

30CrMnSiNi2A 双头螺栓断裂失效分析

韩露 刘春立 王影 谢国君 卢克非

(航天材料及工艺研究所,北京 100076)

文 摘 分离装置静力试验后发现连接两个舱体的双头螺栓中有7件发生断裂,螺栓表面进行了达克罗处理。通过失效分析及相关试验综合分析认为,分离装置上7件螺栓的断裂性质均为延迟性脆性断裂,断裂机理为氢脆。导致发生氢脆断裂的原因除螺栓材料及组织具有较高的氢脆敏感性外,主要与静力试验过程中长时间包覆湿泥有关;另外,原材料氢含量控制及达克罗涂层工艺处理虽然有效避免了产品表面处理过程中带来的氢脆隐患,但是若使用环境中存在水及腐蚀性介质 Cl、S 时,产品在拉应力作用下仍可能发生氢脆延迟断裂而导致严重后果。

关键词 30CrMnSiNi2A, 双头螺栓, 达克罗, 氢脆, 电化学腐蚀

中图分类号:TB31

DOI:10.3969/j.issn.1007-2330.2014.06.015

Failure Analysis of Fractured 30CrMnSiNi2A Stud Bolt

HAN Lu LIU Chunli WANG Ying XIE Guojun LU Kefei

(Aerospace Research Institute of Materials & Processing Technology, Beijing 100076)

Abstract Seven stud bolts bending two cabins were found fractured after the separation device being static tested. The surface of bolts was done by Dacromet treatment. Observation on fracture surface and analysis of experiment all indicate property of delayed brittle fracture caused by hydrogen embrittlement. Besides the bolt material's high susceptibility to hydrogen embrittlement, the long time wet coating on bolt during testing largely led to the fracture. Analysis indicates that high tensile steel-made item after Dacromet coating treatment is still subject to hydrogen embrittlement fracture that causes serious consequence under tensile stress in circumstance where water and corrosive medium such as Cl, S exists although Dacromet coating treatment effectively prevent the item from hydrogen embrittlement in surface processing period. This conclusion may serve as precaution to those who design and use high tensile steel under similar circumstance.

Key words 30CrMnSiNi2A, Stud bolt, Dacromet coating, Hydrogen embrittlement, Electrochemical corrosion

0 背景情况

分离装置静力试验后发现两个舱体间的36件双头螺栓中有7件发生断裂,双头螺栓所用材料为30CrMnSiNi2A,设计要求抗拉强度不小于1.5 GPa,表面进行了达克罗涂层处理。先后将两端的断裂螺栓(间隔8 d)分解下来进行了失效分析,同时对同批次及另一批次的螺栓进行了相关力学性能试验及复现试验,并对试验中获取的断口进行观察与分析。

1 试验过程及结果分析

1.1 7件静力试验断裂螺栓观察分析

1.1.1 螺栓断口观察与分析

分解下来的上端7件断裂螺栓表面及断口表面均附着有较多的泥土(潮湿状态),断裂位置均位于安装面附近螺栓上端螺纹根部(上端端部数起6道~13道间,上端共有17道螺纹),螺栓表面有达克罗涂层。清洗后观察7件螺栓断口表面均有不同程度的棕红色锈蚀痕迹,断口宏观形态特征基本一致:断口较平且粗糙,源区为单源位于表面,可见较多的反光小刻面,扩展区可见明显的放射状扩展棱线,终断区可见剪切唇。螺栓下端断口断裂后未进行分解,在

包覆泥土环境中相对上端断口多保持了 8 d 左右,分解时螺栓断口表面及侧面部分区域均有泥土附着,但泥土呈较干状态,清洗后断口部分区域仍有泥土残

留,断面上棕红色腐蚀痕迹的程度较上端断口严重,宏观典型形貌见图 1。

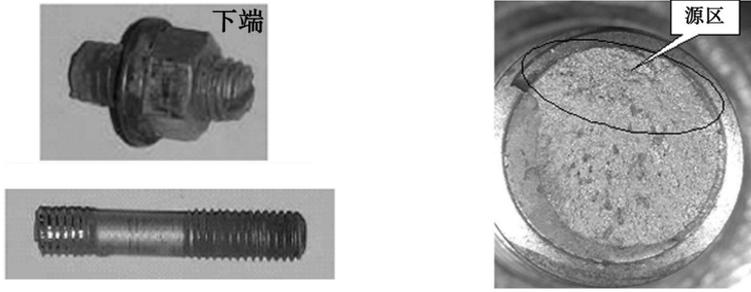


图 1 静力试验断裂螺栓及断口(上端)宏观形貌

Fig. 1 Stud bolt static tested and its fracture marco view (upper end)

