

## ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ ПРИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОМ НАГРЕВЕ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ ПЛАСТИЧНОСТИ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ

А. В. ЗВЯГИНЦЕВА, инж., чл.-кор. НАН Украины К. А. ЮЩЕНКО, В. С. САВЧЕНКО, д-р техн. наук (Ин-т электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины)

Изучение высокотемпературной пластичности сплава IN 840 подтвердило наличие у него трех характерных температурных интервалов пластичности. Резкое падение пластичности наблюдается в узком температурном интервале. Оно происходит в результате плавления границ зерен с образованием на них жидких пленок в небольших объемах. Металлографические и фрактографические данные, полученные на сварных образцах, показали, что разрушение при высоких температурах происходит по границам зерен (дендритов), обогащенных легирующими элементами, и имеет одинаковую природу с разрушением основного металла при высоких температурах.

*Ключевые слова:* жаропрочные никелевые сплавы, высокотемпературная пластичность, механизм разрушения, температура «нулевой» пластичности, оплавление границ зерен, химическая неоднородность, обогащение границ, дендриты

Высокотемпературные испытания прочности и пластичности являются неотъемлемой частью исследований при изучении свариваемости и свойств сварных соединений металлов. Для наиболее точного определения корреляции данных, полученных при исследовании прочности и пластичности с опытом сварки, изучаются металлургические изменения, имеющие место во время высокотемпературных испытаний.

Высокотемпературная пластичность определяется путем имитации термоцикла нагрева и охлаждения металла, т. е. моделирования процессов в металле зоны термического влияния при сварке. Для этого в выбранном интервале температур термоцикла проводят испытания в целях определения характерных особенностей пластичности в зависимости от температуры нагрева. По результатам испытаний можно выделить четыре области изменения пластичности при высоких температурах (рис. 1):

*I* — пластичность постоянная с повышением температуры; температура достаточно низкая для активации процессов диффузии и упрочнения, поэтому пластичность в этой области не зависит от температуры [1];

*II* — пластичность падает при дальнейшем повышении температуры. В этом интервале при сохранении достаточно высокой энергии связи примесного атома с дислокациями повышается его подвижность, благодаря увеличению параметров диффузии. В результате транспортировки примесных атомов на границы зерен осуществляется межзеренное охрупчивание, а следовательно, падение высокотемпературной пластичности [2];

*III* — пластичность возрастает до очень высоких значений с последующим повышением температуры. Эта область начинается при преобладании про-

цесса разупрочнения над упрочнением для никелевых сплавов, т. е. рекристаллизации, за которую отвечают высокие напряжения и высокие температуры [1];

*IV* — очень быстрое падение пластичности при дальнейшем повышении температуры. В этой области находится температура «нулевой» пластичности и температура «нулевой» прочности, соответствующая примерно температуре солидуса и ликвидуса основного металла.

В интервалах температур областей *I–III* для металла со стабильно аустенитной структурой прочность падает плавно и имеет перегиб на границе интервалов областей *III* и *IV*. Этот перегиб совпадает с температурой падения пластичности.

Для исследователей особый интерес представляет область *IV*. Определением причин резкого падения пластичности занимались многие исследователи, однако однозначного мнения нет.

Так, в работе [3] в качестве исследуемого материала выбрали стабильно аустенитный металл IN 600. Образцы были испытаны на машине «Gle-

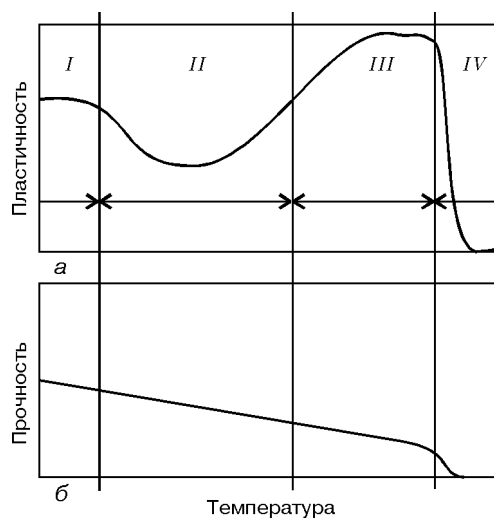


Рис. 1. Схема изменения пластичности (а) и прочности (б) стабильно аустенитных сталей в зависимости от температуры



eble». Для описания термоцикла проводили две серии испытаний: первая — при нагреве, вторая серия — при охлаждении. Точка нулевой прочности являлась максимальной температурой выдержки для испытуемых образцов на ветви охлаждения, имитируя сварочный цикл.

