

TiN 夹杂物对 690 合金传热管 疲劳裂纹扩展行为的影响

陈 凯¹, 杜东海¹, 陆 辉¹, 张乐福¹, 石秀强², 徐雪莲²

(1. 上海交通大学, 上海 200240)

(2. 上海市核电工程重点实验室, 上海 200233)

摘 要: 采用销加载拉伸 (PLT) 方法和直流电压降法 (DCPD) 测试技术, 测量了 690 合金管在室温和高温 325 °C 空气中的疲劳裂纹扩展速率。结果采用 Priddle 模型拟合分析, 预测得到了 690 合金管在室温和 325 °C 下的门槛应力强度因子幅值 ΔK_{th} 和断裂韧性 K_c , 高温下材料的疲劳裂纹扩展速率明显加快, 表现为 ΔK_{th} 和 K_c 显著下降。试验结束后在扫描电镜下观察断口形貌, 疲劳裂纹的扩展为穿晶形式, 疲劳断口上观察到大量的 TiN 夹杂物, 分析表明 TiN 夹杂物对 690 合金管的疲劳裂纹萌生和扩展有促进作用。

关键词: 690 合金; 疲劳裂纹扩展速率; TiN 夹杂物

中图分类号: TL341; TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)04-1180-05

由于其优异的抗腐蚀性能和机械性能, 690 合金逐渐替代了 600 合金, 被大量应用于制造压水堆核电厂蒸汽发生器传热管^[1-5]。在核反应堆启动、运行和停堆的过程中, 由于流体的温度和压力波动, 蒸汽发生器传热管会经历流质震动^[6]、机械振动等循环载荷疲劳行为, 从而导致在薄弱处出现疲劳裂纹, 疲劳裂纹逐渐萌生、扩展, 最终失稳破裂, 导致一回路放射性物质外泄, 严重威胁核电站的运行安全^[7]。因此, 研究蒸汽发生器 690 合金传热管的疲劳裂纹扩展行为, 对于评价其疲劳性能、失效分析和寿命预测等方面有着重要意义。

本研究采用销加载拉伸 (pin-loading tension, PLT) 方法^[8-10], 结合直流电压降法 (direct current potential drop, DCPD) ^[11-13]在线连续测量 690 合金管在室温和 325 °C 空气中的疲劳裂纹扩展速率, 通过对试验结果的模型拟合与分析, 得到材料的门槛应力强度因子幅值 ΔK_{th} 和失稳断裂应力强度因子 K_c 。试验结束后在扫描电子显微镜下观察断口形貌, 分析了 TiN 夹杂物对疲劳裂纹萌生和扩展的影响。

1 实 验

试验材料采用国产商用核级蒸汽发生器镍基 690 合金传热管材, 化学成分见表 1。传热管外部直径为

表 1 690 合金传热管的化学成分

Table 1 Chemical composition of alloy 690 tube (wt%)							
Ni	Cr	Fe	C	Si	Mn	Ti	Cu
Bal.	27.52	9.36	0.083	0.24	0.74	0.25	0.013

17.5 mm, 壁厚为 1.01 mm。试样直接从传热管材上截取和加工, 为了能够直接对薄壁管试样进行加载和测量, 本试验采用销加载拉伸方法研究其疲劳性能。试样的加载方式和详细尺寸可以参见文献^[14,15]。

690 合金传热管截面经打磨抛光后, 采用 10% 的溴甲醇溶液对抛光面进行浸蚀, 在扫描电子显微镜 (SEM) 下观察微观形貌, 如图 1 所示。该 690 合金传热管平均晶粒尺寸约为 40 μm , 在沿晶界处离散分

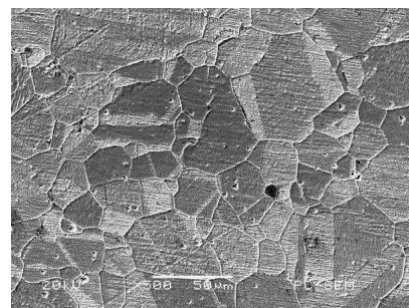


图 1 690 合金传热管的微观形貌

Fig.1 Microstructure of alloy 690 tube

收稿日期: 2017-04-18

基金项目: 大型先进压水堆核电站重大专项 (2010ZX06004-018)

