



## DIAGNOSTIKA AUSTENITICKÝCH OCELÍ NA ZÁKLADĚ MAPOVÁNÍ KOERCIVITY

### EVALUATION OF AUSTENITIC STEELS ON THE BASIS OF COERCIVITY MAPPING

Pavel Novotný

*Vysoká škola chemicko-technologická v Praze*

#### Abstract

In the contribution an advanced application of MO films - based on austenitic stainless steels (ASS) coercivity mapping - is described. The developed method is able to determine surface coercivity locally reaching resolution about 50  $\mu\text{m}$  with the field sensitivity 100 A/m. Obtained results show the potential of MO method to find places being critically degraded.

#### 1. ÚVOD

Austenitické ocele (AO) se jako konstrukční materiály uplatňují všude tam, kde působí silně korodující prostředí a dále se vyžaduje dlouhodobá životnost a bezpečnost (výkonová a jaderná energetika). Při provozu těchto zařízení se věnuje značná pozornost jejich kontrole a také monitorování degradace použitých materiálů. O AO je známo, že nejsou stabilní, ale mění svůj stav z původně paramagnetického do feromagnetického ( $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$ ), případně naopak a to pod vlivem mechanického namáhání anebo tepelné expozice. Je pochopitelné, že existuje snaha podrobně poznat a zdokumentovat změny probíhající v namáhaných AO včetně změn korespondujících materiálových parametrů a tyto znalosti využít pro diagnostiku AO. Jednou z možností jsou parametry magnetické.

Z hlediska magnetismu je AO kompletně popsána hysterezní smyčkou (HS), která může poskytnout řadu relevantních informací, ovšem za předpokladu, že ji dokážeme správně experimentálně určit a kvalifikovaně vyhodnotit. Zde je nutno připomenout, že výsledná HS je ovlivněna řadou faktorů, kdy k nejdůležitějším patří geometrický tvar, mechanické a tepelné namáhání, frekvence a rovněž magnetická „historie“. Je pochopitelnou snahou zúžit počet ovlivňujících faktorů a u sledovaných veličin se zaměřit na ty, které vykazují maximální citlivost.

Jeden ze základních parametrů, který charakterizuje zmíněnou transformaci AO, tj.  $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$ , je podíl feromagnetické fáze k austenitické matici. V práci [1] bylo pro případ oceli AISI 304 ukázáno, že nárůst tohoto podílu v závislosti na plastické deformaci je lineární v oblasti deformací do 70%. Magnetická koercivita  $H_c$  má průběh odlišný. Nejprve je lineární a od 25 % plastické deformace dochází k její saturaci, kdy koercivita dosahuje hodnoty 3,8 kA/m. K transformaci  $\gamma \rightarrow \alpha$  dochází často pouze na povrchu AO a to v důsledku plastické

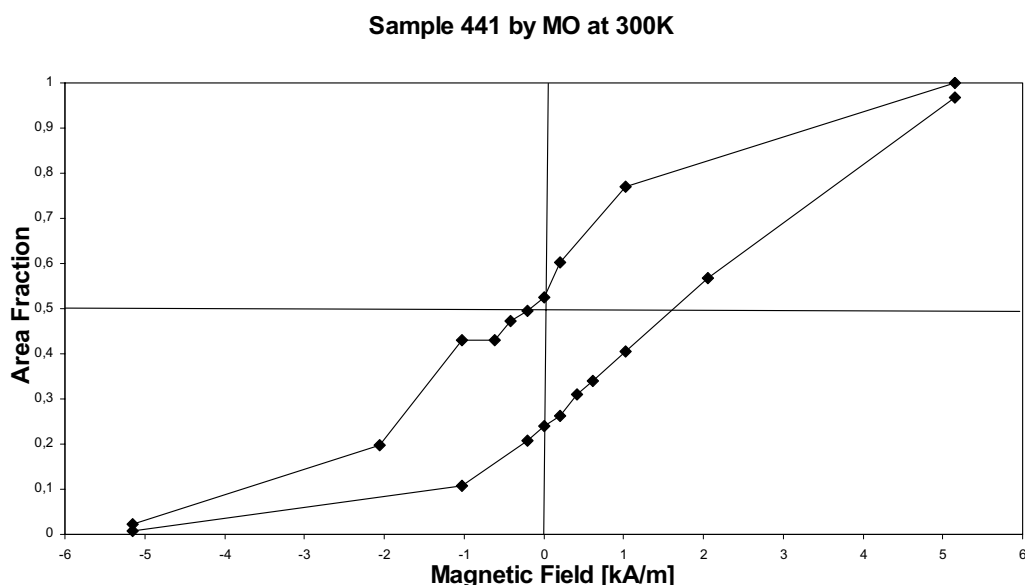
deformace při jejich mechanickém opracování, jak bylo indikováno magneto-optickou (MO) metodou [2].

