

DOI: 10.11973/jxgccl201912004

## 304 不锈钢晶粒尺寸的超声检测

侯怀书<sup>1</sup>, 张世玮<sup>1</sup>, 陆顶<sup>1</sup>, 冯振华<sup>2</sup>, 马翠霞<sup>2</sup>

(1. 上海应用技术大学, 上海物理气相沉积(PVD)超硬涂层及装备工程技术研究中心, 上海 201418;

2. 鄂尔多斯市特种设备检验所, 鄂尔多斯 017000)

**摘要:** 以不同晶粒尺寸的 304 奥氏体不锈钢试样为研究对象, 采用频率 5 MHz 的超声换能器对其进行水浸横波检测, 通过快速傅里叶变换(FFT)分析裂纹缺陷和晶粒反射信号的能量特征, 以便排除缺陷信号的干扰; 通过超声检测得到无裂纹缺陷试样的相对二阶非线性系数, 分析了其与平均晶粒尺寸的关系。结果表明: 当在 1.6~4.4 MHz 频段的能量占比低于 1% 时, 可认为奥氏体不锈钢中无裂纹缺陷存在; 相对二阶非线性系数随着奥氏体不锈钢平均晶粒尺寸的增大而减小, 因此可利用该参数来表征奥氏体不锈钢的晶粒尺寸。

**关键词:** 304 不锈钢; 晶粒尺寸; 超声检测; 快速傅里叶变换; 能量分布

**中图分类号:** TG115.28

**文献标志码:** A

**文章编号:** 1000-3738(2019)12-0019-05

## Ultrasonic Testing on Grain Size of 304 Stainless Steel

HOU Huaishu<sup>1</sup>, ZHANG Shiwei<sup>1</sup>, LU Ding<sup>1</sup>, FENG Zhenhua<sup>2</sup>, MA Cuixia<sup>2</sup>

(1. Shanghai Engineering Research Center of Physical Vapor Deposition (PVD) Superhard Coating and Equipment, Shanghai Institute of Technology, Shanghai 201418, China;

2. Ordos City Special Equipment Inspection Institute, Ordos 017000, China)

**Abstract:** Taking 304 austenitic stainless steel samples with different grain size as research object, water-immersed shear wave testing was carried out with a ultrasonic transducer with frequency of 5 MHz. The energy characteristics of crack defect and grain reflection signals were analyzed by fast Fourier transform (FFT) to eliminate the interference of defect signals. Relative second-order nonlinear coefficients of samples without crack defects were obtained by ultrasonic testing, and the relationship between the coefficient and the average grain size was analyzed. The results show that when the energy proportion in 1.6—4.4 MHz band was less than 1%, we considered that no crack defects existed in the austenitic stainless steel. The relative second-order nonlinear coefficient decreased with the increase of average grain size of the austenitic stainless steel, so the parameter could be used to characterize the grain size of austenitic stainless steel.

**Key words:** 304 stainless steel; grain size; ultrasonic testing; fast Fourier transform; energy distribution

## 0 引言

奥氏体不锈钢具有耐腐蚀性好、抗高温蠕变能力强、不存在脆性转变温度和低温韧性好等特点, 在军事、仪器仪表、汽车、石油化工等领域得到了广泛应用<sup>[1]</sup>。研究表明, 奥氏体晶粒尺寸是反映奥氏体

不锈钢显微组织的重要特征参数, 直接影响着不锈钢的性能<sup>[2-3]</sup>。

目前, 比较常用且得到公认的晶粒尺寸检测方法是金相法。这种方法的检测结果比较准确, 缺点是需要对材料或零件取样, 然后进行抛光和腐蚀等处理, 是一种具有破坏性的方法, 且得到的是取样位置的检测结果, 不能反映整体组织中的晶粒状态<sup>[4]</sup>。为了实现对在役设备材料显微组织(晶粒尺寸)的分析检测, 研究人员尝试采用传统超声衰减与反射法进行无损评定, 并取得了一定成果, 但对多晶材料的晶粒尺寸分析尚不够准确。这是因为: 超声衰减法

