



<https://doi.org/10.21122/1683-6065-2022-1-64-69>
УДК 669.21

Поступила 18.01.2022
Received 18.01.2022

АВТОМАТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ВКЛЮЧЕНИЙ В СТАЛИ С ПОМОЩЬЮ ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА С ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННЫМ МИКРОАНАЛИЗАТОРОМ

Т. И. СИДОРЕНКО, В. И. ВОЗНАЯ, Ю. С. БЕЛАШ, Е. В. ЕРМАЧЕНОК,

ОАО «БМЗ – управляющая компания холдинга «БМК», г. Жлобин, Гомельская обл., Беларусь,
ул. Промышленная, 37. E-mail: izm.czl@bmz.gomel.by, тел.: +375-29-3120737

Чистота стали по неметаллическим включениям оказывает существенное влияние на физико-механические и технологические свойства металла и, следовательно, на качество конечной продукции. Существует множество методов выявления и оценки неметаллических включений. Традиционными методами оценки загрязненности металла микровключениями являются металлографические методы, которые разделяют на методы сравнения загрязненности шлифа включениями с эталонными шкалами и методы подсчета. Основой классификации включений традиционными методами на полированном шлифе служат морфологические признаки: форма, цвет, соотношение сторон и др. Кроме традиционной оптической микроскопии, для более детальных исследований используется электронный микроскоп. Оснащение электронного микроскопа приставкой для энергодисперсионного микроанализа позволяет проводить классификацию неметаллических включений по химическим классам. В результате реализации комплекса организационных и технических мероприятий в ОАО «БМЗ – управляющая компания холдинга «БМК» в декабре 2020 г. установлено и введено в эксплуатацию научно-исследовательское оборудование – сканирующий электронный микроскоп с энергодисперсионным микроанализатором (СЭМ с ЭДС). Благодаря программному модулю, которым оснащен микроанализатор, реализована возможность автоматического анализа неметаллических включений. В настройки программного обеспечения входят поиск неметаллических включений и их классификация по широко применяемым международным стандартам. Гибкая настройка программного обеспечения позволяет создавать модели разделения включений по различным пользовательским классам.

Ключевые слова. Неметаллические включения, микроскопия, микровключения, автоматический анализ, электронный микроскоп, микроанализ.

Для цитирования. Сидоренко, Т.И. Автоматический анализ неметаллических включений в стали с помощью электронного микроскопа с энергодисперсионным микроанализатором / Т.И. Сидоренко, В.И. Возная, Ю.С. Белаши, Е.В. Ермаченок // *Литье и металлургия*. 2022. № 1. С. 64–69. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2022-1-64-69>.

AUTOMATIC ANALYSIS OF NONMETALLIC INCLUSIONS IN STEEL USING ELECTRON MICROSCOPE WITH ENERGY DISPERSIVE MICROPROBE WITH

T.I. SIDORENKO, V.I. VOZNYAYA, Yu.S. BELASH, E.V. ERMACHENOK,

OJSC “BSW – Management Company of the Holding “BMC”, Zhlobin, Gomel region, Belarus,
37, Promyshlennaya str. E-mail: izm.czl@bmz.gomel.by, tel: +375-29-3120737

Clean steel non-metallic inclusions have a significant effect on the physic and mechanical as well as technological properties of the metal and consequently on the quality of the final product. There are many methods for detecting and evaluating nonmetallic inclusions. Traditional methods for assessing the contamination of metal with microinclusions are metallographic methods, which are divided into methods for comparing the contamination of the section with inclusions with reference scales and counting methods. The classification of inclusions by traditional methods on a polished section is based on morphological features: shape, color, aspect ratio, etc. In addition to traditional optical microscopy, an electron microscope is used for studies that are more detailed. Equipping an electron microscope with an attachment for energy-dispersive microanalysis allows classifying nonmetallic inclusions by chemical classes. As a result of the implementation of a set of organizational and technical measures, BMZ, the management company of BMC Holding, installed and put into operation research equipment in December 2020 – a scanning electron microscope with an energy-dispersive microanalyzer (SEM with EMF). Thanks to the software module that the microanalyzer is equipped with, the possibility of automatic analysis of non-metallic inclusions is implemented. The software settings include the search for non-metallic inclusions and their classification according to widely used international standards. The flexible configuration of the software allows you to create models for separating inclusions into different user classes.

Keywords. Nonmetallic inclusions, microscopy, microinclusions, automatic analysis, electron microscope, microanalysis.