将上端、下端断口分别置于扫描电镜下进行比对观察,结果表明 7 件断口的微观形貌特征基本一致:整个断口分为源区、扩展区及终断区三部分,源区位于表面呈沿晶形貌,晶面上可见较多的“鸡爪纹”和少量微孔,对源区沿晶区尺寸进行测量,沿晶区的深度在 0.89 ~ 3.22 mm,沿晶区面积占整个断口面积的比例约为 7% ~ 33% (表 1);扩展区呈沿晶+韧窝形貌,终断区呈剪切韧窝形貌。但是同一螺栓匹配断口比对下端断口的扩展区及终断区存在较多的垂直于断面的纵向裂纹,最长的裂纹扩展到外表面,且在轴向方向上有一定深度,裂纹内部呈沿晶形貌,因此同一螺栓的上下端断口形态存在明显差异,二者明显不完全匹配,表明下端断面上的纵向裂纹应是螺栓断裂

后形成的,典型形貌见图 2。

表 1 7 件螺栓断口沿晶区区域尺寸测量结果

Tab. 1 Measurement results of the intergranular region

螺栓编号	沿晶区深度 /mm	沿晶区面积 /mm ²	占整个断面比例 /%
III-II-1	2.28	6.57	23
III-II-2	2.16	4.93	17
III-II-3	0.89	2.00	7
III-II-4	1.65	3.54	12
III-IV-5	1.68	4.06	14
III-IV-1	2.95	10.00	33
III-IV-11	3.22	10.22	33

