

УДК 621.78:621.774

Эволюция микроструктуры и механических свойств тонкостенных труб из стали Х5Ю3БСЧ при старении

С.М. Ирмагамбетова, М.С. Тарасова, Б.А. Тарасов, С.Н. Никитин, Э.М. Глаговский
Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва

Целью данной работы являлось изучение влияния термической обработки на механические свойства тонкостенных труб из сплава на основе системы Fe-Cr-Al, а также изучение эволюции микроструктуры и механических свойств труб после термического старения.

Для проведения экспериментов использовали трубы из стали Х5Ю3БСЧ. Исследовали тонкостенные трубы типоразмера 9,7x8,7 мм в холоднодеформированном, частично- и полностью рекристаллизованном состояниях.

Показано, что структура труб в частично рекристаллизованном состоянии представляет собой «композитную» структуру, состоящую из равноосных зерен размером 20-30 мкм, окруженных полосами мелких зерен размером 2-5 мкм. Данная структура образовалась из-за различной кинетики рекристаллизации разных текстурных компонент в трубе после прокатки. В трубах в рекристаллизованном состоянии наблюдается острая текстура типа $\{111\} \langle 112 \rangle$, характерная для большинства ОЦК металлов. Выделения вторичных фаз представляют собой фазу Лавеса и карбид Fe_3Nb_3C . Характерный размер выделений фаз Лавеса составляет 100-200 нм и не зависит от финишной термообработки.

Прочность и пластичность исследуемого сплава после отжига в течение 2000 ч при температурах 450-700 °С в частично- и полностью рекристаллизованном состояниях оставались практически неизменными.

Ключевые слова: Fe-Cr-Al, кратковременные механические свойства, старение, текстура, фаза Лавеса.

Evolution of microstructure and mechanical properties of thin-walled pipes made of steel H5Yu3BSCh during aging

S.M. Irmagambetova, M.S. Tarasova, B.A. Tarasov, S.N. Nikitin, E.M. Glagovsky
National Research Nuclear University «MEPhI», Moscow

The aim of this work was to study the effect of heat treatment on the mechanical properties of thin-walled pipes made of Fe-Cr-Al alloy, as well as to study the evolution of the microstructure and mechanical properties of the pipes after thermal aging.

Pipes made of Kh5Yu3BSCh steel were used for the experiments. Thin-walled pipes of size 9.7x8.7 mm were studied in cold-deformed, partially and completely recrystallized states.

It is shown that the structure of the pipes in the partially recrystallized state is a "composite" structure consisting of equiaxed grains of 20-30 μm in size, surrounded by bands of small grains of 2-5 μm in size. This structure was formed due to different recrystallization kinetics of different texture components in the pipe after rolling. In the recrystallized state, the pipes exhibit a sharp texture of the $\{111\} \langle 112 \rangle$ type, which is typical of most BCC metals. The secondary phase precipitates are the Laves phase based on Fe_2Nb , as well as Fe_3Nb_3C carbide. The characteristic size of the Laves phase precipitates is 100-200 nm and does not depend on the final heat treatment, indicating that the bulk of the Laves phase is precipitated during heat treatment of intermediate-sized pipes. The strength and ductility of the alloy under study after annealing for 2000 h at temperatures of 450-700 °C in partially and completely recrystallized states remained virtually unchanged.

Key words: Fe-Cr-Al, short-term mechanical properties, aging, texture, Laves phase.

ВВЕДЕНИЕ

Разработка сплавов на основе системы Fe-Cr-Al является перспективной из-за их уникальных свойств. В настоящее время проводятся обширные исследования механических и физических свойств этого материала для оценки возможности использования его в качестве материала оболочек твэлов ядерных реакторов. В данной статье исследованы эволюция микроструктуры и механических свойств стали X5ЮЗБСЧ при старении.

Сплавы Fe-Cr-Al являются кандидатными материалами для оболочек твэлов перспективных реакторов со свинцовым и свинцово-висмутовым теплоносителями, а также водо-водяных реакторов с водой со сверхкритическим давлением из-за присущей им стойкости к окислению в высокотемпературном паре и стойкости к коррозии в водной среде [1,2], низкой степени радиационного распухания [3,4], жаропрочности [5] и совместимости с тяжелыми металлами [6], однако существуют проблемы, связанные с технологией изготовления труб, возникающие из-за присущей хрупкости матриц FeCrAl с ОЦК решеткой.

