

Grzegorz Golański  
Izabela Pietryka  
Jacek Słania  
Joanna Jasak  
Paweł Urbańczyk

# Mikrostruktura i właściwości mechaniczne złącza spawanego stali 12HMF po długotrwałej eksploatacji

Microstructure and mechanical properties of welded joint of 12HMF steel after long-term service

## Streszczenie

W pracy przedstawiono wyniki badań mikrostruktury i właściwości mechanicznych złącza spawanego stali 12HMF. Badany materiał pobrany został z rurociągu z obwodowym złączem spawanym po długotrwałej eksploatacji w temperaturze 490°C, ciśnieniu pary 8 MPa i czasie pracy 419 988 godzin. Przeprowadzone badania wykazały, że materiał rodzimy (stal 12HMF) charakteryzuje się po eksploatacji typową dla tego gatunku stali mikrostrukturą ferrytyczno-bainityczną z dominującym udziałem ferrytu quasipolygonalnego. W spoinie obserwowano mikrostrukturę bainityczną z pojedynczymi ziarnami ferrytu, natomiast mikrostruktura strefy wpływu ciepła była zróżnicowana: od bainitycznej w pobliżu linii wtopienia do drobnoziarnistej ferrytyczno-bainitycznej. Badania właściwości mechanicznych wykazały, że materiał rodzimy i spoina charakteryzowały się bardzo niską udurownością KV. Materiał rodzimy charakteryzował się również niższą od wymaganego minimum granicą plastyczności. Przeprowadzone badania wskazują, że główną przyczyną degradacji mikrostruktury badanego złącza były: wydzielenie i koagulacja węglików  $M_2C$ , powstawanie stref przygranicznych zubożonych w wydzielenia oraz segregacja fosforu do granic ziaren.

**Słowa kluczowe:** złącze spawane, mikrostruktura, wydzielenia węglików

## Abstract

The paper presents the results of research on the microstructure and mechanical properties of a welded joint after long-term service. The investigated material was taken from a pipeline with circumferential welded joint after 419 988 h of service at the temperature of 490°C and steam pressure of 8 MPa. Performed research has shown that the native material (12HMF steel) after service is characterized by a typical microstructure for this grade of steel, i.e. ferritic-bainitic microstructure with dominant amount of quasipolygonal ferrite. In the weld, however, a bainitic microstructure with single grains of ferrite was observed. Whilst the microstructure of the heat-affected zone was diverse: from the bainitic one near the line of fusion, to the fine-grained ferritic-bainitic one. The investigation of the properties has proved that the native material and the weld are characterized by very low impact strength KV. The native material was also characterized by the yield strength lower than the required minimum. Performed tests also show that the main causes of degradation of the microstructure of the examined joint were: precipitation and coagulation of  $M_2C$  carbides, formation of precipitate depleted zones near the boundaries and segregation of phosphorus to grain boundaries.

**Keywords:** welded joint, microstructure, precipitation of carbides

Dr hab. inż. Grzegorz Golański; dr hab. inż. Jacek Słania, prof. PCz; mgr inż. Joanna Jasak – Politechnika Częstochowska; dr inż. Izabela Pietryka – Politechnika Krakowska; mgr inż. Paweł Urbańczyk – UDT, Dąbrowa Górnicza.

*Autor korespondencyjny/Corresponding author: [grisza@wip.pcz.pl](mailto:grisza@wip.pcz.pl)*

