



РОЛЬ СЕГРЕГАЦИИ КИСЛОРОДА ПРИ СВАРКЕ СПЛАВОВ ТИПА ИНВАР

Академик НАН Украины **К. А. ЮЩЕНКО**, **В. С. САВЧЕНКО**, д-р техн. наук, **Т. М. СТАРУЩЕНКО**, канд. техн. наук (Ин-т электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины)

Установлено, что трещины при сварке сплава Fe-36 % Ni возникают преимущественно при температурах, значительно ниже температуры солидуса, в температурном интервале «провала» пластичности. При сварке в сварном соединении создаются условия для обогащения металла шва кислородом. При последующем охлаждении происходит обогащение им большеугловых границ зерен за счет термомодеформационных процессов в металле, что ведет к снижению пластичности и охрупчиванию. С использованием Varestraint test показана количественная зависимость влияния кислорода на провал пластичности металла шва.

Ключевые слова: сплав типа инвар, пластичность, сегрегация, обогащение кислородом, хрупкое разрушение, солидус, горячие трещины, границы зерен, сварное соединение, Оже-спектроскопия

Особые теплофизические свойства железоникелевых сплавов типа инвар (Fe-36 % Ni) в сочетании с высокой пластичностью и вязкостью, в том числе

при низких температурах, обусловили их широкое использование в машино- и приборостроении.

Сплав типа инвар имеет следующий химический состав, мас. %: 0,05 C; 0,10 Si; 0,35 Mn; 35,6 Ni; 0,45 Cr; 0,004 S; 0,006 P; 0,002 [O]; 0,00015 [N].

Исследования показали, что сварные швы сплава весьма чувствительны к образованию горячих трещин. В работе [1] установлено, что трещины возникают в двух температурных интервалах, в том числе при температурах ниже 1100 °С (т. е. ниже температуры солидуса T_S), располагаются по границам зерен и формируются в процессе охлаждения металла шва (рис. 1). Низкое содержание серы и фосфора не предотвращает образование горячих трещин при сварке сплавов типа инвар. Исследования показали [1, 2], что кислород может инициировать возникновение горячих трещин указанного выше вида.

При изучении высокотемпературной пластичности сплава и швов типа инвар определено (рис. 2), что в случае скорости пластической деформации ($0,043 \text{ c}^{-1}$) в температурном интервале 600... 1100 °С происходит потеря («провал») пластичности (DTR) металла тем больше, чем выше содержание кислорода в исследуемом материале.

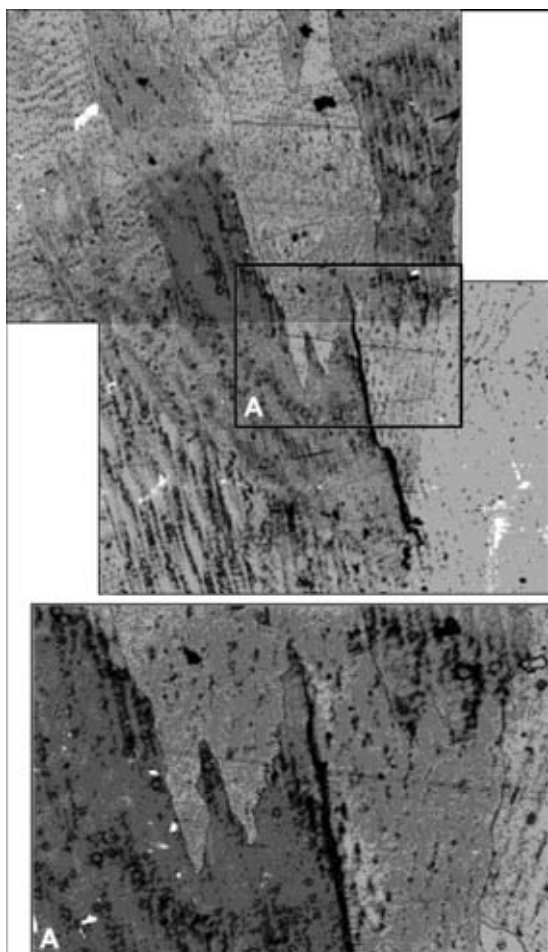


Рис. 1. Микроструктура металла шва с подваликовой горячей трещиной при многослойной сварке сплава 36НХ, X200 (А — X400)

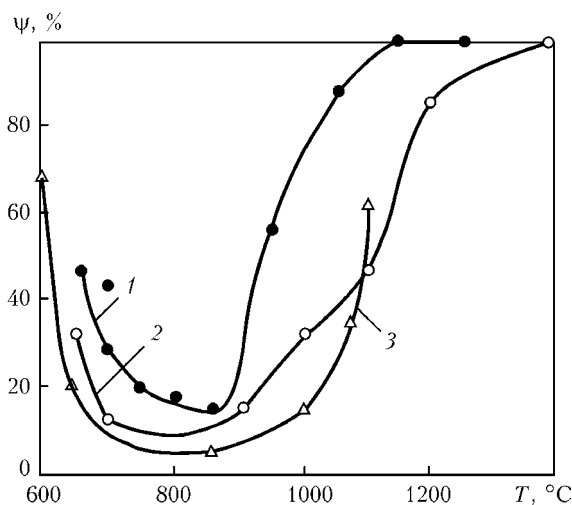


Рис. 2. Зависимость пластичности ψ основного металла (1) и металла швов (2, 3) от температуры: 1-3 — содержание кислорода соответственно 0,002; 0,028 и 0,052 мас. %

