

УДК 669.15-194.55:53.096

EDN BVSLZP

## ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ НАГРЕВОВ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ ФЕРРИТНО-МАРТЕНСИТНОЙ СТАЛИ ЭК181

**М.В. Леонтьева-Смирнова, А.В. Юрина, Н.С. Николаева, В.А. Дорофеева,  
Е.М. Можанов, А.А. Голубничий, М.Д. Савельев**  
АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических  
материалов имени академика А.А. Бочвара», Москва

*В работе представлены результаты исследования структурно-фазового состояния ферритно-мартенситной стали ЭК181 после термической обработки, включавшей закалку от 1100, 1150 и 1250 °С с последующим отпуском при 720 °С. Структурные изменения изучены методами оптической и электронной микроскопии. Установлено, что основным типом выделений являются карбиды  $M_{23}C_6$  ( $M = Cr, Fe, W$ ), присутствующие в виде округлых и стержнеобразных частиц. При всех температурах закалки также выявлены дисперсные частицы на основе ванадия (V) и тантала (Ta). При 1100 °С обнаружены оксокарбонитриды на основе V и Ta. При 1150 и 1250 °С наблюдаются дисперсные фазы, формирующиеся по субграницам. Показано, что повышение температуры закалки способствует укрупнению зерен бывшего аустенита, выделению зернограничной фазы и росту микротвердости.*

**Ключевые слова:** ферритно-мартенситная сталь ЭК181, высокотемпературная закалка, отпуск, микроструктура, карбиды  $M_{23}C_6$ , микротвердость

---

## INFLUENCE OF HIGH-TEMPERATURE HEATING ON THE STRUCTURAL-PHASE STATE OF FERRITIC-MARTENSITIC STEEL EK181

**M.V. Leontyeva-Smirnova, A.V. Yurina, N.S. Nikolaeva, V.A. Dorofeeva, E.M. Mozhanov,  
A.A. Golubnichy, M.D. Saveliev**  
JSC «A. A. Bochvar High-tech Research Institute of Inorganic Materials», Moscow

*The study presents the results of an investigation into the structural-phase state of ferritic-martensitic steel EK181 after heat treatment, which included quenching from 1100, 1150, and 1250 °C followed by tempering at 720 °C. Structural changes were examined using optical and electron microscopy. It was found that the primary type of precipitates are  $M_{23}C_6$  carbides ( $M = Cr, Fe, W$ ) which are present in the form of rounded and rod-shaped particles. Dispersed particles based on vanadium (V) and tantalum (Ta) were also identified at all quenching temperatures. At 1100 °C, oxocarbonitrides based on V and Ta are found. At 1150 and 1250 °C, dispersed phases formed along sub-boundaries are observed. The study shows that increasing the quenching temperature promotes the growth of prior austenite grains, a release of the grain boundary phase and an increase in microhardness.*

**Key words:** ferritic-martensitic steel EK181, heat treatment, quenching and tempering, microstructure,  $M_{23}C_6$  carbides, microhardness

---

## Введение

На этапе разработки твэлов реакторной установки БН-1200М в качестве оболочки твэла планируется использование ферритно-мартенситных сталей, устойчивых к облучению быстрыми нейтронами до доз свыше 145 смещений на атом (сна) и с низкой склонностью к радиационному распуханию [1-3].

Применение безникелевых ферритно-мартенситных сталей открывает перспективы для реализации концепции материалов с быстрым спадом наведенной активности, что позволяет значительно сократить сроки выдержки при утилизации конструктивных элементов и упростить процесс захоронения облученных металлических отходов, обеспечивая возможность их переработки через менее чем 100 лет после эксплуатации в реакторе.

Основная ядерно-физическая особенность ферритно-мартенситной стали ЭК181 (16X12В2ФТаР) состоит в том, что она является материалом с быстрым спадом наведенной активности после облучения [4, 5]. Из ее состава исключены наиболее активизируемые элементы (Мо и Nb) традиционного легирования 12 %-хромистых сталей, что компенсируется комплексным легированием вольфрамом (W), ванадием (V), танталом (Ta), которые способствуют твердорастворному упрочнению и реализации дисперсионного твердения [6, 7].

Для определения и прогнозирования кратковременных и длительных механических характеристик стали ЭК181 при экстремальных условиях эксплуатации необходим поиск эффективных режимов термической обработки в рамках традиционной схемы (закалка и отпуск). Повышение температуры закалки от 1100 °С до 1250 °С рассматривается как способ максимального растворения легирующих элементов в матрице и более равномерного их перераспределения между матрицей и вторичными фазами.

