

На правах рукописи



Лаев Константин Анатольевич

Влияние легирования и термической обработки на структуру и свойства  
коррозионностойких высокохромистых сталей мартенситного и супер  
мартенситного классов для изготовления труб нефтегазового сортамента

Специальность 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка  
металлов

### **АВТОРЕФЕРАТ**

Диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук

Челябинск – 2016

**Работа выполнена в** Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Южно-Уральский государственный университет» (национальный исследовательский университет) (ФГБОУ ВПО «ЮУрГУ» (НИУ)) и в открытом акционерном обществе «Российский научно-исследовательский институт трубной промышленности» (ОАО «РосНИТИ»)

**Научный** ПЫШМИНЦЕВ ИГОРЬ ЮРЬЕВИЧ,

**руководитель:** доктор технических наук, профессор

**Официальные** ГЕРВАСЬЕВ МИХАИЛ АНТОНОВИЧ, доктор технических наук, профессор, ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина» (ФГАОУ ВПО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н.Ельцина»), заведующий кафедрой металловедения;

ЯКОВЛЕВА ИРИНА ЛЕОНИДОВНА, доктор технических наук, старший научный сотрудник, ФГБУН Институт физики металлов Уральского отделения РАН, главный научный сотрудник лаборатории физического металловедения.

**Ведущая** Федеральное государственное автономное образовательное организация: учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва

Защита состоится « 26 » июня 2016 г., в 14<sup>00</sup> часов, в ауд. 1001 (гл. корпус) на заседании диссертационного совета Д212.298.01, ФГБОУ ВПО «ЮУрГУ» (НИУ), по адресу: 454080, г. Челябинск, пр. им. В.И. Ленина, 76.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГБОУ ВПО «ЮУрГУ» (НИУ),

<http://www.susu.ru/ru/dissertation/d-21229801/laev-konstantin-anatolevich>.

Автореферат разослан «    » 2016 г.

Ученый секретарь диссертационного совета Д212.298.01, канд. техн. наук



Н.А. Шабурова

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность работы.** В последнее десятилетие в мире наблюдается устойчивый рост потребления труб для добычи нефти и газа из высокохромистых коррозионностойких сталей мартенситного класса типа «13Cr» и «супер-хром». Несмотря на то, что стоимость данного вида продукции значительно выше (не менее чем в 3...4 раза), чем труб из углеродистых, низколегированных и легированных сталей, уникальные свойства материала делают их незаменимыми при определённых условиях эксплуатации. В первую очередь это относится к месторождениям, работающим в прибрежной зоне и в открытом море, где возможно одновременное воздействие морской воды и углекислого газа. Применение в этих условиях труб из углеродистых и низколегированных марок сталей не является экономически выгодным по сравнению с нержавеющейми сталями из-за высоких эксплуатационных расходов, связанных с необходимостью коррозионной защиты, частых проверок и ранней замены разрушенных коррозией трубопроводов.

Несмотря на наличие большого объема данных о структуре и фазовом составе сталей мартенситного класса на базе 13% Cr, в литературе не достаточно обобщенных данных, позволяющих выбрать системы легирования и соответствующие режимы термической обработки для достижения заданного уровня прочности в комплексе с необходимым сопротивлением хрупкому разрушению при отрицательных температурах. Решение этих задач позволит освоить производство обсадных и насосно-компрессорных труб для различных условий эксплуатации.

Данное направление включено в «Программу научно-технического сотрудничества ПАО «Трубная металлургическая компания» и ПАО «Газпром» на 2015 – 2020 гг.

**Цель работы:**

- изучение влияния легирования и термической обработки на формирование структуры, фазовый состав, механические и коррозионные свойства высокохромистых сталей мартенситного класса;
- определение влияния режимов высокотемпературной термомеханической обработки на комплекс механических свойств высокохромистых сталей мартенситного класса в зависимости от химического состава;
- разработка составов и режимов термической обработки экономнолегированных сталей на основе 13Cr для производства обсадных труб и насосно-компрессорных труб в зависимости от условий эксплуатации.

**Научная новизна работы.** Установлены закономерности влияния легирования и термической обработки на структуру, фазовый состав, механические и коррозионные свойства высокохромистых сталей мартенситного и супер мартенситного классов («супер-хром»). Показано, что дополнительное легирование сталей типа «супер-хром» сильными карбидообразующими элементами в количестве до 0,05 % способствует значительному повышению прочностных свойств за счет вторичного твердения без отрицательного влияния на вязкопластические и коррозионные свойства.

Установлено влияние температур закалки из межкритического интервала температур (МКИ) и последующего отпуска на комплекс вязкопластических свойств сталей на основе 13 % хрома. Показано, что для значительного повышения ударной вязкости при термообработке сталей этого типа между обычной закалкой и отпуском следует проводить закалку из МКИ.

Установлено, что влияние высокотемпературной термомеханической обработки (ВТМО) на ударную вязкость сталей мартенситного и супер мартенситного классов в закаленном и высокоотпущенном состоянии зависит от их склонности к интеркристаллитному разрушению. Если сталь в

закаленном и высокоотпущенном состоянии претерпевает хотя бы частичное интеркристаллитное разрушение, то ВТМО, затрудняя его развитие, повышает ударную вязкость (20Х13). Когда разрушение происходит полностью транскристаллитным путем, благоприятное влияние ВТМО на ударную вязкость не реализуется (02Х13Н4М). Также установлено, что ВТМО ослабляет развитие обратимой отпускной хрупкости высокохромистых сталей мартенситного класса.

**Достоверность результатов**, основных положений и выводов доказана большим объемом экспериментальных исследований, выполненных в обосновании основных теоретических положений, представленных в диссертации, с применением современных методик исследований микроструктуры и механических свойств сталей, положительным результатом промышленного опробования разработанных составов сталей и режимов термической обработки.

**Практическая значимость работы**. На основе полученных в ходе исследования результатов впервые в РФ организовано производство в промышленном масштабе обсадных и насосно-компрессорных труб из сталей типа 13Cr групп прочности от L80 до P110 (с минимальным пределом текучести 552 и 758 МПа соответственно) как в обычном, так и в хладостойком исполнении.

Рекомендованы состав стали марки 15Х13Н2 и технология её термической обработки, что позволило выполнить заказ ПАО «Газпром» на изготовление опытно-промышленной партии насосно-компрессорных труб размером 114,30×6,88 мм группы прочности L80 тип 13Cr в хладостойком исполнении для эксплуатации в макроклиматических районах с умеренным и/или холодным климатом по ГОСТ 16350 при температуре окружающей среды до минус 60 °С. Разработаны технические условия ТУ 14-3Р-114-2011 «Трубы обсадные бесшовные и муфты к ним из сталей мартенситного класса типа 13Cr и типа супер 13Cr с газогерметичными резьбовыми соединениями «ТМК UP FMC» и «ТМК UP GF» для месторождений ПАО «Газпром» и ТУ

14-ЗР-121-2011 «Трубы насосно-компрессорные бесшовные и муфты к ним из сталей мартенситного класса типа 13Cr и типа супер 13Cr с газогерметичными резьбовыми соединениями «ТМК UP FMT» и «ТМК UP RF» для месторождений ПАО «Газпром».

