

## Малоцикловая усталость 10 % Cr стали с высоким содержанием бора при комнатной температуре

© 2024

**Бражников Иван Сергеевич**<sup>\*1</sup>, инженер

Центра коллективного пользования «Технологии и Материалы НИУ "БелГУ"»

**Федосеева Александра Эдуардовна**<sup>2</sup>, кандидат технических наук,старший научный сотрудник лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов  
Белгородский государственный национальный исследовательский университет, Белгород (Россия)

\*E-mail: 1216318@bsu.edu.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0009-0008-8069-7376><sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4031-463X>

Поступила в редакцию 22.06.2023

Принята к публикации 16.02.2024

**Аннотация:** Высокохромистые стали мартенситного класса являются перспективным материалом для изготовления элементов котлов и паропроводов, а также лопаток и роторов паровых турбин новых энергоблоков тепловых электростанций, работающих на угле. Использование таких материалов даст возможность осуществить переход на суперсверхкритические параметры пара (температура 600–620 °С и давление 25–30 МПа), что позволит увеличить КПД энергоблоков до 45 %. Модификации химического состава высокохромистых сталей привели к существенному повышению жаропрочных характеристик, таких как предел длительной прочности – до 100 000 ч и предел ползучести – до 1 % на базе 100 000 ч, в то время как сопротивление разупрочнению в результате малоцикловой усталости остается недостаточно изученным в данной области. Настоящая работа посвящена исследованию малоцикловой усталости при комнатной температуре с различными амплитудами деформации высокохромистой стали мартенситного класса 10%Cr–3%Co–2%W–0,5%Mo–0,2%Cu–0,2%Re–0,003%N–0,01%B. Предварительно сталь была подвергнута нормализации с 1050 °С с последующим отпуском при 770 °С. После термической обработки структура стали представляла собой речный троостит отпуска, стабилизированный частицами вторичных фаз карбидов  $M_{23}C_6$ , карбонитридов  $NbX$  и карбидов  $M_6C$ . Средняя ширина мартенситных реек составляла 380 нм, а плотность дислокаций –  $1,4 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ . При малоцикловой усталости с увеличением амплитуды деформации с 0,2 до 1 % значительно снижается количество циклов до разрушения, а значение пластической деформации в середине количества циклов нагружения существенно увеличивается. Максимальное разупрочнение (18 %) наблюдается при амплитуде деформации 1 % в середине количества циклов нагружения. В целом структура стали после испытаний на малоцикловую усталость не претерпевает существенных изменений: ширина реек увеличивается на 18 % при амплитуде деформации более 0,3 %, при этом плотность дислокаций сохраняется на достаточно высоком уровне (около  $10^{14} \text{ м}^{-2}$ ) при всех амплитудах деформации.

**Ключевые слова:** жаропрочная сталь мартенситного класса; малоцикловая усталость; амплитуда деформации; циклическое разупрочнение; усталостное разрушение.

**Благодарности:** Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (соглашение № 19-73-10089-П). Ссылка на информацию о проекте: <https://rscf.ru/project/22-73-41001/>.

Авторы выражают благодарность Центру коллективного пользования «Технологии и Материалы НИУ "БелГУ"» за предоставленное оборудование для проведения структурных исследований.

Статья подготовлена по материалам докладов участников XI Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2023), Тольятти, 11–15 сентября 2023 года.

**Для цитирования:** Бражников И.С., Федосеева А.Э. Малоцикловая усталость 10 % Cr стали с высоким содержанием бора при комнатной температуре // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 2. С. 33–42. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-3.

### ВВЕДЕНИЕ

9–12 % Cr стали рассматриваются в качестве перспективных материалов для изготовления элементов новых энергоблоков тепловых электростанций, работающих при суперсверхкритических параметрах пара (температура 600–620 °С, давление 25–30 МПа) [1]. Переход на новые суперсверхкритические параметры пара повысят КПД тепловых электростанций до 45 % [2; 3].

Структура 9–12 % Cr сталей представляет собой речный троостит отпуска, границы которого закреплены частицами карбидов  $M_{23}C_6$  (где  $M$  – Cr, Fe и Mo), а вы-

сокая плотность дислокаций внутри мартенситных реек удерживается мелкими карбонитридами  $MX$  (где  $M$  – V и/или Nb,  $X$  – C и/или N) [4; 5]. Установлено, что добавление небольшого количества бора в хром-молибденовые и хром-вольфрамовые стали позволяет значительно повысить сопротивление ползучести [6; 7]. Сегрегация бора на границах исходных аустенитных зерен (ИАЗ) упрочняет и предотвращает локальное размягчение этих границ в условиях ползучести [6; 7]. Кроме того, добавление бора снижает скорость укрупнения карбидов  $M_{23}C_6$ , выделяющихся на границах мартенситных реек, блоков, пакетов и ИАЗ [8]. С другой стороны,

в сталях с высоким содержанием азота бор имеет склонность к образованию крупных частиц нитрида бора BN, которые выступают источниками трещин и несплошностей при ползучести [1].

Помимо образования BN в сталях с высоким содержанием азота происходит трансформация мелких метастабильных частиц карбонитридов *MX* в крупные частицы термодинамически стабильной *Z*-фазы (Cr(V,Nb)N) при ползучести, что отрицательно сказывается на свойствах [9]. Снижение содержания азота до очень малых значений (менее 0,003 вес. %) решает сразу две задачи: 1) предотвращение образования крупных частиц BN и *Z*-фазы и 2) возможность увеличения содержания бора до 0,01 вес. %. При этом происходит существенный рост ИАЗ вплоть до 50–60 мкм [10]. Добавление кобальта, вольфрама, молибдена и рения в сталь замедляет диффузионно-контролируемые процессы при ползучести, такие как образование фазы Лавеса, укрупнение частиц и укрупнение реек, что также положительно сказывается на сопротивлении ползучести [11; 12]. Такой подход к легированию может позволить увеличить предел длительной прочности с 72 (для стали P92 [13]) до 100 МПа [14].

Хорошие показатели сопротивления ползучести демонстрирует новая перспективная 10 % Cr сталь мартенситного класса, которая была выбрана в качестве исследуемой в данной работе. Так, предел длительной прочности исследуемой стали составил 93 МПа при 650 °C на базе 100 000 ч, кроме того, отсутствует перелом на кривой длительной прочности [12]. Однако при эксплуатации лопаток паровых турбин могут образовываться трещины малоцикловой усталости [1].

На данный момент достаточно много работ, посвященных исследованию малоцикловой усталости высокохромистых сталей [15–17]. Высокохромистые стали в процессе испытания на малоцикловую усталость, как правило, демонстрируют три отдельных стадии: стадию быстрого разупрочнения, стабильную стадию и стадию окончательного разрушения из-за возникновения и распространения трещин [15; 18–20]. В [15] было обнаружено, что с повышением температуры испытания доля пластической деформации увеличивается, особенно при больших амплитудах деформации. Структура материала при увеличении температуры испытания на малоцикловую усталость также претерпевает существенные изменения, такие как образование субзерен и эволюция дислокационной структуры – от ячеистой при комнатной температуре к стеночной при повышенных температурах [19]. Увеличение температуры испытания вызывает рост расстояния между мартенситными рейками [16]. При испытании на малоцикловую усталость в условиях комнатной температуры циклическое разупроч-

нение зависит от размера реек и связано с динамической рекристаллизацией [20].