Микроструктурные наблюдения образцов, испытанных на ветви нагрева, показали присутствие зубчатых границ зерен, террасообразную поверхность излома, частичное изменение вида излома с вязкого на хрупкий, наличие сегрегированных выделений. Согласно представленной модели наличие этих изменений обусловлено частичным плавлением на границах зерен. Исследования, проведенные в работе на ветви охлаждения, показывают, что во время охлаждения образцов, предварительно нагретых до температуры твердожидкого состояния, область жидких границ зерен кристаллизуется в предпочтительном направлении  $\langle 111 \rangle$ , при этом растворенные примеси из приграничных зон диффундируют в образовавшуюся жидкость. Этот рост подтверждается наличием зубчатых границ зерен и террасоподобных структур поверхности.

Согласно данным статьи [4] падение пластичности связано с зачаточным плавлением на границах зерен, перегиб в прочности относится к образованию пленок критической толщины, и нулевая прочность свидетельствует о присутствии расплавленно-го объема в количестве нескольких процентов.

В работе [5] на примере никелевого сплава IN 738, подвергнутого трем различным видам термообработки, изучали изменение микроструктуры в процессе моделирования сварочного термоцикла на установке «Gleeble» и связь изменений в микроструктуре с потерей пластичности. Установлено, что рост зерна, рекристаллизация и растворение примесей не влияет на потерю пластичности.

Были исследованы образцы, подвергнутые трем различным видам термообработки: состояние поставки, подвергнутые старению, обработанные на твердый раствор. Все структуры показали ликвацию границ выше температуры нулевой пластичности. По данным испытаний на ветви охлаждения было определено, что пластичность оставалась низкой от максимальной температуры до температуры, примерно равной температуре нулевой пластичности, полученной на ветви нагрева. Данные испытаний показывают, что при температуре начала плавления микроструктура всех трех видов термообработок формировала межзеренную жидкость одинаково.

Проблема адекватного определения пластических свойств при высоких температурах рассмотрена также в работе [6]. Испытания проводили на оборудовании, где индукционная катушка помещалась вокруг образца, подготовленного для испытаний, что позволяло расплавить часть испытуемого образца. Расплавленный металл удерживался на месте силами поверхностного натяжения. Термопара помещалась внутрь образца и была защищена от него керамическим покрытием. Все испытания на растяжение, как и в выше указанных случаях, показали существенное падение удлинения в узком температурном интервале. Прочность выше минимальной температуры падения пластичности авторы статьи

объясняют наличием капиллярных сил от тонких пленок, соединяющих кристаллы. Благодаря тонкому слою жидкости между твердыми частями излом в интервале температур падения пластичности выглядит местами гладким и зубчатым.

Анализ опубликованных данных показывает, что большинство используемых критериев для прогнозирования поведения металла при сварке основывается на механических характеристиках (относительное сужение и/или прочность), а в интерпретации микроструктурных особенностей не существует достаточной ясности.

Представляло интерес исследование по уточнению условий падения пластичности в узком температурном интервале и их взаимосвязь с микроструктурными изменениями в процессе моделирования сварочного цикла. В данной статье использовались образцы из никелевого сплава IN 840, массовое содержание основных и примесных элементов которого следующее, %: С 0,025; Мп 0,39; Fe 8,04; Cr 20,15; Ni 18,91; Ti 0,42; Al 0,40; Mo 0,11; N 0,016; O 0,003; Ca 0,001; S 0,002; P 0,0084; Si 0,63.

Испытания проводили на установке «Ала-Тоо» типа «Geeble» в интервале температур 20... 1380 °С в рабочей вакуумной камере при остаточном давлении  $6,6 \cdot 10^{-4}$  Па. Образцы нагревали радиационным способом с помощью танталового нагревателя. Регулировку и поддержание температуры осуществляли автоматическим потенциометром с использованием платино-платинородиевой термопары, привариваемой конденсаторной сваркой к рабочей части каждого образца. После достижения выбранной температуры и выдержки в течение нескольких минут образцы разрывали со скоростью  $1,83 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup>.

