

Adam ZIELIŃSKI, Marcin MICZKA

PROGNOZOWANIE ŚREDNICY WYDZIELEŃ W WARUNKACH NIESTABILNOŚCI MIKROSTRUKTURY STALI VM12-SHC

Przeprowadzono badania mikrostruktury stali VM12-SHC w stanie wyjściowym oraz po 30 000 godzin wyżarzania w temperaturze 600 i 650°C. Dla reprezentatywnych obrazów mikrostruktury przeprowadzono analizę ilościową wydzielen. Wykonano analizę statystyczną zebranych danych, celem oszacowania parametrów wybranego, teoretycznego rozkładu statystycznego. Obliczono prognozę średniej średnicy wydzielen i odchylenia standardowego takiego rozkładu dla czasu równego 50 000 godzin w temperaturze 600 i 650°C. Uzyskane wyniki badań potwierdzają możliwość zastosowania, w ocenie stopnia degradacji eksploatowanych materiałów, metod prognozowania wywodzących się ze statystyki matematycznej, a w szczególności teorii procesów stochastycznych oraz metod prognozowania przez analogię. Przedstawiono procedurę, która pozwala na opracowanie prognozy gęstości prawdopodobieństwa średnicy wydzielen w warunkach niestabilności mikrostruktury wybranego gatunku stali.

Słowa kluczowe: stal VM12-SHC, wyżarzanie, wydzielenia

FORECASTING OF THE DIAMETER OF PRECIPITATIONS UNDER MICROSTRUCTURE INSTABILITY OF THE VM12-SHC STEEL

The microstructure of the VM12-SHC steel in initial state and after 30 000 hours of heating at a temperature of 600 and 650°C was investigated. In order to obtain representative images of microstructure, quantitative analysis of precipitations was carried out. Statistical analysis of the collected data was carried out in order to estimate the parameters of the selected, theoretical statistical distribution. Forecast of the average diameter of precipitations and standard deviation of such distribution was calculated for 50 000 hours at a temperature of 600 and 650°C. The obtained test results confirm the possibility to use, for the assessment of the level of degradation of used materials, forecasting methods originating from mathematical statistics, in particular theory of stochastic processes and forecast by analogy. A procedure that allows to establish the forecast for probability density of the diameter of precipitations under instability of microstructure of a selected steel grade was presented.

Keywords: VM12-SHC, ageing, precipitations

1. WPROWADZENIE

W długotrwałej eksploatacji elementów ciśnieniowych kotłów energetycznych istotnym elementem, decydującym o jego zużyciu są zmiany zachodzące w mikrostrukturze zastosowanych materiałów [1, 2]. Prawidłowo przeprowadzone obliczenia przy projektowaniu elementów ciśnieniowych powinny zapewnić bezpieczną ich eksploatację w założonym czasie obliczeniowym. Związane jest to przede wszystkim z zastosowaniem szeregu współczynników bezpieczeństwa, które uwzględniają niewystarczającą wiedzę o zmianie właściwości użytkowych w czasie długotrwałej pracy przy założeniach projektowych i rozwiązaniach konstrukcyjnych [2]. Teoretycznie po tym okresie elementy te należałoby wycofać z dalszej eksploatacji i zastąpić nowymi. W praktyce jednak, po przeprowadzeniu badań diagnostycznych i nowych obliczeń projektowych, elementy te mogą być i są często eksploatowane poza obliczeniowy czas pracy, nierzadko trzykrotnie dłużej [3, 4]. Wynika to między innymi z wyższej rzeczywistej

wytrzymałości na pełzanie zastosowanych materiałów od przyjętej do obliczeń średniej czasowej wytrzymałości na pełzanie zawartej w normie, zazwyczaj większą grubością rzeczywistą ścianki od przyjętej obliczeniowej, jak i uwzględnionych współczynników bezpieczeństwa [2, 4].