收稿日期: 2019-04-02; 修订日期: 2019-11-18

基金项目: 上海市联盟计划项目(LM201865); 上海市科委重点支撑计划项目(19090503400)

作者简介: 侯怀书(1972—), 男, 上海人, 副教授, 博士

检测时,影响超声衰减的因素较多,既有晶粒导致的超声损失,也有被测部件形状以及超声耦合等带来的影响,因此无法准确判断晶粒尺寸对超声衰减的贡献;超声反射法检测时,主要通过晶粒的反射信号判断晶粒大小,而多晶材料内部晶粒及晶格分布各异,对超声传播产生影响的因素除反射外还有散射和吸收等,尤其是还存在因晶粒间反射界面不规则导致反射信号不能到达超声换能器而极大地影响晶粒度测定的情况<sup>[5-6]</sup>。开发有别于传统超声检测方法的、能快速判断多晶材料晶粒尺寸的非线性超声检测技术较为迫切。

非线性超声检测技术目前主要用于检测和研究材料的细微结构,属于材料完整性评估技术。其主要原理是通过超声波与材料组织的相互作用,激发产生脉冲应力波,应力波在内部与材料微结构相互作用后的时域波形存在差异,通过分析接收到的有差异的超声信号,提取出反映材料性能的参量,从而实现材料微观结构的可靠评价<sup>[7]</sup>。基于上述原理,作者采用快速傅里叶变换(FFT)对不同晶粒尺寸奥氏体不锈钢试样的超声脉冲信号进行频谱分析,获取基波幅值和二次谐波幅值并计算超声非线性系数;通过与金相法测定的晶粒尺寸结果进行比对,建立起超声非线性系数与奥氏体不锈钢平均晶粒尺寸的关系,从而为晶粒尺寸的无损检测研究提供试验基础。

## 1 试样制备

试验材料为外径 21 mm、壁厚 3.2 mm 的 304 奥氏体不锈钢无缝管,由上海尊马股份有限公司提供,采用冷轧工艺制造。在无缝管上截取长度为 20 mm 的管状试样,分别进行 1 080 °C×2 h,1 080 °C×4 h,1 280 °C×2 h,1 280 °C×4 h,1 280 °C×6 h 热处理,以获得不同的晶粒尺寸。在热处理后的试样上制取金相试样,用 800#~2000# 砂纸依次打磨并抛光,在氯化铁盐酸溶液(氯化铁的质量分数为 10%)中腐蚀后,利用 DM750M 型光学显微镜观察显微组织,根据比较法(ASTM E112-2013)标定晶粒尺寸。

在实际检测过程中,会出现缺陷信号干扰现象。为排除缺陷对晶粒尺寸检测的影响,制作了含有人工裂纹缺陷的试样。使用电火花在试样内壁上制作裂纹,未热处理试样的裂纹尺寸为 10 mm×0.2 mm×0.2 mm(长度×深度×宽度,下同),标记为试样 1;1 080 °C×2 h 热处理试样的裂纹尺寸为 10 mm×0.4 mm×0.2 mm,标记为试样 2。1 080 °C×4 h,

1 280 °C×2 h,1 280 °C×4 h,1 280 °C×6 h 热处理后的试样未制作裂纹,分别标记为试样 3、试样 4、试样 5 和试样 6。

## 2 晶粒尺寸超声检测方法

### 2.1 超声检测装置

因横波波长较短,且波形转换后横波在钢管内的传播声程更长,故采用水浸横波法检测奥氏体不锈钢无缝管的晶粒尺寸。超声检测装置主要包括中心频率为 5 MHz 的 Panametrics 系列线聚焦超声纵波探头、Panametrics 5800PR 超声信号发射接收仪、AC6111 高速 A/D 采集卡、PC 机。将超声探头垂直置于水中,调节水层厚度  $h$  为 25 mm,偏心距  $d$  为 3 mm,通过波形转换实现横波入射,采集超声回波信号。检测过程如图 1 所示。

