
МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
образования

«Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

Направках рукописи



Фролов Максим Алексеевич

**«АНАЛИЗ МЕХАНИЗМА РАЗРУШЕНИЯ СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ
ИЗ ЖАРОПРОЧНОГО СПЛАВА HP40NbTi НА ОСНОВЕ
ИССЛЕДОВАНИЯ ОСОБЕННОСТЕЙ ФОРМИРОВАНИЯ ЕГО
МИКРОСТРУКТУРЫ»**

2.6.1. «Металловедение и термическая обработка металлов и
сплавов»

22.06.01 «Технологии материалов»

Академическая степень **Исследователь. Преподаватель-исследователь**

НАУЧНЫЙ ДОКЛАД

Научный руководитель: Профессор, д.т.н., Кондратьев Сергей Юрьевич

Санкт-Петербург, 2022

Научно-квалификационная работа выполнена в Высшей Школе «Физики и технологий материалов» Института «Машиностроения, материалов и транспорта» федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

Научный руководитель: *- д.т.н., профессор, Кондратьев С.Ю.*

Рецензент: *- Заместитель заведующего
Лабораторией ресурса материалов Института
передовых производственных технологий,
ФГАОУ ВО СПбПУ, к.т.н. Шевцов О.В.*

С научным докладом можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого» и на сайте Электронной библиотеки СПбПУ по адресу: <http://elib.spbstu.ru>

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Установки для высокотемпературного крекинга углеводородного сырья являются основными производственными агрегатами в нефтеперерабатывающей промышленности. Преобладающая реакция пиролиза нефтепродуктов осуществляется в радиантной секции, состоящей из змеевиковых систем, свариваемых труб и соединительных фитингов, изготовленных из центробежного и статического литья соответственно.

На сегодняшний день жаропрочные аустенитные сплавы на основе системы Fe-Cr-Ni, являются основными материалами в нефтехимической и нефтеперерабатывающей промышленности для изготовления элементов змеевиковых систем пиролизных установок. Ввиду предельных значений скоростей, давления, температур перемещаемых горючих продуктов, сплавы работают в чрезвычайно сложных условиях одновременного воздействия температур, с локальным перегревом до 1200 °С, внешних нагрузок и агрессивной коррозионной среды. Срок службы оборудования, изготовленного из этих сплавов, как правило, рассчитан на 100 000 ч. с учётом морального износа или снижения эффективности оборудования. Несмотря на это, фактический срок службы варьируется от 30 000 до 60 000 ч.

Преждевременный выход из строя элементов оборудования нефтехимической и нефтеперерабатывающей промышленности в течение длительной высокотемпературной эксплуатации вызван деградацией структуры сплавов, в результате трансформации карбидов хрома и ниобия, и последующим образованием интерметаллидной G-фазы, неблагоприятно влияющей на длительные механические свойства. Следствием этого является снижение механических свойств, накопление повреждений и разрушение оборудования.

Предполагается, что наиболее слабыми участками являются сварные соединения, причиной этого могут быть ускоренные, по сравнению с основным металлом, структурные и фазовые превращения в сварном шве,

которые возникают вследствие большей структурной неоднородности и химического состава, формирующихся при сварке из-за температурного градиента, высоких скоростей охлаждения и напряжений. В свою очередь, несмотря на ряд исследований структуры, фазового состава и их превращений, механических свойств сварных соединений змеевиковых систем печей пиролиза из сплавов серии НР после эксплуатации, систематизированных данных и обоснованных заключений о причинах, характере и механизме преждевременного разрушения до настоящего времени нет.

В связи с этим, для более точного прогнозирования ресурса оборудования требуется детальный анализ механизма и характера разрушения сварных соединений центробежнолитых труб змеевиковых системы из сплавов серии НР при изготовлении и эксплуатации.

Цель и задачи исследования

Целью настоящей работы являются экспериментальные исследования влияния структуры сварного соединения из жаропрочного сплава НР40NbTi на его эксплуатационные свойства и анализ характера разрушения.

Для достижения поставленной цели решали следующие задачи:

1. Исследование структуры и фазового состава сварного соединения центробежнолитых труб из сплава НР40NbTi;
2. Анализ превращений в сплаве НР40NbTi в процессе сварки соединений;
3. Определение кратковременных и длительных механических свойств сварных соединений из сплава НР40NbTi;
4. Исследование структурного и фазового состава сварных соединений из сплава НР40NbTi после механических испытаний;
5. Изучение характера разрушения сварных соединений центробежнолитых труб из сплава НР40NbTi;
6. Выявление механизма разрушения сварных соединений из сплава НР40NbTi и формулирование рекомендаций для корректировки процесса сварки.

Научная новизна

В ходе проведения исследования в рамках данной работы было установлено, что продолжительности и температурных полей процесса многопроходной сварки трубных сварных соединений сплава HP40NbTi достаточно для начала формирования образований интерметаллидной G-фазы на участке зоны термического влияния сварного соединения в исходном состоянии.

При проведении исследования с применением оптической и растровой электронной микроскопии был отмечен ряд новых фактов, полученных при детальном анализе влияния структурной и фазовой неоднородности на эксплуатационные свойства сварного соединения сплава HP40NbTi в исходном состоянии и в процессе эксплуатации.

Одной из существенных особенностей сварных соединений сплава HP40NbTi в исходном состоянии, является структурная и фазовая неоднородность, заключенная в различии морфологии, степени дисперсности, соотношении и химическом составе фаз в различных участках сварного соединения. Наибольшей неоднородностью в исходном состоянии сварного соединения характеризуется структура сплава на участке зоны термического влияния, состоящая из мелкозернистой разнотермической аустенитной матрицы с выраженной сегрегацией кремния и мелкими образованиями включений интерметаллидной G-фазы вблизи крупных включений эвтектических карбидов на основе хрома и ниобия, содержащих переменное количество других металлических элементов состава сплава. Установленная неоднородность не существенно влияет на его кратковременные свойства, но приводит к снижению длительной прочности почти в 2 раза по сравнению с основным металлом.

Также выявлен и описан механизм, характер и процесс разрушения сварного соединения, начинающийся с образования микротрещин в хрупких частицах первичных эвтектических карбидов и вблизи частиц интерметаллидной G-фазы, и дальнейшее образование магистральной

трещины, развивающейся вдоль границы дендритных кристаллов в случае высокотемпературной эксплуатации.

Теоретическая и практическая значимость

Теоретическая значимость заключается в комплексном анализе имеющихся данных о процессах, протекающих на различных участках сварного соединения жаропрочных сплавов серии – НР в процессе эксплуатации в качестве элементов оборудования змеевиковых систем пиролизных установок.

Прикладная часть работы включает результаты механических испытаний, металлографических и электронно-микроскопических исследований, направленные на формирование рекомендаций, необходимых для корректировки процесса сварки змеевиковых систем пиролизных установок из сплава НР40NbTi в нефтеперерабатывающей промышленности.

Апробация работы

Результатам данной работы были представлены на 3 всероссийских и международных конференциях.

Публикации

Результаты проведенных исследований отражены в 8 научных публикациях в журналах, входящих в список ВАК.

Представление научного доклада: основные положения

В нефтехимической и нефтеперерабатывающей промышленности в качестве основных материалов для высокотемпературных установок используют литые жаропрочные аустенитные сплавы на основе системы Fe-25Cr-35Ni, модифицированные ниобием и титаном (НР40NbTi). В значительной степени самыми ответственными элементами высокотемпературных установок в нефтехимической промышленности

являются змеевиковые системы, подвергающиеся эксплуатации в максимально жестких условиях.

Змеевиковые системы испытывают в процессе эксплуатации интенсивное тепловое, силовое и коррозионное воздействие. В процессе длительной эксплуатации в таких жестких условиях, трансформация микроструктуры исследуемых сплавов может негативно влиять на их физико-механические свойства, приводя к изменению толщины, деформированию основных силовых элементов, уменьшая прочность конструкции, а также срок службы нагруженных элементов оборудования. На основании вышеизложенных фактов, а также из-за структурной и фазовой неоднородности, температурного градиента, высоких скоростей охлаждения и напряжений в процессе сварки, сварное соединение является наиболее слабым элементом конструкции. Соответственно, проведение анализа структурных превращений сварного соединения с целью выявления механизма и характера разрушения является актуальной задачей, решение которой позволит провести корректировку процесса сварки, а также увеличить срок службы высокотемпературных установок из жаропрочных сплавов серии НР.

Целью работы является экспериментальное исследование влияния структуры сварного соединения из жаропрочного сплава HP40NbTi на его эксплуатационные свойства и анализ характера разрушения.

Результаты оптической и растровой электронной микроскопии выявили, что структура сварного соединения центробежнолитых труб из сплава HP40NbTi в исходном состоянии, является неоднородной, различаясь морфологией, дисперсностью, соотношением и химическим составом фаз в различных участках сварного соединения.

В ходе работы установлено, что наибольшей неоднородностью характеризуется участок зоны термического влияния сварного соединения с выраженной сегрегацией кремния и мелкими образованиями интерметаллидной G-фазы, возникающими в процессе сварки.

После проведения кратковременных и длительных механических испытаний сварных соединений сплава HP40NbTi было установлено, что обнаруженная неоднородность структуры и фазового состава участков сварного соединения не существенно влияет на кратковременные механические свойства, однако понижает характеристики длительной прочности почти в 2 раза. Разрушение сварных соединений происходит по механизму квазискола. Процесс разрушения начинается с образования микротрещин в хрупких частицах первичных эвтектических карбидов вблизи частиц G-фазы, формирующихся при превращении карбида ниобия. Дальнейшее нагружение провоцирует рост микротрещин по карбидной сетке вдоль границ дендритных кристаллов.

На основании данных, полученных в ходе проведенного анализа, можно сделать заключение, что продолжительности воздействия температурных полей в процессе сварки сплава HP40NbTi достаточно для начала формирования образований интерметаллидной G-фазы на участках сварного соединения. Наличие в исходном состоянии сварного соединения образований G-фазы является неблагоприятным фактором, который в случае высокотемпературного нагружения провоцирует ускоренную деградацию структуры по сравнению с основным металлом, формирование зернограничных трещин, что приводит к разрушению элементов змеевиковых систем пиролизных установок. Таким образом, сварные соединения из сплава HP40NbTi змеевиковых систем печей пиролиза в процессе высокотемпературной эксплуатации, являются наиболее уязвимыми элементами конструкции.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Материал и методы исследования

1. Материал и объект исследования

В качестве материала исследования при выполнении работы использовали жаропрочный сплав на основе системы Fe-Cr-Ni,

модифицированный ниобием и титаном HP40NbTi. Сплав выплавляли в индукционных печах емкостью 500 кг на чистых шихтовых материалах с последующим разливом в роликовую машину центробежного литья длиной изложницы 3 метра, марки «Kutter EB 5000L», Германия. Химический состав металла труб марки исследуемого сплава приведён в таблице 1.

Таблица 1 – Химический состав металла труб марки сплава HP40NbTi

Материал	Содержание химических элементов, масс. %									
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Nb	W	Mo	Ti	Fe
HP40NbTi	0,40 – 0,50	1,60 – 1,80	0,80 – 1,10	25,0 – 27,0	33,0 – 37,0	1,50 – 1,80	0,60 – 0,80	0,20 – 0,40	0,10 – 0,20	Ост.

В качестве объекта исследования использовали сварные соединения центробежнолитых труб длиной 3 м, толщиной стенки 9 и 14 мм из сплава HP40NbTi (рис.1).

Химический состав материала труб и присадочного металла приведен в табл. 2 и 3.



Рис. 1 – Сварные соединения центробежнолитых труб толщиной стенки 9 мм (а) и 14 мм (б)

Таблица 2 – Фактический химический состав металла труб толщины стенки 9 мм и металла шва

Материал	Содержание химических элементов, масс. %											
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Nb	W	Mo	V	Ti	PЗМ	Fe
Основной металл	0,43	1,80	0,91	25,60	35,92	1,73	0,34	0,23	0,10	0,29	≤ 0,5	Ост.
Присадка	0,41	1,75	1,34	26,10	31,60	1,64	0,31	0,16	0,05	0,32	≤ 0,3	Ост.

Таблица 3 – Фактический химический состав металла труб толщиной стенки 14 мм и металла шва

Материал	Содержание химических элементов, масс. %											
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Nb	W	Mo	V	Ti	PЗМ	Fe

Основной металл	0,38	1,71	0,93	25,95	37,53	1,39	0,65	0,27	0,10	0,16	$\leq 0,5$	Ост.
Присадка	0,36	1,35	1,29	26,10	37,76	1,24	0,35	0,15	0,05	0,14	$\leq 0,3$	Ост.

2. Технология сварки исследуемых материалов

Сварку трубных соединений выполняли методом MIG/MAG на постоянном токе обратной полярности без подогрева, с использованием неплавящегося электрода диаметром 3 мм, сварочной проволоки сплошного сечения диаметром 2 мм – для корневого шва и 3,2 мм – для заполнения остального сечения сварочной ванны.

