

## Analiza możliwości oceny procesu pełzania stali X12CrMoWVNbN10-1-1 na podstawie szumu Barkhausena

Analysis of the possibility of evaluation  
of the creep process  
in the X12CrMoWVNbN10-1-1 steel  
using Barkhausen noise signals

### Streszczenie

Przeprowadzono pomiary polowego efektu Barkhausena oraz pętli histerezy na cylindrycznych próbkach stali X12CrMoWVNbN10-1-1 średnicy 4 i długości 15 mm. Analizowano zmiany wielkości ilościowo opisujących badane efekty pomiędzy próbkami w stanie dostawy i po pełzaniu. Szukano takich wielkości magnetycznych, dla których wpływ zmian własności mechanicznych i mikrostruktury, zachodzących wskutek procesu pełzania, jest najbardziej widoczny. Dla polowego efektu Barkhausena procesy pełzania stali X12CrMoWVNbN10-1-1 powodują wzrost maksymalnej amplitudy składowych widma FFT oraz wzrost energii szumu Barkhausena. Analizując pętlę histerezy, stwierdzono spadki pola koercji po procesie pełzania. Analiza falkowa pokazała, że sygnały dla próbek w stanie dostawy cechują się większą regularnością, niż sygnały dla próbek po pełzaniu. Proces pełzania powoduje pojawienie się impulsów o niższych częstotliwościach, które nie występują dla próbek w stanie dostawy. Stwierdzone zmiany parametrów magnetycznych są podstawą do prowadzenia dalszych badań wpływu procesów pełzania na ich zmiany. Końcowym celem tych badań jest określenie korelacji pomiędzy zmianami wartości parametrów magnetycznych a stopniem zaawansowania procesu pełzania.

**Słowa kluczowe:** stal X12CrMoWVNbN10-1-1, pełzanie, szum Barkhausena

### Abstract

The Barkhausen effect and the hysteresis loop were measured on 15 mm long cylindrical X12CrMoWVNbN10-1-1 steel specimens with a diameter of 4 mm. An analysis was conducted of the changes that describe the effects under analysis quantitatively. "New" specimens (in the as-delivered state) and post-creep specimens (destroyed due to creep) were compared. The aim was to find magnetic quantities for which the impact of creep-related changes in the mechanical properties and microstructure is the most visible. For the Barkhausen effect, the steel X12CrMoWVNbN10-1-1 creep processes result in a rise in the maximum value of the amplitude of the components of the FFT spectrum and the Barkhausen noise energy. Analyzing the hysteresis loop, drops in coercivity were found after the creep process was completed. The results of the wavelet analysis showed that the as-delivered state specimens signals are more regular than for post-creep specimens. Creep process causes the appearance of the low-frequency pulses which are not present in the as-delivered state specimens. The results of the testing are the basis for further research on the impact of creep processes on changes in magnetic properties. The ultimate object of the research is to determine the correlations between changes in values of magnetic parameters and the progress of creep.

**Keywords:** X12CrMoWVNbN10-1-1 steel, creep, Barkhausen noise

## Wstęp

Stal X12CrMoWVNbN10-1-1 jest nowoczesną stalą martenzytyczną z wysoką zawartością chromu, stosowaną jako materiał wałów wirników turbin bloków węglowych na parametry ultranadkrytyczne.

W typowych zastosowaniach podstawowym procesem utraty trwałości tej stali, obok obciążeń zmiennych, jest pełzanie. Wykorzystanie efektu Barkhausena w diagnostyce procesów zużycia jest przedmiotem wielu badań [1÷3]. Przeprowadzono m.in. badania mające na celu analizę możliwości wykorzystania polowego efektu Barkhausena do oceny stanu zaawansowania procesu pełzania próbek wykonanych ze stali X12CrMoWVNbN10-1-1.

Prezentowane wyniki badań obejmują skrajne stany tworzywa:

- stan dostawy (nowe tworzywo),
- stan po zniszczeniu próbki w wyniku próby pełzania.