V oblasti magnetické diagnostiky měřil Tsuchida et al [3] rozložení remanentní indukce ( $B_r$ ) při deformaci ocelí SUS 316 a SUS 316L. V tomto případě šlo o lokální měření (prostorové rozlišení 1,5 mm) a zjištěné extrémy průběhu  $B_r$  odpovídaly místům pozdějšího porušení. Vértesy et al určoval základní magnetické parametry ( $B_r$ ,  $H_c$ , ...) ocelí AISI 304 na základě minoritních smyček [4] a ukázal, že tento způsob diagnostiky je - ve speciálních případech - citlivější na plastickou deformaci než použití HS majoritních. Pro stejný typ AO, tj. AISI 304 zjistil Takaya et al [5] nárůst  $M_r$  ještě před vznikem trhliny také při zvýšené teplotě (923 K). V práci [6] byla použita MO metoda pro měření  $H_c$ . Zde rovněž šlo o lokální měření a minoritní HS, kdy se hlavně indikuje povrchová vrstva austenitického materiálu.

Metalografie, která se zabývá studiem kovových materiálů, patří v této oblasti ke klasickým metodám. Je to metoda je destruktivní, která „vidí“ vnitřní strukturu zkoumaného kovu s dobrým rozlišením, pokud se pozorovaná plocha vhodně upraví (např. leptáním). V práci [7] byl učiněn pokus doplnit klasickou metalografií s využitím MO metody.

Cílem této práce je ukázat a diskutovat výsledky lokálního mapování koercivity namáhané oceli 08CH18N10T pomocí MO metody.

## 2. MAGNETO-OPTICKÝ EXPERIMENT



**Obr. 1.** Typická hysterezní smyčka austenitické oceli, kde částečně proběhla transformace  $\gamma$ -Fe  $\rightarrow$   $\alpha$ -Fe, sejmutá pomocí MO filmu

Magneto-optická (MO) metoda je založena na vyhodnocování změn doménové struktury (DS) tenkého ( $\approx \mu\text{m}$ ) granátového filmu pod vlivem rozptylového pole těsně nad zkoumaným materiálem. Metodika měření  $H_c$  byla podrobně popsána v práci [8]. Pro zvyšování rozlišení při mapování  $H_c$  je možno použít buď větší zvětšení mikroskopového obrazu a postupně pohybovat vzorkem, ale jednodušší se ukázalo zachovat zvětšení a skenovat MO obraz rozptylových polí pomocí speciálního makra. To rozdělí celkový obraz na  $11 \times 14 = 154$  částí a v každé z nich se pak určuje  $H_c$ , opět jako pološířka lokální HS pro hodnotu parametru Area Fraction rovno jedné polovině ( $AF=1/2$ ). Pro diagnostiku austenitických materiálů na základě mapování  $H_c$  se ukázalo důležité zachovávat konstantní podmínky měření (tj. stejné místo granátu, konstantní amplituda magnetického pole, stejné podmínky polarizace). Typická HS AO sejmutá pomocí citlivého MO filmu je vidět na obr.1.