**Личный вклад** автора заключается в:

- выдвижении основных идей, их научном обосновании;
- личном участии в получении основных экспериментальных данных по работе;
- непосредственном участии в анализе и интерпретации полученных результатов;
- личном участии в промышленном освоении результатов;
- инициировании и написании научных трудов по теме диссертации, выдвижении идей для выступлений с докладами на научно-технических конференциях и семинарах.

**На защиту выносятся основные положения и результаты:**

- влияние легирования и режимов термической обработки на микроструктуру, механические и коррозионные свойства исследуемых высокохромистых сталей мартенситного класса;
- влияние высокотемпературной термомеханической обработки на механические свойства сталей 20X13, 15X13H2 и 02X13H4M;
- промышленное освоение производства обсадных и насосно-компрессорных труб из сталей на основе 13Cr.

**Апробация работы:**

Основные результаты диссертационной работы были представлены и обсуждались на Международной научно-технической Уральской школе-семинаре металловедов – молодых ученых (г. Екатеринбург, 2007, 2014), XIX Международной конференции «Физика прочности и пластичности Материалов» (г. Самара, 2015), XIX Международной научно-технической конференции «ТРУБЫ» (г. Челябинск, 2011).

### **Публикации:**

Основное содержание работы опубликовано в 10 статьях, из них 5 статей в журналах из перечня ВАК.

### **Структура и объем диссертации:**

Диссертация состоит из введения, пяти глав, шести общих выводов по работе, списка использованных источников. Работа изложена на 142 страницах машинописного текста, содержит 60 рисунков, 22 таблицы, список использованных источников из 121 наименования отечественных и зарубежных авторов, одно приложение.

## **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

Во **введении** обоснована актуальность работы, сформулированы цель и задачи исследования, отмечена научная новизна полученных результатов и практическая ценность работы.

В **первой главе** представлен аналитический обзор литературы по исследуемому вопросу. Показана область применения сталей мартенситного и супер мартенситного классов на основе 13% хрома. Рассмотрены основные механизмы упрочнения высокохромистых сталей. Показаны особенности карбидообразования в сталях данного класса. Рассмотрены фазы, образующиеся в сталях супер мартенситного класса. Проведен анализ данных о режимах термической обработки, применяемых для высокохромистых сталей мартенситного класса. Проведен обзор работ по влиянию высокотемпературной термомеханической обработки на прочностные и вязкопластические свойства конструкционных сталей.

Во **второй главе** описаны материалы и методы исследования.

Исследования выполнены на сталях промышленной и лабораторной выплавки, химические составы которых приведены в таблицах 1 и 2 соответственно. Критические точки определяли дилатометрическим методом и с помощью термического анализатора NETZSCH STA 409 PC Luxx®.

Теоретический расчет равновесного фазового состава сталей произведен с помощью пакета программ «Thermo-Calc».

Таблица 1 – Химический состав сталей промышленной выплавки

| марка стали             | массовая доля элементов, % |           |           |          |          |           |           |           |           |          |           |          |
|-------------------------|----------------------------|-----------|-----------|----------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|----------|-----------|----------|
|                         | <b>C</b>                   | <b>Mn</b> | <b>Si</b> | <b>S</b> | <b>P</b> | <b>Cr</b> | <b>Ni</b> | <b>Mo</b> | <b>Ti</b> | <b>V</b> | <b>Nb</b> | <b>N</b> |
| <b>20X13, пл. 1</b>     | 0,21                       | 0,62      | 0,64      | 0,001    | 0,008    | 12,80     | 0,18      | 0,01      | 0,005     | 0,020    | -         | 0,020    |
| <b>20X13, пл. 2</b>     | 0,21                       | 0,57      | 0,70      | 0,004    | 0,020    | 13,30     | 0,17      | 0,01      | 0,005     | 0,030    | -         | 0,020    |
| <b>20X13, пл. 3</b>     | 0,20                       | 0,55      | 0,68      | 0,004    | 0,016    | 12,60     | 0,10      | 0,02      | 0,005     | 0,030    | -         | 0,020    |
| <b>15X13H2, пл. 2</b>   | 0,16                       | 0,45      | 0,28      | 0,003    | 0,011    | 12,60     | 2,30      | 0,05      | 0,020     | 0,020    | 0,010     | 0,014    |
| <b>15X13H2, пл. 3</b>   | 0,14                       | 0,45      | 0,34      | 0,003    | 0,011    | 12,90     | 1,90      | 0,06      | 0,020     | 0,020    | 0,010     | 0,017    |
| <b>15X13H2, пл. 4</b>   | 0,14                       | 0,39      | 0,44      | 0,005    | 0,011    | 12,70     | 2,00      | 0,04      | 0,030     | 0,020    | -         | 0,019    |
| <b>10X13H2MФ, пл. 1</b> | 0,09                       | 0,46      | 0,35      | 0,008    | 0,006    | 12,85     | 2,56      | 0,91      | 0,007     | 0,070    | -         | 0,010    |
| <b>04X13H5M2Б пл. 2</b> | 0,03                       | 0,46      | 0,23      | 0,008    | 0,019    | 12,99     | 5,16      | 2,01      | 0,002     | -        | 0,040     | 0,015    |

Таблица 2 – Химический состав сталей лабораторной выплавки

| марка стали             | массовая доля элементов, % |           |           |          |          |           |           |           |           |          |           |          |
|-------------------------|----------------------------|-----------|-----------|----------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|----------|-----------|----------|
|                         | <b>C</b>                   | <b>Mn</b> | <b>Si</b> | <b>S</b> | <b>P</b> | <b>Cr</b> | <b>Ni</b> | <b>Mo</b> | <b>Ti</b> | <b>V</b> | <b>Nb</b> | <b>N</b> |
| <b>15X13H2 пл. 1</b>    | 0,150                      | 0,52      | 0,25      | 0,005    | 0,010    | 13,04     | 2,02      | -         | -         | -        | -         | 0,0120   |
| <b>02X13H4M, пл. 1</b>  | 0,011                      | 0,55      | 0,24      | 0,010    | 0,004    | 12,45     | 4,30      | 1,46      | -         | -        | -         | 0,0060   |
| <b>02X13H4M, пл. 2</b>  | 0,018                      | 0,57      | 0,30      | 0,008    | 0,006    | 12,44     | 4,07      | 1,42      | -         | -        | -         | 0,0095   |
| <b>02X13H5M2, пл. 1</b> | 0,017                      | 0,55      | 0,25      | 0,008    | 0,003    | 13,18     | 4,80      | 2,15      | 0,090     | -        | -         | 0,0060   |
| <b>02X13H5M2, пл. 2</b> | 0,026                      | 0,57      | 0,37      | 0,009    | 0,006    | 12,29     | 4,85      | 2,04      | 0,020     | -        | -         | 0,0095   |
| <b>02X13H5M2T</b>       | 0,015                      | 0,52      | 0,23      | 0,008    | 0,003    | 13,22     | 5,50      | 2,41      | 0,230     | -        | -         | 0,0080   |
| <b>05X13H3MФТ</b>       | 0,054                      | 0,55      | 0,20      | 0,008    | 0,003    | 13,17     | 2,70      | 0,60      | 0,240     | 0,120    | -         | 0,0070   |
| <b>06X13H2Ф</b>         | 0,059                      | 0,57      | 0,38      | 0,006    | 0,005    | 13,05     | 2,48      | -         | -         | 0,136    | -         | 0,0095   |
| <b>07X13H2MФ</b>        | 0,075                      | 0,58      | 0,29      | 0,007    | 0,006    | 12,69     | 2,76      | 0,55      | -         | 0,120    | -         | 0,0095   |
| <b>04X13H5M2Б пл. 1</b> | 0,042                      | 0,58      | 0,32      | 0,008    | 0,009    | 12,20     | 4,86      | 2,08      | -         | 0,040    | 0,045     | 0,0095   |
| <b>10X13H2MФ, пл. 2</b> | 0,090                      | 0,40      | 0,40      | 0,002    | 0,018    | 12,36     | 2,32      | 0,84      | 0,005     | 0,070    | -         | 0,0200   |