Wystąpienie różnic w wynikach analizy wielkości ilościowo opisujących szum Barkhausena dla stanów skrajnych tworzywa będzie podstawą do opracowania szerszego programu badań wpływu procesu pełzania na polowy efekt Barkhausena.

## Szczegóły badań

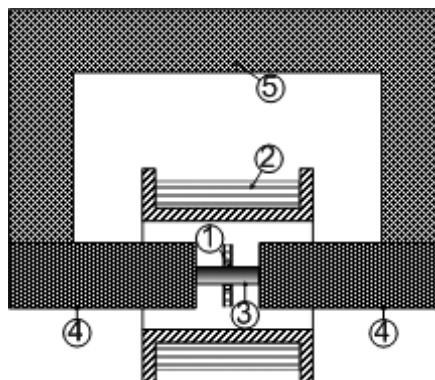
Badania prowadzono na próbkach stali w kształcie walca o wysokości 15 i średnicy 4 mm. Zbadano 3 próbki w stanie dostawy (oznaczenie: N1, N2, N3) oraz trzy próbki po próbach pełzania (oznaczenie: P1, P2, P3). Próby pełzania zostały wykonane przy stałym naprężeniu 120 MPa, różnych temperaturach: próbka P1 – 660 °C, próbka P2 – 680 °C, próbka P3 – 700 °C.

Pomiary wykonywano przy użyciu systemu pomiaru, analizy i rejestracji impulsów napięciowych natężenia

**Tablica I.** Konfiguracje podstawowych parametrów pomiarów  
**Table I.** Basic configurations of the measurement parameters

Podstawowe parametry pomiarów	Konfiguracja C1	Konfiguracja C2
Częstotliwość próbkowania $f_p$ , kHz	800	800
Liczba punktów pomiarowych, tys.	394	158
Amplituda prądu magnesującego, A	2	2
Szybkość zmian prądu magnesowania, A/s	16,3	40,9
Maks. wartość napięcia dyskryminacji, V	10	10
Wzmocnienie przedwzmacniacza	10-krotne	100-krotne
Wzmocnienie wzmacniacza głównego, dB	20	35

Barkhausena MEB-4C firmy Mag-Lab s.c. Schemat stanowiska badawczego przedstawiono na rysunku 1. Pomiary prowadzono dla dwóch konfiguracji ustawień urządzenia pomiarowego – szczegółowe informacje zawarto w tablicy I.



**Rys. 1.** Schemat stanowiska badawczego: 1 – cewka pomiarowa, 2 – cewka magnesująca, 3 – badana próbka, 4 – rdzeń kształtkowy I, 5 – rdzeń kształtkowy C

**Fig. 1.** Diagram of the testing rig: 1 – measuring coil, 2 – magnetizing coil, 3 – tested specimen, 4 – I-shaped core, 5 – C-shaped core

## Wpływ procesu pełzania na zmiany mikrostruktury

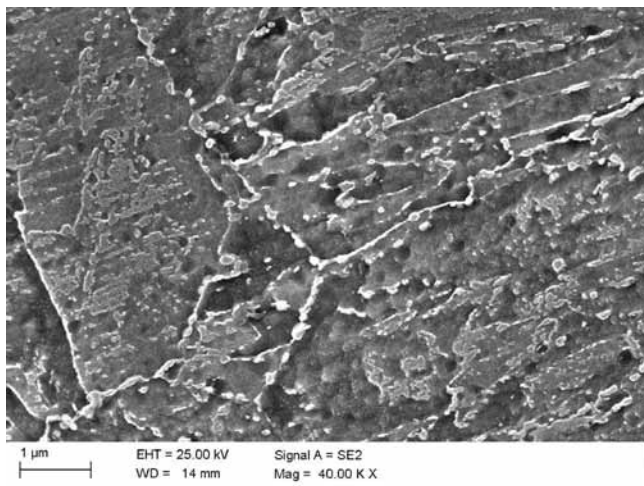
Badana stal w stanie dostawy ma strukturę martenzytu wysokoodpuszczonego z wydzieleniami węglików wewnątrz bloków (subziarn) oraz na ich granicach z niewielką ilością tlenkowych wtrąceń niemetalicznych (rys. 2). Badania składu chemicznego wydzieliń wskazują, że węgliki charakteryzują się różną zawartością węgla oraz wzajemnie rozpuszczonych pierwiastków wynikającą ze składu chemicznego stali, co wskazuje, że są to prawdopodobnie węgliki  $M_{23}C_6$  (gdzie M: Cr, Fe, Mo, W, V) oraz węgliki MC (gdzie M: W, V, Nb), lub MX (gdzie X: C, N), co potwierdzają dane literaturowe [4,5].

