

МЕТАЛОГРАФСКА ТЕХНИКА ЗА ПРОЯВЯВАНЕ НА МИКРОСТРУКТУРАТА НА СТОМАНА
12X1MФ, ИЗПОЛЗВАНА В ТОПЛОЕЛЕКТРИЧЕСКИТЕ ЦЕНТРАЛИ

Mihaylov, A.

Faculty of Machine Technology, Technical University – Sofia, Bulgaria

Abstract: The assessment of the microstructure of the material has a significant part in determining the state of the metal and the residual resource of superheaters tubes in thermal power plants. The credibility of the assessment of microstructure depends on the quality of preparation and etching of the surface. Examined is the possibility of etching of steel 12Cr1MoV with etchant based on Marshall's reagent and is described a method of surface preparation.

KEYWORDS: METALLOGRAPHY, ETCHANT, SUPERHEATERS, SPHEROIDIZATION; CARBIDES, 12X1MФ, MICROSTRUCTURES

1. Въведение

Продължителната експлоатация на съоръженията в топлотехническата част на електрическите централи е свързана с повишен риск от аварии, поради деградиране на свойствата на материала. Стремещт за още по-продължителната им експлоатация, над проектния ресурс, допълнително увеличава риска. В условията на висока температура и налягане протичат процеси на пълзене, корозия, ерозия, промяна на карбидната фаза, обезвъглеродяване по повърхността и др. Състоянието на метала е обект на входящ и периодичен контрол, регламентиран в нормативните документи [1,2].

Установяването на състоянието на метала е свързано с комплексно изследване, включващо редица изпитвания [3]. Наблюдението и анализирането на микроструктурата на метала е обективен начин за определяне на състоянието и прогнозиране на свойствата му. На база на микроструктурата на метала се извършват стандартизирани изпитвания при входящ контрол за определяне на номера на зърното, замърсеност на метала с неметални включвания, оценка на ивичността, видманщегенов характер на структурата, количествено съотношение между фазите и др. За стомана 12X1MФ се извършва контрол за правилното провеждане на термичната обработка чрез сравняване на микроструктурата с деветобална скала [3].

В процеса на експлоатация, за оценка на деградирането на материала, се контролира степента на сфероидизация на карбидната фаза за стомана 12X1MФ по сравнителна скала [4,5]. На базата на текущото състояние на метала при периодичния контрол се взема решение за ресурса на метала на съоръженията при конкретните условия на работа, което е в пряка зависимост от обективността на контрола. Достоверността на контрола на микроструктурата се обуславя от опита и знанията на оценяващия от една страна, и зависи от

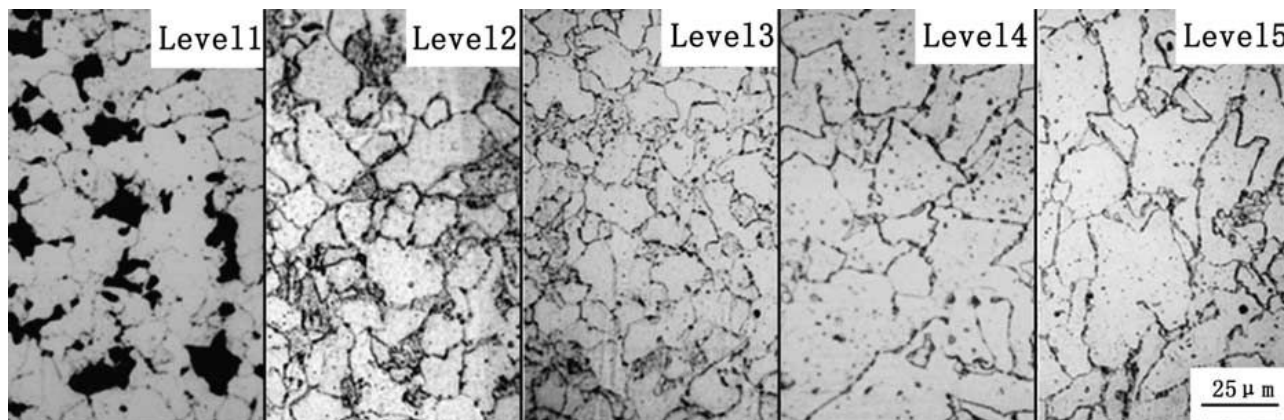
качеството на подготовка и проявяване на изследваната повърхност, от друга страна. Металографската подготовката на изследваната повърхност и оценката на структурата може да се осъществи от един и същи човек. По-често металографската подготовка се извършва от по-ниско квалифициран персонал, а оценката на структурата – от персонал с нужната квалификация. Ето защо от първостепенна важност за повишаване на обективността и достоверността от контрола на микроструктурата е качествената обработка и проявяване на изследваната повърхност.