Сплавы на основе FeCrAl имеют на порядок большее сечение захвата нейтронов, чем у сплавов на основе циркония, поэтому толщина труб из сплава FeCrAl должна составлять ~ 0,5 мм, чтобы компенсировать потерю нейтронов. Для получения конечного размера труб с толщиной стенки порядка 0,5 мм требуются многократные операции прокатки с высокими конечными деформациями. Это приводит к образованию внутренних напряжений, которые возможно полностью или частично устранить с помощью термообработки.

Механические свойства металлических материалов можно эффективно регулировать за счет управления структурой и составом материала, включая границы зерен и границы раздела фаз. Во время термомеханической обработки и дальнейшей эксплуатации происходит выделение карбидов, карбонитридов и фаз Лавеса, которые значительным образом влияют на структуру и свойства материала [7,8]. Однако для безопасной работы твэлов от материала оболочек требуются не только высокие механические

характеристики исходного материала, но и стабильность их микроструктуры во время эксплуатации.

Таким образом, целью данной работы было изучение влияния термомеханической обработки на микроструктуру и механические свойства труб из стали X5ЮЗБСЧ и их эволюцию при длительном старении.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

С целью исследования влияния времени и температуры старения на механические свойства FeCrAl сплавов была выбрана сталь X5ЮЗБСЧ (5Cr3Al0,55Si0,9Nb0,06Y0,003B).

Слиток массой 50 кг был прокован в пруток, из которого изготовлены гильзы. Для получения трубных заготовок с оптимальной микроструктурой, пригодной для дальнейшей холодной прокатки, гильзы подвергнуты тепловой ротационной ковке. Из части полученной трубы изготовлены путем прокатки на станах ХПТ и ХПТР тонкостенные трубы типоразмера 9,7x8,7 мм.

После холодной прокатки трубы были отмыты, часть труб оставлена в холоднодеформированном состоянии, остальные термообработаны с получением частично рекристаллизованной структуры и полностью рекристаллизованной структуры.

Из полученных труб в трех состояниях - холоднодеформированное, частично рекристаллизованное и полностью рекристаллизованное - были изготовлены образцы (рис. 1) с рабочей длиной 6 мм, шириной 1,6 мм в виде фрагментов, вырезанных в осевом направлении трубы для испытания на одноосное растяжение для исследования механических свойств труб. Полученные образцы были отожжены в тигельных печах при температурах 450, 550, 650 и 700 °С в течение 100, 500, 1000 и 2000 ч. Исходные и состаренные образцы испытывали на растяжение при комнатной температуре с использованием универсальной испытательной машины УТС 111.2-50-22 («Тестсистемы», г. Иваново) при скорости перемещения траверсы 1 мм/с, что соответствует скорости деформации - 0,00278 с⁻¹. Для обеспечения надежности эксперимента в каждом испытании было протестировано по три образца.

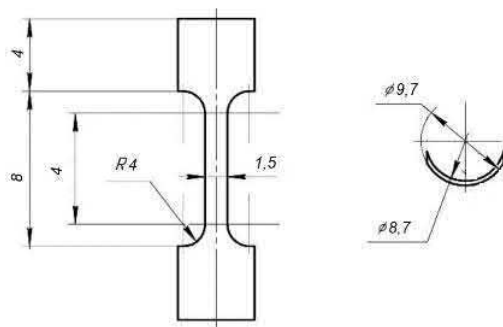


Рис. 1. Схема образца

Полученные трубы в трех состояниях – ХД, частично- и полностью рекристаллизованном состоянии - исследовали методами аналитической растровой (сканирующий электронный микроскоп СЭМ) и просвечивающей (ПЭМ и ПРЭМ) микроскопии; фазовый рентгеновский анализ выделений вторичных фаз проводили на травленых образцах труб.

