

На правах рукописи

Андреева Светлана Владимировна

**ПОВЫШЕНИЕ КАЧЕСТВА МЕТАЛЛОПРОДУКЦИИ НА ОСНОВЕ  
РАЗРАБОТКИ НОВЫХ И СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ  
СУЩЕСТВУЮЩИХ МЕТОДОВ КОЛИЧЕСТВЕННОЙ  
МЕТАЛЛОГРАФИИ**

Специальность 05.16.01 – Metalловедение и термическая  
обработка металлов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

*Санкт-Петербург - 2009*

Работа выполнена в государственном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Санкт-Петербургский государственный политехнический университет»

**Научный руководитель:**

Доктор технических наук, профессор

Казаков Александр Анатольевич

**Официальные оппоненты:**

Доктор технических наук Титова Татьяна Ивановна

Кандидат технических наук, доцент Сергеев Юрий Григорьевич

**Ведущая организация:** ОАО НПО «ЦНИИТМАШ», г. Москва

Защита состоится «19» марта 2009 г. в 16.00 часов на заседании диссертационного совета Д 212.229.03 в ГОУ ВПО «Санкт-Петербургский государственный политехнический университет» по адресу: 195251, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, д. 29, СПбГПУ, химический корпус, ауд. 51.

С диссертацией можно ознакомиться в фундаментальной библиотеке в ГОУ ВПО «Санкт-Петербургский государственный политехнический университет».

Автореферат разослан « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2009 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета Д 212.229.03,  
доктор технических наук, профессор



Кондратьев С.Ю.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Задачу повышения качества металлопродукции невозможно решить без объективной информации о структуре металла. Объективную оценку качества структуры можно получить только методами количественной металлографии, основой которой является стереология.

Стереология, как наука о количественной интерпретации трехмерной структуры материалов на основе обработки информации, полученной на двумерных изображениях, впервые в мире была создана в середине прошлого века С.А. Салтыковым, работавшим в Ереванском политехническом институте. В 1970 г. Салтыков С.А. опубликовал уже третью редакцию своей книги «Стереометрическая металлография», когда на западе вышла первая в области количественной металлографии книга Ирвина Андервуда, профессора из технического университета в Атланте (США, штат Джорджия).

Несмотря на такой значительный приоритет в теории, сегодня Россия существенно отстает от США и Европы в практическом использовании количественной металлографии. Такое отставание не только сдерживает интеграцию России в мировую экономику из-за проблем совместимости отечественных и зарубежных стандартов, но и отрицательно отражается на объективности оценки качества структуры материалов при входном и выходном контроле на внутреннем российском рынке. К сожалению, в России сегодня нет ни одного отечественного стандарта, регламентирующего качество структуры материалов и основанного на стереологических измерениях с помощью автоматического анализа изображений. Вместо этого, как и десятки лет назад, для оценки структуры сталей и сплавов в большинстве российских стандартов используются визуальные методы сравнения с эталонными шкалами.

Более того, «взглянуть» на эталонные шкалы визуальных методов «Ш» ГОСТ 1778-70 «глазами» стандарта ASTM E 1245, основанного на автоматическом анализе изображений, можно лишь при высоком разрешении микроскопа, соответствующем увеличению  $\times 500$ , чтобы отличить оксиды от сульфидов и точно определить их метрические характеристики. При этом, в соответствии с ГОСТ 1778-70 нужно оценить поле зрения, видимое в окуляры микроскопа при увеличении  $\times 100$ . Это задача неразрешима в рамках классической металлографии, так как в микроскоп невозможно видеть много и с хорошим разрешением.

Аналогичные проблемы возникают и при металлургической экспертизе макродефектов, причиной образования которых являются особенности микроструктуры или неметаллические включения, исследование которых возможно только при больших увеличениях. В классической металлографии всегда нужно искать компромисс между изучаемой площадью и разрешением, с которым эта площадь изучается.

Исходя из вышеизложенного, становится понятной актуальность настоящей работы, целью которой является разработка новых и совершенствование существующих методов количественной металлографии для повышения качества металлопродукции.

Для достижения вышеуказанной цели поставлены и решены следующие задачи:

- Разработать методы панорамных исследований для количественного описания структуры сталей и сплавов с помощью автоматического анализатора изображений.
- На примере ГОСТ 1778-70 разработать методику автоматизации методов, основанных на стандартных шкалах. Показать возможности панорамных методов исследования для гармонизации отечественных и зарубежных стандартов.
- Провести метрологическое освидетельствование программного обеспечения как средства измерения.
- Разработать методику прогнозирования механических свойств металлических материалов со второй фазой на основе количественного описания ее морфологии и характера взаимного расположения.
- Оценить системную ошибку, вносимую пограничными зернами, при оценке среднего размера зерна стали на панораме и отдельных полях зрения.
- Показать преимущества панорамных исследований при проведении металлургической экспертизы.

### **Научная новизна**

1. Разработаны методы панорамных исследований структуры материалов и показаны их преимущества по сравнению с методами традиционной металлографии для количественного описания и оценки качества структуры сталей и сплавов, а также при металлургической экспертизе дефектов металлопродукции.

2. Показан вклад пограничных зерен в оценку среднего размера зерна и их характер распределения по размерам. Показано, что исключенные из рассмотрения пограничные зерна при анализе на отдельных полях зрения значительно искажают характеристику распределения по размеру, в частности, теряется информация о наиболее крупных зернах, оказывающих значительное влияние на механические свойства стали.

3. Предложена методика оценки равномерности распределения частиц второй фазы в металлической матрице. Рассчитанный на основе этой методики параметр асимметрии описывает распределение графитовой составляющей в металлической матрице и не зависит от количества включений, а также размера анализируемого изображения. Методика апробирована на оценке распределения графита в чугунах, но может быть

распространена на любые стали и сплавы со сложной морфологией второй фазы.

4. На примере чугуна с шаровидным графитом марки ВЧ40 установлена зависимость механических свойств от структуры, что может быть использовано для входного контроля металлопродукции, основанного только на металлографической оценке и последующего прогнозирования механических свойств чугуна по его структуре.