## Wstęp

Niskostopowe stale CrMoV przeznaczone do pracy w temperaturze podwyższonej należały do podstawowych materiałów konstrukcyjnych stosowanych w budowie urządzeń energetycznych m.in. na rurociągi główne pary świeżej i pary wtórnie przegrzanej. Długotrwała eksploatacja stali w podwyższonej temperaturze w warunkach pełzania przez szereg zmian zachodzących w mikrostrukturze prowadzi do jej degradacji przyczyniając się do obniżenia właściwości użytkowych, co w konsekwencji może skutkować zniszczeniem elementów czy też konstrukcji [1, 2]. Stąd też niezwykle ważnym zagadnieniem jest przeprowadzenie rzetelnych i kompleksowych badań diagnostycznych mających na celu ocenę stanu elementów konstrukcyjnych, tym bardziej że krajowy system elektroenergetyczny jest w znacznej mierze wyeksploatowany, a ponad 90% bloków energetycznych przekroczyła obliczeniowy czas pracy wynoszący nie tylko 100 000 h, ale również 200 000 h [3÷5]. Badania diagnostyczne można prowadzić z wykorzystaniem metod nieniszczących lub/i niszczących na pobranych do badań reprezentatywnych wycinkach elementów urządzeń ciśnieniowych. Uzyskane wyniki badań na danym etapie eksploatacji pozwalają na podstawie analizy obrazów mikrostruktury, morfologii wydzieleni oraz właściwości mechanicznych określić tzw. stopień wyczerpania materiału [3, 5]. Niezbędnym w tym celu jest budowanie i poszerzanie bazy danych i charakterystyk materiałowych zarówno materiałów stosowanych w energetyce, jak i ich złączy po eksploatacji w warunkach pełzania. W artykule przedstawiono wyniki badań mikrostruktury i właściwości mechanicznych obwodowego złącza spawanego po długotrwałej eksploatacji.

## Materiał i metodyka badań

Materiałem do badań był wycinek rurociągu o wymiarach  $\varnothing 323 \times 32$  mm z obwodowym złączem spawanym po długotrwałej eksploatacji w temperaturze 490°C, ciśnieniu pary 8 MPa i czasie pracy wynoszącym 419 988 h. Wycinek został pobrany z rurociągu biegnącego od kolektora pary świeżej do stacji redukcyjno-schładzającej. Skład chemiczny stali 12HMF (materiału rodzimego) zawarto w tablicy I.

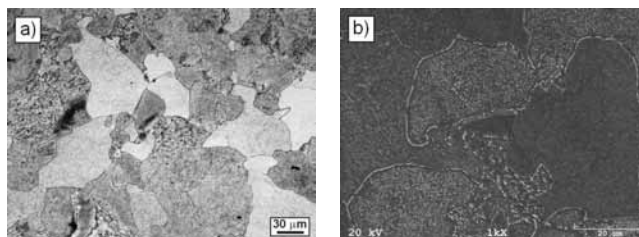
**Tablica I.** Skład chemiczny materiału rodzimego (stali 12HMF), % wag.  
**Table I.** Chemical composition of parent material (12HMF steel), % wt.

C	Mn	Si	P	S	Cr
0,13	0,58	0,29	0,012	0,017	1,09
Ni	Mo	V	Cu	Al <sub>met</sub>	
0,08	0,27	0,20	0,14	0,021	

Obserwację i rejestrację obrazów mikrostruktury wykonano za pomocą mikroskopu świetlnego Axiovert 25 (OM) i skaningowego mikroskopu elektronowego Jeol JSM 6610LV (SEM), na konwencjonalnie przygotowanych zglądach metalograficznych trawionych nitałem. Identyfikację wydzieleni przeprowadzono wykorzystując transmisyjny mikroskop elektronowy Philips 301G za pomocą ekstrakcyjnych replik węglowych. Badania właściwości mechanicznych obejmowały: pomiar twardości metodą Vickersa wykorzystując twardościomierz Future-Tech FV-700, statyczną próbę rozciągania przeprowadzoną za pomocą maszyny wytrzymałościowej MTS-810 oraz badanie udarności Charpy'ego na standardowych próbkach z naciętym karbem typu „V”. Wyniki badań właściwości mechanicznych odniesiono do wymagań zawartych w normie [6], natomiast dla próby udarności zastosowano kryterium 27 J.

