

Влияние термомеханической обработки на особенности деформированной микроструктуры ферритно-мартенситной стали ЭК-181

© 2020

Алмаева Ксения Викторовна*^{1,3}, аспирант

Литовченко Игорь Юрьевич^{1,2,4}, кандидат физико-математических наук, доцент, доцент кафедры физики металлов, старший научный сотрудник лаборатории физики структурных превращений

Полехина Надежда Александровна^{2,5}, кандидат физико-математических наук, инженер

¹Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск (Россия)

²Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, Томск (Россия)

*E-mail: kseni_ya_almaeva@mail.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9181-4362>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5892-3719>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9076-5469>

Аннотация: Ферритно-мартенситные стали с содержанием хрома 9–12 % в настоящее время рассматриваются как перспективные конструкционные материалы для ядерной энергетики. Интерес к сталям такого класса обусловлен их более высокой стойкостью к радиационному распуханию по сравнению с используемыми в действующих реакторах деления аустенитными сталями. Рабочий температурный диапазон ферритно-мартенситных сталей снизу ограничен их склонностью к низкотемпературному охрупчиванию при радиационных воздействиях, а сверху – уровнем длительной прочности. В работе изучены особенности микроструктуры 12 %-ной хромистой ферритно-мартенситной стали ЭК-181 вблизи области шейки образцов, деформированных растяжением при $T=20$ °С и в интервале температур, близких к рабочим температурам ядерного реактора ($T=650$ и $T=720$ °С). Было проведено сравнительное исследование материалов, подвергнутых двум методам обработки: традиционной и высокотемпературной термомеханической. Показано, что пластическая деформация при $T=20$ °С после двух обработок качественно подобна и приводит к искривлению и фрагментации мартенситных ламелей, а также образованию новых малоугловых границ. Деформация вблизи интервала рабочих температур ($T=650$ и $T=720$ °С) способствует развитию процессов динамической полигонизации, рекристаллизации, увеличению плотности и размеров карбидных частиц. После высокотемпературной термомеханической обработки указанные процессы идут менее интенсивно по сравнению с состоянием после традиционной термической обработки. Сталь ЭК-181 после высокотемпературной термомеханической обработки имеет повышенный уровень прочности и оказывает более высокое сопротивление пластической деформации по сравнению с состоянием после традиционной обработки. Это связано с высокой плотностью наноразмерных частиц карбонитрида ванадия V(C, N) и повышенной плотностью дислокаций после высокотемпературной термомеханической обработки.

Ключевые слова: ферритно-мартенситная сталь; сталь ЭК-181; высокотемпературная термомеханическая обработка; предел прочности; предел текучести; относительное удлинение до разрушения; деформированная микроструктура.

Благодарности: Работа выполнена в рамках программы фундаментальных исследований государственных академий наук на 2013–2020 годы, направление исследований III.23. Авторы благодарят В.М. Чернова и М.В. Леонтьеву-Смирнову за предоставление образцов стали ЭК-181. Исследования микроструктуры выполнены с использованием оборудования Томского материаловедческого центра коллективного пользования ТГУ.

Статья подготовлена по материалам докладов участников IX Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2019) с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 9–13 сентября 2019 года.

Для цитирования: Алмаева К.В., Литовченко И.Ю., Полехина Н.А. Влияние термомеханической обработки на особенности деформированной микроструктуры ферритно-мартенситной стали ЭК-181 // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2020. № 2. С. 15–22. DOI: 10.18323/2073-5073-2020-2-15-22.

ВВЕДЕНИЕ

Благодаря достигнутому комплексу физико-механических и технологических свойств в настоящее время в качестве приоритетных конструкционных материалов для использования в активных зонах и внутрикорпусных устройствах ядерных и термоядерных реакторов нового поколения рассматриваются жаропрочные 9–12%-ные хромистые ферритно-мартенситные стали. Важными преимуществами 12%-ных хромистых ферритно-мартенситных сталей, по сравнению с 9%-ными, являются, во-первых, их повышенная стойкость к коррозии, во-вторых, более высокие значения механиче-

ских свойств (кратковременной и длительной прочности) при высоких температурах [1–3]. Согласно [4], при рабочих температурах выше 600 °С содержание хрома необходимо увеличить до 11–12 % для защиты от коррозии.