В качестве критерия оценки пластических свойств применяли характеристику пластичности — относительное сужение  $\psi$ , которую определяли по формуле

$$\psi = \frac{l - l_0}{l_0} 100\%,$$

где  $l_0$ ,  $l$  — толщина образца соответственно до и после испытания.

Распределение элементов в сварных швах и фрактографические исследования проводили с помощью растрового электронного микроскопа «Джеол» тип YSM T-200 (Япония) и микроанализатора Camebax тип SX50 (Франция).

Травление шлифов для металлографических исследований проводили на установке ВУП-4 путем вакуумного ионного травления.

Поведение металла в твердожидком состоянии и оценку свариваемости изучали по методу Varest- raint test, обеспечивающему динамическое деформирование сварного соединения. Учитывая незначительную толщину исследуемых материалов, небольшого меньшую толщины пластин, рекомендованных для исследуемых по методу Varest- raint test, готовили сварной образец из нержавеющей стали типа 08X17T, толщиной 3 мм с приваренной лентой исследуемого состава. Сварку во время испытаний проводили методом GTAW на токе 70 А и скорости 0,6 м/мин. Испытание заключалось в деформиро-

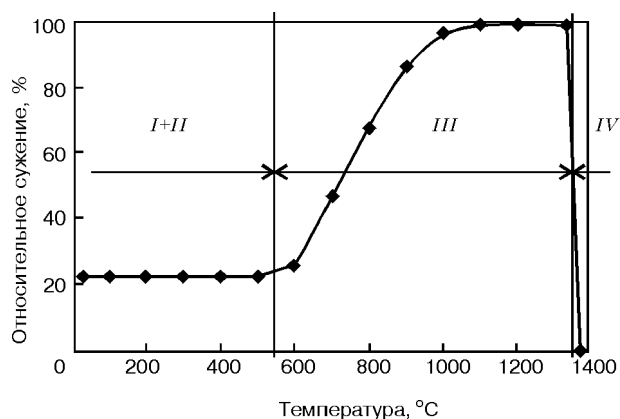


Рис. 2. Зависимость относительного сужения от температуры испытания для сплава IN 840

вании металла шва путем изгиба на серии оправок с различным радиусом. Время деформации 0,04 с. В момент деформации сварка не прекращается, а продолжалась еще некоторое время.

По результатам испытаний высокотемпературной пластичности был построен график (рис. 2). Условно кривую можно разделить на три области:

*I + II* — от комнатной температуры до 700 °С, в которой относительное удлинение возрастает незначительно;

*III* — от температуры 700 до 1340 °С, где относительное удлинение резко возрастает;

*IV* — свыше 1340 °С относительное удлинение падает очень быстро до нуля.

Для изучения процессов, происходящих в материале в момент существенного падения удлинения в узком температурном интервале, с помощью сканирующего электронного микроскопа были исследованы поверхности излома образцов, испытанных при температурах, наиболее близких к условной границе между *III* и *IV* областями на кривой пластичности. Результаты показали, что поверхность излома образца из области *III*, испытанного при температуре 1340 °С, имеет вид, характерный для вязкого разрушения (рис. 3, б). На нем видна ячеистая структура поверхности излома, сопровождающая процесс деформации. В этом случае температура еще не достигает значений, при которых начинается оплавление границ зерен, трещина распространяется по телу зерна, а не по его границам.

Образец из области *IV* испытывали при температуре 1380 °С. На рис. 3, в видны утолщенные границы по сравнению с границами образца из области *III* (рис. 3, а), появление которых связано с началом плавления. Излом (рис. 3, д) выглядит гладким, межзеренным. Наличие характерных фрагментов кристаллизации на поверхности излома также свидетельствует о начале оплавления, совпадающим с потерей пластичности. Такое изменение поверхности разрушения можно объяснить следующим образом: небольшие надрывы образуются на границе соседних зерен, повышают локальные напряжения, провоцируя образование локальных разрушений. В этих условиях трещина распространяется по границам зерен, связанных «мостиком» расплавленной жидкости, которая образовалась между кристаллами.