Изготовление образцов для ПЭМ из труб осуществляли путем вырезки дисков $\varnothing 3$ мм из труб на проволочном электроэрозионном станке путем механической шлифовки на шлифовально-полировальном станке с двух сторон до толщины порядка 60 - 70 мкм. Образцы обрабатывались следующим образом: осуществлялась шлифовка на дисках зернистости P240, P600 и P1200, затем проводили полировку при помощи алмазной суспензии зернистостью 3 мкм. Окончательное утонение осуществляли двухсторонней струйной электрополировкой в электролите $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{CrO}_3$ при температуре 20 °С. Образцы исследовались на просвечивающем электронном микроскопе с ускоряющим напряжением 200 кВ.

Образцы для СЭМ были вырезаны из прокатанных труб, а также из образцов после старения электроэрозионным методом, а затем запрессованы в графитосодержащем полимере, после чего были отшлифованы на дисках зернистости P240, P600 и P1200, затем проводили полировку при помощи алмазной суспензии зернистостью 3 мкм и 1 мкм, заключающим этапом была обработка образца коллоидом.

Исследование микроструктуры поверхности образцов проводили с помощью аналитического растрового электронного микроскопа EVO 50 XVP производства фирмы Carl Zeiss (Германия). Изображение РЭМ преимущественно получали в обратно-рассеянных электронах. Исследование методом микрорентгено-спектрального анализа выполнено с помощью приставки EDS OXFORD INSTRUMENTS.

Для анализа выделений вторичных фаз образцы труб в соответствующем состоянии распрямлялись деревянным молотком и подвергались глубокому травлению в растворе 5%Br в CH_3OH с последующей аккуратной промывкой в нескольких порциях чистого метанола.

Результаты и обсуждение

Микроструктура тонкостенных труб в холодно-деформированном состоянии представляет собой легированный феррит с большим количеством выделений Fe_2Nb . Это связано с тем, что для упрощения технологической схемы трубы были получены из горячекованных заготовок.

Изображения микроструктуры трубы в состоянии ХД после прокатки на конечный размер, полученные с помощью СЭМ, приведены на рис. 2, а ПЭМ – на рис. 3.

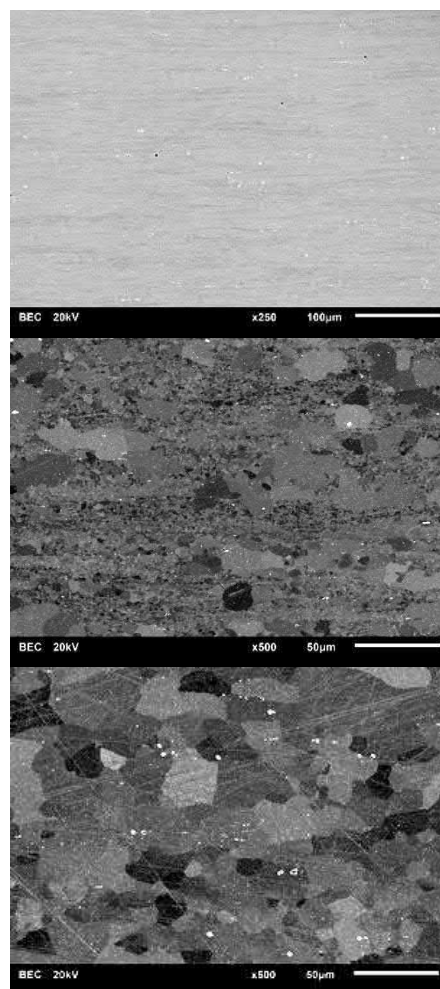


Рис. 2. Микроструктура труб из стали X5ЮЗБСЧ в холоднодеформированном, частично- и полностью рекристаллизованном состоянии

