

# STUDIE ODHADU CREEPOVÉHO POŠKOZENÍ OCELI PRO ENERGETICKÁ ZAŘÍZENÍ

## CREEP DAMAGE ASSESSMENT STUDY OF STEELS FOR ENERGY FACILITIES

Jiří Dvořák <sup>a)</sup>, Václav Sklenička <sup>a)</sup>, Petr Král <sup>a)</sup>, Marie Kvapilová <sup>a)</sup>, Marie Svobodová <sup>b)</sup>, Jan Šifner <sup>c)</sup> a Václav Koula <sup>c)</sup>

<sup>a)</sup> Ústav fyziky materiálů AV ČR, v.v.i.

<sup>b)</sup> UJP PRAHA a.s.

<sup>c)</sup> DAKEL – středisko technické diagnostiky ZD Rpety

### Abstrakt

Pro zajištění dlouhodobého bezpečného používání ocelí odolných proti tečení při zvýšených provozních teplotách jsou naprosto nezbytné základní studie jejich pevnosti při tečení a hodnocení degradace. Přestože dosud chybí systematicky získávané spolehlivé údaje o creepovém chování těchto ocelí v provozu, existují způsoby hodnocení pevnosti při tečení a degradace využívající různé druhy diagnostických technik umožňující vysoce přesné metody předpovídání žárovevného chování. Tento příspěvek se zabývá jedním z nich, a to konkrétně zkoumáním chování při tečení a vývoje poškození žárovevných parovodních ocelí s různým stupněm degradace s využitím pokročilé detekční metody akustické emise (AE).

### Abstract

To ensure the long-term safe use of creep-resistant steels at elevated operating temperatures, basic creep strength studies and degradation assessments are essential. Although there is still a lack of systematically obtained reliable data on the creep behaviour of these steels in operation, there are methods for assessing creep and degradation strength using various types of diagnostic techniques to allow highly accurate methods of predicting creep-resisting behaviour. This paper deals with one of them, namely the investigation of creep behaviour and the development of damage of the operated steam pipeline steel various degrees of degradation using an advanced acoustic emission detection method.

### Úvod

Pro součásti tlakových systémů tepelných energetických zařízení pracujících do 580 °C se zpravidla používají nízkolegované oceli typu CrMoV. V České republice byla v minulosti používána pro konstrukce většiny energetických bloků nízkolegovaná ocel 15 128 dle ČSN 41 5128 [1]. Spolu s výstavbou nových bloků elektráren na fosilní paliva se zvýšenou účinností však vyvstal i požadavek na vývoj nových ocelí dosahujících vyšší korozní odolnost a žárovevnost za zvýšených teplot dosahujících až 600 °C. Zde nastupují 9-12% chromové oceli a hlavním představitelem těchto ocelí byla ocel nové generace P91 [2]. Tato ocel s přísadkou niobu, vanadu a dusíku zvýšila hodnotu creepové pevnosti na téměř dvojnásobek. Karbidická fáze  $M_{23}C_6$  zpomaluje růst zrn, sekundární MX fáze blokuje dislokace uvnitř zrn. V dalších letech byla vyvinuta v Japonsku ocel P92. V porovnání s ocelí P91 obsahuje ocel P92 wolfram (do 2 %), méně molybdenu (do 0,6 %) a také malé množství bóru. Ocel P92 dosahuje přibližně o 30 % vyšší creepovou pevnost při 600 °C než ocel P91 [3].

Při provozu součástí dochází s postupem času k degradaci (snižování) jejich užitných vlastností a tím ke snižování jejich životnosti. Významným degradačním procesem v žárovevných ocelích, porušujícím integritu dané součásti při vysokých teplotách, je creep (tečení) materiálu. Spolu s creepem působí také koroze (vysokoteplotní oxidace) materiálu, nestabilita struktury, vysokoteplotní popouštění křehkosti oceli, aj. Naléhavým problémem parovodního potrubí, vyrobeného z těchto ocelí odolných proti tečení, je určení jejich zbytkové životnosti, už vzhledem

k tomu, že tyto části jsou nyní ve většině českých elektráren na konci své projektované životnosti ( $2,5 \cdot 10^5$  hodin). Schopnost včasné monitorovat a vyhodnocovat vývoj a stav porušení je zásadní požadavek pro bezpečný a dlouhodobý provoz energetických zařízení. Dosavadní metody kontroly stavu degradace materiálu zahrnovaly především mikrostrukturní rozbor a mechanické zkoušky z odebraných replik potrubí, což představuje invazivní a opakovaný zásah do materiálu komponenty.