Поскольку исследуемую сталь предполагается применять в качестве материала изготовления лопаток паровых турбин, то подробного изучения характеристик ползучести недостаточно. Необходимо включить в исследование поведение при малоцикловой усталости. Результаты, касающиеся поведения стали 10%Cr–3%Co–2W–0,5Mo–0,2Cu–0,2Re–0,003N–0,01B при испытаниях на МЦУ, будут полезны для определения допустимых циклических нагрузок при эксплуатации деталей тепловых электростанций, изготовленных из исследуемых сталей.

Цель работы – выявление влияния величины амплитуды деформации при малоцикловой усталости на структурные изменения 10 % Cr стали мартенситного класса при комнатной температуре.

### МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Химический состав новой 10 % Cr мартенситной стали представлен в таблице 1. Сталь была отлита на предприятии ООО «СМСМ», Москва, в вакуумно-индукционной печи. Слитки после обдирки были гомогенизированы при температуре 1150 °C в течение 16 ч с последующей ковкой при этой же температуре до заготовок в виде прутков квадратного сечения со стороны квадрата 50 мм с последующим охлаждением на воздухе. Термическая обработка стали включала в себя нормализацию с температуры 1050 °C в течение 1 ч, охлаждение на воздухе с последующим отпуском при температуре 770 °C в течение 3 ч, охлаждение на воздухе.

Испытания на малоцикловую усталость (МЦУ) проводились на цилиндрических образцах по ГОСТ 25.502-79 с диаметром рабочей части 5 мм и уменьшенной до 18 мм расчетной длиной. Уменьшение расчетной длины образца обусловлено склонностью образцов мартенситных сталей к продольному изгибу при сжатии при высоких амплитудах деформации. Испытания проводились по схеме «растяжение – сжатие» с коэффициентом асимметрии (*R*), равным –1, при комнатной температуре с амплитудой деформации 0,2; 0,3; 0,6 и 1 % и частотой 0,5 Гц с использованием испытательной машины Instron 8801 (Великобритания). Для каждой амплитуды было использовано по одному образцу. Исследование микроструктуры в исходном состоянии и после испытания на МЦУ проводили на просвечивающем электронном микроскопе JEM JEOL-2100 (Япония), оснащенном энергодисперсионным спектрометром, при ускоряющем напряжении 200 кВ. Фольги для исследования микроструктуры были вырезаны из области, наиболее близко прилегающей к зоне излома. Плотность

**Таблица 1.** Химический состав стали 10%Cr–3%Co–2W–0,5Mo–0,2Cu–0,2Re–0,003N–0,01B, вес. %  
**Table 1.** Chemical composition of 10%Cr–3%Co–2W–0,5Mo–0,2Cu–0,2Re–0,003N–0,01B steel, wt. %

Fe	C	Cr	Co	W	Mo	Cu	V	Nb	Re	B	N
Основа	0,13	9,4	3,1	2,1	0,6	0,29	0,16	0,05	0,17	0,015	0,002

фольги. Размер мартенситных реек был определен методом случайных секущих на шести случайно выбранных участках структуры. Равновесная объемная доля частиц вторичных фаз была определена с использованием программного обеспечения Thermo-Calc (база данных TCFe7) (Швеция).

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

### Структура после термической обработки

В результате термической обработки в 10 % Cr стали формируется довольно однородная структура троостита отпуска (рис. 1 а). Средний поперечный размер мартенситных реек составил  $(380 \pm 30)$  нм. Внутри реек наблюдаются как свободные дислокации (рис. 1 с), так и сетки дислокаций (рис. 1 б). Плотность дислокаций внутри реек достаточно высокая и составляет  $(1,4 \pm 0,5) \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ . Анализ реплик (рис. 1 d) показал, что в процессе термической обработки выделяются частицы карбидов  $M_{23}C_6$ , обогащенные хромом, частицы карбонитридов  $MX$ , обогащенные ниобием, а также очень малое количество частиц карбидов  $M_6C$ , обогащенных вольфрамом. Карбиды  $M_{23}C_6$  являются доминантной фазой и выделяются по границам ИАЗ, пакетов, блоков и мартенситных реек. Их средний размер составляет  $(70 \pm 5)$  нм, объемная доля – 2,35 %.

Карбонитриды  $NbX$  со средним размером 30 нм равномерно распределены по объему материала (рис. 1 d). Карбиды  $M_6C$  со средним размером 40 нм обнаружены по границам мартенситных реек (рис. 1 d). Объемные доли последних двух фаз незначительные и не превышают 0,1 %.

### Свойства при МЦУ при комнатной температуре

Результаты испытания на МЦУ при комнатной температуре представлены на рис. 2. При минимальной амплитуде деформации 0,2 % количество циклов до разрушения составило 213 822 (рис 2 а). Для исследуемой стали при увеличении амплитуды деформации количество циклов до разрушения существенно сокращается. Так, даже незначительное увеличение амплитуды деформации с 0,2 до 0,3 % снижает количество циклов на 1 порядок (рис. 2 а). Дальнейшее увеличение амплитуды деформации с 0,3 до 0,6 % снижает количество циклов еще в 8 раз (рис. 2 а). При самой большой амплитуде деформации 1 % количество циклов до разрушения снизилось до 488 циклов (рис. 2 а).

При сравнении количества циклов до разрушения при МЦУ исследуемой стали с другими 9–10 % Cr сталями [21–23] при амплитудах деформации 0,3 и 0,6 % было выявлено, что при амплитуде деформации 0,3 % исследуемая сталь демонстрирует 14 411 циклов до разрушения (рис. 2 б), что хорошо соотносится со значениями циклов до разрушения для других сталей [21–23]. С другой стороны, при амплитуде деформации 0,6 % исследуемая сталь показывает 1 815 циклов до разрушения, что более чем в 2 раза превышает количество циклов до разрушения для сталей, представленных в [21–23].

Петли гистерезиса при испытании на малоцикловую усталость обладают асимметрией, причем при увеличении амплитуды деформации растет асимметрия петли гистерезиса. При амплитуде деформации 0,2 % усталостное

разрушение происходит в основном при упругом деформировании, что в сочетании с количеством циклов до разрушения, превышающим 200 000, позволяет отнести это испытание к области многоцикловой усталости (рис. 3). Амплитуда напряжения при этом составляет 396,3 МПа. С увеличением амплитуды деформации с 0,2 до 1 % увеличивается вклад пластической составляющей деформации, разрушение происходит в упругопластической области (таблица 2). С увеличением амплитуды деформации с 0,2 до 1 % прирост амплитуды напряжения составил 30 %, при этом амплитуда пластической составляющей деформации возрастает в 95 раз.