На рис.2 показан общий вид и схема разделки кромок труб под сварку: использовалось одностороннее стыковое соединение с V-образной фаской с углом скоса $\beta = 37^\circ$ и зазором $b = 2$ мм.

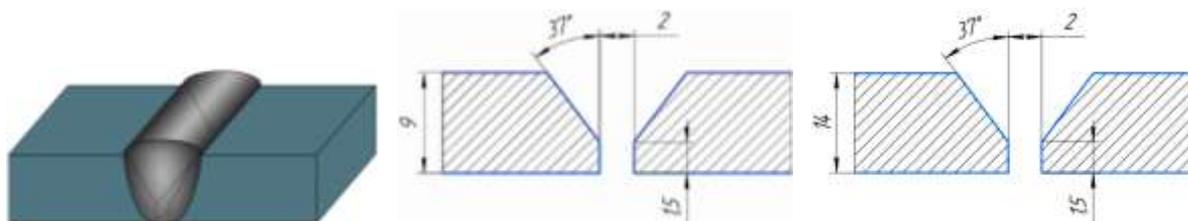


Рис. 2 – Общий вид и схема разделки кромок труб толщиной 9 и 14 мм под сварку

Параметры сварки являются стандартными для промышленного применения: сила тока 80 А и напряжение дуги 12 В при корневом проходе и 100-140 А – при последующих проходах. В качестве защитного и поддерживающего сварочную дугу газа использовали аргон с чистотой 99,9%, с расходом 10-12 л/мин при обеспечении спокойного, ламинарного потока аргона, подающегося с помощью газовой линзы. Температура аргона на выходе из газовой линзы вблизи сварочной ванны составляла 15-20 °С.

Для заполнения шва применяли несколько проходов:

При первом проходе, заполнении корневого шва, делается несколько остановок для зачистки кратера и среза «мостов», необходимых для фиксации стыка. Шов сваривается в несколько этапов. За каждый этап сваривается

в среднем 80-90 градусов по радиусу трубы. Средняя скорость прохода при заполнении первого валика составляет 35 мм/мин (исключая остановки).

Второй и последующие проходы, включая облицовочный валик, используется аналогичная методика, как и для корневого шва. За исключением увеличения расстояния сварки за один этап до 100-120 градусов по радиусу трубы и повышения скорости сварки до 50 мм/мин.

Среднее время между проходами составляет 10 мин, до остывания металла 100 °С. Температура между проходами во время сварки измерялась термопарой К-типа. Проверку герметичности сварного шва проводили методом проникающей жидкости, капиллярной дефектоскопии после корневого прохода.

3. Вырезка образцов из трубного сварного соединения для исследования структуры и определения механических свойств

Из трубного сварного соединения изготавливали образцы для металлографического анализа, измерения микротвердости и определения механических свойств. Образцы размером 10 × 10 × 15 мм для исследования структуры и измерения микротвердости основного металла, металла шва и околошовной зоны, вырезали с помощью высокоскоростного лезвия из различных участков вдоль и поперек оси трубы (рис. 3, а). Образцы для механических испытаний вырезали вдоль оси трубы на участках основного металла и сварного соединения (рис.3, б).



Рис. 3 – Участки вырезки образцов из трубного сварного соединения для металлографического анализа (а) и проведения механических испытаний (б)

4. Исследование микроструктуры, фазового состава и фрактографический анализ

Металлографические исследования проводили с использованием светового инвертированного металлографического микроскопа «Carl Zeiss AxioObserver». Для анализа макроструктуры шлифованные темплеты травили в 60% водном растворе соляной кислоты, для выявления микроструктуры при использовании светового микроскопа применяли электролитическое травление в 10% водном растворе щавелевой кислоты длительностью 30 с. Подготовку и изготовление шлифов выполняли на оборудовании фирмы «Buehler».

Исследование локального элементного состава γ -твердого раствора в структуре сплава в различных зонах сварного соединения вдоль оси трубы выполняли рентгеноспектральным микроанализом на установке «TESCAN Vega II LMU», оборудованной энергодисперсионным рентгеновским спектрометром «Inca X-Max-50». Относительная погрешность рентгеноспектрального микроанализа (РСМА) при определении концентрации химических элементов в фазах в структуре сплава составляла: 3% для Fe, Ni, Cr, Si, Nb, Mo, W, Ti; 20% для C.

С помощью растрового двулучевого электронно-ионного микроскопа «TESCAN Lyra 3XMN», оснащенного аналитической системой, состоящей из рентгеновского энергодисперсионного спектрометра и анализатора картин дифракции обратноотраженных электронов, при ускоряющем напряжении 20 кВ и рабочем расстоянии 10 мм, проводили построение карт локальных ориентировок и распределения элементов.

Построение карт различных фаз и их идентификация проводились при помощи метода автоматизированного анализа дифракционных картин обратного рассеяния электронов (EBSD-анализ).

Для подготовки образцов используется следующее вспомогательное оборудование:

- отрезной станок «ATM Brilliant 221»;
- шлифовально-полировальная машина «ATM Saphir 350»;
- установка для электролитической полировки шлифов «Struers LectroPol-5».

5. Измерение микротвердости трубного сварного соединения

Микротвердость сварного соединения измеряли на твердомере Виккерса «Durascan-20 G5» при нагрузке 10 кгс с интервалом 1 мм между измерениями вдоль оси трубы в середине толщины стенки, а также вблизи наружной и внутренней поверхностей трубы (рис. 4, а, б). Профиль измерения микротвердости сварной трубы включал основной металл (ОМ), зону термического влияния (ЗТВ) и металл шва (МШ).

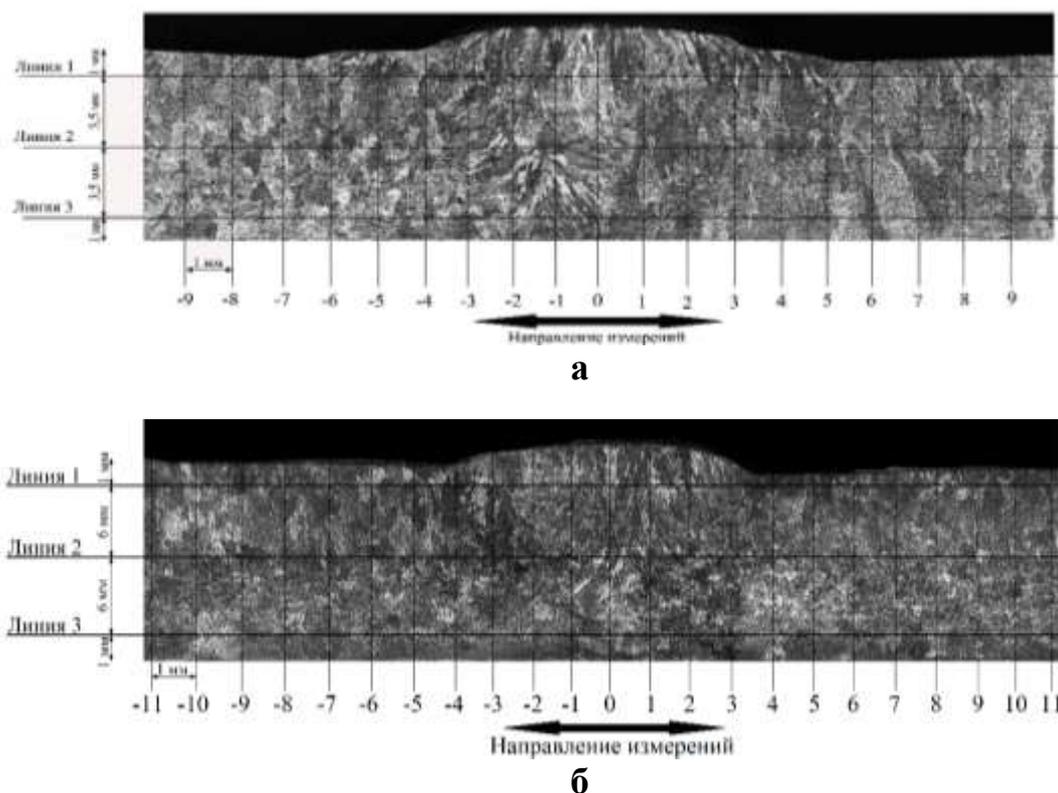


Рис. 4 – Схема распределения участков для измерения микротвердости сплава в поперечном сечении трубного сварного соединения труб толщиной стенки 9 мм (а) и 14 мм (б)

6. Испытания для определения кратковременных и длительных механических свойств

Статические испытания на растяжение проводили при температурах 20 °С и 870 °С, в соответствии со стандартом ASTM A608, используя цилиндрические пятикратные образцы с начальным диаметром рабочей части 3 и 6 мм (рис. 5, а, б).

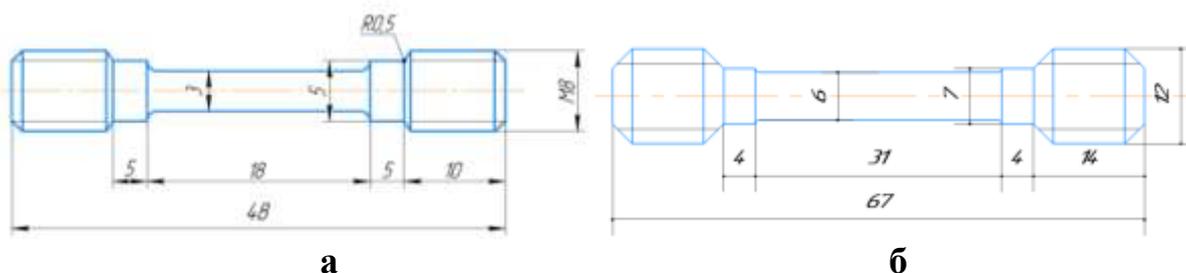


Рис. 5 – Чертежи образцов для испытаний на статическое растяжение вырезанных из труб толщиной 9 мм (а) и 14 мм (б)

Ударную вязкость определяли при испытаниях прямоугольных образцов размером 2 x 6 x 55 мм для трубы 9 мм и 8 x 10 x 55 мм для трубы 14 мм соответственно (рис. 6, а, б), с V-образным надрезом при комнатной температуре на маятниковом копре «Metrocom» с максимальным значением потенциальной энергии маятника 300 Дж и скоростью падения 5,0 м/с.

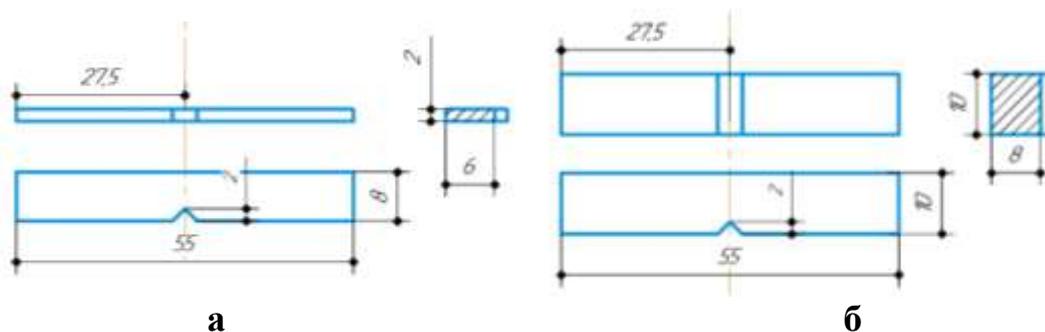


Рис. 6 – Чертежи образцов для испытаний на динамический изгиб вырезанных из труб толщиной 9 мм (а) и 14 мм (б)

Значения ударной вязкости, характеристик прочности и пластичности при статическом растяжении принимали как среднее из трех испытаний на точку.

Испытания на длительную прочность проводили на машинах «АИМА 5-2» (рис. 7).



Рис. 7 – Внешний вид испытательной машины «АИМА 5-2»

Испытания на длительную прочность образцов уменьшенного размера с начальным диаметром 4,2 и 6 мм и длиной рабочей части 31 мм (рис. 8, а, б) проводили при температуре 870 °С и нагрузках 10, 25 и 50 МПа на воздухе. Значения характеристик длительной прочности принимали как среднее из двух испытаний на точку в соответствии со стандартом ASTM E139-11.