Jednou z rychle se rozvíjejících a nadějných metod, zařazených do skupiny nedestruktivních defektoskopických zkoušek, je technika snímání tzv. akustické emise (AE) [4]. Tato metoda je vhodná pro snímání velkých částí energetických zařízení, s cílem predikovat a identifikovat poruchy dříve, než dojde k nehodě parovodních systémů fosilních energetických zařízení.

Příspěvek přináší současné poznatky při řešení výše uvedené problematiky v rámci projektu TAČR a rovněž navazuje na projekt NCK Strojírenství.

### **Experimentální materiál a zkušební podmínky**

Jako experimentální materiály byly zvoleny nízkolegovaná CrMoV ocel 15 128, která tvoří v současnosti hlavní součást parovodních potrubí v elektrárenských zařízení, a 9% chromová ocel P92, která má potenciál v budoucnu nahradit tyto stávající dosluhující oceli.

Ocel 15 128 byla testována různých strukturních stavech:

1. výchozí neprovozovaný segment rovné části parovodní trubky 15 128.5 o rozměrech OD 243 x 20 mm (označeno dále VS),
2. provozovaná (540 °C / 240 066 h / 17,46 MPa) ocel 15 128.9 o rozměrech OD 324 x 48:
  - tažená část ohybu s povrchovými creepovými trhlinami (označeno dále DST),
  - tlačaná část ohybu s povrchovými creepovými kavitami (označeno dále DSK).

Ocel P92 byla dodána jako část potrubí o rozměrech OD 330 x 55 mm, normalizována při teplotě 1050 °C / 30 min / vzduch a dále popouštěna při teplotě 765 °C / 60 min / vzduch. Tento stav je dále označován jako výchozí (VSP) stav. Pro simulaci tepelného zpracování materiálu standardně aplikovaného po svaření potrubí, byla část VSP stavu přidavně popouštěna při teplotě 766 °C / 3 h / do 425 °C v uzavřené peci, poté na vzduch (dále ŽS stav).

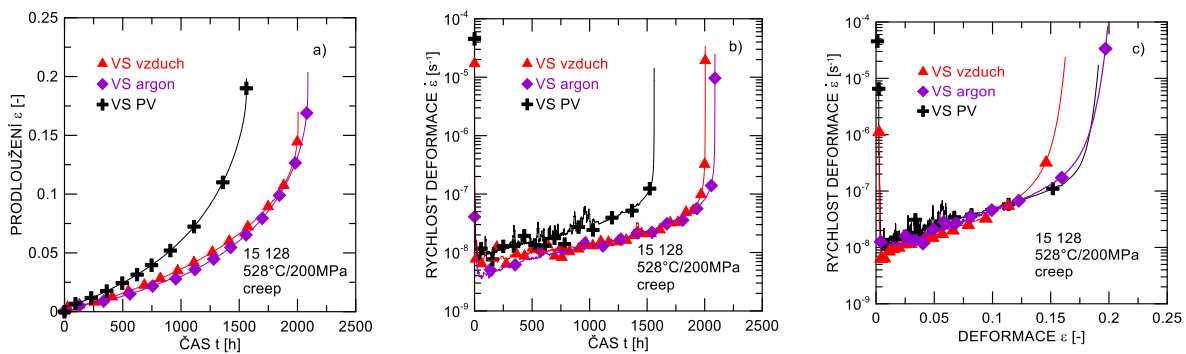
Z obou materiálů byly následně připraveny válcové creepové vzorky o průměru 5 mm a měrné délce 50 mm. Creepové zkoušky, vedené při aplikaci jednoosého tahu s konstantním zatížením, byly provedeny v ÚFM AV ČR, v.v.i. Brno, při teplotě 528 °C (ocel 15 128) a 600 °C (ocel P92) v rozsahu napětí 100-250 MPa. Všechny zkoušky byly vedeny do lomu vzorku, jednak v režimu ochranné atmosféry argonu, tak pro porovnání i na vzduchu (pouze u 15 128). V průběhu zkoušky bylo průběžně snímáno prodloužení a creepová rychlost. Mikrostrukturní analýza byla provedena pomocí skenovacího mikroskopu Tescan Lyra 3 XMU FEG/SEM-FIB/EBSD a transmisního elektronového mikroskopu Jeol 2100F (TEM).