Dla próbki po pełzaniu w temperaturze 660 °C (P1) stwierdzono występowanie struktury martenzytu wysokoodpuszczonego i niewielkiej liczby wtrąceń niemetalicznych, głównie tlenkowych. W strukturze stali ujawniono niewielkie pory pełzaniowe oraz pustki o nieregularnym rozmieszczeniu. Nie stwierdzono znaczących zmian morfologii struktury martenzytu wysokoodpuszczonego w porównaniu ze stanem dostarczenia z wyjątkiem dodatkowego procesu wydzieleniowego drobnych faz bogatych w W (ok. 15%) i Mo (ok. 14%) odpowiadających składowi fazy Lavesa  $(Fe,Cr)_2(W,Mo)$ . Faza Lavesa w przeważającym udziale wydzieliła się na granic ziaren i bloków, lokalnie jedynie wewnątrz bloków martenzytu odpuszczonego. Faza ta wydzieliła się niezależnie na granicach, lub jest bezpośrednio przyległa i związana z węglikiem  $M_{23}C_6$ , na którym zarodkuje.

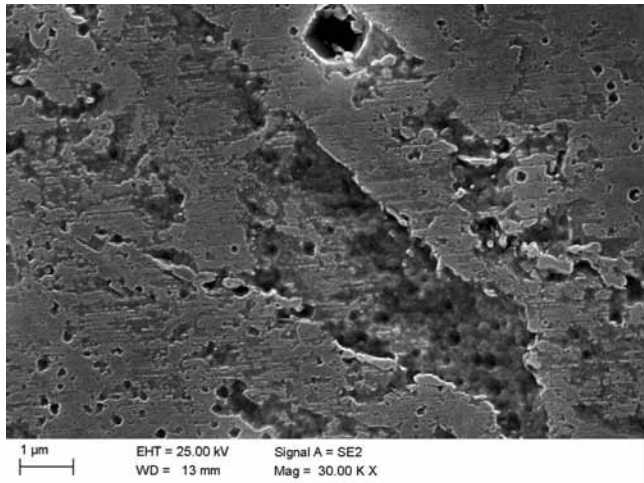
Dla badanych stanów próbek po pełzaniu w temperaturze 680 °C (P2) i 700 °C (P3) (rys. 3) stwierdzono występowanie struktury martenzytu wysokoodpuszczonego

z wydzieleniami węglików o składach chemicznych odpowiadających  $M_{23}C_6$  oraz MC a także obecność porów i pustek pełzaniowych. Proces wygrzewania w tych temperaturach spowodował dość słabo zauważalną koagulację węglików wewnątrz bloków oraz tworzenie bardziej ciągłej siatki wydzielen na granicach. Stwierdzono również pojawienie się węglików o większych rozmiarach w wyniku ich częściowego rozrostu.

W porównaniu z próbką po pełzaniu w 680 °C (P2), próbka po pełzaniu w 700 °C (P3) wykazuje bardziej zaawansowany proces koagulacji węglików, gdzie również węgliki na granicach bloków (subziarn) uległy wyrażnej koagulacji.



Rys. 2. Struktura stali w stanie dostawy  
Fig. 2. Structure of specimen made of as-delivered state material



Rys. 3. Struktura próbki P3 zerwanej po pełzaniu  
Fig. 3. Structure of the post-creep P3 specimen

## Wpływ procesu pełzania na zmiany mikrostruktury

W celu określenia możliwości oceny stanu zaawansowania procesu pełzania dokonano analizy:

- obwiedni szumu Barkhausena,
- liczby zliczeń impulsów szumu Barkhausena,
- widma szumu Barkhausena z wykorzystaniem FFT,
- energii szumu Barkhausena,

– punktów charakterystycznych pętli histerezy magnetycznej,

– analizy falkowej szumu Barkhausena.