Цель настоящей работы заключается в выявлении структурных резервов стали ЭК181 при высокотемпературных нагревах для повышения уровня механических свойств в условиях эксплуатации в реакторе БН-1200М.

## Материалы и методики исследований

В качестве материала для исследований использованы прутки Ø 13 мм из ферритно-мар-

тенситной стали ЭК181. Закалка прутков проводилась при температурах 1100, 1150 и 1250 °С с последующим отпуском при 720 °С, охлаждающая среда – воздух.

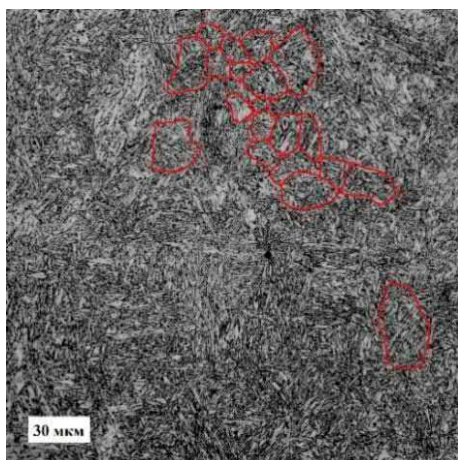
Для металлографических исследований из прутков изготовили поперечные шлифы. Подготовка образцов включала поэтапное шлифование на абразивных кругах различной зернистости с последующим полированием на сукне с использованием алмазных суспензий. Для выявления и контрастирования микроструктуры применялось электролитическое травление в 3% растворе щавелевой кислоты. Анализ микроструктуры проводился с помощью оптического микроскопа (ОМ) Leica DMi8 A, изображения регистрировались в программной среде Axalit. Средний размер зерен бывшего аустенита определяли на травленых шлифах методом случайных секущих.

Измерения микротвердости проводили на подготовленных шлифах по методу Виккерса на твердомере Durascan 50 по ГОСТ9450-76 [8] как среднее из десяти замеров. Нагрузка составляла 50 г, продолжительность выдержки под нагрузкой 10 с.

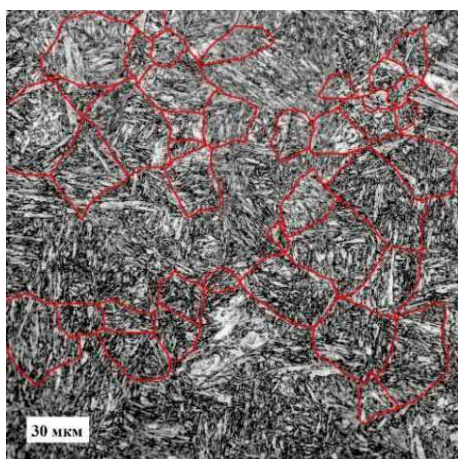
Электронно-микроскопические исследования проводились на фольгах, полученных методом электролитического утонения на установке Struers Tenupol-5 в 10%-ном растворе HClO<sub>4</sub> в этиловом спирте. Исследования методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) проводились на трансмиссионном электронном микроскопе Tecnai G2 20 TWIN с ускоряющим напряжением 200 кВ, оснащенным рентгеновским спектрометром EDAX. Методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) образцы исследовались на сканирующем электронном микроскопе Carl Zeiss NVision 40.

## Результаты и их обсуждение

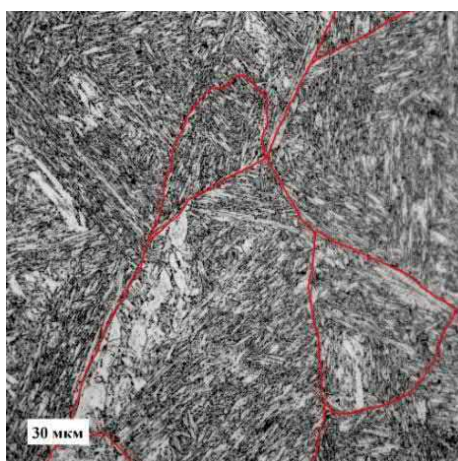
Методом оптической микроскопии получены изображения микроструктуры стали ЭК181 после термообработки (рис. 1.). Структура стали, формирующаяся после закалки и отпуска, представляет собой сорбит с морфологической ориентацией мартенсита. Средний размер зерен бывшего аустенита, претерпевающего мартенситное превращение в результате закалки, 10±1 мкм, 27±1 мкм, 85±4 мкм для образцов, закаленных от 1100, 1150 и 1250 °С соответственно (рис. 2.).