For citation. Sidorenko T.I., Voznaya V.I., Belash Yu.S., Ermachenok E.V. Automatic analysis of nonmetallic inclusions in steel using electron microscope with energy dispersive microprobe with. *Foundry production and metallurgy*, 2022, no. 1, pp. 64–69. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2022-1-64-69>

Механические свойства и технологичность кордовой катанки при обработке давлением во многом зависят от чистоты стали. Образование неметаллических включений происходит как из-за химических реакций, проходящих в жидкой стали в процессе выплавки, так и при попадании частиц шлака, огнеупоров печи, желоба, ковша в расплавленный металл. На свойства стали оказывают влияние природа возникновения, форма, размер, плотность, химический состав и распределение включений, которые зависят от состава стали, способа выплавки, разливки, раскисления, скорости охлаждения и последующей деформации [1]. К неметаллическим включениям предъявляется ряд требований, которые указываются в нормативных документах и стандартах на продукцию.

Особое внимание к чистоте стали в ОАО «БМЗ – управляющая компания холдинга «БМК» уделяется катанке диаметром 5,5 мм с содержанием углерода 0,70–0,90%, являющейся исходным материалом для производства метизной продукции – проволоки для рукавов высокого давления и металлокорда¹.

Как известно, неметаллические включения по химическому составу подразделяются на простые и сложные: оксиды, сульфиды, нитриды, силикаты, фосфиды [1].

Для определения чистоты высокоуглеродистой катанки наибольший интерес представляют включения оксидного типа, которые в большинстве случаев являются продуктами реакций раскисления [2]. Оксидные неметаллические включения, являясь концентратами напряжений, играют определяющую роль при зарождении разрушений при холодной обработке металлов давлением. В процессе волочения катанки в области включений образуются надрывы, которые, достигнув критического значения, приводят к обрыву проволоки уже при волочении либо при последующей операции свивки металлокорда.

Если включение расположено близко к центру катанки, надрыв при волочении образуется в осевой зоне, и трещина распространяется под углом в 45° к поверхности. Разрушение проволоки в этом случае происходит по осевым трещинам и представляет собой «конус-лунку». При исследовании обрыва проволоки включение обнаруживается на вершине конуса (рис. 1, а). В случае расположения включения в отличной от осевой зоне катанки обрыв проволоки происходит хрупко и при металлографическом исследовании включение наблюдается в плоскости излома (рис. 1, б).

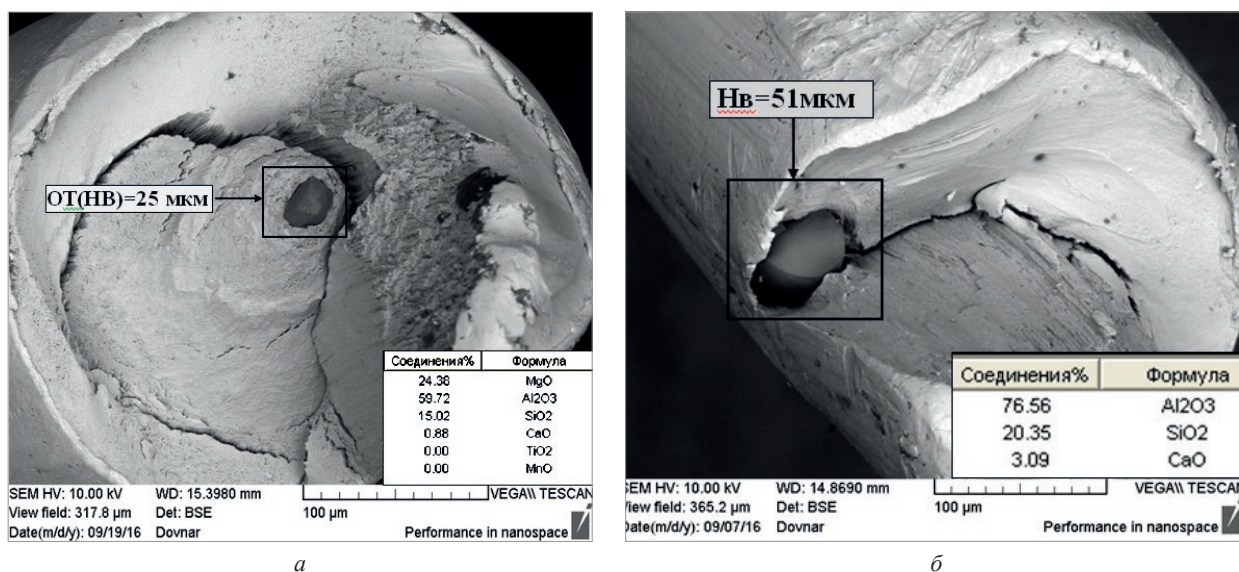


Рис. 1. Неметаллические включения в обрывах проволоки: а – разрушение по осевой трещине; б – хрупкое разрушение