5. Показано, что панорамные исследования могут служить одним из основных инструментов металлургической экспертизы, позволяющим вскрыть природу дефектов и повысить качество металлопродукции. В частности, с использованием панорамных исследований установлена единая природа нескольких дефектов, возникающих при горячей прокатке трубной стали и связанных с особенностями течения металла на захоложенной кромке листа.

**Достоверность** полученных в работе **результатов** подтверждается:

1. Применением анализатора изображения Thixomet, который по результатам международных круговых измерений был аттестован как средство измерения Государственным предприятием «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

2. Использованием современного оборудования, расходных материалов и передовых методик пробоподготовки фирмы Buehler.

3. Широкомасштабным использованием разработанных методик при оценке качества металлопродукции в нескольких десятках металлографических лабораторий России.

**Практическая ценность и реализация результатов работы**

1. Показано, что панорамные исследования могут быть использованы для автоматизации методик ГОСТ, основанных на визуальных методах сравнения с эталонными шкалами. В частности, разработана методика разделения неметаллических включений по типам в соответствии с методом Ш6 ГОСТ 1778-70. На основе результатов «оцифровки» эталонных шкал, а также с учетом уравнений, положенных в основу их создания, обоснованы градуировочные кривые для пересчета объемного процента включений в балл, соответствующий ГОСТ 1778-70. Найденные градуировочные кривые могут служить основой гармонизации ГОСТ 1778-70 и ASTM E1245.

2. С использованием анализатора изображения разработана методика оценки загрязненности стали неметаллическими включениями листового и рулонного проката, используемого для производства нефтепроводных труб. Эта методика позволила значительно повысить объективность назначения балла по ГОСТ 1778-70 и может послужить основой отраслевого стандарта. Сличение результатов измерений, полученных с

помощью анализатора изображения, показало хорошую сходимость с результатами, полученными визуальной оценкой группой экспертов-металлографов, при этом доверительный интервал измерений с помощью анализатора вдвое меньше, чем при визуальной оценке.

3. Государственный сертификационный испытательный центр средств измерений государственного предприятия «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» (Комитета РФ по стандартизации, метрологии и сертификации) выдал свидетельство об аттестации программного обеспечения Thixomet как средства измерений. Относительная погрешность измерений объемной доли и площади включений с помощью анализатора изображения Thixomet не превышает 7% и 6 %, соответственно.

4. Разработанные методики панорамных исследований реализованы в анализаторе изображения Thixomet и широко используются для оценки качества металлопродукции на российских металлургических и машиностроительных заводах, в учебных и научно-исследовательских институтах. На кафедре «Стали и сплавов» СПбГПУ проводятся ежегодные семинары повышения квалификации работников этих заводов и институтов.

#### **Публикации**

По материалам диссертации опубликовано 9 статей, в том числе 2 статьи в изданиях из перечня, рекомендованного ВАК для кандидатских и докторских диссертаций.

#### **Структура и объем работы**

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, библиографического списка использованной литературы, 3 приложений. Материалы работы изложены на 150 страницах машинописного текста, содержат 13 таблиц, иллюстрированы 50 рисунками, список литературы состоит из 92 наименований.

### **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

Во **введении** обоснована актуальность диссертационной работы, сформулированы цель и основные задачи диссертации, а также указаны научная новизна и практическая ценность работы.

В **первой главе** на основе критического анализа имеющихся публикаций рассмотрены основные принципы стереологии в металлографии. Рассмотрены существующие металлографические методы оценки структуры металла, в том числе с использованием анализаторов изображения. Показаны достоинства и недостатки всех этих методов для оценки качества металла.

Исходя из этого анализа, показана актуальность работы и сформулированы основные цели и задачи настоящего исследования.

**Вторая глава** посвящена методике исследования образцов, в частности, их микрорентгеноспектральному и металлографическому анализу, включая описание принципа работы и возможностей анализатора изображения.

Неметаллические включения исследовали на образцах трубных сталей 13Г1СУ, 10Г2ФБЮ и 10Г2СБ, листового и рулонного проката, предназначенных для изготовления нефтепроводных труб.

Для поиска взаимосвязи параметров структуры чугуна с его свойствами исследовали образцы высокопрочного чугуна GGG.40.3 (ВЧ40) с шаровидным графитом. Образцы были отобраны из отливок, полученных на заводе «Петрозаводскмаш» и заводе «Skoda» (Чехия).

Влияние пограничных зерен на оценку среднего балла зерна и характер распределения зерен по размерам проводили на примере образцов низкоуглеродистых сталей 08Ю, 08пс, 09Г2С и IF стали, а также никелевом сплаве ЭИ893.

Дефекты горячекатаного листа из стали X70 изучали на образцах, отобранных из продукции действующего производства.

Весь металлографический анализ в работе проводился с помощью анализатора изображения Thixomet, что позволило произвести распознавание сложных металлографических структур и их количественное описание. Основное отличие анализатора изображения Thixomet от его аналогов состоит в том, что он позволяет создавать и оценивать сколь угодно большие панорамные изображения структуры с высоким разрешением.

**Третья глава** посвящена совершенствованию методов исследования микроструктуры стали и чугуна с помощью панорамных изображений, а также в ней показаны преимущества такого подхода.

Разработана методика оценки загрязненности неметаллическими включениями листового и рулонного проката для производства нефтепроводных труб. Эта методика используется для контроля качества труб и деталей трубопроводов в процессе их изготовления и последующей эксплуатации и является примером гармонизации российского ГОСТ 1778-70 и американского ASTM E1245. Она описывает процедуру стереологических измерений, результатом которых является полученный с помощью автоматического анализа изображений балл, эквивалентный баллу ГОСТ 1778-70 и назначенный с помощью измеренных значений объемного содержания с учетом размера неметаллических включений, обнаруженных на поле с максимальной загрязненностью.

