

超高强度钢 37SiMnCrNiMoV 应力腐蚀过程中声发射信号的研究

杨震 朱永新 孟丽莉 江晓东 齐瑞昌

(中国科学院金属研究所 沈阳 110016)

摘要 采用 AE 技术对超高强度钢 37SiMnCrNiMoV 在 3.5% NaCl 溶液中的 SCC 行为进行研究. 证明在裂纹的稳定扩展区内, 裂纹是间歇, 跳跃式的扩展. 发现腐蚀裂纹尖端的应力强度因子处于 $0.7K_{IC}$ 和 $0.23K_{IC}$ 时, 平均每次声发射事件对应的裂纹扩展量相近; 应力强度因子处于 $0.35 K_{IC}$ 时, 平均每次声发射事件对应的裂纹扩展量较大; 声发射事件的发生频率随应力水平的增加, 有很大的增加. 腐蚀裂纹扩展的全过程存在两种不同的声发射信号. 还证明了 37SiMnCrNiMoV 的应力腐蚀裂纹扩展过程中, 氢脆起着主要的作用. 提出了计算腐蚀裂纹稳定扩展区内声发射事件累积数的公式.

关键词 超高强度钢 声发射 应力腐蚀

中图分类号 TG172.9 **文献标识码** A **文章编号** 1002-6495(2001)02-0203-05

ACOUSTIC EMISSION DURING STRESS CORROSION CRACKING OF SUPER - HIGH STRENGTH STEEL 37SiMnCrNiMoV

YANG Zhen, ZHU Yongxin, MENG Lili, JIANG Xiaodong, QI Ruichang

(Institute of Metal Research, Chinese Academy of Science, Shenyang 110016)

ABSTRACT A new mechanics system combining with an acoustic emission (AE) set is designed to study the behavior of stress corrosion cracking (SCC) of a super-high strength steel. The new mechanics system can ensure the cracking at approximate stress intensity factor when the cracking is expanding. The study focused on evaluating the behavior of its SCC under different stress intensity factor. Employing the AE technology, we can prove the crack's expanding progress isn't continuously but intermittently. There are various mechanisms, such as anodic dissolution, hydrogen embrittlement, passivating film tear, and so on, were proposed to explain its SCC behavior. Nevertheless, We can demonstrate that hydrogen embrittlement dominated its SCC. The article also give a formula to express the AE event accumulation of the crack's expanding at different stress intensity factor.

KEY WORDS super-high strength steel, acoustic emission, stress corrosion cracking

37SiMnCrNiMoV 是主要用于制造航天用压力容器的超高强度钢. 由于使用条件的特殊性 & 失效所造成危害的严重性, 对其各种性能提出了苛刻的要求. 其中对该钢种应力腐蚀裂纹扩展性质的研究工作很有实际指导意义. 高强钢在水介质及 3.5% NaCl 溶液中的应力腐蚀滞后断裂机制主要是氢致断裂. 以前大多数的高强钢的应力腐蚀裂纹扩展 (SCC) 的微观研究工作一般集中在化学成分及组织结构方面^[1-5]. 前人很少对微观腐蚀裂纹的扩展进

行分析, 这主要是分析、测试手段方面的限制所造成的. 随着声发射技术 (AE) 的发展, 人们发现声发射技术是研究材料微观力学行为的一种十分简单有效的手段, 并应用 AE 技术在监测裂纹扩展的方面进行了一定的工作^[6-8], 发现 16Mn 在 3.5% NaCl 溶液中的 SSRT (Slow Strain Rate Testing) 实验与在空气中 (无腐蚀介质) 的 SSRT 实验下的声发射信号的波形不同. 在 NaCl 溶液中, 16Mn 钢的断裂应变较在空气中的变小, 但是声发射信号的振铃率与总的事件数有很大增加. M. A. Friesel 和 R. H. Jones 发现, 每一个试样晶粒间的应力腐蚀裂纹的声发射信号有两个或更多的事件活跃区. 声发射事件的活跃

区的大小与裂纹的长度及裂纹的扩展速率有关. 本文采用 AE 技术对超高强度钢 37SiMnCrNiMoV 在 3.5% NaCl 溶液中的 SCC 行为进行分析研究.