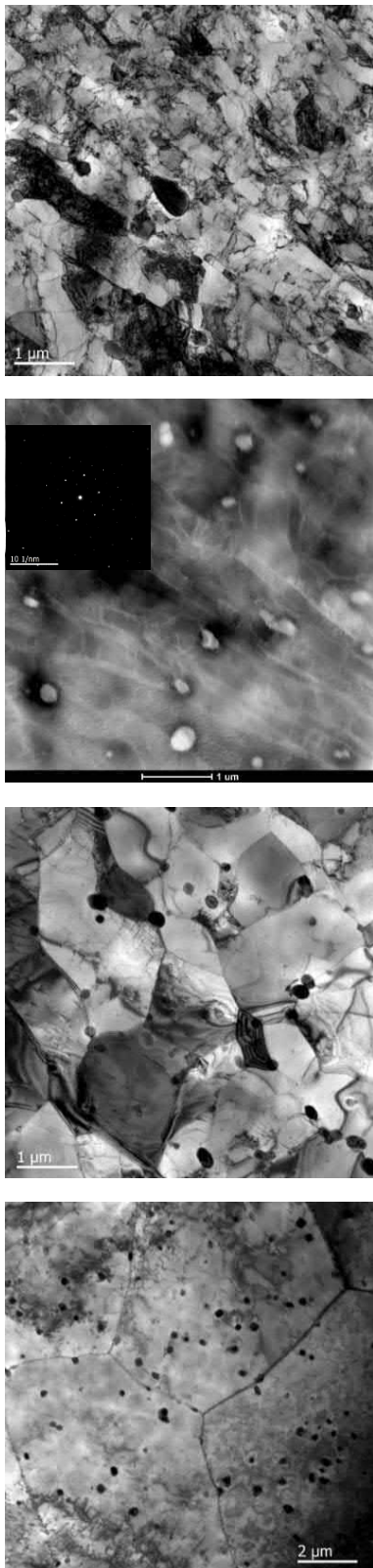


Рис. 3. Микроструктура трубы в состоянии ХД после прокатки (ПЭМ светлое поле, ПРЭМ, электронограмма с выделения Fe_2Nb), а также в частично- и полностью рекристаллизованном состояниях

Как видно из приведенных микрофотографий, в холодно-деформированном состоянии труба имеет фрагментированную микроструктуру с хорошо сформированными ячейками размером 0,4-0,7 мкм и длиной 1-5 мкм с равномерно распределенными округлыми выделениями фазы Лавеса диаметром порядка 0,2 мкм, образовавшимися на промежуточных стадиях трубного передела в деформированной ферритной матрице, также наблюдаются относительно крупные (порядка 3 мкм) единичные выделения, обогащенные ниобием и иттрием. Макроструктура при этом имеет явно выраженный волокнистый характер.

В трубах в частично-рекристаллизованном состоянии наблюдается бимодальное распределение зерен по размерам: среди областей мелких зерен с характерным размером 1-5 мкм наблюдаются крупные зерна размером порядка 10-30 мкм. При этом границы субзерен закреплены выделениями фаз Лавеса, так же как и в холоднодеформированных трубах, наблюдаются единичные выделения, обогащенные ниобием и иттрием.

При этом данные ПЭМ показывают, что мелкие зерна имеют в основном рекристаллизованную структуру, так же как и большие зерна.

Для определения механизма образования такой гетерогенной структуры были проведены исследования продольных шлифов методом EBSD.

На обзорных изображениях структуры (рис. 4) видно, что области с особенно мелким зерном выглядят как полосы, что говорит о том, что они могли образоваться в результате рекристаллизации отдельных текстурных компонент в деформированной трубе.

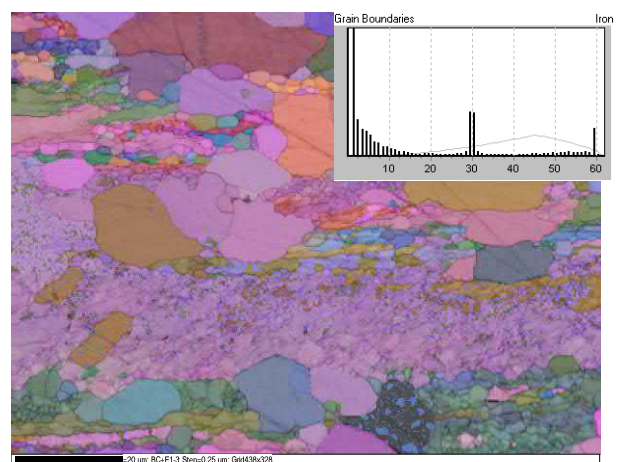


Рис. 4. Ориентационная карта в области мелкозернистой полосы частично-рекристаллизованной трубы

Прямые полюсные фигуры $\{100\}$, $\{110\}$, и $\{111\}$, полученные усреднением по всей толщине стенки трубы, приведены на рис. 5 и показывают, что в трубах наблюдается текстура

типа $\{111\} \langle 112 \rangle$, характерная для большинства ОЦК металлов [9].