Горячую пластическую деформацию проводили на лабораторном прокатном стане, имеющим гладкую бочку диаметром 180 мм. Предварительно образцы нагревали на температуру 1000 °С и деформировали при 1000, 950 и 900 °С. Исследование горячей пластической деформации проводили на установке Gleeble-3800 в условиях осадки со скоростью 1 с<sup>-1</sup>. Образцы имели диаметр 10 мм и длину 30 мм.

Микроструктурные исследования проводили на оптическом микроскопе Axiovert 40 MAT и растровом электронном микроскопе JEOL JSM-6490. Металлографические шлифы изготавливали механической полировкой, после чего подвергали электрохимическому травлению в 10 % водном растворе щавелевой кислоты.

Исследования тонкой структуры проводили на просвечивающем электронном микроскопе ПЭМ-100. Образцы (тонкие пластины), вырезанные на станке с алмазным кругом и с водным охлаждением, утоняли электролитическим способом. Количество остаточного аустенита оценивали рентгеноструктурным методом на образцах размером 10×10×5 мм, подвергнутых многократной шлифовке и электролитической полировке. Съемку проводили в отфильтрованном K<sub>α</sub> излучении железного анода на аппарате ДРОН-4.

Механические испытания на статическое растяжение проводили при комнатной температуре на машине Instron 3382 со скоростью 1 мм/мин; использовали образцы с диаметром рабочей части 6 мм и расчетной длиной 30 мм согласно ГОСТ 1497.

Испытания на ударный изгиб проводили на маятниковом копре МК 30 на образцах сечением 10×10 и 10×7,5 мм с V-образным надрезом согласно ГОСТ 9454. Поверхность разрушения образцов при динамическом нагружении исследовали на растровом электронном микроскопе JEOL JSM-6490.

Склонность металла к равномерной коррозии определяли с помощью автоклавной установки Cortest, позволяющей проводить испытания при температуре среды до 300 °С и давлении в системе до 35 МПа.

В третьей главе установлено влияние легирования и режимов термической обработки на фазовый состав, механические и коррозионные свойства высокохромистых сталей мартенситного и супер мартенситного классов. Показано, что снижение температуры нагрева под закалку от 1000 °С до 960-930 °С с целью повышения уровня ударной вязкости для стали 20X13, термообработанной на группу прочности L80 13Cr (предел текучести от 552 до 655 МПа), приводит к некоторому понижению прочностных свойств, и чтобы уменьшить этот эффект необходимо снижать температуру отпуска от 710 до 670 °С (таблица 3). При этом благоприятное влияние снижения температуры аустенитизации на ударную вязкость стали 20X13 не велико и не дает возможность обеспечить требуемый уровень ударной вязкости не менее 50 Дж/см<sup>2</sup> при температуре минус 60 °С.

Таблица 3 – Механические свойства труб размером 88,9×7,34 мм из стали 20X13, пл. 2 после термической обработки по различным режимам в производственных условиях

| Т <sub>закалки</sub> ,<br>°С | Т <sub>отпуска</sub> ,<br>°С | σ <sub>0,5</sub> ,<br>МПа | σ <sub>в</sub> ,<br>МПа | δ, % | KCV <sub>0°С</sub> ,<br>Дж/см <sup>2</sup> | KCV <sub>-65°С</sub> ,<br>Дж/см <sup>2</sup> |
|------------------------------|------------------------------|---------------------------|-------------------------|------|--------------------------------------------|----------------------------------------------|
| 1000                         | 710                          | 600                       | 770                     | 25   | 60                                         | 27                                           |
| 960                          | 670                          | 660                       | 810                     | 24   | 64                                         | 33                                           |
| 930                          | 670                          | 650                       | 820                     | 25   | 68                                         | 44                                           |

Показано, что дополнительное легирование стали 20X13 никелем в количестве 2%, несмотря на некоторое снижение содержания углерода (от 0,20 до 0,15%) увеличивает как ее прочность, так и вязкость (рисунок 1).

Для дополнительного увеличения ударной вязкости стали 15X13H2 при сохранении эквивалентных прочностных характеристик следует проводить повторную закалку из межкритического интервала температур (рисунок 2).