Akustická emise byla průběžně monitorována během creepových testů pomocí funkčního prototypu aparatury IPL-3 (18 bit / 15 MHz) pro sběr dat, vyvinutého společností DAKEL, se vzorkovací frekvencí 15 MHz a celkovým zesílením 130 dB, umožňující zachytit emisní události, které dosud byly za detekční hranicí. Měření AE bylo dosaženo pomocí dvou senzorů MDK-42AS42. Tyto senzory byly přes ultrazvukový gel magneticky přichyceny na konce tahové soustavy sloužící jako finální výstupy obou vlnovodů. Bližší podrobnosti lze najít v [5].

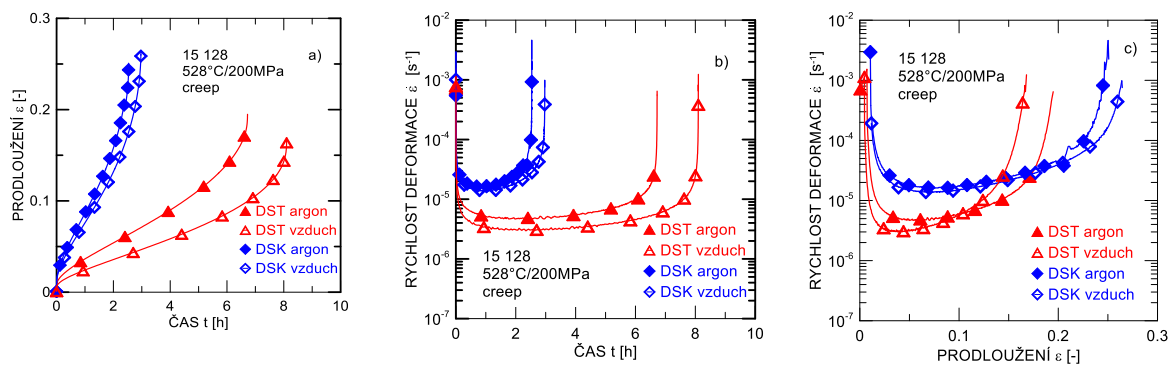
## Výsledky a diskuze

### Creepové zkoušky a mikrostrukturní analýza

Obrázky 1(a) a 2(a) znázorňují standardní creepové křivky pro různé provozní modifikace oceli 15 128, testované při teplotě 528 °C a napětí 200 MPa. Výsledky ukazují, že při stejných podmínkách testování vykazuje DS stav výrazně horší creepovou odolnost v porovnání s VS stavem. Z porovnání obou DS stavů vykazuje nižší creepovou odolnost DST stav. Dále, dlouhodobý provoz nemá za stanovených podmínek prakticky žádný vliv na výsledné creepové lomové prodloužení creepových vzorků. Creepové testy provedené v minulosti v UJP Praha a.s. na vzduchu odhalily, že v průběhu creepu dochází k silné oxidaci materiálu a vytvoření oxidické vrstvy, která se následně odlupuje a dochází tak k úbytku materiálu a tím i k redukci průřezu vzorku. Tato okolnost může významně ovlivnit výsledné creepové charakteristiky. Při studiu vlivu okolní atmosféry (argon vs. vzduch) na průběh creepu bylo prokázáno, že VS vzorek testovaný v argonu dosahuje nepatrně lepší creepové odolnosti. Vyšší creepovou odolnost DS stavu na vzduchu nelze v tomto případě brát vážně vzhledem k tomu, že výsledný čas do lomu je příliš krátký k oxidaci vzorku. Lepší přehled o individuálních stavech creepu nám poskytuje transformace standardních křivek do formy okamžité rychlosti deformace  $\dot{\epsilon}$  na čase  $t$  (obr. 1(b) a obr. 2(b)) nebo okamžité rychlosti deformace  $\dot{\epsilon}$  na creepové deformaci  $\epsilon$  (obr. 1(c) a obr. 2(c)). Zde vidíme, že creepová rychlost VS stavu je přibližně o tři řády nižší než u DS stavu. Z uvedených závislostí je zřejmé, že u VS stavu po počátečním krátkém zpevnění charakterizovaném primárním stadiem creepu zvolna dochází k odpevnění v podobě terciárního stadia. Toto stadium zde představuje dominantní část celé creepové expozice. Sekundární stadium se zde téměř nevyskytuje a je zúženo na určitý inflexní bod. Zcela jiný charakter vidíme u DS stavu, kde primární fáze creepu reprezentuje přibližně třetinu celé creepové expozice. V úplném závěru dochází k akceleraci creepové rychlosti a závěrečnému lomu.



