

基于复膜金相法的不锈钢构件组织状态无损识别研究

廖巍¹, 李腾飞¹, 郭彦兵², 张旺²

(1. 国网上海市电力公司电力科学研究院, 上海 200437; 2. 上海电机学院 机械学院, 上海 201306)

摘要: **目的** 研究在不破坏电力工业用不锈钢构件的前提下应用复膜金相法对其组织状态进行无损识别。**方法** 提出了一种基于复膜金相法的电力工业用不锈钢构件组织状态无损识别方法。使用便携式磨抛设备现场处理不锈钢构件表面, 然后在构件的抛光表面用树脂模具构造原位电解池; 注入饱和草酸溶液后, 通过便携式直流电源对构件进行腐蚀, 清洗吹干后, 在腐蚀后的表面通过AC膜制备复膜金相, 然后将复膜放置到显微镜下进行显微组织观察。**结果** 试验结果表明, 铸态不锈钢中的组织为原始凝固状态, 晶内存在明显的二次枝晶臂形态, 而锻态不锈钢为多边形等轴晶组织, 且晶内存在大量的孪晶组织。SEM、EDS 能谱分析和维氏硬度分析结果表明, 铸态不锈钢组织在枝晶间存在明显的Mn、Cr元素偏析, 枝晶间凝固偏析会造成枝晶内部和枝晶间性能不均匀; 锻态不锈钢平均硬度为202.9HV, 高于铸态不锈钢的平均硬度(174.3HV), 且锻态不锈钢的硬度分布更均匀。不锈钢构件组织和性能的均匀性会影响其服役性能。**结论** 提出的基于复膜金相法的电力不锈钢构件组织状态无损识别方法可以为电力工业提供一种安全、高效的构件检测手段。通过复膜金相法可以对电网设备中的不锈钢构件进行无损鉴定。

关键词: 复膜金相; 不锈钢; 铸锻态; 无损识别

DOI: 10.3969/j.issn.1674-6457.2023.05.016

中图分类号: TG142.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-6457(2023)05-0131-08

Nondestructive Identification and Research of Stainless Steel Component Microstructures Based on Replica Metallography Method

LIAO Wei¹, LI Teng-fei¹, GUO Yan-bing², ZHANG Wang²

(1. State Grid Shanghai Electric Power Research Institute, Shanghai 200437, China;

2. School of Mechanical Engineering, Shanghai Dianji University, Shanghai 201306, China)

ABSTRACT: The work aims to study how to achieve non-destructive identification of stainless steel components in the power industry without damaging their structure. A non-destructive identification method for organization status of stainless steel components in the power industry based on the metallurgical replication method was proposed. A portable grinding and polish-

收稿日期: 2023-03-17

Received: 2023-03-17

基金项目: 国网上海市电力公司科技项目(52094022003S)

Fund: Technology Projects of State Grid Shanghai Municipal Electric Power Company (52094022003S)

作者简介: 廖巍(1988—), 男, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为电网设备材料类故障分析及技术监督。

Biography: LIAO Wei(1988-), Male, Master, Senior engineer, Research focus: fault analysis and technical supervision of power grid equipment materials.

引文格式: 廖巍, 李腾飞, 郭彦兵, 等. 基于复膜金相法的不锈钢构件组织状态无损识别研究[J]. 精密成形工程, 2023, 15(5): 131-138.

LIAO Wei, LI Teng-fei, GUO Yan-bing, et al. Nondestructive Identification and Research of Stainless Steel Component Microstructures Based on Replica Metallography Method[J]. Journal of Netshape Forming Engineering, 2023, 15(5): 131-138.

ing device was used to process the surface of stainless steel components on site, and then an in-situ electrolytic cell was constructed on the polished surface of the component with a resin mold. After injecting a saturated oxalic acid solution, corrosion was carried out with a portable direct current power source, and then a replica metallography was prepared from the cleaned and dried corroded surface with an AC film. The replica was then removed and placed under a microscope to observe the microstructure. Experimental results showed that the cast stainless steel was in its original solidification state, and there was an obvious secondary dendrite arm morphology inside the crystal. Meanwhile, SEM, EDS spectrum analysis, and Vickers hardness analysis showed that there was obvious Mn and Cr element segregation between dendrites in cast stainless steel, and the solidification segregation between dendrites could cause uneven performance inside and between dendrites. The average hardness of forged stainless steel was 202.9HV, higher than the 174.3HV of cast stainless steel, and the hardness distribution of forged stainless steel was more uniform. Therefore, the uniformity of the structure and performance of stainless steel components affected their service performance. The proposed non-destructive identification method based on metallurgical replication for stainless steel components in the power industry can provide a safe and efficient component detection method for the power industry. Through the metallurgical replication method, stainless steel components in the power grid equipment can be identified non-destructively.