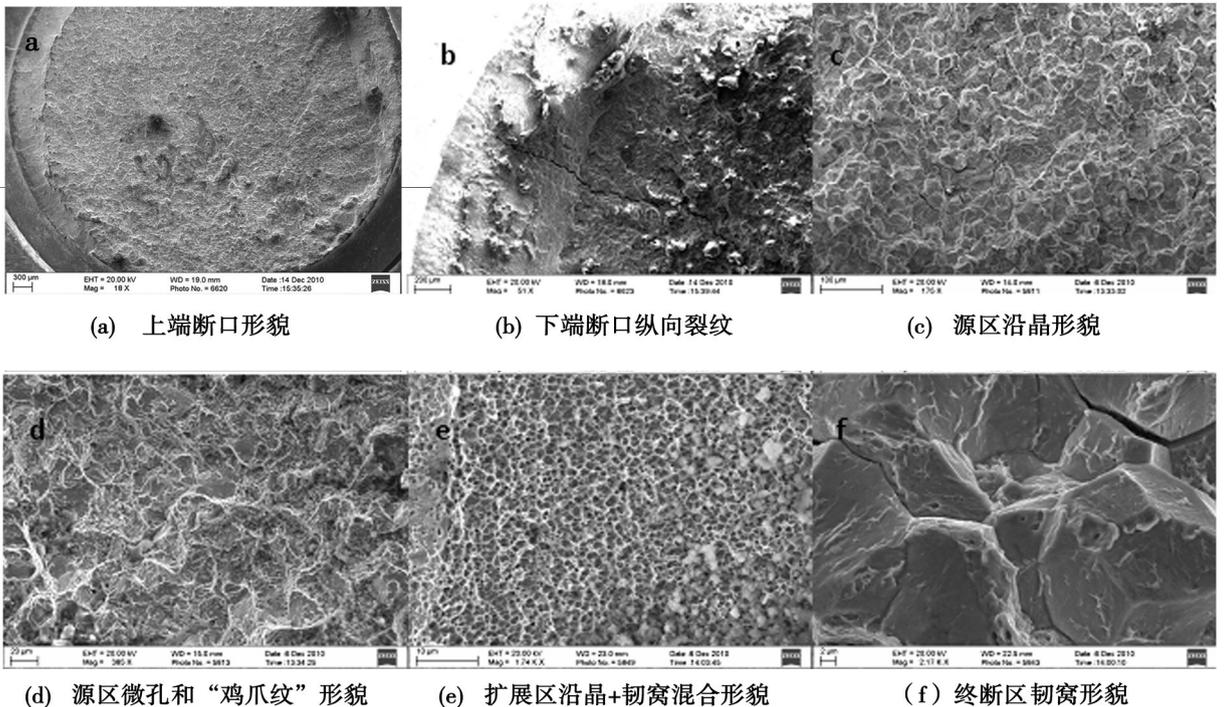


图 2 断裂螺栓断口典型微观形貌

Fig. 2 Typical micro view of fracture surface

对断口侧面进行观察,螺栓在断口源区附近达克罗涂层表面均存在周向微裂纹,表明该区域在试验过程中受到较大的拉应力作用发生了变形,导致变形区表面达克罗涂层开裂,形貌见图3。

对螺栓基体、达克罗涂层以及泥土分别进行能谱分析:螺栓基体所含主要合金元素及含量为 Si-0.7%、Cr-0.9%、Mn-1.5%、Ni-1.3%,余 Fe 元素;表面达克罗涂层成分主要含有 O、Zn、Al、Cr、Fe 及少量的 S、Cl、Si、C 元素;泥土主要含有 O、Al、Si、K、Ca、Mg、Na、S、Cl、Fe 等元素。

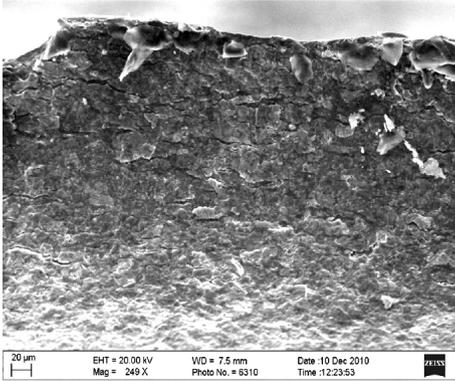


图3 断口附近达克罗涂层表面微裂纹形貌
Fig. 3 Near dacromet coating of fracture

1.1.2 金相分析及显微硬度测试

从 III-II-1#螺栓上下端分别取样(上端取截面、下端取剖面)制成金相试样后进行观察,螺栓材料的显微组织为回火马氏体,未见明显组织缺陷存在,下端断口附近可见多条纵向裂纹,其中较长的两条裂纹深度分别约为 0.8、0.4 mm,裂纹沿晶扩展,形貌见图4。

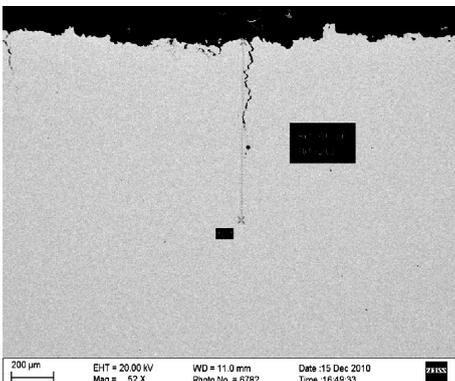


图4 螺栓下端断口附近裂纹剖面形貌
Fig. 4 Profile microcrack of upper end

对试样进行显微硬度(HV0.2)测试,五点平均结果为514,换算为HRC约为50,换算抗拉强度约为宇航材料工艺 <http://www.yhclgy.com> 2014年 第6期

1 730 MPa,表明螺栓的硬度符合设计要求(按照 GB/T1172—1999,抗拉强度为 1 500 MPa。

1.1.3 氢含量测试

从 III-II-4#螺栓及一件使用未断裂螺栓和两件同批次未使用螺栓上分别取样后进行氢含量测试,结果见表2。

表2 氢含量测试结果

Tab. 2 Measurement results of hydrogen content

编号	氢含量/10 ⁻⁶
III-II-4#	0.9
使用未断裂螺栓	2.5
原 1	0.9
材 2	1.1
料 3	1.2
4	2.2
同批次 1	1.0
未使用 2	2.0