## Mikrostruktura i właściwości mechaniczne

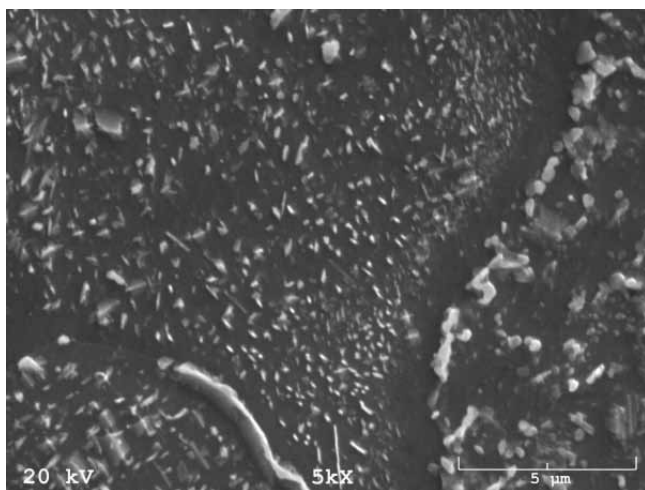
Mikrostruktura materiału rodzimego była mikrostrukturą ferrytyczno-bainityczną z dominującym udziałem ferrytu quasipoligonalnego (rys. 1). Oszacowany udział objętościowy poszczególnych składników mikrostruktury wynosił: ferryt quasipoligonalny – ok. 60%, ferryt poligonalny ok. 30%, bainit – ok. 10%. Ferrytem quasipoligonalnym nazywamy ferryt z dużą ilością drobnodispersyjnych węglików wydzielonych wewnątrz ziaren. Ferryt ten przy powiększeniach mikroskopii świetlnej w mikrostrukturze widoczny jest jako ziarna o szarym zabarwieniu. Ferryt quasipoligonalny w chwili powstawania ma skład chemiczny zbliżony do składu chemicznego austenitu, z którego powstaje. Przesycenie węglem powoduje, że w czasie chłodzenia po procesie austenitowania, a głównie po następnym odpuszczaniu wydzielają się liczne, drobnodispersyjne węgliki. Ferryt poligonalny na obrazie uzyskanym za pomocą mikroskopii świetlnej ma kolor jasny. W chwili powstania ferryt ma skład zbliżony do równowagowego, dlatego też nie zawiera węglików lub występują w nim pojedyncze wydzielenia [2]. Określona za pomocą wzorców rysunkowych [7] wielkość ziarna ferrytu wynosiła 5, co odpowiada średniej średnicy ziarna wynoszącej 62,5  $\mu\text{m}$ .



**Rys. 1.** Mikrostruktura materiału rodzimego; stali 12HMF po długotrwałej eksploatacji: a) OM; b) SEM

**Fig. 1.** Microstructure of parent material; 12HMF after long term service: a) OM; b) SEM

Po granicach ziaren ferrytu obserwowano zarówno pojedyncze, jak również liczne wydzielania tworzące miejscami tzw. „ciągłą siatkę wydzielen”. Wydzielanie węglików po granicach ziaren utrudnia poślizg ziaren względem siebie, a tym samym przyczynia się do podwyższenia wytrzymałości materiału lecz kosztem obniżenia jego ciągliwości. Cechą charakterystyczną obserwowaną w niskostopowych stalach po długotrwałej eksploatacji, w tym również w badanej stali, było występowanie w obszarach przygranicznych ziaren stref zubożonych w węgliki (rys. 2). Według [2, 8] powstawanie tej strefy związane jest z procesami wydzielenia i wzrostu węglików na granicach ziaren, a szerokość tej strefy uzależniona jest nie tylko od parametrów eksploatacji stali, ale również od jej składu chemicznego [8, 9].