Podczas eksploatacji elementów pracujących w warunkach pełzania prowadzone są okresowe badania diagnostyczne [2]. Pozwala to w większości przypadków na wcześniejsze wykrycie nadmiernej utraty trwałości, eliminując nieprawidłową pracę spowodowaną przez błędne rozwiązania konstrukcyjne bądź nieprawidłowo wykonane prace montażowe, a czasami poprzez nieprawidłowo dobrany materiał do założonych warunków pracy [5]. Ma to istotny wpływ na wzrost bezawaryjności eksploatowanych urządzeń.

Do prawidłowej oceny stanu materiału, nie tylko podczas pracy w czasie obliczeniowym ale również poza nim, wykorzystywana jest między innymi znajomość długotrwałego wpływu temperatury na zmianę właściwości mechanicznych i mikrostruktury [6, 7].

Na trwałość eksploatacyjną elementu konstrukcyjnego decydujący wpływ ma morfologia faz wtórnych ich rozmieszczenie. W stalach wysokochromowych typu 9-12%Cr o strukturze odpuszczonego martenzytu występują, zależnie od temperatury i czasu wydzielenia $M_{23}C_6$, MC oraz faza Lavesa i faza Z. Najefektywniej, niezależnie od gatunku stali na stabilność właściwości użytkowych wpływają drobne wydzielenia MX, MC wydzielające się w osnowie, które skutecznie blokują ruch dyslokacji podczas obciążenia cieplno-mechanicznego. Natomiast pozostałe wydzielenia wykazują skłonność do przemian oraz koagulacji z tendencją do wydzielenia po granicach ziaren i podziaren. Wpływają zatem istotnie nie tylko na wytrzymałość na pełzanie ale również na obniżenie ciągliwości [4].

Budowanie charakterystyk materiałowych, opisujących zmiany ich właściwości użytkowych jest przedmiotem badań wielu ośrodków naukowo-badawczych. Opracowania te są stosowane z kolei w praktyce do oceny stanu materiału elementów kotłów energetycznych [2].

O dynamice zmian w mikrostrukturze decyduje temperatura eksploatacji, a szczególnie jej zmiany w czasie. Zmiany te wzmacnia przyłożone naprężenie będące skutkiem występującego ciśnienia pary w instalacji.

2. MATERIAŁ DO BADAŃ

Materiałem do badań była stal VM12-SHC w stanie wyjściowym i po długotrwałym wyżarzaniu przez 1 000, 10 000 i 30 000 godzin. Skład chemiczny stali VM12-SHC przedstawiono w tabeli 1.

3. METODYKA BADAŃ

Badania mikrostrukturalne przeprowadzono za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego Inspect F (SEM) na konwencjonalnie przygotowanych zglądach metalograficznych trawionych chlorkiem żelaza.

Analizę ilościową wydzieleni przeprowadzono z wykorzystaniem systemu analizy obrazu NIKON EPIPHOT200 & LUCIA G v.5.03.

Tabela 1. Skład chemiczny badanej stali VM12-SHC, % wag.

Table 1. Chemical composition of the investigated VM12-SHC steel, wt %

C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	V	W	Nb	B	N
0,13	0,22	0,48	0,01	0,01	11,40	0,27	0,22	1,30	0,05	0,003	0,05

Tabela 2. Miary statystyczne opisujące strukturę zbioru danych dla stali VM12-SHC

Table 2. Statistical measures describing the structure of data set for the VM12-SHC steel