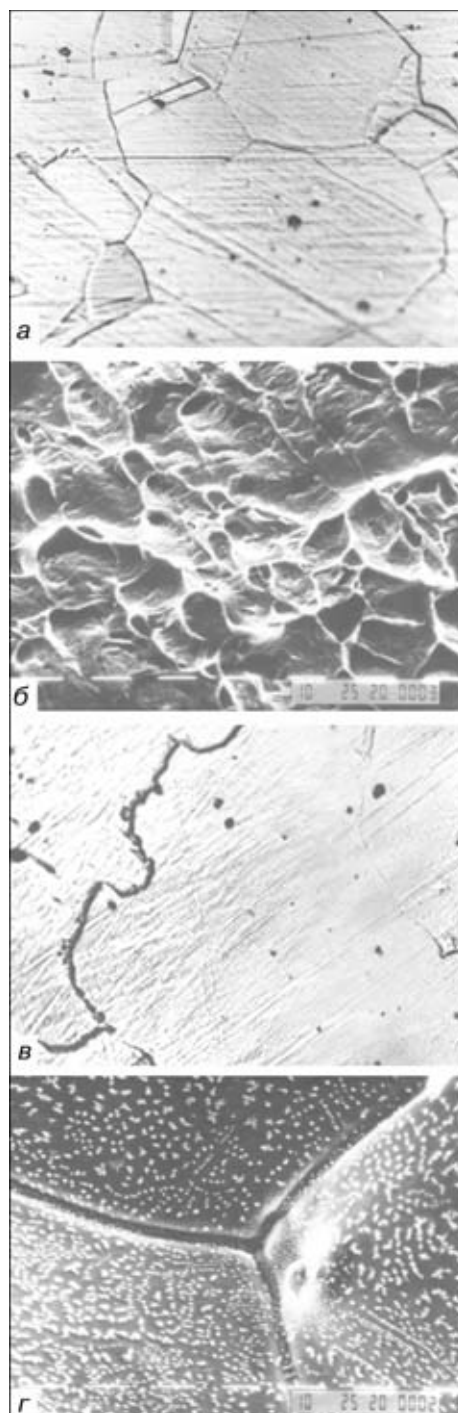


Рис. 3. Микроструктура (а, б,  $\times 400$ ) и фрактография поверхности сплава (б, г,  $\times 500$ ) IN 840 при температуре испытания 1340 (а, б), 1380 °С (в, г)

Данные энергодисперсионного анализа поверхности разрушения показали, что при хрупком разрушении на поверхности излома увеличивается количество соединений серы, алюминия и титана (рис. 4). Эти соединения способствуют началу оплавления по границам зерен, являясь одной из причин падения пластичности.

Поверхность разрушения титаном, серой и алюминием обогащается по нескольким причинам: данные элементы, обладая высокими параметрами диффузии ( $Q$  — энергия активации, Дж·моль<sup>-1</sup> и  $D_0$  — коэффициент диффузии см<sup>2</sup>·с<sup>-1</sup>) и имея при этом

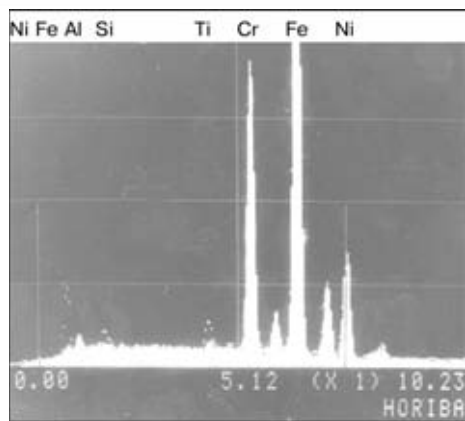


Рис. 4. Качественный энергодисперсный анализ поверхности разрушения образцов из сплава IN 840

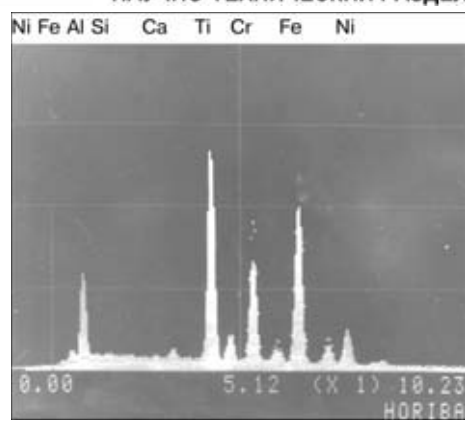


Рис. 6. Локальный химический состав зоны обогащения на поверхности горячей трещины в швах IN 840