1.2 化学分析

对试验时使用的水及泥土进行氯离子和硫酸根离子的浓度测试。其中泥土中氯离子和硫酸根离子的浓度测试方法是将泥土充分烘干,加入一定量蒸馏水后充分搅拌、沉淀、过滤,测量过滤溶液中氯离子和硫酸根离子的浓度,计算烘干后泥土中氯离子和硫酸根离子的浓度。浓度测试结果表明试验所用水中的氯离子和硫酸根离子浓度较高(分别为 0.174、0.19 g/L),泥土烘干后 Cl⁻ 含量为 0.28 mg/g、SO₄²⁻ 为 1.36 mg/g。

1.3 小结

以上分析结果表明:螺栓所用材料成分、组织及硬度未见明显的异常,状态符合设计要求,且材料自身氢含量不高。断口特征表明7件螺栓断裂性质为延迟脆性断裂,断裂机理为氢脆。螺栓强度水平较高,材料组织有较高的氢脆敏感性,试验过程中长时间包覆潮湿泥土导致的腐蚀及应力腐蚀作用应是导致螺栓发生氢脆断裂的重要原因。

1.4 故障复现试验及相关试验

1.4.1 抗拉强度试验^[1]

对三件同批次螺栓(1#~3#)进行缺口抗拉强度试验,加载速率为 2 mm/min,结果见表3。由此试验结果确定后续分级加载试验的载荷。对 1#~3#螺栓进行抗拉强度试验。

表3 螺栓缺口抗拉强度试验结果

Tab.3 Measurement results of tensile strength

试验编号	缺口处直径 /mm	拉断载荷 /kN	缺口拉伸强度 /MPa
1	5.118	51.425	2500
2	5.130	50.682	2450
3	5.102	50.827	2490
平均值		50.978	2480

1.4.2 分级加载试验及断口观察

对四件同批材料缺口螺栓(4# ~ 7#)进行三次8级分级加载试验;对另一批次三件缺口螺栓(13# ~ 15#)进行三次2级加载试验(13#直接加载到第6级保持1h,第7级保持5h,14#和15#直接加载到第6级保持1h,第7级保持4h,);对另一批次三件无缺口螺栓(16# ~ 18#)进行45kN(拉断载荷的75%)位移保持3h后直接拉断试验,见图5,表4~表6。