В ГОСТ 1778-70 сравнение с эталонными шкалами производится при

увеличении  $\times 100$ , однако в современных трубных сталях при таком увеличении трудно или невозможно отличить оксиды от сульфидов, а также определить их точные метрические характеристики, поэтому для исследования неметаллических включений в таких сталях, как и рекомендуется в ASTM E 1245, следует использовать более высокие увеличения вплоть до  $\times 500$  и выше. Иными словами, чтобы «взглянуть» на ГОСТ 1778-70 «глазами» ASTM E 1245 следует иметь высокое разрешение, соответствующее увеличению  $\times 500$ , но при этом оценивать поле зрения, видимое в окуляры микроскопа при увеличении  $\times 100$ . С использованием анализатора изображения Thixomet можно преодолеть эти ограничения, проводя измерения при высоком увеличении, например  $\times 500$ , а необходимую площадь, соответствующую размеру поля зрения, видимого в окуляры микроскопа при увеличении  $\times 100$ , собрать последовательной прецизионной склейкой смежных полей зрения «на лету»: пока предметный столик перемещается на соседнее поле зрения, предыдущее поле «пиксель в пиксель» стыкуется к полю, захваченному накануне. Так формируется панорамное изображение структуры сколь угодно большой площади, но с высоким разрешением.

Исследования, выполненные с помощью термодинамического моделирования и микрорентгеноспектрального анализа, показали, что основными продуктами раскисления трубных сталей являются алюминаты кальция различного состава (от гексаалюминатов до эквимольных соединений  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaO}$ ), соединения на основе герцинита  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{FeO}$ , магнезиальная шпинель  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{MgO}$  и другие. Такие разнообразные по составу включения имеют весьма схожие внешние признаки с силикатами недеформирующимися (СН) и силикатами хрупкими (СХ), силикатами пластичными (СП) или оксидами строчечными (ОС). Поэтому, основываясь только на внешнем сходстве, а не на составе, оценка вышеперечисленных неметаллических включений – продуктов раскисления современных трубных сталей алюминием и силикокальцием выполнялась в соответствии с типами включений, которые предусмотрены ГОСТ 1778-70.

В ходе работы эталонные шкалы ГОСТ 1778-70 были оценены с помощью стереологических измерений, предусмотренных ASTM E 1245, при этом на сканированных копиях изображений этих шкал в поле зрения эталона измеряли: объемный процент неметаллических включений, их количество, метрические характеристики и характер взаимного расположения. На основе результатов получены градуировочные кривые, позволяющие рассчитать балл по ГОСТ 1778-70 на основе измеренного объемного процента включений по ASTM E 1245.

Для всех типов включений, за исключением силикатов недеформирующихся, зависимости, полученные на основе результатов «оцифровки» сканированных

копий эталонных шкал, отличаются от теоретических, положенных в основу создания этих шкал. Поэтому были найдены кривые, которые наилучшим образом описывают все точки «оцифрованных» эталонных шкал, и именно они использовались для расчета балла ( $B$ ):

$$B = 0,94 \cdot \ln \frac{V_V - 0,09}{0,008} \text{ – для сульфидов;}$$

$$B = 1,2 \cdot \ln \frac{V_V - 0,04}{0,017} \text{ – для силикатов хрупких, силикатов пластичных и оксидов}$$

строчечных, где  $V_V$  – объемная доля соответствующих неметаллических включений в поле зрения.

Известно, что причиной разрушения металла может стать не только и не столько содержание, сколько размер отдельных неметаллических включений. В большинстве эталонных шкал ГОСТа размер значительно увеличивается с увеличением балла. Чтобы учесть это обстоятельство, при назначении балла введена проверка соответствия назначенного по объемному содержанию балла предельной максимальной площади включений ( $A_{\text{макс}}$ ), предусмотренной в соответствующей эталонной шкале этого балла:

$$B = 37 \cdot \exp \frac{A_{\text{макс}}}{0,83} + 673 \text{ – для силикатов недеформирующиеся;}$$

$$B = 329 \cdot A_{\text{макс}} + 267 \text{ – для сульфидов;}$$

$$B = 156 \cdot \exp \frac{A_{\text{макс}}}{1,2} + 657 \text{ – для силикатов хрупких и силикатов пластичных.}$$

Оксиды точечные и оксиды строчечные не подвергаются проверке по максимальному размеру включений, так как они слишком малы и равномерно распределены по всему полю зрения, чтобы стать причиной разрушения.

Таким образом, на основе результатов стереологических измерений объемного процента и размера включений, используемых в ASTM E 1245, можно объективно назначать балл по ГОСТ 1778-70, при этом измерения следует проводить на площади поля зрения, оговоренной ГОСТ, но с разрешением, оговоренным ASTM.

Эта методика реализована с помощью автоматического анализатора изображения. Для разделения включений по типам, предусмотренным ГОСТ, использовали следующие параметры включений: количество в поле, диаметр по Фере, длина, анизотропия и диаметр, измеренный в направлении, перпендикулярном линии прокатки (рис. 1).