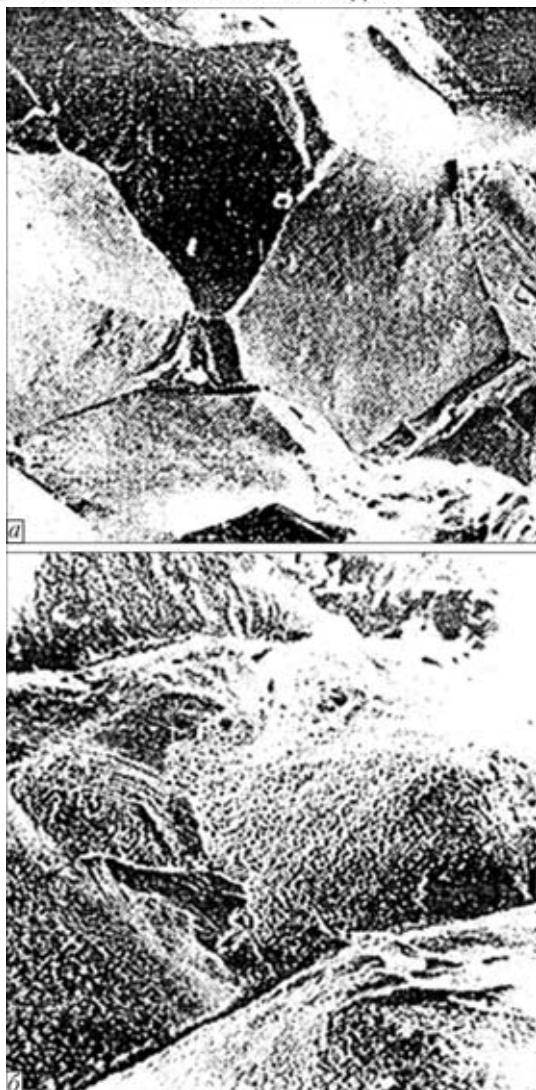


Рис. 3. Фрактограммы поверхности разрушения образцов из сплава 36НХ при температуре 725 °С: а — $\times 150$; б — $\times 450$

Фрактограммы поверхности разрушения образцов из сплава 36НХ при температуре 725 °С (рис. 3) показали наличие преимущественно хрупкого межзеренного разрушения со следами микропластической деформации. В связи с этим высказано предположение, что вероятной причиной

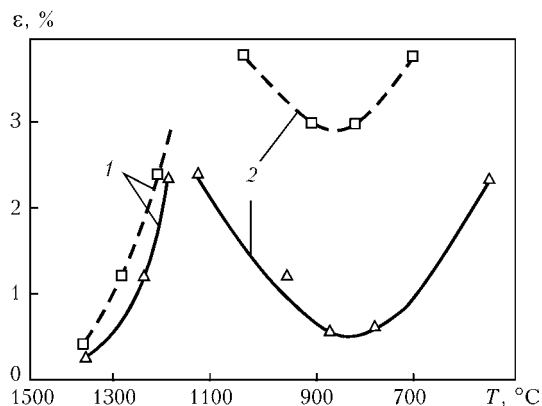


Рис. 4. Влияние кислорода на температурный интервал хрупкости сплава Fe-36 % Ni: 1 — BTR; 2 — DTR; сплошные кривые — содержание кислорода 0,0470 мас. %; штриховые — 0,0016 мас. % (ϵ — пластическая деформация)

образования горячих трещин в температурном интервале «провала» пластичности (DTR) является неравновесная диффузия атомов примесных элементов (например, кислорода), находящихся в твердом растворе на границе зерен. При этом решающим фактором, определяющим скорость диффузии, является пластическая высокотемпературная деформация, постоянно имеющая место в металле шва и зоне температурного влияния при сварке. Количественную оценку чувствительности металла шва к образованию трещин при сварке выполняли путем динамического деформирования на установке типа Varestraint test [3] пластины образцов размером 4 \times 150 \times 150 мм. Сварку осуществляли способом ТИГ на выбранном режиме ($I_{св} = 120$ А, $U_{д} = 12$ В, $v_{св} = 10$ м/ч) при постоянном значении деформации поверхностных слоев пластины 1,25 %.