Obr. 1: Creepové charakteristiky VS stavu materiálu 15128 při napětí 200 MPa a teplotě 528 °C: (a) creepová deformace vs. čas; (b) creepová rychlost vs. čas; (c) creepová rychlost vs. deformace



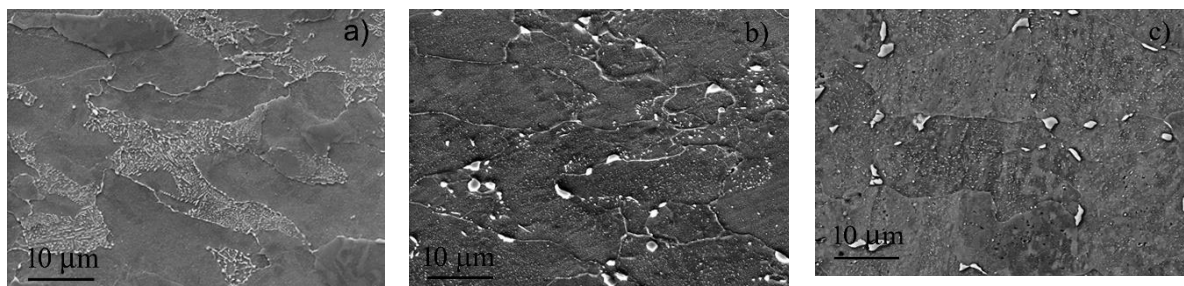
Obr. 2: Creepové charakteristiky DS stavu materiálu 15128 při napětí 200 MPa a teplotě 528 °C: (a) creepová deformace vs. čas; (b) creepová rychlost vs. čas; (c) creepová rychlost vs. deformace

Pro porovnání je do grafů (obr. 1(a)-(c)) vynesena i zkouška provedená na plochem vzorku (PV) o rozměrech 5 x 3,2 mm a délce 50 mm. Přestože hodnota minimální rychlosti creepu a lomového prodloužení je totožná s válcovým vzorkem, doba do lomu je kratší. To lze přisuzovat tvaru plochého vzorku, který je náchylnější k tvorbě povrchových trhlin a vzniku magistralní trhliny bezprostředně vedoucí k lomu.

Pro metalografickou analýzu materiálů byly na creepovaných vzorcích provedeny metalografické výbrusy v oblasti blízké lomu. Na takto připravených výbrusech byla provedena analýza mikrostruktury a hodnocení strukturálních změn způsobených vlivem creepové expozice, a především působením dlouhodobého provozního namáhání. Rozhodující vliv na dosahování vysoké meze pevnosti při tečení nízkolegovaných CrMoV ocelí má precipitační zpevnění oceli částicemi karbidu  $V_4C_3$  vyloučenými ve formě jemného disperzního precipitátu, který účinně blokuje pohyb dislokací v průběhu creepové deformace [6].