Оценка содержания и определение химического состава неметаллических включений в катанке диаметром 5,5 мм является важным этапом контроля качества перед использованием ее в метизном производстве.

Существует множество методов выявления и оценки неметаллических включений. Традиционными методами оценки загрязненности металла микровключениями являются металлографические методы, которые разделяют на методы сравнения загрязненности шлифа включениями с эталонными шкалами и методы подсчета [3]. Основой классификации включений традиционными методами на полированном шлифе являются морфологические признаки: форма, цвет, соотношение сторон и др. Кроме

¹ ЗТУ 840-03 Катанка стальная сорбитизированная для металлокорда, бортовой проволоки и проволоки для рукавов высокого давления.

традиционной оптической микроскопии, для более детальных исследований используется электронный микроскоп. Оснащение электронного микроскопа приставкой для энергодисперсионного микроанализа позволяет проводить классификацию неметаллических включений по химическим классам.

В результате реализации комплекса организационных и технических мероприятий в ОАО «БМЗ – управляющая компания холдинга «БМК» в декабре 2020 г. установлено и введено в эксплуатацию научно-исследовательское оборудование – сканирующий электронный микроскоп TESCAN VEGA 4GMS с энергодисперсионным микроанализатором AztecLive Automated Ultim Max 65 (рис. 2).

Благодаря программному модулю AZtecFeature, разработанному фирмой Oxford Instruments, которым оснащен микроанализатор, реализована возможность автоматического анализа неметаллических включений.



Рис. 2. Исследовательский комплекс – сканирующий электронный микроскоп TESCAN VEGA GMS с энергодисперсионным микроанализатором AztecLive Automated Ultim Max 65

Принцип действия СЭМ основан на сканировании поверхности образца сфокусированным пучком электронов и формировании в результате этого взаимодействия сигналов разного вида. Каждый тип сигнала чувствителен к определенному свойству образца и для их регистрации нужна своя конструкция детектора. Детектор обратноотраженных электронов (BSE) – получение изображения, отражающего композиционный контраст поверхности образца, детектор вторичных электронов (SE) – топографический. ЭДС – детектор системы микроанализа применяется для определения элементного состава изучаемых объектов. При исследовании неметаллических включений необходимо одновременно задействовать два детектора – BSE и ЭДС.

Для получения статистически значимой информации о содержании неметаллических включений и их химическом составе разработана методика, согласно которой на образце необходимо исследовать не менее 10% площади поперечного сечения. Для катанки диаметром 5,5 мм это составляет не менее 75 полей при увеличении 500 крат. Минимальная выборка для плавки составляет три образца. В каждом поле подсчитывается количество обнаруженных включений размером более 1 мкм, измеряется размер и определяется химический состав каждого включения, вошедшего в выборку.

Ручной анализ неметаллических включений – продолжительный и трудоемкий процесс, требующий непрерывного участия оператора. Программный модуль «AZtecFeature» позволяет автоматизировать операции поиска, подсчета, измерения размеров включений и определения их химического состава. Алгоритм исследования состоит из следующих этапов: 1 – настройка порога автоматического обнаружения включений по уровню серого; 2 – установка схемы классификации неметаллических включений по химическим классам; 3– накопление данных с заданной области.

Для настройки порога обнаружения включений по уровню серого сканируется поле, содержащее включения разного типа. На отсканированном изображении определяются частицы, представляющие собой интерес. Для правильного обнаружения включений важным шагом является корректная настройка яркости и контрастности живого изображения, чтобы хорошо просматривались все фазы, отсутствовали

засветленные и затемненные участки. После накопления изображения, когда все включения распознаны, задается верхний и нижний пределы диапазона уровня серого. Результаты накопления данных выводятся на экран – количество и размер включений, химический состав каждой обнаруженной частицы. Опции программы позволяют проанализировать информацию по каждому отдельному включению (рис. 3).