1 实验方法

实验所用的 37SiMnCrNiMoV 的化学成分为 (mass%), 0.37 C, 1.03 Cr, 1.81 Ni, 1.32 Si, 1.03 Mn, 0.50 Mo, 0.12 V, 0.007 P, 0.001 S, 0.00015 H; 热处理制度为正火 900℃ × 30 min, 之后等温淬火 890℃ × 30 min, 硝盐炉 300℃ × 120 min, 最后回火 300℃ × 120 min, 空冷; 热处理后力学性能见表 1; 金相组织为下贝氏体组织. 试样经粗加工后, 进行热处理, 再精加工达到紧凑拉伸试样的规定尺寸要求, 其几何尺寸为 60 mm × 57.6 mm × 12 mm, 对应平面应变状态. 之后钼丝切割切口, 再用高频疲劳试验机预制疲劳裂纹.

实验材料的应力强度因子 K_{IC} 的测量采用 GB4161—84 金属材料平面应变断裂韧性 K_{IC} 实验方法.

本实验是在自行设计的杠杆螺栓加载系统上进行的(图 1). 加载端与试样端的尺寸比例为 5:1, 如在加载端加 100N 力, 试样可受 500N 力. 在实验前先把传感器与应变仪做为整体在拉伸机上进行标定, 作出应变—力的对应关系图. 实验时, 将试样预加一定的载荷, 使裂纹尖端处于要求的应力强度因子下. 实验过程中, 随着应力腐蚀裂纹的扩展, 试样的缺口逐渐张开, 杠杆的受载端产生横向微小位移, 由杠杆原理知加载端的传感器受的拉力降低, 其应变变小, 由应变仪测量传感器应变的变化, 对照预先做出的应变—力的对应关系图, 既可确定传感器所受拉力的变化, 进而可确定试样所受的实时载荷的变化. 传感器为 BLR—1 型拉压传感器, 应变仪为 Y6D—3A 型动态电阻应变仪.

实验介质为 3.5% NaCl 溶液. 试样在一定的载荷下, 经过孕育期、裂纹扩展期和失稳断裂阶段. 分别用读数显微镜(40×)定时测量裂纹长度. 在裂纹扩展的全过程, 用声发射设备监测裂纹扩展时的声发射信号并自动记录. 声发射监测仪器采用 AE—04 声发射检测系统. 门槛值为 1.0 V, 前放为 40 dB, 主放为 40 dB, 总增益 80 dB.

应力腐蚀的发生主要与腐蚀介质、实验件或工作件的受载情况(即应力水平)、环境温度和腐蚀时间有关. 由于本实验的温度变量变化不大, 不超过 ±5℃; 另外中腐蚀介质确定, 所以在本实验中暂不予考虑环境温度和腐蚀介质变化对应力腐蚀裂纹扩展

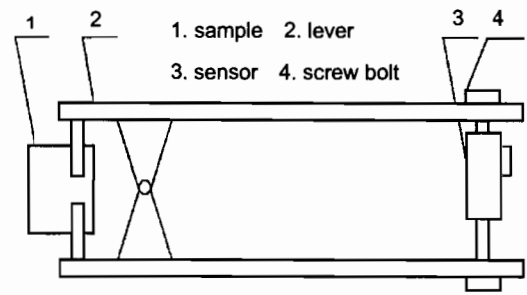


Fig. 1 Elasticity mechanics system

的影响, 只对腐蚀时间和应力水平对裂纹的扩展及其与声发射事件的计数间的关系进行分析, 并初步探讨其结果在实际中的应用. 时间参数取为 T (单位为 h), 应力水平取 K_I 与 K_{IC} 的比值. K_I 由实验过程中测量的裂纹长度和由传感器、动态电阻应变仪实时测量裂纹尖端所承受载荷计算得. 实验过程中一段时间内声发射的事件计数为 n , 对应的裂纹扩展长度为 ΔL , 计算每次声发射事件对应的裂纹扩展长度. 共进行 3 种应力强度因子下的应力腐蚀试验, 应力水平分别相当于 0.7, 0.35, 0.23 K_{IC} .

2 结果

3 种应力强度因子下的试样腐蚀时间及裂纹最终长度见表 2.

图 2 是 BA6, BA10, BA9 3 个试样的应力腐蚀强度因子—裂纹扩展速率—时间图. 图 3 是 3 个试样对应的事件线性累积图(Event Cumulation line).

图 4 是对应的上升时间对能量图(Risetime Vs Energy). 图 5 是上升时间对持续时间图(Risetime Vs Duration).