KEY WORDS: metallurgical replication; stainless steel; cast and forged stage; nondestructive identification

随着电力工业的快速发展,不锈钢作为电网设备部件的关键材料有着广泛的应用^[1-2]。在电力系统中,许多不锈钢部件承受着动态交变载荷,材料的组织和性能对其使用寿命具有至关重要的影响。同时,电网设备的金属材料状态直接关系到设备的安全性和可靠性^[3-4]。

目前现有不锈钢部件的铸锻工艺识别需要进行现场破坏性取样和制样,无法实现无损检测,检测周期长,且不能覆盖全部设备。虽然现有的无损检测方法(如光谱材质检测和硬度检测)快速方便,但无法对金属部件的微观组织状态进行检测,也无法判断部件是铸造成形还是锻造成形^[5-6]。复膜金相技术是一种无损检测方法,用于检测金属材料的组织结构状态和缺陷^[7]。该技术是一种通过将预制的复型材料与金相试样贴合的方法取得部件金属微观组织形貌的复型技术^[8-9],可以在不破坏产品的情况下检测金属微观组织形貌并分析缺陷^[10-14]。近年来,研究人员一直在探索新的复膜金相材料,并结合其他技术和方法提升复膜与材料的贴合度、分辨率和制备速度,以提高金相复膜样品的质量和可靠性,进一步拓展该技术的应用领域。Guo^[15]使用低黏度、高分辨率的复膜材料来提高复膜金相精度。Hong等^[16]尝试应用先进的图像处理和分析技术来提高微观结构检测的效率和可靠性。Shejale等^[17]和Chi等^[18]尝试将金相复膜技术与其他无损检测技术(如超声波检测或涡流检测)相结合,以增强整体检测过程的可靠性,并对服役零件状况进行了更全面的评估。因此,复膜金相技术在部件剩余寿命分析和预测方面的应用越来越广泛^[19-20]。然而,针对不锈钢复膜金相衬度较差的问题,目前尚未出现成熟的方法^[21-22]。

本文提出了一种采用便携式直流电源进行现场电解腐蚀制备复膜金相的方法,用于现场制备和采集电网设备不锈钢构件表面的高衬度金相复膜样品。同

时,结合SEM扫描电镜、EDS能谱仪和维氏硬度计,验证了复膜金相法判断不锈钢金属构件组织状态的准确性。该方法的实施将有助于准确识别和判断不锈钢部件的使用状态,判断和预测潜在事故,从而避免出现重大电力安全事故,维持电网系统的安全运行。

1 试验

1.1 材料

选择电力行业中常用的HGIS隔离开关不锈钢连杆为研究对象,如图1所示。试样分为2组,第1组取自现场服役的HGIS隔离开关连杆构件,第2组取自同批次的备用件,用于进行其他试验验证。第1组试样包括试样1-1和试样1-2,其中试样1-1取自断裂的HGIS隔离开关连杆构件,试样1-2取自正常工作的HGIS隔离开关连杆构件。第2组试样包括试样2-1和试样2-2,分别对应试样1-1和1-2的备用件。通过直读光谱仪测定2组试样的化学成分,如表1所示,可以发现,2组试样均为304奥氏体不锈钢。

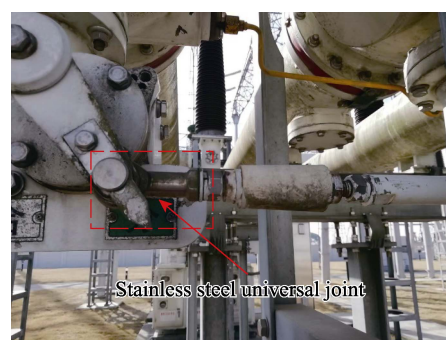


图1 HGIS 隔离开关不锈钢连杆
Fig.1 Stainless steel connecting rod of HGIS disconnecting switch

表 1 试样的化学成分
Tab.1 Chemical composition of samples wt.%

Sample	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Bal.
1	0.092	16.47	1.42	73.55	0.282	7.50	0.686
2	0.127	18.23	1.21	71.68	0.339	8.19	0.224

1.2 方法

试验方法与流程如图 2 所示。首先,选择不锈钢构件并确定一个尺寸为 5 mm×10 mm 的检测区域;其次,使用 320、800、1500、3000、5000 和 7000 目砂纸依次对选定的检测区域进行打磨;再次,利用手持式抛光设备和 0.5 μm 金金刚石悬浮抛光液对检测区域进行精细抛光,直至表面达到镜面效果,待检测区域抛光完成后,先后用丙酮和酒精进行清洗,并用电吹风吹干;从次,在检测区域上放置矩形模具,并用环氧树脂胶密封四周;最后,向模具内注入饱和草酸溶液,利用直流电源(电解电流为 0.5 A、电压为 10 V)对抛光区域进行电解腐蚀。电解腐蚀结束后,将丙酮滴在金相表面,然后覆盖上金相复膜纸(AC 膜)。静置 4~6 min 后,使用双面胶将复膜金相粘贴到载玻片上。接下来,将复膜纸置于便携式金相显微镜下观察并拍摄,以获取金相组织。复膜金相参照 ASTM-E1352-01 (2012) 标准进行制备^[23]。同样采取电解腐蚀方法制备第 2 组样品的金相,并将检测区域划分为 25(5×5)个区域,每个区域的尺寸为 6.4 mm×3.2 mm。对这 25 个区域的中心点进行 EDS 点扫描、线扫描和面扫描分析,以得到元素分布情况。最后,使用维氏硬度计对这 25 个区域的中心点进行硬度测试。