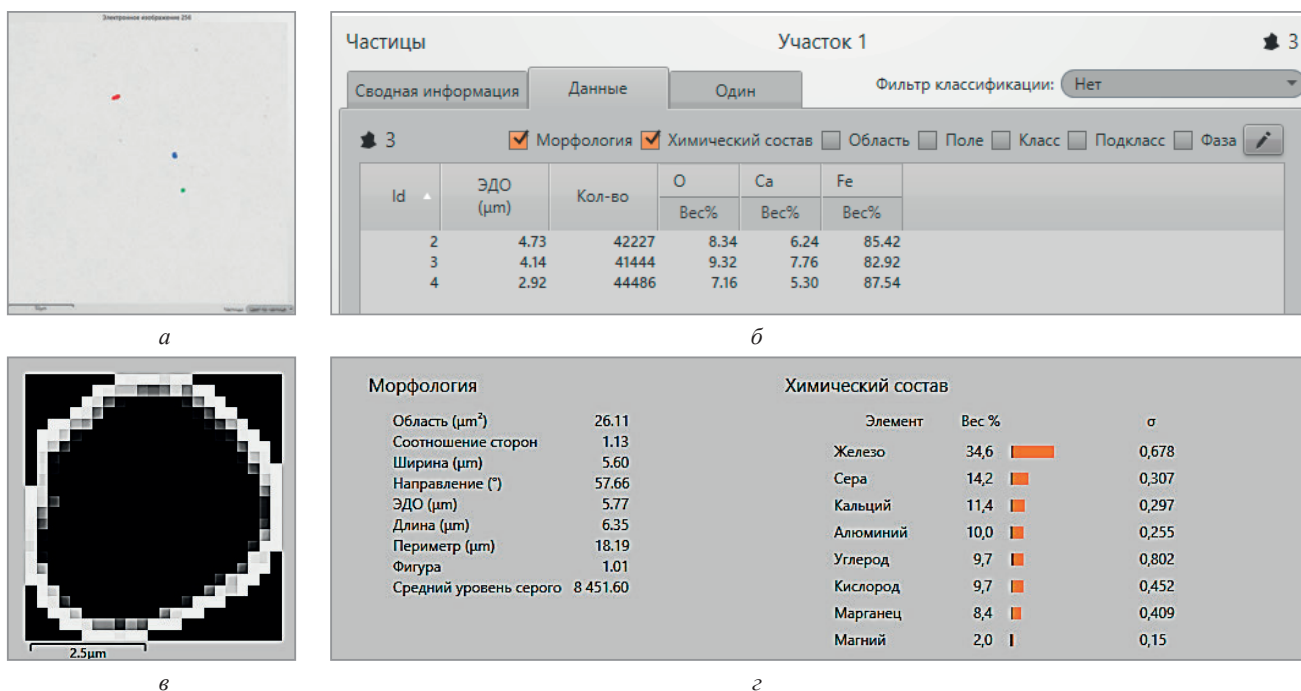


Рис. 3. Результаты настройки порога автоматического обнаружения включений по уровню серого: а, б – обнаруженные включения и их характеристики (морфология и химический состав); в, г – полная информация об отдельном включении

При установке схемы классификации неметаллических включений по химическим классам пользователем задаются критерии для отнесения включения к какому-либо классу. Примером классификации включений является разделение оксидов по классам в катанке для производства металлокорда: класс А – включения с содержанием Al₂O₃ от 0 до 25%; класс В – включения с содержанием Al₂O₃ от 25 до 25%; класс С – включения с содержанием Al₂O₃ от 50 до 100%. Критериями исключения из классификации включения при отнесении к оксидному типу являются содержание серы более 10% (класс сульфидов), присутствие во включении азота (класс нитридов), содержание углерода более 10% (органические загрязнения на поверхности микрошлифа) и др. (рис. 4).

