СРАВНИТЕЛЬНАЯ МОРФОЛОГИЯ СФЕРОИДИЗИРОВАННОЙ ПЕРЛИТНОЙ СТАЛИ ОПТИЧЕСКИМ И ЭЛЕКТРОННО–МИКРОСКОПИЧЕСКИМ МЕТОДАМИ

В.В. ГЕРАСИМОВ

Казанский кооперативный институт

Исследовалась перлитная сталь 12Х1МФ с контрольного участка главного паропровода Казанской ТЭЦ-3 после выработки расчетного ресурса эксплуатации 100000 ч. Выполнен, с применением оптического микроскопа Неофет – 32 и многоцелевого растрового электронного микроскопа EVO – 50, сравнительный анализ морфологии поверхности стали. Показана возможность применения электронной микроскопии для оценки балла сфероидизации.

Ключевые слова: перлитная сталь, сфероидизация, микроструктура, оптический и электронно-микроскопические снимки.

Армирующие пластинки цементита в составе зерен перлита существенно повышают механические и эксплуатационные характеристики перлитных сталей. Пластичный перлит является нестабильной структурной составляющей. В процессе длительной эксплуатации элементов теплоэнергетических установок при повышенных рабочих температурах происходит сфероидизация цементита (рис. 1). Нестабильность пластинчатого перлита прежде всего обусловлена большим запасом свободной энергии пластинок, имеющих развитую поверхность. Наименьшей поверхностной энергией обладает шар, поэтому структурные составляющие металла стремятся принять сферическую форму. Сфероидизация существенно ускоряется с повышением температуры. Освобождающиеся при разложении перлита пластинки феррита сливаются с ферритными зернами.



Рис.1. Схема по стадийной сфероидизации цементита в зернах перлита в процессе длительной эксплуатации перлитной стали

Известно [1], что наиболее склонны к сфероидизации феррито-перлитные углеродистые стали. Введение в сталь 0,5 % молибдена тормозит сфероидизацию, но полностью исключить не может. Более высокой стабильностью перлитной фазы обладают стали, легированные сочетанием карбидообразующих элементов – хрома и ванадия.

Широко используемая в настоящее время в теплоэнергетике перлитная сталь 12Х1МФ с указанными карбидообразующими добавками отличается дешевизной благодаря относительно малым количествам дорогостоящих ванадия и молибдена.

© В.В. Герасимов Проблемы энергетики, 2015, № 7-8 Вместе с тем, она является достаточно жаропрочной, что обеспечивает возможность ее эксплуатации при 550...570 ⁰С до 100000ч. и более.

Ранее, в наших работах с О.В. Переверзевой [2–4], было показано, что при эксплуатации стали 12Х1МФ происходит закономерное снижение прочностных характеристик стали $\sigma_{\rm B}$ и $\sigma_{0,2}$. Сфероидизация значительно увеличивает скорость ползучести стали; на временное сопротивление влияет меньше, снижая ее на 10...15%. Относительное сужение и относительное удлинение повышаются. На ударной вязкости сфероидизация отражается слабо. Нам представилось целесообразным наряду с оптическим методом выполнить электронно-микроскопическое исследование морфологии металла и сопоставить полученные экспериментальные данные. Также выяснить возможность применения электронной микроскопии для оценки степени сфероидизации перлитной стали. Работ в доступной нам литературе не обнаружено.

Контроль сфероидизации на производстве в настоящее время осуществляется, практически, единственным способом – методом оптической микроскопии. Контроль является важной аналитической операцией: снимаются реплики, определяется балл сфероидизации по ОСТ 34-70-690-96 (приложение Е), по которому косвенно оценивают степень изношенности металла [5].

Цель работы: сопоставить морфологию оптическими и электронномикроскопическими методами. Выяснить возможность применения электронной микроскопии для оценки балла сфероидизации перлитной стали в процессе эксплуатации.