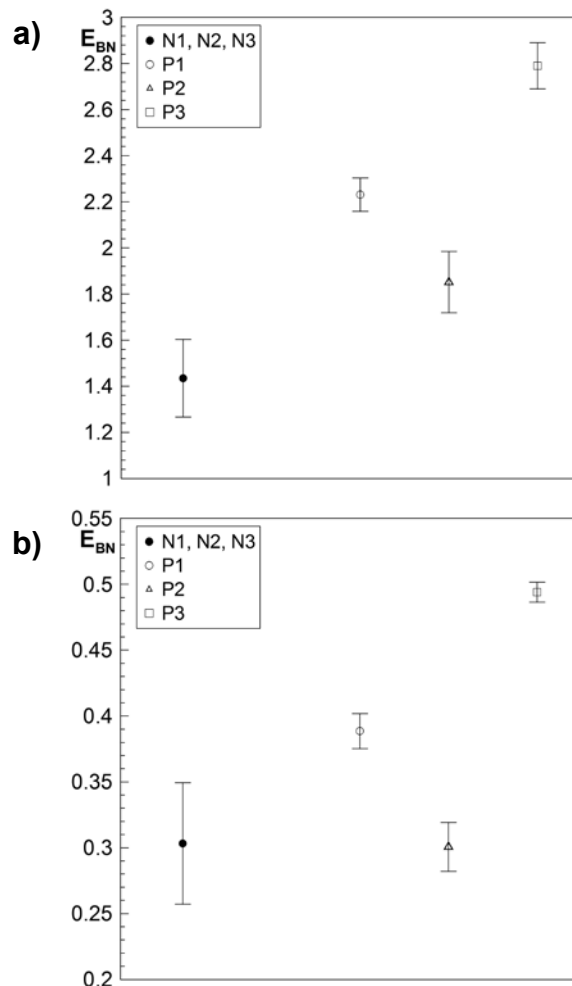
W pracy przedstawiono wyniki analizy tych wielkości, które wykazały największą różnicę pomiędzy skrajnymi stanami.

### Analiza zmian energii szumu Barkhausena

Energia szumu Barkhausena, zwana również jego intensywnością, jest zdefiniowana jako całka po czasie kwadratu napięcia impulsów  $V_i$  i jest parametrem opisującym jedną wartością rozkład i napięcie impulsów w czasie jednego cyklu przemagnesowania T.

$$E_{BN} = \int_T V_i^2 dt$$

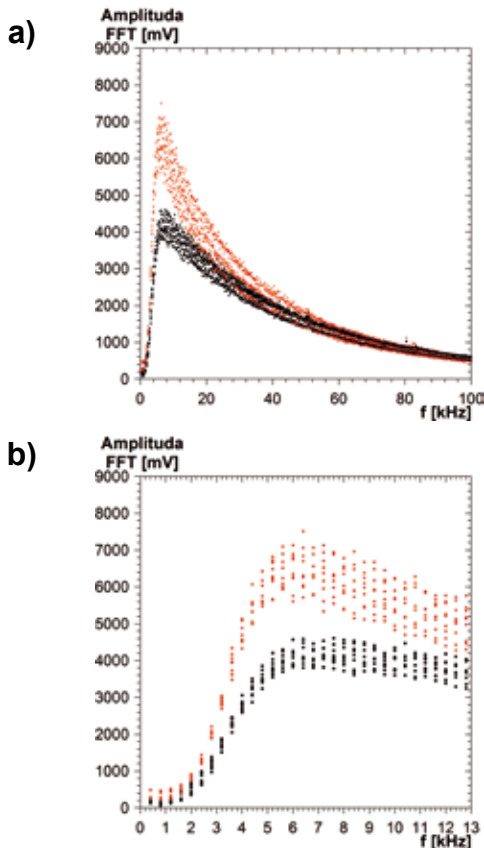
Wyznaczone wartości energii szumu Barkhausena pokazano na rysunku 4a – dla konfiguracji C1 i na rysunku 4b dla konfiguracji C2. Różnice wartości energii występują dla konfiguracji C1. W przypadku konfiguracji C2 wyraźną różnicę widać tylko dla próbki P3.