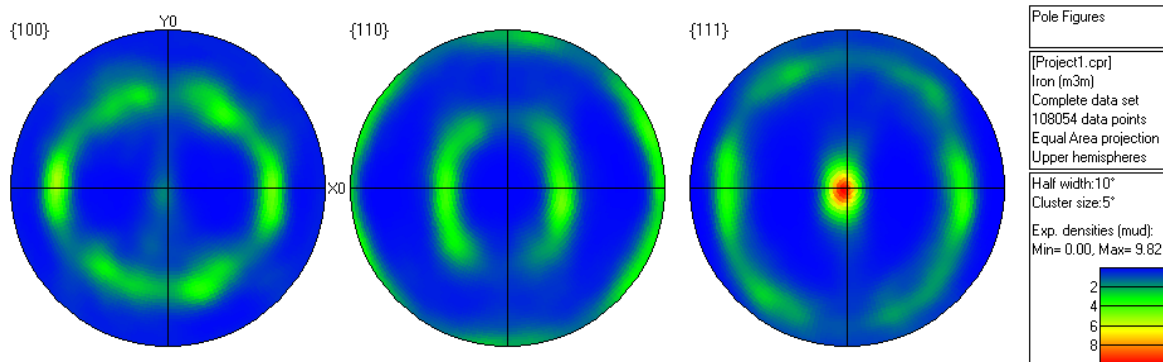


Рис.5. ППФ трубы в частично-рекристаллизованном состоянии

Также следует отметить, что такая «гетерогенная» структура часто наблюдается при рекристаллизации сплавов с ОЦК структурой [10].

Структура труб в рекристаллизованном состоянии состоит из равноосных зерен размером 10-60 мкм. В зернах равномерно распределены выделения фаз Лавеса. Обогащенные иттрием и ниобием выделения, наследуемые из холодно-деформированного состояния, не растворяются.

Острая текстура типа $\{111\} \langle 112 \rangle$ формируется на самых начальных стадиях рекристаллизации и в полностью рекристаллизованной трубе становится только острее.

Проведенные исследования выделенных осадков вторичных фаз методом рентгенофазового и микрорентгеноспектрального анализа показали, что в сталях присутствуют фазы Лавеса на основе Fe_2Nb , а также карбид $\text{Fe}_3\text{Nb}_3\text{C}$. Характерный размер выделений фаз Лавеса составляет 100-200 нм и не зависит от финишной термообработки, что еще раз подтверждает предположение о том, что основная масса фазы Лавеса выделяется при термообработке труб промежуточного размера.

После отжига при 450 °С из состояния ХД наблюдается та же фрагментированная микроструктура, как и до отжига, с ячейками размером 0,4-0,7 мкм и длиной 1-5 мкм с равномерно распределенными округлыми выделениями фазы Лавеса диаметром порядка 0,2 мкм. При достижении времени старения 2000 ч микроструктура по данным СЭМ не меняется.

После отжига при 550, 650 и 700 °С из состояния ХД в образцах наблюдается бимодальное распределение зерен по размерам, причем

рекристаллизация начинается уже после отжига в течение 100 ч. После отжига при температуре 550 °С наблюдаются области с мелким зерном с характерным размером 2-5 мкм, среди которых имеются крупные зерна с размером 15-30 мкм. После отжига при температуре 650 °С также наблюдаются области с мелким зерном с размером 2-5 мкм, однако крупные зерна вырастают до размеров порядка 30-100 мкм. После отжига при температуре 700 °С также наблюдаются области с мелким зерном с размером 2-5 мкм, однако объемная доля относительно крупных зерен уменьшается.

Отжиг при температурах 450 и 550 °С из состояния частичной и полной рекристаллизации не приводит к изменению структуры на микроуровне.