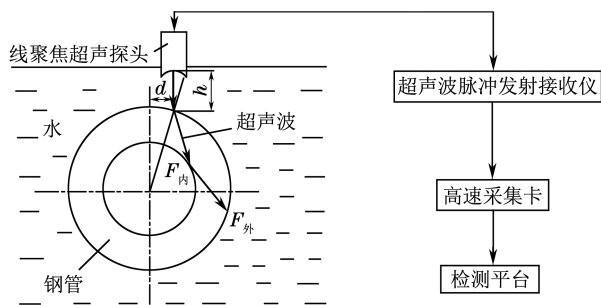


图 1 钢管超声波检测示意

Fig.1 Schematic of steel tube ultrasonic testing

### 2.2 快速傅里叶变换特征能量提取

利用快速傅里叶变换,从采集到的超声回波信号中提取缺陷和晶粒的特征能量。快速傅里叶变换是离散傅里叶变换(DFT)的快速算法。设  $x(n)$  为有限长序列,则定义  $x(n)$  的  $N$  点离散傅里叶变换<sup>[8]</sup>为

$$X(k) = \sum_{n=0}^{N-1} x(n) W_N^{nk} \quad (1)$$

$$W_N = \exp\left(-j \frac{2\pi}{N}\right) \quad (2)$$

式中:  $X(k)$  为  $x(n)$  的离散傅里叶变换结果;  $N$  为计算离散傅里叶变换的点数;  $k$  为当前点数,  $k=0, 1, \dots, N-1$ ;  $W_N$  为中间变量;  $j$  为虚数单位。

基于快速傅里叶变换的频谱分析方法,可以将超声回波信号从时域变换到频域,从而提取到信号在不同频率下的幅值<sup>[9]</sup>。将频率为  $f$  的信号能量定义为  $E_f$ ,其表达式为

$$E_f = S_f(k)^2 \quad (3)$$

式中:  $S_f(k)$  为经快速傅里叶变换后频率为  $f$  的信号幅值。

## 2.3 非线性超声检测原理

当某一频率的超声波信号入射到待测材料中时,在传播过程中会与材料的显微组织发生相互作用,产生非线性声学响应,导致接收到的回波信号出现一定程度的波形畸变。由于基波能量向谐波传输,因此接收到的超声脉冲信号在频域中会出现高次谐波<sup>[10]</sup>。金属材料的晶粒尺寸对超声波的非线性有显著影响<sup>[11]</sup>,可以采用非线性系数对晶粒尺寸进行无损评定。相对二阶非线性系数表征的是当超声波穿过材料时接收信号的基波幅值与二次谐波幅值的相对变化量,可以作为描述超声波非线性响应的量化指标<sup>[12]</sup>,其表达式为

$$\beta' = A_2 / A_1^2 \quad (4)$$

式中:  $A_1, A_2$  分别为超声信号经快速傅里叶变换后的基波幅值和二次谐波幅值;  $\beta'$  为相对二阶非线性系数。

## 3 试验结果与讨论

### 3.1 显微组织

由图 2 可知,未经热处理和经  $1\ 080\ ^\circ\text{C} \times 2\ \text{h}$ ,  $1\ 080\ ^\circ\text{C} \times 4\ \text{h}$ ,  $1\ 280\ ^\circ\text{C} \times 2\ \text{h}$ ,  $1\ 280\ ^\circ\text{C} \times 4\ \text{h}$ ,  $1\ 280\ ^\circ\text{C} \times 6\ \text{h}$  热处理后试样的显微组织均为奥氏体,平均晶粒尺寸分别为  $28.92, 65.24, 67.52, 96.56, 120.31, 131.21\ \mu\text{m}$ 。