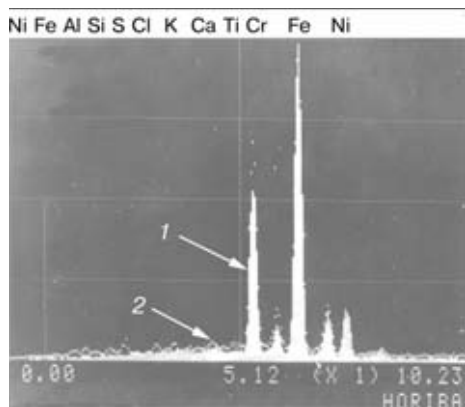


Рис. 5. Химический состав первичной оси дендрита в центральной части поверхности шва IN 840 (кривая 1) с совмещенной кривой 2 состава междендритных участков

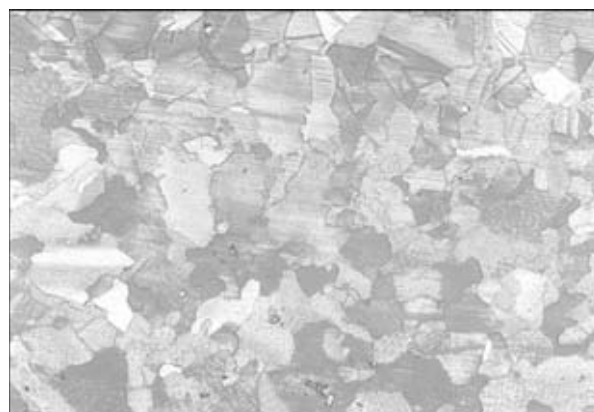


Рис. 7. Микроструктура соединения стали IN 840 (X200, уменьш. 2/5)

ограниченную растворимость в матрице, диффундируют на границы зерен и скапливаются там [2]. Температура оплавления обогащенных этими элементами границ более низкая по сравнению с температурой плавления тела зерна. После появления жидких участков на границах зерен наличие разности в коэффициентах растворимости в твердом и жидком состояниях таких элементов, как алюминий, титан, сера, способствует дальнейшему скоплению указанных элементов в жидкой фазе по границам, в то время как тело зерна находится еще в твердом состоянии.

Таким образом, изучение высокотемпературной пластичности жаропрочных сплавов с помощью установки «Ала-Тоо» подтвердило наличие трех характерных температурных интервалов пластичности.

Наши данные по изучению поверхности излома показали, что падение пластичности в узком температурном интервале происходит в результате плавления на границах зерен и образования на них жидких пленок в небольших объемах, увеличение объема жидкой фазы приводит к падению прочности до нуля.

При испытании на установке Vastrestraint test показано, что металл шва, примыкающий к жидкой ванне и находящийся в твердожидком состоянии, склонен к образованию поперечных горячих трещин.

Исследование элементного состава поверхности в районе центра шва с использованием энергодисперсионного анализатора сканирующего микроско-

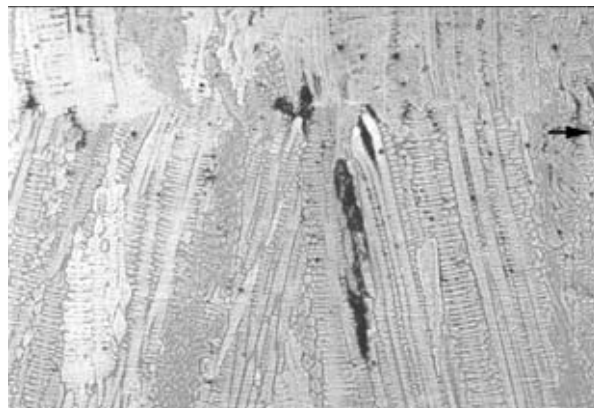


Рис. 8. Горячие трещины в швах стали IN 840 (X200, уменьш. 2/5)

па «Джеол» показало наличие химической неоднородности в структуре. При этом обнаружено обогащение междендритных зон такими элементами, как алюминий, кремний, сера, калий, кальций (рис. 5). Фрактограммы раскрытой трещины позволили обнаружить в приповерхностном слое зону обогащения, имеющую признаки хрупкого разрушения. Элементный состав поверхности этого участка с использованием энергодисперсионного анализа показал обогащение поверхности кремнием, особенно титаном (рис. 6). Оптическая металлография подтвердила развитие межзеренной и междендритной неоднородности структуры (рис. 7), возникшей благодаря процессу ликвации при кристаллизации металла шва. Об этом можно судить по изменению