2 结果和分析

2.1 金相组织

试样复膜样品的显微结构如图 3 所示。由图 3a 可知,试样 1-1 复膜样品的组织主要由原始凝固态的奥氏体晶粒构成,并在晶内可见树枝晶生长留下的枝晶间形貌^[24]。从图 3b 观察到试样 1-1 复膜样品在铸造凝固过程中的二次枝晶臂形貌,判断其为铸态不锈钢。在凝固过程中,奥氏体不锈钢枝晶内部和枝晶间的温度、成分、结构等不同,导致枝晶间区域和枝晶内部的腐蚀状况有所差异^[25-26]。在电解腐蚀过程中,枝晶间区域的电解腐蚀速度通常较枝晶内部的电解腐蚀速度快,这是因为枝晶间具有较高的位错密度和界面能,容易形成局部电化学腐蚀,而枝晶内部由于晶粒结构更为均匀、缺陷较少,腐蚀速度相对较慢。由图 3c 可知,在试样 1-2 复膜样品的组织中,晶界相对平直,晶粒呈多边形的等轴晶,晶粒内部存在大量的直线状孪晶组织,因此推断该不锈钢构件经历了锻造和后续的热处理过程,判断其为锻态不锈钢^[27]。由图 3d 可知,在试样 1-2 复膜样品的高倍组织中,孪晶组织清晰可见,并且部分晶粒内部还存在亚晶粒。