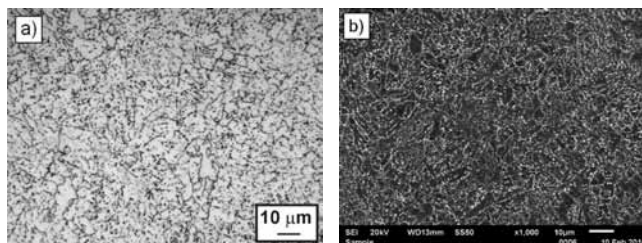


**Rys. 2.** Zubożony w wydzielania obszar przygraniczny ziarna ferrytu  
**Fig. 2.** Precipitate-free zone near ferrite grain boundary

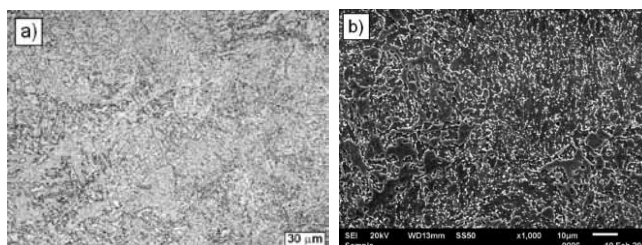
W stalach CrMoV w stanie wyjściowym (po obróbce cieplnej) można obserwować szereg węglików ( $M_3C$ ,  $M_2C$ ,  $M_7C_3$ ,  $M_{23}C_6$ , MC) o różnej termodynamicznej stabilności, których rodzaj i ilość zależy od składu chemicznego (zawartości węgla i pierwiastków węglotwórczych) oraz parametrów obróbki cieplnej [10÷12]. Stabilność węglików w eksploatowanych niskostopowych stalach CrMoV jest bardzo wysoka. Badacze stwierdzili występowanie wszystkich rodzajów węglików w eksploatowanych stalach, nawet po ponad 150 000 h pracy w temperaturze powyżej 500°C. Po tak długim czasie eksploatacji obserwowano jednak zarówno wzbogacanie wydzielonych węglików w chrom i molibden jak i zmiany ich morfologii i udziału ilościowego. W czasie eksploatacji stali CrMoV następowało ponadto wydzielenie węglików  $M_6C$  oraz złożonych kompleksów wydzielen określanych mianem „H – carbide” [13÷15]. W badanej stali (materiale rodzimym) przeprowadzone identyfikacje wykazały występowanie po eksploatacji następujących wydzielen:  $M_3C$ ,  $M_2C$ ,  $M_7C_3$  i MC. Wydzielenia typu  $M_2C$  i MC ujawniono wewnątrz ziaren ferrytu quasipolygonalnego, węgliki  $M_7C_3$  obserwowano głównie po granicach ziaren

i w bainicie, również w bainicie obserwowano węgliki  $M_3C$ . Analiza składu chemicznego węglików wykazała, że wydzielania po granicach ziaren były bogate w molibden oraz chrom.

Mikrostruktura strefy wpływu ciepła (SWC) na przekroju była zróżnicowana w zależności od temperatury nagrzania obszaru SWC i ma charakter od bainityczno–ferrytycznego w pobliżu linii wtopienia do drobnoziarnistej (wielkość ziarna według skali ASTM 9,5) mikrostruktury ferrytyczno–bainitycznej (rys. 3, 4). W obszarze SWC obserwowano zaawansowane procesy wydzieleniowe objawiające się licznymi wydzieleniami występującymi zarówno po granicach ziaren ferrytu, jak również wewnątrz ziaren, co związane jest z samą istotą powstawania tego obszaru. W trakcie procesu spawania w wyniku oddziaływania cyklu cieplnego (cykli cieplnych) spawania znaczna część węglików w obszarze przegrzania przechodzi do roztworu stałego i w czasie wyżarzania po spawaniu następuje ich ponowne wydzielanie. W obszarze normalizacji, niepełnej normalizacji oraz rekrytalizacji zachodzi rozpuszczanie części wydzielen oraz koagulacja pozostałych. Obróbka cieplna po spawaniu potęguje proces koagulacji oraz powoduje wydzielanie nowych węglików. W spoinie obserwowano mikrostrukturę bainityczną z pojedynczymi ziarnami ferrytu. W mikrostrukturze obserwowano zarówno „iglastą”, jak i „pierzastą” postać bainitu. Wskazuje, to na występowanie w mikrostrukturze co najmniej odpowiednio: bainitu dolnego (bądź martenzytu) oraz bainitu górnego.