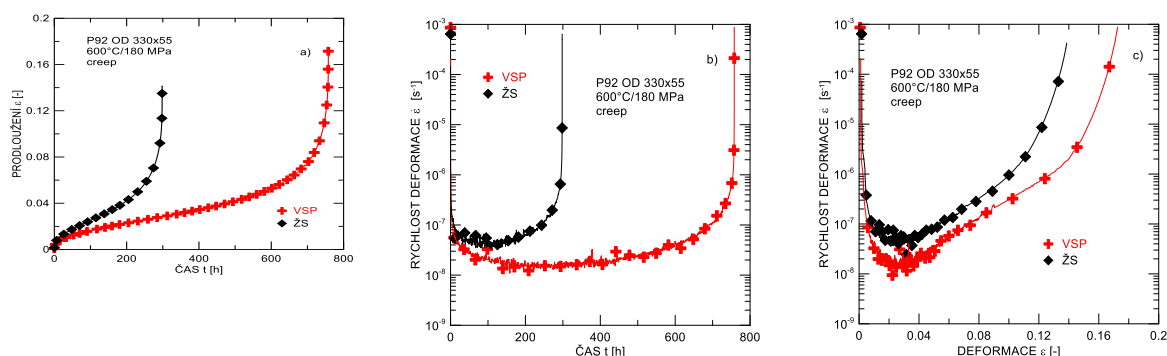
VS stav (obr. 3(a)) je tvořen feritickou strukturou s jemnými karbidy uvnitř a hrubšími karbidy na hranicích. Ve struktuře VS stavu lze pozorovat také perliticko-bainitické oblasti s částečně sferoidizovanými karbidy. V důsledku dlouhodobého provozního zatížení a teplotě se ochuzuje původně bainitické zrno o uhlík a dochází k vyloučení a růstu hrubých částic cementitu na hranicích zrn. Díky tomu tak matrice ztrácí svoji původní pevnost a eliminuje tak svůj příspěvek k precipitačnímu zpevnění (obr. 3(b),(c)). Tím lze vysvětlit výrazné snížení creepových vlastností u DS stavů. U DS stavů došlo především vlivem dlouhodobého provozu (540 °C / 240 066 h / 17,46 MPa) k rozpadu perliticko-bainitické části struktury. Obr. 3(b),(c)

ukazují, že struktura DS stavů je feritická s jemnými karbidy uvnitř zrn a s hrubými karbidy na hranicích. Avšak vlivem dlouhodobé teplotní expozice došlo k hrubnutí jak jemných karbidů uvnitř zrn, tak karbidů na hranicích ve srovnání se stavem VS (obr. 3(a)). Pokud porovnáme stavy DST a DSK (obr. 3(b),(c)), pozorujeme u DST stavu více jemných precipitátů uvnitř feritických zrn než u stavu DSK.



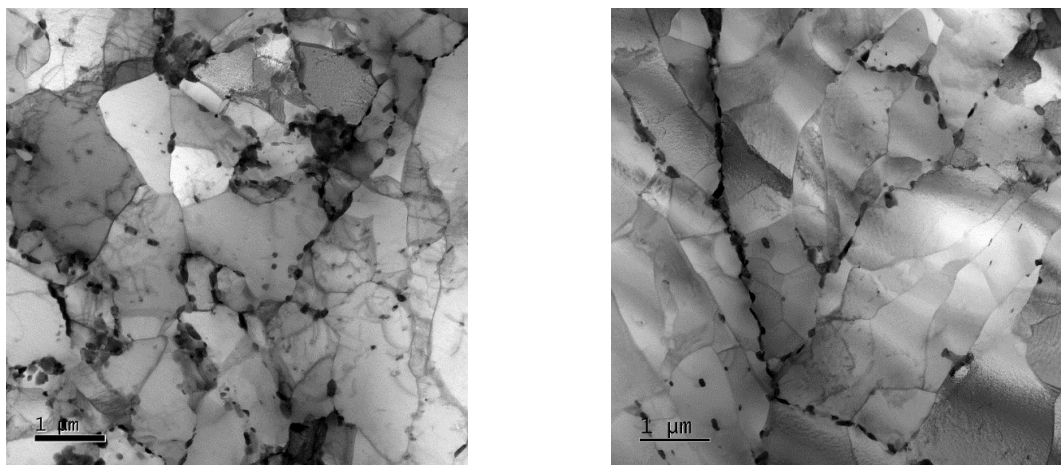
Obr. 3: Mikrostruktura stavu po creepu: a) VS stav; b) DST stav a c) DSK stav (atmosféra vzduch). Podmínky creepu: napětí 200MPa a teplota 528 °C.