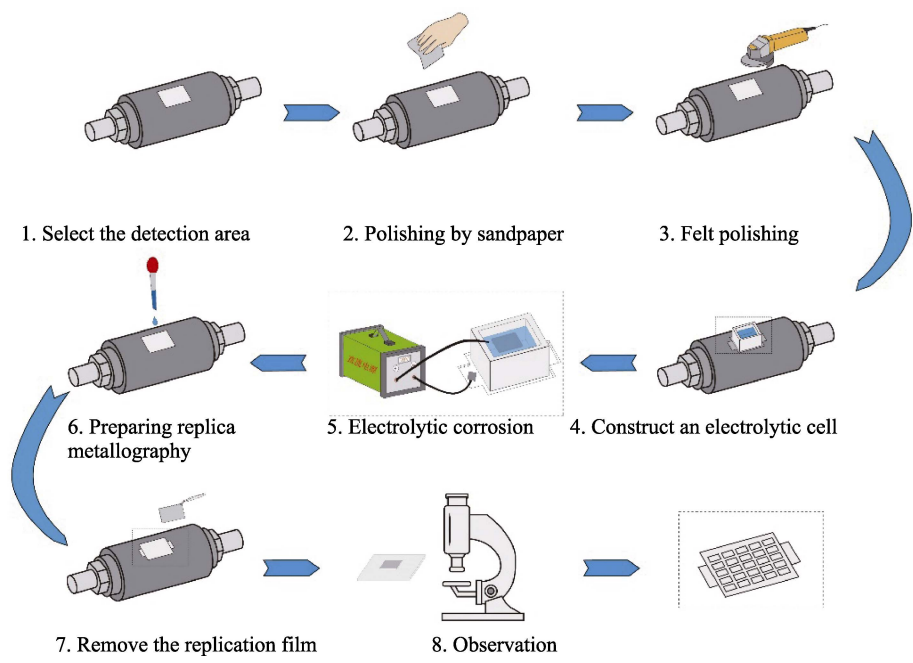


图 2 试验方法与流程
Fig.2 Experimental method and process

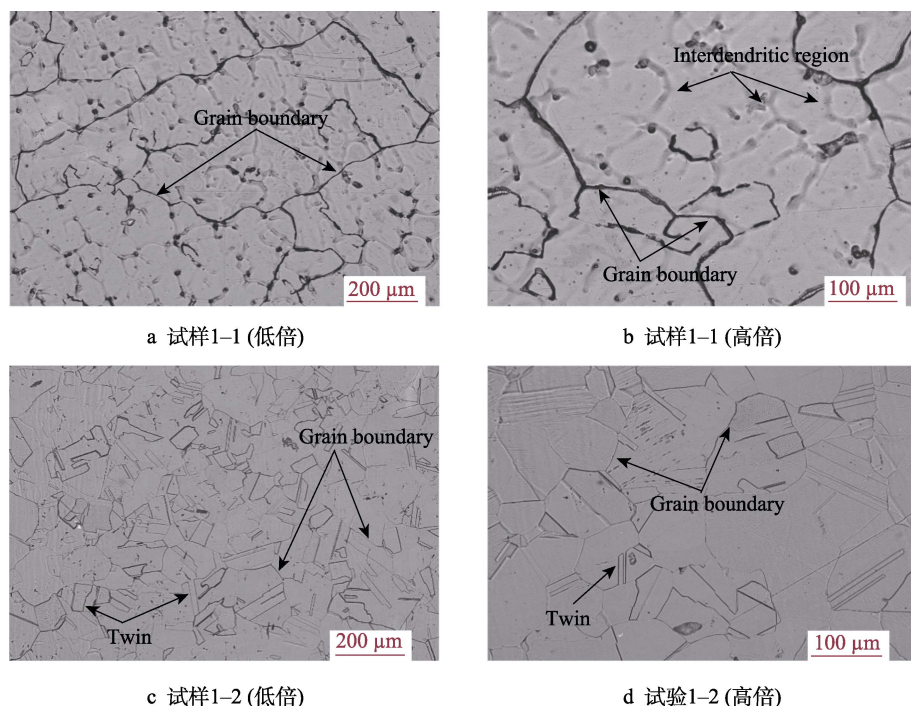


图 3 试样复膜样品的显微结构

Fig.3 Microstructure of replica sample: a) sample 1-1 (low magnification); b) sample 1-1 (high magnification); c) sample 1-2 (low magnification); d) sample 1-2 (high magnification)

为进一步验证金相复膜技术在区分铸锻态方面的准确性,对第 2 组样品进行常规金相制备,并使用场发射扫描电子显微镜进行组织形貌观察,结果如图 4 所示。由图 4a 和图 4b 可知,其组织与复膜金相观察到的铸态样品组织一致,晶粒尺寸差异较大且晶粒内部存在明显的二次枝晶臂形态,枝晶间区域的局部腐蚀呈现小坑形貌,进一步证实了该批次样品为铸态不锈钢。

由图 4c 和图 4d 可知,在试样 2-2 的组织中,晶粒呈规则多边形等轴晶形态,且在晶粒内部可见孪晶组织。孪晶组织通常出现在经过轧制的奥氏体不锈钢中。对比复膜金相法、常规金相制备法得到的组织形态,二者的微观组织具有相似特点。复膜金相细节清晰、反差适中且衬度较高,准确地反映了工件表面的显微组织。因此,确认第 2 组金相组织为锻态组织。

2.2 硬度分布与均匀性

试样 2-1 和试样 2-2 的维氏硬度分布云图如图 5 所示。试样 2-1 具有明显的高硬度区和低硬度区,硬度范围为 140HV~202HV,平均硬度为 174.3HV,硬度差异较大,偏差在 $\pm 19.7\%$ 之间。相比之下,试样 2-2 的硬度分布较为均匀,范围为 173HV~227HV,平均硬度为 202.9HV,偏差在 $\pm 10.4\%$ 之间。

铸态组织的硬度分布偏差较大,且平均硬度低于锻态组织的平均硬度。这主要是因为铸态组织

凝固过程中,枝晶内部和枝晶间区域的凝固顺序不同,形成了组织形态差异,从而导致了硬度的不均匀性。而试样 2-2 具有较小且均匀分布的晶粒和大量孪晶组织,因此其硬度分布更均匀且硬度平均值更高。

2.3 合金元素分布与均匀性

为验证复膜金相法和区域矩阵硬度分布均匀性方法判断不锈钢构件组织状态的准确性,对 2 组验证样品的 5×5 矩阵区域的元素分布情况进行能谱仪分析。通过利用电子探针的高精度点扫描,获得了更准确的元素分布结果,如图 6 所示。可知,在试样 2-1 中,Si、Mn、Cr 元素存在明显的偏析现象,而 Ni 元素分布较为均匀;在试样 2-2 中,Mn、Cr、Ni 元素分布均匀,只有 Si 元素发生轻微偏析。铸态组织中的元素偏析是造成硬度差异的一个原因。

为深入探究元素偏析区域,对铸态组织的枝晶间区域和锻态组织的晶界区域进行线扫描分析,结果如图 7 所示。可知,在试样 2-1 中,穿越枝晶间区域的 Cr、Ni、Mn 元素存在正偏析现象,而靠近枝晶间区域的元素出现负偏析现象。元素偏析特别是 Cr 元素的偏析可能导致组织均匀性和抗腐蚀能力降低,从而减弱抗应力腐蚀敏感性。相比之下,在试样 2-2 中,Cr、Ni、Mn 元素分布曲线较平缓,说明各种合金元素在穿越晶粒内部区域的分布较为均匀,没有明显的合金元素偏析现象。