Rys. 4. Wartości energii szumu Barkhausena  $E_{BN}$  próbek z materiału w stanie dostawy i po pełzaniu: a) konfiguracja C1, b) konfiguracja C2  
Fig. 4. Values of the Barkhausen noise energy  $E_{BN}$  of specimens made of as-delivered and post-creep state material: configuration C1, configuration C2

## Analiza widmowa sygnału z wykorzystaniem FFT

Przeprowadzono analizę FFT szumu Barkhausena. Na rysunkach 5a i 5b porównano widma FFT otrzymane dla materiału w stanie dostawy i po pełzaniu dla konfiguracji C1. Widać wyraźne różnice wartości amplitudy widma FFT w stanie dostawy od próbek po próbie pełzania w zakresie 3÷10 kHz.



**Rys. 5.** Rozkład amplitudy FFT w funkcji częstotliwości – konfiguracja C1 – próbki N1, N2, N3 (kolor czarny), próbki P1, P2, P3 (kolor czerwony): a) zakres częstotliwości 0÷100 kHz, b) zakres częstotliwości 1,8÷13 kHz  
**Fig. 5.** Distribution of the FFT amplitude depending on frequency – configuration C1 – specimens N1, N2, N3 (black), specimens P1, P2, P3 (grey): a) frequency range 0÷100 kHz, b) frequency range 1,8÷13 kHz

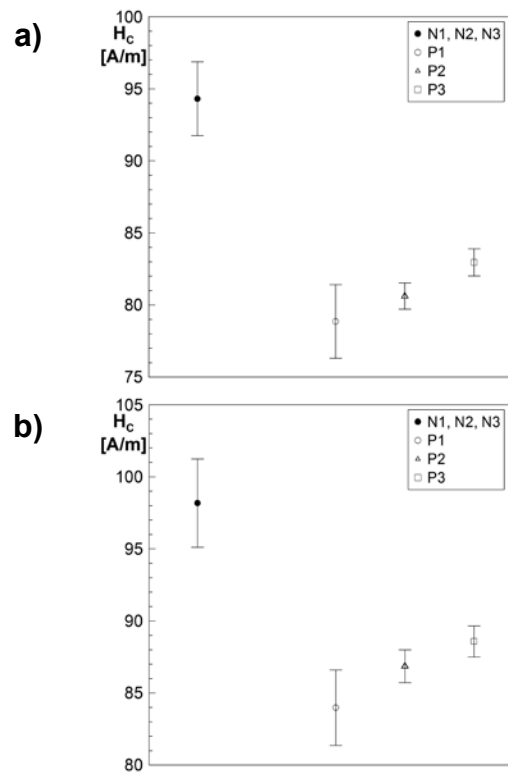
## Analiza zmian wielkości opisujących pętlę histerezy magnetycznej

Przeprowadzono analizę FFT szumu Barkhausena. Analizowano zmiany dwóch parametrów charakteryzujących pętlę histerezy: indukcję remanencji  $B_r$  i pole koercji  $H_c$ .

Indukcja remanencji  $B_r$  określana jest jako wartość indukcji magnetycznej  $B$  przy zerowym zewnętrznym polu magnetycznym  $H = 0$ .

Pole koercji  $H_c$  to wartość zewnętrznego pola magnetycznego  $H$ , przy którym indukcja magnetyczna przybierze wartość równą zero  $B = 0$ .

Wartości pola koercji  $H_c$  próbek z materiału w stanie dostawy i po pełzaniu przedstawiono na rysunku 6 (konf. C1 – rys. 6a i konf. C2 – rys. 6b). Wartości te wyraźnie się różnią, co wskazuje na możliwość wykorzystania ich do identyfikacji stanu procesu pełzania. Nie zaobserwowano żadnych różnic w wartościach remanencji  $B_r$ .