На рис. 6 показаны свойства при растяжении до и после старения для образцов, отожженных из ХД состояния. Как видно из рисунков, при температуре 450 °С пределы прочности и текучести незначительно уменьшились, что говорит о том, что при данной температуре снимается наклеп, уходят внутренние напряжения, но не идет процесс рекристаллизации. При температурах отжига 550, 650 и 700 °С пределы прочности и пластичности снижаются сильнее, а затем выходят на плато и после отжига в течение 1000 ч меняются незначительно – проходит первичная рекристаллизация, идет укрупнение зерна, что подтверждается микроструктурными исследованиями. Равномерное и относительное удлинения повышаются при увеличении времени отжига и затем выходят на насыщение.

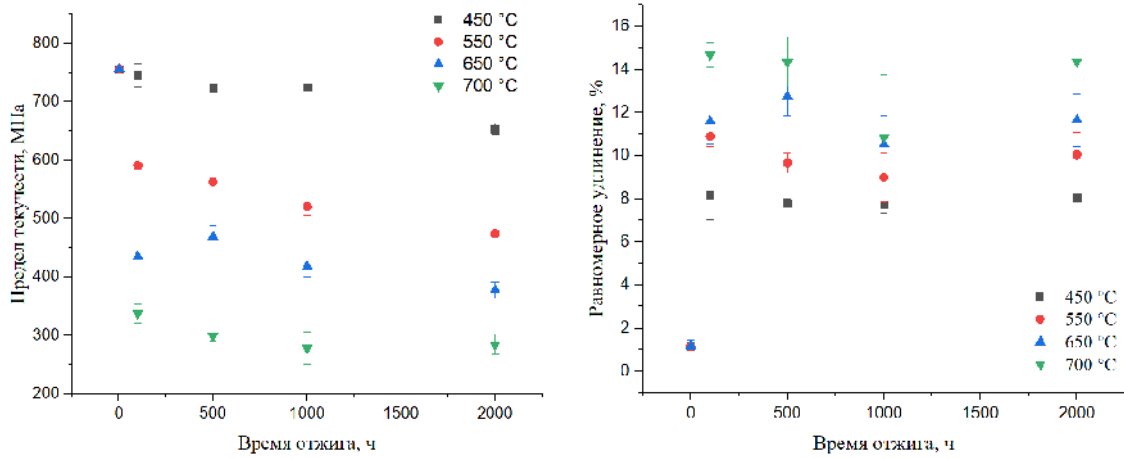


Рис. 6. Зависимости кратковременных механических свойств от времени старения для образцов, отожженных из холодно-деформированного состояния

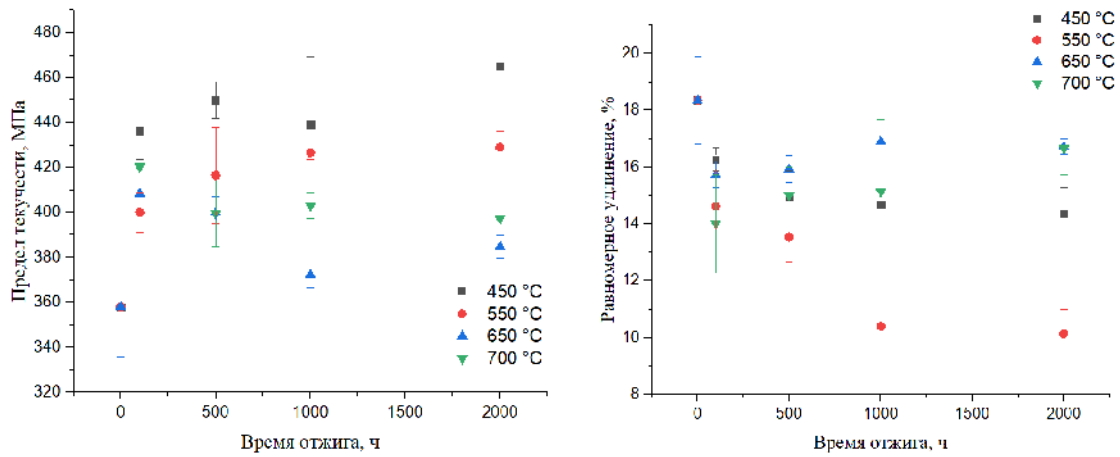


Рис. 7. Зависимости кратковременных механических свойств от времени старения для образцов, отожженных из частично-рекристаллизованного состояния