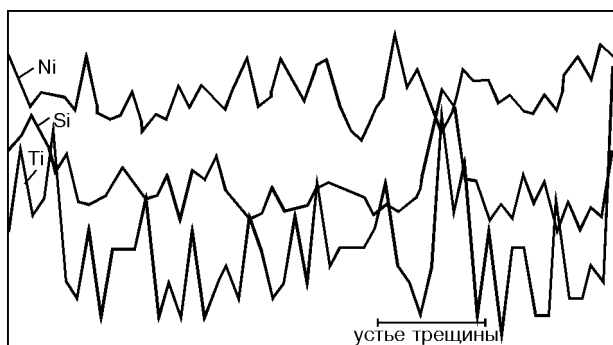


Рис. 9. Данные измерения химической неоднородности в зоне трещины, обозначенной на рис. 8 стрелкой

цветовой гаммы структурных составляющих металла. Характер распространения трещины, исследованный с помощью оптической металлографии, приведен на рис. 8. Можно утверждать, что горячие трещины располагаются по зонам междендритного обогащения. Подтверждением чему служит измерение химической неоднородности в зоне трещины, обозначенной стрелкой на рис. 8. Исследования проводили на анализаторе «Самбах» по элементам титана и кремния, обогащающим междендритные зоны в соответствии с данными энергодисперсионного анализа. Результаты измерений места указанной стрелкой на рис. 8, представлены на рис. 9. Анализ подтверждает обогащение указанного участка титаном, кремнием, никелем.

Таким образом, металлографические и фрактографические данные, полученные с помощью Varestraint test на сварных образцах, коррелируют с данными, полученными на «Ала-Тоо» для основного металла, и свидетельствуют о том, что разрушение при высоких температурах происходит по границам зерен (дендритов), обогащенным легирующими элементами.

Investigation of high-temperature ductility of alloy IN 840 using the ALA-TOO and Varestraint-Test installations proved the presence of three characteristic temperature ductility ranges in the alloy. A dramatic drop in ductility is observed in a narrow temperature range. It results from melting of the grain boundaries to form liquid films in small volumes on these boundaries. Metallography and fractography data obtained on welded samples showed that fracture at high temperatures occurred along the grain boundaries (dendrites) rich in alloying elements and had a nature similar to that of fracture of the base metal at high temperatures.

## Выводы

1. Изучение высокотемпературной пластичности жаропрочных сплавов с помощью установки «Ала-Тоо» на примере для никелевого сплава IN 840 подтвердило наличие трех температурных интервалов пластичности, а также резкое падение пластичности в узком температурном интервале, которое происходит за счет подплавления границ зерен с образованием на них жидких пленок в небольших объемах, приводящих к смене механизма разрушения.

2. Разрушение сварных образцов никелевого сплава при высоких температурах происходит по границам зерен (дендритов), обогащенным легирующими элементами, и имеет одинаковую природу с разрушением основного металла при высоких температурах.

3. Поведение сплава IN 840 при охлаждении от температур твердожидкого состояния, а также поведение границ зерен при затвердевании и в процессе резкого изменения прочности и пластичности требует дополнительных исследований.

1. *Суперсплавы II*: В 2 кн. / Под ред. Ч. Г. Симса, Н. С. Столофа, У. К. Харгеля, пер. с англ. под ред. Р. Е. Шилина. — М.: Металлургия, 1995. — 384 с.
2. Савченко В. С., Ющенко К. А. Механизм образования и пути предотвращения подваликовых трещин при сварке аустенитных сталей // Автомат. сварка. — 1993. — № 2. — С. 8–11.
3. Weiss B., Krotke G. E., Stickler R. Physical metallurgy of hot ductility testing // Welding Research Suppl. — 1970. — 49, № 10. — P. 471.
4. Lee C.H., Lundin C. D. Relationship between hot ductility behavior and microstructural changes in TP347 stainless steel // Welding J. — 1998. — № 1. — P. 29–37.
5. Thompson R. G., Genculu S. Microstructural evolution of the HAZ of INCONEL 718 and correlation with the hot ductility test // Ibid. — 1983. — 62, № 12. — P. 337–345.
6. Bo R. An investigation of the hot ductility of steels by performing tensile test on «in situ solidified» samples // Scand. J. of Met. — 1983. — № 12. — P. 51–66.

Поступила в редакцию 23.05.2000