3 讨论

由实验结果(图 2、图 3)可知, 裂纹尖端应力强

Table 1 Mechanical properties

$K_{IC}/MN \cdot m^{-3/2}$	$\sigma_{0.2}/MPa$	σ_b/MPa	$\delta/\%$	$\Psi/\%$
87	1360	1640	16	47

Table 2 Corrosion time and Stress state

Sample	Corrosion time/h	Stress state	Remark
BA6	60.3	0.7 K_{IC}	rupture
BA10	89	0.35 K_{IC}	corrosion cracking 45.73 mm
BA9	124	0.23 K_{IC}	corrosion cracking 26.7 mm

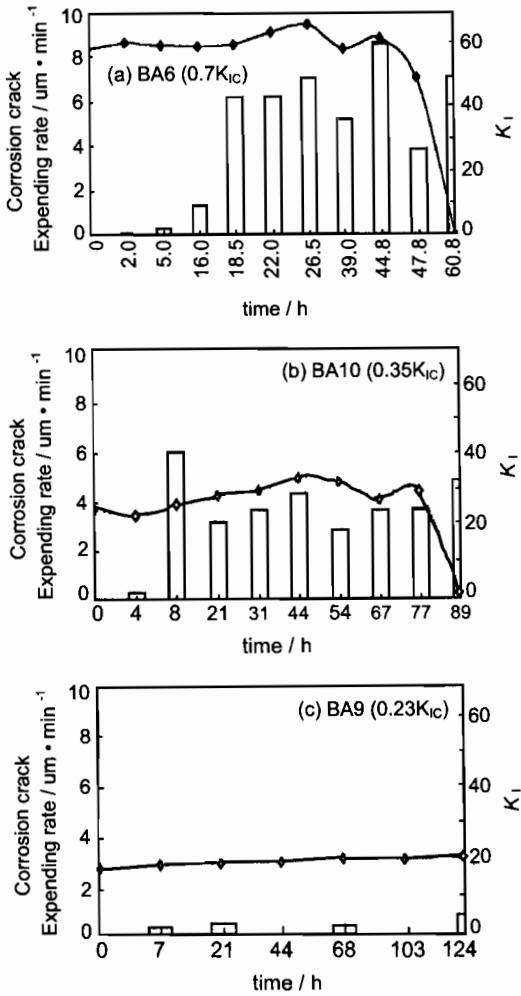


Fig.2 Relationship between stress corrosion intensity factor and corrosion cracking rate and time

度因子为 $0.23K_{IC}$ 时试样的裂纹扩展缓慢,且在裂纹扩展产生一定的扩展量后出现明显的扩展停顿区.声发射事件累积线性曲线的斜率变化很大,说明裂纹的扩展区与停顿区区别明显.而裂纹尖端的应力强度因子为 $0.7K_{IC}$ 时,裂纹的孕育期很短,裂纹经过短暂的孕育期后一直在扩展,没有明显出现在小应力腐蚀试样中的裂纹扩展停顿区.声发射事件累积线性曲线的斜率变化不大.另外,试样在 $0.35K_{IC}$ 的应力水平下,裂纹经过一定的孕育期后,进入稳定扩展区,其后的声发射事件累积线性曲线的斜率变化非常小.可以认为由此开始直至试验结束,腐蚀裂纹的扩展非常平稳.由图 2 可知,在实验中,由应力强度因子公式估算的应力强度因子变化不大,可以近似认为对于每一个试样,在整个腐蚀过程中裂纹尖端一直是在相似的应力强度因子条件下进行扩展的.

由图 4、5,可见,试样在 3 种应力水平下,虽然可

监测到的信号量差别很大(随着应力水平的降低,监测到的信号量减小),但基本上信号各参数间的关系比较相似.根据信号各参数间的相互关系,大体上可分为两类信号.Ⅰ类信号上升时间,能量和持续时间之间成一定正比增加关系.Ⅱ类信号上升时间很短,而能量很大,持续时间很长.这说明虽然裂尖的应力强度因子有所差别,但应力腐蚀裂纹的扩展形式却相似.在微观上Ⅰ类和Ⅱ类信号是否代表两种不同形式的腐蚀裂纹扩展,还有待进一步探讨.但在数量上前一种形式的信号远多于后一种形式的信号.本实验说明Ⅰ类信号对应的裂纹扩展在应力腐蚀裂纹扩展中起主导作用.实际监测中每一次声发射信号间都有一定的间隔时间,这表明腐蚀裂纹的扩展为不连续的跳跃式扩展.