**Rys. 3.** Mikrostruktura SWC po długotrwałej eksploatacji: a) OM; b) SEM  
**Fig. 3.** Microstructure of HAZ after long-term service: a) OM; b) SEM



**Rys. 4.** Mikrostruktura spoiny po długotrwałej eksploatacji: a) OM; b) SEM  
**Fig. 4.** Microstructure of weld after long-term service: a) OM; b) SEM

W obszarze złącza nie obserwowano zaawansowanych procesów degradacji mikrostruktury, co może wynikać z niskiej temperatury eksploatacji badanego elementu, zbliżonej do oszacowanej dla stali 12HMF

temperatury granicznej wynoszącej ok. 480°C. Badania mikroskopowe analizowanego obszaru złącza nie wykazały występowania w nim nieciągłości oraz mikro-  
pęknięć.

Badania właściwości mechanicznych wykazały, że materiał rodzimy charakteryzował się bardzo niską udarnością KV, która była ponad pięciokrotnie niższa od wymaganego minimum 27 J (tabl. II) i temperaturą przejścia w stan kruchy KV27 na poziomie + 65°C. Udarność SWC zarówno od strony lica i od strony grani była do siebie zbliżona i wynosiła odpowiednio: 49 i 56 J. Udarność KV spoiny wynosiła od strony lica 6 J, natomiast od strony grani 17 J. Temperatura przejścia w stan kruchy dla materiału spoiny była znacząco przesunięta do wartości dodatnich temperatury i dla kryterium 27 J wynosiła: od strony lica: +177°C, a od strony grani +119°C. Różnice w udarności i proggu kruchości spoiny wynikać mogą z wielkości ziarna. Badana spoina była spoiną wielościęgową, co skutkowało rozdrobieniem ziarna w obszarze grani. Temperatura proggu kruchości badanego złącza przesunięta do wartości dodatnich temperatury wskazuje na jego zdolność do odkształceń w temperaturze pokojowej.

**Tablica II.** Właściwości mechaniczne złącza spawanego  
**Table II.** Mechanical properties of welded joint

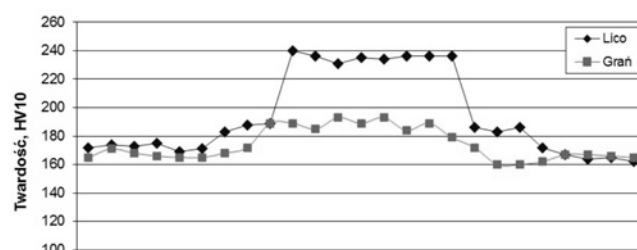
Obszar złącza	Udarność		R <sub>p0,2</sub> MPa	R <sub>m</sub> MPa	A %	Z %
	J	J/cm <sup>2</sup>				
MR	5	6,25	254	528	33	45
SWC	49* 56**	61,25* 70**	–	–	–	–
Spoina	6* 17**	7,50* 21,25**	–	525	–	–

\* – udarność określona dla próbki pobranej od strony lica  
\*\* – udarność określona dla próbki pobranej od strony grani

Spadek udarności i wzrost temperatury proggu kruchości w długotrwale eksploatowanych niskostopowych stalach CrMoV, związany jest ze wzrostem ilości i wielkości węglików wydzielonych po granicach ziaren ferrytu, jak i granicach ziaren byłego austenitu. Zależność pomiędzy wydzieleniami na granicach ziaren a wzrostem kruchości niskostopowych stali była dyskutowana m.in. w [8, 16], natomiast wg [17] kruchość stali CrMoV eksploatowanych poniżej temperatury 540°C nie jest związana z wydzieleniami po granicach ziaren. Powyższe może wskazywać, że główną przyczyną wzrostu kruchości badanej stali była dyfuzja