Методы испытаний, инициирующие образование трещин, предусматривали выполнение одно- и двухпроходного швов: первый — по основному металлу для оценки трещиностойкости металла однопроходного шва, второй — два прохода по основному металлу. Причем выполнение второго прохода обеспечивало перекрытие первого прохода примерно на 60 % площади первого прохода (для моделирования свойств многослойной наплавки). Результаты испытаний серии образцов с разным

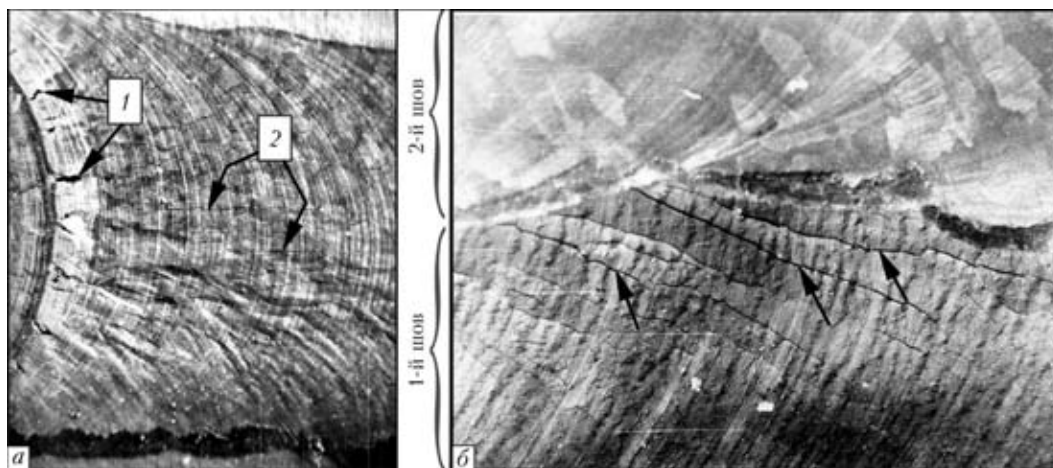


Рис. 5. Внешний вид сварного одно- (а) и двухпроходного (б) швов на сплаве 36НХ после испытаний: 1, 2 — трещины соответственно в области BTR и DTR (трещины в первом шве образовались под действием деформации при выполнении второго)

содержанием кислорода представлены на рис. 4, внешний вид сварных швов после испытаний — на рис. 5. Анализ полученных результатов показал, что в металле швов с системой легирования по типу сплава инвар существуют два типа «провала» пластичности — DTR и высокотемпературный интервал «провала» пластичности BTR (рис. 4), причем кислород оказывает влияние на характеристики пластичности преимущественно в температурном интервале DTR. Кроме того, следует отметить, что чувствительность к образованию трещин подвального типа выше, чем в шве, выполненном в процессе испытания (рис. 5, б). По-видимому, в этом случае сказывается суммарное влияние кислорода на склонность к охрупчиванию первого шва, как в процессе его выполнения вне установки Vareststraint test, так и в случае повторного нагрева и одновременного принудительного динамического деформирования при испытании на указанной установке.

Фрактограммы поверхности трещин DTR, представленные на рис. 6, и характер распространения трещин (см. рис. 5, б) свидетельствуют о том, что имеет место хрупкое межзеренное разрушение со следами микропластической деформации. Характеристики поверхности трещины можно оценить как тип *R* [4]. Элементный состав поверхности трещины DTR и поверхности неповрежденного литого металла в качестве эталона исследовали на установке трехмерного анализа модели LAS-2000 методом электронной Оже-спектроскопии. Для изучения распределения элементов по глубине металла (от поверхности разрушения) применяли послойное травление ионами аргона. Рабочий вакуум в процессе измерений составлял $1,6 \cdot 10^{-8}$ Па,

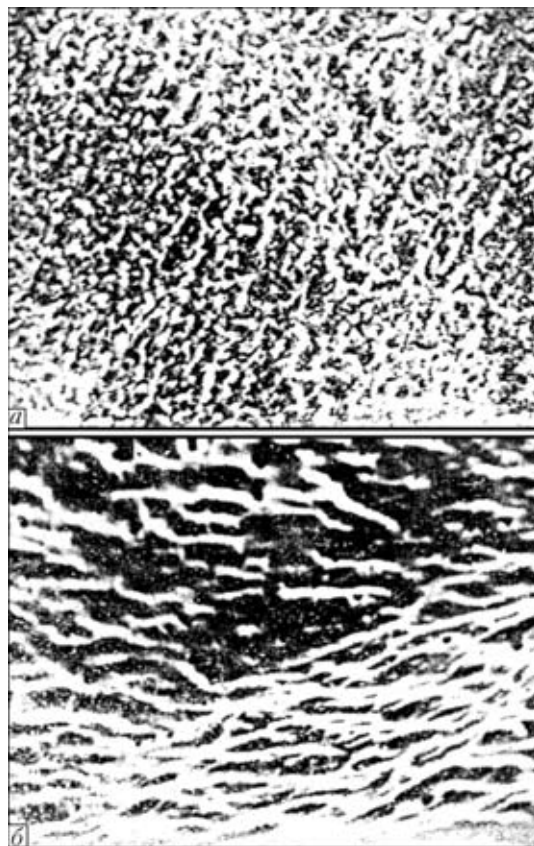


Рис. 6. Фрактограммы поверхности трещины в области DTR: а — $\times 1100$; б — $\times 3650$