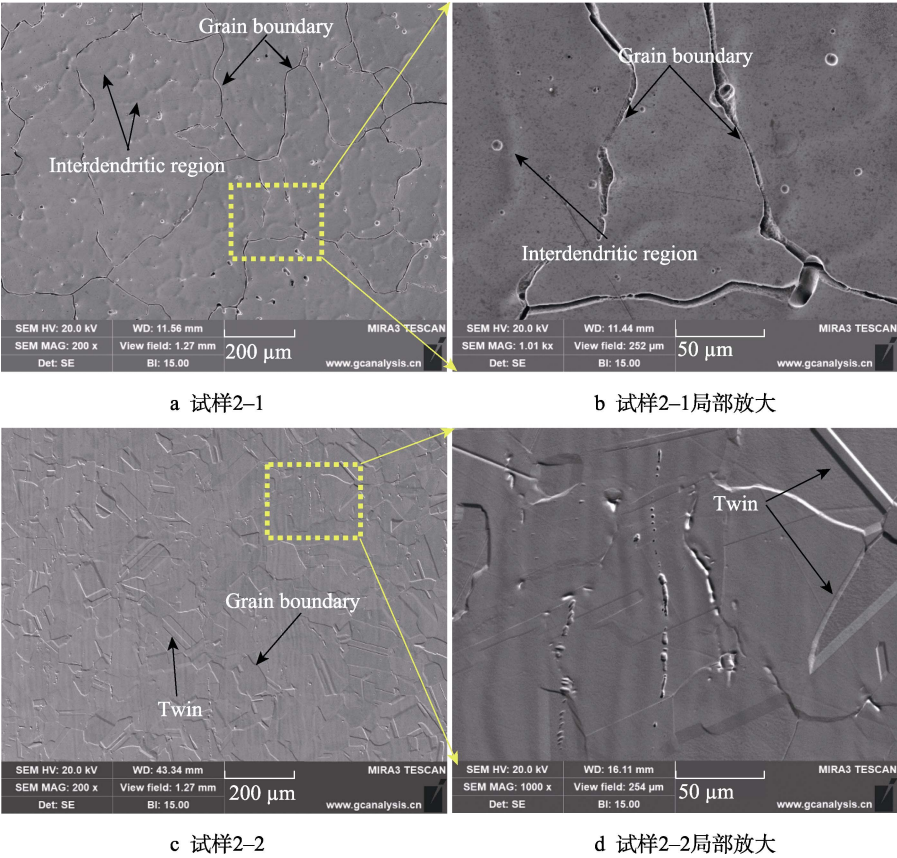


图 4 第 2 组样品的扫描电镜组织形貌

Fig.4 SEM images of the second group of samples: a) sample 2-1; b) locally enlarged view of sample 2-1; c) sample 2-2; d) locally enlarged view of sample 2-2

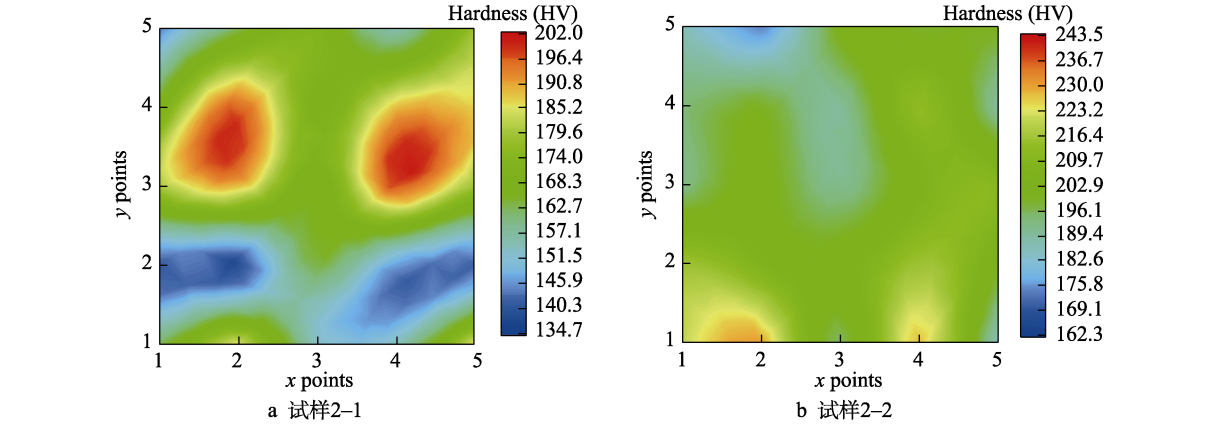
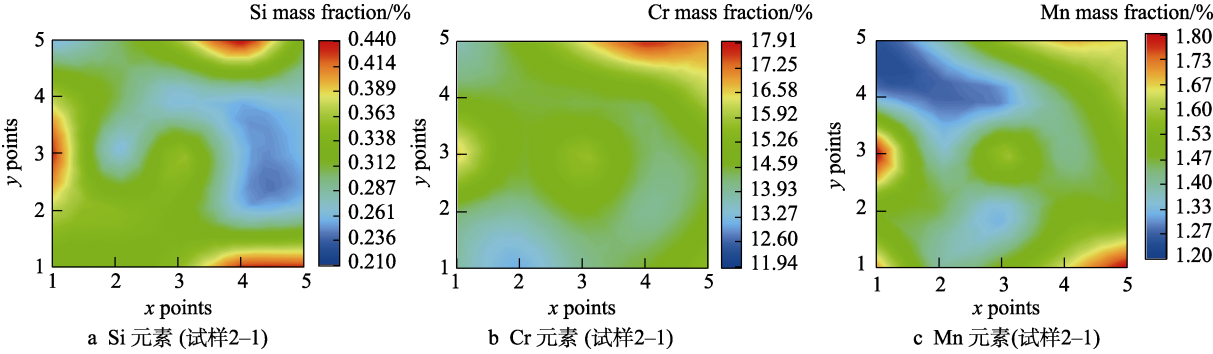