作者简介: 陈 凯, 男, 1990 年生, 博士生, 上海交通大学核科学与工程学院, 上海 200240, E-mail: C.King@sju.edu.cn

布着大量碳化物 $[M_{23}C_6]$, 晶内则离散分布着钛氮化合物和碳氮化合物(Ti(C, N))。

疲劳裂纹扩展试验采用销加载拉伸方法进行加载^[14,15]。试验设备采用上海百若仪器公司生产的疲劳裂纹扩展测量试验机 FCC-50 (最大载荷 50 kN), 试验过程中, 加载过程中采用恒定最大应力强度因子 (K_{max})进行载荷控制, 正弦波加载, 疲劳频率 $f=1$ Hz、载荷比 $R(K_{min}/K_{max})=0.3$ 。

在疲劳试验过程中, 采用直流电压降法(DCPD)^[14,15]在线连续测量裂纹长度并计算裂纹扩展速率, 拉伸加载单元与 DCPD 裂纹长度测量单元同时与专业控制软件连接, 从而实现恒定最大应力强度因子 (K_{max})控制的加载方式, 同时载荷和试验数据均实时记录。实验结束后, 将试样拉开, 在扫描电子显微镜 (SEM) 下观察疲劳断口形貌。

2 结果和讨论

2.1 疲劳裂纹扩展速率

试验过程中, 根据 ASTM-E647 疲劳测试标准预制疲劳裂纹 (≥ 1 mm), 接着逐渐降低载荷, 使裂纹扩展速率逐渐降低, 并接近材料的门槛应力强度因子幅值 ΔK_{th} 。对疲劳裂纹扩展曲线进行拟合, 并绘制 $\lg(da/dt)-\lg(\Delta K)$ 曲线, 如图 2 所示。室温下的疲劳裂纹扩展速率低于 325 °C 高温下的疲劳裂纹扩展速率, 高温对疲劳裂纹扩展有加速作用。

Priddle 模型^[16]可以通过对疲劳裂纹扩展曲线进行拟合, 求出疲劳裂纹扩展的门槛应力强度因子幅值 ΔK_{th} 和断裂韧性 K_c :

$$da/dt = A \left(\frac{\Delta K - \Delta K_{th}}{K_c - K_{max}} \right)^n \quad (1)$$

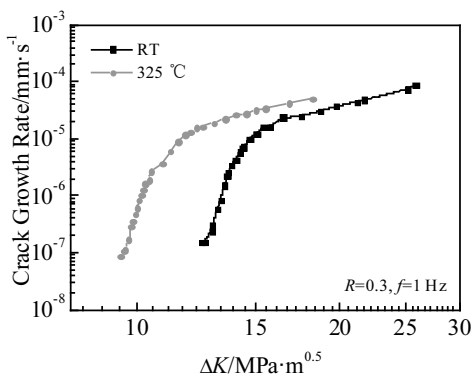


图 2 室温和 325 °C 下 690 合金传热管的疲劳裂纹扩展速率曲线

Fig.2 Curves for the fatigue crack growth rate of alloy 690 tube at RT and 325 °C

式中, da/dt 为裂纹扩展速率, 单位是 mm/s, ΔK 为应力强度因子幅值, $\Delta K=K_{max}(1-R)$, ΔK_{th} 为门槛应力强度因子幅值, K_c 为迅速失稳断裂的应力强度因子门槛值, 单位均是 $MPa \cdot m^{0.5}$, A, n 为材料常数。

采用公式 (1) 对图 2 中的疲劳裂纹扩展曲线进行拟合分析, 结果如图 3 所示。疲劳裂纹扩展曲线被明显划分为萌生区和亚临界扩展区 (Paris 区), 同时得到 ΔK_{th} 和 K_c 。室温下, $\Delta K_{th}=12.8 MPa \cdot m^{0.5}$, $K_c \sim 50 MPa \cdot m^{0.5}$; 高温 325 °C 下, $\Delta K_{th}=9.7 MPa \cdot m^{0.5}$, $K_c \sim 45 MPa \cdot m^{0.5}$ 。高温下, 门槛应力强度因子幅值 ΔK_{th} 和断裂韧性 K_c 均降低。