**Rys. 6.** Wartości pola koercji  $H_c$  próbek z materiału w stanie dostawy i po pełzaniu: a) konfiguracja C1, b) konfiguracja C2

**Fig. 6.** Values of coercivity  $H_c$  of specimens made of as-delivered and post-creep state material: a) configuration C1, b) configuration C2

## Analiza falkowa sygnałów

Analiza została wykonana z wykorzystaniem ciągłej transformacji falkowej, która jest opisana wzorem:

$$s(a, b) = a^{-\frac{1}{2}} \int_{-\infty}^{\infty} x(t) \psi\left(\frac{t-b}{a}\right) dt$$

gdzie:  $a$  – parametr skali, który jest równoważny odwrotności częstotliwości,  $b$  – parametr dylatacji,  $x(t)$  – analizowany sygnał w funkcji czasu,  $\psi$  – funkcja falkowa,  $\psi((t-b)/a)$  – jądro przekształcenia falkowego,  $s(a, b)$  – współczynniki falkowe.

Wykorzystanie transformacji falkowej umożliwia obserwację zmian sygnału jednocześnie w dwóch dziedzinach: czasu i częstotliwości, co jest szczególnie wskazane w przypadku badanych sygnałów ze względu na ich niestacjonarność. Do analizy wykorzystano falkę Gaussa 4. rzędu. Wybór tej falki jest uzasadniony dobrą lokalizacją zarówno w dziedzinie czasu, jak i dziedzinie częstotliwości oraz odpowiednią liczbą momentów.

Analiza porównawcza dla różnych stanów została wykonana dwuetapowo. W pierwszym etapie wybrano po 3 reprezentatywne sygnały dla każdego stanu i na nich prowadzono ciągłą transformację falkową. W wyniku uzyskano zbiory bezwzględnych współczynników falkowych, dla których, w celu normalizacji amplitud współczynników falkowych, została wyznaczona norma euklidesowa:

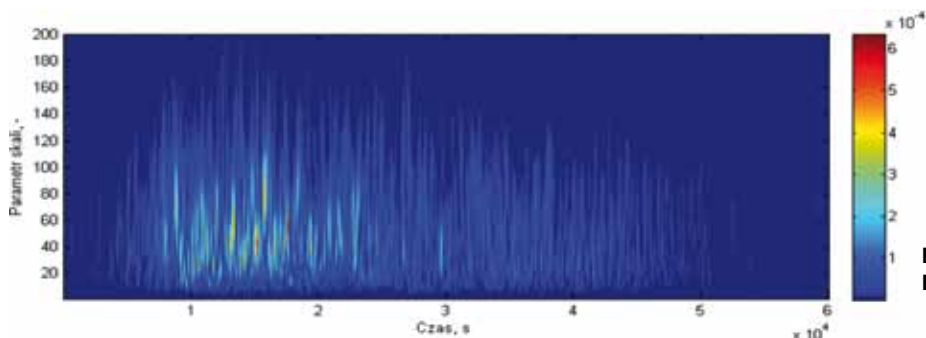
$$S = \sqrt{\sum_{i=1}^n s_i^2(a, b)}$$

gdzie  $n$  – liczba sygnałów branych pod uwagę.

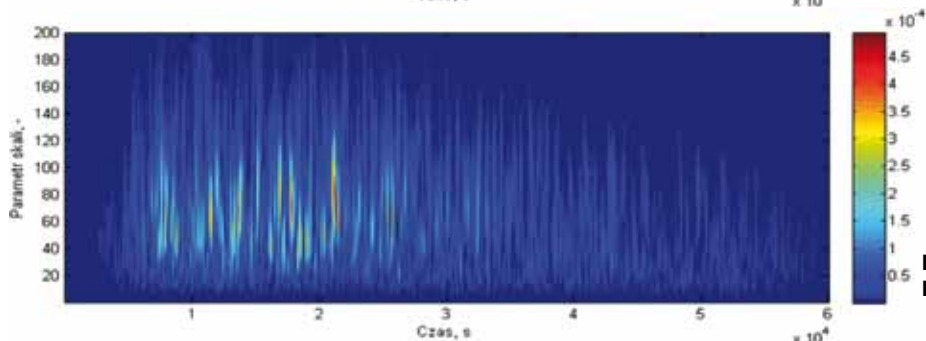
Operacja ta stanowiła drugi etap analizy. Na podstawie wyników skalogramów dostosowano wartość parametru skali w taki sposób, aby na skalogramie były przedstawione wszystkie wysokoamplitudowe współczynniki falkowe. Wartości parametru skali, dla których były wyznaczane skalogramy, przyjęto w zakresie  $1 \div 200$  (rys. 7÷10).