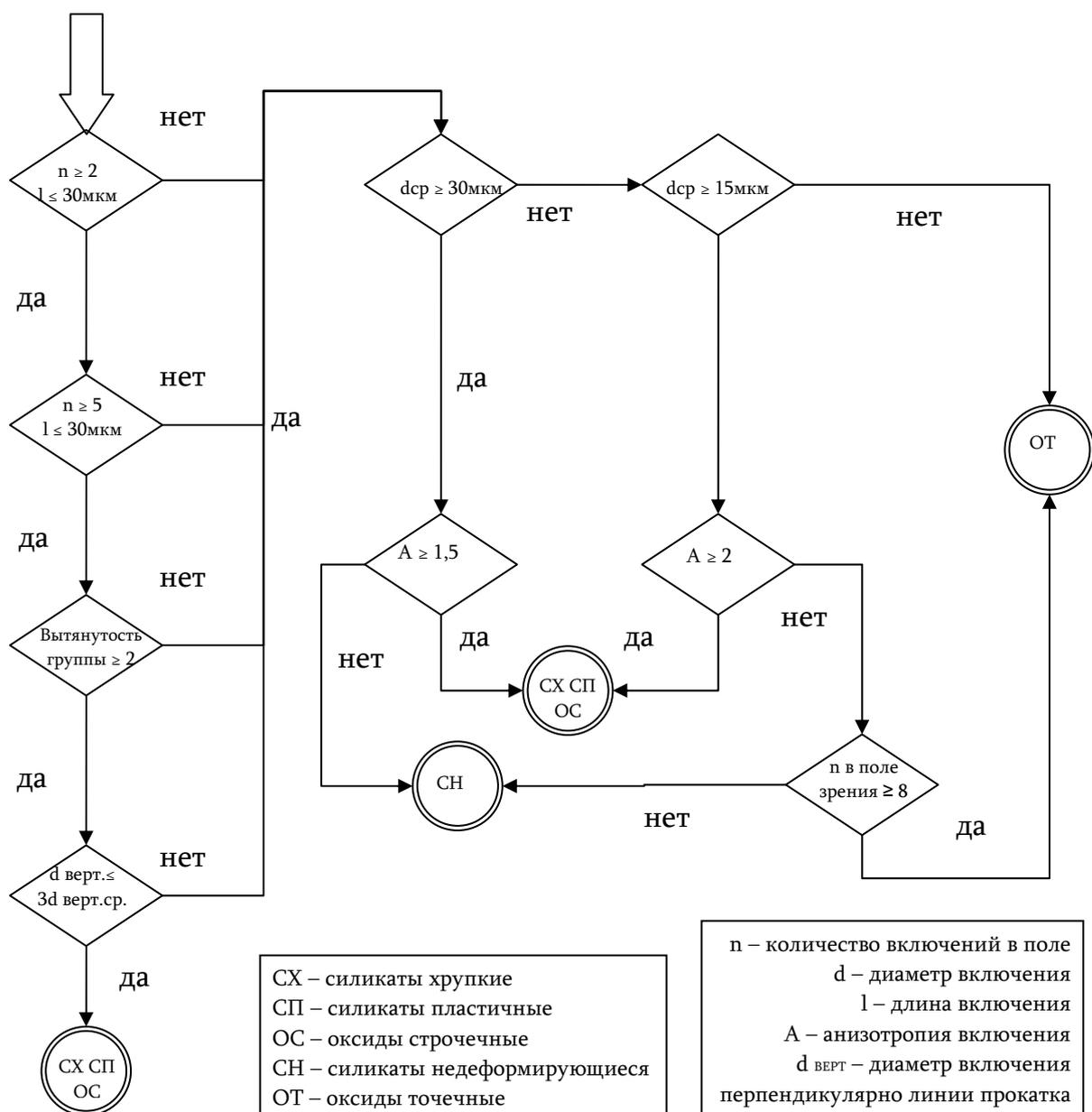


Рис. 1. Алгоритм разделения неметаллических включений по типам

После разделения неметаллических включений на типы, для каждого из этих типов назначается балл в соответствии с ранее найденными градуировочными кривыми.

Сличение результатов, полученных по разработанной методике, с аналогичными результатами, полученными визуальными исследованиями группой экспертов-металлографов, показало их хорошую сходимость.

Важным параметром структуры, определяющим свойства стали, является характер распределения второй фазы в металлической матрице. В литературе редкие публикации посвящены этой теме. Например, метод, предложенный Джоном Рассом (John Russ), основан на евклидовой карте расстояний. На этой карте пиксели, равноудаленные от границы

любого точечного объекта, имеют один и тот же уровень серого или яркость.

Метод Расса предполагает построение кумулятивной функции распределения относительной доли пикселей матрицы от яркости каждого пикселя этой матрицы. Последнее характеризует кратчайшее расстояние от любой точки металлической матрицы до границы ближайшего включения. По тангенсу угла наклона полученной кривой судят о характере распределения (равномерное, случайное, кластерное).

Анализ такого подхода показал, что результаты измерений существенно зависят от размера изображения и количества объектов, поэтому нами предложена другая методика обработки данных, полученных с помощью эвклидовой карты расстояний. В соответствии с этой методикой строится не кумулятивная функция яркости, а плотность распределения яркости от абсолютного количества пикселей, обладающих данным значением яркости, тогда мерой равномерности распределения включений в металлической матрице является ее асимметрия:

$$S_k = \frac{1}{n} \sum \left( \frac{x_i - x_{cp}}{s} \right)^3,$$

где:  $x$  – яркость или кратчайшее расстояние от любой точки металлической матрицы до границы ближайшего включения,  $S_k$  – асимметрия,  $n$  – количество точек,  $s$  – стандартное отклонение.

Предложенный нами параметр универсален, так как он не зависит ни от размера анализируемого изображения, ни от количества исследуемых включений в металлической матрице. Эффективность использования предложенного параметра показана при оценке распределения графитовых включений в чугунах.

Преимущества панорамного подхода показаны на примере определения среднего балла зерна. Известно, что при оценке среднего размера зерна на отдельных полях зрения без учета пограничных зерен вносится системная ошибка. В ГОСТ 5639 эта ошибка устранена известным методом Салтыкова, а в ASTM E1382 при оценке размера зерна с помощью автоматического анализа изображений рекомендуется исключать все пограничные зерна из анализа. Оценим системную ошибку, возникающую при игнорировании пограничных зерен в сталях и сплавах с различным средним размером зерна, при исследованиях на отдельных полях зрения и на панорамных изображениях.

Исследованы структуры сталей и сплавов, балл зерна которых изменяется от 10 до 2,5. При измерениях с учетом или без учета пограничных зерен на отдельных полях зрения разница в числе зерен на единицу площади или размер зерна составляет  $1063 - 25 \text{ мм}^{-2}$  или

0,13 – 0,64 для среднего номера зерна 10 – 2,5, соответственно.