Исследовалась сфероидизированная перлитная сталь 12Х1МФ с контрольного участка главного паропровода Казанской ТЭЦ-3 после выработки расчетного ресурса эксплуатации 100000. Усредненный химический состав стали, определенный спектральным методом с помощью стилоскопа СЛ-13 в соответствии с РД 34.10.122-94, показан в таблице.

Таблица

Марка стали	Угле- род С (%)	Марга- нец Mn (%)	Крем- ний Si (%)	Фосфор Р (%)	Cepa S (%)	Ни- кель Ni (%)	Хром Cr (%)	Молиб- ден Мо (%)	Вана- дий V (%)
12X1MΦ	0,12	0,53	0,27	0,017	0,035	0,30	1,15	0,30	0, 25
Требования ТУ 14-3Р- 55-2001 к стали 12Х1МФ	0,10- 0,15	0,40- 0,70	0,17- 0,37	≤ 0,25	≤ 0,25	≤ 0,25	0,90- 1,20	0,25-0,35	0,15- 0,30

Химический состав стали 12Х1МФ

Экспериментальные данные в основном соответствуют требованиям технических условий. Однако по содержанию серы и никеля имеются определенные отклонения: по никелю превышение составляет 20%, по сере – 86%.

Исследование морфологии поверхности стали на оптическом уровне проводилось на микроскопе Неофот-32. Подготовка шлифов для металлографического анализа проводилась в соответствии с ОСТ 34-70-690-96. Образец металла подвергался травлению 4% раствором азотной кислоты с четырех- пятикратной переполировкой. Последнее травление производилось 2% раствором азотной кислоты.

Для детального исследования поверхности использовался многоцелевой растровый электронный микроскоп EVO-50 с диапазоном увеличений 5...1 000 000,

© Проблемы энергетики, 2015, № 7-8

снабженный рентгеновским спектрометром (*EDS/WDS*). При помощи вторичных и отраженных электронов регистрировалась морфология изучаемого объекта.

На рис.2 показана микроструктура стали на оптическом уровне соответственно при 100- и 500-кратных увеличениях с разрешением объекта 200 и 40 мкм.



Рис. 2. Оптическая микроструктура сфероидизированной перлитной стали 12X1МФ после 100000 часов эксплуатации Разрешение снимков: а) 200; и б) 40 мкм

На рис. 3 и 4 показаны соответствующие электронные изображения с разрешением объекта 100, 10, 2 мкм.





Рис.4. Электронно-микроскопические снимки сфероидизированной перлитной стали 12Х1МФ после 100000 часов эксплуатации Разрешение снимков 2 мкм

© Проблемы энергетики, 2015, № 7-8

На оптическом рис. 2 не обнаруживаются характерные легко узнаваемые перлитные (полосатые) структуры. А отчетливо обнаруживаются весьма утолщенные границы между зернами и крупные темные образования внутри самих зерен. И то, и другое в совокупности является отличительными и достаточными признаками сфероидизации (ОСТ 34-70-690-96). Физико–химические основы процесса следующие:

Перлит и бейнит претерпевают при эксплуатации существенные структурные изменения – распад под действием внешней нагрузки в области высоких температур. При 450...580 ⁰C армирующие пластинки цементита в зернах перлита дробятся и постепенно приобретают сферическую форму или приближаются к ней. Одновременно при сфероидизации происходит объединение мелких карбидов в более крупные. На границах зерен в местах сопряжения решеток появляется большое количество глобулярных карбидов. Там же располагаются в большом количестве дислокации и вакансии. На границы зерен диффундируют из массы металла атомы углерода, атомы легирующих элементов: хрома, молибдена, ванадия; также атомы примесных элементов: кремния, серы, марганца. Углерод диффундирует на границы зерен быстрее благодаря малым размерам атомов – 0,079 нм. Границы утолщаются и огрубляются.