что позволило после удаления с поверхности образца адсорбатов и загрязнений (при травлении до 1 мин) сохранять чистую поверхность в течение 16 ч. Профилограммы распределения и изменения

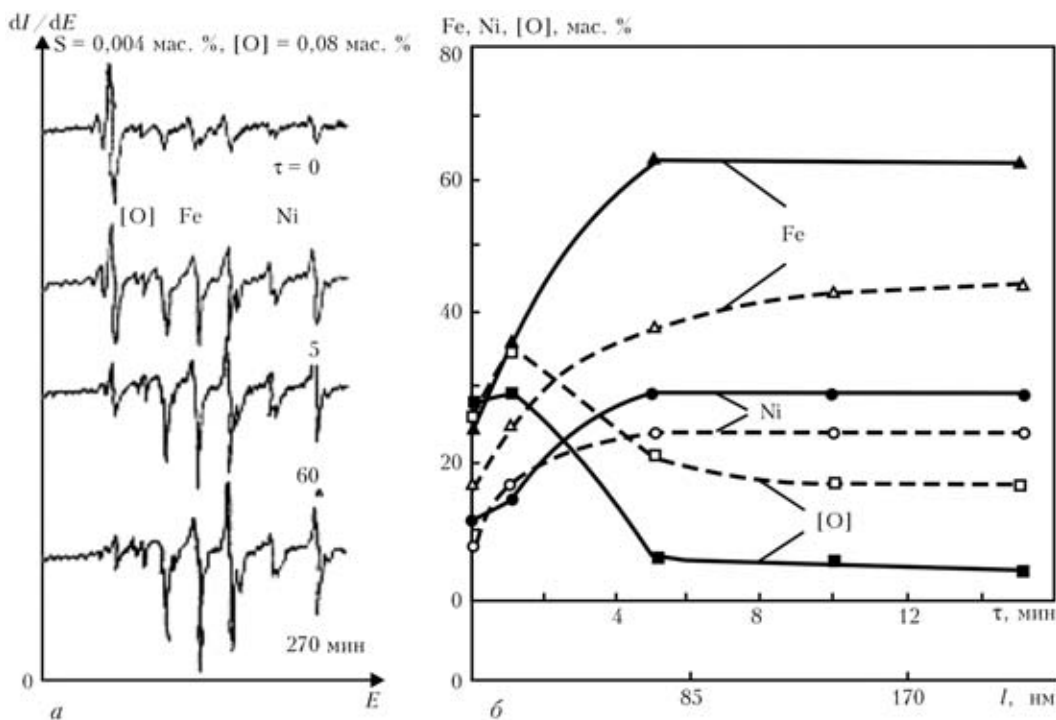


Рис. 7. Изменение интенсивности линий железа, никеля, кислорода на поверхности разрушения образца (а) и содержания этих элементов в поверхностном слое (б) в зависимости от времени τ травления: сплошные кривые — неповрежденный металл шва; штриховые — поверхность трещины (I — интенсивность вторичного характеристического измерения; E — кинетическая энергия; l — расстояние от границы зерен)