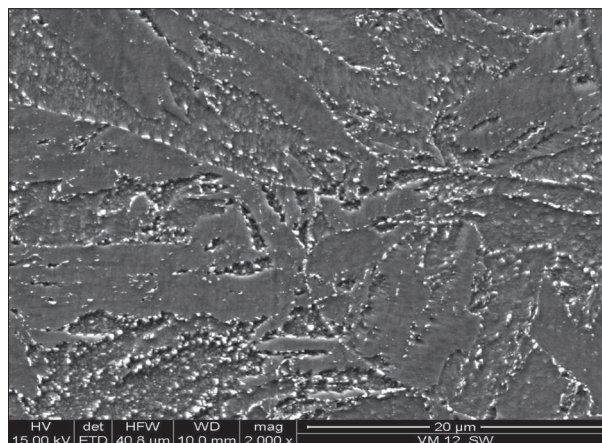
Stan materiału	Średnia średnica, μm	Odch. standardowe	Wsp. zmienności	Skośność	Kurtoza	I kw. 25%	Mediana 50%	II kw. 75%
St. wyj.	0,159	0,052	32,7%	0,770	3,300	0,119	0,149	0,196
600°C/10 ³ h	0,210	0,112	53,3%	2,030	8,210	0,135	0,180	0,251
600°C/10 ⁴ h	0,302	0,141	46,7%	1,459	6,060	0,202	0,267	0,369
600°C/3·10 ⁴ h	0,469	0,166	35,4%	1,316	5,667	0,346	0,442	0,547
650°C/10 ³ h	0,262	0,107	40,7%	1,815	9,749	0,191	0,239	0,313
650°C/10 ⁴ h	0,505	0,160	31,7%	1,181	4,899	0,393	0,467	0,588
650°C/3·10 ⁴ h	0,669	0,253	37,8%	1,044	3,896	0,476	0,608	0,819

Analizę statystyczną zebranych danych, której celem było oszacowanie parametrów wybranego, teoretycznego rozkładu statystycznego, a następnie obliczenie prognozy wartości oczekiwanej i odchylenia standardowego takiego rozkładu przeprowadzono dla czasu równego 50 tys. godzin. W ostateczności opracowano prognozę dla całego rozkładu, przy założeniu, że ma on postać rozkładu logarytmiczno-normalnego.

W prognozie średniej średnicy oraz zmiany rozkładu wydzieleni skoncentrowano się na wydzieleniach $M_{23}C_6$ i fazy Lavesa (Fe_2W) zakładając względną niezmienną stabilność faz M(C,N).

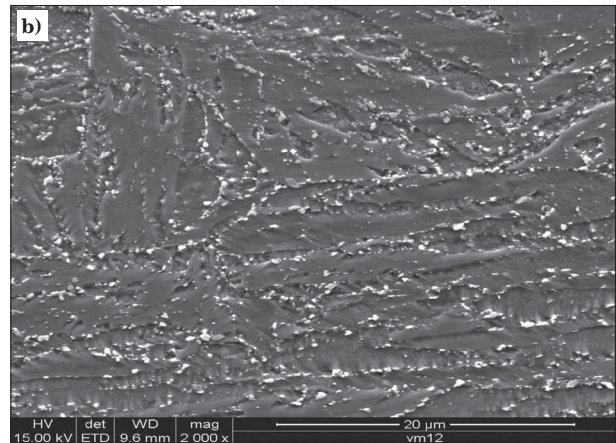
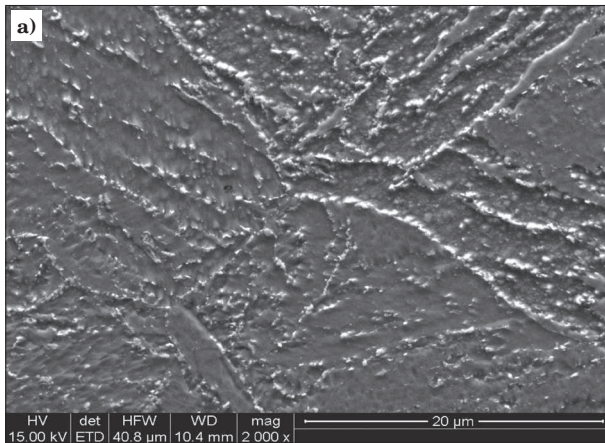
4. WYNIKI BADAŃ

Badania mikrostruktury za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego miały na celu ujawnienie mikrostruktury badanej stali w stanie dostawy jak i po czasie starzenia 1000, 10 000 i 30 000 godzin w temperaturze 600 i 650°C. Dla założonych wyżej wymienionych stanów materiału wykonano od 10 do 15 rejestracji obrazów mikrostruktury przy powiększeniu 2000 ×. Przykłady obrazów mikrostruktury przedstawiono na rysunkach od 1 do 3.