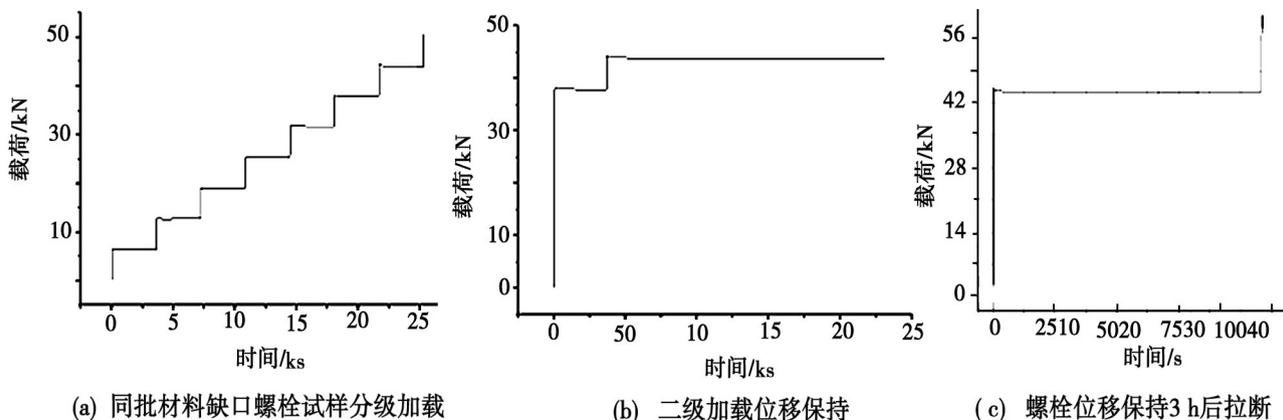


图5 力学测试曲线

Fig.5 Mechanics test curve

表4 同批材料缺口螺栓分级加载试验结果¹⁾

Tab.4 Test results of step loading

试验编号	裂纹萌生等级	相应级数裂纹萌生时间/min	裂纹萌生累计时间/min	裂纹萌生载荷/kN	裂纹萌生载荷对应的缺口名义应力/MPa	螺栓拉断载荷/kN	缺口拉伸强度/MPa
4#	7	45	405	44.084	2142	50.551	2456
						50.978	2476
5#、6#	8	61	661	43.274	2108	50.980	2479
						50.892	2483
7#	7	122	842	37.530	1831		

注:1)前4级每一级保持时间1h,5#、6#后四级每一级保持2h,7#后四级每一级保持时间为4h。

表5 缺口螺栓二级加载试验结果¹⁾

Tab.5 Test results of two level loading

试验编号	裂纹萌生等级	相应级数裂纹萌生时间/min	累计裂纹萌生时间/min	裂纹萌生载荷/kN	裂纹萌生载荷对应的缺口名义应力/MPa	螺栓断裂载荷/kN	缺口拉伸强度/MPa
13#	7	225	285	43.988	2142	50.346	2452
14#	7	138	198	43.935	2142	50.622	2468
15#	7	152	212	43.872	2138	50.874	2479

注:1)直接加载至第6级,第6级保持1h,13#、15#第7级保持5h,14#第7级保持4h。

对以上 10 件螺栓断口进行观察:4[#]、5[#]、6[#] 及 13[#]、14[#]、15[#] 螺栓断口源区存在明显的沿晶形貌,具有氢脆断口形貌特征,扩展区及终断区呈韧窝+少量准解理形貌。

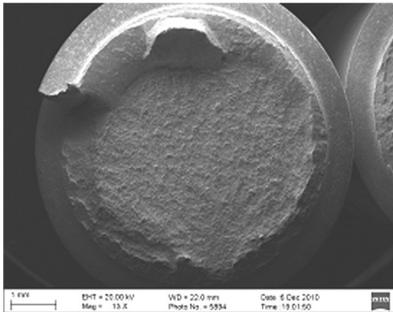
10 件螺栓的分级加载试验结果及形貌观察结果表明螺栓经过 8 级加载试验,试验螺栓在较高应力水平长时间作用下会发生氢致损伤,后续拉断试验的断裂源区存在沿晶破坏特征,表明螺栓材料具有氢脆敏感性,在较高的应力水平持续一定时间后会发生氢损伤。

表 6 无缺口螺栓 45 kN 位移保持 3 h 后拉断试验结果

Tab. 6 Test results of tension fracture

试样编号	螺栓断裂载荷/kN	螺栓名义应力/MPa
16 [#]	59.912	1637
17 [#]	61.221	1673
18 [#]	61.293	1675

对另一批次分解的螺栓在 45 kN 载荷下位移保持 3 h 后直接拉断试验(16[#]~18[#]螺栓,见表 8),结果表明拉断载荷符合技术要求,与常规试验拉断载荷无明显差异,对螺栓断口进行微观观察,源区、扩展区均呈韧窝+少量准解理形貌,断裂源区未见明显氢脆断裂特征。表明该试验条件下,未发生不可逆损伤。



1.4.3 拉断力试验

对两件使用未断裂螺栓和 5 件同批次未使用螺栓进行拉断力测试(表 7),测试结果表明 7 件螺栓的抗拉强度差异不大,且均符合设计要求(要求抗拉强度不小于 1 500 MPa)。

对上述 7 件拉断断口进行形貌观察,形貌特征基本一致,均断裂于第一道螺纹根部(从光杆段起),源区均位于一侧表面,整件断口均呈韧窝+少量准解理形貌,典型形貌见图 6。以上断口形貌特征表明 7 件拉断力试验螺栓的断裂性质均为塑性断裂。