Ферритно-мартенситные стали обладают более высоким коэффициентом теплопроводности и более низким коэффициентом термического расширения, по сравнению с используемыми в действующих реакторах аустенитными сталями [5]. Одна из главных проблем при исследовании сталей такого класса состоит в следующем: рабочий температурный диапазон этих сталей снизу ограничен их склонностью к низкотемпературному

охрупчиванию (хладноломкости) при радиационных воздействиях, а сверху – уровнем длительной прочности (жаропрочности) [6; 7]. С целью расширения интервала рабочих температур этих сталей необходимо повысить их высокотемпературную прочность при сохранении необходимого запаса низкотемпературной пластичности [8–10]. Такие задачи решаются с помощью модификации микроструктуры путем термических и термомеханических обработок [11; 12]. Многие работы зарубежных и российских авторов посвящены изучению особенностей микроструктуры и механических свойств ферритно-мартенситных сталей после традиционной термической обработки, модернизации этой обработки, изучению физико-механических и радиационных свойств этих материалов. В работе [13] исследованы образцы ферритно-мартенситной стали после традиционной обработки при активном растяжении в интервале температуры от -196 до 720 °С. Показано, что высокая плотность наночастиц ГЦК-карбонитрида ванадия является важной особенностью микроструктуры после такой термообработки; выделены характерные интервалы, которые определяют закономерности изменения пластичности и характера разрушения ферритно-мартенситной стали [13].

Показаны возможности модификации микроструктуры ферритно-мартенситных сталей с помощью высокотемпературных термомеханических обработок [14–16], включающих пластическую деформацию в аустенитной области. При этом в работах [6; 7] утверждается, что высокотемпературная термомеханическая обработка приводит к повышению эффективности дисперсного и субструктурного упрочнения за счет увеличения плотности дислокаций и объемной доли наноразмерных частиц карбидных (карбонитридных) фаз. Указанная модификация микроструктуры обеспечивает повышение прочностных свойств ферритно-мартенситных сталей. К настоящему времени особенности пластической деформации этих сталей при различных, в том числе близких к рабочим, температурах ($T \approx 600$ – 650 °С) остаются недостаточно исследованными.

Цель работы – исследование особенностей деформированной микроструктуры ферритно-мартенситной стали ЭК-181 в структурных состояниях после традиционной термической и высокотемпературной термомеханической обработок после механических растяжений при комнатной температуре и температурах, близких к рабочим (650 и 720 °С).

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

В качестве материала для исследования была выбрана жаропрочная малоактивируемая 12%-ная хромистая ферритно-мартенситная сталь ЭК-181 (элементный со-

став представлен в таблице 1) после традиционной термической обработки и высокотемпературной термомеханической обработки.

Традиционная термическая обработка включала нормализацию от $T=1100$ °С, 1 ч и отпуск при $T=720$ °С, 3 ч. Высокотемпературная термомеханическая обработка состояла из аустенизации с нагревом $T=1100$ °С, 1 ч, горячей пластической деформации прокаткой до величины $\epsilon \approx 50$ % за один проход (прокатный стан находился при $T=20$ °С; температура образца на выходе из стана была около 650 °С) и последующей закалки в воду. После деформации проводили отпуск при $T=720$ °С, 1 ч.

Механические испытания осуществляли методом активного растяжения в вакууме $\sim 2 \cdot 10^{-5}$ Торр при комнатной температуре и температурах, близких к рабочим (650 и 720 °С).

Образцы для испытаний были изготовлены в форме двойных лопаток с размерами рабочей части $\sim 13 \times 2 \times 1$ мм. Структурные исследования проводили с помощью просвечивающего электронного микроскопа Philips CM12 при ускоряющем напряжении 120 кВ. Тонкие фольги для просвечивающей электронной микроскопии были приготовлены с использованием фокусированной ионно-лучевой системы Hitachi FB-2100.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Испытания на растяжение показали (таблица 2), что при изученных температурах пределы текучести и прочности ферритно-мартенситной стали ЭК-181 после высокотемпературной термомеханической обработки выше, чем после традиционной термической обработки. Так, при $T=20$ °С предел текучести стали после высокотемпературной термомеханической обработки превышает соответствующие значения после традиционной термической обработки на 185 МПа. При повышении температуры деформации разница в полученных значениях снижается. При $T=650$ °С значение предела текучести после высокотемпературной термомеханической обработки выше соответствующего значения после традиционной термической обработки на ≈ 80 МПа, а при $T=720$ °С – на ≈ 110 МПа. Пределы прочности после указанных методов обработок ведут себя аналогичным образом: при повышении температуры различия в значениях между традиционной термической и высокотемпературной термомеханической обработками снижаются.

Относительное удлинение после традиционной термической обработки при $T=20$ °С составляет 10,4 %, а при переходе к области рабочих температур возрастает до 13,8–15,5 %. После высокотемпературной термомеханической обработки эта величина несколько ниже и ее максимальное значение не превышает 12,6 % при 650 °С.