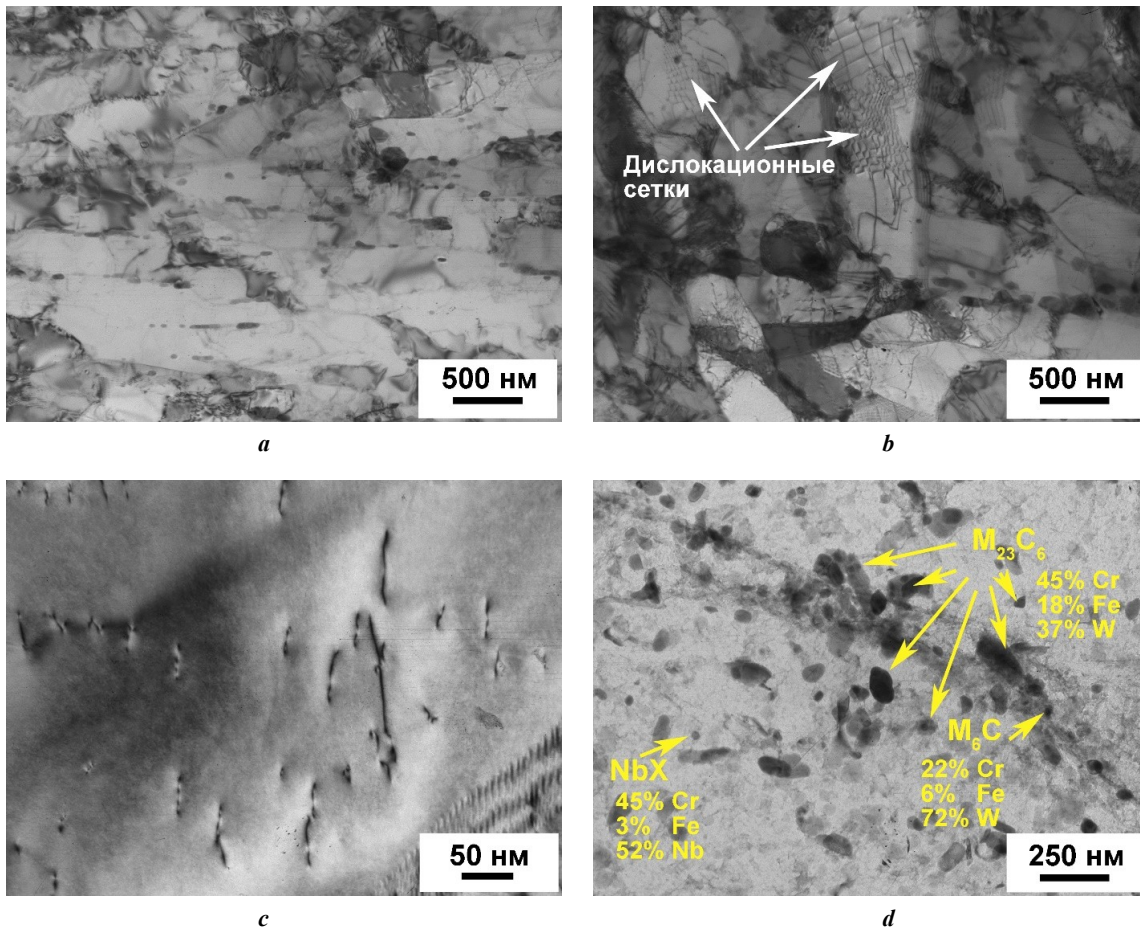
Во время испытаний на МЦУ при комнатной температуре происходит циклическое упрочнение исследуемой стали, что выражается в увеличении амплитуды напряжения с увеличением количества циклов по отношению к напряжению первого цикла (рис. 4 а). Это характерно для всех амплитуд деформации. Так, например, при амплитуде деформации 0,2 % исследуемая сталь упрочнялась вплоть до 60 циклов, и один уровень амплитуды напряжений сохраняется вплоть до разрушения. При амплитуде деформации 1 % сталь упрочнилась до 6 циклов, после чего наблюдалось снижение амплитуды напряжения относительно первого цикла (рис. 4 а). Снижение амплитуды напряжения по отношению к напряжению первого цикла свидетельствует о разупрочнении материала. С другой стороны, такое снижение амплитуды напряжения по отношению к напряжению первого цикла может быть вызвано снижением усилия в связи с образованием шейки (снижения площади поперечного сечения).

Видно, что при амплитуде деформации 0,2 % степень разупрочнения отрицательная, что говорит о том, что вплоть до 50 % от общего количества циклов до разрушения амплитуда напряжения выше, чем амплитуда напряжения первого цикла (рис. 4 б). Однако даже при незначительном повышении амплитуды деформации до 0,3 % значение амплитуды напряжения материала становится ниже напряжения первого цикла уже на 5 % от общего количества циклов до разрушения. При этом степень разупрочнения увеличивается в 2 раза при 50 % от общего числа циклов до разрушения.

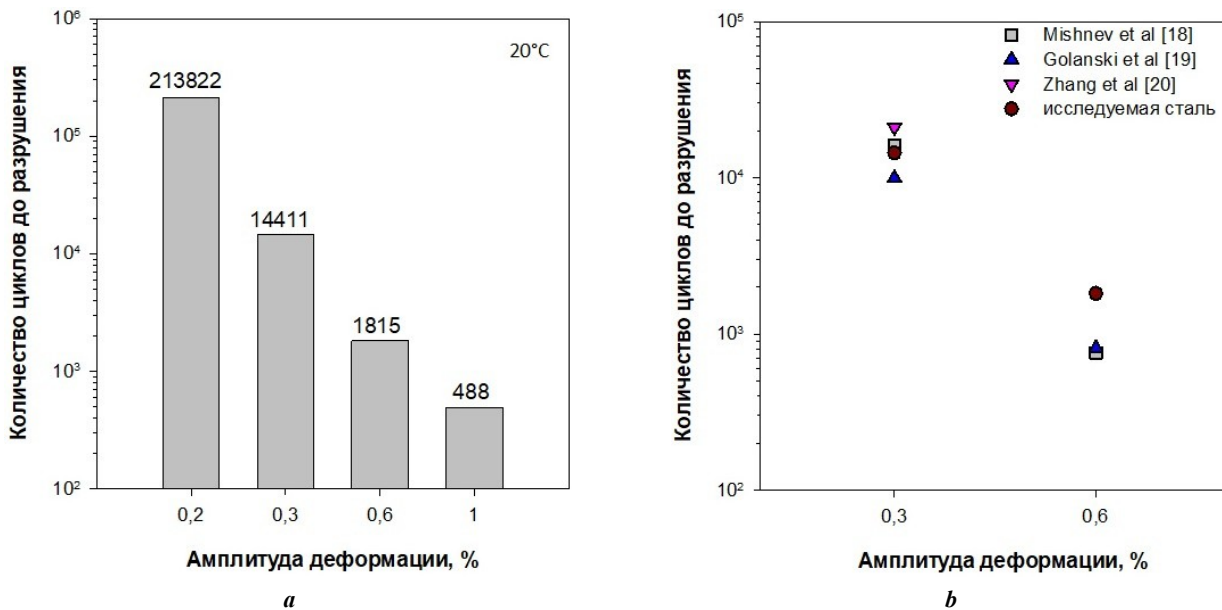
Следует отметить, что при амплитуде деформации 0,6 % степень циклического разупрочнения даже при 50 % от общего числа циклов до разрушения не превышает 10 % и сопоставима с амплитудой 0,3 %. При амплитуде 1 % наблюдается максимальное разупрочнение исследуемой стали, которое составляет 18 %, при 40 и 50 % от общего количества циклов до разрушения.

### Фрактография изломов

Относительное сужение образцов после МЦУ существенно увеличивается с 5 до 20 % для амплитуды от 0,2 до 1 %, что вызвано увеличением пластической составляющей деформации. На поверхности излома можно явно выделить две зоны: зону усталостного разрушения и зону долома (окончательного разрушения) (рис. 5). В зоне усталостного разрушения можно различить бороздки усталости. Зона долома имеет вязкий характер, выраженный мелкими ямками. Оценка доли зоны усталостного разрушения по отношению ко всей поверхности излома выявила, что эта величина не зависит от амплитуды деформации и составляет от 45 до 60 %.