表 7 拉断力测试结果¹⁾

Tab. 7 Test results of tension fracture

试样	拉断力/kN	强度/MPa
使用过 1 [#]	62.1	1697
未断裂 2 [#]	60.8	1661
同批 1 [#]	61.3	1670
同批 2 [#]	59.9	1640
同批 3 [#]	59.7	1630
同批 4 [#]	59.8	1630
同批 5 [#]	59.5	1630
设计要求	抗拉强度 ≥ 1500 MPa	

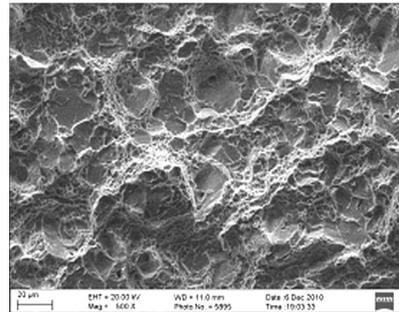


图 6 拉断力试验螺栓断口形貌

Fig. 6 Fracture characteristics of tension rupture test

1.4.4 螺栓 200 h 恒载试验结果

参照 HB5067—85 氢脆试验方法对材质为 30CrMnSiNi2A 的弹上同批头分/仪器舱截面 M8 双头螺栓 6 件进行 200 h 恒载试验。试验时间为 200 h,恒载 38.23 kN,试验结果为 6 件螺栓均未发生断裂(实验室温度 18~20℃,湿度 30%~40%)。

1.5 故障复现试验

对另一批次两件表面覆盖泥土后的螺栓进行 8 级分级加载试验,其中无缺口螺栓在第五级加载过程中发生断裂,缺口螺栓在第四级加载过程中发生断裂,试验数据见表 8,加载曲线见图 7。

另一批次缺口螺栓断裂位置位于螺栓中部光杆缺口处,无缺口螺栓断裂位置位于自端部起第 5 道螺纹根部,两件螺栓的断面大部分区域被泥土附着,清洗后观察两件断口的源区和扩展区界限分明,源区位于螺栓次表面,颜色比扩展区稍深且粗糙,扩展区呈放射状。采用扫描电镜观察,两件螺栓断口的微观形貌基本一致:整件源区均呈沿晶形貌,晶面上可见明显的“鸡爪”纹和微孔,存在较多沿晶纵向裂纹,其中缺口螺栓断口源区尺寸约为 1.95 mm(深度)×2.36 mm(长度),约占整件断面的 18%,无缺口螺栓断口源区尺寸约为 1.75 mm(深度)×4.30 mm(长度),约

占整件断面的 11%，上述两件螺栓断口的扩展区微 图 8、图 9。上述形貌具有典型的氢脆断裂特征。观均呈解理+韧窝的混合形貌(以解理为主),形貌见

表 8 复现试验分级加载试验结果
Tab. 8 Test results of repetition test

试验编号	断裂等级	断裂级数 保持时间/min	累计保持时间 /min	断裂载荷 /kN	缺口名义应力 /MPa	螺栓名义应力/MPa
缺口螺栓	4	15	178	25.283	1231	691
无缺口螺栓	5	1	241	37.457	-	1023