Таблица 1. Элементный состав стали ЭК-181
Table 1. Elemental composition of EK-181 steel

C	Cr	Mn	Mo	Nb	V	W	Ni	N	Ta	Ce	Ti	B	Zr
0,16	11,17	0,74	0,01	0,01	0,25	1,13	0,03	0,04	0,08	0,15	0,05	0,006	0,05

Таблица 2. Механические свойства стали ЭК-181
Table 2. Mechanical properties of EK-181 steel

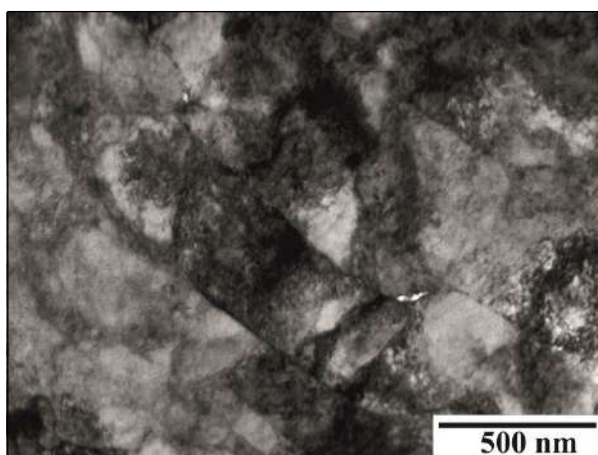
Температура испытаний	Режим обработки					
	Традиционная термическая обработка			Высокотемпературная термомеханическая обработка		
	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %
T=20 °C	711	832	10,4	896	986	9,0
T=650 °C	306	332	13,8	385	470	12,6
T=720 °C	205	229	15,5	315	352	11,4

Показано [15–17], что особенности микроструктуры ферритно-мартенситной стали после традиционной термической и высокотемпературной термомеханической обработок качественно подобны. Структура стали ЭК-181 после двух методов представлена субмикронными мартенситными ламелями и ферритными зёрнами [17], в которых наблюдается два типа частиц – грубодисперсные $M_{23}C_6$, залегающие преимущественно по границам мартенситных ламелей и ферритных зёрен, и наноразмерные частицы карбонитрида ванадия $V(C, N)$, однородно распределенные по объёму материала [6–8].

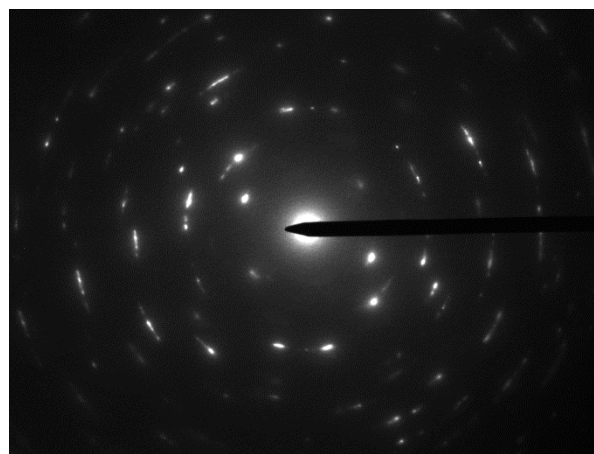
На основании исследований особенностей микроструктуры [6; 7] основной причиной увеличения прочности стали в условиях высокотемпературной термомеханической обработки является повышение эффективности дисперсного упрочнения наноразмерными частицами карбонитрида ванадия $V(C, N)$ и субструктурного упрочнения за счет повышения плотности дислокаций. Было показано, что снижение прочностных свойств

ферритно-мартенситной стали при повышении температуры до 650–720 °C связано с уменьшением напряжения Орована при активизации термически активируемых процессов преодоления наноразмерных частиц карбонитрида ванадия $V(C, N)$ скользящими дислокациями [18–20].

Исследования особенностей микроструктуры стали вблизи области шейки после растяжения при $T=20$ °C после двух методов обработки (традиционной термической и высокотемпературной термомеханической) показали, что она качественно подобна и обусловлена развитием пластической деформации в ферритно-мартенситной структуре. При этом мартенситные ламели испытывают изгиб, фрагментацию с образованием новых малоугловых границ, о чем можно судить по светлопольным изображениям и дифракционным картинкам, на которых наблюдаются множественные малоугловые разориентировки. Карбидные (карбонитридные) фазы в процессе такой деформации не испытывают изменений (рис. 1 а, 1 б).



a



b

Рис. 1. Микроструктура стали ЭК-181 при температуре испытаний $T=20$ °C после традиционной термической обработки:

a – светлопольное изображение; *b* – соответствующая микродифракционная картина

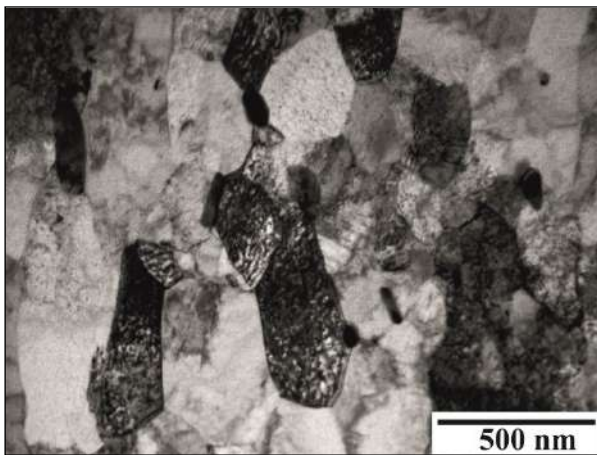
Fig. 1. Microstructure of EK-181 steel at the test temperature of $T=20$ °C after traditional heat treatment:
a – bright-field image; *b* – corresponding micro-diffraction pattern