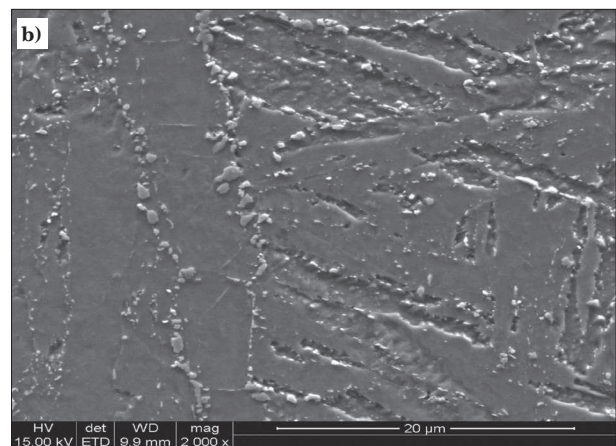
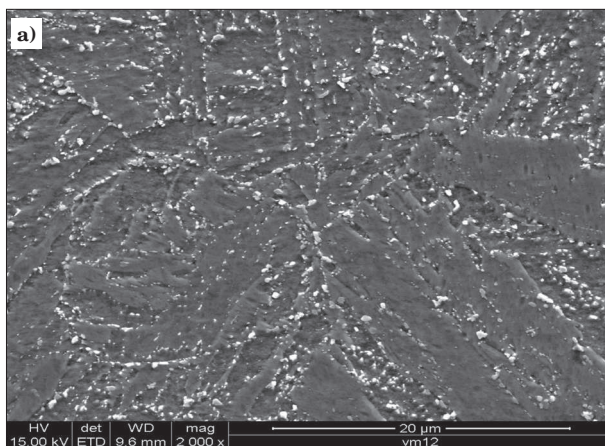
Rys. 1. Struktura w stanie dostawy stali VM12-SHC

Fig. 1. Structure of the VM12-SHC steel as delivered



Rys. 2. Struktura stali VM12-SHC po wyżarzaniu w temperaturze 600°C, a) 10 000 h b) 30 000 h

Fig. 2. Structure of the VM12-SHC steel after annealing at a temperature of 600°C, a) 10 000 h b) 30 000 h



Rys. 3. Struktura stali VM12-SHC po wyżarzaniu w temperaturze 650°C, a) 10 000 h, b) 30 000 h

Fig. 3. Structure of the VM12-SHC steel after annealing at a temperature of 650°C, a) 10 000 h, b) 30 000 h

Obrazy te posłużyły do przeprowadzenia analizy ilościowej średnicy występujących wydzieleni, głównie po granicach ziarn byłego austenitu i listwach martenzytu. Podstawowe miary statystyczne opisujące strukturę zbioru danych przedstawiono w tabeli 2.

Zastosowanie metod statystycznych, do których należą: analiza struktury, analiza zależności, analiza szeregów czasowych oraz analiza danych przekrojowo-czasowych [8, 9], wynika z przyjętego założenia o istnieniu składnika losowego. Obserwacja mikrostruktury prowadzi do wniosku, że tradycyjnie stosowane podejścia nie odzwierciedlają wysokiego stopnia złożoności oraz niejednorodności rzeczywistych materiałów. Mikrostruktura każdego materiału ma wyjątkowy, losowy charakter. Jej opis powinien zatem taką losowość i złożoność uwzględniać. Metody statystyki matematycznej [10] spełniają to założenie.