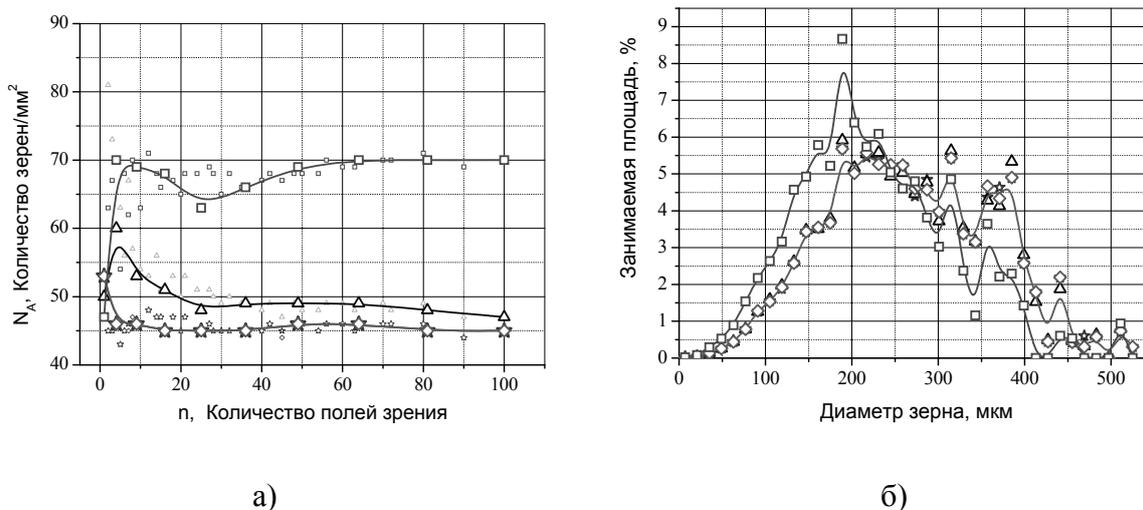


Рис. 2. Результаты измерений для сплава ЭИ893 со средним баллом зерна 2,5

□ и ◇ - измерения на полях зрения без учета и с учетом пограничных зерен, соответственно,  
△ и \* - измерения на панорамах без учета и с учетом пограничных зерен, соответственно.

Граница поля зрения с большей вероятностью проходит по более крупным зернам, поэтому именно такие зерна будут исключены из статистики измерений при игнорировании пограничных зерен, что исказит не столько значение среднего размера зерна, сколько характер распределения зерен по размерам.

При панорамных исследованиях удельное число пограничных зерен уменьшается многократно, поэтому их игнорирование практически не влияет на результат измерений: ошибка не зависит от среднего балла зерна и составляет 2 – 142 зерна на  $\text{мм}^2$  или 0,003 – 0,060 балла в зависимости от разнотерности стали.

Разнотерность стали оценивали разницей площадей под графиком двух функций распределения зерен по размерам при измерениях с учетом и без учета пограничных зерен в области крупных зерен, начиная от точки пересечения этих функций (Рис.2.б). Чем больше эта разница площадей, тем выше разнотерность стали и тем больше ошибка, связанная с утратой преимущественно крупных зерен, попавших на границы полей зрения.

Как следует из рис.3, при повышении разнотерности стали от 4 % до 13 % доля пограничных зерен, утраченных при анализе, для панорамных исследований не превышает 4%, тогда как при измерении на отдельных полях зрения она может составлять до 36 %. Иными словами, при анализе отдельных полей зрения без учета пограничных зерен из анализа исключается до трети удельного количества всех зерен, причем теряется

информация о самых крупных зернах, наличие которых в структуре во многом определяет качество стали.

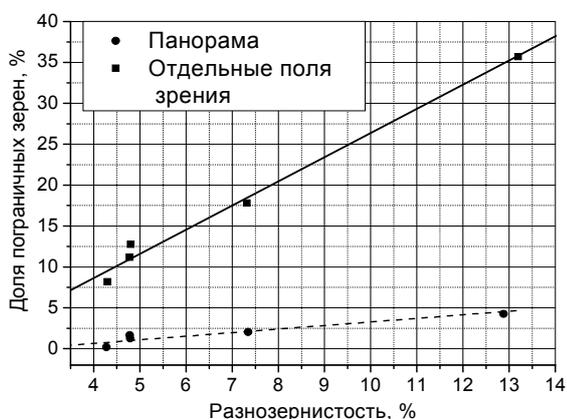
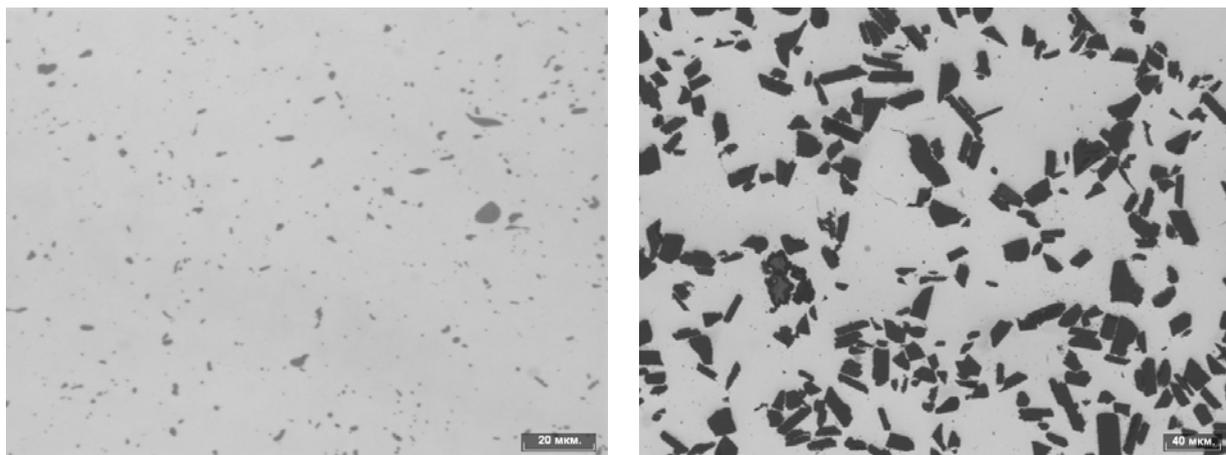


Рис. 3. Доля пограничных зерен (штук/мм<sup>2</sup>), утраченных при анализе на отдельных полях зрения и на панораме в зависимости от разнозерности стали

В работе проведена метрологическая проверка измерений, полученных с помощью анализатора изображений. Известно, что в металлографии не существует эталонов, по которым можно было бы оценить погрешность измерений. Поэтому в мировой металлографической практике для такой оценки используют средние значения и доверительные интервалы соответствующих параметров структуры, измеренных в разных лабораториях на различных анализаторах изображений при исследовании одних и тех же образцов или изображений структур этих образцов. Данная процедура носит название – межлабораторные круговые измерения (Interlaboratory “Round Robin”). Несмотря на широкую распространенность этой процедуры в российской и мировой аналитической химии, межлабораторные круговые измерения в области металлографии используются только на Западе, а в России не проводятся.