Пластическая деформация при $T=650\text{ }^{\circ}\text{C}$ приводит к развитию динамической полигонизации, рекристаллизации и изменениям в карбидной подсистеме (рис. 2). При этом исходные вытянутые мартенситные ламели трансформируются в более равноосные фрагменты с мало- и высокоугловыми границами разориентации. В отдельных фрагментах наблюдается высокая плотность дислокаций, которые закреплены мелкодисперсными частицами карбонитрида ванадия $V(C, N)$. Размеры грубодисперсных частиц $M_{23}C_6$ в области шейки увеличиваются по сравнению с таковыми в недеформированном состоянии.

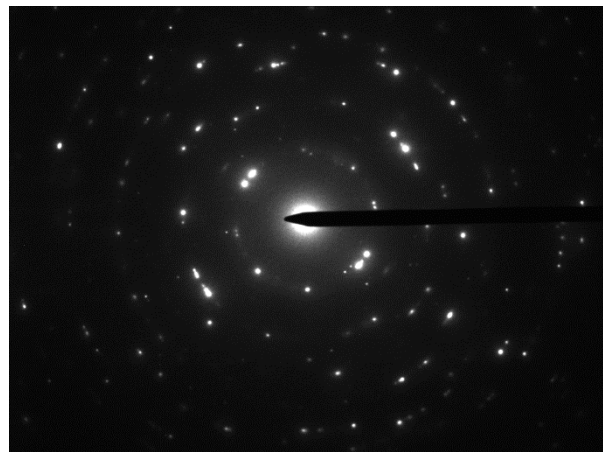
Необходимо отметить различие в размерах зерен динамической рекристаллизации и фрагментов полигонизации после двух обработок. После традиционной термической обработки (рис. 2 а, 2 б) эти размеры в среднем составляют $\sim 400\text{--}800\text{ нм}$, в то время как по-

сле высокотемпературной термомеханической обработки (рис. 2 с, 2 d) размер большинства зерен или фрагментов не превышает 500 нм . Кроме того, плотность наноразмерных частиц карбонитрида ванадия после высокотемпературной термомеханической обработки значительно больше, чем после традиционной обработки.

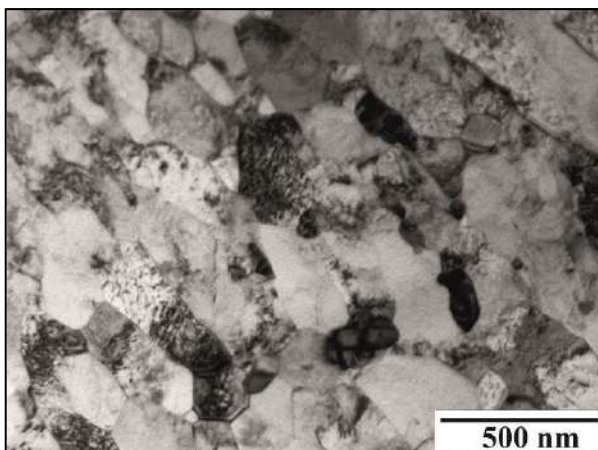
Повышение (до $720\text{ }^{\circ}\text{C}$) температуры деформации приводит к более интенсивному развитию динамической полигонизации и рекристаллизации с образованием практически равноосных зерен (фрагментов) (рис. 3). При этом наблюдается также некоторое увеличение размеров частиц, как грубодисперсных ($M_{23}C_6$), так и наноразмерных частиц карбонитрида ванадия $V(C, N)$. После традиционной термической обработки средние размеры зерен составляют 500 нм , при этом отдельные зерна могут достигать нескольких мкм (рис. 3).