Creepové chování 9% chromové oceli P92 ve výchozím (VSP) stavu a stavu po přidavném popouštění (ŽS) bylo zkoumáno v ochranné atmosféře argonu, při teplotě 600 °C a napětí 180 MPa. Jak je ukázáno na obr. 4, byly zjištěny významné rozdíly v creepovém chování oceli ve VSP stavu ve srovnání s ŽS stavem. Za prvé, ŽS stav vykazuje výrazně kratší dobu lomu ( $t_f$ ) než VSP stav. Za druhé, standardní křivky prodloužení ( $\epsilon$ ) vs. doba do lomu ( $t_f$ ) ukazují, že krátkodobé izotermické žíhání nevede ke zvýšení creepové plasticity. Je třeba poznamenat, že tvary creepových křivek pro VSP a ŽS se poněkud liší, což lépe ověříme, pokud tyto standardní křivky  $\epsilon$  vs.  $t$  (obr. 4(a)) vyneseme ve formě okamžité rychlosti creepu ( $\dot{\epsilon}$ ) proti času  $t$  (obr. 4(b)) nebo deformaci  $\epsilon$  (obr. 4(c)). Přestože proces počátečního deformačního zpevnění probíhá u obou stavů téměř identicky, tj. dosažení hodnoty minimální rychlosti creepu  $\dot{\epsilon}_m$  se uskutečňuje při deformaci  $\epsilon \sim 0,04$ , terciární stadium probíhá rozdílně. Zatímco u ŽS stavu dochází k postupnému odpevňování až do lomu vzorku, VSP stav vykazuje v průběhu deformace  $\epsilon \sim 0,08 - 0,14$  jistou fázi zpevnění. To lze přisoudit aktivní roli malých vytvrzujících částic, které významně přispívají ke zvyšování precipitačního zpevnění materiálu.



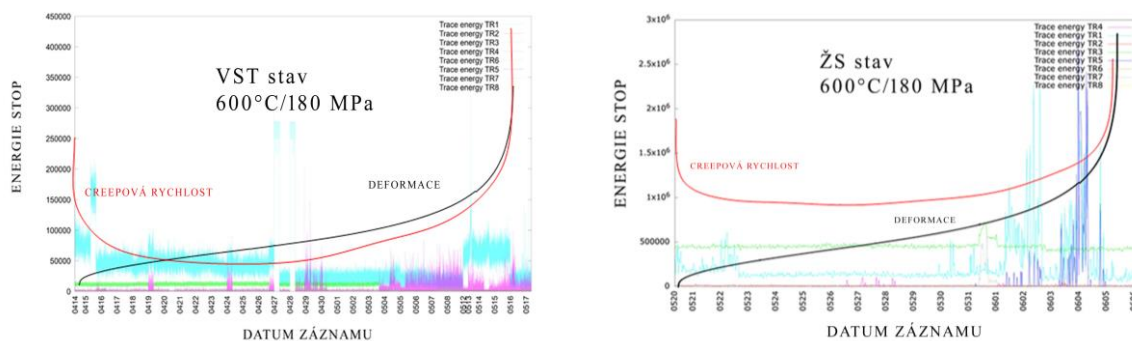
Obr. 4: Creepové charakteristiky materiálu P92 při napětí 180 MPa a teplotě 600 °C: (a) creepová deformace vs. čas; (b) creepová rychlost vs. čas; (c) creepová rychlost vs. deformace

Obrázek 5 znázorňuje TEM mikrostrukturu VSP stavu (obr. 5(a)) a ŽS stavu (obr. 5(b)). VSP stav je reprezentován hranicemi zrn dekorovanými především Cr částicemi (obr. 5(a)). Cr částice jsou také pozorovány na hranicích subzrn a uvnitř dílků zrn. Popouštěcí teplota (766 °C) vedla k mírnému poklesu v hustotě dislokací a zvýšení velikosti (sub)zrna (obr. 5(b)). Na hranicích zrn rovněž dochází k výrazné nukleaci a růstu karbidů  $M_{23}C_6$  na úkor malých částic vytvářejících karbidické síťoví, což rovněž negativně ovlivňuje mez pevnosti při tečení.