Na podstawie uzyskanych skalogramów można zaobserwować, że zakres niezerowych współczynników względem osi czasu jest mniejszy w przypadku sygnałów dla próbki w stanie dostawy. Biorąc pod uwagę fakt, że wartości współczynników falkowych są miarą podobieństwa fragmentu analizowanego sygnału znajdującego się w oknie do zastosowanej falki (tj. gdy  $S \rightarrow 0$ , fragment sygnału jest całkowicie odmienny od falki), można zaobserwować, że sygnały dla próbki w stanie

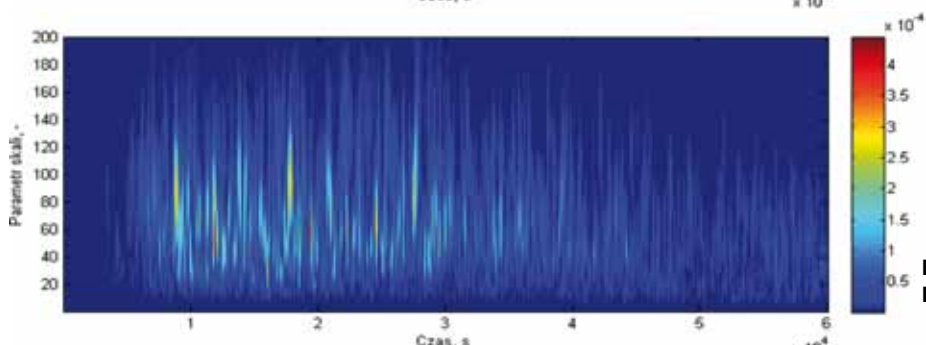
dostawy cechują się większą regularnością niż sygnały dla próbek po pełzaniu. Świadczą również o tym większe wartości współczynników falkowych uzyskanych dla sygnałów z próbki w stanie dostawy w stosunku do sygnałów z próbek po pełzaniu. Ponadto można zaobserwować tendencję spadkową maksymalnych wartości współczynników falkowych wraz ze wzrostem temperatury przy pełzaniu. Dla próbek po pełzaniu wysokie wartości współczynników falkowych (jaśniejsze kolory) są obserwowane dla wyższych parametrów skali: stan dostawy – na poziomie 100, w pozostałych przypadkach – na poziomie 140. Biorąc pod uwagę, że parametr skali jest równoważny do odwrotności częstotliwości, obserwowane jest występowanie impulsów w sygnałach uzyskanych z próbek po pełzaniu dla niższych częstotliwości w stosunku do sygnału z próbki w stanie dostawy.



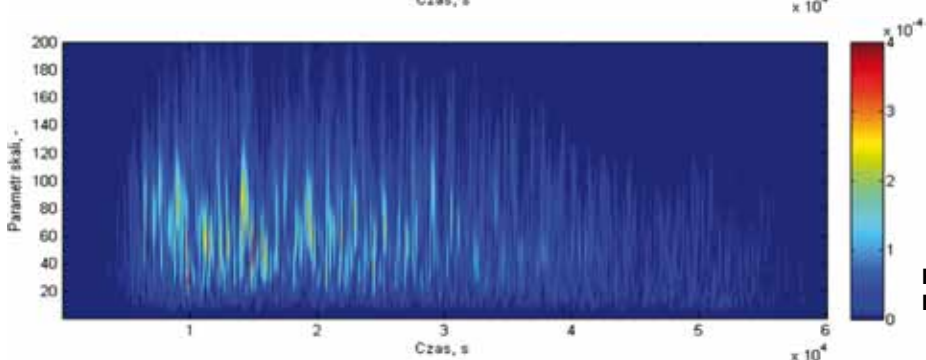
**Rys. 7.** Skalogram – próbka w stanie dostawy  
**Fig. 7.** Scalogram – as-delivered state specimen