При подготовке новой редакции стандарта ASTM E1245-00 "Стандартная методика определения содержания включений или второй фазы в металлах посредством автоматического анализа изображений" были проведены международные межлабораторные круговые измерения под эгидой ISO. В этих измерениях вместе с российским анализатором изображения Thixomet, участвовали еще шесть известных коммерческих анализаторов, разработанных в Европе и США.

В качестве образцов для измерений использовали электронные изображения структур сталей, содержащих в качестве второй фазы сульфида или дельта-феррит, а также композиционных материалов Al – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (рис.4).



а)

б)

Рис. 4. Примеры электронных изображений структур: а) сульфиды в нержавеющей стали марки 416,  $\times 1000$ , б) композиционный материал  $Al - Al_2O_3$ ,  $\times 200$

Зная соотношение «пиксель-микрон», при котором эти изображения были получены, измеряли параметры второй фазы в соответствии с ASTM E 1245, а затем результаты, полученные в разных лабораториях, обрабатывали для определения среднего значения и доверительного интервала.

Измеряли следующие параметры неметаллических включений или второй фазы: объемный процент, количество включений на единицу площади, их площадь и максимальную длину, а также расстояние между включениями. На рис. 5 приведены результаты обработки измерений всех лабораторий для объемного процента второй фазы. Значения, полученные на анализаторе изображений Thixomet, обозначены большими звездочками и расположены внутри доверительного интервала (показан ромбом), что свидетельствует о минимальных погрешностях измерений, проводимых Thixomet по сравнению с лучшими мировыми аналогами. На основании этих межлабораторных круговых измерений анализатор изображения Thixomet получил метрологический сертификат, подтверждающий, что при доверительной вероятности 95% относительная погрешность измерений составляет: для объемного процента – 7,18%, для количества включений на единицу площади – 6,27%, для площади включений – 5,64%, для максимальной длины включения – 2,87% и для расстояния между включениями – 6,41%. Эти погрешности заметно ниже соответствующих погрешностей лучших мировых аналогов.

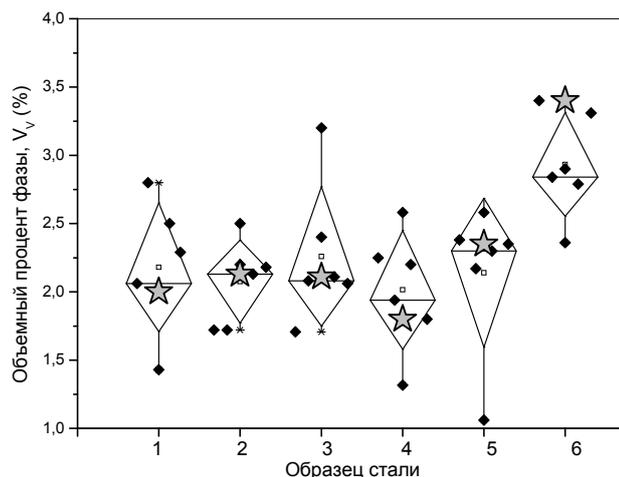


Рис. 5. Результаты обработки межлабораторных круговых измерений: 1 - сульфиды в углеродистой стали 1215 FM (B2), 2 - сульфиды в углеродистой стали марки 1215FM (B5), 3 - сульфиды в нержавеющей стали марки 329, 4 - сульфиды в нержавеющей стали марки 416, 5 - сульфиды в нержавеющей стали марки 5F, 6 – дельта-феррит в коррозионностойкой стали марки 304.

В четвертой главе приведены примеры использования разработанных в настоящей работе методов для оценки качества сплавов системы железо-углерод.

На примере высокопрочного чугуна ВЧ40 (рис. 6) показано, как результаты «оцифровки» его структуры на панорамных изображениях могут быть использованы для прогнозирования механических свойств.

Установлено, что неудовлетворительные механические свойства связаны с невысоким содержанием и низкими параметрами шаровидности графита в чугуне, а также повышенным содержанием вермикулярного графита, распределенного разветвленными колониями в междендритных пространствах. Присутствие такого типа графита в структуре высокопрочного чугуна является браковочным признаком, поэтому их можно было бы исключить из анализа, однако представляется интересным найти универсальный способ прогнозирования механических свойств чугуна с любой структурой без предварительной сортировки. Для этого, наряду с метрическими параметрами графитовых включений и их объемной долей, характер распределения этих включений в металлической матрице учитывали с помощью разработанной методики, основанной на расчете асимметрии функции плотности распределения яркости.