**Рис. 1.** Изображения микроструктуры исследуемой 10 % Cr стали после термической обработки, полученные методом ПЭМ тонких фольг (а–с) и углеродных реплик (d)  
**Fig. 1.** Images of the microstructure of the 10 % Cr steel under study after heat treatment, obtained by TEM method of thin foils (a–c) and carbon replicas (d)



**Рис. 2.** Зависимость количества циклов до разрушения от амплитуды деформации для исследуемой стали (а), а также сравнение количества циклов до разрушения при малоцикловой усталости исследуемой стали с другими 9–10 % Cr сталями [21–23] при амплитудах деформации 0,3 и 0,6 % (b)  
**Fig. 2.** Dependence of the number of cycles to failure on the strain amplitude for the steel under study (a) and a comparison of the number of cycles to failure during low-cycle fatigue of the steel under study with other 9–10 % Cr steels [21–23] at strain amplitudes of 0.3–0.6 % (b)



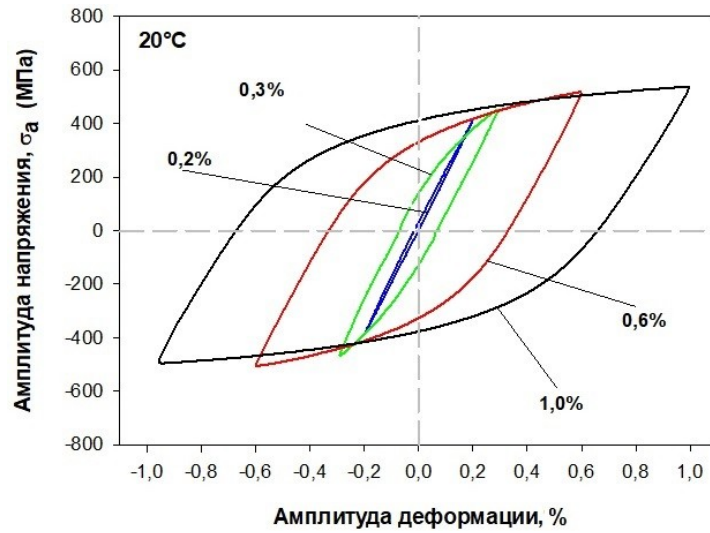


Рис. 3. Петли гистерезиса «Амплитуда напряжения – амплитуда деформации» в середине количества циклов нагружения при температуре испытания 20 °С для 10 % Cr стали

Fig. 3. “Stress amplitude – strain amplitude” hysteresis loops in the middle of the number of loading cycles at a test temperature of 20 °C for 10 % Cr steel

Таблица 2. Данные малоцикловой усталости в середине количества циклов нагружения  
Table 2. Data of low-cycle fatigue in the middle of the number of loading cycles

Характеристики малоцикловой усталости	Амплитуда деформации $\epsilon_{ac}$ , %			
	0,2	0,3	0,6	1
Амплитуда напряжения, $\sigma_a \frac{N}{2}$ , МПа	396,3	459,8	511,1	515,7
Амплитуда пластической составляющей деформации $\epsilon_{ар}$ , %	0,007	0,073	0,33	0,666

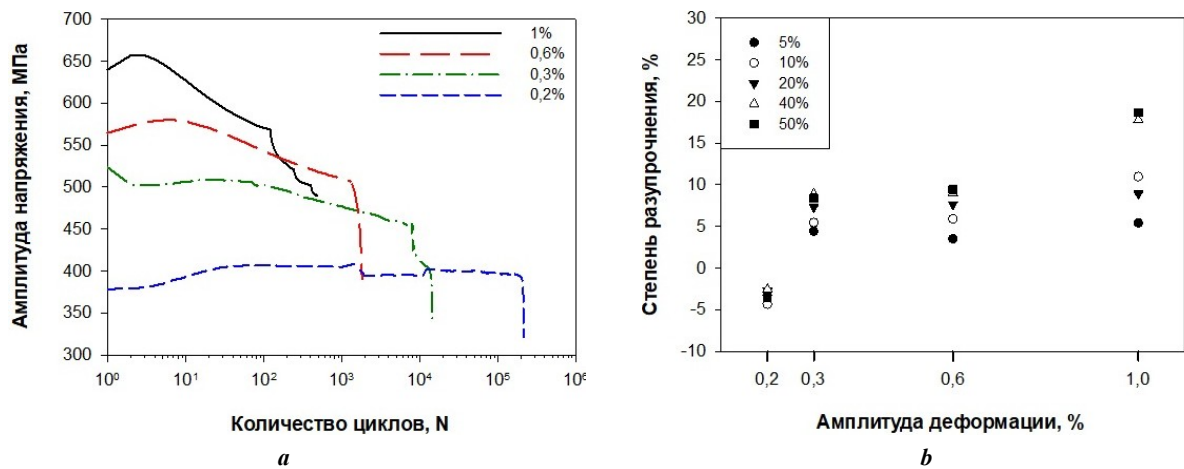


Рис. 4. Зависимость амплитуды напряжения от количества циклов при амплитуде деформации 0,2; 0,3; 0,6 и 1 % (а) совместно со степенью циклического разупрочнения по отношению к напряжению первого цикла при различных долях от максимального количества циклов до разрушения (б)

Fig. 4. Dependence of the stress amplitude on the number of cycles at a strain amplitude of 0.2, 0.3, 0.6, and 1 % (a) together with the degree of fatigue softening in relation to the first cycle stress at different fractions of the maximum number of cycles before failure (b)

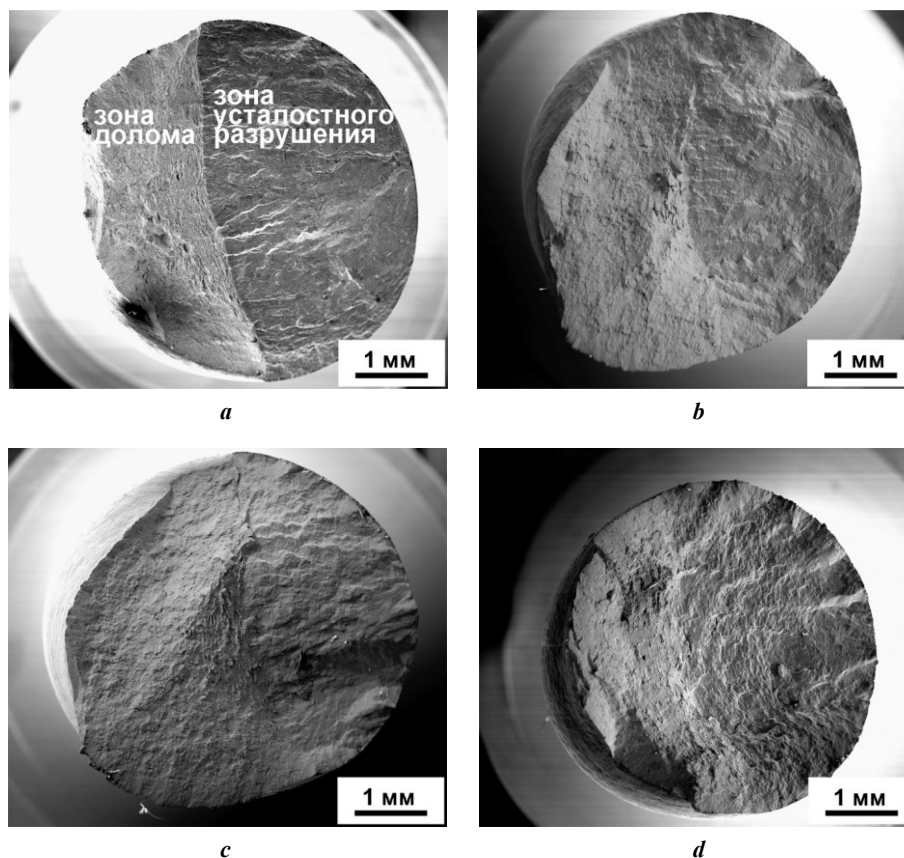


Рис. 5. Фрактография изломов разрушенных образцов после испытаний на малоцикловую усталость при амплитудах деформации 0,2 % (а), 0,3 % (b), 0,6 % (c) и 1 % (d)