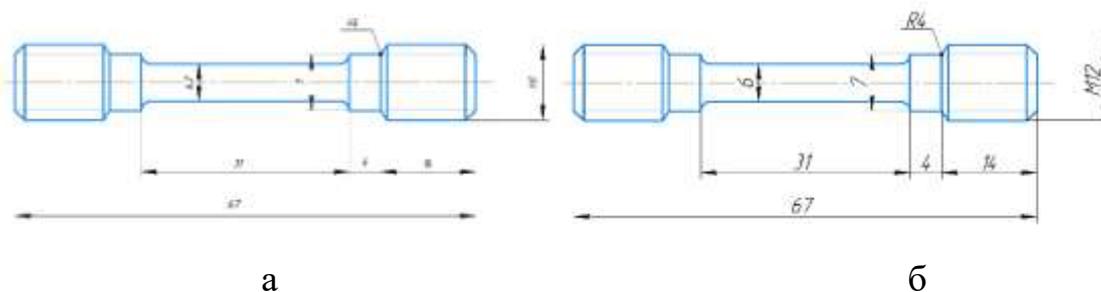


Рис. 8 – Чертежи образцов для испытаний на длительную прочность вырезанных из труб толщиной 9 мм (а) и 14 мм (б)

Результаты и их обсуждение

Особенности структуры трубного сварного соединения из сплава HP40NbTi

1. Анализ структуры сварного соединения

Анализ макроструктуры трубных сварных соединений выявил характерные участки сварного соединения, такие как: основной металл (ОМ), металл шва (МШ), и зона термического влияния (ЗТВ) (рис. 9, а, б). Многослойный сварной шов V-образной формы, условно разделен на несколько участков: корневой и облицовочный участок металла шва, и два участка усиления сварного шва. Для наплавленных валиков характерна выраженная направленность структуры, обусловленная процессом ориентированной кристаллизации. В корневом участке наблюдаются столбчатые кристаллы, ориентированные в горизонтальном направлении от границы металл шва/ЗТВ к центру сварочной ванны, в облицовочном участке – в вертикальном направлении вглубь, от внешней поверхности трубы. Размер кристаллитов в структуре второго и последующих валиков в ~ 2 раза больше, чем в корневом шве.

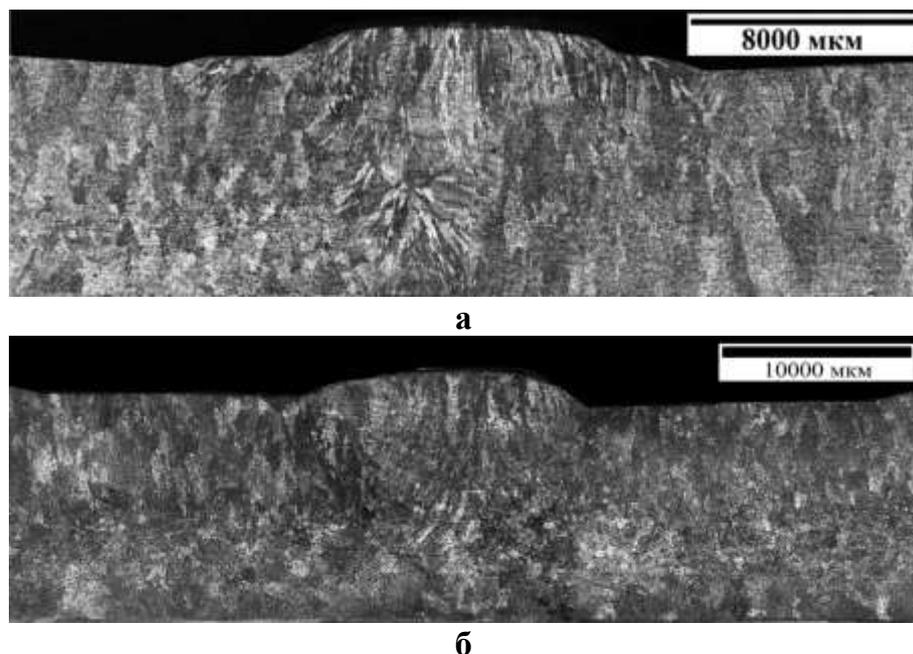


Рис. 9 – Макроструктура сплава в поперечном сечении трубного сварного соединения жаропрочного сплава HP40NbTi, а – труба толщиной стенки 9 мм, б – труба толщиной стенки 14 мм

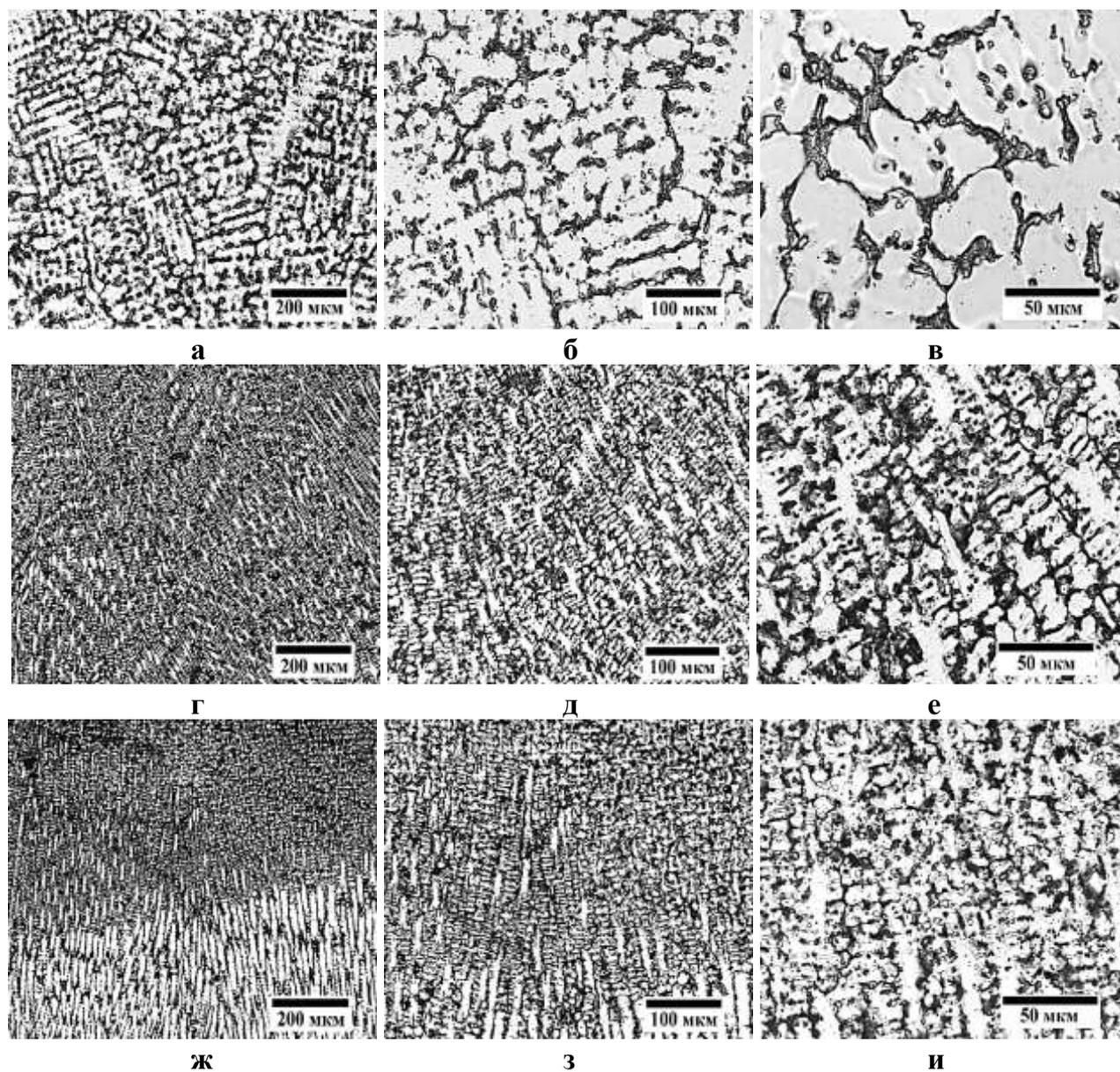
Микроструктура сплава во всех участках сварного соединения состоит из дендритов матричного γ -твердого раствора и эвтектических колоний γ -фазы и карбидов типа Me_xC_y . Характер структуры сплава HP40NbTi в разных участках сварного соединения значительно различается по степени дисперсности, анизотропии, морфологии, эвтектики и размерам карбидных включений, особенно, это значительно по разности объемной доли эвтектики в металле шва с основным металлом, где объемная доля эвтектики металла шва возрастает по сравнению с основным металлом (табл. 4).

Таблица 4 – Соотношение структурных составляющих в различных участках сварного соединения сплава HP40NbTi

Участок сварного соединения		Содержание структурных составляющих, объемн. %	
		γ -твердый раствор	Эвтектика и карбиды
Основной металл		75-79	21-25
Участки металла шва	Корневой	68-70	30-32
	Облицовочный	64-68	32-36

Морфология и размеры дендритов в структуре сплава HP40NbTi значительно различаются в разных участках сварного соединения (рис. 10).

Размер дендритной ячейки МШ составляет 30-50 мкм. Структура сплава в ЗТВ по общему характеру и морфологии структурных составляющих близка к основному металлу, но неоднородна по размеру дендритной ячейки, которая изменяется в интервале 80-120 мкм, постепенно укрупняясь в направлении от металла шва к основному металлу. В корневом и облицовочном участках металла шва структура сплава наиболее дисперсная по сравнению с другими участками сварного соединения, причем практически одинаковая в обоих валиках. В обоих участках металла шва твердый раствор γ -фазы приобретает менее выраженное ячеистое строение, оси дендритов первого и, особенно, второго порядка становятся размытыми, однако структура сплава имеет выраженную направленность в одном направлении.



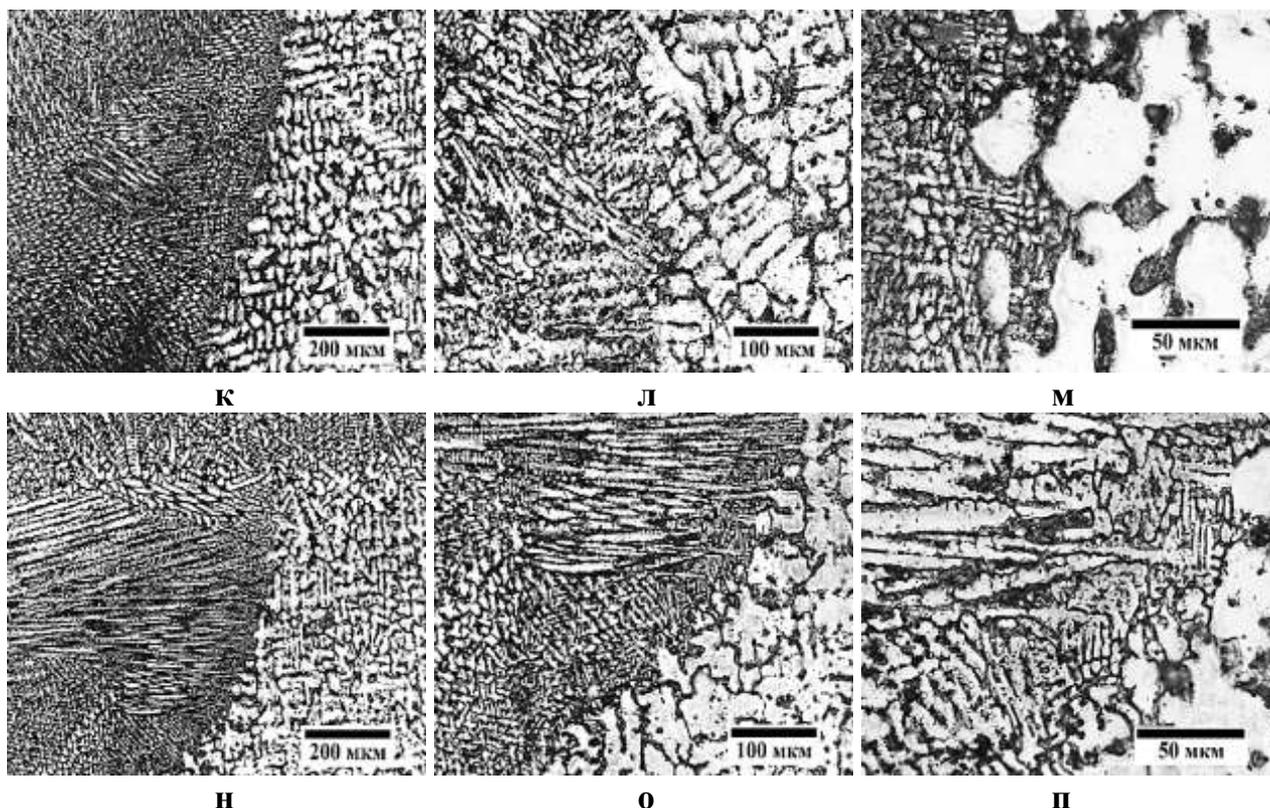
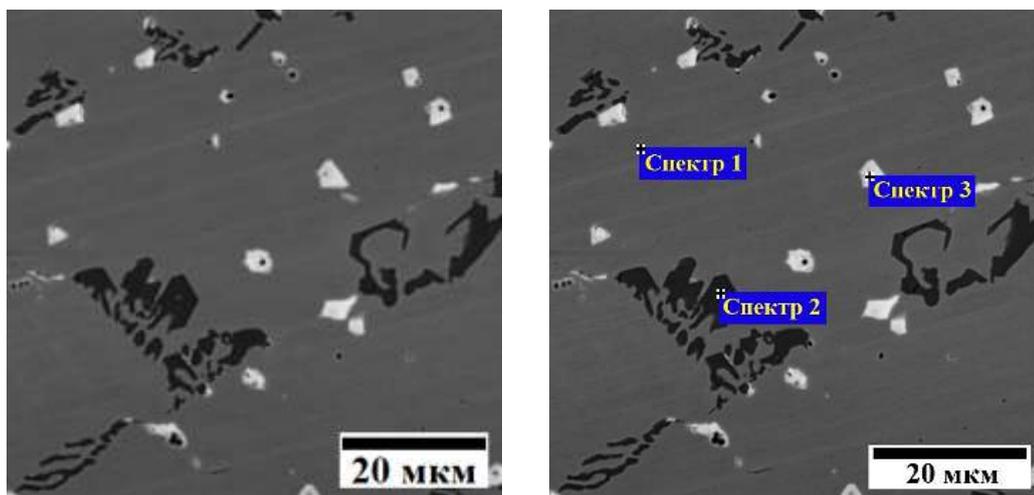