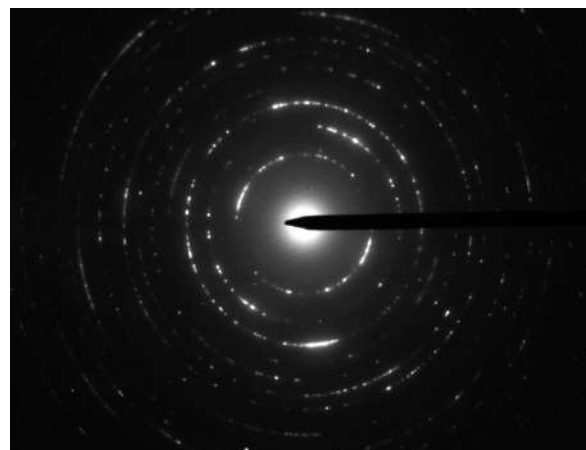
a



b



c

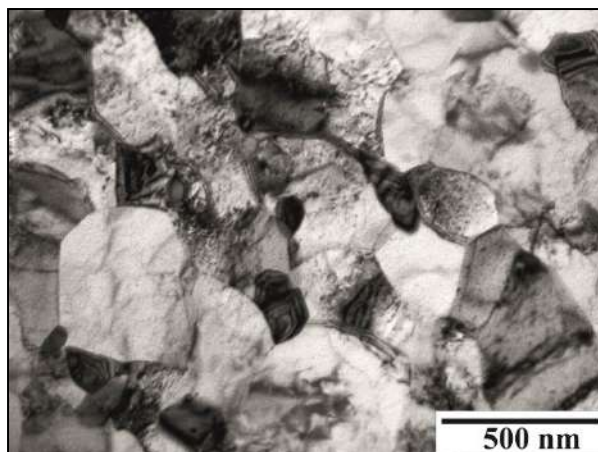


d

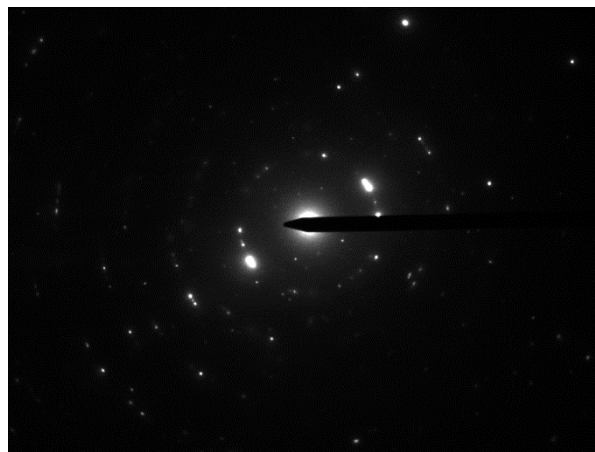
Рис. 2. Микроструктура стали ЭК-181 при температуре испытаний $T=650\text{ }^{\circ}\text{C}$:
a, b – светловольное изображение и соответствующая микродифракционная картина после традиционной термической обработки;

c, d – светловольное изображение и соответствующая микродифракционная картина после высокотемпературной термомеханической обработки

Fig. 2. Microstructure of EK-181 steel at the test temperature of $T=650\text{ }^{\circ}\text{C}$:
a, b – bright-field image and corresponding micro-diffraction pattern after traditional heat treatment;
c, d – bright-field image and corresponding micro-diffraction pattern after high-temperature thermomechanical treatment



a



b

Рис. 3. Микроструктура стали ЭК-181 при температуре испытаний $T=720\text{ }^{\circ}\text{C}$ после традиционной термической обработки:

a – светлостовое изображение;

b – соответствующая микродифракционная картина

Fig. 3. Microstructure of EK-181 steel at the test temperature of $T=720\text{ }^{\circ}\text{C}$ after traditional heat treatment:

a – bright-field image;

b – corresponding micro-diffraction pattern

Плотность дислокаций во фрагментах остается достаточно высокой, не ниже $10^{10}\text{--}10^{11}\text{ см}^{-2}$ (рис. 3).

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЯ

На основании представленных результатов предполагается, что повышенная плотность дислокаций и наноразмерных частиц $V(C, N)$, которые формируются в условиях высокотемпературной термомеханической обработки, препятствует развитию пластической деформации, в том числе при повышенных температурах. При этом процессы динамической полигонизации и рекристаллизации развиваются менее интенсивно в указанной структуре, что приводит к меньшим средним размерам фрагментов или зерен вблизи области шейки деформированных образцов. Указанные структурные особенности обеспечивают повышенный уровень прочностных свойств после высокотемпературной термомеханической обработки и меньшие значения относительного удлинения при изученных температурах.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Показано, что пластическая деформация при $T=20\text{ }^{\circ}\text{C}$ приводит к искривлению и фрагментации мартенситных ламелей, а также образованию новых малых угловых границ. Деформация вблизи интервала рабочих температур ($T=650$ и $T=720\text{ }^{\circ}\text{C}$) способствует развитию процессов динамической полигонизации, рекристаллизации, увеличению плотности и размеров карбидных частиц.

Прочностные свойства стали после высокотемпературной термомеханической обработки превышают соответствующие значения после традиционной термической обработки при исследуемых температурах ($T=20$,