**Rys. 8.** Skalogram – Próbka P1 (660 °C)  
**Fig. 8.** Scalogram – P1 (660 °C) specimen



**Rys. 9.** Skalogram – Próbka P2 (680 °C)  
**Fig. 9.** Scalogram – P2 (680 °C) specimen



**Rys. 10.** Skalogram – Próbka P3 (700 °C)  
**Fig. 10.** Scalogram – P3 (700 °C) specimen

## Wnioski

Wykonane badania oraz analiza ilościowa połowego efektu Barkhausena oraz punktów charakterystycznych pętli histerezy magnetycznej wykazały możliwość oceny stanu zaawansowania procesu pełzania próbek wykonanych ze stali X12CrMoWVNbN10-1-1. Można wyróżnić wielkości, dla których różnice w składowych efektu Barkhausena dla próbek w stanie dostawy i po próbie pełzania mogą posłużyć w przyszłości do opracowania szerszego programu badań wpływu procesu pełzania na połowy efekt Barkhausena. Największe i jednoznaczne różnice występowały dla maksymalnej amplitudy składowych widma FFT, pola koercji  $H_c$

i energii szumu Barkhausena. Analiza liczby zliczeń oraz obwiedni szumu Barkhausena nie wykazała jednoznacznej możliwości rozróżnienia obu stanów próbek. Nie zaobserwowano żadnych różnic w wartościach remanencji  $B_r$ . Wykazano również, że różnice szumu Barkhausena lepiej widoczne są dla mniejszej częstotliwości magnesowania. Analiza falkowa pokazała, że sygnały dla próbek w stanie dostawy cechują się większą regularnością, niż sygnały dla próbek po pełzaniu. Proces pełzania powoduje pojawienie się impulsów o niższych częstotliwościach, które nie występują dla próbek w stanie dostawy.

## Podziękowania

*Przedstawione w artykule wyniki zostały uzyskane w badaniach współfinansowanych przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju w ramach umowy SP/E/1/67484/10 – Strategiczny Program Badawczy – Zaawansowane technologie pozyskiwania energii: Opracowanie technologii dla wysokosprawnych zero-emisyjnych bloków węglowych zintegrowanych z wychwytywaniem  $CO_2$  ze spalin.*

## Literatura

- [1] J. N. Mohapatra, A. K. Ray, J. Swaminathan, A. Mitra: Creep behaviour study of virgin and service exposed 5Cr–0.5Mo steel using magnetic Barkhausen emissions technique, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 320, Iss. 18, September 2008, s. 2284-2290.
- [2] M. J. Sablik, B. Augustyniak, L. Piotrowski: Modeling incipient creep damage effects on Barkhausen noise and magnetoacoustic emission, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Volumes 272–276, Supplement, May 2004, s. E523–E525, Proceedings of the International Conference on Magnetism (ICM 2003).
- [3] Dong-Won Kim, Dongil Kwon: Quantification of the Barkhausen noise method for the evaluation of time-dependent degradation, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 257, Iss. 2-3, February 2003, s. 175-183.
- [4] Huiran Cui, Feng Sun, Ke Chen, Lanting Zhang, Rongchun Wan, Aidang Shan, Jiansheng Wu: Precipitation behavior of Laves phase in 10%Cr steel X12CrMoWVNbN10-1-1 during short-term creep exposure, *Materials Science and Engineering A* 527 (2010) 7505-7509.
- [5] G. Götz, W. Blum: Influence of thermal history on precipitation of hardening phases in tempered martensite steel of type X12CrMoWVNbN10-1-1, *Mater. Sci. Eng. A*, 348/1-2:201–207, 2003.

**przeгляд**  
**СПАВАЛНІСТВА**  
**Welding Technology Review**