а)



б)



в)

Рис. 1. Сталь ЭК181. Влияние термообработки (закалка 1100-1250 °С с охлаждением на воздухе, отпуск 720 °С) на структурное состояние (оптическая микроскопия). Красным цветом выделены границы зерен бывшего аустенита. ОМ  
а) 1100 °С; б) 1150 °С; в) 1250 °С

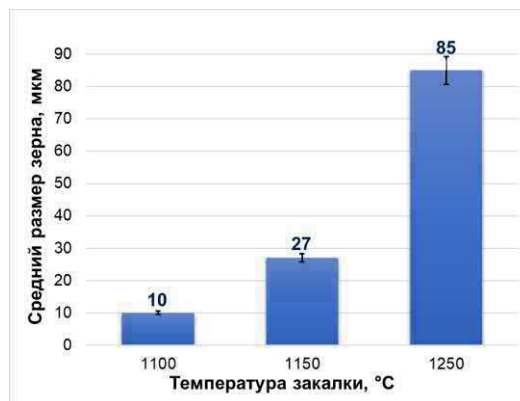


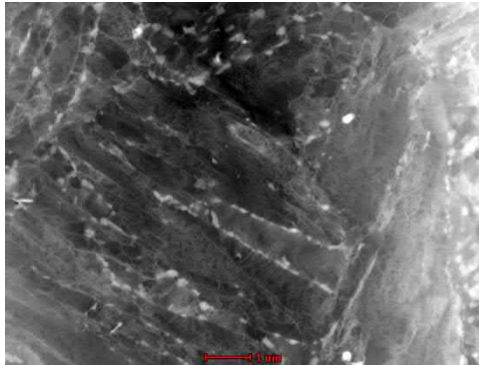
Рис. 2. Зависимость среднего размера зерна бывшего аустенита в стали ЭК181 от термообработки (закалка 1100-1250 °С с охлаждением на воздухе, отпуск 720 °С)

На рис. 3. представлены изображения тонкой структуры образцов после исследуемых режимов термической обработки. Ширина бывших мартенситных реек в структуре варьируется от 200 до 750 нм (рис. 3. а, в, д). Основным типом выделения в ферритно-мартенситной стали ЭК181 является карбид типа  $M_{23}C_6$ , частицы которого выделяются преимущественно по границам зерен бывшего аустенита и бывших мартенситных реек. Из рисунков 3 б, г, е видно, что частицы карбидов имеют округлую и стержнеобразную формы. Распределение размеров округлых (по диаметру) и стержнеобразных (по длине) карбидных частиц в зависимости от температуры закалки представлено на рис. 4. Как видно из рисунка, размер округлых частиц не претерпевает значительных изменений, в то время как стержнеобразные карбиды демонстрируют постепенное увеличение длины при повышении температуры закалки. Минимальное соотношение ширина/длина карбидов стержнеобразной конфигурации достигает 1:5 при 1100 °С, 1:10 при 1150 и 1250 °С. Карбидные частицы стержнеобразной формы могут снижать прочностные и пластические характеристики стали ЭК181 по сравнению с округлыми частицами. Это связано с анизотропным полем напряжений, формирующимся вокруг вытянутых частиц: на их концах возникают локальные растягивающие напряжения, способствующие зарождению микротрещин и локальной пластической деформации. Кроме того, с увеличением отношения длины к ширине карбидов интенсивность этих напряжений возрастает, что дополнительно снижает уровень механических свойств.

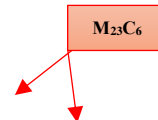
На рис. 5. б представлен типичный спектр, снятый с частиц  $M_{23}C_6$  (рис. 5. а). Видно, что основные элементы в составе карбида -

хром (Cr), железо (Fe) и вольфрам (W). Химический состав карбидов приведен в таблице 1. Повышение температуры закалки приводит к перераспределению хрома, железа и вольфрама между матрицей и карбидной фазой. С ростом температуры наблюдается снижение количества Fe в карбидах  $M_{23}C_6$ , а количество Cr и W

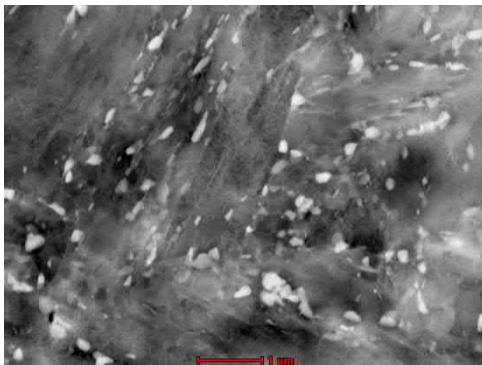
возрастает. При нагреве повышается диффузионная подвижность Cr и W из твердого раствора матрицы в карбидную фазу, что обусловлено более высокой карбидообразующей способностью хрома и вольфрама в сравнении с железом. В то же время железо переходит из карбидной фазы в твердый раствор.