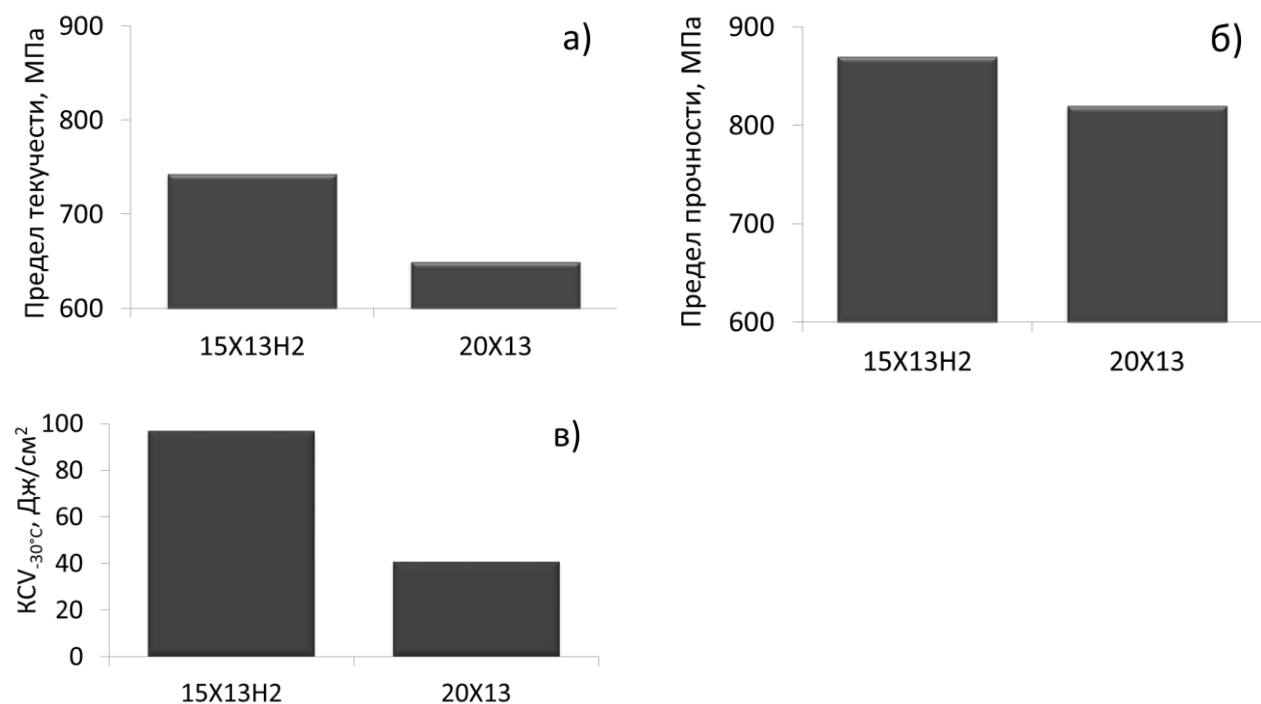


Рисунок 1 – Механические свойства сталей 15X13H2, пл. 1 (закалка от 1000 °С на воздухе и отпуск при 660 °С) и 20X13, пл. 1 (закалка от 930 °С на воздухе и отпуск при 670 °С): а - предел текучести; б - предел прочности; в - ударная вязкость при температуре -30 °С.

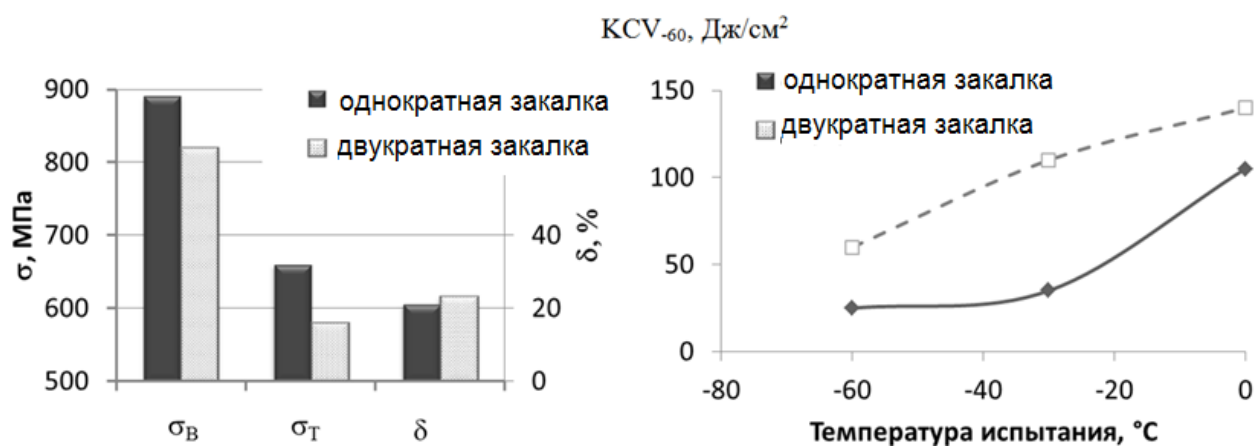


Рисунок 2 – Механические свойства стали 15X13H2, пл. 2 после термообработки по режимам с однократной и двукратной закалкой (2-я закалка из МКИ)

Показано, что для дальнейшего повышения комплекса механических свойств труб, следует использовать стали типа «супер-хром», обладающие одновременно высокой прочностью и высоким сопротивлением хрупкому разрушению при отрицательных температурах (таблица 4).

Таблица 4 – Механические свойства стали сталей типа «супер-хром» лабораторной выплавки после термической обработки по различным режимам

| Марка стали | T <sub>зак</sub> , °C | T <sub>нагрева</sub> , °C | T <sub>отпуска</sub> , °C | $\sigma_{0,6}$ , МПа | $\sigma_B$ , МПа | $\delta$ , % | $\psi$ , % | KCV <sub>-60°C</sub> , Дж/см <sup>2</sup> |
|-------------|-----------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------|------------------|--------------|------------|-------------------------------------------|
| 02X13H5M2   | 980                   | 650                       | 610                       | 610                  | 825              | 31           | 75         | 137                                       |
|             |                       | 700                       |                           | 760                  | 870              | 31           | 74         | 135                                       |
| 04X13H5M2Б  |                       | 650                       |                           | 780                  | 950              | 30           | 71         | 109                                       |
|             |                       | 700                       |                           | 850                  | 950              | 29           | 72         | 109                                       |
| 02X13H4M    | 1010                  | 650                       |                           | 630                  | 800              | 33           | 74         | 168                                       |
|             |                       | 690                       |                           | 670                  | 790              | 32           | 74         | 132                                       |
| 07X13H2MФ   |                       | 650                       |                           | 770                  | 870              | 29           | 73         | 66                                        |
|             |                       | 690                       |                           | 730                  | 850              | 30           | 73         | 150                                       |

Особенностью сталей данного класса является то, что у большинства из них после нагрева на температуры 650...700 °C наблюдается повышение прочностных свойств по сравнению с отпуском при более низких температурах (рисунок 3). Это, очевидно, является результатом нагрева в межкритический интервал температур ( $A_{C1}$  -  $A_{C3}$ ) и, как следствие, образованием неотпущенного мартенсита. Установлено, что наряду с неотпущенным мартенситом в микроструктуре сталей типа «супер-хром» наблюдаются довольно крупные карбиды  $Cr_{23}C_6$  (рисунок 4).