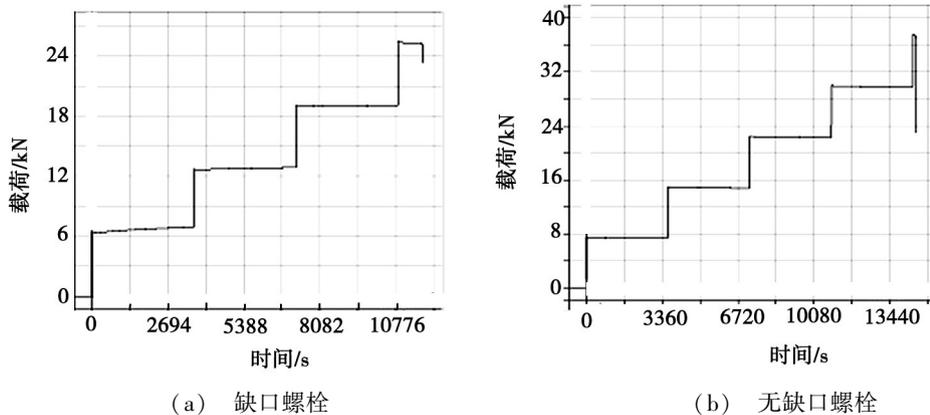


图 7 分级加载载荷—时间曲线

Fig. 7 Testing curve of mechanical properties

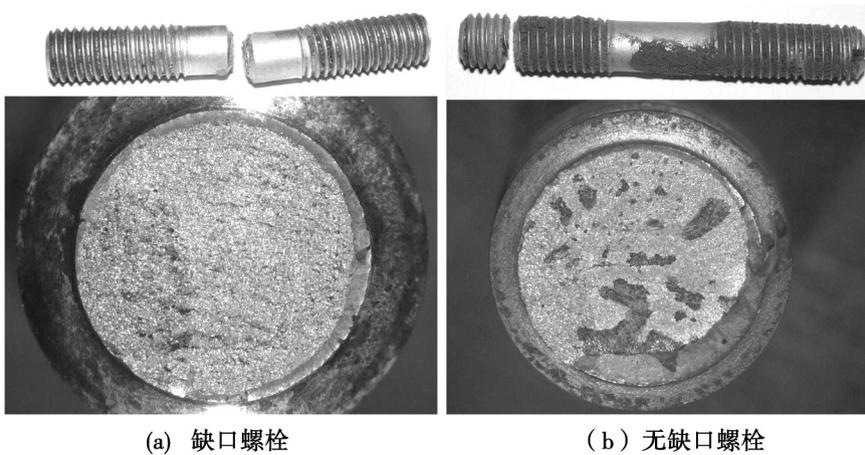


图 8 复现试验螺栓(包覆湿泥)断口宏观形貌

Fig. 8 Macrofractography of field experiment with wet clay

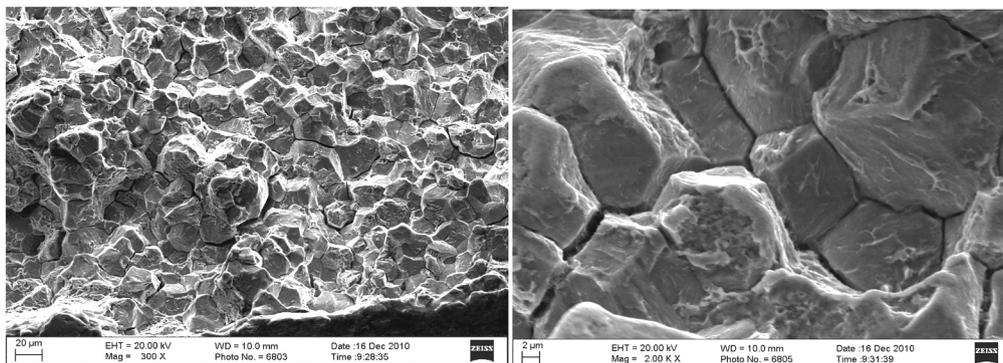


图 9 复现试验螺栓(包覆湿泥)断口源区沿晶+二次裂纹形貌

Fig. 9 Microfractography of field experiment with wet clay

两件包覆泥土螺栓与7件静力试验过程中断裂螺栓的断裂性质均为脆性断裂,断裂机理为氢脆,因此认为静力试验螺栓氢脆断裂现象得到复现。

发生氢脆的原因除螺栓材料本身具有较高的氢脆敏感性外,应与表面包覆湿泥有关。湿泥中的水和Cl、S等腐蚀性介质渗到螺栓表面形成了电化学腐蚀反应环境,反应中阴极析氢,部分原子氢进入螺栓材料内部,螺栓局部氢富集使晶界弱化,导致螺栓发生延迟性氢脆断裂。因此认为,静力试验过程中长时间包覆的湿泥中的水和Cl、S等腐蚀性介质在重力及压力的作用下,渗入螺栓表面及连接部位,形成电化学腐蚀环境,自发的电化学腐蚀反应析氢,部分氢原子进入螺栓内部,并在高应力区及微观缺陷处聚集,导致螺栓在加载过程中发生氢脆断裂。