图 5 维氏硬度分布云图

Fig.5 Pattern of Vicker hardness distribution: a) sample 2-1; b) sample 2-2



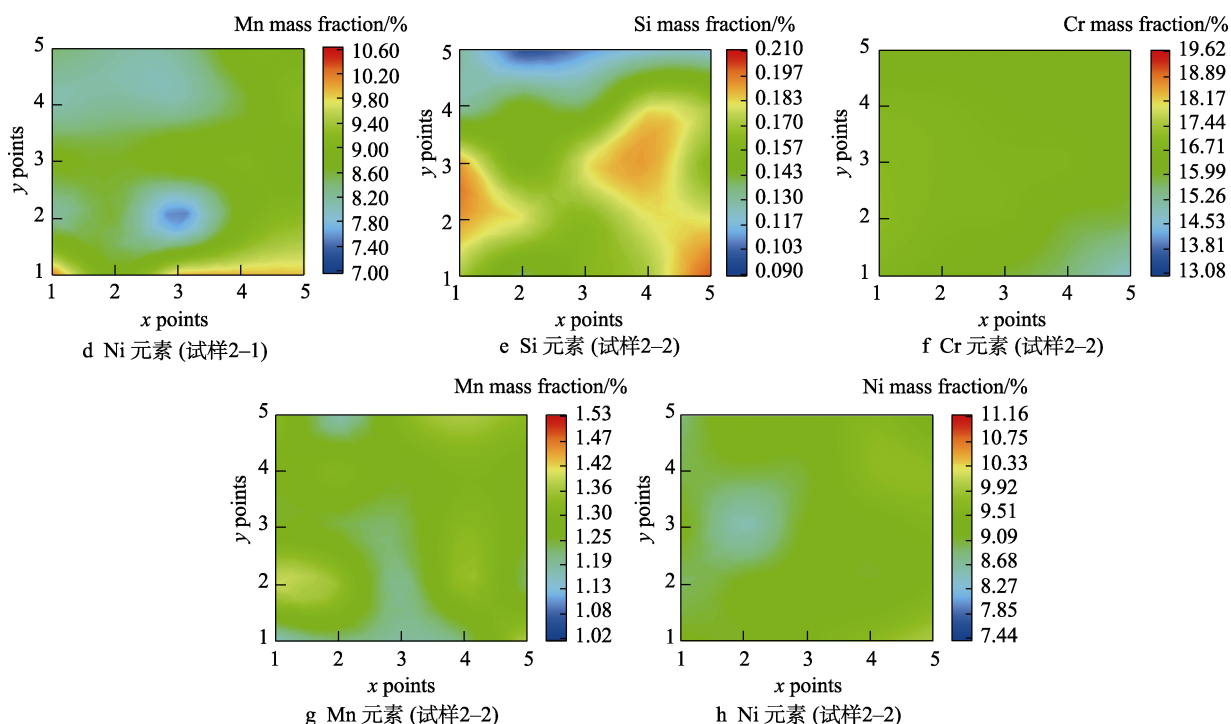


图6 元素测试云图

Fig.6 Element test pattern: a) Si element (sample 2-1); b) Cr element (sample 2-1); c) Mn element (sample 2-1); d) Ni element (sample 2-1); e) Si element (sample 2-2); f) Cr element (sample 2-2); g) Mn element (sample 2-2); h) Ni element (sample 2-2)