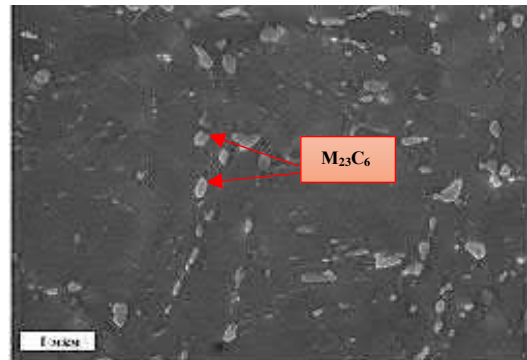
а) ПЭМ



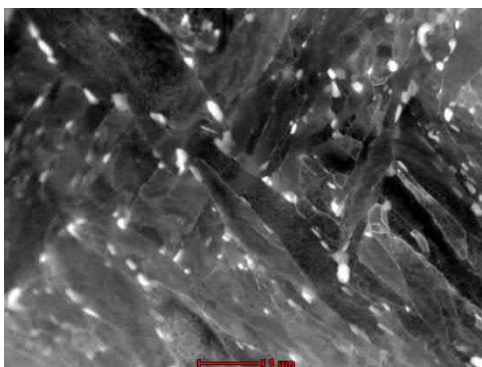
б) СЭМ



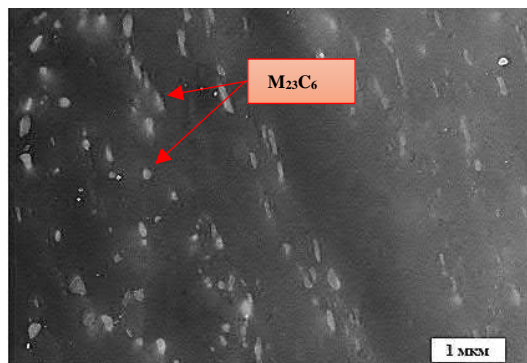
в) ПЭМ



г) СЭМ



д) ПЭМ



е) СЭМ

Рис.3. Общий вид тонкой структуры образцов из стали ЭК181 После различных режимов термической обработки (закалка 1100-1250 °С с охлаждением на воздухе, отпуск 720 °С): а, б) 1100 °С; в, г) 1150 °С; д, е) 1250 °С, ПЭМ и СЭМ

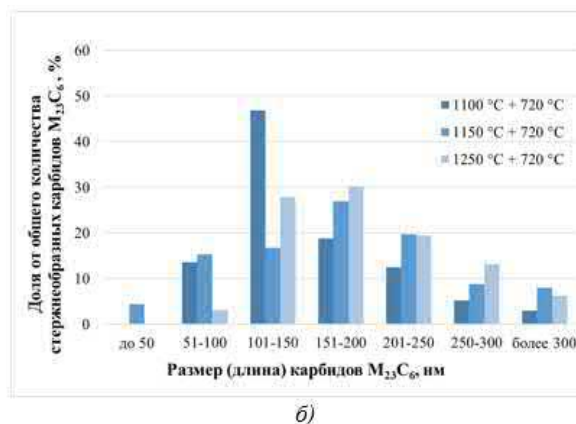


Рис.4. Распределение округлых (а) и стержнеобразных (б) выделений карбида  $M_{23}C_6$  по размерам в структуре образцов из стали ЭК181 после различных режимов термической обработки (закалка 1100-1250 °С с охлаждением на воздухе, отпуск 720 °С)