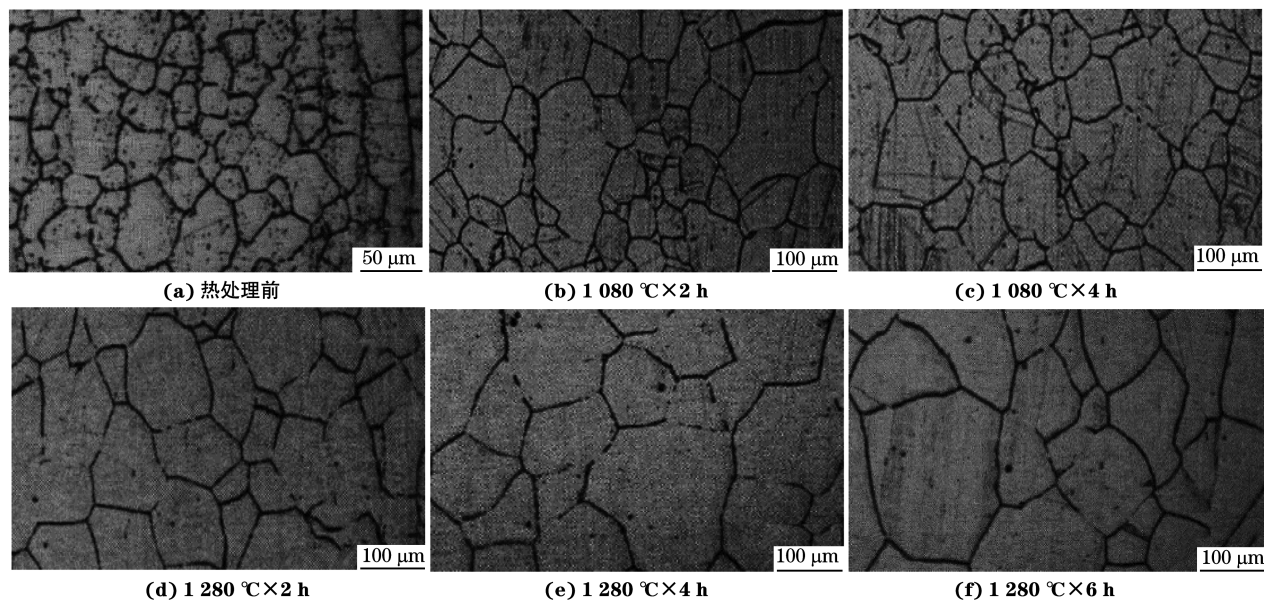


图 2 不同条件热处理前后试样的显微组织

Fig. 2 Microstructures of samples before (a) and after (b-f) heat treatment under different conditions

### 3.2 超声脉冲信号能量分析

采用图 1 所示装置对奥氏体不锈钢试样进行超声波检测,得到的超声脉冲信号如图 3 所示。

对比图 3 中的 6 组超声脉冲信号可知,试样 1 和试样 2 均出现了裂纹的明显干扰。为排除奥氏体不锈钢缺陷信号对晶粒尺寸检测的影响,采用快速傅里叶变换对超声脉冲信号进行能量分析,得到的能量分布如图 4 所示。

由图 4 统计得到,试样 1、试样 2、试样 3、试样 4 的超声脉冲信号在  $1.6 \sim 4.4\ \text{MHz}$  频段上的能量占总能量的比率分别为  $11.92\%, 3.95\%, 0.56\%, 0.64\%$ 。对比可知,裂纹缺陷的存在(试样 1 和试样 2)导致能量在低频段的占比超过  $1\%$ ,而单纯晶粒反射信号(试样 3 和试样 4)在低频段的能量占比低于  $1\%$ 。造成能量分布存在差异的主要原因是超声

波在声阻抗不连续的微小界面(如裂纹)发生散射,造成了能量损耗,且不同尺寸的不连续微小界面对不同频率超声波的能量消耗不同。因此,当低频段的能量占比低于  $1\%$  时,可认为获得的超声脉冲信号为单纯的晶粒反射信号。对该信号进一步处理可实现对晶粒尺寸的检测。

### 3.3 晶粒尺寸的非线性表征

对无裂纹缺陷试样(试样 3~试样 6)的超声脉冲信号进行快速傅里叶变换,得到各试样的基波幅值和二次谐波幅值,如表 1 所示。将基波幅值和二次谐波幅值代入式(5),计算得到不同试样的相对二阶非线性系数,并绘制出相对二阶非线性系数随晶粒尺寸的变化曲线,如图 5 所示。

