

EDN: OLNXA

УДК 669.018.44

Changes in Mechanical Properties, Structure and Phase Composition of Industrial Alloy 47CRNIMO after Aging

Elena V. Korotkova^{*a},
Dosym Yerbolatuly^b and Lyudmila I. Kveglis^a
^a*Siberian Federal University*
Krasnoyarsk, Russian Federation
^b*Sarsen Amanzholov East Kazakhstan University*
Ust-Kamenogorsk, Republic of Kazakhstan

Received 12.07.2024, received in revised form 03.08.2024, accepted 11.08.2024

Abstract. The development of the modern nuclear industry leads to the need to create materials that operate at high temperatures, high mechanical loads, and aggressive contact environments. Alloy 47XHM is recommended for use in nuclear reactors, as it has high resistance to plastic deformation and relaxation resistance under conditions of static and cyclic loading, low elastic hysteresis, high fatigue strength and high corrosion resistance.

The article presents the results of a study of changes in the mechanical properties, phase composition and structures of the industrial alloy 47XHM after aging using the following methods: X-ray diffraction analysis, microhardness measurements, tension in a tensile testing machine.

The dependence of microhardness on the aging time interval has been established. The maximum high microhardness was recorded on the samples after aging. The dependences of the ultimate strength and relative elongation of the studied samples on the aging time were revealed. In this work, X-ray diffraction patterns of the 47XHM alloy were analyzed and a cluster model of grain boundaries was proposed.

Keywords: nuclear industry, alloy 47CRNIMO, X-ray diffraction analysis, microhardness measurement, tension in a tensile testing machine.

Acknowledgements. The authors of the article thank D. N. Saprykin, a graduate student of the D. Serikbayev East Kazakhstan Technical University, and E. I. Yakushevsky, a graduate student of the SibFU Polytechnic Institute, for their help in developing 3D cluster models.

Citation: Korotkova E. V., Yerbolatuly D. E., Kveglis L. I. Changes in mechanical properties, structure and phase composition of industrial alloy 47CRNIMO after aging. J. Sib. Fed. Univ. Eng. & Technol., 2024, 17(5), 589–598. EDN: OLNXA



© Siberian Federal University. All rights reserved

This work is licensed under a Creative Commons Attribution-Non Commercial 4.0 International License (CC BY-NC 4.0).

* Corresponding author E-mail address: Lena1992-11@mail.ru

Изменение механических свойств, структуры и фазового состава в промышленном сплаве 47ХНМ после старения

Е. В. Короткова^а, Д. Ерболатулы^б, Л. И. Квеглис^а

*^аСибирский федеральный университет
Российская Федерация, Красноярск*

*^бВосточно-Казахстанский университет им. С. Аманжолова
Республика Казахстан, Усть-Каменогорск*

Аннотация. Развитие современной ядерной промышленности приводит к необходимости создания материалов, работающих при высоких температурах, больших механических нагрузках, агрессивных средах. Сплав 47ХНМ рекомендован для использования в ядерных реакторах, так как обладает высоким сопротивлением пластическим деформациям и релаксационной стойкостью в условиях статического и циклического нагружений, малым упругим гистерезисом, высокой усталостной прочностью и высокой коррозионной стойкостью, термостойкостью.

В статье представлены результаты исследования изменений физико-механических свойств, фазового состава и структур промышленного сплава 47ХНМ после старения методами рентгеноструктурного анализа, измерений микротвердости, а также методами дифракционной электронной микроскопии.

Установлена зависимость микротвердости от интервала времени проведения старения. В работе проанализированы рентгенограммы сплава 47ХНМ, где обнаружены фазы со структурой Франка-Каспера. Предложена кластерная модель межзеренных границ.

Ключевые слова: ядерная промышленность, сплав 47ХНМ, рентгеноструктурный анализ, измерение микротвердости, дифракционная электронная микроскопия.