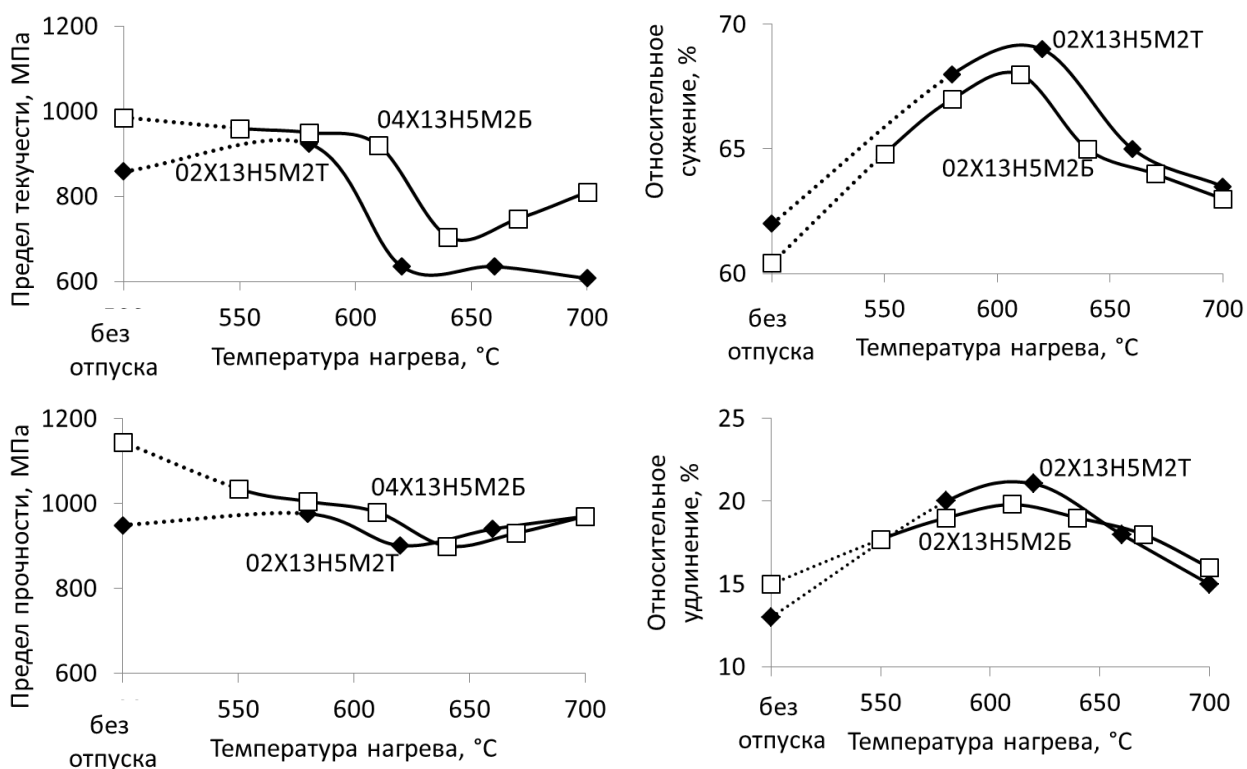


Рисунок 3 – Влияние температуры нагрева на механические свойства сталей 02X13H5M2T и 04X13H5M2Б, пл. 2. Исходное состояние – закалка от 1000 °С с охлаждением на воздухе

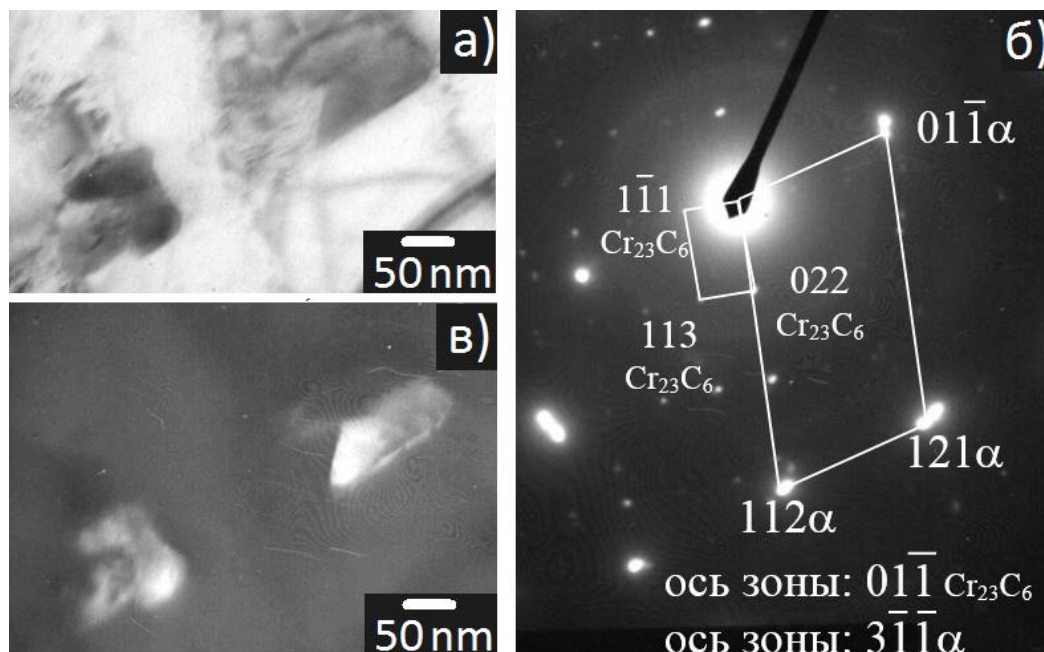


Рисунок 4 – Микроструктура стали марки 04X13H5M2Б, пл. 2 после закалки от 980 °С и нагрева на 700 °С с последующим охлаждением на воздухе: а- светлопольное изображение; б- электронограмма; в- темнопольное изображение в свете рефлекса  $022_{Cr_{23}C_6}$

При помощи пакета программ «Thermo-Calc», установлено влияние содержания никеля на фазовые равновесия в сталях типа «супер-хром», достоверность которого подтверждена микроструктурными исследованиями (рисунок 5).

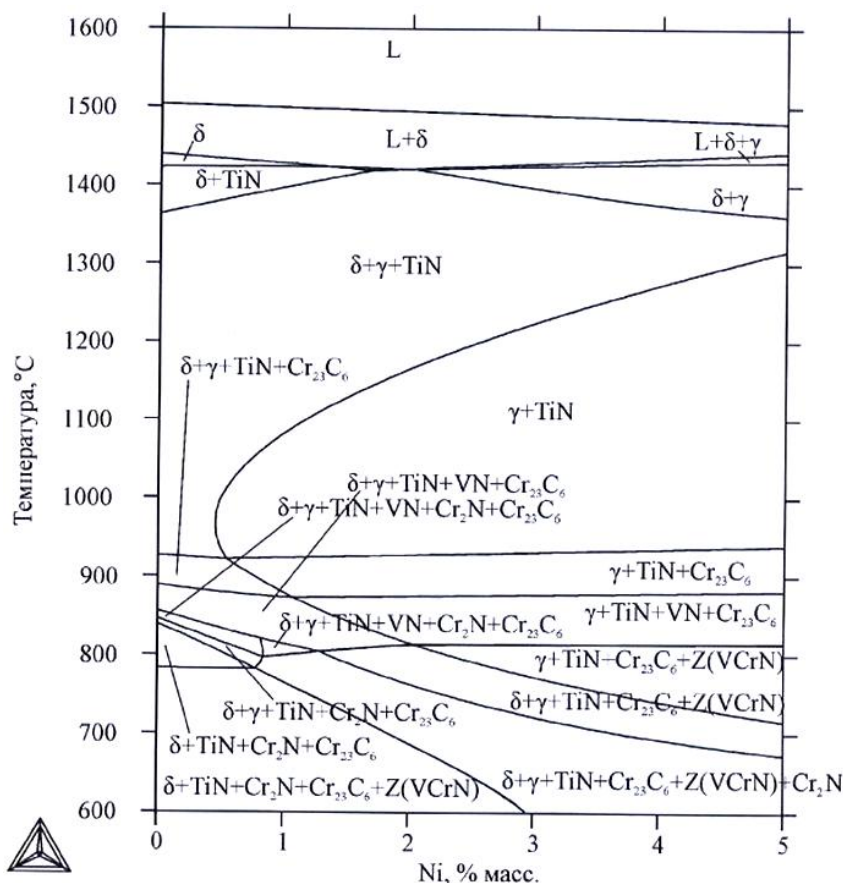


Рисунок 5 – Влияние содержания никеля на фазовые равновесия в стали с содержанием 0,09% C; 0,40% Mn; 0,40% Si; 0,84% Mo; 12,36% Cr; 0,07% V; 0,005% Ti; 0,02% N

Основываясь на анализе микроструктуры, механических свойств и влиянии содержания основных легирующих элементов на фазовые равновесия групп сталей типа «супер-хром» рекомендована и опробована в промышленных условиях марка стали 10X13H2MФ, которая за счет рационального химического состава обеспечивает достижение высокого комплекса механических свойств: предел текучести 870 МПа, предел прочности 950 МПа и ударную вязкость 51 Дж/см<sup>2</sup> при температуре испытания минус 60 °С.