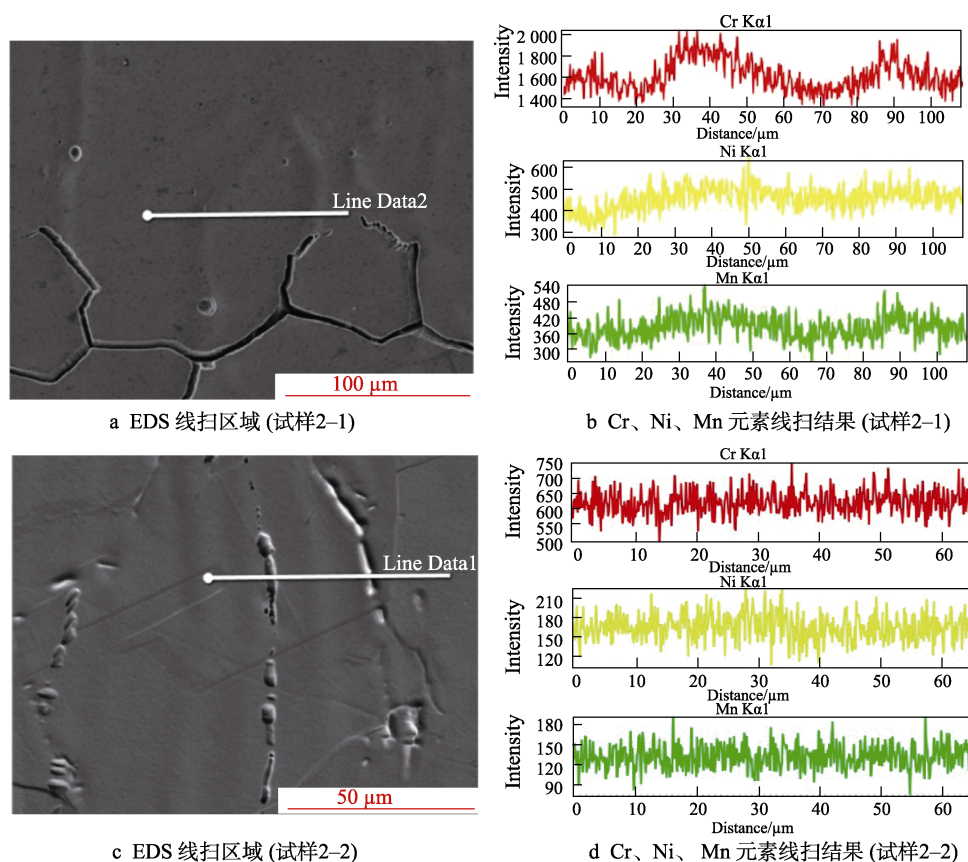


图7 试样 EDS 线扫分析结果

Fig.7 EDS line scan analysis of samples: a) EDS line scan area (sample 2-1); b) Cr, Ni, Mn element line scan results (sample 2-1); c) EDS line scan area (sample 2-2); d) Cr, Ni, Mn element line scan results (sample 2-2)

3 结论

为了给现场服役的不锈钢构件提供一种准确且方便的无损铸锻态识别方法,通过电解腐蚀和复膜金相制备结合电子显微镜和能谱分析的方法,得出以下结论。

1) 采用便携式直流电源电解腐蚀结合复膜金相法制备了复膜金相。这些复膜金相在便携式显微镜下具有高对比度和清晰的组织细节。铸态不锈钢构件的组织晶界呈弯曲状,且具有明显的枝晶组织形态特征;锻态构件的组织为多边形等轴晶,晶内含有大量孪晶组织。这些组织的形态差异为不锈钢构件铸态和锻态的判断提供了依据。

2) 采用显微硬度计进行了现场服役构件的测试面矩阵硬度分析。结果显示,锻态不锈钢的平均硬度为202.9HV,高于铸态不锈钢的平均硬度(174.3HV),并且锻态不锈钢的硬度分布更为均匀。

3) 通过对同批次验证样品进行EDS能谱分析,发现铸态件中的元素分布存在明显的因凝固造成的元素偏析,且元素线扫描分析结果显示这种偏析主要存在于枝晶间区域。相比之下,锻态组织中没有明显的元素偏析现象。

参考文献:

- [1] 谢喆. 电网设备金属材料监督与检测分析[J]. 设备管理与维修, 2020, 464(2): 148-150.
XIE Zhe. Supervision and Testing Analysis of Metal Materials for Power Grid Equipment[J]. Plant Maintenance Engineering, 2020, 464(2): 148-150.
- [2] 樊平成, 李军, 李龙, 等. 电网设备金属部件的腐蚀与防护[J]. 黑龙江电力, 2021, 43(4): 307-311.
FAN Ping-cheng, LI Jun, LI Long, et al. Corrosion and Protection of Metal Components for Power Grid Equipment[J]. Heilongjiang Electric Power, 2021, 43(4): 307-311.
- [3] 姚思宇, 黄瑶. 岳阳地区电网设备金属失效分析及防治应对[J]. 大众用电, 2021, 36(4): 52-54.
YAO Si-yu, HUANG Yao. Failure Analysis and Prevention of Metal in Power Grid Equipment in Yueyang Area[J]. Rural Electrician, 2021, 36(4): 52-54.
- [4] 徐家驹, 杨庆旭, 赵占辉, 等. 电网设备金属专项技术监督中的常见问题及其危害浅析[J]. 焊接技术, 2019, 48(S1): 120-123.
XU Jia-ju, YANG Qing-xu, ZHAO Zhan-hui, et al. Common Problems and Hazards Analysis in Special Technical Supervision of Metal for Power Grid Equipment[J]. Welding Technology, 2019, 48(S1): 120-123.
- [5] YANG Zhe, REN Zheng-yi, CHENG Yong-jun, et al. Review and Prospect on Portable Mass Spectrometer for Recent Applications[J]. Vacuum, 2022: 110889.
- [6] MUTHURAMALINGAM T, MOHAN B, JOTHILINGAM A. Effect of Tool Electrode Resolidification on Surface Hardness in Electrical Discharge Machining[J]. Materials and Manufacturing Processes, 2014, 29(11/12): 1374-1380.
- [7] SPEICHER M, SCHECK R. "Metallography to Go": Mobile Metallographic Examinations Directly on Components[J]. Practical Metallography, 2022, 59(8/9): 532-544.
- [8] ALMEIDA B B, CARDOSO A S M, GARCIA P P, et al. Nondestructive Microstructural Characterization of Austenitic-ferritic Stainless Steel Welded Joints by Double Loop Electrochemical Polarization Reactivation Portable Test[J]. Materials Research, 2022: 25.
- [9] RUSSEL D, MAIN B, BARTER S, et al. Acetate Replica Inspection for Aircraft Structural Integrity Management[C]// AIAC 2021: 19th Australian International Aerospace Congress: 19th Australian International Aerospace Congress, Engineers Australia, 2021: 265-270.
- [10] NEIDEL A, GADICKE T, GILLER M. Non-destructive Metallurgical Failure Investigation of Erroneously Heat Treated Hot Gas Path Component Using Replica Technique[J]. Practical Metallography, 2022, 59(4): 216-224.
- [11] NEIDEL A, GADICKE T, RJESENBECK S. Metallurgical Failure Investigation of Fractured Dog Bone Seal Retainer Ring Fillet Welds in the Turbine Exhaust Casing of a Heavy-duty Gas Turbine Engine[J]. Practical Metallography, 2021, 58(11): 715-724.
- [12] 陈浩, 王旭, 乔欣, 等. 220 kV 输电杆塔拉线棒腐蚀断裂原因分析[J]. 内蒙古电力技术, 2022, 40(4): 81-84.
CHEN Hao, WANG Xu, QIAO Xin, et al. Analysis of Corrosion and Fracture Causes of 220 kV Transmission Tower Stay Rod[J]. Inner Mongolia Electric Power Technology, 2022, 40(4): 81-84.
- [13] CHIKKAM A K, ZAMANZADEH M, PULAGAM S K, et al. Field Metallography and Replication on Liquefied Natural Gas Assets: Non-Destructive Metallurgical Testing to Complement other Regular Non-Destructive Tests[C]// CORROSION 2020, OnePetro, 2020.
- [14] MANWATKAR S K, SWATI KIRANMAYEE M, JHA A K, et al. Non Destructive Metallographic Technique Used in Indian Space Programme[C]// Materials Science Forum Trans Tech Publications Ltd., 2012, 710: 575-580.
- [15] GUO L J. Nanoimprint Lithography: Methods and Material Requirements[J]. Advanced Materials, 2007, 19(4): 495-513.
- [16] HONG Y, XIU S, SUN C, et al. Metallographic Method for Temperature Measurement: Reconstruction of Grinding Temperature Field Based on Critical Austenitizing Depth and Cyclic Feedback Algorithm[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2022, 310: 117770.
- [17] SHEJALE G, GARG R, SUBRAHMANYAM G V, et al.