2 分析讨论

2.1 螺栓断裂性质与机理判定

对静力试验中分离装置上的7件断裂螺栓断口的观察与分析认为,螺栓所用材料成分、组织及硬度未见明显的异常;7件螺栓均断裂于安装面附近(上端螺纹根部),整件断口源区、扩展区及终断区界限明显,源区呈沿晶形貌,晶面上可见较多的“鸡爪”纹和少量微孔,具有典型的氢脆断口特征;从上下端断口扩展区存在的纵向裂纹的位置、形态及沿晶特征分析认为,纵向裂纹是螺栓断裂后形成的,且具有典型的氢脆断口特征,因此判定螺栓断裂性质为延迟脆性断裂,断裂机理为氢脆。

2.2 断裂原因分析

氢脆是一种由于金属材料中存在氢富集而引起材料的塑性下降、开裂或损伤的现象,一般会在低于材料强度的应力(拉应力)水平下发生,是一种典型的延迟断裂。氢的来源有“内含”的及“外来”的两种:前者指材料在冶炼及随后的机械制造(如焊接、酸洗、电镀等)过程中所吸收的氢;后者是指材料在致氢环境的使用过程中所吸收的氢。致氢环境既包括含有氢的气体,如 H_2 、 H_2S ;也包括金属在水溶液中腐蚀时阴极过程所放出的氢^[2]。

螺栓所用材料为30CrMnSiNi2A,属淬火+低温回火马氏体的超高强度钢,分级加载试验结果及形貌观

察结果表明螺栓经过8级加载试验,试验螺栓在较高应力水平长时间作用下会发生氢致损伤,后续拉断试验的断裂源区存在沿晶破坏特征,表明螺栓材料具有氢脆敏感性,在较高的应力水平持续一定时间后会发生氢损伤。

就氢的来源而言,氢含量测试结果表明断裂螺栓同批次材料的氢含量在 $(1 \sim 2) \times 10^{-6}$,说明材料本身氢含量不高。螺栓在静力试验过程中表面会包覆一层湿泥,复现试验也是用相同的泥土+自来水混合包覆螺栓进行的分级加载试验,氢脆断裂现象复现,而同批次的未包覆湿泥的拉断及受弯矩断裂的螺钉断口则均呈塑性断裂特征,以上事实表明试验过程中长时间包覆湿泥是导致螺栓表面发生电化学腐蚀反应析氢,从而使氢含量增加的重要原因。

分析认为,由于试验过程中长时间包覆湿泥,泥土中的水和腐蚀性介质Cl、S在重力和压力作用下,渗入部分螺栓表面及连接区域,在螺栓及断口表面形成了电化学腐蚀环境,电化学腐蚀反应阴极析氢,部分氢原子进入螺栓,并在高应力区聚集,在静力试验应力作用下导致氢脆开裂。

3 结论

分离装置上7件螺栓的断裂性质均为延迟性脆性断裂,断裂机理为氢脆。导致静力试验发生氢脆断裂的原因除螺栓材料及组织具有较高的氢脆敏感性外,主要与静力试验过程中长时间包覆湿泥有关。湿泥在重力和压力作用下有水渗入部分螺栓表面及连接部位,形成电化学腐蚀反应环境,自发的电化学腐蚀反应析氢,析出的部分氢原子进入螺栓材料内部,使螺栓氢含量增加,在拉应力作用下向高应力区及材料微观缺陷处扩散聚集形成氢致开裂,导致螺栓在静力试验加载过程中发生延迟性氢脆断裂。

参考文献

- [1] 《中国航空材料手册》编辑委员会. 中国航空材料手册(第1卷)[M]. 北京:中国标准出版社,2002
- [2] 陶春虎,刘高远,等. 军工产品失效分析技术手册[M]. 北京:国防工业出版社,2009

(编辑 任涛)