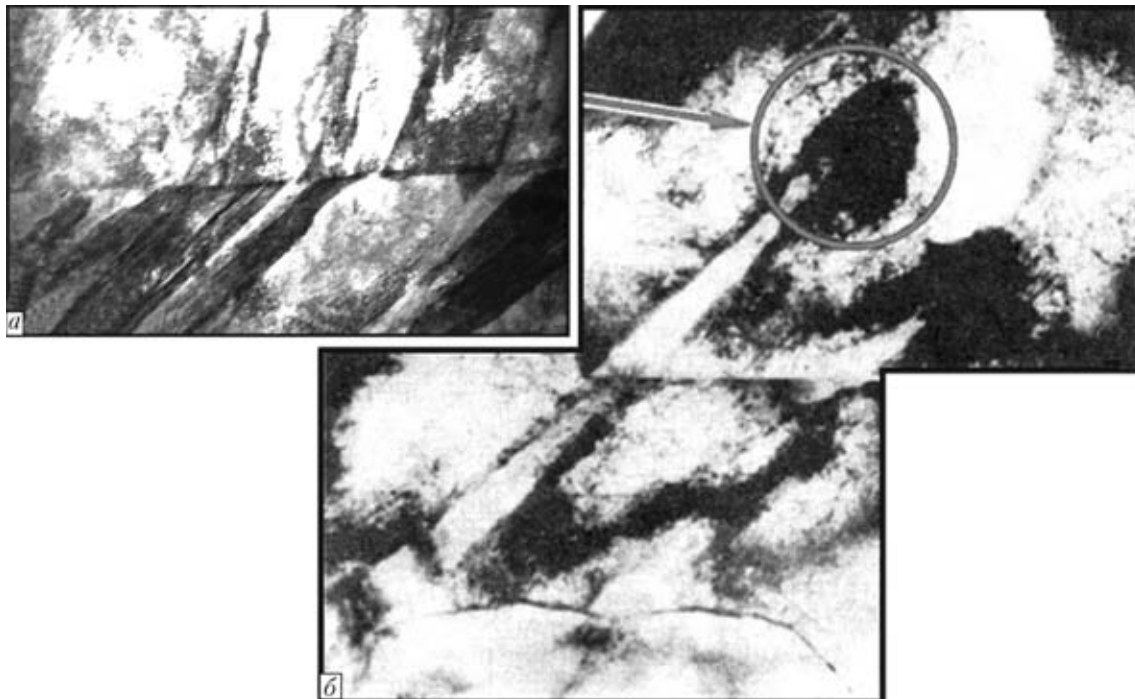


Рис. 8. Тонкая структура металла шва I системы легирования после принудительного деформирования при 700 °С (X1000): *a* – внутризеренная; *б* – приграничная зона (стрелкой обозначена область зарождения полосовых образований)

содержания основных и примесных элементов в процессе травления представлены на рис. 7. Из приведенных данных следует, что химический состав металла вблизи поверхности разрушения сохраняется неизменным в течение 4...5 мин травления (рис. 7, *a*). Химический состав матрицы металла шва обнаруживается через 5 мин травления (рис. 7, *б*), тогда как у поверхности разрушения он не выявляется даже через 230 мин непрерывного травления.

Следует отметить, что большая часть углерода как примеси внедрения удаляется с поверхности после травления в течение 30 с. В более глубоких слоях металла его содержание становится ниже предела чувствительности Оже-спектроскопии. Подобная картина наблюдается и при травлении поверхности горячей трещины. Сера удаляется с поверхности в течение 15 с травления. Азот в спектре не обнаружен. Водород методом Оже-спектроскопии также не выявляется, однако известно, что при повышенных (более 400 °С) температурах его подвижность настолько велика, что он не оказывает влияния на образование и рост горячих трещин в металле шва, хотя содержание водорода в нем несколько выше, чем в основном металле. Пик кислорода в обоих случаях наблюдается значительно дольше: в основном металле — в течение 90 мин травления, на поверхности разрушения — более 230 мин. Следовательно, можно полагать, что на поверхности основного металла имеется оксидная пленка толщиной около 1,30 мкм, а на поверхности горячей трещины — толщиной более 3,45 мкм.

Для выяснения возможности осуществления массопереноса кислорода из глубины шва к его поверхности разрушения сравнивали интенсивности пиков отдельных элементов на поверхности тре-

щин в образцах в состоянии после сварки и выдержки в течение 1,8 и 20 сут в сверхвысоком ($1 \cdot 10^{-8}$ Па) вакууме. При этом исходили из того, что оседание адсорбатов происходит равномерно и с одинаковой интенсивностью как на поверхности разрушения, так и на поверхности неповрежденного шва.

Эксперименты показали, что наиболее активно сорбция кислорода протекает в первые часы и сутки после травления поверхности металла. Затем скорости адсорбции и десорбции кислорода становятся примерно одинаковыми. На поверхности остается хемосорбированный слой, а интенсивность массопереноса этой примеси из глубины к поверхности основного металла остается практически неизменной в течение 20 сут. Таким образом, несмотря на то, что реакционная способность кислорода велика, а коэффициент его диффузии в металле при комнатной температуре очень мал (приблизительно $1 \cdot 10^{-16}$ см²/с), наблюдается повышенное содержание кислорода в поверхностном слое трещины, обусловленное его переносом из глубины металла.

Результаты экспериментов позволяют утверждать, что в исследуемом металле имеет место перераспределение кислорода. В результате увеличивается сегрегация этой примеси и происходит обогащение границ и обеднение тела зерна кислородом.

Следует ожидать, что именно особенности механизма внутризеренной деформации в сплаве Fe–36 % Ni могут сыграть решающую роль в повышении его сопротивляемости образованию подважиковых трещин.

Согласно общепринятому представлению, процесс реализации внутризеренной деформации в зависимости от внешних факторов и типа деформируемого металла происходит с участием либо



Химический состав и чувствительность к подваликовым трещинам металла швов

Система легирования	Материал	Массовая доля элементов, %							Чувствительность к подваликовым трещинам
		C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Другие	
I	36НХ	0,05	0,35	0,10	0,45	35,6	—	0,004 S, 0,006 P, 0,002 [O], 0,0015 [H]	Высокая
II	03X18H19Г10АМЗ (Fe-Cr-Ni-Mn-N)	0,03	11,2	0,50	0,50	13,5	2,6	0,004 S	Низкая

дислокационного (трансляционного) [5], либо поворотного (ротационного) механизма. Причем характерные закономерности последнего чаще всего проявляются в сложных термомеханических условиях. Можно предположить, что различия между указанными механизмами существенно влияют на сопротивляемость пластической деформации и, как следствие, на образование подваликовых трещин.