Благодарности. Авторы статьи благодарят магистранта Восточно-Казахстанского технического университета им. Д. Серикбаева Д. Н. Сапрыкина и аспиранта Политехнического института СФУ Э. И. Якушевского за помощь в разработке 3D-кластерных моделей.

Цитирование: Короткова Е. В. Изменение механических свойств, структуры и фазового состава в промышленном сплаве 47ХНМ после старения / Е. В. Короткова, Д. Ерболатулы, Л. И. Квеглис // Журн. Сиб. федер. ун-та. Техника и технологии, 2024, 17(5). С. 589–598. EDN: OLXNXA

Введение

Развитие современной ядерной промышленности [1, 2: 93–107] приводит к необходимости создания материалов, работающих при высоких температурах, больших механических нагрузках, агрессивных контактных средах. В настоящее время ведутся интенсивные исследования [3: 19, 4: 67–70] материалов для работы в ядерных реакторах. Сплав 47ХНМ обладает высоким сопротивлением пластическим деформациям и релаксационной стойкостью в условиях статического и циклического нагружений, малым упругим гистерезисом и высокой усталостной прочностью. Основным преимуществом сплава 47ХНМ является его высокая коррозионная стойкость в агрессивных средах [5: 3–5]. Большой научный и практический интерес представляет изучение структуры и свойств дисперсно-твердеющих сплавов, в которых процесс выделения упорядоченных фаз в значительной мере зависит от их структурного состояния.

Структурная неоднородность после старения обусловлена неравномерным протеканием процессов прерывистого выделения некогерентной Р-фазы с тетраэдрически плотно упакованной структурой (Ni–Mo–Cr) [6]. При увеличении температуры старения до 1000 градусов происходит смена механизма распада [7: 119–122]. В этом случае избыточная фаза с тетраэдрической плотно упакованной структурой Франка-Каспера выделяется по непрерывному механизму.

Цель работы – выявить условия изменений структуры и механических свойств в дисперсионно-твердеющем сплаве 47ХНМ в зависимости от времени старения.

Задачи:

1. Провести термообработку сплава при различных температурах и временных интервалах.
2. Сравнить структуру и механические свойства сплава 47ХНМ, подвергнутого термической обработке.
3. Выявить условия появления сверхпластичности в сплаве 47ХНМ.

Методологии исследования

Образцы сплава 47ХНМ имели стандартный химический состав: 47 %-Cr, 5 %-Mo, 48 %-Ni, были прокатаны на 50 % и затем подвергнуты отжигу в муфельной печи при 700 °С в течение 1, 2, 5, 10 часов. Вторая партия после прокатки на 50 % была подвергнута высокотемпературной деформации растяжением при температуре 920, 940, 950, 960, 980 °С. Третья партия образцов была закалена от 1250 °С (2 мин) и подвергнута старению при 700 °С в течение 1, 3, 5 и 10 часов. Приготовленные таким образом образцы исследовали следующими методами: рентгеноструктурного фазового анализа на дифрактометре X-PERT-PRO, измерения микротвердости на установке МЕТОЛАБ-502, растяжения в разрывной машине WDW-5E.

Интерпретация и обсуждение результатов исследования

Результаты исследования микротвердости сплава после отжига представлены в табл. 1.

Обнаружено, что микротвердость была максимально высокой после 5 часов отжига, а после 10 часов отжига уменьшилась почти вдвое.

На рис. 1 представлены образцы 47ХНМ после растяжения на машине WDW-5E при комнатной температуре, а также после высокотемпературного растяжения на установке 1246P-2/2300.

