37.

Olenin M.I., Pavlov V.N., Bykovskii N.G., Osipova I.S., Bashaeva E.N., Gusel'nikova T.M., Priimina T.A. Effect of homogenization on the cold resistance of high-strength corrosion-resistant steel 07Kh16N4V. *Voprosy materialove-deniya*. 2009;2(58):33–37. (In Russ.).

- 5. Бережко Б.И., Оленин М.И., Горынин В.И., Стольный В.И. Повышение сопротивления хрупкому разрушению высокохромистых сталей мартенситного и мартенситно-ферритного классов за счет гомогенизирующего отжига. Вопросы материаловедения. 2016;3(87):7–13.
  - Berezhko B.I., Olenin M.I., Gorynin V.I., Stol'nyi V.I. Increasing resistance of high-chromium martensitic and ferritic-martensitic steels to brittle fracture by homogenizing. *Voprosy materialovedeniya*. 2016;3(87):7–13. (In Russ.).
- 6. Козлов П.Ю, Скоробогатых В.Н., Щенкова И.А., Дуб В.К., Астахов М.В. Влияние углерода на структуру и свойства жаропрочных 9 %-ных хромистых сталей. Известия вузов. Черная металлургия. 2011;54(3):48–51. Kozlov P.Yu, Skorobogatykh V.N., Shchenkova I.A., Dub V.K., Astakhov M.V. Influence of carbon on structure and properties of high-temperature steels with 9% of chromium.

Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2011;54(3):48–51. (In Russ.).

- 7. Кудрявцев А.С., Охапкин К.А., Маркова Ю.М. Влияние технологических параметров горячей прокатки на структуру и свойства 12 %-ной хромистой стали. *Металлург*. 2018;(10):48–53.
  - Kudryavtsev A.S., Okhapkin K.A., Markova Yu.M. Influence of technological parameters of hot rolling on the structure and properties of 12 %-Cr steel. *Metallurg*. 2018;(10): 48–53. (In Russ.).
- **8.** Eliniyaz Z., Zhang L., Suna F., Shen Y., Shan A. Microstructural evolution of delta ferrite in SAVE12 steel under heat treatment and short-term creep. *Materials Characterization*. 2012;73:144–152.

#### https://doi.org/10.1016/j.matchar.2012.08.009

- 9. Оленин М.И., Каштанов А.Д., Романов О.Н., Махорин В.В. Влияние гомогенизирующего отжига на снижение содержания δ-феррита в высокопрочной высокохромистой стали мартенситного класса марки 07Х15Н5Д4Б, полученной методом селективного лазерного сплавления. Вопросы материаловедения. 2021;2(106):47–54.
  - Olenin M.I., Kashtanov A.D., Romanov O.N., Makhorin V.V. Influence of homogenizing annealing on the reduction of  $\delta$ -ferrite content in high-strength high-chromium martensitic steel grade 07Kh15N5D4B obtained by selective laser alloying. *Voprosy materialovedeniya*. 2021;2(106):47–54. (In Russ.).
- **10.** Чернявская С.Г., Красникова С.Н., Сулименко А.В. Изменение дельта-феррита в стали 1X16H3Б при гомогенизации. *Металловедение и термическая обработка металлов*. 1972;(9):66–67.
  - Chernyavskaya S.G., Krasnikova S.N., Sulimenko A.V. Change of delta ferrite in steel 1Kh16N3B during homogenization. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*. 1972;(9):66–67. (In Russ.).
- 11. Корнеев Е.А., Громов А.Ф., Киселев А.М. Влияние дельта-феррита на свойства мартенситных сталей. *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2013;698(8):46–50.
  - Korneev E.A., Gromov A.F., Kiselev A.M. Effect of delta ferrite on the properties of martensitic steels. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*. 2013;698(8):46–50. (In Russ.).
- 12. Kuper M.W., Alexandrov B.T. Retention of delta ferrite in the heat-affected zone of Grade 91 steel dissimilar metal welds. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2019;50(6): 2732–2747. https://doi.org/10.1007/s11661-019-05182-4
- 13. Niessen F., Tiedje N.S., Hald J. Kinetics modeling of deltaferrite formation and retainment during casting of supermartensitic stainless steel. *Materials and Design*. 2017;118: 138–145. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.01.026

- 14. Ji Y.P., Li Y.M., Zhang M.X., Qu W., Zhao T.X., Ren H.P. Grain refinement mechanism of the δ-ferrite in steels through cerium addition. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2020;51:1707–1718. https://doi.org/10.1007/s11661-020-05645-z
- 15. Zhou X., Liu Y., Qiao Z., Guo Q., Liu C., Yu L., Li H. Effects of cooling rates on ferrite-austenite formation and martensitic transformation in modified ferritic heat resistant steel. Fusion Engineering and Design. 2017;125:354–360. https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2017.05.095
- 16. Saini N., Mulik R.S., Mahapatra M.M., Kannan R., Sharma N.K., Li L. Dissolution of δ-ferrite and its effect on mechanical properties of P92 steel welds. *Materials Science and Engineering: A.* 2020;796:139370. https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139370
- 17. Chen K., Yan J., Li N., Luo M., Shi H., Zhu X., Liu Y., Zhao X., Zhang R. The effect of the annealing temperature on the damping capacity under constant prestress, mechanical properties and microstructure of an Fe-11Cr-2.5Mo-0.1 Zr-1.0Ni forged damping alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2020;815:152429. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.152429
- **18.** Zheng S., Yuan X., Gong X., Le T., Ravindra A.V. Hot deformation behavior and microstructural evolution of an Fe-Cr-w-Mo-V-C steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2019;50(5):2342–2355. https://doi.org/10.1007/s11661-019-05162-8
- 19. Бобков В.П., Румянцев В.Н., Соловьев В.А., Тарасиков В.П. Справочник по свойствам материалов для перспективных реакторных технологий. Том 5. Свойства реакторных сталей и сплавов. Москва: ИздАТ; 2014:584.
  - Bobkov V.P., Rumyantsev V.N., Solov'ev V.A., Tarasikov V.P. Handbook on the Properties of Materials for Advanced Reactor Technologies. Vol. 5. Properties of Reactor Steels and Alloys. Moscow: IzdAT; 2014:584. (In Russ.).
- **20.** Штремель М.А. *Прочность сплавов. Ч. 2. Деформация.* Москва: МИСиС; 1997: 527. Shtremel' M.A. *Alloy Strength. Part 2. Deformation.* Mos-
- **21.** Беломытцев М.Ю., Образцов С.М., Моляров А.В. О соотношении жаропрочности и содержания феррита в 12 %-ных хромистых сталях с ферритно-мартенситной структурой. *Металлург*. 2017;(9):46–51.
  - Belomyttsev M.Yu., Obraztsov S.M., Molyarov A.V. Effect of ferrite content on high temperature strength of ferritic-martensitic steels with 12% Cr. *Metallurg*. 2017;(9):46–51. (In Russ.).

# Сведения об авторе

# Information about the Author

cow: MISIS; 1997:527. (In Russ.).

**Михаил Юрьевич Беломытицев,** д.т.н., профессор кафедры металловедения и физики прочности, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

E-mail: myubelom@yandex.ru

Mikhail Yu. Belomyttsev, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair "Metallography and Physics of Strength", National University of Science and Technology "MISIS"

E-mail: myubelom@yandex.ru

Поступила в редакцию 29.09.2022 После доработки 30.12.2022 Принята к публикации 30.12.2022 Received 29.09.2022 Revised 30.12.2022 Accepted 30.12.2022