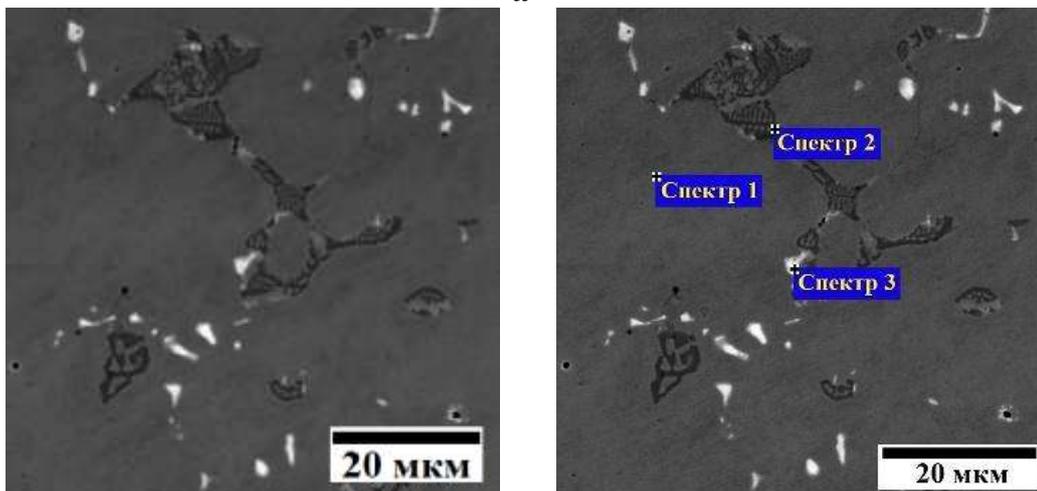
Рис. 10 - Микроструктура сплава HP40NbTi в различных участках сварного соединения: основной металл (а-в), МШ корневого участка (г-е), МШ облицовочного участка (ж-и), граница корневого участка металла шва и зоны термического влияния (к-м), граница металла шва облицовочного участка и зоны термического влияния (н-п)

Исследование микроструктуры различных участков сварного соединения сплава HP40NbTi с использованием сканирующей электронной микроскопии, подтвердило его одинаковый качественный фазовый состав и значительное различие морфологии эвтектики (рис. 11). В структуре основного металла и зоны термического влияния наблюдается скелетная эвтектика, а в обоих участках металла шва и зоне усиления – эвтектика в виде китайских иероглифов. Химический состав карбидов хрома и ниобия различается в разных участках сварного соединения. В металле шва состав карбидов более неоднороден, а именно: часть основных карбидообразующих элементов Nb и Cr замещена на Fe и Ni.



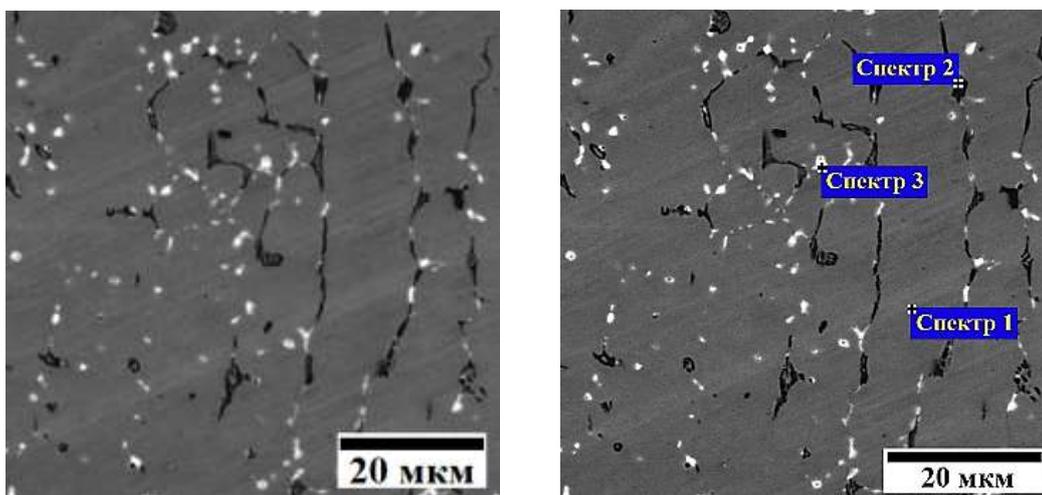
Спектр №	Фаза	Содержание химических элементов, масс. %										
		Si	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	W	Mn	Mo	V	C
1	γ	1,93	0,06	25,86	34,72	35,60	0,15	0,33	1,03	0,26	0,03	н.о.
2	Cr_mC_n	0,04	0,01	79,14	8,35	1,53	0,02	1,30	0,11	0,54	0,02	8,94
3	NbC	0,08	1,15	1,67	0,61	0,66	85,20	0,15	0,03	0,09	0,06	10,3

а



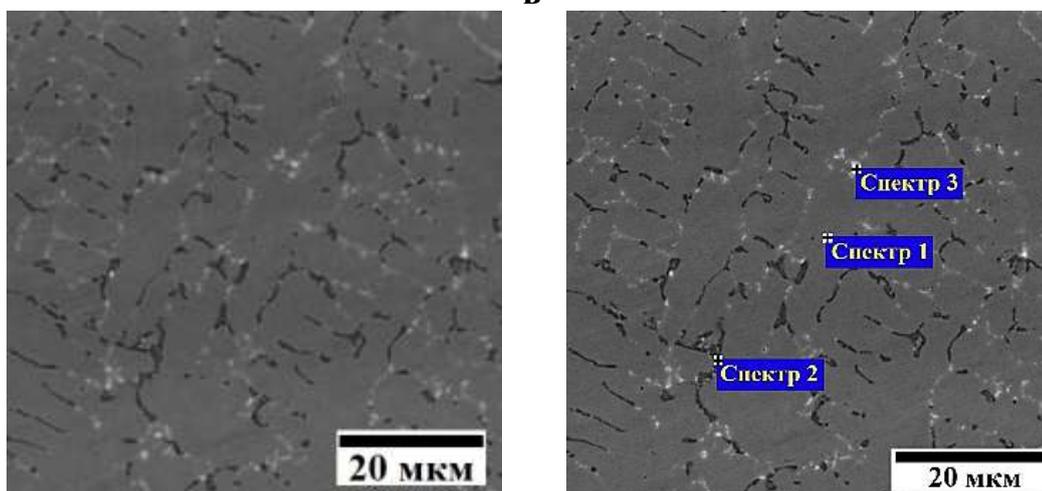
Спектр №	Фаза	Содержание химических элементов, масс. %										
		Si	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	W	Mn	Mo	V	C
1	γ	1,26	0,02	25,58	36,23	34,54	0,49	0,23	1,37	0,23	0,02	н.о.
2	Cr_mC_n	0,03	0,01	78,24	9,14	2,15	0,02	1,05	0,10	0,54	0,02	8,70
3	NbC	0,13	0,53	0,24	0,42	0,56	87,55	0,18	0,03	0,14	0,07	10,15

б



Спектр №	Фаза	Содержание химических элементов, масс. %										
		Si	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	W	Mn	Mo	V	C
1	γ	1,46	0,03	26,55	35,64	33,67	0,43	0,47	1,46	0,24	0,02	н.о.
2	Cr_mC_n	0,07	0,02	63,70	15,23	10,65	0,41	0,43	0,15	0,75	0,04	8,55
3	NbC	0,29	2,14	8,32	3,63	5,14	70,25	0,20	0,09	0,16	0,13	9,65

В



Спектр №	Фаза	Содержание химических элементов, масс. %										
		Si	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	W	Mn	Mo	V	C
1	γ	1,52	0,04	26,43	34,86	34,66	0,27	0,38	1,57	0,22	0,02	н.о.
2	Cr_mC_n	0,25	0,04	26,43	34,86	34,66	0,27	0,38	1,57	0,22	0,02	н.о.
3	NbC	0,43	2,56	6,14	4,95	3,32	72,23	0,16	0,06	0,11	0,07	9,94

Г

Рис. 11 – Микроструктура и химический состав фаз сплава HP40NbTi в различных участках сварного соединения: а – основной металл; б – ЗТВ; в – корневой участок МШ; г – облицовочный участок МШ

При помощи рентгеноспектрального микроанализа (РСМА) выявлено различие химического состава γ -фазы и карбидов в структуре сплава HP40NbTi в различных участках сварного соединения. Изменение содержания химических компонентов сплава в матричном γ -твердом растворе по сечению

сварного соединения, включающий в себя – основной металл, зону термического влияния и металл шва показано на рис. 12.

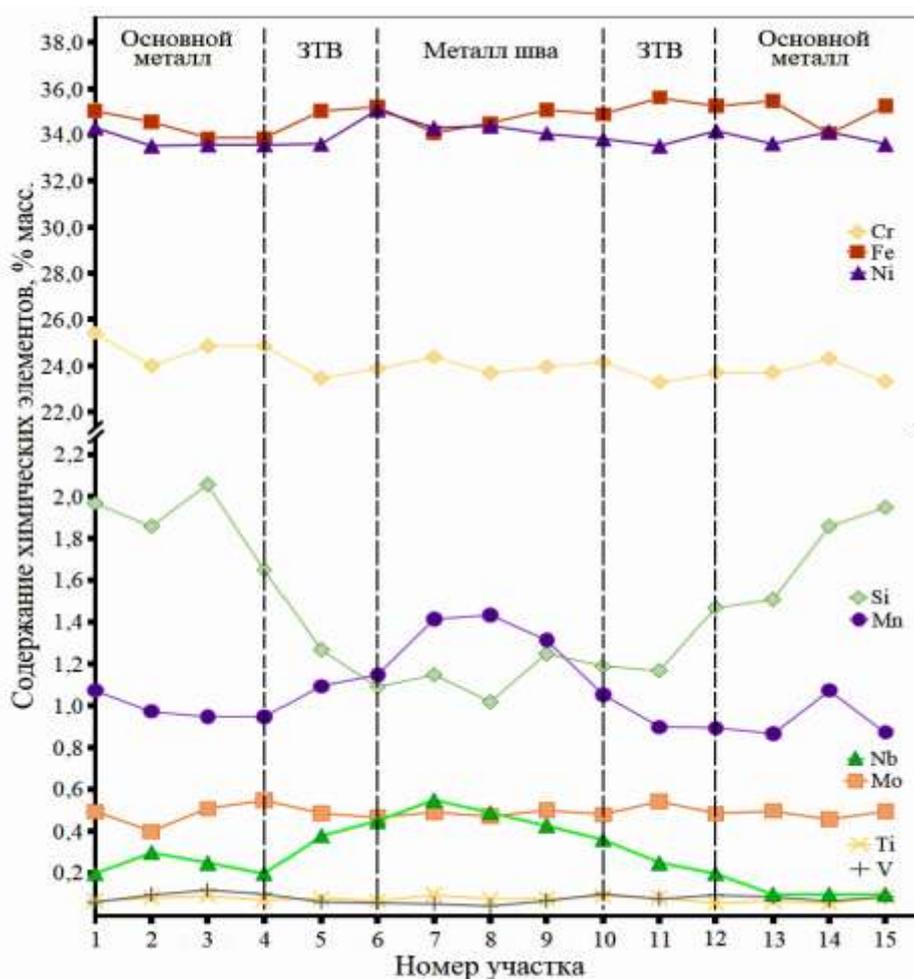


Рис. 12 – Изменение содержания химических элементов в γ -твердом растворе в структуре сплава HP40NbTi вдоль оси трубного сварного соединения.