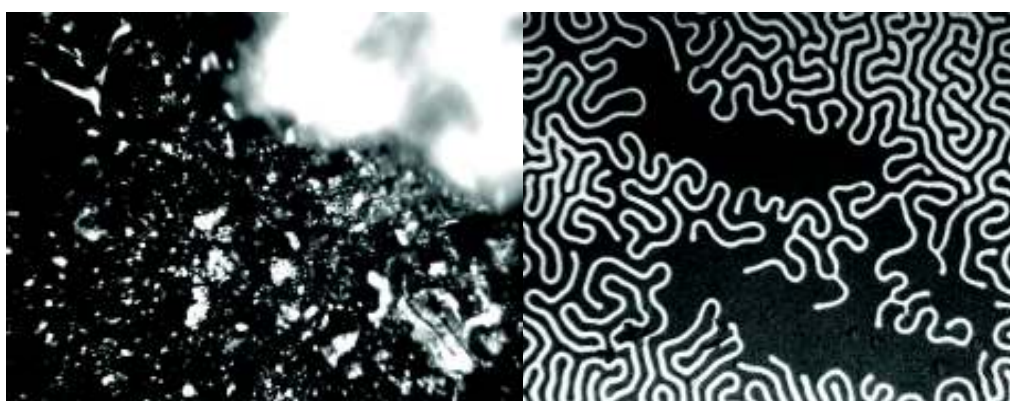
### 3. MATERIÁLY A VZORKY

Zkoumané vzorky byly připraveny z materiálu 08CH18N10T (ekvivalent EN X6CrNiTi18-10, AISI 321), který se vyskytuje na řadě míst českých jaderných elektráren. První vzorek (N-1) byl "šetrně" odříznut z většího bloku tohoto materiálu. Má tvar válce o průměru 32 mm a tloušťku 6 mm. Jedna podstava tohoto válce byla upravena balotínováním, druhá zůstala bez speciální úpravy. Druhý vzorek je typu „compact tension“ (CT) a je ze stejného materiálu. Zde byla rezonančně nacyklována počáteční únavová trhlinka a to s použitím minimální síly a frekvencí 100Hz. Ve druhém kroku byla tato trhlinka prodloužena za podmínek výrazně odlišných a to maximální silou a frekvencí 1 Hz. U takto připraveného vzorku se očekával rozdíl plastické zóny v okolí trhliny.

### 4. VÝSLEDKY A JEJICH DISKUZE

Balotínování představuje úpravu kovového materiálu, jehož smyslem je zpevnit jeho povrch tak, aby byl odolnější vůči předpokládanému způsobu namáhání. O tom, že při této úpravě dochází k výrazné plastické deformaci a i tedy transformaci ( $\gamma \rightarrow \alpha$ ) se lze přesvědčit porovnáním MO obrazů vzorku N-1, který byl zmagnetován v poli ( $H = 80 \text{ kA/m}$ ) elektromagnetu kolmo k základně válce. Zatímco neupravená strana nevykazuje žádné porušení rovnovážné DS MO filmu strana balotínovaná - naopak - ukazuje řadu míst, kde existují silná rozptylová pole i v remanentním stavu. Pro mapování koercivity tohoto vzorku bylo zvoleno místo, kde lze očekávat (na základě MO obrazu) tento efekt výrazný. Výsledek je dokumentován na třech částech obr. 2. Zde část 2a představuje obraz balotínovaného povrchu s vypnutou polarizací. Delší strana obrazu má skutečnou velikost cca 0,7 mm. Část 2.b ukazuje prostřednictvím MO filmu kvalitativně místa největší koercivity jako černá a bez DS. Tabulka (2.c) udává hodnoty koercivity (jednotky: kA/m) v jednotlivých místech povrchu vzorku. Rozměr čtvercových oblastí pro skenování byl  $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ . Výsledky potvrzují předpoklad, že balotínování vyvolává fázovou přeměnu povrchu AO. Z hlediska naměřených hodnot koercivity je povrchová vrstva silně nehomogenní. Maximální zjištěná hodnota je 2,5 kA/m, průměrná pak 1,1 kA/m. Nulové hodnoty koercivity v některých místech naznačují, že navržená MO metoda je v současném stavu zatížena značným rozptylem, protože samotný MO film má koercivitu  $H_c = 0,2 \text{ kA/m}$ . Při experimentech byl senzor pod vlivem střídavého pole síťové frekvence s amplitudou 0,25 kA/m, které mělo usnadnit nukleaci a pohyb doménových stěn. Získané výsledky dokumentují, že při použití tohoto MO filmu byla dosažena hranice rozlišovací schopnosti této metody.