В связи с изложенным выше целесообразно уточнить особенности деформации (в том числе внутризеренной) металла сварных швов, обладающего различной чувствительностью к образованию подваликовых трещин.

На примере металла швов двух систем легирования (таблица) с высокой и низкой чувствительностью к трещинам нами оценивалась тонкая структура, определяющая особенности изменения дислокационного строения металла в процессе пластической деформации и сопротивляемость высокотемпературной деформации.

Сравнительную оценку изменений тонкой структуры выполняли на образцах с диаметром рабочей части 4 мм из металла верхнего валика многопроходных швов в состоянии после сварки, а также после дополнительного деформирования (до 10 %) при температуре 700 °С со скоростью $5,66 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$, что соответствует поведению металла в температурном интервале DTR.

В металле швов I системы легирования (таблица) увеличение степени деформации на 10 % способствует формированию во внутренних объемах мощных полосовых структур (деформационных полос): механических двойников и полос, связанных с коллективными формами движения дефектов кристаллической решетки, распространяющихся вдоль всего объема зерна (рис. 8, а). Малоугловые границы зерен при перемещении деформационных полос не оказывают тормозящего влияния, в то время как большеугловые границы зерен блокируют дальнейшее перемещение полос скольжения в соседние зерна (рис. 8, б).

Зарождение полосовых структур происходит в определенных участках в хаотическом дислокационном ансамбле, отличающемся высокой плотностью дефектов решетки ($\rho \approx 1 \cdot 10^{11} \dots 1 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$).

Наличие в рассматриваемой структуре металла швов I системы легирования единичных дислокаций вдоль кристаллографических систем скольжения по телу зерна в случае отсутствия принудительной деформации и появление протяженных полосовых образований в зернах по мере нарастания внешнего нагружения свидетельствует о том, что пластическая внутризеренная деформация происходит за счет классических дислокационных

(трансляционных) механизмов [5]. Причем «мощность» (протяженность) сдвигов (трансляций) и значительная степень подвижности дефектов решетки в поле напряжений во многом обусловлены, с одной стороны, высокими значениями энергии дефектов упаковки металла системы легирования Fe-Ni, а с другой, как известно, незначительным препятствием для перемещения деформации. Следует подчеркнуть, что мощные коллективные перемещения дефектов решетки во внутреннем объеме зерен, направленные к границам, сопровождаются «транспортировкой» примесных элементов и их скоплением в области межзеренных границ, что наблюдалось на темпольных структурных и микродифракционных изображениях. По-видимому, специфика перемещения дефектов решетки в процессе пластической деформации обуславливает наличие сегрегационных скоплений и новых фаз вдоль межзеренных границ и отсутствие их во внутренних объемах зерен.

Таким образом, детальный анализ структурных элементов, распределения фаз и особенностей механизма пластической деформации свидетельствует о том, что в металле шва с системой легирования Fe-Ni вследствие реализации трансляционного механизма пластической деформации формируется весьма неоднородная структура, имеющая значительный градиент между телом зерна и большеугловыми границами по плотности дислокаций, наличию фазовых выделений и сегрегаций.

Структура металла швов с системой легирования Fe-Cr-Ni-Mn-N и высокой сопротивляемостью образованию трещин характеризуется прежде всего наличием в металле фазовых выделений высокой степени дисперсности ($d_{ф.в} \approx 0,04 \dots 0,21 \text{ мкм}$) и однородностью их распределения по всему объему металла шва (межчастичное расстояние $l_{ч} \approx 0,25 \dots 0,30 \text{ мкм}$).

По мере увеличения степени деформации равномерно по всему объему зерна возрастают плотность дислокаций и заторможенность сдвигов в кристаллографических плоскостях скольжения; нередко образуются расщепленные дислокации, что свидетельствует об общем уменьшении энергии дефектов упаковки $\gamma_{д.у}$ металла при переходе от I ко II системе легирования.

Заторможенность трансляций индивидуальных дислокаций в пределах систем скольжения, по-видимому, является следствием общего снижения $\gamma_{д.у}$ в результате легирования. Это, естественно, затрудняет пластическую деформацию по классическому дислокационному механизму, для которого характерно поперечное скольжение дислокаций.