Видно, что концентрация как основных легирующих элементов Fe, Cr, Ni, так и тугоплавких элементов Ti, V, Mo в γ -фазе практически одинакова во всех участках сварного соединения. В свою очередь, содержание Si, Nb, Mn в разных участках различается в 1,5-2 раза. Концентрация Nb и Mn минимальна в основном металле, возрастает в ЗТВ и максимальна в металле шва. Концентрация Si изменяется в противоположном направлении: максимальная в основном металле и минимальна в металле шва. Полученные результаты показывают, что в процессе сварки труб, в сплаве HP40NbTi в ЗТВ и металле

шва протекают процессы, вызывающие обеднение матричной γ -фазы кремнием и обогащением ниобием.

Сравнение карт распределения химических элементов в структуре сплава HP40NbTi в различных участках сварного соединения выявило характерную особенность распределения Si в γ -фазе в структуре ЗТВ. В основном металле кремний равномерно распределён в γ -твёрдом растворе, однако в металле шва (рис. 13) и, особенно в зоне термического влияния (рис. 14), образует ярко выраженные сегрегации по границам первичных зерен γ -фазы, концентрируясь вблизи эвтектических карбидов ниобия и хрома.

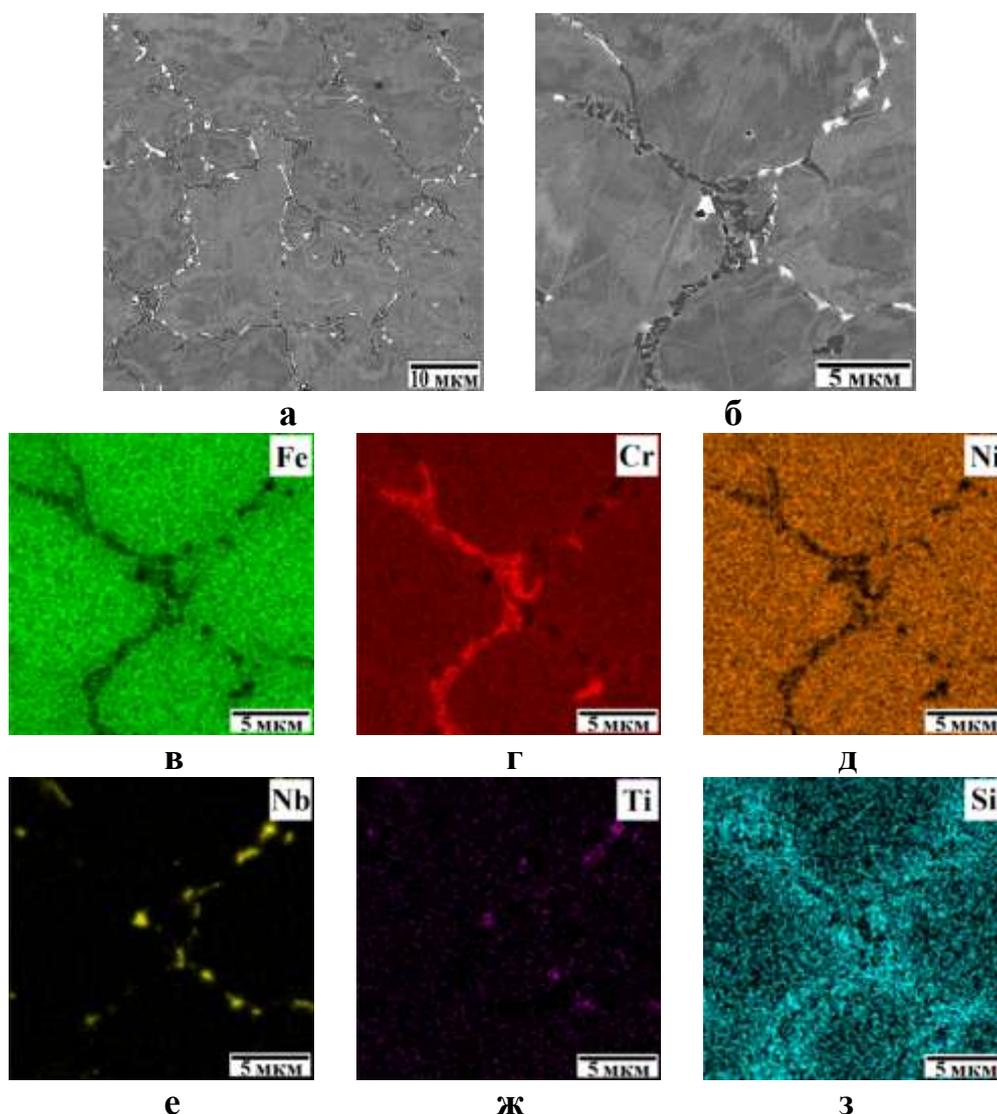
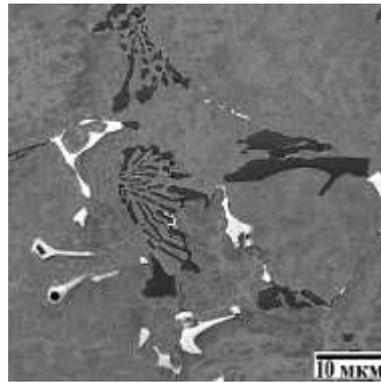
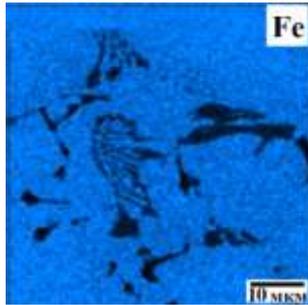


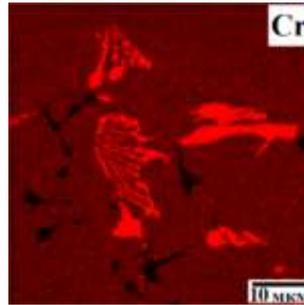
Рис. 13 – Микроструктура сплава HP40NbTi на облицовочном участке металла шва сварного соединения в обратно-рассеянных электронах (а, б) и карты распределения Fe, Cr, Ni, Nb, Ti, Si (в – з)



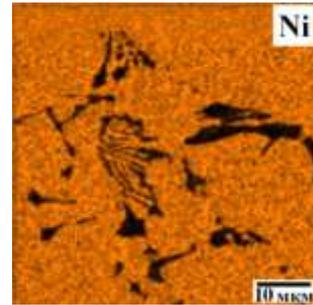
а



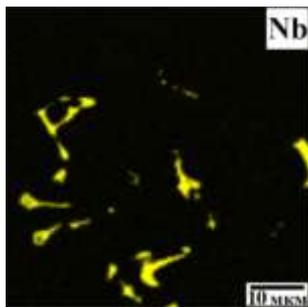
б



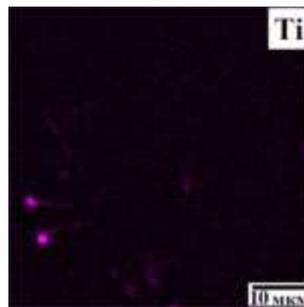
в



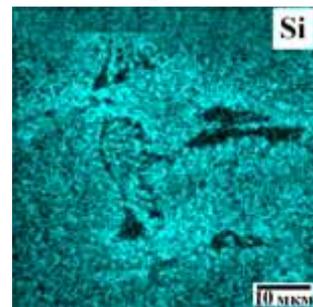
г



д



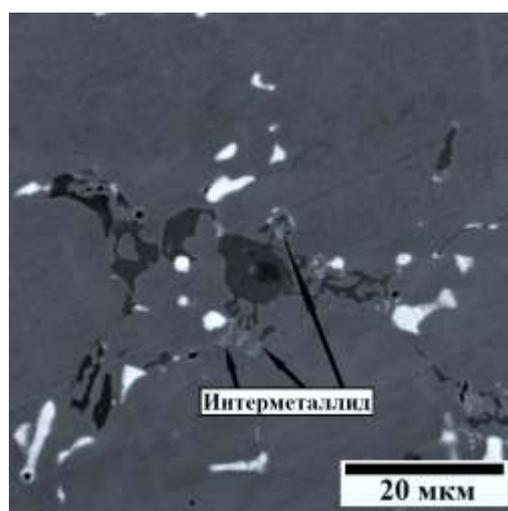
е



ж

Рис. 14 – Микроструктура сплава HP40NbTi на участке ЗТВ сварного соединения в обратно-рассеянных электронах (а) и карты распределения Fe, Cr, Ni, Nb, Ti, Si (б – ж)

Существенное количество светло-серых включений присутствует в участках ЗТВ, расположенных вблизи границы с металлом шва. Они распределяются в γ -фазе вблизи с первичными карбидами или на межфазных границах карбид/матрица и сопоставимы по размеру с включениями карбидных фаз. РСМА светло-серых включений в структуре сплава HP40NbTi показал, что эта фаза обогащена кремнием, никелем и ниобием, а также содержит хром, железо и титан (рис. 15).



Фаза	Содержание химических элементов, масс. %					
	Si	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb
Интерметаллид	8,02	0,05	23,4	8,19	31,2	29,13

Рис. 15 – Микроструктура сплава HP40NbTi в обратно-отраженных электронах в ЗТВ вблизи облицовочного участка металла шва сварного соединения и химический состав интерметаллидной фазы

Известно, что в процессе выдержки при температурах от 800 °С до 1000 °С в структуре сплава HP40NbTi, карбид NbC является термодинамически не устойчивым и претерпевает превращение в никель-ниобиевые силициды, интерметаллидную G-фазу с формулой Nb₆Ni₁₆Si₇. Однако при кратковременной выдержке, а именно в процессе сварки, фазовый переход может не завершаться и, в этом случае, часть никеля и ниобия в интерметаллиде будет замещена хромом и титаном соответственно. Из полученных результатов следует, что температуры и длительность нагрева сплава HP40NbTi при многопроходной сварке труб провоцируют процесс образования G-фазы в структуре в зоне термического влияния.

Установленная структурно-фазовая неоднородность сварного соединения центробежнолитых труб из сплава HP40NbTi позволяет заключить, что температурное поле, возникающее при многопроходной сварке, провоцирует протекание в сплаве HP40NbTi фазового перехода NbC→G. В наибольшей степени оно реализуется в зоне термического влияния и в меньшей степени в металле шва. Образование интерметаллидной

G-фазы ($\text{Nb}_6\text{Ni}_{16}\text{Si}_7$) на участках сварного соединения в процессе сварки может оказывать значительное влияние на эксплуатационные характеристики.

Анализ влияния структурной и фазовой неоднородности на эксплуатационные свойства трубного сварного соединения из жаропрочного сплава HP40NbTi

1. Анализ микротвердости трубного сварного соединения из сплава HP40NbTi

Выявленные различия в характере структуры в разных участках сварного соединения оказывают существенное влияние на микротвердость сплава (рис. 16). Из полученных результатов следует, что наибольшее содержание эвтектики, морфологии и степень дисперсности структуры сплава в металле шва согласуется с его максимальными значениями микротвердости 250-260 HV. Микротвердость основного металла и зоны термического влияния составляет ~220 HV и 230-240 HV соответственно.

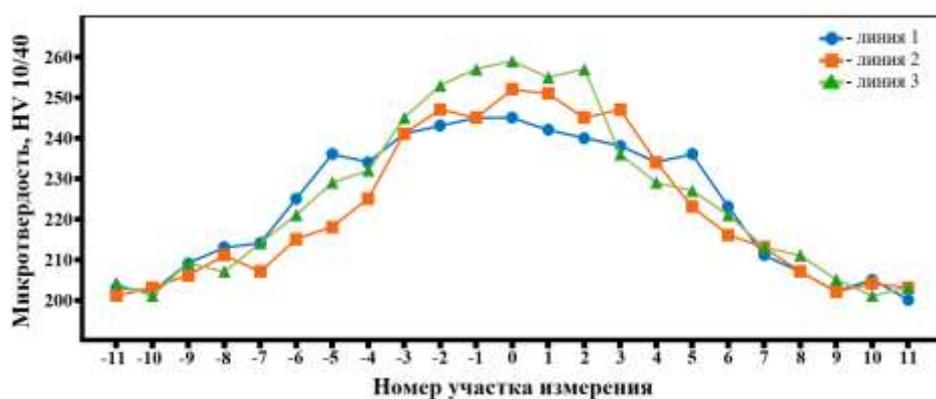


Рис. 16 – Результаты измерения микротвердости сплава HP40NbTi в поперечном сечении вдоль оси трубного сварного соединения

2. Анализ кратковременных механических свойств трубных сварных соединений из сплава HP40NbTi

Анализ полученных экспериментальных данных по определению механических свойств основного металла и сварного соединения из сплава HP40NbTi при испытаниях на ударный изгиб и статическое растяжение при 20 °C и 870 °C показывает, что при комнатной температуре характеристики прочности и пластичности сварного соединения сопоставимы, а ударная вязкость несколько ниже по сравнению с основным металлом трубы. Обнаруженные различия в структуре сплава в основном металле, зоне

термического влияния и металла шва не оказывают влияния при температуре 20 °С на кратковременные механические характеристики сварного соединения, а незначительное понижение динамических свойств обусловлено неизбежным образованием напряжений и дефектов в сварном шве в процессе сварки (рис. 17).