Обект на изследването са тръбни образци от паропрегреватели на ТЕЦ, с диаметър 32 mm и дебелина на стената 4 mm, от стомана 12X1MФ с химически състав [3] C: 0.08–0.15, Cr: 0.90–1.20, Mo: 0.25–0.35, V: 0.10–0.35, P: ≤0.035, S: ≤0.035, Si: 0.17–0.37, Mn: 0.40–0.70 тегл. %.

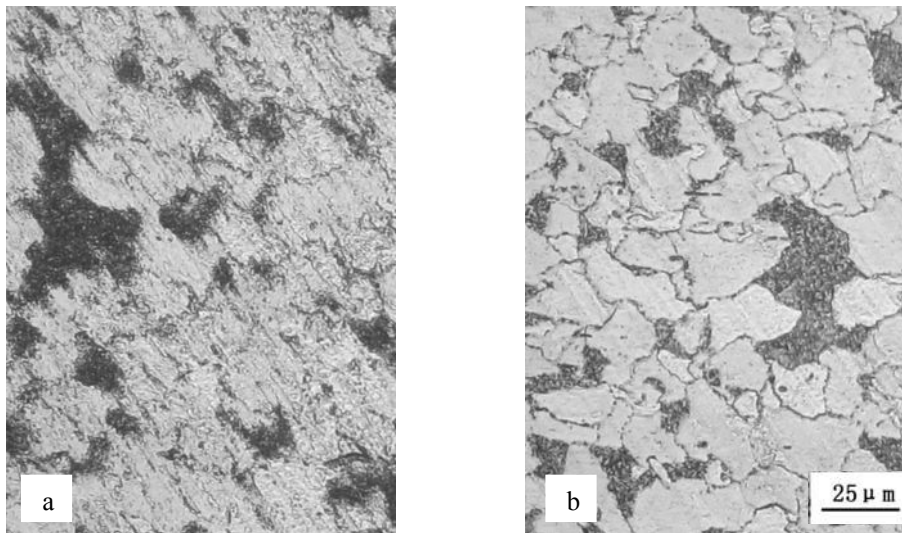
Показани са микроструктури при третиране с реактив, разработен на основата на реактива на Маршал [6] и е посочена последователността на металографската подготовка на повърхнината. Сравнени са изображения на микроструктурата след препоръчителната обработка с нитал по нормативните документи [3,4,5] и след подготовка и третиране с предложени реактив.

2. Скали за оценка на микроструктурата на стомана 12X1MФ

Един от основните критерии при определяне състоянието на метала на стомана 12X1MФ и остатъчния ѝ ресурс е степента на сфероидизация на карбидната фаза. За оценката ѝ в нормативните документи са въведени скали за визуално сравнение [4, 5]. На фиг.1 е показана скала за определяне на степента на сфероидизация, съгласно стандарт за оценка на сфероидизацията на карбидната фаза за стомана 12X1MФ, използвана в електрическите централи [4].



Фиг.1 Степени на сфероидизация на карбидната фаза на стомана 12X1MФ



Фиг. 2 Резултати от проявяването на микроструктурата с нитал

Определени са пет степени (нива) на сфероидизация: ниво 1 се отнася за структура без сфероидизация; ниво 2 показва начален етап на сфероидизация; ниво 3 определя средна степен на сфероидизация; ниво 4 – напреднал етап на сфероидизация; ниво 5 – пълна сфероидизация.

Както е известно, съществува корелация между деградирането на микроструктурата и механичните свойства. Връзката между якостта на опън R_m и степента на сфероидизация E [4] е $R_m = 608,04 - 28,13E$.

3. Проявяване на микроструктурата на стомана 12X1MФ

За проявяване на микроструктурата на стомана 12X1MФ предписваните реактиви в нормативните документи [4, 5] са:

- 4 g пикринова киселина в 100 mL етанол или метанол (пикрал);
- 1-5 mL HNO_3 в 100 mL етанол или метанол (нитал);
- 10 g пикринова киселина, 5 капки HCl к-на, 100 mL етанол (супер пикрал).

Това са реактиви за проявяване на общият характер на микроструктурата за въглеродни и нисколегирани стомани.