2.2 TiN 夹杂物的影响

图 4 为侵蚀后的 690 合金管截面 SEM 形貌, 可以看到在晶界处和晶粒内部离散分布着 TiN 夹杂物 (图 4a、4b), 同时在晶粒内部还存在连续的 TiN 夹杂物 (图 4c)。EDS 分析结果表明, 这些夹杂物的主要成分是 TiN (图 5)。TiN 夹杂物通常是长方形或者多边形, 尺寸为 1~5 μm 。由图 4 中可以看出, TiN 夹杂物内部或周围存在许多微裂纹和微孔洞, 可能是在传热管加工过程中造成的。与基体材料相比, TiN 夹杂物更加坚硬, 耐腐蚀性能强, 在传热管轧制或者锻压过程中更易出现这些微裂纹和微孔洞的缺陷, 这些缺陷可能会对材料的疲劳裂纹扩展产生影响。

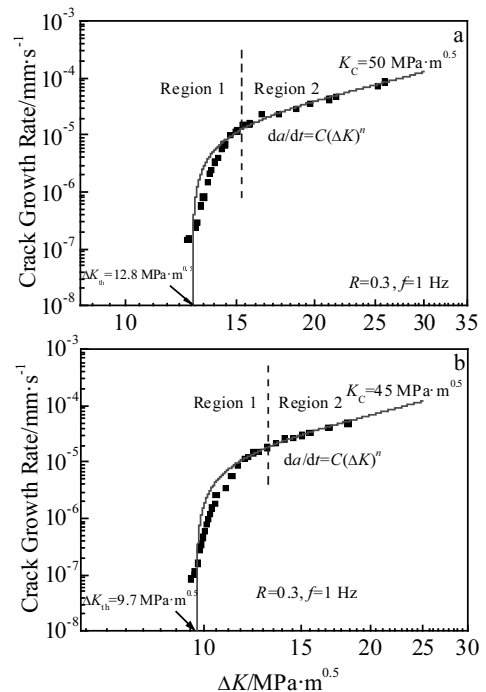


图 3 室温和高温 325 °C 下 690 合金传热管的疲劳裂纹扩展曲线拟合结果

Fig.3 Fitting curves for the fatigue crack growth rate of alloy 690 tube: (a) RT in air and (b) 325 °C in air

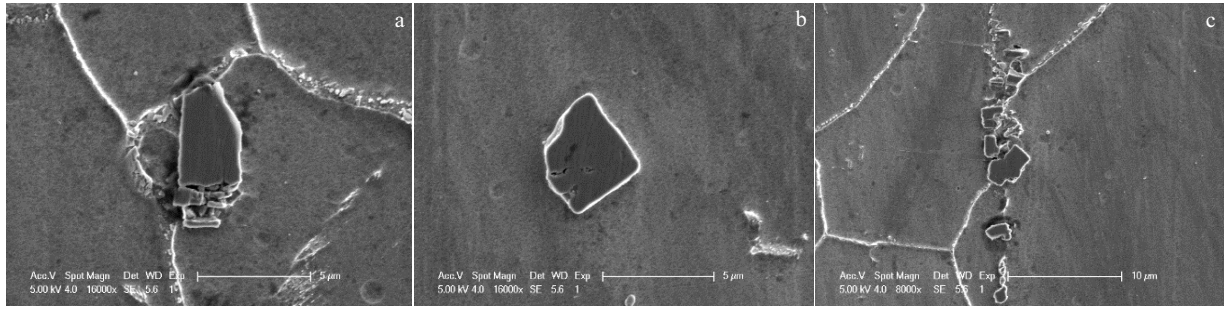


图 4 侵蚀后的 690 合金管截面的 TiN 夹杂形貌图

Fig.4 SEM morphologies of TiN inclusions among etched surface of alloy 690 tubes: (a) near grain boundary, (b) among grain, and (c) continuously inside grain