Podobnie jak w przypadku innych gatunków stali [11] przeprowadzono analizę danych, której celem było

obliczenie prognozy funkcji gęstości prawdopodobieństwa. Przyjęto, że analityczna postać takiej funkcji będzie miała postać rozkładu logarytmiczno-normalnego [10]. Ma ona dwa parametry: wartość oczekiwaną i rozproszenie, które oszacowano na podstawie zebranych danych. Na ich podstawie oszacowano parametry funkcji regresji. Następnie obliczono poziomy wartości oczekiwanej i rozproszenia dla momentu, którego dotyczyła prognoza. Pozwoliło to oszacować prognozowaną gęstość prawdopodobieństwa.

Obliczone parametry rozkładu logarytmiczno-normalnego były podstawą do oszacowania parametrów funkcji regresji liniowej, którą wykorzystano do opracowania prognozy dla dłuższych czasów wyżarzania. Oszacowane poziomy średniej logarytmów analizowanych zmiennych (μ) i odchylenia standardowego logarytmów zmiennych (σ) dla badanej stali przedstawiono w tabeli 3.

Tabela 3. Obliczone parametry rozkładu logarytmiczno-normalnego dla stali VM12-SHC

Table 3. Calculated parameters of log-normal distribution for the VM12-SHC steel

	Stan wyjściowy	600°C/10 ³ h	600°C/10 ⁴ h	600°C/3·10 ⁴ h	650°C/10 ³ h	650°C/10 ⁴ h	650°C/3·10 ⁴ h
μ	-1,88	-1,66	-1,29	-0,81	-1,40	-0,72	-0,46
σ	0,317	0,44	0,43	0,33	0,36	0,29	0,35

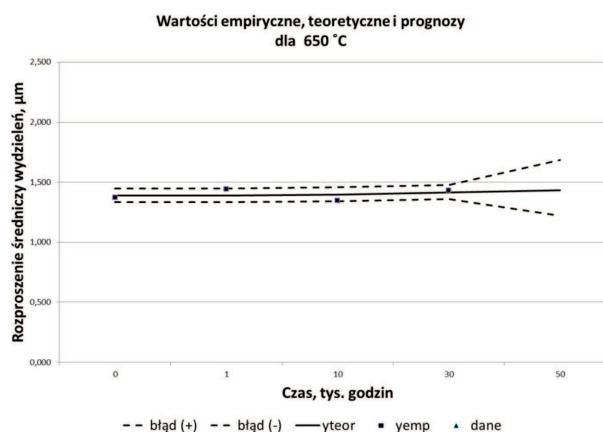
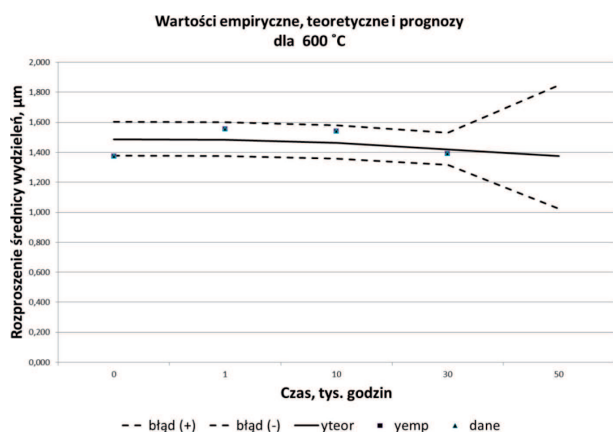
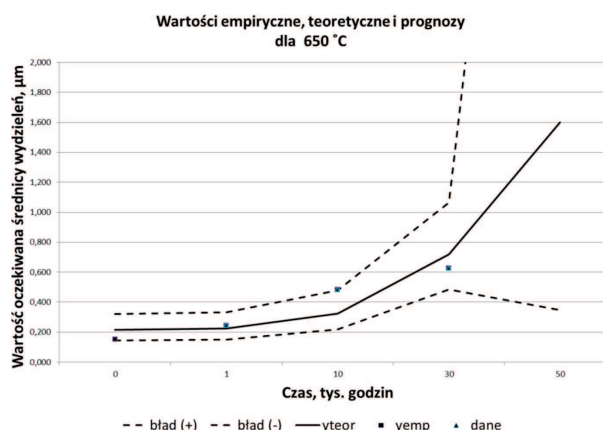
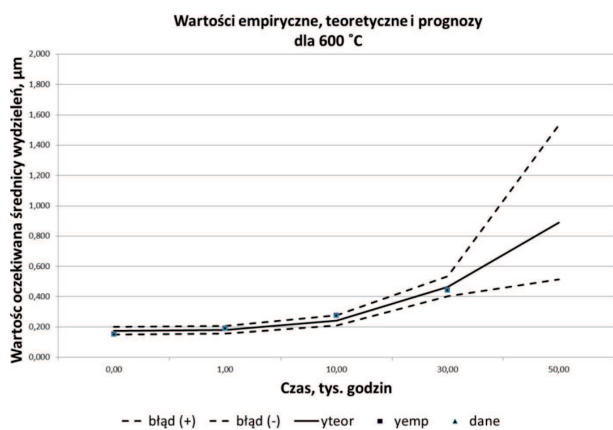
5. PROGNOZA GĘSTOŚCI PRAWDOPODOBIENSTWA