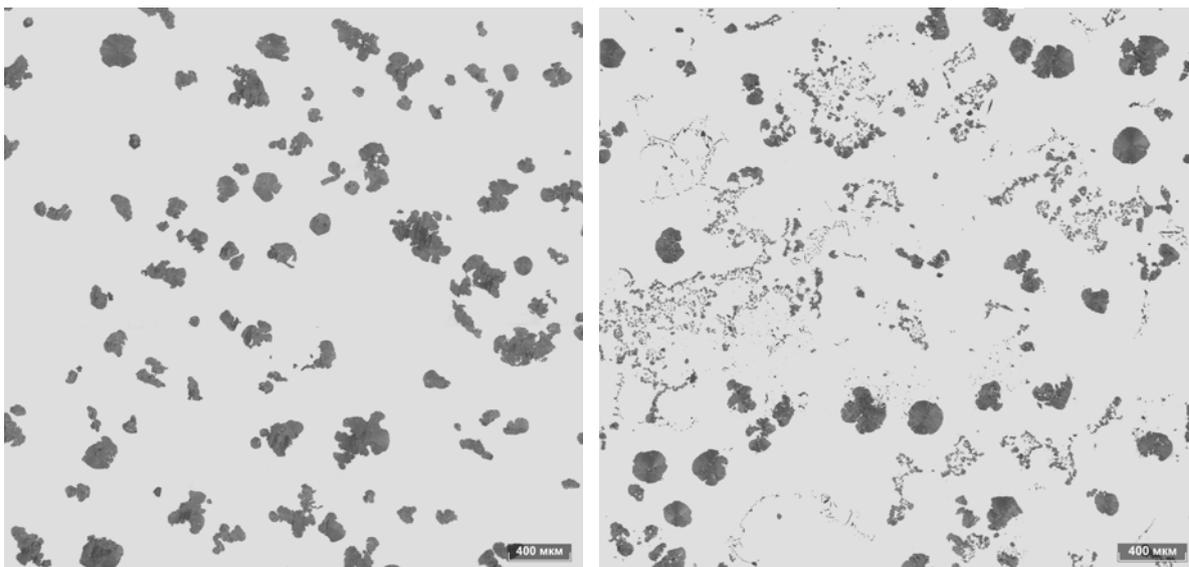


Рис. 6. Примеры структуры высокопрочного чугуна ВЧ40

Следуя этой методике, получено уравнение множественной регрессии, адекватно описывающее зависимость предела прочности от морфологии и характера распределения графитовых включений, характеризуемых, соответственно, фактором компактности ( $F_2$ ) и асимметрией ( $S_k$ ):

$$\sigma_B = 284 + 245 \cdot F_2 - 57,9 \cdot S_k$$

Из этого уравнения следует, что предел прочности тем больше, чем компактнее включения графита и чем равномернее они распределены в металлической матрице.

Показано, что панорамный подход эффективен не только при оценке качества стали и сплавов методами количественной металлографии, но и в рутинных металлографических исследованиях при металлургической экспертизе.

Причины образования любого макродефекта, возникающего по ходу технологического передела, можно установить, изучая особенности микроструктуры в окрестности дефекта. Панорамные исследования позволяют выявить характер микроструктуры на всей площади, прилегающей к макродефекту, чтобы сделать правильное суждение о природе дефекта.

Исследовали образцы горячекатаных листов с дефектами «волосовина», «прикромочная трещина» и «прокатная пленка».

При исследовании дефекта «волосовина» было установлено, что данный дефект представляет собой микротрещины, уходящие под острым углом от поверхности листа вглубь на расстояние от 0,3 до 1,0 мм. В плоскости, параллельной поверхности листа вблизи его поверхности, дефект состоит из множества тонких трещин шириной от 0,10

до 0,20 мм, вытянутых вдоль линии прокатки. Весь металл вокруг этих трещин поражен микронадрывами, ветвящимися от трещин. Внутренняя полость трещин частично заполнена окалиной.

Микроструктура листа с выраженной структурной полосчатостью позволяет сделать однозначное суждение о характере течения металла при горячей прокатке: в центральной более горячей зоне листа металл при деформации течет вдоль направления прокатки, а в захоложенных приповерхностных областях вблизи продольных кромок отклоняется от середины к поверхностям листа. При этом в зонах, непосредственно прилегающих к дефекту, отсутствуют признаки, характерные для дефектов сталеплавильного производства, что позволяет сделать вывод о его прокатной природе, связанной с неравномерным течением металла на захоложенной кромке листа.

Дефект «прикромочная трещина», представляет собой грубые трещины длиной до 70 мм и более, вытянутые в направлении прокатки. «Прикромочные трещины» располагаются вдоль кромки листа одиночно или группами исключительно на верхней поверхности проката. «Прикромочные трещины» – более грубый дефект поверхности, чем «волосовины». Характер течения металла в районе дефекта аналогичен описанному выше, причем «веерообразность» течения металла выражена сильнее, чем в окрестности «волосовин», поэтому, как и «волосовины», «прикромочную трещину» следует классифицировать как закат.

Если линии течения металла вблизи кромок листа выходят на поверхность металла под острым углом, отклоняясь от плоскости, параллельной поверхности листа, незначительно, то грубых трещин не образуется, образуют лишь следы, называемые «волосовинами». Если захоложенные приповерхностные слои металла при деформации отстают от основного центрального потока настолько, что характер течения становится веерообразным, а линии течения металла выходят на верхнюю поверхность листа под прямым углом к поверхности листа, то образуются грубые трещины, называемые «прикромочными».

Поэтому дефект «волосовину» и его более грубую форму – «прикромочную трещину», следует классифицировать как «закат» и отнести к прокатным дефектам.

Дефект «прокатная плена» представляет собой тонкие плоские отслоения на поверхности листа, расположенные в строчках протяженностью до 150 мм и более. Отслоения в строчках имеют вид языка, основание которого связано с основным металлом. Отдельные плены в строчках вытянуты в направлении прокатки, причем иногда их контур замкнут. Дефектом поражена только верхняя поверхность листа. На исследованных

дефектных образцах листа «плены» часто сопутствуют «волосовинам» и «прикромочным трещинам», описанным выше.

На панорамных изображениях дефекта «плена» выявлено веерообразное течение металла, подобное наблюдавшемуся вблизи «волосовин» и «прикромочных трещин». Однако, здесь в тонком приповерхностном слое металл течет под тупым углом вспять от основного центрального потока, поэтому под валками этот приповерхностный слой раскатывается в прокатную плену.

Таким образом, все три исследованные дефекта имеют одну и ту же прокатную природу, связанную с неравномерным течением металла на захоложенной кромке листа при его горячей прокатке. Такие выводы можно сделать только при панорамных исследованиях, позволяющих вскрыть закономерности образования и развития макродефекта с учетом характера изменения микроструктуры в его окрестности. Правильно найденная природа дефекта является основанием для разработки мероприятий по совершенствованию технологии и повышения качества металлопродукции на всех этапах технологического передела.

## ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Разработаны количественные методы панорамных исследований структуры материалов и показаны их преимущества по сравнению с методами традиционной металлографии для оценки качества структуры сталей и сплавов, а также при металлургической экспертизе дефектов металлопродукции.