由图 5 可知,随着奥氏体不锈钢平均晶粒尺寸的增大,超声相对二阶非线性系数下降。究其原因,



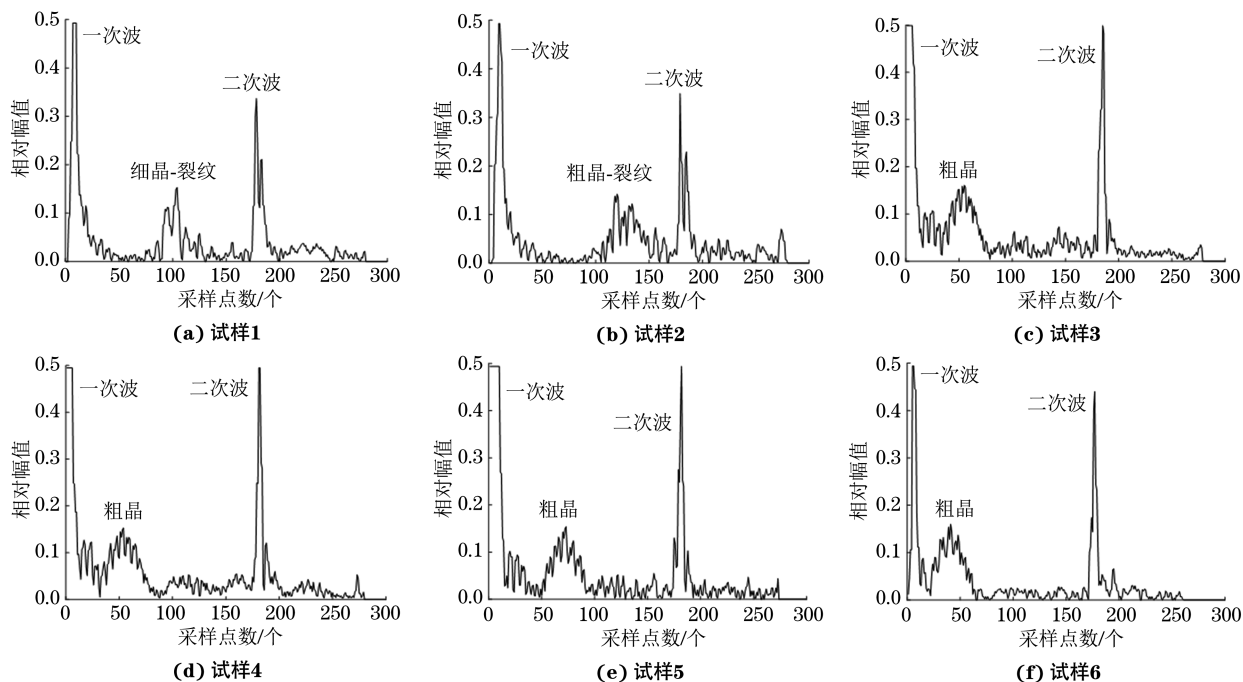


图3 不同试样的超声脉冲信号

Fig.3 Ultrasonic pulse signals of different samples: (a) sample 1; (b) sample 2; (c) sample 3; (d) sample 4; (e) sample 5 and (f) sample 6