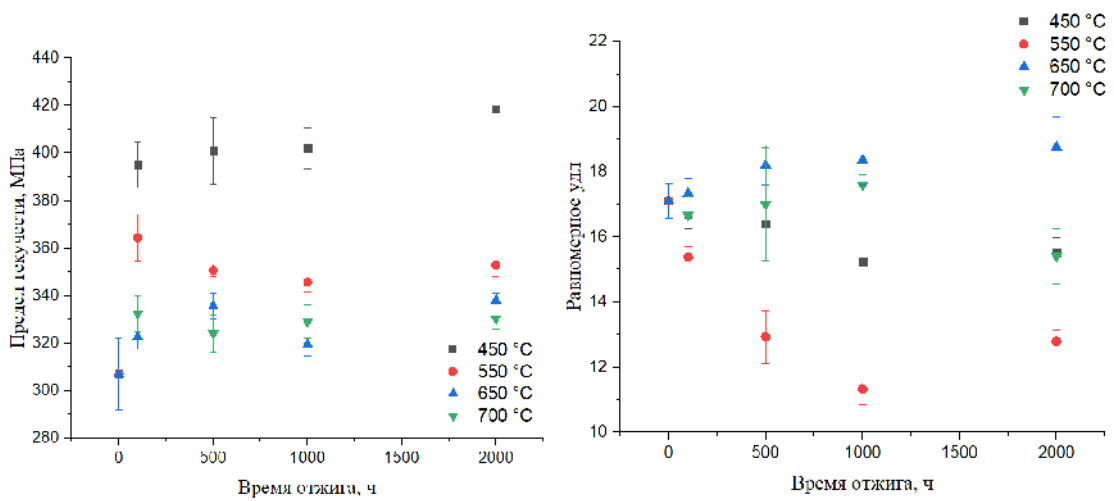


Рис. 8. Зависимости кратковременных механических свойств от времени старения для образцов, отожженных из полностью рекристаллизованного состояния

По данным рис. 7 и 8 видно, что кратковременные механические свойства для образцов, отожженных из состояния частичной и полной рекристаллизации, изменяются практически одинаково. Пределы прочности и текучести повышаются после отжига в течение 100 ч, что связано с выделением вторичных фаз. При температуре отжига 450 °С прочность увеличивается при дальнейшем увеличении времени отжига, однако при более высоких температурах прочность снижается после времени отжига 500 ч – происходит «перестаривание», однако значения пределов прочности и текучести не падают ниже исходных величин. Очевидно, что фазы Лавеса выделяются в основном в объеме зерна, что приводит к повышению прочности и не приводит к снижению пластичности. Наименьшее значение прочности наблюдается при отжиге при температуре 550 °С. Пластичность сплава для всех температур снижалась, однако после выдержки в течение 500 ч практически не изменялась; минимальное удлинение образцов наблюдается при температуре отжига 550 °С: для образцов, состаренных из состояния частичной рекристаллизации, составляет порядка 17 %, для образцов, состаренных из состояния полной рекристаллизации, – порядка 22 %.

ВЫВОДЫ

1) Исследовано структурно-фазовое состояние трубчатых образцов из стали Х5ЮЗБСЧ в холодно-деформированном, частично- и полностью рекристаллизованном состояниях. В частично-рекристаллизованном состоянии наблюдается «композитная» структура из равноосных зерен размером 20-30 мкм, окруженных полосами мелких зерен размером 2-5 мкм. Результаты исследований методом дифракции отраженных электронов показывают, что данная структура образовалась из-за различной кинетики рекристаллизации разных текстурных компонент в трубе после прокатки. В трубах, в частично- и полностью рекристаллизованном

состояниях, наблюдается острая текстура типа $\{111\} \langle 112 \rangle$, характерная для большинства ОЦК металлов. Выделения вторичных фаз представляют собой фазу Лавеса на основе Fe_2Nb , а также карбид $\text{Fe}_3\text{Nb}_3\text{C}$. Характерный размер выделений фаз Лавеса составляет 100-200 нм и не зависит от финишной термообработки, что свидетельствует о том, что основная масса фазы Лавеса выделяется при термообработке труб промежуточного размера.