В табл. 2 представлены результаты растяжения образцов на разрывной машине. Измерены следующие параметры растянутых образцов: $\sigma_b = \frac{P_{max}}{f_0}$ – предел прочности, P_{max} – мак-

Таблица 1. Результаты исследования микротвердости сплава 47ХНМ после отжига

Table 1. Results of the study of the microhardness of the 47CRNIMO alloy after annealing

Время отжига, час	Твердость, МПа
1	4153
2	3854
5	4204
10	2562



Рис. 1. Образец сплава 47XNM толщиной 0,5 мм: а – после отжига и растяжения при комнатной температуре; б – после сверхпластической деформации при 950 °С

Fig.1. Sample of alloy 47XNM 0.5 mm thick: а – after annealing and stretching at room temperature; б – after superplastic deformation at 950 °С

симальная нагрузка при растяжении, $f_0 = A_0 \times B_0$ – площадь поперечного сечения образца,

$$\Delta l = \frac{l_{\text{последнее}} - l_0}{l_0} \times 100 \% \text{ – относительное удлинение.}$$

Таблица 2. Результаты, полученные из диаграмм растяжения образцов, подвергнутых отжигу в течение 1, 2, 5, 10 часов

Table 2. The results obtained from the stretching diagrams of samples subjected to annealing for 1, 2, 5, 10 hours

	1 ч	2 ч	5 ч	10 ч
σ_b	595 МПа	675 МПа	800 МПа	675 МПа
Δ	4,2 мм	8,3 мм	12,5 мм	17 мм

Из табл. 2 и рис. 2 видны зависимости предела прочности и относительного удлинения исследуемых образцов в зависимости от времени отжига. Видно, что относительное удлинение увеличилось в 4 раза после отжига в течение 10 часов [8: 458–465].

На рис. 3 приведены данные рентгеноструктурного анализа образцов сплава 47XNM, подвергнутых отжигу в течение 1, 2, 5, 10 часов. В результате анализа рентгенограмм сплава 47XNM были получены следующие результаты. Твердый раствор на основе никеля содержит атомы хрома и молибдена, которые замещают атомы никеля в гранцентрированной кубической решетке. На этих дифрактограммах видны линии α -фазы Cr (рефлекс (200)). Кроме этого, согласно [9] наблюдаются линии атомно упорядоченной Р-фазы Cr-Mo-Ni, самый яркий рефлекс которой соответствует углу 29,5 градуса. С увеличением времени отжига интенсивность этого рефлекса растет. Кроме того, наблюдается ярко выраженное диффузное гало в зоне угла 20 градусов. Такое гало характеризует развитый ближний порядок в расположении атомов хрома, никеля и молибдена. Такое гало наблюдается на рентгенограммах, полученных на всех образцах. Однако наиболее слабым это гало видно на дифрактограмме образца, отожженного в течение 10 часов, что свидетельствует об изменении ближнего порядка в расположении атомов никеля, хрома и молибдена. После этого отжига атомно-упорядоченная Р-фаза Cr-Mo-Ni выделяется как вторая фаза, которая представляет собой кластерную структуру, где атомы хрома, никеля и молибдена занимают особые узлы. На рис. 4 представлены кластерные модели структурных превращений атомно-упорядоченной Р-Cr-Ni-Mo фазы, структура которой яв-