文献^[1-5,9]认为应力腐蚀裂纹的扩展主要有 3 种原因:(1)阳极溶解理论;(2)氢脆理论;(3)两者共同作用理论.结合声发射信号和前人的工作看,37 钢的应力腐蚀行为应以氢脆为主.

光滑试样的应力腐蚀裂纹扩展一般分为 3 个区域,1)孕育期;2)裂纹稳定扩展区;3)裂纹失稳快速扩展区.在本论文中,由实验结果知:在预制裂纹试样的应力腐蚀实验中,由裂纹扩展过程中不同阶段的声发射事件率的不同,应力腐蚀裂纹的扩展也可以分为不同的区域.为表征其不同,在本论文中也把预制裂纹试样的应力腐蚀裂纹扩展分为以上 3 个区域.

由实验结果知,在应力腐蚀裂纹扩展的初始阶段,存在微小的裂纹扩展,之后进入裂纹的孕育期.对此作者认为,初始应力使裂纹尖端处于不稳定的状态,加之在 3.5% NaCl 溶液中由于电化学作用,在裂尖形成活化点,弱化了基体,所以裂纹扩展较快.此时的裂纹扩展方向基本上沿着预制裂纹的方向进行.在一定的应力能量释放之后,裂纹尖端暂时处于稳定状态,裂纹停止扩展,在这个时期裂纹才进入真正的孕育期.由图 4c 可明显看出,在腐蚀的开始阶段,声发射信号事件的累积在短时间内很快达到一定值,之后监测到的事件数较少,声发射事件累积曲线出现一个明显的平台.

实验中,预制裂纹试样的应力腐蚀裂纹的孕育期和稳定扩展区的区分是由其裂纹扩展过程中声发射事件率的不同区分的.实际上,在预制裂纹试样的应力腐蚀裂纹的“孕育期”内,也存在微量的裂纹扩展,只是裂纹的扩展量与裂纹稳定扩展区内的裂纹扩展量相比较小,而且声发射事件率也小,但其间的界限并不十分严格.在裂纹的稳定扩展区也只是宏