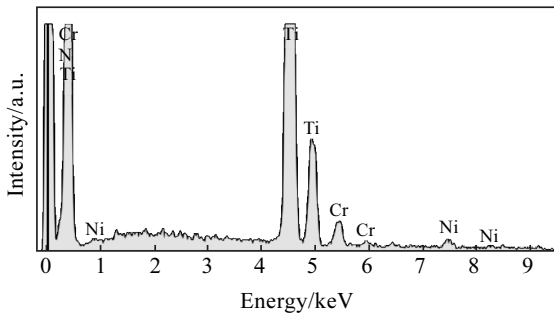


图 5 TiN 夹杂物的 EDS 成分分析

Fig.5 EDS spectrum of the TiN inclusions

试样的疲劳断口形貌如图 6 所示。在室温和 325 °C 下，断口形貌并没有明显区别，断口都显示出明显的疲劳辉纹，并表现出局部的微塑性变形，疲劳断裂形式为穿晶断裂。从图 6 中还可以看到，在断裂面存在较多的 TiN 夹杂物，在 TiN 夹杂物内部和周围观察到较多的二次裂纹（secondary crack, SC）和孔洞（cavity），这些二次裂纹和孔洞位于 TiN 夹杂物的周围，并向外辐射。因此，有理由相信这些二次裂纹和孔洞是由图 4 中 TiN 夹杂物周围的微裂纹和微孔洞发展而来。材料在疲劳交变载荷的作用下，TiN 夹杂物周围的微裂纹和微孔洞作为材料内部的缺陷和薄弱点，使得 TiN 夹杂物成为裂纹扩展的薄弱区域，诱导疲劳裂纹的萌生，并促进疲劳裂纹的扩展。将试验后的试样沿厚度方向切开，然后打磨抛光并侵蚀，在 SEM 下从侧面观察裂纹扩展路径的形貌和特征（如图 7 所示），裂纹扩展方向为从下至上。从图 7 中可以观察到，在疲劳主裂纹的内部存在较多的 TiN 夹杂物，疲劳主裂纹从 TiN 夹杂物的一边穿过(图 7a、7c)，或者从 TiN 夹杂物的两侧穿过(图 7b、7d)，这些 TiN 夹杂物大多比较完整，并没有发生破裂，说明疲劳裂纹

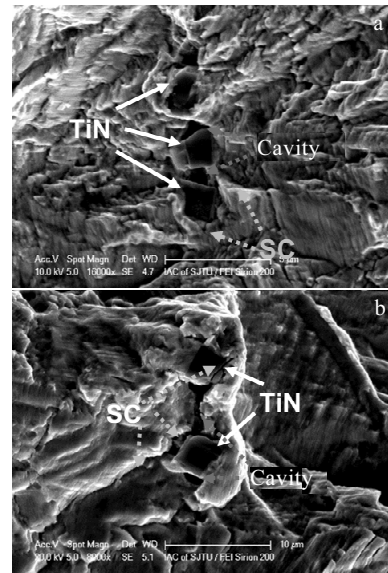


图 6 疲劳断裂面的 TiN 夹杂物

Fig.6 SEM images of TiN inclusions on the fatigue crack surface: (a) continuous TiN and (b) isolated TiN

主要从 TiN 夹杂物周围的微孔洞和微裂纹穿过，TiN 夹杂物本身并没有在疲劳的作用下发生破坏。图 8 则展示了裂纹尖端及其前端的 TiN 夹杂物微观形貌。从图 8 中可以看到，疲劳裂纹尖端十分尖锐，并向左右两端分叉，由于裂纹尖端应力场的作用，裂纹尖端前端的 TiN 夹杂物周围出现了较多的二次微裂纹，这些二次裂纹以 TiN 夹杂物为中心，并向外辐射。根据图 4 中 TiN 夹杂物的形貌推断，这些二次裂纹主要是从 TiN 夹杂物周围的微裂纹和微孔洞扩展、聚集而来，使得疲劳微裂纹在 TiN 夹杂物周围萌生。在疲劳裂纹到达前，由于 TiN 夹杂物周围存在着较多的二次裂纹，使得 TiN 夹杂物周围出现应力集中，成为优先破坏区域，疲劳裂纹更易在 TiN 夹杂物周围萌生和扩展。