Prognozę wartości oczekiwanej średnicy wydzielań i jej rozproszenia wraz ze średnim błędem resztowym oraz średnim błędem predykcji *ex ante* pokazano na rysunku 4. Błąd predykcji informuje, jakich przeciętnych wahań zmiennej prognozowanej, wokół postawionej prognozy, można spodziewać się w momencie, na który jest ona wyznaczana. Z założenia błąd ten rośnie w miarę wydłużania horyzontu prognozy. Jego duża wartość świadczy o małej stabilności analizowanych relacji.

Tabela 4. Porównanie średniej i odchylenia standardowego obliczonych dla danych zlogarytmowanych z oszacowanymi parametrami rozkładu logarytmiczno-normalnego dla stali VM12-SHC

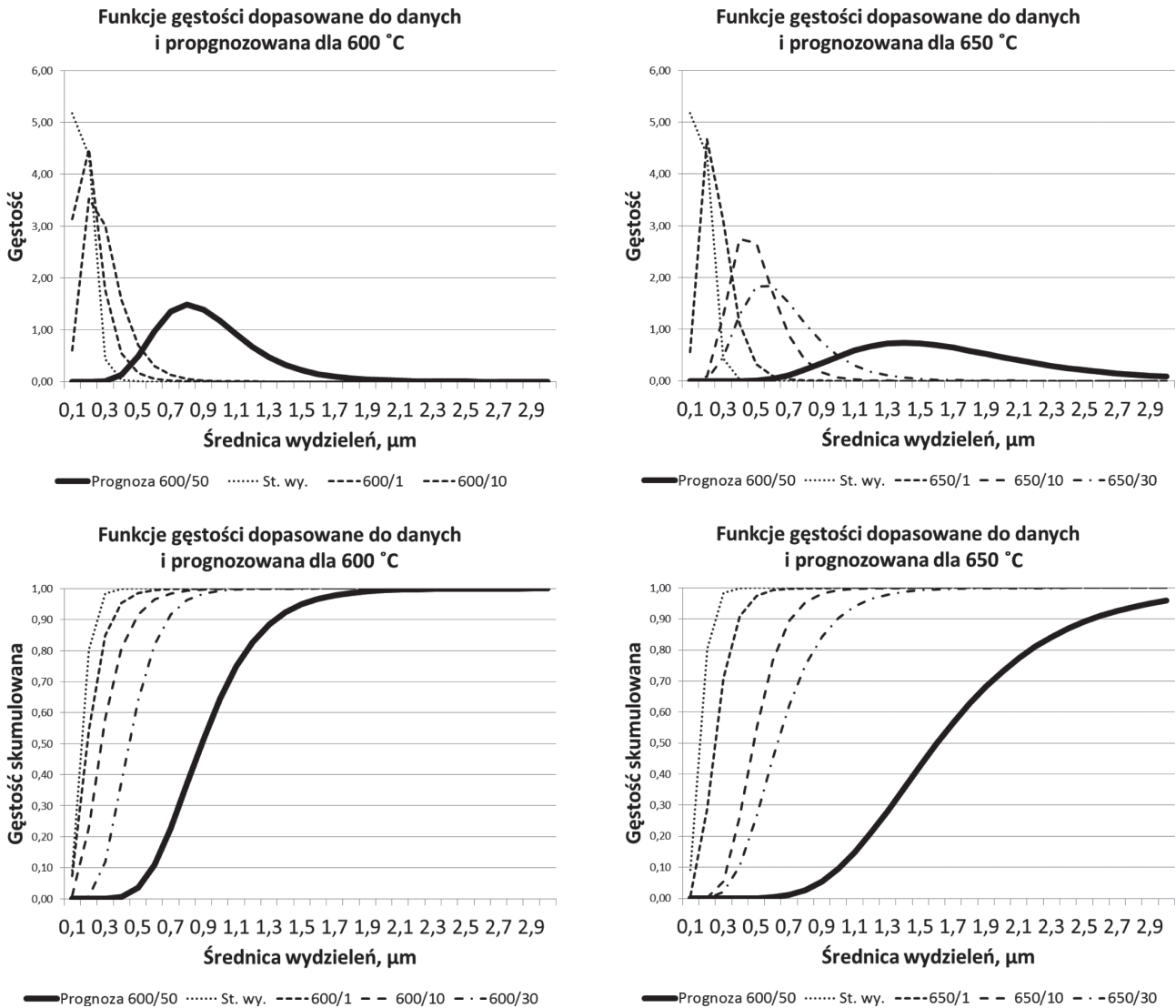
Table 4. Comparison of the average and standard deviation calculated for logarithmised data with estimated parameters of log-normal distribution for the VM12-SHC steel