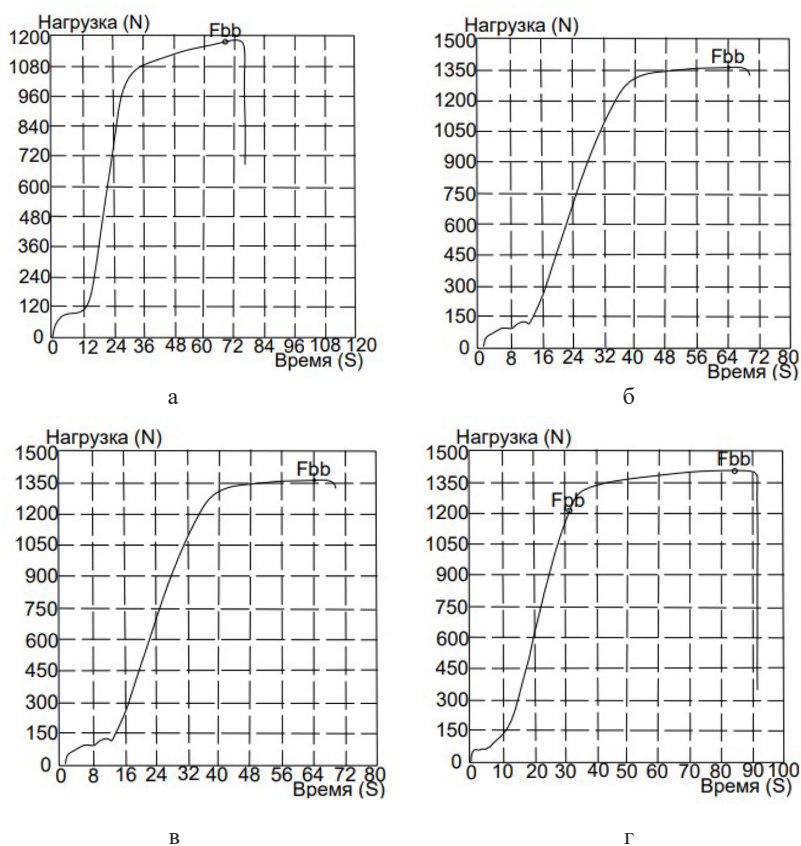


Рис. 2. Диаграммы растяжения образцов, отожженных в течение: а – 1 часа, б – 2 часов, в – 5 часов, г – 10 часов

Fig. 2. Tensile diagrams of samples annealed during: а – 1 hour б – 2 hours, в – 5 hours, г – 10 hours

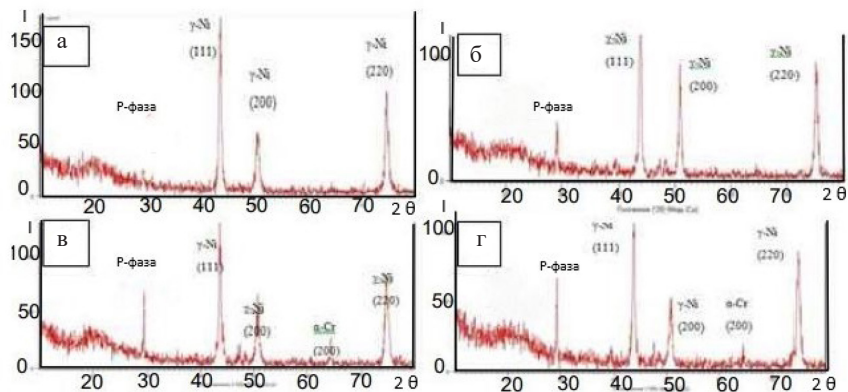


Рис. 3. Рентгеновские дифрактограммы сплава 47XHM после различного времени дисперсионного отжига: а – 1 час, б – 2 часа, в – 5 часов, г – 10 часов

Fig. 3. X-ray diffraction patterns of alloy 47XHM after different times of dispersion annealing: а – 1 hour, б – 2 hours, в – 5 hours, г – 10 hours