В таком случае для металла с низким значением $\gamma_{п.в}$ переход дислокации на другую плоскость сколь-

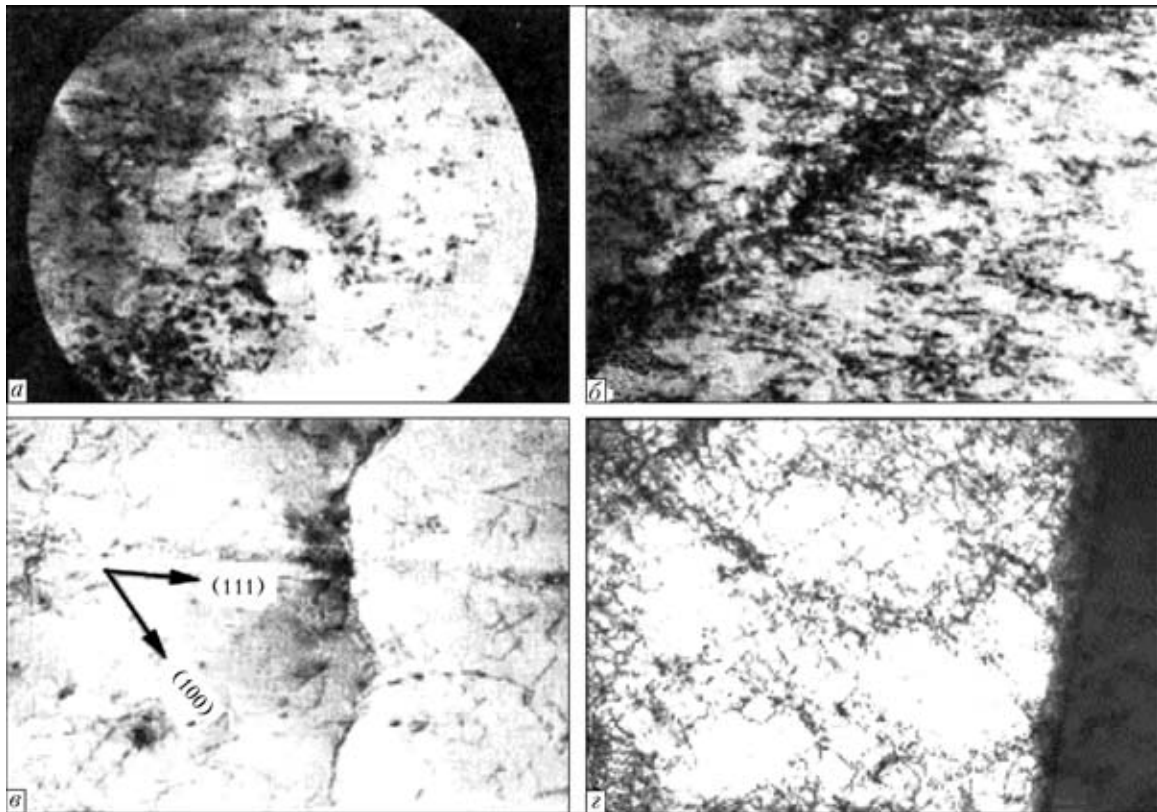


Рис. 9. Тонкая структура металла шва II системы легирования ($\times 20000$): *a* — дисперсионные выделения избыточных фаз по телу зерен; *b* — дислокационное строение приграничной зоны; *v* — расщепленные дислокации в структуре швов; *z* — фрагментация структуры металла после принудительного деформирования при $700\text{ }^{\circ}\text{C}$

жения возможен при условии объединения (преобразование частичной дислокации в полную). Этот процесс тем более энергоемкий, чем шире дефект упаковки (т. е. чем ниже значения $\gamma_{д.у}$),

что характерно для металла швов II системы легирования.

Считается, что сложные дислокационные перестройки подобного типа и взаимодействия дис-