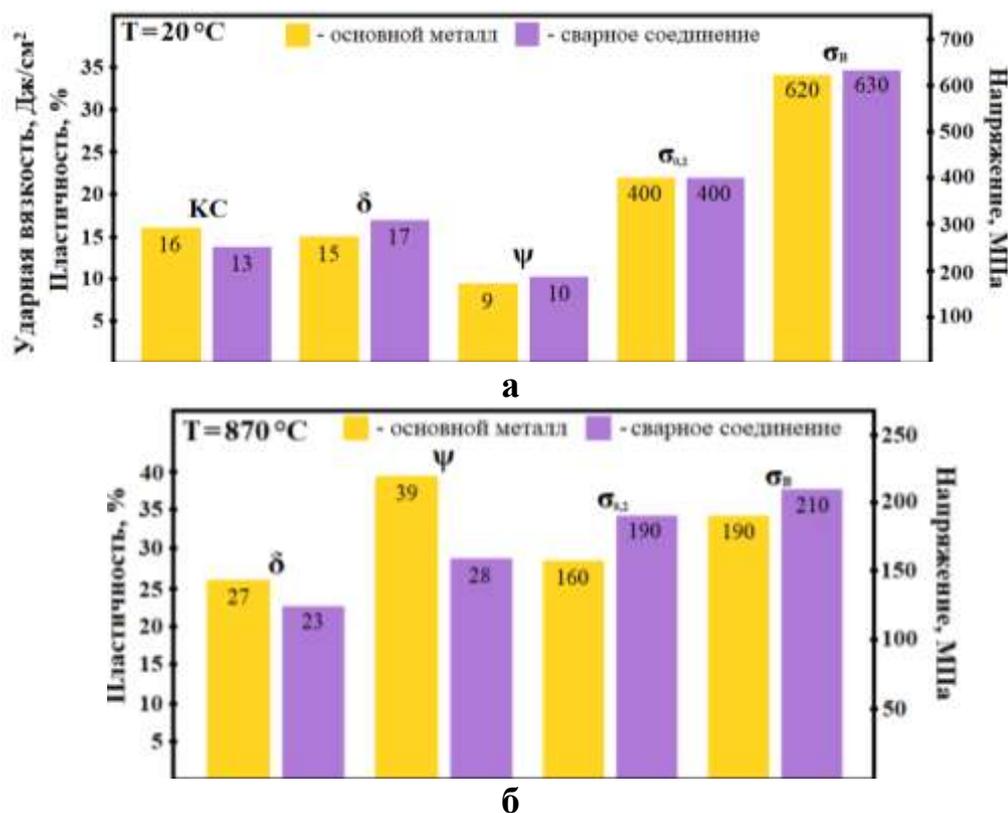


Рис. 17 – Результаты испытаний на кратковременные механические свойства основного металла и сварного соединения из сплава HP40NbTi при испытаниях на ударную вязкость и статическое растяжение при 20 °С (а) и 870 °С (б)

Результаты испытаний на статическое растяжение при температуре до 870 °С, показали, что прочностные характеристики сварного соединения несколько выше, а пластичность – ниже по сравнению с основным металлом (рис. 17, б). Это согласуется с повышенной твердостью металла шва и зоны термического влияния вследствие большего содержания карбидных фаз в структуре и ее большей степени дисперсности по сравнению с основным металлом.

В ходе проведения испытания на статическое растяжение при различных температурах, разрушение происходит на участках металла шва или ЗТВ (рис. 18). При этом в процессе испытания при 870 °С на участке основного металла наблюдается сосредоточенная деформация, локальное уменьшение площади поперечного сечения образцов на 20-30 %.

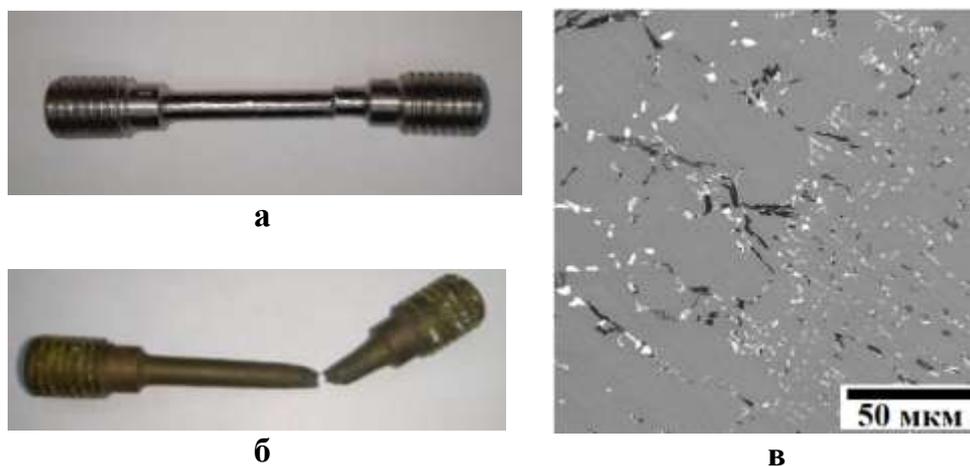


Рис. 18 – Внешний вид и микроструктура вблизи поверхности разрушения образцов, изготовленных из сварного соединения сплава HP40NbTi после испытаний на статическое растяжение при 20 °С (а) и 870 °С (б)

Излом всех образцов после испытаний при различных температурах имеет однородную макро-геометрию, выглядит матовым, вязким, серого цвета (рис. 19). Морфология поверхности разрушения является дендритной с характерными столбчатыми кристаллами, четко выраженным рельефом элементов дендритного строения структуры сплава. Элементы излома ориентированы в структуре по дендритным осям первого и второго порядка. Поверхность излома состоит из плоских параллельных террас, чередующихся областями с ямочным микрорельефом (рис. 20). Разрушение сплава на этих участках происходит соответственно по межфазной границе аустенит/карбид и областям аустенита, не содержащим карбидных включений.

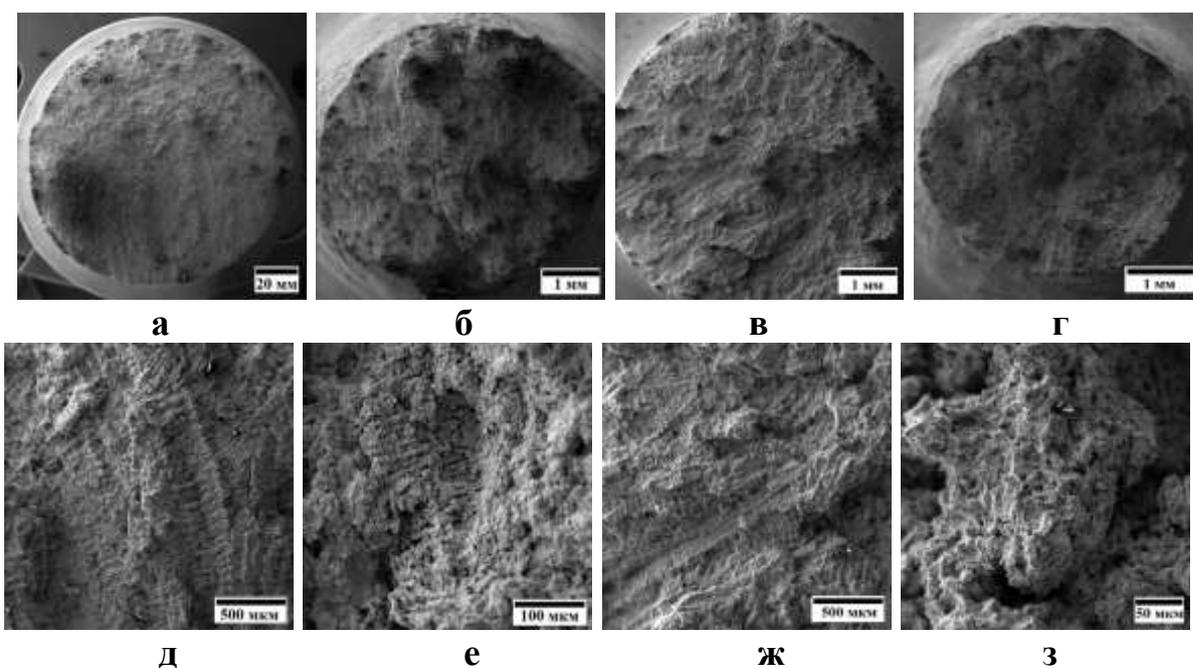


Рис. 19 – Поверхность разрушения образцов (при разных увеличениях), изготовленных из сварного соединения (а, б, д, е) и основного металла трубы (в, г, ж, з) из сплава HR40NbTi трубы толщиной 9 мм, после испытаний на статическое растяжение при 20 °С (а, в, д, ж) и 870 °С (б, г, е, з)

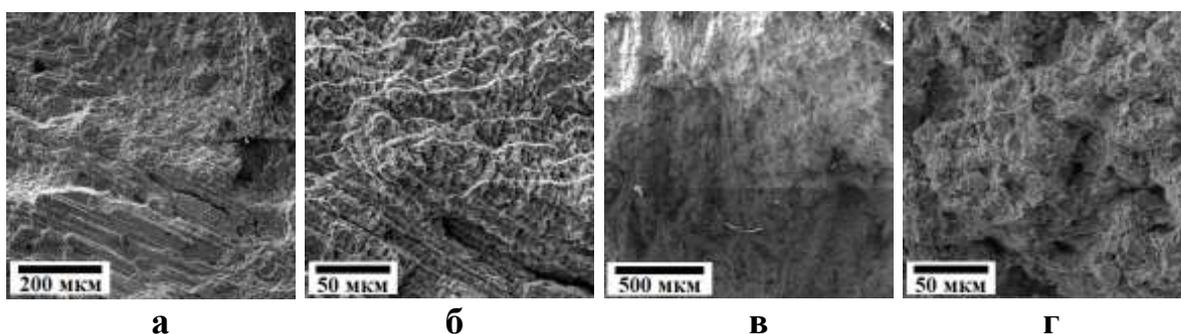
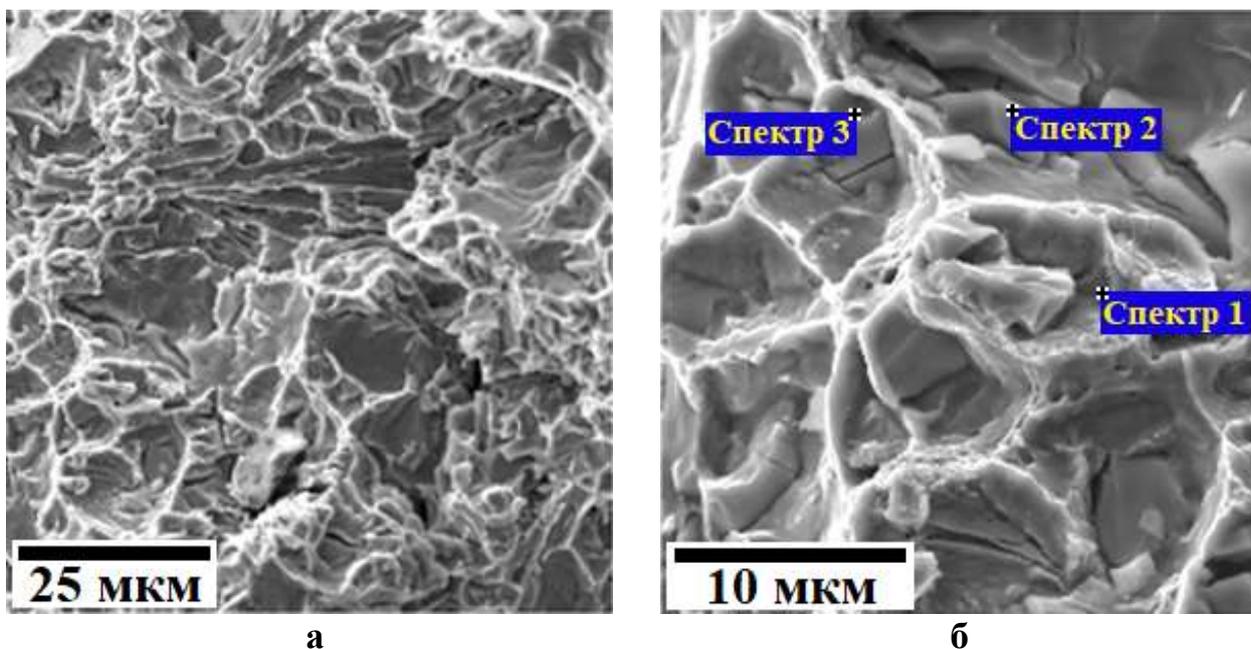


Рис. 20 – Поверхность разрушения образцов (при разных увеличениях), изготовленных из сварного соединения сплава HR40NbTi, после испытаний на статическое растяжение при 20 °С (а, б) и 870 °С (в, г)

Вместе с тем, поверхность излома содержит участки с хрупкими микротрещинами и пустоты. Элементный анализ выявил, что микротрещины образуются в частицах карбидов на основе хрома и ниобия (рис. 21), а пустоты возникают в результате их скалывания.