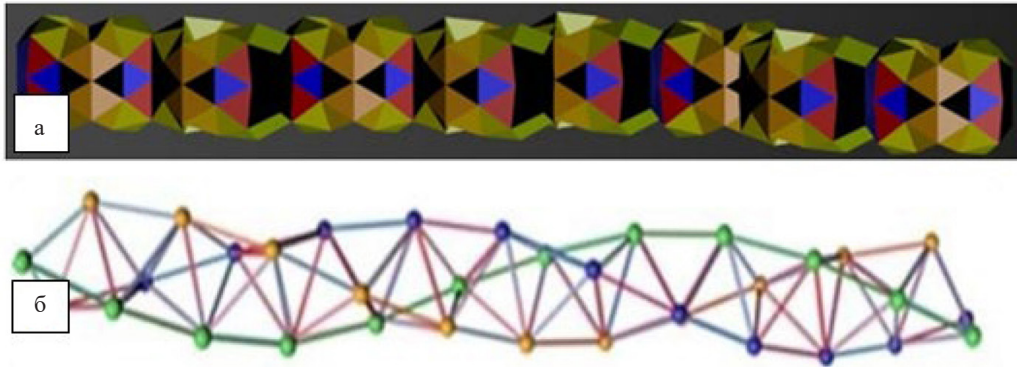


Рис. 4. Кластерные модели: а – ОЦК-ГЦК-ФК12 сборки, б – 3D-модель, полученная трансляцией вдоль горизонтальной оси плотноупакованных тетраэдров [10, 11: 66–71]

Fig. 4. Cluster models: a – bcc-fcc-FC 12 assembly, б – 3D model obtained by translation along the horizontal axis of close-packed tetrahedra [10, 11: 66–71]

ляется упаковкой октаэдров, связанных с тетраэдрически плотно упакованными спиралями общими треугольными гранями, как показано на рис. 4.

Данные рентгеноструктурного анализа приведены на рис. 3, где обнаружен яркий рефлекс Р-фазы Cr-Mo-Ni, имеющей структуру октаэдров, прикрепленных к тетраэдрически плотно упакованным тетраэдрам, расположенным по спирали вдоль горизонтальной оси.

С помощью использования кластерных представлений предложена кластерная модель межзеренных границ. Эта модель плотноупакованных тетраэдрических кластерных спиралей позволяет когерентно адаптироваться друг к другу соседним зернам при деформациях сдвиг-поворот. Модель согласуется с современными теоретическими и экспериментальными результатами и может быть использована для описания процессов в металлах, подвергнутых экстремальным воздействиям [12, 13: 105].

При старении сплава при 700 °С в матрице сплава на основе никеля протекает прерывистый распад с образованием ламелей Р-фазы и обедненных участков матрицы хромом между пластинками γ -фазы (рис. 5). Одновременно с этим происходит распад и во второй фазе – Р-фазе, причем распад носит характер гомогенного с выделением фазы на основе никеля.

При старении объемная доля и размеры частиц Р-фазы возрастают с увеличением времени старения, достигая максимальных значений за 5...10 ч старения, соответственно, сплав упрочняется выше $\sigma_b = 1400$ МПа, но теряет пластичность ($\delta < 5\%$).

Увеличение времени старения выше 10 ч, так же как и увеличение температуры старения выше 800 °С приводит к уменьшению прочностных свойств в связи с началом процесса коагуляции в ячейках прерывистого распада, а при больших температурах сфероидизацией ламелей Р-фазы.

На рис. 6 представлено изображение структуры сплава 47ХНМ, подвергнутого температурным воздействиям. Видно формирование протяженных межграницных межзеренных образований. При большой электронной плотности структуры возникают яркие светлые участки на изображении этой структуры в электронном микроскопе. Формирование протяженных светлых участков в структуре 47ХНМ согласуется с моделями, представленными на рис. 4.

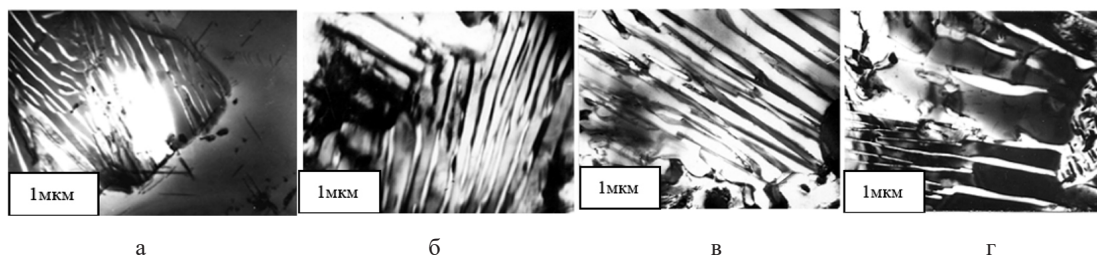


Рис. 5. Микроструктура прерывистого распада в сплаве 47XHM после закалки от 1250 °С, 1 мин и старения при температурах: а) 700 °С, 1 ч; б) 700 °С, 3 ч; в) 700 °С, 5 ч; г) 700 °С, 10 ч