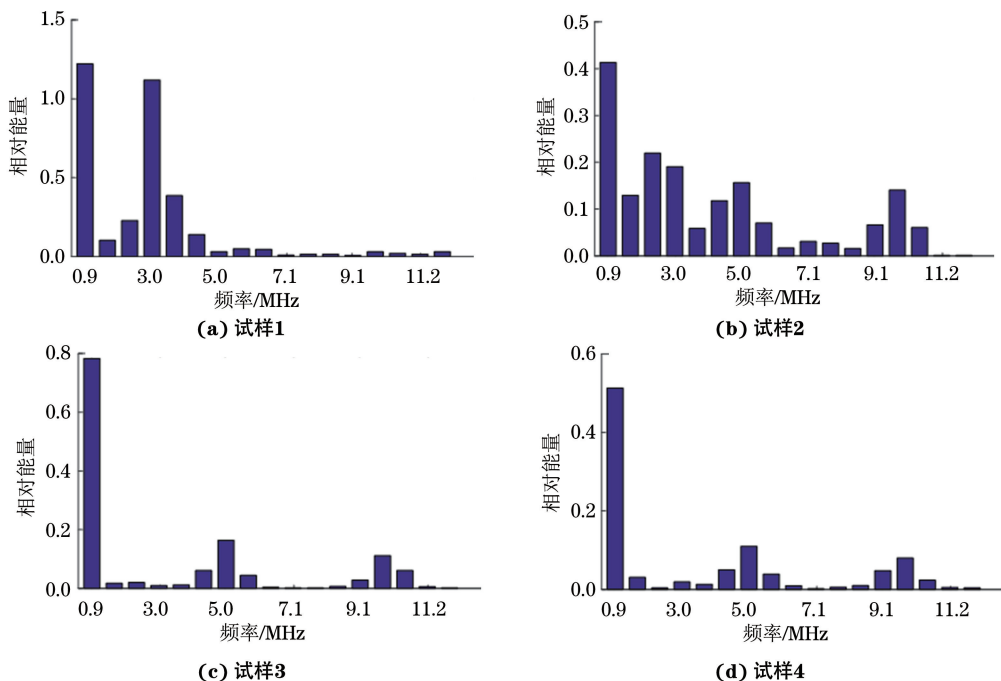


图4 由快速傅里叶变换得到不同试样的能量分布

Fig.4 Energy distribution of different samples by fast Fourier transform: (a) sample 1; (b) sample 2; (c) sample 3 and (d) sample 4

奥氏体晶界的不连续性是导致超声非线性效应的主要因素。随着奥氏体晶粒的长大,超声波传播路径上的晶界面积减小,超声波失真的累积效应减弱,相对二阶非线性系数减小。

根据超声相对二阶非线性系数随平均晶粒尺寸的变化曲线,可通过设定平均晶粒尺寸阈值的方法对奥氏体不锈钢的许可平均晶粒尺寸加以检测。例

如:试样5的平均晶粒尺寸为  $120.31 \mu\text{m}$ ,对应的相对二阶非线性系数为 0.207,如果以  $120.31 \mu\text{m}$  作为奥氏体不锈钢中晶粒的最大极限尺寸(阈值),则平均晶粒尺寸满足要求的奥氏体不锈钢的超声相对二阶非线性系数应大于 0.207。因此,可以利用非线性超声检测方法对奥氏体不锈钢的晶粒尺寸进行评估。

表 1 无裂纹缺陷试样的基波和二次谐波幅值  
Table 1 Fundamental wave and second harmonic amplitudes of samples without crack defects

| 试样   | 基波幅值/V | 二次谐波幅值/V |
|------|--------|----------|
| 试样 3 | 2.50   | 2.16     |
| 试样 4 | 3.96   | 3.75     |
| 试样 5 | 3.69   | 2.82     |
| 试样 6 | 3.79   | 2.83     |

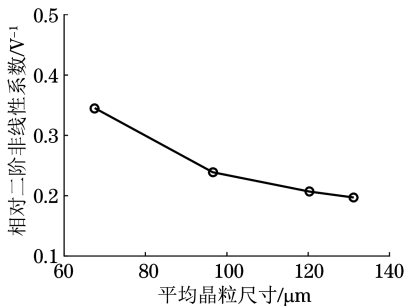


图 5 超声相对二阶非线性系数随平均晶粒尺寸的变化曲线

Fig.5 Curve of ultrasonic relative second-order nonlinear coefficient vs average grain size

4 结 论

(1) 采用超声波检测奥氏体不锈钢晶粒尺寸时,可通过快速傅里叶变换提取信号的特征能量,根据能量分布来排除缺陷信号的干扰;裂纹缺陷的存在导致低频段的能量分布差异显著,当在 1.6~4.4 MHz 频段的能量占比低于 1% 时,可认为奥氏体不锈钢中无裂纹缺陷存在。