- Condition Assessment Study of A-286 Alloy Gas Turbine Wheel[J]. Journal of Failure Analysis and Prevention, 2016, 16: 712-717.
- [18] CHI J H, PENG P C. Study of the Structural Safety Assessment of Steel Bridge Subjected in Post-fire[J]. Construction and Building Materials, 2020, 247: 118587.
- [19] PIVDIABLYK I, DI G Z, CHYE L K, et al. Residual Creep Life Assessment of High-Temperature Components in Power Industry[J]. Sensors, 2023, 23(4): 2163.
- [20] MUKHOPADHYAY C K, MULAVEESALA R. Advances in Non-destructive Evaluation[M]. Springer Singapore, 2021.
- [21] ZHAO Gui-feng, LI Jing-pu, ZHANG Meng, et al. Experimental Study on the Bearing Capacity and Fatigue Life of Lightning Rod Structure Joints in High-voltage Substation Structures[J]. Thin-Walled Structures, 2022, 175: 109282.
- [22] BONETTI R, MORRIS A, SHIPWAY P H, et al. Empirical Relationships between Hardness, Replica and Strain and Their Roles in Health Monitoring Based Life Assessment for Aged Power Plant Materials[J]. International Journal of Pressure Vessels and Piping, 2022, 199: 104735.
- [23] ASTM E1351-01(2012). Standard Practice for Production and Evaluation of Field Metallographic Replicas[S].
- [24] 喇培清, 马付良, 孟倩, 等. 不同 Al 质量分数的铸造 304 不锈钢组织和性能[J]. 兰州理工大学学报, 2016, 42(2): 1-8.
- LA Pei-qing, MA Fu-liang, MENG Qian, et al. Microstructure and Properties of Cast 304 Stainless Steel with Different Mass Fractions of Al[J]. Journal of Lanzhou University of Technology, 2016, 42(2): 1-8.
- [25] SHEN Fa-ming, TAO Wang, LI Li-qun, et al. Effect of Microstructure on the Corrosion Resistance of Coatings by Extreme High Speed Laser Cladding[J]. Applied Surface Science, 2020, 517: 146085.
- [26] MONRRABAL G, JIMÉNEZ J A, RESS J, et al. Corrosion Behaviour of Resistance-spot-welded High-Mn Austenitic TWIP Steel[J]. Corrosion Engineering, Science and Technology, 2021, 56(1): 50-59.
- [27] LI Ya-jie, MA Cheng-rui, QIN Feng-ming, et al. The Microstructure and Mechanical Properties of 316L Austenitic Stainless Steel Prepared by Forge and Laser Melting Deposition[J]. Materials Science and Engineering: A, 2023: 144820.

责任编辑：蒋红晨