Fig. 5. Fractography of fractures of destroyed samples after low-cycle fatigue tests at strain amplitudes of 0.2 % (a), 0.3 % (b), 0.6 % (c), and 1 % (d)

### Структура после МЦУ

После испытаний на МЦУ при всех амплитудах деформации структура троостита отпуска, сформированная при термической обработке, сохраняется (рис. 6). После испытания на МЦУ с амплитудой деформации 0,2 % (количество циклов более 200 000) средняя ширина реек составляет  $(370 \pm 30)$  нм, что совпадает со значением до испытания (таблица 3). При этом плотность свободных дислокаций внутри мартенситных реек также не меняется по сравнению с исходным состоянием и составляет  $(1,4 \pm 0,5) \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$  (таблица 3).

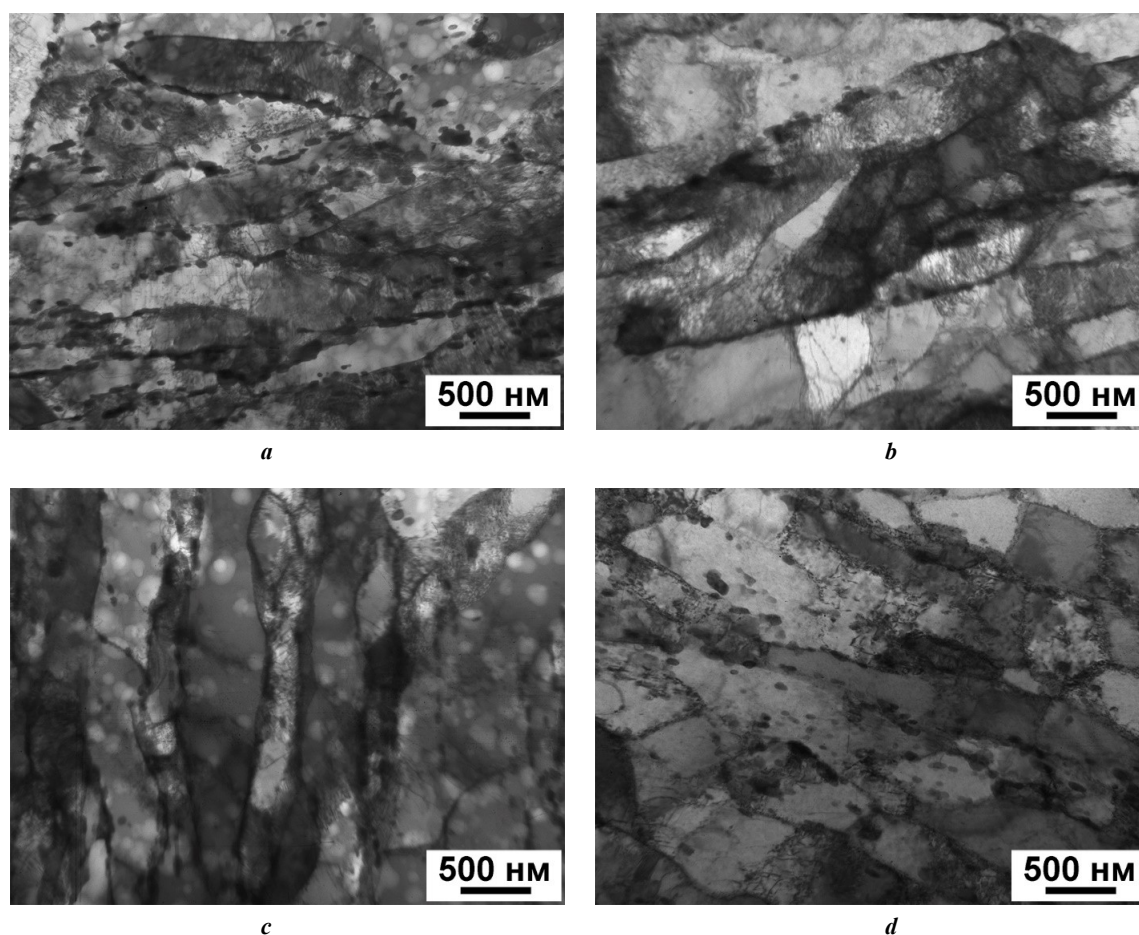
С увеличением амплитуды деформации вплоть до 1 % наблюдается незначительное увеличение ширины мартенситных реек до  $(460 \pm 30)$  нм (таблица 2), что вызвано появлением пластической составляющей деформации (таблица 1). Отметим, что плотность дислокаций меняется на уровне погрешности с увеличением амплитуды деформации. Отметим также отсутствие существенных изменений в дисперсиях частиц вторичных фаз после испытаний на МЦУ.

### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Количество циклов до разрушения при амплитуде деформации 0,2 % прошло условный порог в  $5 \times 10^4$  циклов, что говорит о переходе из области МЦУ в область многоцикловой усталости. Однако при увеличении амплитуды деформации до 1 % количество циклов до разрушения не превышает  $2 \times 10^4$  циклов, что говорит

о том, что для данной стали испытания с заданной амплитудой деформации выше 0,3 % остаются в области МЦУ. Асимметрия петли на рис. 3 связана с эффектом Баушингера: чем шире петля, тем больше баушингеровская деформация [21]. Для исследуемой стали можно заметить, что при увеличении амплитуды деформации в середине количества циклов нагружения ширина петли гистерезиса увеличивается. Следует отметить, что при амплитуде деформации 0,2 % петля гистерезиса практически симметричная, а соответственно, баушингеровская деформация в таком случае крайне мала. Таким образом, ширина петли при амплитуде деформации 0,2 % наглядно демонстрирует преимущественно упругое деформирование в процессе испытания.