$T=650$ и $T=720\text{ }^{\circ}\text{C}$). Это связано с высокой плотностью наноразмерных частиц карбонитрида ванадия $V(C, N)$ и повышенной плотностью дислокаций после высокотемпературной термомеханической обработки. Такая структура обеспечивает более высокое сопротивление пластической деформации, что приводит к меньшим размерам зерен и фрагментов полигонизованной структуры в области растяжения.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Tan L., Hoelzer D.T., Busby J.T., Sokolov M.A., Klueh R.L. Microstructure control for high strength 9 % Cr ferritic-martensitic steels // Journal of Nuclear Materials. 2012. Vol. 422. № 1-3. P. 45–50.
2. Huang Q., Baluc N., Dai Y., Jitsukawa S., Kimura A., Konys J., Kurtz R.J., Lindau R., Muroga T., Odette G.R., Raj B., Stoller R.E., Tan L., Tanigawa H., Tavassoli A.A., Yamamoto T., Wan F., Wu Y. Recent progress of R&D activities on reduced activation ferritic/martensitic steels // Journal of Nuclear Materials. 2013. Vol. 442. № 1-3. P. S2–S8.
3. Leonteva-Smirnova M.V., Ioltukhovskiy A.G., Arutiunova G.A., Tselishev A.V., Chernov V.M. Investigation of heat treatment conditions on the structure of 12% chromium reduced activation steels // Journal of Nuclear Materials. 2002. Vol. 307. № 311. P. 466–470.
4. Ланская К.А. Высокохромистые жаропрочные стали. М.: Металлургия, 1967. 216 с.
5. Klueh R.L., Nelson A.T. Ferritic/martensitic steels for next-generation reactors // Journal of Nuclear Materials. 2007. Vol. 371. № 1-3. P. 37–52.
6. Almaeva K.V., Polekhina N.A., Litovchenko I.Yu. A comparative investigation of mechanical properties of the ferritic-martensitic steel EK-181 in the temperature range 700–800 °C after high-temperature thermomechanical treatment // Journal of Nuclear Materials. 2019. Vol. 520. P. 152–160.

- nical and traditional heat treatments // AIP Conference Proceedings. 2018. Vol. 2051. Article number 020009.
7. Polekhina N.A., Litovchenko I.Y., Tyumentsev A.N., Kravchenko D.A., Chernov V.M., Leontyeva-Smirnova M.V. Effect of High-Temperature Thermomechanical Treatment in the Austenite Region on Microstructure and Mechanical Properties of Low-Activated 12% Chromium Ferritic-Martensitic Steel EK-181 // *Technical Physics*. 2017. Vol. 62. № 5. P. 736–740.
 8. Mao C., Liu C., Yu L., Li H., Liu Y. Mechanical properties and tensile deformation behavior of a reduced activated ferritic-martensitic (RAFMs) steel at elevated temperatures // *Materials Science and Engineering A*. 2018. Vol. 725. P. 283–289.
 9. Vivas J., Capdevila C., Altstadt E., Houska M., San-Martin D. Importance of austenitization temperature and ausforming on creep strength in 9Cr ferritic/martensitic steel // *Scripta Materialia*. 2018. Vol. 153. P. 14–18.
 10. Prakash P., Vanaja J., Rao Palaparti D.P., Prasad Reddy G.V., Laha K., Nageswara Rao G.V.S. Tensile flow and work hardening behavior of reduced activation ferritic martensitic steel subjected to thermo-mechanical treatment // *Journal of nuclear materials*. 2019. Vol. 520. P. 19–26.
 11. Li X., Li X., Schonecker S., Li R. Understanding the mechanical properties of reduced activation steels // *Materials and design*. 2018. Vol. 146. P. 260–272.
 12. Klueh R.L., Hashimoto N., Maziasz P.J. New nanoparticle-strengthened ferritic/martensitic steels by conventional thermo-mechanical treatment // *Journal of Nuclear Materials*. 2007. Vol. 367-370. P. 48–53.
 13. Полежаева Н.А., Литовченко И.Ю., Тюменцев А.Н., Аккузин С.А., Чернов В.М., Леонтьева-Смирнова М.В. Микроструктура, механические свойства и особенности разрушения малоактивируемой ферритно-мартенситной стали ЭК-181 в интервале температуры от –196 до 720 °С // *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Термоядерный синтез*. 2017. Т. 40. № 4. С. 92–102.
 14. Hollner S., Fournier B., Le Pendu J., Cozzika T., Tournie I., Brachet J.-C., Pineau A. High-temperature mechanical properties improvement on modified 9Cr-1Mo martensitic steel through thermomechanical treatments // *Journal of Nuclear Materials*. 2010. Vol. 405. № 2. P. 101–108.
 15. Hollner S., Piozin E., Mayr P., Caës C., Tournié I., Pineau A., Fournier B. Characterization of a boron alloyed 9Cr3W3CoVNbBN steel and further improvement of its high-temperature mechanical properties by thermomechanical treatments // *Journal of Nuclear Materials*. 2013. Vol. 441. № 1-3. P. 15–23.
 16. Hoffman J., Rieth M., Commin L., Fernandez P., Roldan M. Improvement of reduced activation 9%Cr steels by ausforming // *Nuclear Materials and Energy*. 2016. Vol. 6. P. 12–17.
 17. Polekhina N.A., Almaeva K.V., Litovchenko I.Y. Mechanical properties and fracture of heat-resistant ferritic-martensitic steels EK-181, ChS-139 and EP-823 at the temperatures from –196 to 720 °C // AIP Conference Proceedings. 2018. Vol. 2051. Article number 020242.
 18. Lindau R., Schirra M. First results on the characterization of the reduced-activation-ferritic-martensitic steel EUROFER // *Fusion Engineering and design*. 2001. № 58-59. P. 781–785.
 19. Panin A.V., Chernov V.M., Leontyeva-Smirnova M.V., Melnikova Ye.A. Strengthening of the RAFMs RUSFER-EK-181 through nanostructuring surface layers // *Journal of Nuclear Materials*. 2009. Vol. 386-388. № С. P. 466–470.
 20. Чернов В.М., Кардашев Б.К., Мороз К.А. Хладноломкость и разрушение металлов с разными кристаллическими решетками – дислокационные механизмы // *Журнал технической физики*. 2016. Т. 86. № 7. С. 57–64.