Obr. 5: Mikrostruktura stavu po creepu oceli P92: a) VSP stav; b) ŽS stav. Podmínky creepu: napětí 200 MPa a teplota 600 °C

V průběhu creepových zkoušek byl zaznamenáván signál AE, a to v pravidelných intervalech třikrát denně po dobu 15 minut. Na rozdíl od klasického vyhodnocování AE, kdy se primárně vyhledává překmit signálu přes stanovenou hodnotu, zde vyhodnocení probíhalo pomocí neuronových sítí. Tyto sítě pracují na principu vytipování tvarových anomálií v signálu, které se následně systematicky vyhledávají. Z předešlých záznamů AE bylo vytipováno několik typů anomálií, které jsou označovány jako stopy (trace). Metoda DAKEL NN vyhledává v signálu tyto stopy. Do grafu se potom vykreslují počty jednotlivých stop vyhledaných v určitém časovém intervalu, jejich délky a energie. Tato grafická reprezentace dobře koreluje s grafy creepové rychlosti a creepové deformace. Podstatnou výhodou metody DAKEL NN je, že registruje nejenom stopy nad úrovní šumu, ale je schopna také vyhledat stopy, které jsou z hlediska amplitudy srovnatelné se šumem nebo dokonce i menší. Ve většině případů dochází ke změnám v množství, energii a délkách stop dříve, než na to zareagují creepová rychlost a deformace. V průběhu creepové zkoušky se záznamem AE pak můžeme sledovat a vyhodnotit množství a další parametry stop v jednotlivých stadiích creepu. Z důvodu predikce životnosti je důležité určení místa konce stacionárního a nástupu terciárního stadia creepu, což je stadium, od kterého nastává významný proces fyzikálně mikrostrukturních změn v materiálu. V případě realizovaných měření (obr. 6) byl zjištěn nárůst či změna emisní aktivity na počátku zkoušky, a především v terciárním stadiu. Dále, pro jednotlivé stavy materiálu jsou aktivní různé stopy emisních událostí. Detailnějšímu studiu těchto jevů bude věnován další výzkum. Lze tedy konstatovat, že snímáním AE ve vybraných typech provozu lze s dostatečným předstihem lokalizovat nežádoucí změny v materiálu, které vedou k destrukci celého zařízení a velkým ekonomickým ztrátám.



Obr. 6: Záznam AE creepové zkoušky (600 °C / 200 MPa): a) VSP stav; b) ŽS stav

## Závěr

Provedené creepové testy ukázaly, že ocel 15 128 po dlouhodobém provozu vykazuje výrazně nižší creepovou odolnost v porovnání s výchozím stavem. Rovněž u oceli P92 došlo po dodatečném tepelném zpracování k poklesu creepové odolnosti. Důvodem je především hrubnutí karbidických částí a jejich segregace na hranicích zrn. Bylo ukázáno, že pomocí metody AE je možné u těchto dvou parovodních ocelí s předstihem diagnostikovat degradační pochody provozních materiálů.

## Poděkování

Výzkumný program byl realizován za finanční podpory Technologické agentury ČR v rámci projektu č. TK03020089 – THĚTA a projektu č. TN1000015 NCK Strojírenství.

## Literatura

- [1] Janovec, J., Poláchová, D., Junek, M. (2012): *Lifetime Assessment of a Steam Pipeline*. Acta Polytechnica, Vol. 52, pp. 74-79. ISSN 1805-2363 (online)
- [2] Mayer, H., Masuyama, F. (2008): *The development of creep-resistant steels*. Creep-resistant Steels, Woodhead Publishing Limited, Cambridge (UK), pp. 15-77. ISBN 978-1-84569-178-3
- [3] Vodárek, V. (2003): *Fyzikální metalurgie modifikovaných (9-12)%Cr ocelí*. VŠB – Technická univerzita Ostrava, Ostrava, str. 1-163. ISBN 80-248-0329-1
- [4] Koula, V. et al (2018): *Analyzátor kontinuální akustické emise pro diagnostiku erozně korozního a creepového poškození potrubních systémů*. Roční zpráva o řešení projektu, rok 2018, program TRIO MPO FV 10645, DAKEL, Praha.
- [5] Dvořák, J., Sklenička, V., Král, P., Kvapilová, M., Svobodová, M., Šifner, J., Koula, V. (2019): Detekce poruch pomocí akustické emise (AE) v podmínkách vysokoteplotního creepu. *14. konference Zvyšování životnosti komponent energetických zařízení v elektrárnách*, Západočeská univerzita v Plzni, Srní, str. 75-80. ISBN 978-80-261-0885-6
- [6] Foldyna, V., Purmanský, J. (1989): *Role of dispersed phase in creep of ferritic steel*. Czechoslovak Journal of Physics, Vol. 39, pp. 1133-1137. ISSN 0011-4626