Отсутствие трансформаций реечных границ в субзеренные границы путем взаимодействия реечных границ и свободных дислокаций вызвано низкой температурой испытаний. При комнатной температуре взаимодействие даже между свободными дислокациями протекает медленно [22]. Дальнедействующие поля упругих напряжений от дислокаций и малоугловых реечных границ препятствуют захвату дислокаций границами [21], что ведет к отсутствию видимых изменений в структуре после испытаний на МЦУ при амплитуде деформации 0,2 %. Более того, такая структура демонстрирует циклическое упрочнение (рис. 4). Стоит отметить, что циклическое упрочнение на первых циклах при комнатной температуре также наблюдается в работе [21]. Напротив, +24 %



**Рис. 6.** Микроструктура исследуемой стали после испытания на малоцикловую усталость при амплитудах деформации 0,2 % (а), 0,3 % (б), 0,6 % (с) и 1 % (д)

**Fig. 6.** Microstructure of the steel under study after low-cycle fatigue testing at strain amplitudes of 0.2 % (a), 0.3 % (b), 0.6 % (c), and 1 % (d)

**Таблица 3.** Микроструктурные параметры стали 10%Cr–3%Co–2%W–0,5%Mo–0,2%Cu–0,2%Re–0,003%N–0,01%B после испытания на малоцикловую усталость

**Table 3.** Microstructural parameters of 10%Cr–3%Co–2%W–0.5Mo–0.2Cu–0.2Re–0.003N–0.01B steel after low-cycle fatigue tests

Амплитуда деформации, %	0,2	0,3	0,6	1
Плотность дислокаций, $\times 10^{14} \text{ м}^{-2}$	1,4 $\pm$ 0,5	2,4 $\pm$ 0,5	1,1 $\pm$ 0,5	1,9 $\pm$ 0,5
Ширина реек, нм	370 $\pm$ 30	450 $\pm$ 30	460 $\pm$ 30	460 $\pm$ 30

уширения мартенситных реек после испытаний на МЦУ при более высоких амплитудах деформации вследствие появления пластической составляющей деформации может привести к циклическому разупрочнению (рис. 4). Так, субструктурное упрочнение от мартенситных реек может быть оценено с использованием уравнения Лэнгфорда – Коэна [24]:

$$\sigma_{\text{реек}} = \frac{k_y}{2l},$$

где  $k_y$  – коэффициент упрочнения (0,0862 МПа $\times$ м [24]);  $l$  – ширина мартенситных реек.

Величина упрочнения в исходном состоянии составляла 113 МПа (при ширине реек 380 нм (таблица 3)), в то время как уширение реек до 450–460 нм после МЦУ при 0,3–1 % амплитуды деформации (таблица 3) приводит к снижению субструктурного упрочнения до 94–96 МПа. С другой стороны, увеличение относительного сужения (снижения площади сечения) вызывает снижение усилия, а не напряжения, что может выражаться в виде кажущегося снижения деформирующего напряжения после образования шейки. Так, при амплитуде 1 % относительное



**Таблица 4.** Величины разупрочнения из-за уширения реек, относительного сужения и значения снижения амплитуды напряжения для определенного цикла в сравнении с первым циклом нагружения для различных амплитуд деформаций, %  
**Table 4.** The values of softening due to the widening of the laths, relative reduction and the decrease in the stress amplitude for a certain cycle compared to the first loading cycle for various strain amplitudes, %

Амплитуда деформации	0,2	0,3	0,6	1
Разупрочнение вследствие уширения мартенситных реек	–	15	17	17
Относительное сужение	5	12	8	20
Снижение амплитуды напряжения по отношению к напряжению первого цикла при 50 % от общего числа циклов до разрушения	–	8	9	19

сужение достигает 20 %, и примерно на эту же величину происходит разупрочнение.

Чтобы выявить природу разупрочнения, в таблице 4 просуммированы величины разупрочнения из-за уширения реек, величины относительного сужения и значения снижения амплитуды напряжения для определенного цикла в сравнении с первым циклом нагружения. Сопоставление данных из таблицы 4 показало, что разупрочнение материала при МЦУ при высоких амплитудах деформации обусловлено началом увеличения относительного сужения (снижения площади сечения), а не структурным фактором.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Установлено, что увеличение амплитуды деформации с 0,2 до 1 % снижает количество циклов до разрушения на 3 порядка. Максимальное разупрочнение в 18 % наблюдается при амплитуде деформации 1 % в середине количества циклов нагружения. При этом исследуемая сталь после испытаний на МЦУ сохраняет структуру троостита отпуска, сформированную при термической обработке, без существенных изменений. Разупрочнение материала вызвано началом увеличения относительного сужения образцов.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кайбышев Р.О., Скоробогатых В.Н., Щенкова И.А. Новые стали мартенситного класса для тепловой энергетики. Жаропрочные свойства // Физика металлов и металловедение. 2010. Т. 109. № 2. С. 200–215. EDN: [LOIWVD](#).
2. Abe F., Kern T.-U., Viswanathan R. Creep-resistant steels. Cambridge: Woodhead Publishing, 2008. 800 p.
3. Kern T.U., Staubli M., Scarlin B. The European efforts in material development for 650 °C USC power plants – COST522 // ISIJ international. 2002. Vol. 42. № 12. P. 1515–1519. DOI: [10.2355/isijinternational.42.1515](#).
4. Bladesha H.K.D.H., Design of ferritic creep-resistant steels // ISIJ international. 2001. Vol. 41. № 6. P. 626–640. DOI: [10.2355/isijinternational.41.626](#).
5. Kostka A., Tak K.-G., Hellmig R.J., Estrin Y., Eggeler G. On the contribution of carbides and micrograin boundaries to the creep strength of tempered martensite ferritic steels // Acta Materialia. 2007. Vol. 55. № 2. P. 539–550. DOI: [10.1016/j.actamat.2006.08.046](#).
6. Abe F. Effect of boron on microstructure and creep strength of advanced ferritic power plant steels // Procedia Engineering. 2011. Vol. 10. P. 94–99. DOI: [10.1016/j.proeng.2011.04.018](#).
7. Takahashi N., Fujita T. The Effect of Boron on the Long Period Creep Rupture Strength of the Modified 12% Chromium Heat Resisting Steel // Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan. 1976. Vol. 16. № 11. P. 606–613. DOI: [10.2355/isijinternational1966.16.606](#).
8. Kaibyshev R., Mishnev R., Fedoseeva A., Dudova N. The role of microstructure in creep strength of 9–12% Cr steels // Materials Science Forum. 2017. Vol. 879. P. 36–41. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.879.36](#).
9. Danielsen H.K. Review of Z phase precipitation in 9–12 wt-% Cr steels // Materials Science and Technology. 2016. Vol. 32. № 2. P. 126–137. DOI: [10.1179/1743284715Y.0000000066](#).
10. Nikitin I.S., Fedoseeva A.E. Effect of the Normalizing Temperature on the Short-Time Creep of Martensitic 10Cr–3Co–3W–0.2Re Steel with a Low Nitrogen Content // Russian Metallurgy (Metally). 2022. Vol. 2022. P. 753–763. DOI: [10.1134/S0036029522070102](#).
11. Knezevic V., Balun J., Sauthoff G., Inden G., Schneider A. Design of martensitic/ferritic heat-resistant steels for application at 923 K with supporting thermodynamic modeling // Materials Science and Engineering: A. 2008. Vol. 477. № 1-2. P. 334–343. DOI: [10.1016/j.msea.2007.05.047](#).
12. Fedoseeva A.E. Creep Resistance and Structure of 10% Cr–3% Co–2% W–0.29% Cu–0.17% Re Steel with Low Nitrogen and High Boron Contents for Unit Components of Coal Power Plants // Physical Mesomechanics. 2024. Vol. 27. P. 88–101. DOI: [10.1134/S1029959924010090](#).
13. Haarmann K., Vaillant J.C., Vandenberghe B., Bendick W., Arbab A. The T92/P92 Book. Boulogne: Vallourec and Mannesmann tubes, 1998. 62 p.
14. Dudova N., Mishnev R., Kaibyshev R. Creep behavior of a 10%Cr heat-resistant martensitic steel with low nitrogen and high boron contents at 650 °C // Materials Science and Engineering: A. 2019. Vol. 766. Article number 138353. DOI: [10.1016/j.msea.2019.138353](#).
15. Wang Quanyi, Wang Qingyuan, Gong Xiufang, Wang Tianjian, Zhang Wei, Li Lang, Liu Yongjie, He Chao, Wang Chong, Zhang Hong. A comparative study of low cycle fatigue behavior and microstructure of Cr-based steel at room and high temperatures // Materials & Design. 2020. Vol. 195. Article number 109000. DOI: [10.1016/j.matdes.2020.109000](#).