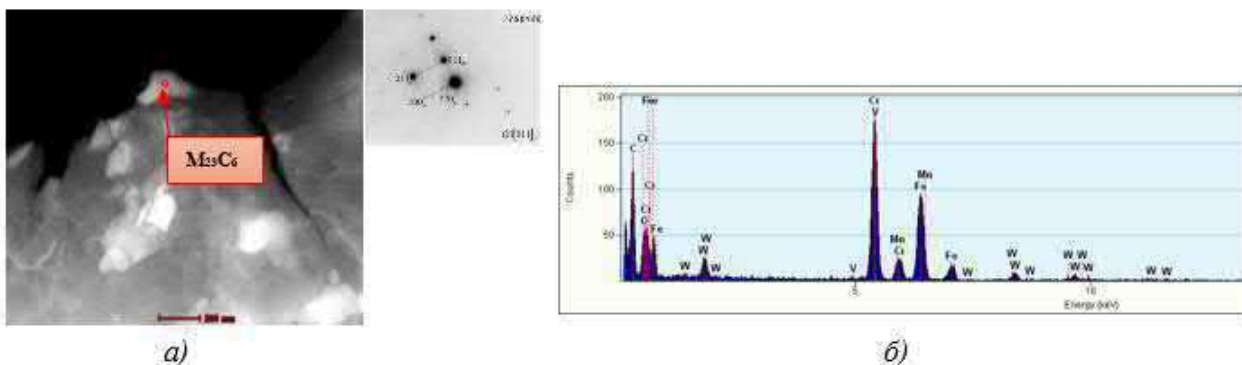


Рис. 5. Типичное выделение карбида  $M_{23}C_6$  в структуре стали ЭК181 для всех режимов термической обработки (а) и ЭДС-спектр (б), снятый с частиц этого типа, ПЭМ

Элементный состав выделений карбида  $M_{23}C_6$  в структуре стали ЭК181 в зависимости от термообработки (закалка 1100, 1150, 1250 °С, отпуск 720 °С)

Таблица 1

Температура закалки, °С	Cr, масс. %	Fe, масс. %	W, масс. %	(V, Mn), масс. %
1100	56,4±0,9	39,9±0,7	3,7±0,3	-
1150	62,7±0,5	31,9±0,4	4,6±0,1	0,8±0,04
1250	62,9±0,8	30,8±0,5	6,1±0,2	0,2±0,02

С ростом температуры закалки до 1150 и 1250 °С дисперсность карбидов  $M_{23}C_6$  стержнеобразной конфигурации растет (рис. 6. а, б, в). Кроме того, отмечено цепочкообразное выделение частиц карбидов по границам бывших мартенситных реек (рис. 6. г).

Из рис. 6. а, б видно, что на фоне частиц карбидов  $M_{23}C_6$  в матрице выделяются дисперсные частицы на основе V и Ta размером до 30 нм [9, 10]. Формирование таких частиц характерно для всех исследуемых режимов термообработки.