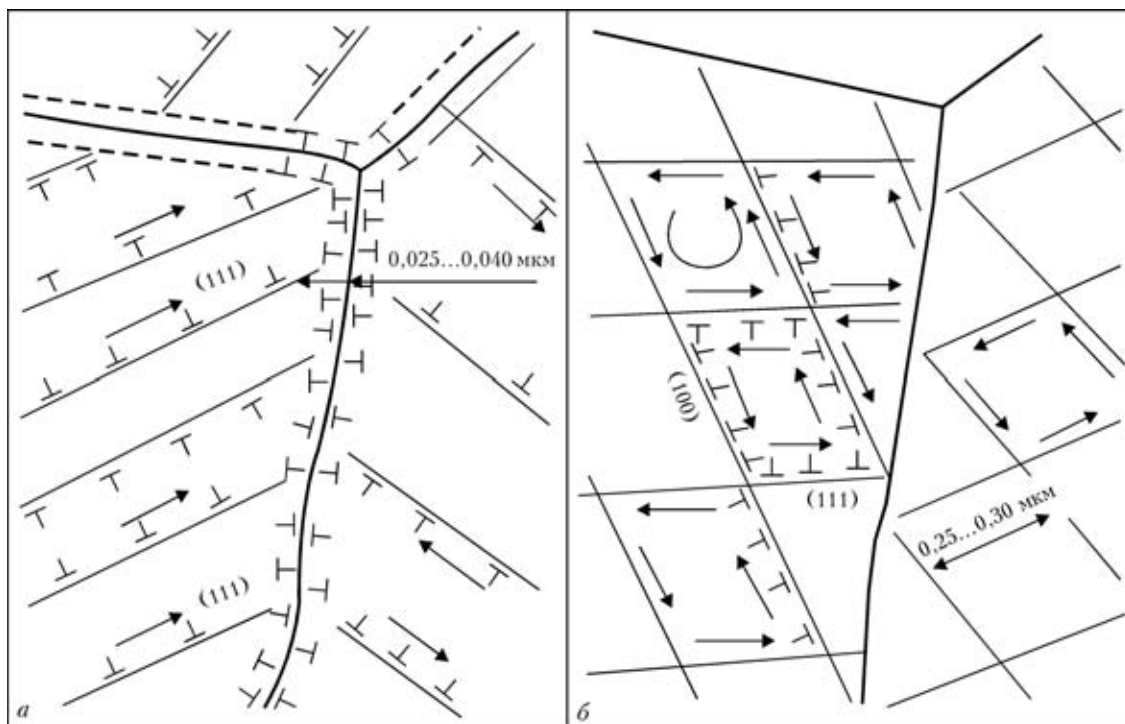


Рис. 10. Схема формирования структур в деформируемом металле I (*a*) и II (*b*) системы легирования: стрелки — направления ротации фрагментов металла швов



локации различных систем скольжения приводят к образованию сетчатой структуры [5] (рис. 9).

Следствием изменения механизма деформации является формирование на базе сетчатой структуры дисперсных фрагментов размером приблизительно 0,25...0,30 мкм, окаймленных зонами с высокой плотностью дислокаций (рис. 9, з). Из-за этого смежные микрообъемы разворачиваются на конечные углы; в подобных случаях релаксация внутренних напряжений осуществляется посредством пластических поворотов (ротаций).

Таким образом, проведенные эксперименты показали, что в сходных термомеханических условиях в металле швов различных систем легирования формируются структуры, существенным образом отличающиеся наличием и распределением примесей, морфологией фазовых выделений, размерами зерна и субструктурных элементов, характером движения дефектов кристаллической решетки в поле действующих напряжений. Последнее свидетельствует о том, что механизм пластической деформации в определенных микрообъемах металла шва при различных системах легирования также неодинаков: при I системе легирования преимущественно реализуется дислокационный механизм пластической деформации, при II системе — ротационный механизм (рис. 8, 9).

Можно предположить, что смена механизма пластической деформации оказывает решающее влияние на процессы массопереноса примесных элементов, вызывающих охрупчивание по границам зерен. В первом случае при реализации трансляционного механизма (рис. 8, а) мощное внутризеренное скольжение на расстояния, сопоставимые с размером зерна (когда дислокации движутся по телу зерна к границам), способствует дислокационному переносу этих элементов на межзеренные границы. Во втором случае (рис. 10) при подключении ротационного механизма несмотря на

равнозначное деформирование металла отсутствует явно выраженная тенденция к ориентированному к границам зерен перемещению дислокаций; направленная макродеформация образца на микроуровне происходит преимущественно посредством вращательного движения элементов внутризеренного строения. Применительно к сплаву инвар отмеченная специфика механизма пластической внутризеренной деформации в итоге способствует обогащению межзеренных границ кислородом, что вызывает образование подваликовых трещин в многослойных швах.

Выводы

1. Горячие подваликовые трещины в многослойных швах с легированием по типу сплава инвар образуются по границам зерен.
2. На поверхности подваликовых трещин в многослойных швах с легированием по типу сплава инвар наблюдается повышенное содержание примесных элементов, прежде всего, кислорода.
3. Обогащение границ зерен в процессе сварки, приводящее к образованию горячих трещин в швах, контролируется дислокационным (трансляционным) механизмом пластической деформации.

1. Ющенко К. А., Старушенко Т. М., Савченко В. С. Механизм образования горячих трещин, вызываемых кислородом, при сварке Инвара // Автомат. сварка. — 1983. — № 8. — С. 5-7.
2. Ющенко К. А., Старушенко Т. М. Роль кислорода в образовании трещин при сварке инвара // Там же. — 1981. — № 8. — С. 21-24.
3. Savage W. F., Lundin G. D. The Vareststraint test // Welding J. — 1977. — 44, № 10. — P. 433-442.
4. Fractographic investigation on solidification crack in the Vareststraint test of fully austenitic stainless steel-studies on fractography of welded zone (III) / F. Matsuda, H. Nakagawa, S. Ogata, S. Katayama // Trans. JWRI. — 1978. — 7, № 1. — P. 59-70.
5. Хирт Дж., Лоте И. Теория дислокаций. — М.: Атомиздат, 1972. — 599 с.

It has been found that cracks in welding of Fe-36 % Ni alloy are formed primarily at temperatures that are much lower than the solidus temperature, i.e. within the ductility-dip temperature range. Conditions causing enrichment of weld metal with oxygen are formed in the joint during the welding process. Subsequent cooling leads to oxygen enrichment of high-angle grain boundaries due to thermal-deformation processes occurring in metal, which leads to decrease in ductility and to embrittlement. Vareststraint tests have shown existence of quantitative relationships between the effect of oxygen and ductility dip of weld metal.

Поступила в редакцию 25.04.2004