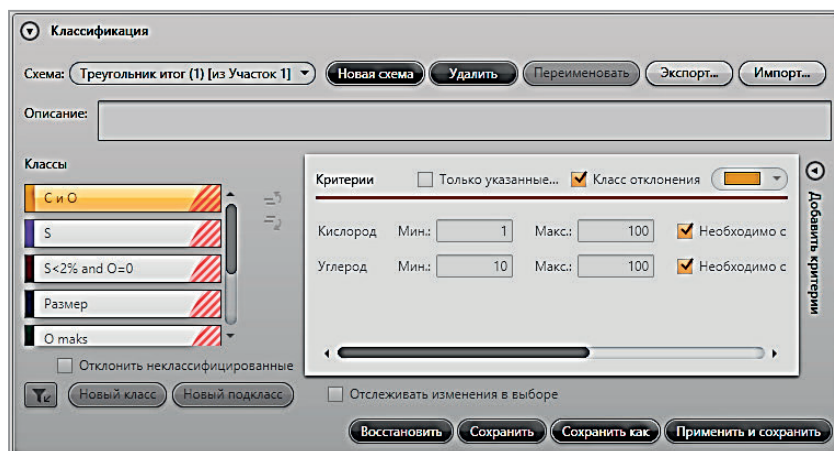


Рис. 4. Схема классификации неметаллических включений по химическим классам, установленная пользователем

Для запуска автоматического анализа на микрошлифе с образцами задаются области исследования с привязкой к координатам столика, устанавливаются последовательность сканирования заданных областей и критерии остановки анализа. Примером может быть последовательное сканирование – при необходимости исследования всей площади образца; произвольное сканирование – если за критерий

остановки анализа принято исследование доли площади образца; сканирование с приоритетом – для поиска и обнаружения включений максимальных размеров (рис. 5).

По окончании набора данных с одного образца электронный пучок переходит к сканированию остальных образцов в установленном пользователем порядке. По окончании автоматического анализа программа микроскопа выключает электронный пучок.

Обработка полученных в результате автоматического анализа данных производится в программе «InclusionClassifier», куда накопленный массив экспортируется из «AZtecFeature». Разделить включения по классам можно, используя как методы международных стандартов, например ASTM E2142, так и пользовательские настройки. Для анализа содержания и химического состава неметаллических включений в катанке для производства металлокорда среди производителей шинной продукции распространена методика «Pirelli». Информация о неметаллических включениях предоставляется пользователю в виде тройной диаграммы, на которой частицы распределены по зонам, представляющим собой химические классы (рис. 6).