Исследуемые стали обладают высокой стойкостью к равномерной коррозии в среде, содержащей диоксид углерода, и соответствуют требованиям СТО Газпром 2-4.1-228-2008: скорость коррозии не более 0,1 мм/год (рисунок 6). Испытания проводили в следующем растворе: 5% NaCl + 0,5% CH<sub>3</sub>COOH + CH<sub>3</sub>COONa + CO<sub>2</sub>; pH = 4,0; общее давление в системе: 5 МПа; парциальное давление CO<sub>2</sub>: 3 МПа; температура испытательной среды: 90°C.

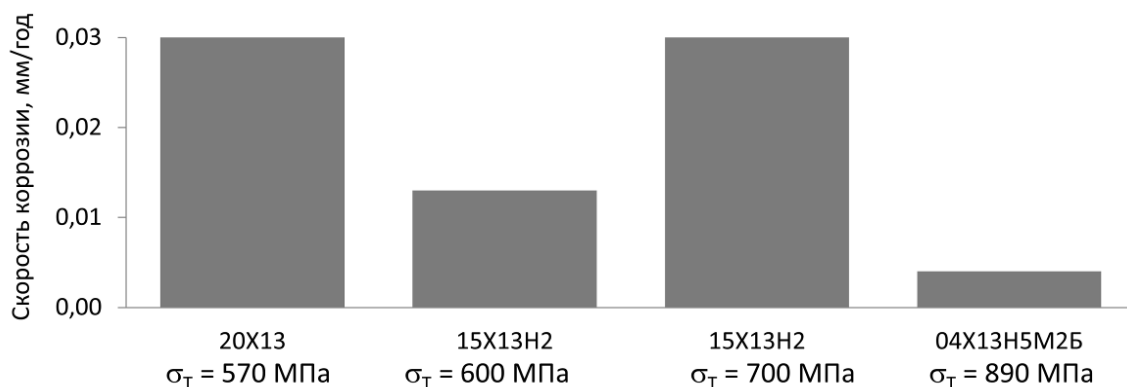


Рисунок 6 – Скорость коррозии сталей на основе 13% хрома в среде, содержащей углекислый газ

В **четвертой главе** выявлено влияние высокотемпературной термомеханической обработки (ВТМО) на микроструктуру и механические свойства сталей 20X13, 15X13H2 и 02X13H4M.

Установлено, что в случае деформации при температуре 1000 °C напряжение течения стали 20X13 резко возрастает при увеличении степени деформации до  $\varepsilon = 0,10$ , после чего увеличивается медленнее вплоть до достижения максимального значения при  $\varepsilon = 0,32$  (рисунок 7, а). При больших обжатиях ( $\varepsilon = 0,40 \dots 0,50$ ) наступает установившаяся стадия деформации, при которой уровень напряжений практически не изменяется. Показано, что при снижении температуры деформации до 900 °C сопротивление деформации стали 20X13 растет более интенсивно, чем для стали 02X13H4M (рисунок 7, б). При этом зависимость напряжения течения от степени деформации сохраняется, однако максимальные напряжения достигаются при несколько больших степенях обжатия. Такой вид кривых

упрочнения наблюдается в тех случаях, когда во время деформирования протекают процессы динамического возврата, а развитие динамической рекристаллизации исключено.

Показано, что характер кривых упрочнения стали марки 15X13H2 аналогичен при температурах деформации от 900 до 1000 °С. В отличие от стали марки 20X13, для стали марки 15X13H2 кривые упрочнения лежат несколько ниже и максимальное напряжение достигается при больших степенях обжатия.

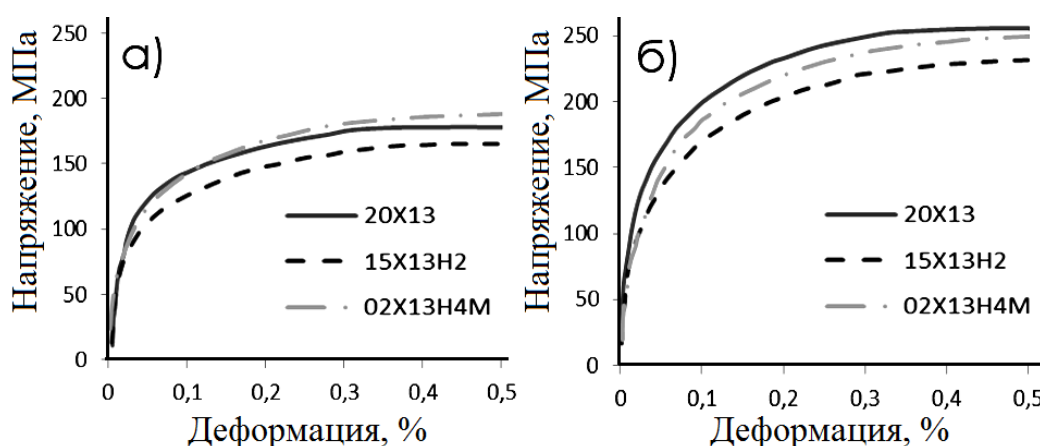


Рисунок 7 – Кривые упрочнения высокохромистых сталей мартенситного и супер мартенситного класса при осадке со скоростью  $1 \text{ с}^{-1}$  при температуре 1000 °С (а) и 900 °С (б)

Показано, что проведение горячей деформации, осуществленной при ВТМО, не изменяет характер мартенситной структуры стали 20X13, но толщина реек мартенсита уменьшается от 0,67 (для не деформированных образцов) до 0,37-0,45 мкм.

Характер изменения параметра решетки мартенсита и физического уширения интерференционных линий  $110_{\alpha}$  и  $211_{\alpha}$  свидетельствует об обеднении аустенита углеродом и выделении карбидной фазы при осуществлении ВТМО (таблица 5).

Таблица 5 – Результаты рентгеноструктурного анализа стали марки 20X13 после ВТМО

| Режим обработки    | Параметр решетки, Å | Физическое уширение линий, рад·10 <sup>-3</sup> |                  |
|--------------------|---------------------|-------------------------------------------------|------------------|
|                    |                     | 110 <sub>α</sub>                                | 211 <sub>α</sub> |
| Закалка от 1000 °С | 2,8691              | 6,1                                             | 13,2             |
| ВТМО при 950 °С    | 2,8688              | 10,0                                            | 24,4             |
| ВТМО при 900 °С    | 2,8678              | 9,5                                             | 23,4             |

Показано, что ВТМО сталей 20X13, 15X13H2 и 02X13H4M обеспечивает после высокого отпуска некоторое повышение прочности изученных сталей при незначительном снижении пластичности (таблицы 6, 7, 8). Эффект термомеханического упрочнения возрастает с понижением температуры прокатки.