	Średnia	Średnia rozkład	Odch. standardowe	Odch. st. rozkład	Średnia	Średnia rozkład	Odch. standardowe	Odch. st. rozkład
St. wyj.	-1,89	-1,88	0,32	0,32	0,15	0,15	1,37	1,37
600/10 ³ h	-1,67	-1,66	0,44	0,44	0,19	0,19	1,56	1,56
600/10 ⁴ h	-1,29	-1,29	0,43	0,43	0,27	0,27	1,54	1,54
600/3·10 ⁴ h	-0,81	-0,81	0,33	0,33	0,44	0,44	1,39	1,39
Prognoza 600/5·10³h		-0,12		0,32		0,89		1,38
650/10 ³ h	-1,41	-1,41	0,37	0,37	0,24	0,24	1,44	1,44
650/10 ⁴ h	-0,73	-0,73	0,30	0,30	0,48	0,48	1,35	1,35
650/3·10 ⁴ h	-0,47	-0,47	0,36	0,36	0,63	0,63	1,43	1,43
Prognoza 650/5·10³h		0,47		0,36		1,60		1,43



Rys. 4. Wartości empiryczne, teoretyczne i prognoza dla średniej i odchylenia standardowego rozkładu logarytmiczno-normalnego średnicy wydzielań w stali VM12-SHC

Fig. 4. Empirical, theoretical values and forecast for the average and standard deviation of log-normal distribution of the diameter of precipitations in the VM12-SHC steel



Rys. 5. Dopasowane i prognozowane rozkłady logarytmiczno-normalne średnicy wydzieliń
 Fig. 5. Fitted and forecast log-normal distributions of the diameter of precipitations

6. PODSUMOWANIE

Długotrwałe wyżarzanie stali VM12-SHC pozwoliło na ilościowy opis zmian mikrostruktury w temperaturze 600°C i 650°C. Przeprowadzona analiza ilościowa wybranych obrazów mikrostruktury, pozwoliła opracować bazę danych obejmującą średnice wydzieliń zmierzone w temperaturze 600 i 650°C oraz po wyżarzaniu w czasie 1000, 10 000 i 30 000 h. Zebrane wyniki badań były podstawą do przeprowadzenia analizy statystycznej (Tab. 2). Wykazano, że struktura ta zmienia się w czasie, co w ostateczności opisano zmianami parametrów funkcji gęstości prawdopodobieństwa (Tab. 3).