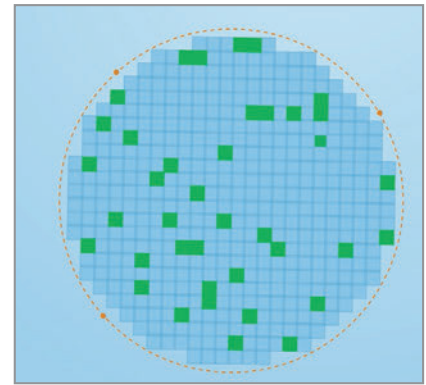


Рис. 5. Схема произвольного сканирования круглого образца

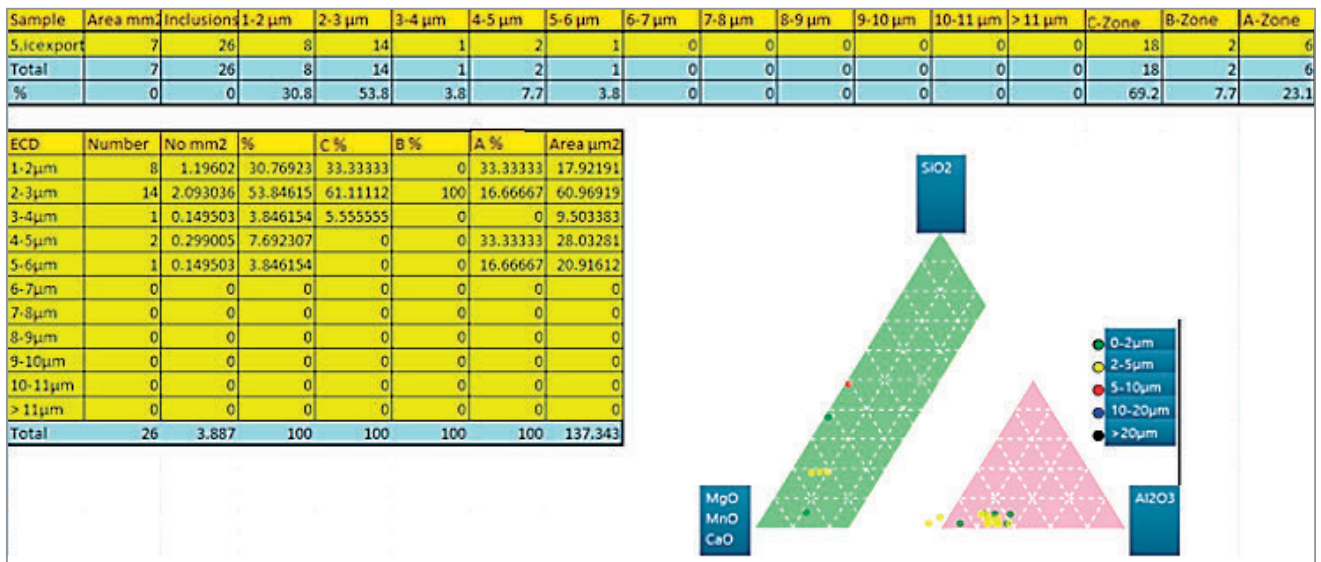


Рис. 6. Результаты автоматического анализа включений с классификацией по методике «Pirelli»

По содержанию включений в определенной области диаграммы можно сделать вывод о пригодности назначения катанки для производства метизной продукции.

Следует отметить, что автоматический анализ не требует постоянного присутствия персонала, работающего с СЭМ, что является одним из главных преимуществ данного метода: возможность сканирования в ночное время и выходные дни. Все накопленные данные о включениях сохраняются, а уже в рабочее время пользователь выгружает данные в классификатор включений и приступает к обработке результатов. Кроме того, при использовании автоматического метода исключается человеческий фактор, что снижает вероятность ошибки и повышает объективность исследования. Гибко настраиваемое программное обеспечение позволяет сохранять предыдущие настройки, которые могут неоднократно использоваться в будущем при исследовании других однотипных образцов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Мышкина, А. В. Влияние режимов плазменной обработки на распределение неметаллических включений в стали / А. В. Мышкина, С. Н. Акулова, Е. А. Кривоносова, Ю. Д. Щицын, И. Л. Синани // Вестник ПНИПУ. 2017. Т. 19. № 4.
2. Руцкий, Д. В. Оптимизация состава и количества неметаллических включений в непрерывнолитой заготовке на основе раскисления расплава алюминием и карбидом кальция / Д. В. Руцкий, Г. В. Бабин, С. Б. Гаманюк, В. В. Морозов, Ю. Л. Корнев // Metallurg. 2019. № 4.
3. Куренкова, Т. П. Основные методы контроля неметаллических включений в стали, используемые в ЦЗЛ ОАО «Белорусский металлургический завод – управляющая компания холдинга «Белорусская металлургическая компания» / Т. П. Куренкова // Сб. тр. 25-й Междунар. науч.-техн. конф. «Литейное производство и металлургия 2017. Беларусь». Минск, 2017. С. 189–193.

REFERENCES

1. **Myshkina A.V., Akulov S.N., Krivososova E.A., Shhicyn Ju.D., Sinani I.L.** Vlijanie rezhimov plazmennoj obrabotki na raspredelenie nemetallicheskih vkljuchenij v stali [Influence of plasma treatment modes on the distribution of non-metallic inclusions in steel]. *Vestnik PNIPU = Bulletin of PNRPU*, 2017, vol. 19, no. 4.
2. **Ruckij D.V., Babin G.V., Gamanjuk S.B., Morozov V.V., Kornev Ju.L.** Optimizacija sostava i kolichestva nemetallicheskih vkljuchenij v nepreryvnoj zagotovke na osnove raskislenija rasplava aljumiem i karbidom kal'cija [Optimization of the composition and amount of non-metallic inclusions in a continuously cast billet based on deoxidation of the melt with aluminum and calcium carbide]. *Metallurg = Metallurgist*, 2019, no. 4.
3. **Kurenkova T.P.** Osnovnye metody kontrolja nemetallicheskih vkljuchenij v stali, ispol'zuemye v CZL OAO «Belorusskij metallurgicheskij zavod – upravljajushhaja kompanija holdinga «Belorusskaja metallurgicheskaja kompanija» [The main control methods of nonmetallic inclusions in steel used in the central enterprise laboratory of OJSC “the Belarussian Steel Works – Management Company of Holding Belorussian Metallurgical Company”]. *Sbornik trudov 25-j Mehdunarodnoj nauchno-tehnicheskoy konferencii «Litejnoe proizvodstvo i metallurgija 2017. Belarus'», Minsk, 2017 = Proceedings of the 25th International Scientific and Technical Conference “Foundry production and metallurgy 2017. Belarus”*, 2017, pp. 189–193.