domieszek, głównie fosforu do granic ziaren i powierzchni międzyfazowych węglík/osnowa. Fosfor jest jedną z najbardziej szkodliwych domieszek w niskostopowych stalach/staliwach eksploatowanych w energetyce. Wzrost koncentracji fosforu w obszarach przygranicznych przyczynia się do obniżenia ich kohezji, co w konsekwencji prowadzi do spadku ciągliwości i wzrostu temperatury przejścia w stan kruchy. Koncentracja fosforu na granicy ziarna jest tym wyższa im niższa temperatura eksploatacji i wyższa zawartość fosforu w stali [18÷20].

Właściwości wytrzymałościowe badanej stali tj. umowna granica plastyczności R<sub>p0,2</sub> oraz wytrzymałość na rozciąganie R<sub>m</sub> była odpowiednio: około 14% niższa od wymaganego minimum i spełniała wymagania zawarte w normie przedmiotowej dla materiału rury [6]. Obniżenie właściwości wytrzymałościowych w niskostopowych stalach CrMoV wynika głównie ze stopniowego obniżania efektu umocnienia: rozтворowego (ubożenie osnowy w atomy węgla i pierwiastków węglíkotwórczych) i wydzieleniowego (proces koagulacji i przemiany węglíków) [8, 9, 21]. Właściwości plastyczne badanej stali (wydłużenie A i przewężenie Z) wyznaczone w statycznej próbie rozciągania były na wysokim poziomie i spełniały minimalne wymagania zawarte w normie [6]. Twardość materiału rodzimego wynosiła 174 HV30. Wykonane pomiary twardości badanego złącza spawanego wykazały (rys. 5), że twardość spoiny od strony lica wynosiła ok. 237 HV10, natomiast od strony grani ok. 189 HV10. W strefie wpływu ciepła twardość w obszarze lica i grani wynosiły odpowiednio: ok. 186 i 166 HV10. Zróżnicowana twardość złącza na przekroju wynika z faktu, że badane złącze było wielościęgowe, co skutkowało odpuszczaniem nałożonych ściegów przez kolejne. Wytrzymałość na rozciąganie złącza spawanego wynosiła 525 MPa, a zerwanie próbki nastąpiło w obszarze poza spoiną.



**Rys. 5.** Rozkład twardości HV10 na przekroju badanego złącza spawanego

**Fig. 5.** Distribution of HV10 hardness in the cross-section of welded joint

## Wnioski

Przeprowadzone badania mikrostruktury złącza wykazały, że charakteryzowało się ono typową dla tego gatunku stali po eksploatacji mikrostrukturą bez widocznych procesów jej degradacji. Obserwowany zaawansowany stopień degradacji SWC związany z procesami wydzieleniowymi wynikał głównie ze specyfiki powstania tego obszaru. Uzyskane wyniki

badania właściwości mechanicznych potwierdziły obserwowaną w czasie eksploatacji niskostopowych stali tendencję do szybszego obniżania udarność i granicy plastyczności (umownej granicy plastyczności) w porównaniu do innych właściwości mechanicznych. Za główną przyczynę obniżenia powyższych właściwości należy uznać: powstawanie przygranicznych stref zubożonych w wydzielenia oraz zapewne segregację fosforu do granic ziaren.