16. Zhang Zhe, Li Xiaofei, Yu Yaohua, Li Bingbing, Zhang Bo, Ma Yushan, Chen Xu. Effects of temperature and strain amplitude on low-cycle fatigue behavior of 12Cr13 martensitic stainless steel // *Journal of Materials Research and Technology*. 2024. Vol. 29. P. 1414–1427. DOI: [10.1016/j.jmrt.2024.01.162](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.01.162).
17. Mao Jianfeng, Zhu Jian, Li Xiangyang, Wang Dasheng, Zhong Fengping, Chen Jichang. Effect of strain amplitude and temperature on creep-fatigue behaviors of 9–12% Cr steel // *Journal of Mechanical Science and Technology*. 2022. Vol. 36. № 5. P. 2265–2276. DOI: [10.1007/s12206-022-0409-y](https://doi.org/10.1007/s12206-022-0409-y).
18. Chen Furen, Zhang Wei, Zhang Kaihao, Yang Qiaofa, Wang Xiaoxiao, Zhou Changyu. Low cycle fatigue and creep-fatigue interaction behavior of 2.25CrMoV steel at high temperature // *Journal of Materials Research and Technology*. 2024. Vol. 28. P. 3155–3165. DOI: [10.1016/j.jmrt.2023.12.233](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.12.233).
19. Shi Shouwen, Cui Jianpeng, Li Haiyan, Chen Gang, Lin Qiang, Chen Xu. Cyclic stress response and microcrack initiation mechanism of modified 9Cr1Mo steel under low cycle fatigue at room temperature and 350 °C // *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*. 2023. Vol. 46. № 7. P. 2525–2538. DOI: [10.1111/ffe.14015](https://doi.org/10.1111/ffe.14015).
20. Zhang Xiaodong, Wang Tianjian, Gong Xiufang, Li Qingsong, Liu Yongjie, Wang Quanyi, Zhang Hong, Wang Qingyuan. Low cycle fatigue properties, damage mechanism, life prediction and microstructure of MarBN steel: Influence of temperature // *International Journal of Fatigue*. 2021. Vol. 144. Article number 106070. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2020.106070](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2020.106070).
21. Mishnev R., Dudova N., Kaibyshev R. Low cycle fatigue behavior of a 10Cr–2W–Mo–3Co–NbV steel // *International Journal of Fatigue*. 2016. Vol. 83-2. P. 344–355. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2015.11.008](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2015.11.008).
22. Golański G., Mroziński S. Low cycle fatigue and cyclic softening behaviour of martensitic cast steel // *Engineering Failure Analysis*. 2013. Vol. 35. P. 692–702. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2013.06.019](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2013.06.019).
23. Zhang Zhen, Hu Zheng-fei, Fan Li-kun, Wang Bin. Low cycle fatigue behavior and cyclic softening of P92 ferritic-martensitic steel // *Journal of Iron and Steel Research International*. 2015. Vol. 22. P. 534–542. DOI: [10.1016/S1006-706X\(15\)30037-6](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(15)30037-6).
24. Langford G., Cohen M. Strain hardening of iron by severe plastic deformation // *American Society for Metals Transactions*. 1969. Vol. 62. P. 623–638.
1. Kaybyshev R.O., Skorobogatykh V.N., Shchenkova I.A. New martensitic steels for fossil power plant: creep resistance. *The Physics of Metals and Metallography*, 2010, vol. 109, no. 2, pp. 186–200. EDN: [MXPLYJ](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.01.162).
2. Abe F., Kern T.-U., Viswanathan R. *Creep-resistant steels*. Cambridge, Woodhead Publishing, 2008. 800 p.
3. Kern T.U., Staubli M., Scarlin B. The European efforts in material development for 650 °C USC power plants-COST522. *ISIJ international*, 2002, vol. 42, no. 12, pp. 1515–1519. DOI: [10.2355/isijinternational.42.1515](https://doi.org/10.2355/isijinternational.42.1515).
4. Bladesha H.K.D.H., Design of ferritic creep-resistant steels. *ISIJ international*, 2001, vol. 41, no. 6, pp. 626–640. DOI: [10.2355/isijinternational.41.626](https://doi.org/10.2355/isijinternational.41.626).
5. Kostka A., Tak K.-G., Hellmig R.J., Estrin Y., Eggeler G. On the contribution of carbides and micrograin boundaries to the creep strength of tempered martensite ferritic steels. *Acta Materialia*, 2007, vol. 55, no. 2, pp. 539–550. DOI: [10.1016/j.actamat.2006.08.046](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.08.046).
6. Abe F. Effect of boron on microstructure and creep strength of advanced ferritic power plant steels. *Procedia Engineering*, 2011, vol. 10, pp. 94–99. DOI: [10.1016/j.proeng.2011.04.018](https://doi.org/10.1016/j.proeng.2011.04.018).
7. Takahashi N., Fujita T. The Effect of Boron on the Long Period Creep Rupture Strength of the Modified 12% Chromium Heat Resisting Steel. *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, 1976, vol. 16, no. 11, pp. 606–613. DOI: [10.2355/isijinternational1966.16.606](https://doi.org/10.2355/isijinternational1966.16.606).
8. Kaibyshev R., Mishnev R., Fedoseeva A., Dudova N. The role of microstructure in creep strength of 9-12% Cr steels. *Materials Science Forum*, 2017, vol. 879, pp. 36–41. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.879.36](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.879.36).
9. Danielsen H.K. Review of Z phase precipitation in 9–12 wt-% Cr steels. *Materials Science and Technology*, 2016, vol. 32, no. 2, pp. 126–137. DOI: [10.1179/1743284715Y.0000000066](https://doi.org/10.1179/1743284715Y.0000000066).
10. Nikitin I.S., Fedoseeva A.E. Effect of the Normalizing Temperature on the Short-Time Creep of Martensitic 10Cr–3Co–3W–0.2Re Steel with a Low Nitrogen Content. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2022, vol. 2022, pp. 753–763. DOI: [10.1134/S0036029522070102](https://doi.org/10.1134/S0036029522070102).
11. Knezevic V., Balun J., Sauthoff G., Inden G., Schneider A. Design of martensitic/ferritic heat-resistant steels for application at 923 K with supporting thermodynamic modeling. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, vol. 477, no. 1-2, pp. 334–343. DOI: [10.1016/j.msea.2007.05.047](https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.05.047).
12. Fedoseeva A.E. Creep Resistance and Structure of 10% Cr–3% Co–2% W–0.29% Cu–0.17% Re Steel with Low Nitrogen and High Boron Contents for Unit Components of Coal Power Plants. *Physical Mesomechanics*, 2024, vol. 27, pp. 88–101. DOI: [10.1134/S1029959924010090](https://doi.org/10.1134/S1029959924010090).
13. Haarmann K., Vaillant J.C., Vandenberghe B., Bendick W., Arbab A. *The T92/P92 Book*. Boulogne, Vallourec and Mannesmann tubes Publ., 1998. 62 p.
14. Dudova N., Mishnev R., Kaibyshev R. Creep behavior of a 10%Cr heat-resistant martensitic steel with low nitrogen and high boron contents at 650 °C. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, vol. 766, article number 138353. DOI: [10.1016/j.msea.2019.138353](https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138353).
15. Wang Quanyi, Wang Qingyuan, Gong Xiufang, Wang Tianjian, Zhang Wei, Li Lang, Liu Yongjie, He Chao, Wang Chong, Zhang Hong. A comparative study of low cycle fatigue behavior and microstructure of Cr-based steel at room and high temperatures. *Materials & Design*, 2020, vol. 195, article number 109000. DOI: [10.1016/j.matdes.2020.109000](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.109000).
16. Zhang Zhe, Li Xiaofei, Yu Yaohua, Li Bingbing, Zhang Bo, Ma Yushan, Chen Xu. Effects of temperature and strain amplitude on low-cycle fatigue behavior of 12Cr13 martensitic stainless steel. *Journal of Materials Research and Technology*, 2024, vol. 29, pp. 1414–1427. DOI: [10.1016/j.jmrt.2024.01.162](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.01.162).
17. Mao Jianfeng, Zhu Jian, Li Xiangyang, Wang Dasheng, Zhong Fengping, Chen Jichang. Effect of strain amplitude and temperature on creep-fatigue behaviors of 9–12% Cr steel. *Journal of Mechanical Science and*