REFERENCES

1. Tan L., Hoelzer D.T., Busby J.T., Sokolov M.A., Klueh R.L. Microstructure control for high strength 9 % Cr ferritic-martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 2012, vol. 422, no. 1-3, pp. 45–50.
2. Huang Q., Baluc N., Dai Y., Jitsukawa S., Kimura A., Konys J., Kurtz R.J., Lindau R., Muroga T., Odette G.R., Raj B., Stoller R.E., Tan L., Tanigawa H., Tavassoli A.A., Yamamoto T., Wan F., Wu Y. Recent progress of R&D activities on reduced activation ferritic/martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 2013, vol. 442, no. 1-3, pp. S2–S8.
3. Leontyeva-Smirnova M.V., Ioltukhovskiy A.G., Arutiunova G.A., Tselishev A.V., Chernov V.M. Investigation of heat treatment conditions on the structure of 12% chromium reduced activation steels. *Journal of Nuclear Materials*, 2002, vol. 307, no. 311, pp. 466–470.
4. Lanskaya K.A. *Vysokokhromistye zharoprochnye stali* [High-Chromium heat-resistant steels]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1967. 216 p.
5. Klueh R.L., Nelson A.T. Ferritic/martensitic steels for next-generation reactors. *Journal of Nuclear Materials*, 2007, vol. 371, no. 1-3, pp. 37–52.
6. Almaeva K.V., Polekhina N.A., Litovchenko I.Yu. A comparative investigation of mechanical properties of the ferritic-martensitic steel EK-181 in the temperature range 700–800 °C after high-temperature thermomechanical and traditional heat treatments. *AIP Conference Proceedings*, 2018, vol. 2051, article number 020009.
7. Polekhina N.A., Litovchenko I.Y., Tyumentsev A.N., Kravchenko D.A., Chernov V.M., Leontyeva-Smirnova M.V. Effect of High-Temperature Thermomechanical Treatment in the Austenite Region on Microstructure and Mechanical Properties of Low-Activated 12% Chromium Ferritic-Martensitic Steel EK-181. *Technical Physics*, 2017, vol. 62, no. 5, pp. 736–740.
8. Mao C., Liu C., Yu L., Li H., Liu Y. Mechanical properties and tensile deformation behavior of a reduced activated ferritic-martensitic (RAFMs) steel at elevated temperatures. *Materials Science and Engineering A*, 2018, vol. 725, pp. 283–289.
9. Vivas J., Capdevila C., Altstadt E., Houska M., San-Martin D. Importance of austenitization temperature and ausforming on creep strength in 9Cr ferritic/martensitic steel. *Scripta Materialia*, 2018, vol. 153, pp. 14–18.
10. Prakash P., Vanaja J., Rao Palaparti D.P., Prasad Reddy G.V., Laha K., Nageswara Rao G.V.S. Tensile flow and work hardening behavior of reduced activation ferritic