(2) 超声相对二阶非线性系数随着奥氏体不锈钢平均晶粒尺寸的增大而减小,因此可利用相对二阶非线性系数来表征奥氏体不锈钢的晶粒尺寸;亦可通过设定平均晶粒尺寸阈值,根据该阈值对应的

相对二阶非线性系数,采用超声检测方法评定在役奥氏体不锈钢中的晶粒尺寸是否满足要求。

参考文献:

[1] 王宁,王娟,李亚江.奥氏体不锈钢应变强化研究现状[J].压力容器,2018,35(4):54-58.

[2] 徐肖.晶界设计与控制对 304 奥氏体不锈钢力学行为的影响[D].南京:南京理工大学,2013.

[3] LU K, YAN F K, WANG H T, et al. Strengthening austenitic steels by using nanotwinned austenitic grains[J]. Scripta Materialia, 2012, 66(11): 878-883.

[4] 张颜艳.奥氏体不锈钢组织超声无损评价研究[D].南昌:南昌航空大学,2010.

[5] 张路根,吴伟,欧阳小琴. 304 不锈钢晶粒散射特性的超声检测分析[J].无损检测,2010,32(2):99-102.

[6] 叶子义. 超声波检测技术在无缝钢管质量检测中的运用[J].工程技术研究, 2017(4):88-89.

[7] MARINO D, KIM J Y, RUIZ A, et al. Using nonlinear ultrasound to track microstructural changes due to thermal aging in modified 9%Cr ferritic martensitic steel[J]. NDT & E International, 2016, 79: 46-52.

[8] 胡丽莹,肖蓬.快速傅里叶变换在频谱分析中的应用[J].福建师范大学学报(自然科学版),2011,27(4):27-30.

[9] 黎敏,周通,王善超,等. 基于频谱能量的材料晶粒尺寸表征方法[J].材料工程,2015,43(12):69-74.

[10] 陈振华,肖峰,陆铭慧,等. 微小层片型缺陷的超声非线性区域检测技术[J]. 应用声学, 2019, 38(2): 200-207.

[11] YAN B S, WU B, ZENG X C, et al. FEM simulation and experimental study of fatigue damage measurement in magnesium using nonlinear ultrasonic [C] // 2010 International Conference on Mechanic Automation and Control Engineering. Wuhan:IEEE, 2010:11462261.

[12] 王丽梅.基于谐波和波束混叠理论的非线性超声检测技术研究[D].太原:中北大学,2016.

2020 年《材料保护》征订启事

《材料保护》为中文核心期刊,中国科技核心期刊,中文核心学术期刊,中国科学引文数据库核心期刊,中国期刊精品数据库入选期刊,被 CSA、Corr A、CA、MA、STTA、AJ、科技引文速报等国际著名检索刊物收录。

本刊创刊于 1960 年,月刊,国内外公开发行,每月 15 日出版,由武汉材料保护研究所、中国腐蚀与防护学会、中国表面工程协会共同主办。

本刊为中国材料表面处理行业权威性应用技术期刊,主要报道电镀与化学镀、阳极(微弧)氧化与化学转化、热浸镀、涂料与涂装、腐蚀与防护、热喷涂与喷焊、防锈与润滑、新型薄膜技术、摩擦与磨损等表面工程领域的最新科研成果、工艺研

究、实用技术、检测分析、材料失效分析以及行业动态信息等。

2020 年期刊订阅即将开始:

国内新老用户请到当地邮政局(所)订阅,国内邮发代号 38-30;国外订阅者请到中国国际图书贸易总公司订阅,国外邮发代号 M4164,或至本刊订阅。

地 址:武汉市汉口宝丰二路 126 号(430030)

定 价:25 元/册,全年 300 元(含邮资)

联系电话:027-83641679 传真:027-83638752

发行人员:王 宇

http://www.mat-pro.com

E-mail:bjb@mat-pro.com