Спектр №	Фаза	Содержание химических элементов, масс. %										
		Si	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	W	Mn	Mo	V	C
1	γ	1,03	0,02	27,64	35,30	33,87	0,42	0,03	1,27	0,36	0,03	н.о.
2	Cr_mC_n	0,07	0,02	80,59	7,03	2,13	0,14	1,18	0,38	0,20	0,02	8,24
3	NbC	0,36	3,67	3,56	0,92	0,64	78,61	0,42	0,34	0,24	0,03	11,21

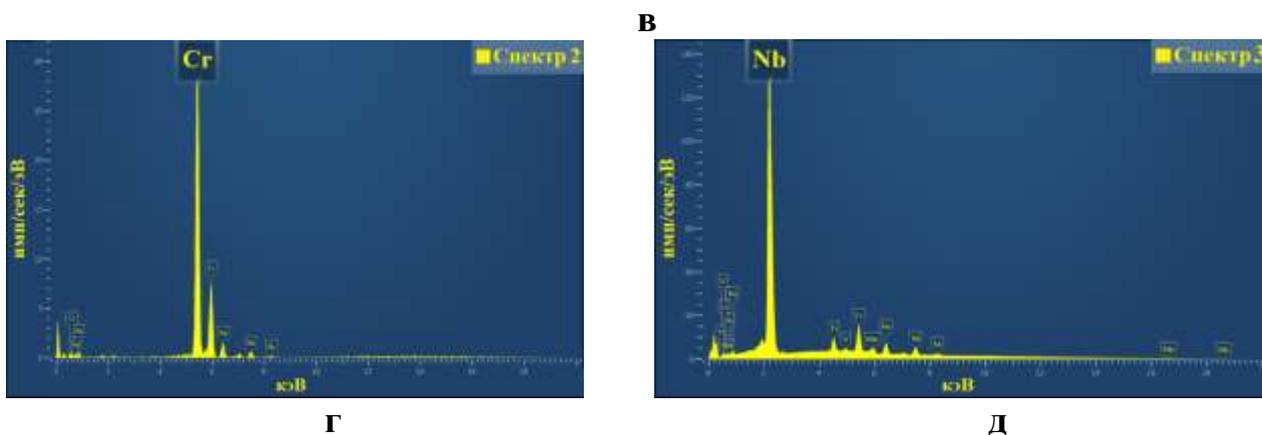


Рис. 21 – Поверхность разрушения (а, б) и химический состав фаз (в-д) в изломе разрушенного образца, изготовленного из сварного соединения сплава $HP40NbTi$ после испытаний на статическое растяжение при $20\text{ }^{\circ}C$

Характерно, что образование многочисленных микротрещин в частицах карбидов ниобия и, особенно, хрома (рис. 22, а) не приводит к образованию макротрещин в вязкой аустенитной матрице. Макротрещина развивается по карбидной сетке на границах γ -зерен, причем преимущественно в местах скопления частиц карбидов ниобия (рис. 22, б).

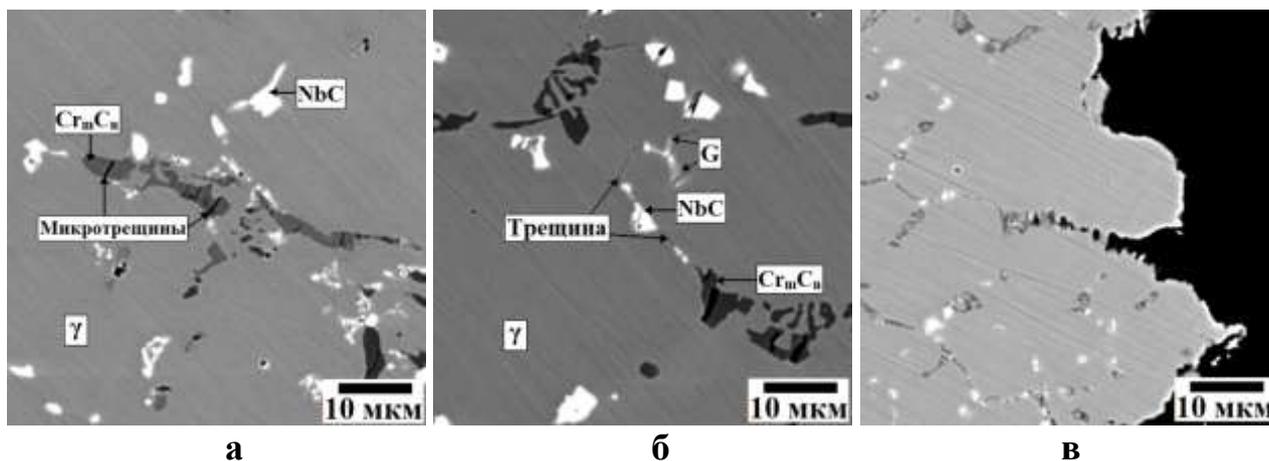
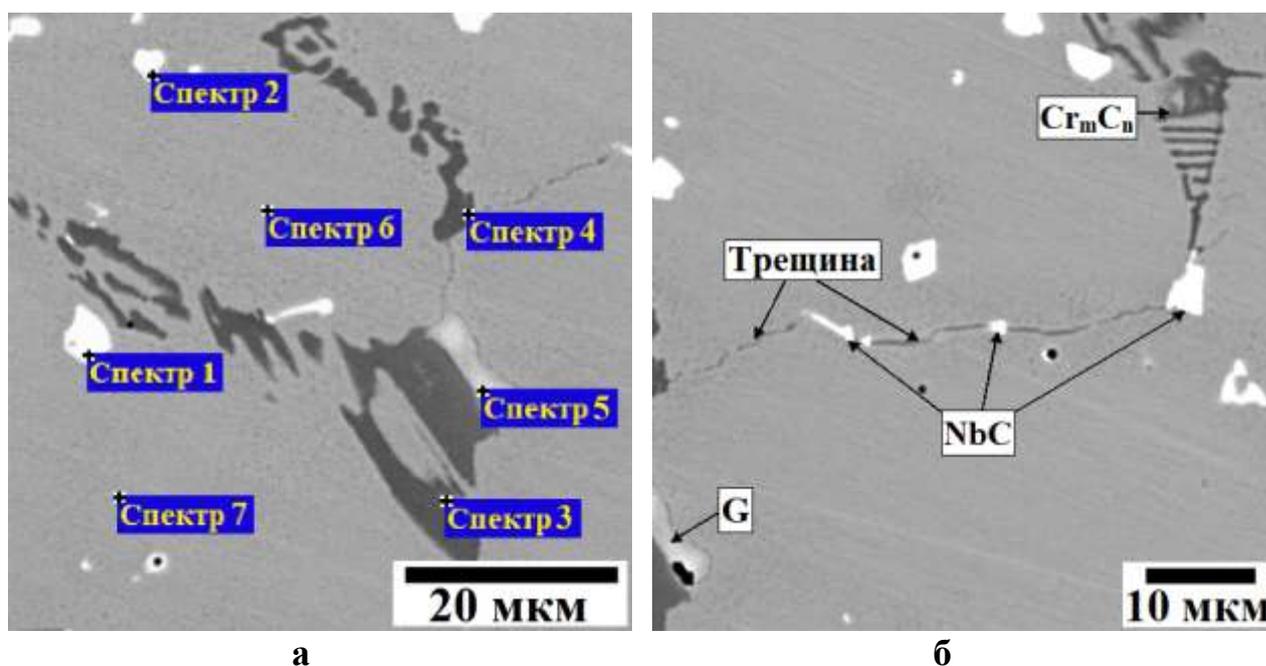


Рис. 22 – Микроструктура различных участков вблизи поверхности разрушения (а-в) образцов, изготовленных из сварного соединения сплава HP40TNbTi, после испытаний на статическое растяжение при 20 °С

Детальный анализ траектории трещин в зоне термического влияния сварного соединения после испытаний на статическое растяжение показал, что большинство трещин возникают вблизи образования включений интерметаллидной G-фазы, образовавшейся в результате превращения карбида ниобия (рис. 23, а). Дальнейший рост трещин ориентирован по частицам первичных карбидов на границах γ -фазы в направлениях наибольшего количества карбидов ниобия (рис. 23, б).

Стоит отметить, что количество G-фазы в сплаве после испытаний при 870 °С значительно больше, чем при 20 °С. При этом G-фаза присутствует в структуре сплава в местах контакта первичных карбидов ниобия и хрома, но практически не образуется в частицах карбида ниобия изолированно расположенных в матрице. Образование G-фазы на межфазных границах первичных карбида ниобия и хрома, расположенных по границам дендритов аустенита провоцирует зарождение трещин в этих участках структуры. Установленное влияние контакта карбида ниобия с карбидом хрома как катализатора образования G-фазы в структуре сплава HP40NbTi согласуется с механизмом превращения карбида ниобия NbC в никель-ниобиевые силициды интерметаллидную G-фаз ($\text{Nb}_6\text{Ni}_{16}\text{Si}_7$).



Спектр №	Фаза	Содержание химических элементов, масс. %										
		Si	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	W	Mn	Mo	V	C
1	NbC	0,22	2,38	2,56	1,58	0,73	81,94	0,11	0,04	0,10	0,02	10,32
2	NbC	0,32	1,26	1,81	1,32	1,15	83,61	0,15	0,07	0,09	0,03	10,19
3	Cr _m C _n	0,05	-	82,72	6,27	1,53	0,09	1,17	0,16	0,14	0,02	7,94
4	Cr _m C _n	0,03	-	82,49	5,38	1,74	0,11	1,56	0,23	0,12	0,02	8,32
5	G	6,73	-	26,54	13,47	32,78	20,25	-	-	0,23	-	-
6	γ	1,31	0,04	27,58	33,65	36,30	0,34	0,03	0,64	0,06	0,02	н.о.
7	γ	1,22	0,02	27,94	33,56	36,47	0,04	0,03	0,54	0,13	0,02	н.о.

В

Рис. 23 – Микроструктура (а, б) и химический состав (а, в) в ЗТВ вблизи поверхности разрушения образцов, изготовленных из сварного соединения сплава HP40NbTi, после испытаний на статическое растяжение при 20 °С

3. Анализ длительных механических свойств трубного сварного соединения сплава HP40NbTi

Результаты испытаний на длительную прочность выявили значительное влияние неоднородности структуры сварного соединения на свойства сплава HP40NbTi, представлены на рис. 24.

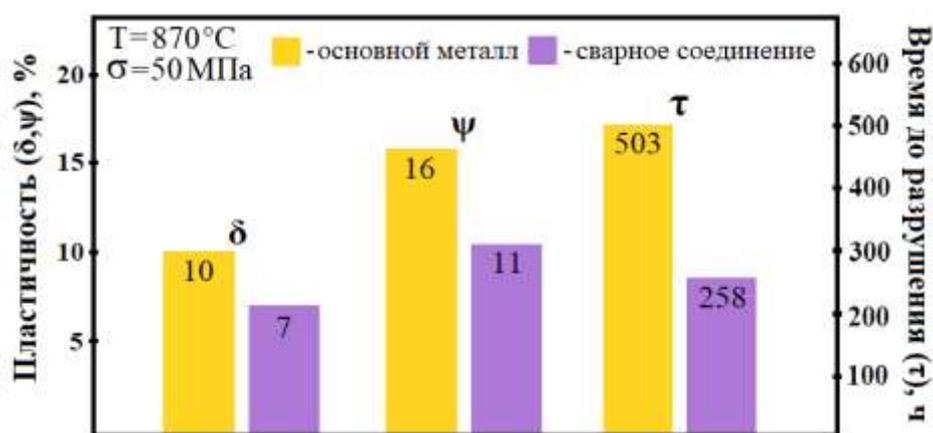


Рис. 24 – Результаты испытаний на длительную прочность основного металла и сварного соединения из сплава HP40NbTi при 870 °С и 50 МПа

При одинаковых условиях испытания время разрушения сварного соединения в два раза меньше, а пластические характеристики на ~30 % ниже по сравнению с основным металлом. Характерно, что если при ударном изгибе и статическом растяжении разрушение образцов происходит преимущественно на участке металла шва и реже на участке зоны термического влияния, то при длительном высокотемпературном нагружении образец разрушается на участке зоны термического влияния.