2. Показан вклад пограничных зерен в оценку среднего размера зерна и их влияние на характер распределения зерен по размерам. Исключенные из рассмотрения при анализе на отдельных полях зрения пограничные зерна значительно искажают характер их распределения по размерам, в частности, теряется информация о наиболее крупных зернах, оказывающих значительное влияние на качество стали.

3. Предложена методика оценки равномерности распределения графита или любой другой «второй фазы» в металлической матрице по параметру асимметрии, которая однозначно описывает характер распределения включений и не зависит от их количества и размера анализируемого изображения.

4. Установлена аналитическая зависимость механических свойств от структуры чугуна с шаровидным графитом, которая может быть использована для входного контроля металлопродукции, основанного только на металлографической оценке.

5. Предложена методика гармонизации российских и зарубежных стандартов при оценке качества структуры стали на примере ГОСТ 1778-70 и ASTM E 1245, что позволит облегчить согласование технических условий на поставку металла между российскими производителями и западными потребителями стали.

6. Разработана методика оценки загрязненности стали неметаллическими включениями для листового и рулонного проката, позволяющая значительно повысить объективность назначения балла по ГОСТ 1778-70. Методика может послужить основой отраслевого стандарта.

7. Использование панорамных исследований для автоматизации ГОСТов, основанных на методах сравнения с эталонными шкалами, обеспечивает хорошую сходимость с результатами, полученными группой экспертов-металлографов при визуальной оценке.

8. Показана важность панорамных исследований как одного из основных инструментов металлургической экспертизы, позволяющих вскрыть природу дефектов металлопродукции. Например, установлена единая природа нескольких дефектов, возникающих при горячей прокатке трубной стали и связанных с особенностями течения металла на захоложенной кромке листа.

9. Проведена аттестация программного обеспечения Thixomet как средства измерений. Относительная погрешность измерений объемной доли и основных метрических параметров неметаллических включений или второй фазы в сталях и сплавах не превышает 7 %.

10. Результаты работы реализованы в анализаторе изображения Thixomet, который широко используются для оценки качества металлопродукции на российских металлургических и машиностроительных заводах, в учебных и научно-исследовательских институтах.

**Основные положения диссертации опубликованы в следующих работах:**

**1. А.А.Казаков, Д.В.Киселев, С.В.Андреева, А.А.Мясников, С.В.Головин, В.А.Егоров. Разработка методики количественной оценки загрязненности низколегированных трубных сталей неметаллическими включениями с помощью автоматического анализа изображений. // Черные металлы, 2007, № 7, с.24 – 31.**

**2. А.А.Казаков, П.В.Ковалев, С.В.Андреева, А.А.Немтинов, С.Д.Зинченко, А.А.Дробинин. Природа дефектов горячекатаного листа из трубных марок стали. Часть 2. Дефекты, образовавшиеся на этапе прокатного производства // Черные металлы, 2008, № 12, с.10 – 14.**

3. A. Kazakov, S. Andreeva, E. Kazakova. Advantage of materials structure panoramic investigation // CIS Iron and Steel Review, 2008, № 1-2, p.4-6.

4. Alexander Kazakov, Svetlana Andreeva, Elena Kazakova Advantage of materials structure panoramic investigation // 9th European Congress on Stereology and Image Analysis and 7th International Conference on Stereology and Image Analysis in Materials Science, May 10-13, 2004, Zakopane, Poland, Vol.II p. 38-43

5. Андреева С.В., Казаков А.А. «Разработка и исследование критериев равномерности распределения неметаллических включений или второй фазы в стали», стр. 36. XXX Юбилейная неделя науки СПбГТУ, 26 ноября – 1 декабря 2001 года, часть VI, Материалы межвузовской научной конференции (факультет технологии и исследования материалов и физико-технический факультет). Министерство образования РФ, СПб-ий центр РАН, СПбГТУ, Совет СПбГТУ по научно-исследовательской работе студентов. Издательство СПбГТУ

6. Геллер Г.В., Андреева С.В., Казакова Е.И., Казаков А.А. «Эволюция структуры полутвердого материала, полученного методом индукционного перемешивания переохлажденного расплава», стр. 149 – 151. XXXII Неделя науки СПбГПУ, 24 – 29 ноября 2003 года, часть III, Материалы межвузовской научной конференции (механико-машиностроительный факультет и факультет технологии и исследования материалов). Министерство образования РФ, СПбГПУ, Совет СПбГТУ по научно-исследовательской работе студентов. Издательство СПбГПУ

7. Назарян Г.Ю., Андреева С.В., Казаков А.А. «Разработка методики оценки параметров структуры двухфазных титановых сплавов с помощью компьютерного анализа изображения», стр. 156 – 158. XXXII Неделя науки СПбГТУ, 24 – 29 ноября 2003 года, часть III, Материалы межвузовской научной конференции (механико-машиностроительный

факультет и факультет технологии и исследования материалов). Министерство образования РФ, СПбГПУ, Совет СПбПТУ по научно-исследовательской работе студентов. Издательство СПбПТУ

8. Андреева С.В., Казаков А.А. «Панорама, как основа исследования размера зерна стали», стр. 149 – 151. XXXIII Неделя науки СПбГТУ, 29 ноября – 4 декабря 2004 года, часть III, Материалы межвузовской научной конференции (механико-машиностроительный факультет и факультет технологии и исследования материалов). Министерство образования РФ, СПбГПУ, Совет СПбПТУ по научно-исследовательской работе студентов. Издательство Политехнического Университета

9. Казаков А.А., Андреева С.В., Казакова Е.И. «Анализатор изображения как инструмент управления качеством стали и сплавов», стр. 231 – 232. Высокие технологии, фундаментальные и прикладные исследования, том 1, Сборник трудов первой международной научно-практической конференции «Исследование, разработка и применение высоких технологий в промышленности» под руководством А.П. Кудинова, Г.Г. Матвиенко. Институт оптики атмосферы Сибирского отделения РАН, СПбГПУ, Военная академия связи им. Буденного МО России, Санкт-Петербургский торгово-промышленный дом. Издательство Политехнического Университета