2) Исследована микроструктура и кратковременные механические свойства труб после старения в течение 2000 ч при температурах 450, 550, 650 и 700 °С из разных исходных состояний.

При старении образцов из трубы в холодно-деформированном состоянии при температуре 450 °С в металле протекают, в первую очередь, процессы возврата деформированной структуры с образованием субзерен характерным размером 0,5-1,5 мкм, незначительно снижается прочность. Увеличение температуры старения до 550, 650 и 700 °С в течение 2000 ч приводит к протеканию не только процессов возврата, но и, по данным СЭМ, к первичной рекристаллизации, что в свою очередь приводит к более значимому уменьшению прочности и увеличению удлинения.

В частично- и полностью рекристаллизованном состоянии, по результатам СЭМ, каких-либо изменений структуры образцов труб после старения в течение 2000 ч не отмечается, что говорит о достаточной стабильности мезоструктуры. Однако по графикам зависимости кратковременных механических свойств от времени отжига можно говорить о том, что при всех температурах идет процесс старения, что приводит к увеличению прочности: для температур отжига 550, 650 и 700 °С наблюдается снижение прочности после отжига в течение 500 ч, однако значения пределов прочности и текучести не падают ниже исходных величин. Наибольшее снижение прочности и пластичности наблюдается при температурах отжига 550 °С.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Wang P., Grdanovska S., Bartels D.M., Was G.S. *Effect of radiation damage and water radiolysis on corrosion of FeCrAl alloys in hydrogenated water*. J. Nucl. Mater. Elsevier B.V, 2020. Vol. 533. P. 152108.
2. Gushev M.N., Field K.G., Yamamoto Y. *Design, properties, and weldability of advanced oxidation-resistant FeCrAl alloys* // Mater. Des. Elsevier, 2017. Vol. 129, № April. P. 227–238.
3. Kögler R. et al. *Nanocavity formation and hardness increase by dual ion beam irradiation of oxide dispersion strengthened FeCrAl alloy* // J. Nucl. Mater. 2012. Vol. 427, № 1–3. P. 133–139.
4. Lin Y.R. et al. *Temperature-dependent cavity swelling in dual-ion irradiated Fe and Fe-Cr ferritic alloys*

// *Acta Mater. Elsevier Ltd, 2021. Vol. 207. P. 116660.*

5. Wu S. et al. Preliminary study on the fabrication of 14Cr-ODS FeCrAl alloy by powder forging // *J. Mater. Sci. Technol. The editorial office of Journal of Materials Science & Technology, 2021. Vol. 83. P. 49–57.*

6. Dömstedt P., Lundberg M., Szakálos P. Corrosion studies of a low alloyed Fe–10Cr–4Al steel exposed in liquid Pb at very high temperatures // *J. Nucl. Mater. 2020. Vol. 531.*

7. Sun Z., Edmondson P.D., Yamamoto Y. Effects of Laves phase particles on recovery and recrystallization behaviors of Nb-containing FeCrAl alloys // *Acta Mater. 144 (2018) 716-727 .*

8. Huawei Zhanga, Jie Pana, Jun Lia, Zhigang Caib, Jiewei Zhangb, Ping Caob, Cheng Sub, Xueshan Xiaoa. Effect of Nb content on the precipitation behaviors of Fe-Cr-Al fuel cladding alloys during long-term aging at 475 °C // *Materials Science & Engineering A 826 (2021) 141890*

9. Despres A. et al. Contribution of intragranular misorientations to the cold rolling textures of ferritic stainless steels // *Acta Materialia. – 2020. – T. 182. – С. 184-196.*

10. Gao F. et al. Formation of recrystallization texture and its effect on deep drawability for high-purified ferritic stainless steel by two step cold rolling // *Materials & Design., 2023. Vol. 226. 111679.*

Поступила в редакцию / Received 24.12.2024

Поступила после рецензирования / Revised 20.01.2025

Принята к публикации / Accepted 03.02.2025