- martensitic steel subjected to thermo-mechanical treatment. *Journal of nuclear materials*, 2019, vol. 520, pp. 19–26.
11. Li X., Li X., Schonecker S., Li R. Understanding the mechanical properties of reduced activation steels. *Materials and design*, 2018, vol. 146, pp. 260–272.
 12. Klueh R.L., Hashimoto N., Maziasz P.J. New nano-particle-strengthened ferritic/martensitic steels by conventional thermo-mechanical treatment. *Journal of Nuclear Materials*, 2007, vol. 367-370, pp. 48–53.
 13. Polekhina N.A., Litovchenko I.Yu., Tyumentsev A.N., Akkuzin S.A., Chernov V.M., Leonteva-Smirnova M.V. Temperature dependence of mechanical properties and fracture features of low-activation ferritic-martensitic steel ek-181 in the temperature range from -196 to 720. *Voprosy atomnoy nauki i tekhniki. Seriya: Termoyadernyy sintez*, 2017, vol. 40, no. 4, pp. 92–102.
 14. Hollner S., Fournier B., Le Pendu J., Cozzika T., Tournie I., Brachet J.-C., Pineau A. High-temperature mechanical properties improvement on modified 9Cr-1Mo martensitic steel through thermomechanical treatments. *Journal of Nuclear Materials*, 2010, vol. 405, no. 2, pp. 101–108.
 15. Hollner S., Piozin E., Mayr P., Caës C., Tournie I., Pineau A., Fournier B. Characterization of a boron alloyed 9Cr3W3CoVNbBN steel and further improvement of its high-temperature mechanical properties by thermomechanical treatments. *Journal of Nuclear Materials*, 2013, vol. 441, no. 1-3, pp. 15–23.
 16. Hoffman J., Rieth M., Commin L., Fernandez P., Roldan M. Improvement of reduced activation 9%Cr steels by ausforming. *Nuclear Materials and Energy*, 2016, vol. 6, pp. 12–17.
 17. Polekhina N.A., Almaeva K.V., Litovchenko I.Y. Mechanical properties and fracture of heat-resistant ferritic-martensitic steels EK-181, ChS-139 and EP-823 at the temperatures from –196 to 720 °C. *AIP Conference Proceedings*, 2018, vol. 2051, article number 020242.
 18. Lindau R., Schirra M. First results on the characterization of the reduced-activation-ferritic-martensitic steel EUROFER. *Fusion Engineering and design*, 2001, no. 58-59, pp. 781–785.
 19. Panin A.V., Chernov V.M., Leontieva-Smirnova M.V., Melnikova Ye.A. Strengthening of the RAFMS RUSFER-EK-181 through nanostructuring surface layers. *Journal of Nuclear Materials*, 2009, vol. 386-388, no. C, pp. 466–470.
 20. Chernov V.M., Moroz K.A., Kardashev B.K. Cold brittleness and fracture of metals with various crystal lattices: Dislocation mechanisms. *Technical Physics. The Russian Journal of Applied Physics*, 2016, vol. 61, no. 7, pp. 1015–1022.

The influence of thermomechanical treatment on special features of the deformed microstructure of the EK-181 ferritic-martensitic steel

© 2020

Kseniya V. Almaeva^{*1,3}, postgraduate student*National Research Tomsk State University, Tomsk (Russia)***Igor Yu. Litovchenko**^{1,2,4}, PhD (Physics and Mathematics), Associate Professor, assistant professor of Chair of Physics of Metals, senior researcher of the Laboratory of Physics of Structural Transformations**Nadezhda A. Polekhina**^{2,5}, PhD (Physics and Mathematics), engineer¹*National Research Tomsk State University, Tomsk (Russia)*²*Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian branch of Russian Academy of Sciences, Tomsk (Russia)*

*E-mail: kseni_ya_almaeva@mail.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9181-4362>⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5892-3719>⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9076-5469>

Abstract: Ferritic-martensitic steels with a chromium content of 9–12 % are currently considered as the promising structural materials for nuclear power. Interest in steels of this class is caused by their higher resistance to radiation swelling compared with austenitic steels used in the existing fission reactors. The operating temperature range of these steels is limited from below by their tendency to low-temperature embrittlement (cold fracture) under the radiation influences, and from above – by the long-term strength level (heat resistance). The authors studied the features of the microstructure of 12 % Cr ferritic-martensitic EK-181 steel near the neck of the samples deformed by tension at T=20 °C and within the range of temperatures close to the operating temperatures of a nuclear reactor (T=650 and T=720 °C). The authors carried out the comparative study of the materials processed by two methods: traditional and high-temperature treatment. The study showed that plastic deformation at T=20 °C after two treatments is similar in quality and leads to curvature and fragmentation of martensitic lamella, as well as to the formation of new low-angle boundaries. Deformation near the operating temperature range (T=650 and T=720 °C) contributes to the development of the processes of dynamic polygonization, recrystallization, increasing the density, and the size of carbide particles. After high-temperature thermomechanical treatment, these processes are less intensive compared to the state after traditional thermal treatment. After high-temperature thermomechanical treatment, EK-181 steel has an increased level of strength and has a higher resistance to plastic deformation compared to the state after traditional treatment. It is related to the high density of vanadium carbonitride nano-particles V(C, N) and the increased dislocation density after high-temperature thermomechanical treatment.

Keywords: ferritic-martensitic steel; EK-181 steel; high-temperature thermomechanical treatment; tensile limit; flow limit; percentage rupture elongation; deformed microstructure.

Acknowledgements: The research was conducted within the Program of fundamental scientific research of the state academies of sciences for the years 2013–2020, line of research III.23. The authors express gratitude to V.M. Chernov and M.V. Leontieva-Smirnova for the provided samples of EK-181 steel. The research of microstructure was carried out on the equipment of Tomsk Core-Facilities Center of Materials Science of TSU.

The paper was written on the reports of the participants of the IX International School of Physical Materials Science (SPM-2019) with elements of a scientific school for young adults, Togliatti, September 9–13, 2019.

For citation: Almaeva K.V., Litovchenko I.Yu., Polekhina N.A. The influence of thermomechanical treatment on special features of the deformed microstructure of the EK-181 ferritic-martensitic steel. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2020, no. 1, pp. 15–22. DOI: 10.18323/2073-5073-2020-2-15-22.