Obr. 3. ukazuje výsledek mapování koercivity Hc vzorku CT-6 (strana A) v okolí konce únavové trhliny. Část a) představuje trhlinu v „podání“ klasické metalografie. Část b) je MO obraz stejného místa konce trhliny. Výsledek mapování Hc tohoto místa je v tabulce c), která prezentuje získané číselné hodnoty. Odtud je vidět, že špičkové hodnoty Hc v okolí trhliny nedosahují hodnot balotinovaného vzorku, což naznačuje, že deformace je zde slabší, anebo je plastická oblast v okolí trhliny objemově menší. Konec trhliny je charakterizován nárůstem hodnoty Hc, což koresponduje s podmínkami, které byly použity pro vznik a šíření trhliny.



a)

b)

1,125	1,5	1,1	1,6	1,25	0,65	0	0,5	0,4	1	0,8	0,9	0,9	0,65
0	0,5	1,5	2,2	1,7	1	0,6	0	0,5	0,2	0,7	0,7	1	0,4
0,7	0,4	1,5	1,8	1,5	1,5	1	0,875	0,7	0,3	0	0,5	0,5	0,3
0,8	0	0,3	0,8	1,5	1,8	2	2,5	2,4	1,8	0,8	0	0,3	0,3
0,5	0,5	0,5	0,7	0,4	1,5	1,7	2,5	2,3	1,7	1,5	0,8	0	0
0,5	0	0,8	0,5	1	1	1	1,2	0,8	1,5	2	1,5	1	0,7
1	1	1,2	1	1,8	1,8	1,5	1	1	1,2	1,2	1,5	1	0,8
0,8	0,8	0,7	0,7	1,5	1,5	2,5	2	1,2	1,5	1	1	1,3	1
0	0,4	0,6	0,5	1	1	2,2	2,7	2,7	2,3	1,3	1	1,2	1
0,2	0,3	0,3	0,2	0,1	0,5	0,8	0,9	2	1,8	2,2	2,2	2	0,4
0,2	0,2	0,2	0,2	0	0	0,4	0,2	0	0,7	0,5	1	0,5	0,4

**Obr.2.** Výsledek mapování koercivity austenitické oceli po balotinování. Část a) představuje standardní obraz povrchu, část b) představuje MO obraz stejného místa a tabulka c) udává hodnoty lokální koercivity ( kA/m) v jednotlivých místech vzorku.



a)

b)

0,4	0,45	0,845	1,05	0,695	0,2	0,185	0,1	0,395	0,15	0,25	0,25	0,2	0,3
0,375	0,22	0,44	0,96	1,045	0,695	0,24	0,25	0	0,26	0,1	0,15	0	0,2
0,1	0,385	0,355	0,5	0,805	0,99	0,5	0,15	0,2	0,25	0,3	0	0,3	0,15
0,135	0,3	0,25	0,26	0,36	0,9	0,84	0,25	0,45	0,195	0	0,3	0,15	0,155
0,35	0,1	0,335	0,21	0,35	0,6	1,26	1,05	0,35	0,35	0,39	0,15	0,2	0,22
0	0,4	0,15	0,15	0,2	0,5	0,9	1,11	0,65	0,095	0,29	0,24	0,3	0,2
0,29	0	0,3	0,395	0	0,445	0,7	1,2	0,725	0	0,5	0,245	0	0,2
0,225	0,35	0	0,275	0,2	0,3	0,44	1,4	1	0,4	0,3	0,3	0,25	0,15
0,345	0,27	0,25	0,3	0,35	0,2	0,25	1,1	1,3	0,65	0,195	0,3	0,75	0,2
0,2	0,3	0,2	0,3	0,225	0,2	0,1	0,5	0,875	0,3	0,45	0,35	0,35	0,3
0,3	0,25	0,2	0,35	0,35	0,375	0,6	0,5	0,2	0,4	0,3	0,4	0	0,3

c)