## Literatura

- [1] A. Zieliński, J. Dobrzański, M. Dziuba-Kałuża: Structure of welded joints of 14MoV6-3 and 13CrMo4-5 steel elements after design work time under creep conditions, *Archiv. Mater. Sc. Eng.*, 61/2, 2013, 69+76
- [2] S. Stachura: Zmiany struktury i właściwości mechanicznych w stalach i staliach eksploatowanych w podwyższonych temperaturach, *Energetyka*, 2, 1999, 109+115
- [3] A. Zieliński, J. Dobrzański: Ocena stanu i przydatności do dalszej pracy materiału rurociągów parowych eksploatowanych powyżej obliczeniowego czasu pracy, *Prace IMŻ*, 3, 2013, s. 42+55
- [4] A. Jasiński: Wydłużona eksploatacja krajowych bloków energetycznych – szanse i zagrożenia, *Energetyka*, 3, 2013, 551+556
- [5] J. Dobrzański, A. Zieliński, H. Paszkowska: Wyznaczanie trwałości resztkowej i czasu dalszej bezpiecznej pracy na przykładzie materiału rodzimego i złącza spawanego, *Prace IMŻ*, 1, 2009, 9+25
- [6] PN-75/H-84024 Stal do pracy przy podwyższonych temperaturach. Gatunki
- [7] PN-EN ISO 643:2012 Stal. Mikrograficzne określanie wielkości ziarna.
- [8] A. Joarder, D. S. Sarma, N. S. Cheruvu: Effect of long – term service exposure on microstructure and mechanical properties of a CrMoV steam turbine rotor steel, *Metall. Trans.*, 22A, 1991, 1811+1820
- [9] N.S. Cheruvu: Degradation of mechanical properties of Cr-Mo-V and 2.25Cr-1Mo steel components after long-term service at elevated temperatures, *Metall. Trans.*, 20A, 1989, 87+97
- [10] J. Janovec, M. Svoboda, A. Kroupa, A. Vyrostkova: Thermal-induced evolution of secondary phases in Cr–Mo–V low alloy steels, *J. Mater. Sci.*, 41, 2006, 3425+3433
- [11] A. Vyrostkova, A. Kroupa, J. Janovec, M. Svoboda: Carbide reactions and phase equilibria in low alloy Cr-Mo-V steels tempered at 773-993K. Part I: Experimental measurements, *Acta mater.*, 46, 1, 1998, 31+58
- [12] R.D. Fu, T.S. Wang, W.H. Zhou, W.H. Zhang, F.C. Zhang: Characterization of precipitates in a 2.25Cr–1Mo–0.25V steel for large-scale cast-forged products, *Mater. Character.*, 58, 2007, 968+973
- [13] G. D. Pigrova: Effect of long – term operation on carbide phases in Cr–Mo–V steels, *Metal Sc. Heat Treat.*, 45, 3-4, 2003, 84+87
- [14] B. A. Senior: A critical review of precipitation behavior in 1Cr–Mo–V rotor steels, *Mater. Sc. Eng. A*, 103, 1988, 263+271
- [15] G. Golański, P. Wieczorek: Precipitation of carbides in Cr-Mo-V cast steel after service and regenerative heat treatment, *Arch. Found. Eng.*, 9, 1, 2009, 97+102
- [16] R. M. Horn, R.O. Ritchie: Mechanism of tempered martensite embrittlement in low alloy steels, *Metall. Trans. A*, 9A, 1978, 1039+1053
- [17] Z. Qu, K. H. Kuo: Embrittlement of 2¼ CrMoV steel bolts after long exposure at 540°C, *Metall. Trans.*, 12A, 1981, 1333+1337
- [18] M. A. Islam, M. Novovic, P. Bowen, J.F. Knott: Effect of phosphorus segregation on fracture properties of 2.25Cr-1Mo pressure vessel steel, *J. Mater. Eng. Perform.*, 12 (3), 2003, 244+248
- [19] S. Stachura, Z. Stradomski, G. Golański: Fosfor w stopach żelaza, *Hutnik – Wiadomości Hutnicze*, 5, 2001, 184+193
- [20] H. Erhart, H. J. Grabke: Equilibrium segregation of phosphorus at grain boundaries of Fe-P, Fe-C-P, Fe-Cr-P and Fe-Cr-C-P alloys, *Metal Sc.*, 15, 1981, 401+408
- [21] A. Zieliński, J. Dobrzański, H. Krztoń: Structural changes in low alloy cast steel Cr-Mo-V after long time creep service, *J. Achiev. Mater. Manuf. Eng.*, 25/ 1, 2007, 33+36