Излом образцов, изготовленных из сварного соединения и основного металла, после испытаний на длительную прочность имеет вид поверхности вязкого, преимущественно межзеренного разрушения дендритной морфологии. Данный характер разрушения сплава HP40NbTi не имеет существенных отличий по сравнению с кратковременными испытаниями (рис. 25).

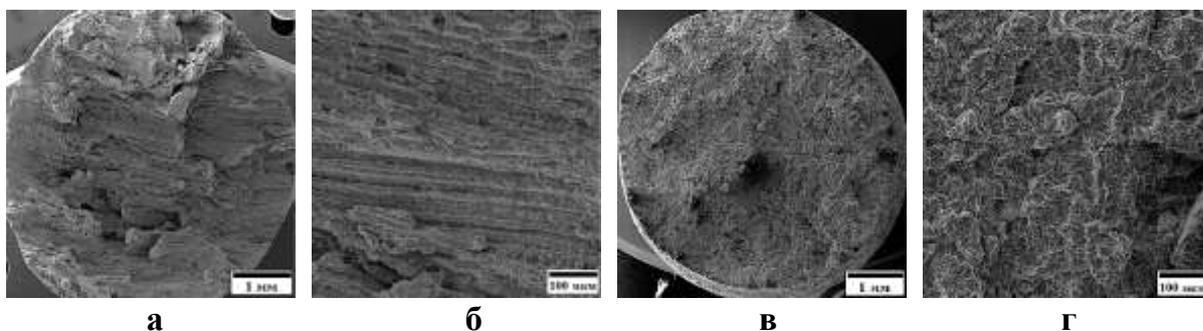
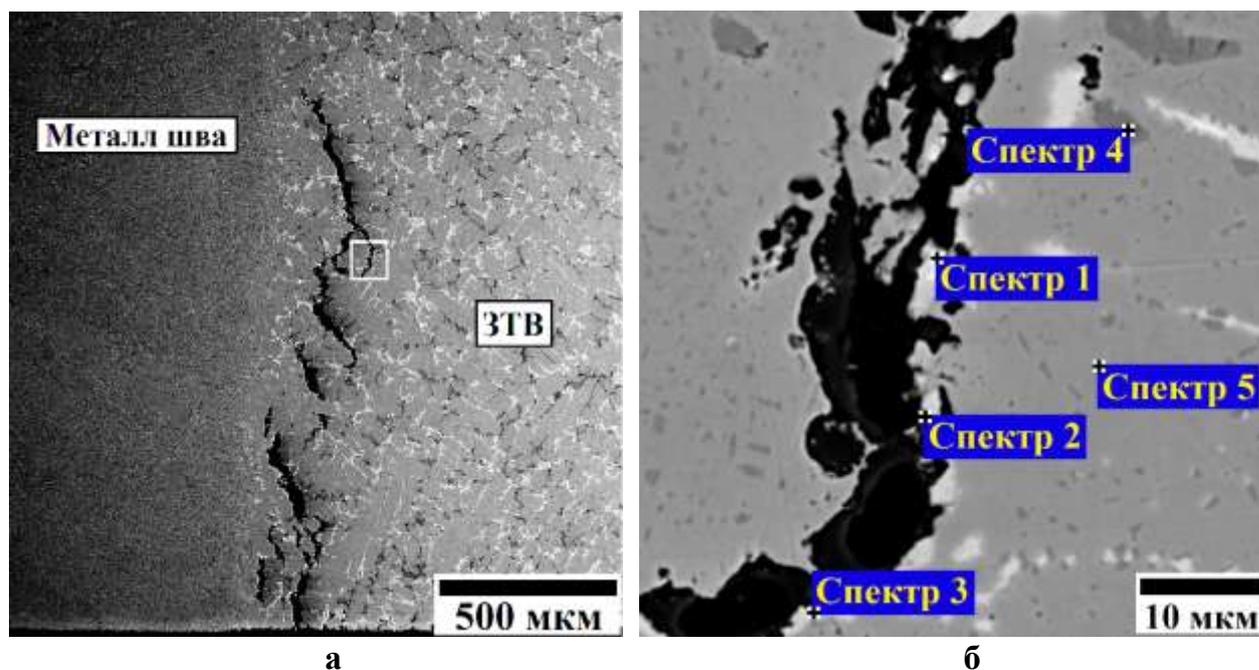


Рис. 25 – Поверхность разрушения образцов (при разных увеличениях), изготовленных из сварного соединения сплава HP40NbTi, после испытаний на длительную прочность при 870 °С

Количественным анализом было установлено, что после длительных испытаний в структуре сплава HP40NbTi, в зоне термического влияния сварного соединения присутствует от 1,8 до 2,0 объемн. % интерметаллидной G-фазы, что в ~3 раза больше по сравнению с зоной термического влияния до испытаний, в исходном состоянии, но незначительно превышает ее содержание в основном металле после испытаний. При этом во всех случаях трещины распространяются вдоль границ зерен по сетке эвтектических карбидов преимущественно на участках образования интерметаллидной G-фазы (силицида) (рис. 26).



Спектр №	Фаза	Содержание химических элементов, масс. %										
		Si	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	W	Mn	Mo	V	C
1	G	6,98	-	3,26	3,05	30,95	55,76	-	-	-	-	-
2	G	10,68	-	7,49	5,06	45,27	31,50	-	-	-	-	-
3	G	11,46	-	3,59	4,80	47,84	31,49	-	-	-	-	-
4	Cr _m C _n	-	-	83,41	5,10	1,49	-	1,87	-	-	-	8,13
5	γ	1,12	0,03	22,17	38,82	36,43	0,34	-	1,04	-	0,02	н.о.

Рис. 26 –Микроструктура (а, б) и химический состав (в) на участке разрушения образца сварного соединения сплава HP40NbTi после испытаний на длительную прочность при $870\text{ }^{\circ}\text{C}$

Полученные результаты анализа изломов образцов позволяют заключить, что разрушение сварного соединения происходит по механизму квазискола. Процесс разрушения начинается с образования микротрещин в хрупких частицах первичных эвтектических карбидов и вблизи частиц образований интерметаллидной G-фазы, образующейся при превращении карбида ниобия. В процессе дальнейшего нагружения происходит рост микротрещин по карбидной сетке вдоль границ зерен аустенита и образование магистральной трещины, которая развивается вдоль границ дендритных кристаллов.

Заключение

1. Микроструктура сварного соединения из сплава HP40NbTi , состоящая из участков основного металла, металла шва и зоны термического влияния, различается по морфологии, степени дисперсности, анизотропии эвтектики, степени химической неоднородности фаз и размерам карбидных включений. Наибольшей неоднородностью характеризуется структура сплава на участке зоны термического влияния, состоящая из мелкозернистой разнотернистой аустенитной матрицы с выраженной сегрегацией кремния и мелкими включениями интерметаллидной G-фазы.
2. Неоднородность структуры и фазового состава различных участков сварного соединения из сплава HP40NbTi не существенно влияет на кратковременные механические свойства, но приводит к снижению длительной прочности почти в 2 раза по сравнению с основным металлом.
3. При всех механических испытаниях разрушение сварного соединения происходит по механизму квазискола, при котором морфология поверхности разрушения является дендритной с характерными столбчатыми кристаллами и четко выраженным рельефом элементов дендритного строения структуры сплава. Процесс разрушения начинается

с образования микротрещин в хрупких частицах первичных эвтектических карбидов и вблизи частиц интерметаллидной G-фазы, образующейся при превращении карбида ниобия. В случае дальнейшего нагружения происходит рост микротрещин от включений G-фазы по карбидной сетке вдоль границ зерен аустенита и образование магистральной трещины, которая развивается вдоль границ дендритных зерен.

4. В процессе сварки сплава HP40NbTi продолжительности воздействия температурных полей достаточно, для начала формирования образований интерметаллидной G-фазы на участке зоны термического влияния сварного соединения. Наличие образований G-фазы в исходном состоянии на участках сварного соединения является неблагоприятным фактором в случае высокотемпературного нагружения, провоцирующим ускоренную деградацию структуры по сравнению с основным металлом, формирование зернограничных трещин, вызывающее разрушение элементов змеевиковых систем пиролизных установок. Таким образом, сварные соединения из сплава HP40NbTi змеевиковых систем печей пиролиза в процессе высокотемпературной эксплуатации, являются наиболее уязвимыми элементами конструкции.
5. Для завершения диссертационного исследования необходимо провести комплекс экспериментов с целью оценки влияния параметров сварки на температурно-временные условия формирования металла шва и зоны термического влияния сварных соединений сплава HP40NbTi .

Список работ, опубликованных по теме научно-квалификационной работы (диссертации)

Публикации в изданиях, рецензируемых ВАК

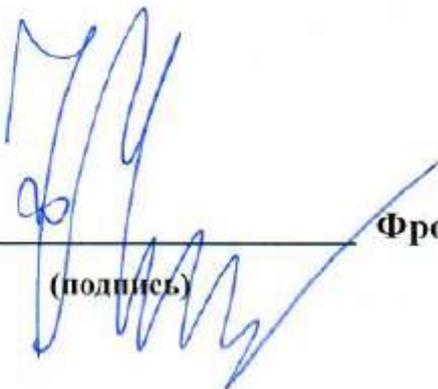
1. Фукс М.Д., Фролов М.А., Минякин Н.А. Влияние технологии регламентных работ на долговечность высокотемпературного оборудования из сплавов Х25Н35 // Заготовительные производства в машиностроении. 2019 г., №3, т.17, с. 130-136.
2. Фукс М.Д., Фролов М.А. Влияние фазового состава на жаростойкость конструкционных сплавов Fe-25Cr-35Ni // Заготовительные производства в машиностроении. 2019 г., №5, т.17, с. 227-232.
3. Фукс М.Д., Фролов М.А., Святышева Е.В., Цеменко А.В. Особенности микроструктуры сварных соединений жаропрочных аустенитных сплавов // Научно-технические ведомости СПбПУ. 2020 г., №2, т.26, с. 66-87.
4. Кондратьев С.Ю., Фролов М.А., Фукс М.Д., Святышева Е.В. Особенности строения трубного сварного соединения из сплава HP40NbTi // Материаловедение. Энергетика. 2020 г., т. 26, №3, с. 33-55.
5. Кондратьев С.Ю., Фукс М.Д., Фролов М.А., Петров С.Н. Анализ структуры, фазового состава и механических свойств трубного сварного соединения из жаропрочного сплава HP40NbTi // Металловедение и термическая обработка металлов. 2020 г., №11 (785), с. 21-31.
6. Фролов М.А., Фукс М.Д., Кондратьев С.Ю. Влияние структуры на эксплуатационные свойства сварного соединения из жаропрочного сплава Fe-25Cr-35Ni // Заготовительные производства в машиностроении, 2020 г. №5, т.18, с. 551-562.
7. Фукс М.Д., Фролов М.А., Цеменко А.В. Анализ структуры, фазового состава и механических свойств трубного сварного соединения из жаропрочного сплава HP40NbTi // Материаловедение. Энергетика. 2021 г., т. 27, №1, с. 51-73.

8. Кондратьев С.Ю., Беликова Ю.А., Фукс М.Д., Фролов М.А., Петров С.Н. Влияние G-фазы на характер разрушения сварного соединения из жаропрочного сплава HP40NbTi // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2022 г., №1 (799), с. 33-43.

Публикации в других изданиях

1. Фролов М.А., Святышева Е.В., Фукс М.Д., Кондратьев С.Ю. Анализ структуры сварного соединения центробежнолитых труб из жаропрочного сплава 45X25H33C2B2 [Текст] // *Сборник тезисов VI Всероссийского молодежного научного форума “OpenScience 2019”*, 13–15 ноября 2019 г., г. Гатчина, с. 140.
2. Фролов М.А., Беликова Ю.А., Фукс М.Д., Кондратьев С.Ю. Анализ структуры, фазового состава и механических свойств трубного сварного соединения из жаропрочного сплава HP40NbTi [Текст] // *Сборник тезисов международной конференции «СМПТТ-2021»*, 21-23 сентября 2021 г., г. Санкт-Петербург, с. 109-111.
3. Фролов М.А., Беликова Ю.А., Фукс М.Д., Кондратьев С.Ю. Анализ влияния изменения структуры и фазового состава при сварке на механические свойства трубного сварного соединения из жаропрочного сплава HP40NbTi [Текст] // *Сборник тезисов VIII Всероссийского молодежного научного форума “OpenScience 2021”*, 17–19 ноября 2021 г., г. Гатчина, с. 152.

Аспирант



(подпись)

Фролов Максим Алексеевич