Do rozkładów rzeczywistych średniej średnicy wydzieliń dopasowano funkcję gęstości prawdopodobieństwa o postaci rozkładu logarytmiczno-normalnego opisanej wzorem (3). Parametry funkcji, czyli średnia logarytmów analizowanych zmiennych (μ) i odchylenie

standardowe logarytmów zmiennych (σ) były podstawą do oszacowania parametrów funkcji regresji liniowej, którą wykorzystano do opracowania prognozy średniej średnicy wydzieliń i ich rozkładu dla czasu 50 000 godzin.

Przeprowadzona analiza statystyczna wzrostu wielkości wydzieliń w temperaturze zbliżonej do temperatury długotrwałej eksploatacji tj. 600°C, wskazuje na ciągły, jednakże powolny proces wzrostu wydzieliń. Podwyższenie temperatury wyżarzania do 650°C ujawniło znaczne zwiększenie dynamiki wzrostu wydzieliń w stali VM12-SHC.

Oszacowane parametry funkcji gęstości prawdopodobieństwa wskazują na możliwość porównywania średnich średnic wydzieliń oraz ich parametrów w zależności od temperatury wyżarzania. Podobieństwo takie daje możliwość zastosowania, w ocenie stopnia degradacji eksploatowanych materiałów, metod prognozowania przez analogię.

LITERATURA

1. Golański G., Zieliński A., Słania J., Jasak J.: Mechanical properties of VM12 steel after 30 000 hrs of ageing at 600°C temperature, *Archives of Metallurgy and Materials*, 2014, Vol. 59, Issue 4, p. 1351–1354
2. Dobrzański J.: Materials science interpretation of the life of steels for power plants, *Open Access Library*, 2011, Vol. 3, p. 1–228
3. Zieliński A., Golański G.: The influence of repair welded joint on the life of steam pipeline made of Cr-Mo steel serviced beyond the calculated working time, *Archives of Metallurgy and Materials*, 2015, Vol. 60, Issue 2, p. 1045–1049
4. Hernas A., Dobrzański J.: Life-time and damage of boilers and steam turbines elements, Publishing House of the Silesian University of Technology, Gliwice, 2003
5. Duda P., Felkowski Ł., Dobrzański J.: An analysis of an incident during the renovation work of a power boiler superheater, *Engineering Failure Analysis*, 2015, Vol. 57, p. 248–253
6. Golański G., Zieliński A., Zielińska-Lipiec A.: Degradation of microstructure and mechanical properties in martensitic cast steel after ageing, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 2015, Vol. 46, Issue 3, p. 248–255
7. Guo X., Gong J., Jiang Y., Wang X., Zhao Y.: Microstructures and high-temperature mechanical properties in 9Cr-0.5 Mo-1.8 W-VNb steel after aging at 650°C. *Materials at High Temperatures*, 2015, DOI: 1878641315Y-0000000003
8. Rabe-Hesketh S., Skrondal A.: *Multilevel and longitudinal modeling using Stata*, 2012, Vol. I, II, College Station, TX, Stata Press
9. Ross S.M.: *Introduction to probability and statistics for engineers and scientists*, 2014, London, Elsevier
10. Fisz M.: *Probability theory and mathematical statistics*, 1980, Hoboken, NJ, John Wiley and Sons
11. Zieliński A., Miczka M., Sroka M.: The effect of temperature on the changes of precipitates in low-alloy steel, *Materials Science and Technology*, 2016, Vol. 32, Issue 18, p. 1899–1910, DOI: 10.1080/02670836.2016.1150242