Таблица 6 – Механические свойства стали марки 20X13, пл. 3. Окончательная обработка – отпуск при 700 °С (1 час)

| Режим обработки    | σ <sub>0,5</sub> , МПа | σ <sub>в</sub> , МПа | δ, % | ψ, % | KCV <sup>+21°C</sup> , Дж/см <sup>2</sup> |
|--------------------|------------------------|----------------------|------|------|-------------------------------------------|
| Закалка от 1000 °С | 583                    | 798                  | 23,7 | 64   | 87                                        |
| ВТМО при 1000 °С   | 630                    | 846                  | 19,0 | 58   | 98                                        |
| ВТМО при 950 °С    | 683                    | 865                  | 19,7 | 58   | 110                                       |
| ВТМО при 900 °С    | 660                    | 856                  | 20,6 | 61   | 131                                       |

Таблица 7 – Влияние ВТМО на механические свойства стали марки 15X13H2, пл.4. Окончательная обработка – отпуск при 690 °С (1 час)

| Режим обработки    | σ <sub>0,5</sub> , МПа | σ <sub>в</sub> , МПа | δ, % | ψ, % | KCV <sup>+21°C</sup> , Дж/см <sup>2</sup> | KCV <sup>-60°C</sup> , Дж/см <sup>2</sup> |
|--------------------|------------------------|----------------------|------|------|-------------------------------------------|-------------------------------------------|
| Закалка от 1000 °С | 674                    | 824                  | 17   | 68   | 179                                       | 47                                        |
| ВТМО при 1000 °С   | 709                    | 841                  | 17   | 66   | 161                                       | 87                                        |
| ВТМО при 950 °С    | 713                    | 844                  | 16   | 65   | 160                                       | 80                                        |
| ВТМО при 900 °С    | 731                    | 848                  | 16   | 66   | 167                                       | 76                                        |

Таблица 8 – Влияние ВТМО на механические свойства стали марки 02X13H2M, пл.2. Окончательная обработка – отпуск при 650 °С (1 час).

| Режим обработки    | σ <sub>0,5</sub> , МПа | σ <sub>в</sub> , МПа | δ, % | ψ, % | KCV <sup>+21°C</sup> , Дж/см <sup>2</sup> | KCV <sup>-60°C</sup> , Дж/см <sup>2</sup> |
|--------------------|------------------------|----------------------|------|------|-------------------------------------------|-------------------------------------------|
| Закалка от 1000 °С | 775                    | 863                  | 17   | 75   | 194                                       | 148                                       |
| ВТМО при 1000 °С   | 828                    | 902                  | 15   | 71   | 186                                       | 142                                       |
| ВТМО при 950 °С    | 830                    | 907                  | 17   | 74   | 180                                       | 138                                       |
| ВТМО при 900 °С    | 858                    | 929                  | 15   | 76   | 162                                       | 145                                       |

Установлено, что влияние ВТМО на ударную вязкость различно и зависит от особенностей разрушения высокоотпущенных сталей при динамическом нагружении. Если сталь претерпевает хотя бы частичное интеркристаллитное разрушение, то ВТМО повышает ударную вязкость стали, затрудняя его развитие, (20X13 при температуре испытания +20 °С, 15X13Н2 при температуре испытания минус 60 °С). Когда разрушение происходит полностью транскристаллитным путем, благоприятное влияние ВТМО на ударную вязкость не реализуется (02X13Н4М, 15X13Н2 при температуре испытания +20°С).

Показано, что, заменяя интеркристаллитное разрушение транскристаллитным, ВТМО эффективно затрудняет развитие обратной отпускной хрупкости (рисунок 8, 9).

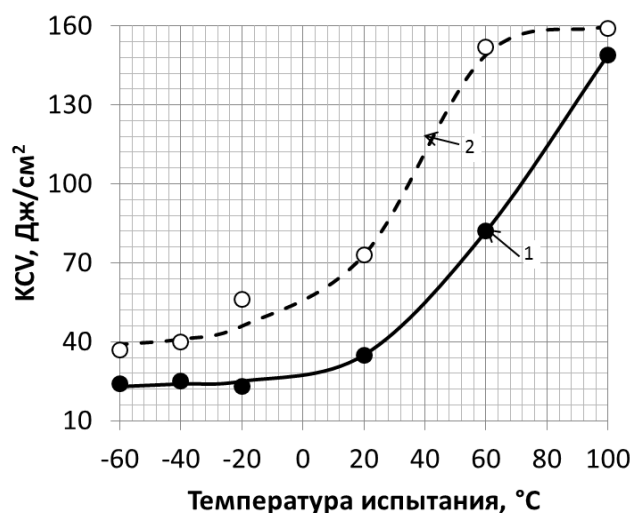


Рисунок 8 – Сериальные кривые ударной вязкости стали 20X13 после отпуска при 700 °С, 1 ч + 520 °С, 10 ч: 1 – без деформации; 2 – ВТМО с деформацией при 900 °С

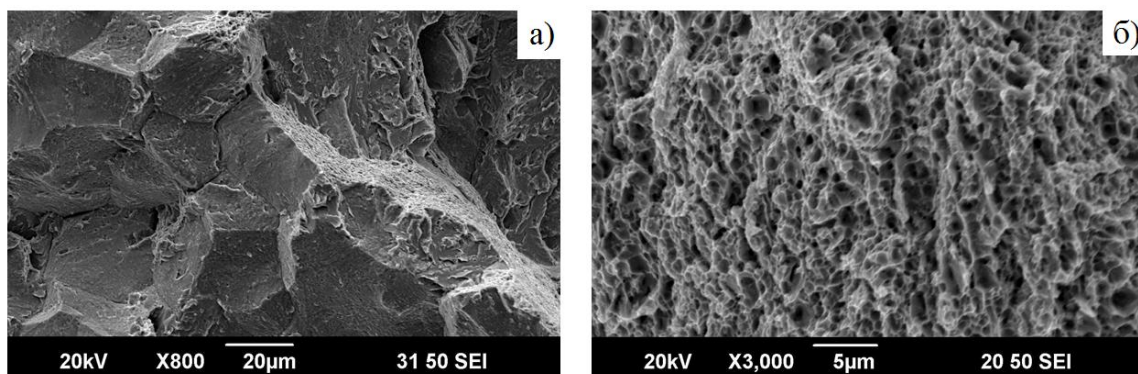


Рисунок 9 – Характерный вид изломов стали марки 20X13 после отпуска 700 °С, 1 ч + 520 °С, 10 ч при температуре испытаний +20 °С: а – без деформации; б – ВТМО с деформацией при 900 °С

В пятой главе по результатам проведенных исследований рекомендован состав стали марки 15X13H2 и технология её термической обработки, что позволило выполнить заказ ПАО «Газпром» на изготовление опытно-промышленной партии НКТ размером 114,30×6,88 мм группы прочности L80 тип 13Cr в хладостойком исполнении для эксплуатации в макроклиматических районах с умеренным и/или холодным климатом по ГОСТ 16350 при температуре окружающей среды до минус 60 °С.