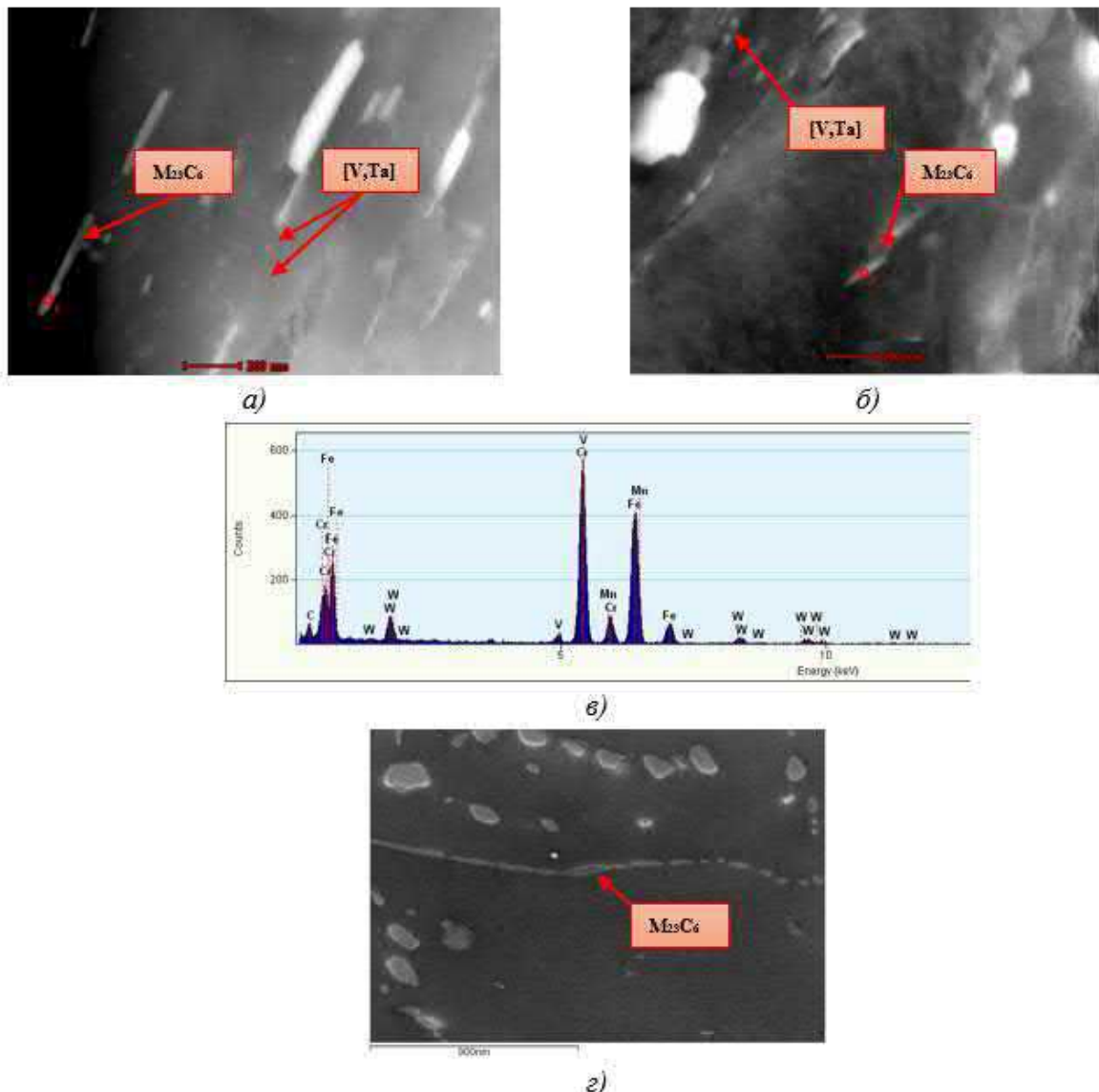


Рис. 6. Выделение карбидов  $M_{23}C_6$  в структуре стали ЭК181 после термической обработки (закалка 1150, 1250 °С, отпуск 720 °С)

а) 1150 °С, ПЭМ;

б) 1250 °С, ПЭМ;

в) типичный ЭДС-спектр, снятый с карбида этого типа;

г) цепочкообразное выделение карбидов по границе бывшей мартенситной рейки, СЭМ.

В структуре образцов после закалки от 1100 °С обнаружены включения размером ~100 нм (рис. 7. а). ЭДС-спектр (рис. 7. б), снятый с частиц этого типа, указывает на наличие частиц оксокарбонитрида на основе V и Ta в структуре стали. При повышении температуры закалки до 1150 и 1250 °С (рис. 6.) выделений

оксокарбонитрида на основе V и Ta в структуре стали уже не обнаружено. Это может быть связано с растворением таких частиц при повышении температуры и перераспределением V и Ta в структуре стали. Таким образом, температурный интервал устойчивости оксокарбонитридов не превышает 1150 °С.

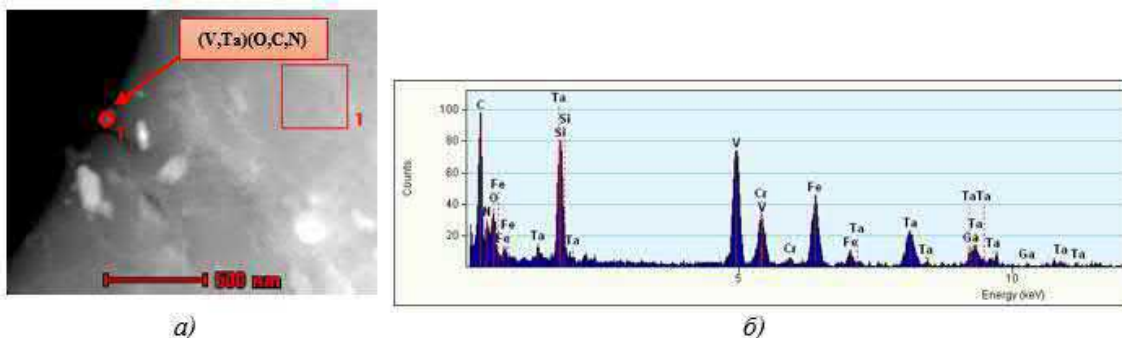


Рис. 7. Выделение частиц на основе V и Ta в структуре стали ЭК181 (а) и ЭДС-спектр (б), снятый с частиц этого типа, после термической обработки: закалка 1100 °С, отпуск 720 °С, ПЭМ

В структуре стали после термической обработки, включающей закалку от 1150 и 1250 °С, отмечены включения дисперсной, предположительно, карбидной фазы вдоль субграниц

(рис. 8. а, б). С повышением температуры закали от 1150 до 1250 °С количество фазы увеличивается, наблюдаются полностью заполненные фазой субграницы.