Fig. 5. Microstructure of discontinuous decomposition in alloy 47XHM after quenching from 1250 °C, 1 min. and aging at temperatures: а) 700 °C, 1 hour; б) 700 °C, 3 hours; в) 700 °C, 5 hours; г) 700 °C, 10 hours

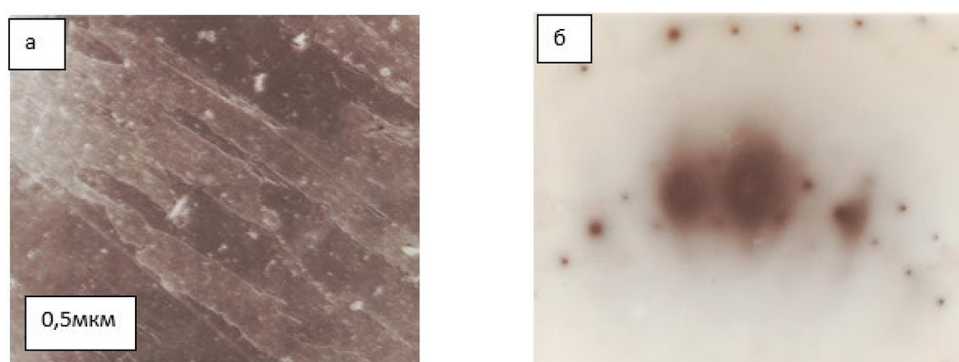


Рис. 6. Электронно-микроскопическое изображение участка прерывистого выделения Р-фазы – Cr-Mo-Ni со сфероидизацией: а – светлопольное изображение; б – микродифракция со светлого участка

Fig. 6. Electron microscopic image of an area of intermittent precipitation of P phase – Cr-Mo-Ni with spheroidization: а – bright-field image; б – microdiffraction from a bright area

Дифракционная картина, показанная на рис. 6б согласуется с картинами рентгеновской дифракции, представленными на рис. 3.

На дифракционных картинах (рис. 3а, б, в) в области малых углов диффузное гало может соответствовать структуре ближнего порядка, представленной на рис. 4а, б, где присутствует фаза с тетраэдрически плотно упакованной структурой, согласованная когерентно с ГЦК-структурой никеля. На дифракционной картине (рис. 3г) отсутствует такое яркое диффузное гало, как на рис. 3а, б, в, что может быть связано с перестройкой ближнего атомного порядка к новой структуре плотноупакованных тетраэдров, показанных на рис. 4б. В работе [14] впервые показана связь структуры межзеренной границы, представляющей собой спираль из плотноупакованных тетраэдров со сверхпластичностью, обнаруженной в сплаве 47XHM после прокатки и высокотемпературной деформации.

Нами установлено, что наибольшая сверхпластичность сплава 47XHM наблюдается после прокатки и деформации при 950 °С с гетерофазной структурой: с одноосными мелкими зернами ОЦК, ГЦК и межзеренной прослойкой из частиц вторичной Р-фазы (рис. 7). Светлые зерна – это частицы, обогащенные молибденом, который имеет большую электронную плотность (рис. 7а). Структура после сверхпластической деформации с развитой межзеренной поверхно-