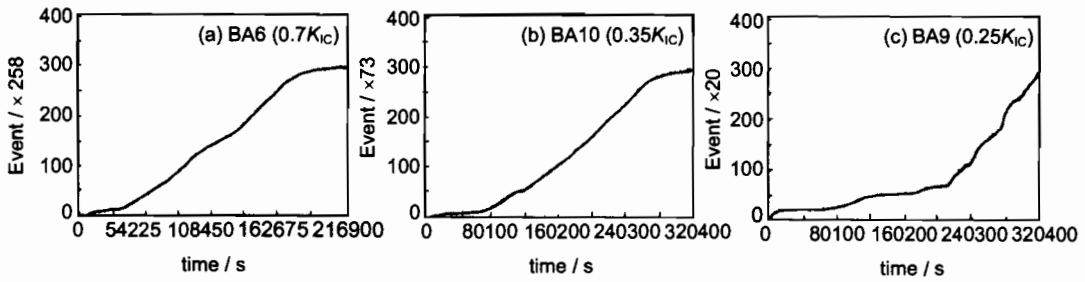


Fig.3 Event cumulation(line) vs time

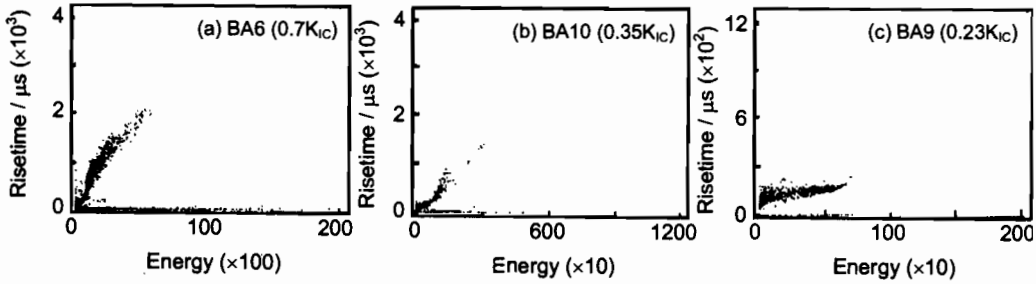


Fig.4 Correlation of risetime vs energy

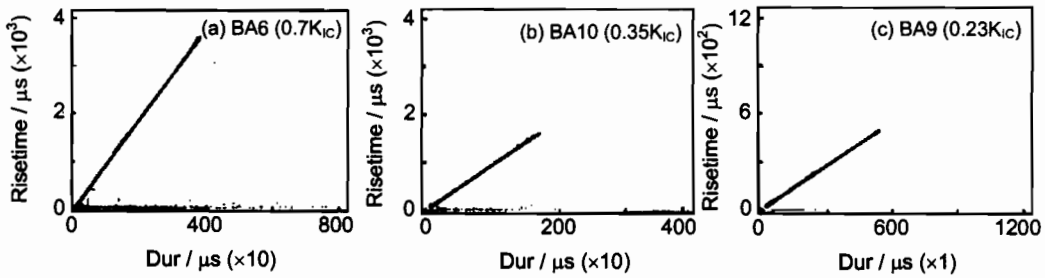


Fig.5 Correlation of risetime vs duration

观上裂纹扩展速率相对变化不大,在微观上,这个区域也存在裂纹的“孕育期”和快速扩展区,裂纹的扩展是不连续的.分析认为,在经过孕育期后,裂纹前缘的腐蚀和裂纹扩展(伴随着能量的释放)一直是在缓慢的交替进行的.这可能主要是由氢脆造成的,因为在裂纹尖端 H 浓度的增高需要时间, H 原子需达到一定的浓度,裂纹才能扩展.当 H 原子浓度达到一定值时,就出现小裂纹,小裂纹次第与主裂纹相连,造成主裂纹不断向前扩展.

腐蚀过程中声发射的事件计数为 n ,由实验记

录分别计算每次声发射事件对应的裂纹扩展长度,数据及结果见表 3 及图 6.

由表 3 可见,裂纹尖端的应力强度因子处于 $0.7K_{IC}$ 及 $0.23K_{IC}$ 时,每次声发射事件平均对应的裂纹扩展长度较接近;而在裂尖的应力强度因子为 $0.35K_{IC}$ 时,每次裂纹扩展的长度反而很大.这个现象用阳极溶解的理论很难解释,而用氢脆的理论却可很好的给以说明.由于裂纹的扩展与 H 原子的偏聚浓度有关.裂纹尖端在处于大的应力水平下 ($0.7K_{IC}$),达到使裂纹扩展的 H 原子的偏聚浓度较

Table 3 Acoustic emission event, corrosion time and corrosion crack expending length under different stress intensities factor

Sample	Stress intensity factor	Corrosion cracking length/ ΔL	Acoustic emission event/ n	Corrosion time /h	$\Delta L \cdot n^{-1} / \text{mm} \cdot 10^{-4}$	n/h	$\Delta L/h$
BA6	0.7	17.695	70950	47.75	2.494	1486	0.3706
BA10	0.35	16.4	20367	77	8.052	265	0.213
BA9	0.23	1.615	5800	124	2.784	48	0.013

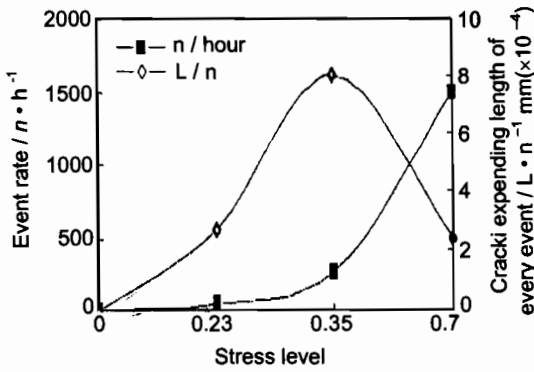


Fig. 6 Acoustic emission event rate and crack expanding length of every event under different stress intensity factors

小,基体没有得到有效的弱化,所以每次裂纹的扩展量较小;另一方面由于达到使裂纹扩展的H的偏聚浓度小,所以要达到每次扩展所需H的浓度的时间也短,即裂纹的扩展发生的较频繁.在小的应力下(0.23 K_{IC}),虽然在裂纹的扩展前,H原子的偏聚浓度较大,基体得到了有效的弱化,但由于作用在裂纹尖端的应力较小,所以每次裂纹的扩展长度也小.而当裂尖的应力强度因子为0.35 K_{IC} 时,基体即由于H原子的偏聚得到了有效的弱化,裂纹尖端又处于较大的应力水平下,所以裂纹每次扩展较大的长度.证明氢脆在超高强度钢的应力腐蚀裂纹的扩展中起主要作用.由结果还可见每小时的声发射事件数随着应力水平的不同有很大的差别.