### **Общие выводы и результаты работы:**

1. Показано, что сталь марки типа 20X13, применяемая для производства обсадных и насосно-компрессорных труб с минимальным пределом текучести 552 МПа, предназначенных для эксплуатации на газовых, газоконденсатных и нефтяных месторождениях, содержащих в добываемой продукции диоксид углерода, имеет ряд ограничений. Фактором, ограничивающим ее применение в холодных макроклиматических районах, является склонность к хрупкому разрушению. Снижение содержания углерода до 0,15 % и дополнительное легирование стали никелем в количестве 2 % позволяет одновременно увеличить предел текучести от 650 до 740 МПа, предел прочности от 820 до 870 МПа и ударную вязкость от 44 до 97 Дж/см<sup>2</sup> при температуре испытания минус 30 °С. Дополнительное увеличение хладостойкости можно обеспечить применением закалки из МКИ при сохранении эквивалентных прочностных характеристик.

2. Проведен анализ микроструктуры и свойств группы сталей типа «супер-хром», обладающих повышенными прочностными свойствами и высокой ударной вязкостью при отрицательных температурах. На основе полученных данных разработана и опробована в промышленных условиях марка стали 10X13H2МФ, которая за счет рационального химического состава обеспечивает достижение высокого комплекса механических свойств: предел текучести 870 МПа, предел прочности 950 МПа и ударную вязкость 51 Дж/см<sup>2</sup> при температуре испытания минус 60 °С.

3. ВТМО, заключающаяся в совмещении пластической деформации со степенью 30 % при температурах от 900 до 1000 °С с последующей закалкой на мартенсит, обеспечивает увеличение прочностных характеристик сталей 20Х13, 15Х13Н2 и 02Х13Н4М в высокоотпущенном состоянии. Уровень прочности сталей 15Х13Н2 и 02Х13Н4М, достигаемый при ВТМО, тем больше, чем ниже температура прокатки. Для стали 20Х13 при снижении температуры прокатки до 900 °С эффект упрочнения несколько снижается, что обусловлено заметной интенсификацией выделения карбидной фазы при осуществлении ВТМО.

4. Влияние ВТМО на ударную вязкость зависит от особенностей разрушения высокоотпущенных сталей при динамическом нагружении. Если при комнатной и отрицательных температурах нагружения сталь претерпевает хотя бы частичное интеркристаллитное разрушение, то ВТМО, затрудняя его развитие, повышает ударную вязкость (20Х13 и 15Х13Н2). Когда разрушение происходит полностью транскристаллитным путем, то благоприятное влияние ВТМО на ударную вязкость не реализуется, (02Х13Н4М).

5. Установлено, что ВТМО эффективно ослабляет развитие обратной отпускной хрупкости стали 20Х13. Этот эффект сопровождается заменой интеркристаллитного разрушения транскристаллитным.

6. Рекомендованы и опробованы химические составы и технология термической обработки обсадных и насосно-компрессорных труб групп прочности от L80 до P110 (предел текучести от 552 до 965 МПа) из сталей на основе 13Сг как в обычном, так и в хладостойком исполнении для применения на месторождениях ПАО «Газпром». Это позволило компании ТМК организовать производство насосно-компрессорных труб в условиях ПАО «СинТЗ», не прибегая к услугам сторонних поставщиков трубной заготовки. Продукция из стали марок 20Х13, 15Х13Н2, 10Х13Н2МФ и 04Х13Н5М2Б полностью соответствует установленным требованиям, в том числе обладает высокой стойкостью к равномерной и питтинговой коррозии

в среде, содержащей диоксид углерода (скорость коррозии не более 0,1 мм/год) и может быть использована для выполнения заказов как российских, так и зарубежных потребителей.

**Основное содержание диссертации изложено в следующих работах.**

**Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных ВАК:**

1. Смирнов, М.А. Влияние высокотемпературной термомеханической обработки на свойства высокохромистой стали / М.А. Смирнов, И.Ю. Пышминцев, К.А. Лаев, А.М. Ахмедьянов // Вестник ЮУрГУ, Серия «Металлургия». – 2012. – № 39. – С 85-88.
2. Bityukov, S.M. Martensitic steel with 13% Cr for corrosion-resistant oil pipe / S.M. Bityukov, K.A. Laev, M.N. Lefler, S.Y. Zhukova, E.V. Kocheshkova // Steel in Translation.- 2011.- Т. 41., № 2.- С. 171-174.
3. Смирнов, М.А. Свойства высокохромистых коррозионностойких сталей, подвергнутых высокотемпературной термомеханической обработке / М.А. Смирнов, И.Ю. Пышминцев, К.А. Лаев, Е.В. Храмков, Д.М. Алютин // Вестник МГТУ. – 2015.– № 3, сентябрь. – С. 78-82.
4. Пышминцев, И.Ю. Исследование сталей класса «супер-хром», предназначенных для изготовления коррозионностойких высокопрочных труб нефтяного сортамента/ И.Ю. Пышминцев, С.М. Битюков, К.А. Лаев, А.Н. Борякова, Д.А. Мананников // Черная металлургия.– 2010.– № 2 (1322).– С. 51-56.
5. Битюков, С.М. Повышение характеристик хладостойкости трубных сталей с 13 % Cr группы прочности 80 ksi / С.М. Битюков, К.А. Лаев, О.В. Мушина, М.Н. Лефлер, С.Ю. Жукова, Е.В. Кочешкова // Черная металлургия.– 2010.– № 12 (1332).– С. 58-62.

**Другие публикации:**

1. Храмков, Е.В. Освоение технологии производства труб из стали 20Х13 / Е.В. Храмков, К.А. Лаев // Сборник тезисов VI конференции молодых специалистов «Перспективы развития металлургических технологий», Москва. – 2015. – С. 59-60.

2. Смирнов, М.А. Высокотемпературная термомеханическая обработка высокохромистых сталей, применяемых в нефтегазовой промышленности / М.А. Смирнов, И.Ю. Пышминцев, К.А. Лаев, Е.В. Храмков, А.М. Ахмедьянов // Сборник тезисов XIX Международной конференции «Физика прочности и пластичности материалов», Самара, 2015 – С 168.

3. Лаев, К.А. Влияние режимов термической обработки на механические свойства труб из коррозионностойкой стали с 13 % Хрома / К.А. Лаев, А.Н. Борякова, М.А. Рыжков, О.В. Мушина // Труды VIII Международной научно-технической Уральской школы-семинара металловедов – молодых ученых. – Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2007. – С 49-52.

4. Лаев, К.А. Влияние высокотемпературной термомеханической обработки на обратимую отпускную хрупкость высокохромистой стали / К.А. Лаев // Труды XV Международной научно-технической Уральской школы-семинара металловедов – молодых ученых. – Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2014. – С. 299-301.

5. Овчинников, Д.В. Освоение производства насосно-компрессорных труб группы прочности L80 тип 13Cr по стандарту API Spec 5CT с высокогерметичным резьбовым соединением «ТМК FMT» / Д.В. Овчинников, Н.Т. Тихонцева, М.Н. Лефлер, А.В. Заславский, Ю.В. Кресс, С.Ю. Жукова, Е.О. Ковалькова, Д.В. Бычков, С.М. Битюков, К.А. Лаев, И.В. Костицына // Труды XIX международной научно-технической конференции «Трубы-2011», 2011. – С. 227-231.