Най-често използваният реактив в практиката е 2-4% разтвор на нитал. Реактивът се нанася върху повърхността в продължение на 10-20 секунди след шлифоване до шкурка P800 или P1000 и щателно полиране. Постигнатият резултат не е добър, както може да се види на фиг.2а за образец с начален етап на сфероидизация на карбидната фаза. След повторно

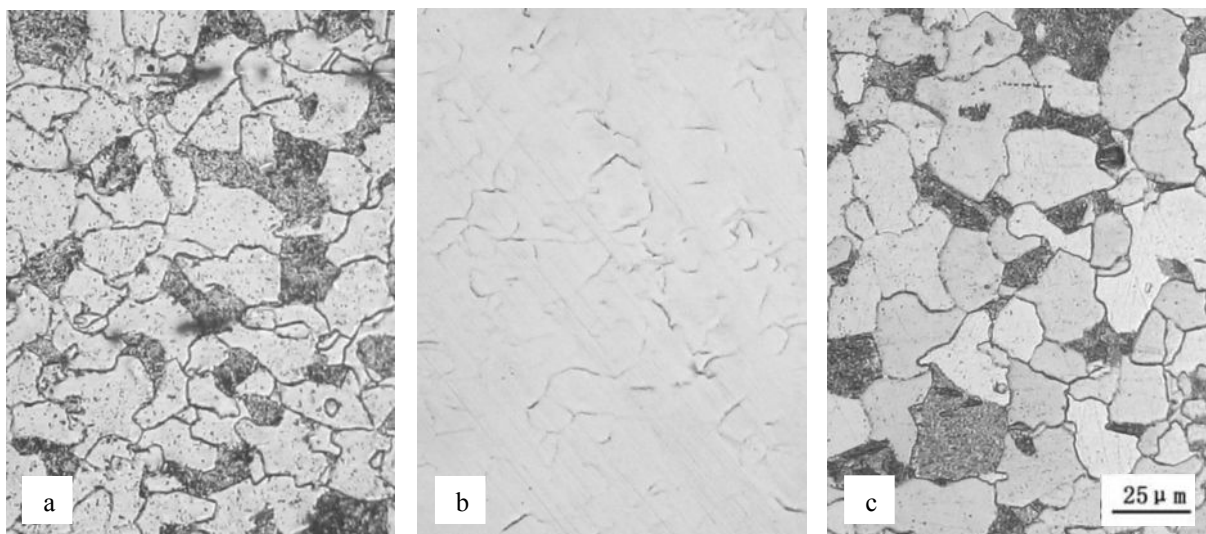
полиране и проявяване в 2 % нитал резултатът е по-добър, като е видно по-доброто очертаване на карбидната фаза и границите на зърната (фиг.2b). С нарастване степента на сфероидизация на карбидната фаза, проявяването на микроструктурата става още по-трудно. Най-голяма трудност предизвиква, а и отнема най-много време, етапа на полиране. Особено това важи при металография на място, за снемане на отпечатък.

В обобщение може да се каже, че при проявяването с нитал се изисква продължително полиране, като най-често се налага след проявяването да се преполيرا повърхността и да се допрояви, без това да е гаранция за постигане на необходимото качество.

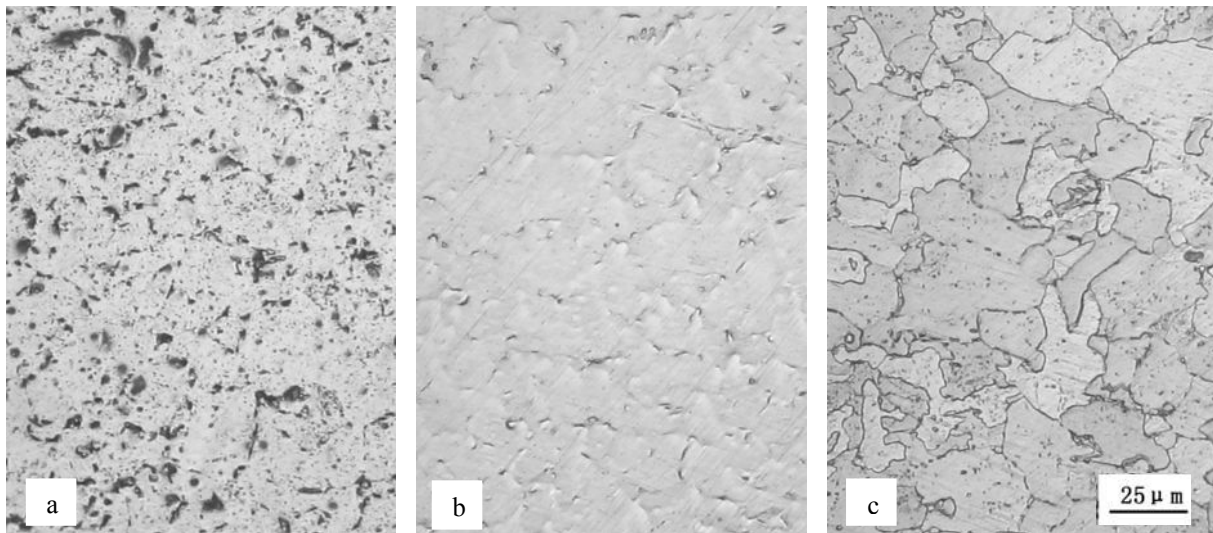
4. Металографска техника за проявяване на стомана 12X1MФ с реактив на базата на реагента на Маршал