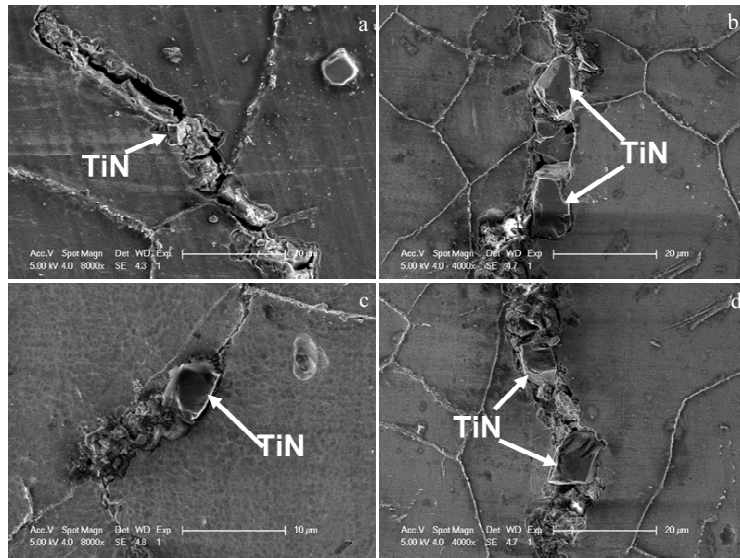


图 7 疲劳裂纹侧面 SEM 微观形貌

Fig.7 SEM side view of fatigue crack surface

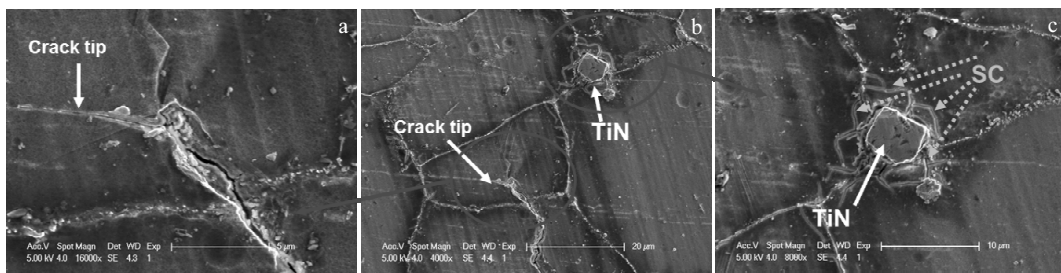


图 8 疲劳裂纹尖端和其前端的 TiN 夹杂物形貌图

Fig.8 SEM side view of fatigue crack tip and TiN inclusion ahead of crack tip: (a) crack tip, (b) location of TiN, and (c) TiN inclusion

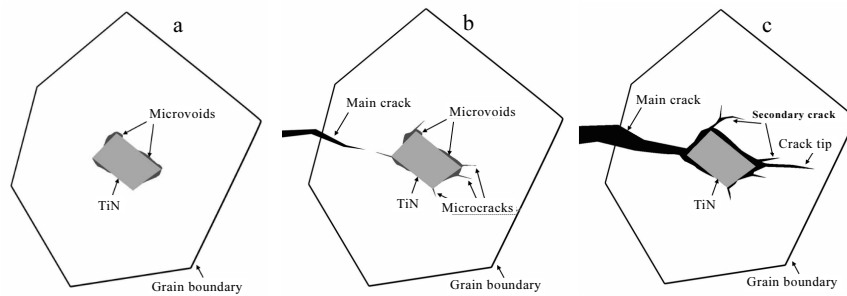


图 9 TiN 夹杂物对疲劳裂纹萌生和扩展作用的示意图

Fig.9 Schematic of effects of TiN inclusion on fatigue initiation and propagation: (a) isolated TiN among the grain, (b) TiN with microcracks and microvoids surrounded, and (c) TiN with passing around by the main crack

综合上述分析可知, TiN 夹杂物对 690 合金管疲劳裂纹萌生和扩展行为如示意图 9 所示。在 690 合金管内部存在较多的 TiN 夹杂物, 由于在加工过程的影响, TiN 夹杂物与材料基体之间存在较多的微孔洞和微裂纹, 如图 9a 所示; 当疲劳裂纹扩展到 TiN 夹杂物附近时, 在裂纹尖端应力场的作用下, 这些微裂纹和微孔洞

处出现应力集中, 微裂纹和微孔洞开始向周围扩展, 并逐渐聚集、合并, 成长为二次裂纹, 如图 9b 所示; 这些二次裂纹使得 TiN 夹杂物成为裂纹扩展的薄弱区, 二次裂纹逐渐与疲劳主裂纹相遇、合并, 疲劳主裂纹逐渐从 TiN 周围穿过, 如图 9c 所示。图 4、图 8 和图 7 中微观结果分别证实了以上 3 个过程。总之, TiN 夹杂

物的存在加速了 690 合金管内的疲劳裂纹萌生和扩展。

3 结 论

1) Priddle 模型对疲劳裂纹扩展曲线拟合结果较好, 可以预测得到门槛应力强度因子幅值 ΔK_{th} 和断裂韧性 K_c 。与室温下结果相比, 高温 325 °C 下, 材料的 ΔK_{th} 和 K_c 均降低。