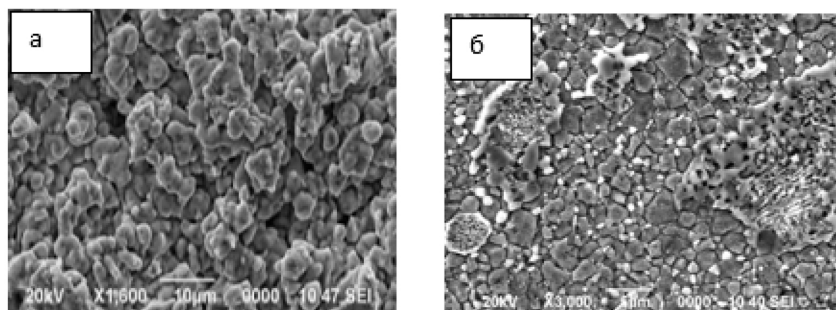


Рис. 7. Изменение структуры сплава 47XHM в ходе отжига и сверхпластической деформации: а – недеформированная часть (отожженная); б – сверхпластически деформированная при 950 °С часть образца (шейка)

Fig. 7. Change in the structure of the 47XHM alloy during annealing and superplastic deformation: a – undeformed part (annealed); б – part of the sample (neck) superplastically deformed at 950 °C

стью показана на рис. 7б. В процессе такой деформации наблюдается рост и сфероидизация зерен матрицы, растворение (уменьшение объемной доли) частиц вторичной фазы по сравнению с недеформированной, но нагретой при таких же условиях частью образца (рис. 7а).

Выводы

Дисперсионно-твердеющий сплав 47XHM является сплавом специального назначения. С увеличением времени отжига до 5 ч, так же как и времени старения до 10 ч, наблюдается значительное повышение прочностных свойств сплава, а также его микротвердости. Появляется и растет намагниченность насыщения и коэрцитивная сила, что можно объяснить структурной перестройкой ближнего и дальнего порядка в сплаве. Однако старение наряду с упрочнением приводит также к охрупчиванию сплава, поэтому альтернативным способом упрочнения является сверхпластическая обработка с последующей термической обработкой, в результате за счет однородной и мелкозернистой структуры улучшается прочность сплавов при сохранении достаточной пластичности и вязкости.

Таким образом:

1. Для получения высоких прочностных свойств термическую обработку (отжигом или старением) сплава следует проводить в интервале температур, не превышающих 700 °С и времени 5 часов.
2. Предварительная прокатка при последующей высокотемпературной обработке приводит к подавлению прерывистой реакции выделения фаз и появлению сверхпластических свойств материала 47XHM.
3. За счет формирования тетраэдрической плотноупакованной структуры межзеренных границ появляется возможность легко переключать химические связи в процессе пластической деформации без дополнительной энергии, что и обеспечивает сверхпластичность при температуре.

Список литературы / References

[1] GNich T., Wadsworth J., Sherby O.D. *Superplasticity in metals and Ceramics*. Cambridge Solid State Science Series, 1997, ISBN-13 978–0–521–56105 hardback

[2] Труды НИКИМТ. *Сварка в атомной промышленности и энергетике*, Том 2. Под общ. ред. д-ра. техн. наук Л.Н. Щавелива, ред.-сост. канд. тех. наук А.А. Куркумели – М.: ИздАТ, 2002, 400. [Proceedings of NIKIMT. *Welding in the nuclear industry and energy*, Volume 2. Under general. ed. Dr. tech. Sciences L. N. Schaveliva, editor-compiler. Ph.D. those. Sciences A. A. Kurkumeli. Moscow. Publishing House, 2002, 400. (in Rus.)].

[3] Tussupzhanov A, Yerbolatuly D., Kveglis L. I., Filarowski A. Investigation of structural-phase states and features of plastic deformation of the austenitic precipitation-hardening co-ni-nb alloy, *Journal «Metals»* V 8, 2018, 19. (in Rus.)

[4] Skakov, M., Yerbolatova, G., Kantai, N., Scheffler, M. Investigation of the influence of electrolytic-plasma processing on structural-phase state and mechanical properties of the 40CrNiAl alloy, *Advanced Materials Research*, 2014, 1044–1045, 67–70. (in Rus.)