В настоящата работа е предложен режим за металографска подготовка и реактив, разработен на базата на реактива на Маршал [6], за проявяване на структурата на стомана 12X1MФ. Според [6] реактивът на Маршал се използва за проявяване на въглеродни и нисколегирани стомани, като добре очертава границите на зърната, оцветява цементита и атакува включванията. Съдържанието му е:

- 5 mL H_2SO_4 (концентрирана)
- 8 g оксалова киселина в 100 mL вода
- 100 mL 30% H_2O_2



Фиг. 3 Етапи при проявяване на образец с начален етап на сфероидизация на карбидната фаза



Фиг. 4 Етапи при проявяване на образец с напреднал етап на сфероидизация на карбидната фаза

Чрез промяна на съотношението на компонентите може да се повиши окислителната способност на реактива и той да се използва и за химическо полиране на подготвяната повърхност.

Опитно е установен следният оптимален състав:

- 2 mL H₂SO₄ (концентрирана)
- 8 g оксалова киселина в 100 mL вода
- 140 mL 30% H₂O₂

Режимът на подготовка на повърхнината е следният:

- шлифоване на водни шкурки, като шлифоването може да приключи на шкурка P600, но е желателно да се завърши на шкурка P800 или P1000;
- химично полиране в продължение на няколко секунди с посочения реактив;
- кратковременно полиране за около 20-40 секунди;
- допроявяване в нитал до постигане на нужното качество на проявяване.

На фиг.3 са илюстрирани резултатите след всяка от горе изброените стъпки за същият за образец, за който са илюстрирани резултатите на фиг.2 от проявяването с нитал.

С химичното полиране се осъществява и едновременно проявяване на повърхността (фиг.3а). Както се вижда, може да се получи удовлетворителен резултат дори само след този етап, но обикновено е трудно да се прецени времето на въздействие с реактива, поради което най-често се получава препроявяване. Поради агресивното атакуване на карбидите и неметалните включвания от реактива, се получава значителен релеф и е затруднено фокусирането на изображението при наблюдение под микроскоп. Затова е най-добре да се премине към следващо полиране, целящо да заравни в голяма степен получения релеф (фиг.3б). Полирането е кратковременно, от 20 до 40 s., като зависи от степенята на проявяване. Окончателният етап се състои в допроявяване в 2% разтвор на нитал в продължение на 10-15 s. Резултатът, показан на фиг.3с, може да бъде сравнен с този от фиг.2б.

На фиг.4 са илюстрирани същите етапи на подготовка на повърхнината за образец от стомана 12X1МФ с напреднал етап на сфероидизация на карбидната фаза. Тук необходимото качество се получава единствено след последния етап – допроявяване в нитал.

5. Заключение

Предложеният реактив и режим за металографска подготовка осигурява много добро проявяване на стомана 12X1МФ. Сравнението с препоръчителните режими при проявяване с нитал показва по-добро очертаване на карбидната фаза и границите на зърната.

Разгледаната металографска техника може успешно да се прилага и за проявяване на други марки въглеродни и нисколегирани стомани.

Съществени предимства на предложения реактив и последователност на обработка са:

- значително съкращаване на общото време за подготовка на повърхнината, в сравнение с проявяването с нитал, при запазване на качеството на проявяване, като в повечето случаи се постига дори по-добро проявяване;
- драстично намаляване на времето за механичното полиране (до 20 пъти), благодарение на факта че реактива служи и за химично полиране на повърхността;
- значително улесняване на процеса при провеждане на металография на място за снемане на отпечатък;
- намаляване на разходите за най-скъпия консуматив – полировъчните пасти;
- полученият релеф при проявяването е по-отчетлив, което е предимство по отношение на качеството на снетия отпечатък при металография на място.

Литература

1. Наредба за устройството, безопасната експлоатация и техническия надзор на съоръжения под налягане, приета с ПМС № 164 от 7.07.2008 г.
2. Инструкция за контрол на метала и оценка на техническото състояние на елементи и системи от котли, турбини и тръбопроводи в ТЕЦ (НЕК, 1996г.)
3. ТУ 14-3-460-2003, Трубы стальные бесшовные для паровых котлов и трубопроводов
4. DL/T 773-2001, Spheroidization evaluation standard of 12Cr1MoV steel used in power plant, 2002
5. ОСТ 34-70-690-96. Металл паросилового оборудования электростанций. Методы металлографического анализа в условиях эксплуатации.
6. ASM Handbook, Volume 9, Metallography and Microstructures