**Obr. 3.** Výsledek mapování koercivity  $H_c$  vzorku CT-6 (strana A) v okolí konce únavové trhliny. Část a) představuje trhlínu v zobrazení klasické metalografie. Část b) je MO obraz stejného místa konce trhliny. Výsledek mapování  $H_c$  (kA/m) tohoto místa je v tabulce c)

## 6. ZÁVĚR

Především je třeba konstatovat, že očekávané výsledky, tj. výrazné zvýšení  $H_c$  v okolí čela trhliny, se zatím neprokázaly. Bylo však ověřeno, že MO metoda umožňuje dobře zviditelnit magnetickou fázi na povrchu AO, což považujeme za příspěvek využitelný v metalografii. Takto zjištěnou magnetickou fázi lze kvantifikovat pomocí klasického magnetického parametru - koercitivní síly  $H_c$ . Dosažená rozlišovací schopnost je dána rovinností a drsností povrchu vzorku, periodou DS granátového MO filmu a magneto-optickým kontrastem a dosahuje v případě našeho MO filmu hodnoty 50  $\mu\text{m}$ . Feromagnetickou fázi, která vzniká při zatěžování AO na povrchu a v jeho blízkosti, je žádoucí dokumentovat, protože lze předpokládat, že spolupůsobí při vzniku problémů v případě řady aplikací.

## PODĚKOVÁNÍ

Tato práce byla podpořena VZ MSM č. 604 613 7302,

## LITERATURA

- [1] Mészáros I., Prohászka I. Magnetic investigation of the effect of  $\alpha'$ -martensite on the properties of austenitic stainless steel, *J. Mater.Process.Technol.*161(2005)162-168
- [2] Novotný P, Macháč P, Hubičková M, Sajdl P. Testing of Austenitic Materials by Magneto-optic Metod. In: Proceedings 35<sup>th</sup> International conference DEFEKTOSKOPIE 2005, Znojmo, November 8-10, 2005 p. 173-177
- [3] Tsuchida Y, Oka M, Yakushiji T, Enokinozo M. Evaluation of Strain Distribution of Austenitic Stainless Steels by Measuring Remanent Magnetization, In: Udpa L, Bowler N, editors. Electromagnetic nondestructive evaluation (IX) Amsterdam: IOS Press, 2005. p. 151-158.
- [4] Vértesy G, Mészáros I, Tomáš I. Nondestructive indication of plastic deformation of cold-rolled stainless steel by magnetic minor hysteresis loops measurement. *Journ. of Magnet. and Magnet. Mat.* 285 (2005) 335-342.
- [5] Takaya S, Nakagiri T, Suzuki T. Magnetic Property Change of SUS304 Steel due to Fatigue at Elevated Temperature. In: Udpa L, Bowler N, editors. Electromagnetic nondestructive evaluation (IX):Amsterdam: IOS Press, 2005, p. 167-174.
- [6] Novotný P, Macháč P, Kučera M, Nitsch K. Evaluation of Austenitic Materials by Magneto-Optical Minor Hysteresis Loops. ENDE'06. Abstracts of the 11<sup>th</sup> International Workshop on Electromagnetic Nondestructive Evaluation. Hotel APPI Grand, Iwate, Japan, June 14<sup>th</sup> -16<sup>th</sup>, 2006.
- [7] Novotný P. Metallography of austenite by magneto-optic metod (in Czech). In: Proceedings 10<sup>th</sup> Conference- Contribution of metallography to solving of production problems Lázně Libverda, 14.-17. června 2005, p.182-185.
- [8] Novotný P, Macháč P, Kučera M, Nitsch K, Skrbek B. Diagnosis of austenitic steel valves with the magneto-optical Method. *NDT&E International* 40 (2007) 203-207.