2) 690 合金管内部存在较多 TiN 夹杂物, 在 TiN 内部和周围存在较多缺陷, 这些缺陷主要是微裂纹和微孔洞, 使得 TiN 成为材料内部疲劳裂纹萌生和扩展的薄弱点。

3) 在疲劳裂纹到达 TiN 夹杂物之前, 由于裂纹尖端应力场的作用, TiN 周围的微裂纹和微孔洞逐渐扩展为二次裂纹, 促进了 TiN 周围的裂纹萌生, 使得疲劳裂纹更易从 TiN 附近穿过。

4) 断口表面的 TiN 大多仍然保持完整, 疲劳裂纹更易从 TiN 周围穿过, 而非直接从 TiN 内部穿过。

5) 室温和高温下的断口均观察到明显的疲劳辉纹和穿晶断裂。

参考文献 References

- [1] Young B A, Gao X S, Srivatsan T S *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2006, 416(1-2): 187
- [2] Young B A, Gao X S, Srivatsan T S *et al. Materials & Design* [J], 2007, 28(2): 373
- [3] Hou J, Shoji T, Lu Z P *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 2010, 397(1-3): 109
- [4] Young B A, Gao X S, Srivatsan T S. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2009, 394(1): 63
- [5] Peng Q J, Hou J, Yonezawa T *et al. Corrosion Science*[J], 2012, 57: 81
- [6] MacDonald P E, Shah V N, Ward L W *et al. Steam Generator Tube Failures NUREG/CR-6365*[R]. Idaho Falls, ID: Idaho National Engineering Lab, 1996
- [7] Al-Rubaie K S, Godefroid L B, Lopes J A M. *International Journal of Fatigue*[J], 2007, 29(5): 931
- [8] Yagnik S, Ramasubramian N, Grigoriev V *et al. Journal of ASTM International*[J], 2008, 5(2): 101 140
- [9] Grigoriev V, Jakobsson R. *Journal of ASTM International*[J], 2005, 2(8): 1
- [10] Coleman C, Grigoriev V, Inozemtsev V *et al. Nuclear Engineering and Technology*[J], 2009, 41(2): 171
- [11] Seok C S, Bae B K, Koo J M. *KSME International Journal*[J], 2004, 18(8): 1368
- [12] Bowler N. *Research in Nondestructive Evaluation*[J], 2006, 17(1): 29
- [13] Merah N. *Journal of Quality in Maintenance Engineering*[J], 2003, 9(2): 160
- [14] Chen Kai(陈 凯), Du Donghai(杜东海), Lu Hui(陆 辉) *et al. Journal of Shanghai Jiaotong University*(上海交通大学学报) [J], 2014, 48(11): 1644
- [15] Chen Kai(陈 凯), Du Donghai(杜东海), Zhang Lefu(张乐福) *et al. Chinese Journal of Engineering*(工程科学学报)[J], 2015, 37(10): 1331
- [16] Anderson T L. *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2005: 635

Effect of TiN Inclusion on Fatigue Crack Growth Behavior of Alloy 690 Tube

Chen Kai¹, Du Donghai¹, Lu Hui¹, Zhang Lefu¹, Shi Xiuqiang², Xu Xuelian²

(1. Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China)

(2. Shanghai Key Laboratory for Nuclear Power Engineering, Shanghai 200233, China)

Abstract: Fatigue crack growth rates (FCGR) of alloy 690 tubes were obtained in air at room temperature (RT) and 325 °C by pin-loading tension (PLT) and a direct current potential drop (DCPD) method. Testing data were fitted with Priddle model, and thus the threshold stress intensity factor amplitude ΔK_{th} and fracture strength K_c were predicted. Results show that at higher temperature, fatigue crack growth rates are much faster than that at RT; as a result, the ΔK_{th} and K_c decrease at higher temperature. Scanning electron microscopy (SEM) results reveal that the propagation of fatigue crack is transgranular attack, and the fracture surface is covered with a lot of TiN inclusions. It is reasonable to believe that TiN inclusions could enhance fatigue crack initiation and propagation of alloy 690 tubes.

Key words: alloy 690; fatigue crack growth rate; TiN inclusions

Corresponding author: Zhang Lefu, Ph. D., Professor, School of Nuclear Science and Engineering, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, P. R. China, Tel: 0086-21-34205099, E-mail: lfzhang@sjtu.edu.cn