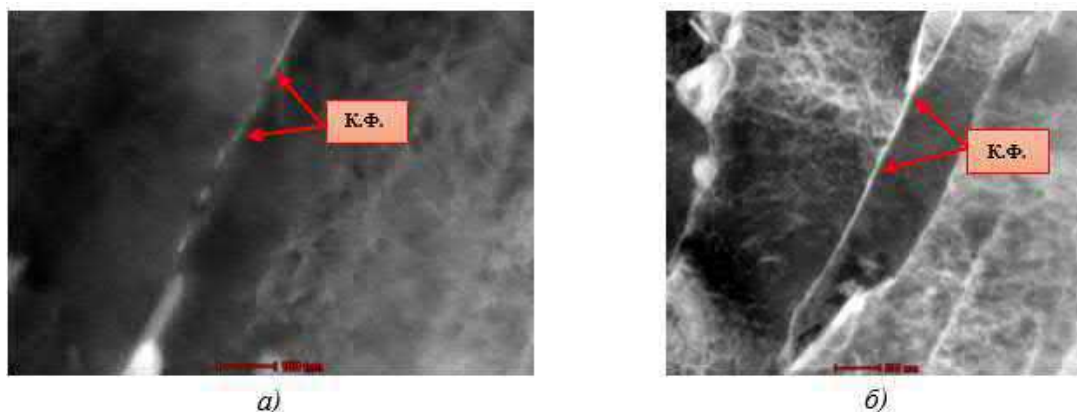


Рис. 8. Выделения карбидной фазы (К.Ф.) вдоль субграниц в структуре стали ЭК181 после термической обработки (закалка 1150, 1250 °С, отпуск 720 °С): а) 1150 °С; б) 1250 °С, ПЭМ

Исследования микротвердости стали ЭК181 после термической обработки (закалка от 1100-1250 °С, отпуск при 720 °С) показали, что значения микротвердости возрастают с повышением температуры закали:  $289 \pm 5$  HV<sub>0,05</sub> при 1100 °С,  $313 \pm 4$  HV<sub>0,05</sub> при 1150 °С и  $322 \pm 4$  HV<sub>0,05</sub> при 1250 °С (рис. 9).

Полученная закономерность обусловлена следующими факторами. С одной стороны, повышение температуры закали способствует увеличению растворимости тантала и вольфрама в твердом растворе матрицы [11, 12]. Легирующие элементы укрепляют связи между атомами, что ведет к усилению твердорастворного упрочнения [13]. При большем содержании тантала и вольфрама матрица становится более устойчивой к деформации, что увеличивает ее общую прочность. Наряду с этим при более высоких температурах закали также возрастает содержание хрома (Cr) и вольфрама (W) в карбидах M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (таблице 1), что усиливает дисперсионное упрочнение. Обогащенные хромом и вольфрамом карбиды M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> обладают более высокой твердостью и термической стабильностью, что положительно влияет на механические свойства стали ЭК181. Более того, с увеличением температуры закали наблюдается рост числа дисперсных фаз (рис. 8.), которые

Рис. 9. Влияние термообработки (закалка 1100, 1150, 1250 °С, отпуск 720 °С) на микротвердость стали ЭК181

создают дополнительные препятствия для движения дислокаций. Это также способствует увеличению микротвердости стали ЭК181.

Таким образом, количественные и качественные результаты структурных исследований являются отправной точкой в оценке комплексного влияния карбидных и твердорастворных фазовых превращений на регулирование уровня механических характеристик стали.

### Выводы

1. Микроструктура стали ЭК181 после всех исследованных режимов термической обработки (закалка от 1100, 1150, 1250 °С, отпуск при 720 °С) представляет собой сорбит. С увеличением температуры закалки от 1100 до 1250 °С размер бывшего аустенитного зерна возрастает с 10 до 85 мкм. Основным типом выделений в структуре стали являются карбиды  $M_{23}C_6$  (Cr, Fe, W), которые локализуются по границам зерен и бывших мартенситных реек. Частицы карбидов представлены двумя морфологическими типами: округлыми и стержнеобразными. При повышении температуры закалки отмечается изменение морфологических характеристик стержнеобразных карбидов. Минимальное соотношение ширина/длина карбидов стержнеобразной конфигурации достигает 1:5 при 1100 °С, 1:10 при 1150 и 1250 °С.

2. В структуре стали ЭК181, закаленной от 1100 °С, выявлены оксокарбонитриды на основе V и Ta размером около 100 нм. Обнаружены дисперсные частицы на основе V и Ta размером до 30 нм после всех режимов термической обработки. При температурах 1150 и 1250 °С по границам бывших мартенситных реек отмечено выделение дисперсной, предположительно, карбидной фазы, количество которой возрастает с ростом температуры закалки.