Видно, что структура на оптических снимках (рис. 2) представлена лишь ферритными и карбидными зернами. Перлитные участки полностью распались. Обнаруживаются четко выраженные утолщенные границы между зернами. В объеме зерен – новообразования сфероидизированного цементита. Балл сфероидизации по шкале приложения Е ОСТ 34-70-690-96 был определен, как имеющий максимальное значение, – 6.

На рис. 3 и 4 показаны электронно-микроскопические снимки того же образца стали с разрешением объекта 100, 10 и 2 мкм. В последнем случае электронный луч фокусировался на пограничную область между зернами.

На всех четырех снимках морфология поверхности четко выражена. Обнаруживается характерная зернистая структура. На рис. 3 особо выделяются границы на стыке зерен. Однако на снимке с разрешением 100 мкм не проявляются признаки сфероидизации. Зато на снимке с разрешением 10 мкм обнаруживается весьма значительное концентрирование по границам зерен темных структурных образований сфероидизированного цементита. Картина сфероидизации четко выражена. На наш взгляд, обнаруженное концентрирование вряд ли целесообразно переводить количественно в баллы сфероидизации. Конечно, оценить балл сфероидизации возможно, если в каждом конкретном случае посчитать темные участкии перевести их в проценты.

Но более характерны, на наш взгляд, два снимка на рис. 4 с разрешением по 2 мкм. Электронный луч фокусировался на границу между зернами. Темные образования – область, богатая новообразованиями сфероидизированных карбидов, структурными дислокациями. Светлые образования – область, богатая ферритом. Мы полагаем, что, оценивая соотношение темной и светлой фаз, можно количественно оценить балл сфероидизации. В нашем случае это соотношение составляет (%) ~ 50: 50, что соответствует баллу сфероидизации - 6 по шкале приложения Е ОСТ 34-70-690-96. Правда в последнем случае имеется недостаток: не рассматриваются внутризерновые образования сфероидизированных карбидов.

В целом, используя разрешения микроскопа 10 и 2 мкм, считаем возможным применение техники электронной микроскопии для оценки балла сфероидизации и оценки остаточного ресурса металла.

Автор благодарит О.В. Переверзеву – ведущего инженера ООО «Энергопрогресс» и Ю.Н. Осина – директора Междисциплинарного центра аналитической микроскопии Казанского (Приволжского) федерального университета за содействие в работе.

Summary

Pearlite steel 12H1MF from the main steam line control meter run of Kazan CHP-3 after designed production life of 100,000 hours operation was investigated. The study was performed using an optical microscope Neofet - 32 and multi-scanning electron microscope EVO - 50 comparative analysis of the steel surface morphology. The possibility of electron microscopy using to evaluate the points of spheroidization is considered.

Keywords: pearlite steel 12H1MF, spheroidization, microstructure, optical and electron - micrographs.

Литература

1. Ибатуллин Б.Л. Металлы теплоэнергетических установок. Казань: Таткнигоиздат, 1995. 190 с.

2. Герасимов В. В. Анализ деградации перлитной теплоустойчивой стали 12Х1МФ при длительной эксплуатации в системах тепловых электрических станций // Технология металлов. 2013. № 11. С. 40-49.

3. Герасимов В.В., Переверзева О.В. Микроповреждаемость жаропрочной стали при длительной эксплуатации металла в системах элементов теплоэнергетических установок // Материаловедение. 2006. №4. С. 31 – 37.

4. Герасимов В.В., Переверзева О. В. Изменение структуры и механических характеристик жаропрочной стали при длительной эксплуатации в системах теплоэнергетических установок // Материаловедение. 2004. № 4. С. 39-44.

5. Минц И.И., Ходыкина Л.Е., Шульгина Н.Г. и др. Метод оценки микроповрежденности металла паропроводов с помощью пластиковых реплик // Теплоэнергетика. 1990. № 6. С. 61-63.

Поступила в редакцию

11 марта 2015 г.

Герасимов Виталий Викторович – д-р техн. наук, профессор Казанского кооперативного института Тел: 8(843)5644282, 89179369697. E-mail: viktorovich1941@ gmail.com.