实际工作中,构件总是在一定的载荷条件下工作的,如果发生应力腐蚀,随着裂纹的扩展,由于有效承载面积的减小,裂纹尖端的应力强度因子增大,因此虽然在设计中考虑到了应力腐蚀的因素,但在工作一段时间后构件中裂纹尖端的应力强度因子有可能增大到超过材料的临界应力腐蚀强度因子.但是,判定使用过的构件是否还是在使用的安全区内,虽然有各种探伤的方法,但那些方法在实用上很难做到实时监测.现在,使用声发射监测设备,实时监测构件在一定载荷下,一段时间内,声发射事件的发生率.这样,就可以判定构件现有的服役状态,是否有失效的危险.再由这个区域的每次声发射事件对应的裂纹扩展长度确定应力腐蚀裂纹的扩展速率.

声发射事件代表腐蚀裂纹扩展的发生,且每一次事件对应于一定的裂纹扩展量,由本实验获得的声发射的事件数累积曲线表明(图3),在一定的应力水平下,腐蚀裂纹在稳定扩展区内声发射事件数

应有:

$$n_{\text{稳}} = m_{\text{稳}} T_{\text{稳}} \quad (1)$$

式中 $m_{\text{稳}}$ 是试验确定的常数(n/t),微观上与腐蚀过程中裂纹尖端的应力强度因子及氢的偏聚浓度有关.由图3即可以确定 $m_{\text{稳}}$,经计算 $m_{\text{稳}0.7} = 0.405$; $m_{\text{稳}0.35} = 0.088$; $m_{\text{稳}0.23} = 0.0287$.可见,随着裂纹尖端的应力强度因子的增加,裂纹扩展发生的频率增加.求得每个试样的 $m_{\text{稳}}$ 后,再由表3求得的每次声发射事件对应的腐蚀裂纹平均扩展长度,进一步可估算裂纹的扩展速率.参数 m 的意义在于反映这种材料在一定载荷下、一定介质中应力腐蚀裂纹在稳定扩展区内的扩展速率.

由本实验的结果知,只要测定构件在一定时间内的声发射事件累积曲线的 m 值,即可实时确定存在裂纹体的构件在腐蚀环境下的服役状态.大体上确定存在裂纹体的构件中裂尖现有的应力水平,及在此应力水平下,裂纹扩展的速率,进而判定构件现今状态是否安全.

4 结论

1. 应用声发射监测设备证明了在应力腐蚀裂纹的稳定扩展区内,裂纹是间歇,跳跃式的扩展.
2. 在应力腐蚀裂纹扩展的全过程存在两种不同的声发射信号.对于II类信号的形成机制还有待进一步探讨.
3. 应用声发射设备证明了37SiMnCrNiMoV在应力腐蚀裂纹扩展的过程中,氢脆起着主要的作用.
4. 提出了计算应力腐蚀裂纹扩展过程中声发射事件累积数的公式,有关此公式的实用性还有待进一步探讨.

参考文献:

- (1) 李光福,吴忍晰,雷廷权等.中国腐蚀与防护学报,1993,13(3):263
- (2) Magdowski R M, Speidel M O. Metall. Trans. A, 1988, 19A: 1583
- (3) 吴忍晰,杜兰库,石宏欢等.宇航材料工艺,1984,5:60
- (4) Nairs S V, Tien J K. Metall. Trans. A, 1985, 16A:2333
- (5) 李继欣,陈德如,吴静贞.物理测试,1991,4:27
- (6) Xiao Qian Chu, Jian Zhong Xiao. The Second International Conference on Acoustic Emission.
- (7) Christian Thaulow. The Second International Conference on Acoustic Emission
- (8) Friesel M A, Jones R H. Journal of Acoustic Emission, 1988, 7:2
- (9) 李洪生,周承芳.工程断裂力学.大连:大连理工大学出版社,1990.249