## REFERENCES

- Technology*, 2022, vol. 36, no. 5, pp. 2265–2276. DOI: [10.1007/s12206-022-0409-y](https://doi.org/10.1007/s12206-022-0409-y).
18. Chen Furen, Zhang Wei, Zhang Kaihao, Yang Qiaofa, Wang Xiaoxiao, Zhou Changyu. Low cycle fatigue and creep-fatigue interaction behavior of 2.25CrMoV steel at high temperature. *Journal of Materials Research and Technology*, 2024, vol. 28, pp. 3155–3165. DOI: [10.1016/j.jmrt.2023.12.233](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.12.233).
  19. Shi Shouwen, Cui Jianpeng, Li Haiyan, Chen Gang, Lin Qiang, Chen Xu. Cyclic stress response and microcrack initiation mechanism of modified 9Cr1Mo steel under low cycle fatigue at room temperature and 350 °C. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 2023, vol. 46, no. 7, pp. 2525–2538. DOI: [10.1111/ffe.14015](https://doi.org/10.1111/ffe.14015).
  20. Zhang Xiaodong, Wang Tianjian, Gong Xiufang, Li Qingsong, Liu Yongjie, Wang Quanyi, Zhang Hong, Wang Qingyuan. Low cycle fatigue properties, damage mechanism, life prediction and microstructure of MarBN steel: Influence of temperature. *International Journal of Fatigue*, 2021, vol. 144, article number 106070. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2020.106070](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2020.106070).
  21. Mishnev R., Dudova N., Kaibyshev R. Low cycle fatigue behavior of a 10Cr–2W–Mo–3Co–NbV steel. *International Journal of Fatigue*, 2016, vol. 83-2, pp. 344–355. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2015.11.008](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2015.11.008).
  22. Golański G., Mroziński S. Low cycle fatigue and cyclic softening behaviour of martensitic cast steel. *Engineering Failure Analysis*, 2013, vol. 35, pp. 692–702. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2013.06.019](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2013.06.019).
  23. Zhang Zhen, Hu Zheng-fei, Fan Li-kun, Wang Bin. Low cycle fatigue behavior and cyclic softening of P92 ferritic-martensitic steel. *Journal of Iron and Steel Research International*, 2015, vol. 22, pp. 534–542. DOI: [10.1016/S1006-706X\(15\)30037-6](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(15)30037-6).
  24. Langford G., Cohen M. Strain hardening of iron by severe plastic deformation. *American Society for Metals Transactions*, 1969, vol. 62, pp. 623–638.

## Low-cycle fatigue of 10 % Cr steel with high boron content at room temperature

© 2024

Ivan S. Brazhnikov\*<sup>1</sup>, engineer

of the Joint Research Center of Belgorod State National Research University “Technology and Materials”

Alexandra E. Fedoseeva<sup>2</sup>, PhD (Engineering),

senior researcher of the Laboratory of Mechanical Properties of Nanostructured Materials and Superalloys

Belgorod State National Research University, Belgorod (Russia)

\*E-mail: 1216318@bsu.edu.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0009-0008-8069-7376><sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4031-463X>

Received 22.06.2023

Accepted 16.02.2024

**Abstract:** High-chromium martensitic steels are a promising material for the production of elements of boilers and steam pipelines, as well as blades and rotors of steam turbines for new coal-burning thermal generating units. The use of such materials will give an opportunity for the transition to ultra-supercritical steam parameters (temperature of 600–620 °C and pressure of 25–30 MPa), which will allow increasing the efficiency of generating units to 45 %. Modifications of the chemical composition of high-chromium steels have led to significant improvements of high-temperature properties such as 100,000 h creep strength and 1 % creep limit, while resistance to softening due to low-cycle fatigue remains understudied in this field. This work covers the study of low-cycle fatigue at room temperature with different amplitudes of deformation of martensitic high-chromium 10%Cr–3%Co–2%W–0.5%Mo–0.2%Cu–0.2%Re–0.003%N–0.01%B steel. The steel was pre-subjected to normalizing at 1050 °C followed by tempering at 770 °C. After heat treatment, the steel structure was a tempered martensitic lath structure stabilised by the particles of secondary phases of M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> carbides, NbX carbonitrides, and M<sub>6</sub>C carbides. The average width of martensite laths was 380 nm, and the dislocation density was 1.4×10<sup>14</sup> m<sup>-2</sup>. At low-cycle fatigue, with an increase in the strain amplitude from 0.2 to 1 %, the number of cycles before failure significantly decreases, and the value of plastic deformation in the middle of the number of loading cycles significantly increases. Maximum softening (18 %) is observed at a strain amplitude of 1 % in the middle of the number of loading cycles. In general, the steel structure after low-cycle fatigue tests does not undergo significant changes: the width of the laths increases by 18 % at a strain amplitude of more than 0.3 %, while the dislocation density remains at a rather high level (about 10<sup>14</sup> m<sup>-2</sup>) at all strain amplitudes.

**Keywords:** martensitic heat-resistant steel; low-cycle fatigue; strain amplitude; fatigue softening; fatigue failure.

**Acknowledgements:** The work was financially supported by the Russian Science Foundation (Agreement No. 19-73-10089-II). Link to information about the project: <https://rscf.ru/project/22-73-41001/>.

The authors express their gratitude to the Joint Research Center of Belgorod State National Research University “Technology and Materials” for the equipment provided for carrying out structural studies.

The paper was written on the reports of the participants of the XI International School of Physical Materials Science (SPM-2023), Togliatti, September 11–15, 2023.

**For citation:** Brazhnikov I.S., Fedoseeva A.E. Low-cycle fatigue of 10 % Cr steel with high boron content at room temperature. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 2, pp. 33–42. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-3.