[5] Ерболатова Г. У., Скаков М. К., Ерболатұлы Д., Мукажанов Е. Б. 47ХНМ қорытпада микро- және нанокұрылымды фазалардың қалыптасуы және олардың беріктік қасиеттерге әсері. *Региональный вестник Востока, изд. ВКГУ, Усть-Каменогорск*. 2007, 4, 3–9 [Erbolatova G. U., Skakov M. K., Erbolatuly D., Mukajanov E. B. Formation of micro- and nanostructured phases in 47HNM alloy and their influence on strength properties. *Regional newspaper Vostoka, izd. VKSU, Ust-Kamenogorsk*. 2007, 4, 3–9 (in Kazakhstan)].

[6] Yuan L., Hu R., Li J. Evolution behavior of superlattice phase with Pt₂Mo-type structure in Ni–Cr–Mo alloy with low atomic Mo/Cr ratio, *Published online by Cambridge University Press*, 15 February 2016.

[7] Скаков М. К., Мукажанов Е. Б., Ерболатұлы Д., Исаева Ж. М. Изменение микроструктуры пружинного Cr–Ni сплава после старения, *Известия Томского политехнического университета*, 2007. 311(2). 119–122. [Skakov M. K., Mukazhanov E. B., Erbolatuly D., Isaeva Zh. M. Change in the microstructure of spring Cr–Ni alloy after aging, *News of Tomsk Polytechnic University*, 2007. 311(2). 119–122. 9 (in Rus.)].

[8] Ключников Г. М., Ключников И. Г. Устойчивая сверхпластическая деформация и теплообмен, *Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований*. 2015 г., 8–3. 458–465 [Klyuchnikov G. M., Klyuchnikov I. G. Sustained superplastic deformation and heat transfer, *International Journal of Applied and Fundamental Research*. 2015, 8–3. 458–465 (in Rus.)].

[9] Cryst Acta. The Crystal Structure of the P Phase, Mo–Ni–Cr. II. Refinement of Parameters and Discussion of Atomic Coordination* BY DAWD P. S~O~.~AKE~, CI~A BRr~K SHO~.~A~R A~D ~A~K C. WILSO~, *Department of Chemistry*, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge 39, Massachusetts. 1957.

[10] Крапошин В. С., Нгуен Ван Тхуан Модель кристаллической структуры R-мартенсита в сплавах с эффектом памяти формы на основе NiTi, *Наука и образование*. 2007 г. [Kraposhin V. S., Nguyen Van Thuan Model of the crystal structure of R-martensite in alloys with shape memory effect based on NiTi, *Science and Education*. 2007 (in Rus.)].

[11] Фадеев Т. В., Сапрыкин Д. Н., Бердюгин А. А., Жомартхан Н., Квеглис Л. И. Исследование причин самоупрочнения марганцовистых сталей, *Global Science and Innovations: Central Asia*. 2021. 7. 1(12). 66–71. [Fadeev T. V., Saprykin D. N., Berdyugin A. A., Zhomarthan N., Kveglis L. I. Investigation of the causes of self-strengthening of manganese steels, *Global Science and Innovations: Central Asia*. 2021. 7. 1(12). 66–71. (in Kazakhstan)].

[12] P. Villars, $K_2Sn(OH)_6$ ($K_2Sn[OH]_6$) Crystal Structure, PAULING FILE in: *Inorganic Solid Phases, SpringerMaterials*, Springer, Heidelberg (ed.) Springer Materials. 2016.

[13] Beyer M.K., Clausen-Schaumann H. Mechanochemistry: mechanical activation of covalent bonds. *Chemical Reviews* 2005, 105, 2921. [14] D. Medlin, S.M. Foiles, D. Cohen, A dislocation-based description of grain boundary dissociation: Application to a 90 degrees tilt boundary in gold, *Acta Materialia*. 49, 2001, 3689–3697.