3. Микротвердость стали ЭК181 после термической обработки (закалка+отпуск) возрастает с повышением температуры закалки. При закалке от 1100 °С значения микротвердости составили  $289 \pm 5 HV_{0,05}$ , при 1150 °С –  $313 \pm 4 HV_{0,05}$ , а при 1250 °С достигают  $322 \pm 4 HV_{0,05}$ . Увеличение значений микротвердости связано с твердорастворным упрочнением за счет легирующих элементов, таких как тантал и вольфрам, а также усилением дисперсионного упрочнения, вызванного ростом числа дисперсных фаз.

4. Установлено, что структурный резерв стали ЭК181 при высокотемпературном нагреве до 1100 °С определяется наличием достаточной легированности твердого раствора, оптимальным соотношением морфологических типов карбидов  $M_{23}C_6$ , наличием дисперсных частиц на основе V и Ta.

### Список литературы

1. В.П. Тарасиков, Г.А. Биржевой, С.В. Шулепин. Влияние нейтронного облучения на физико-механические свойства сталей и сплавов отечественных ядерных реакторов. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2020, – 624 с.
2. Н.С. Николаева, М.В. Леонтьева-Смирнова, В.Л. Панченко. Структурно-фазовое состояние ферритно-мартенситной стали ЧС139 после облучения в реакторе БН-600 // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. 2023. 1 (117). С. 34-43.
3. Н.С. Николаева, М.В. Леонтьева-Смирнова, Е.М. Можанов. Влияние термического старения длительностью до 22000 часов на структурно-фазовое состояние ферритно-мартенситных сталей ЭК181 и ЧС139 // Физика металлов и металловедение. 2022. Том 123, № 5. С. 522-532.
4. М.В. Леонтьева-Смирнова, А.Н. Агафонов, Г.Н. Ермолаев, А.Г. Иолтуховский, Е.М. Можанов, Л.И. Ревизников, В.В. Цвелев, В.М. Чернов, Т.М. Буланова, В.Н. Голованов, З.О. Островский, В.К. Шамардин, А.И. Блохин, М.Б. Иванов, Э.В. Козлов, Ю.Р. Колобов, Б.К. Кардашев. Микроструктура и механические свойства малоактивируемой ферритно-мартенситной стали ЭК-181 (RUSFER-EK-181) // Перспективные материалы. 2006. 6. С. 40-52.
5. Д. А. Блохин, М. В. Леонтьева-Смирнова, В. М. Чернов, А. И. Блохин, Н. А. Демин, И. В. Сипачев. Ядерные физические свойства ферритно-мартенситной стали ЭК-181 в условиях длительного нейтронного облучения в быстром БН-600 и термоядерном ДЕМО-РФ реакторах // Перспективные материалы. 2010. № 4. С. 26-33.
6. К.А. Ланская. Жаропрочные стали. – М.: Металлургия, 1969, – 247 с.
7. К.А. Ланская. Высокохромистые жаропрочные стали – М.: Металлургия, 1976, – 216 с.

8. ГОСТ9450-76 Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников, М.: Издательство стандартов, 1993.

9. М.В. Леонтьева-Смирнова, А.Г. Иолтуховский, В.М. Чернов [и др.] Структурные особенности жаропрочных 12%-ных хромистых сталей с быстрым спадом активности // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. 2004. № 2(63). С. 142-155.

10. А.Н. Тюменцев, В.М. Чернов, М.В. Леонтьева-Смирнова [и др.]. Особенности микроструктуры феррито-мартенситной (12% Cr) стали ЭК-181 после термообработок по разным режимам // Журнал технической физики. 2012. Т. 82. № 1. С. 52-58.

11. Yuan, Z.; Kobayashi, S. Determination of Phase Equilibria among -Fe, -Fe and Fe<sub>2</sub>M Phases in Fe-Cr-M (M: Hf, Ta) Ternary Systems. *Metals* 2022, 12, 102. <https://doi.org/10.3390/met12010102>

12. Н.И. Ганина, А.М. Захаров, В.Г. Оленичева, Л.А. Петрова. Диаграммы состояния металлических систем. Вып. XXXIV. – М.: ВИНТИ, 1990. – 600 с.

13. Гольдштейн М.И., Литвинов В.С., Бронфин Б.М. Металлофизика высокопрочных сплавов. – М.: Металлургия, 1986, – 312 с.

Поступила в редакцию / Received 04.08.2025

Поступила после рецензирования / Revised 15.08.2025

Принята к публикации / Accepted 29.08.2025