

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО РФ ПО ОБРАЗОВАНИЮ
ФГОУ ВПО ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ “МОСКОВСКИЙ ИНСТИТУТ СТАЛИ И СПЛАВОВ”

На правах рукописи

САЛИХОВ ТИМУР ШАРИФОВИЧ

**ФАКТОРЫ НЕОДНОРОДНОСТИ КАЧЕСТВА ЛИСТОВЫХ
СТАЛЕЙ И МЕТОДЫ ИХ ОЦЕНКИ**

Специальность: 15.16.01. – Металловедение и термическая обработка
металлов

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва 2009

**Работа выполнена на кафедре металловедения и физики прочности
Государственного технологического университета
“Московский институт стали и сплавов”**

Научный руководитель:

Профессор, д.т.н. Кудря А.В.

Официальные оппоненты:

Доктор технических наук Филиппов Г.А.

Кандидат технических наук Королева Е.Г.

Ведущая организация:

Орско-Халиловский Metallургический Комбинат ООО «Уральская сталь»

Защита состоится « 18 » июня 2009 года в 15³⁰ часов на заседании
диссертационного совета Д . 212.132.08 в ауд. Б-436

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Государственного
технологического университета “Московский институт стали и сплавов”

Автореферат разослан « » мая **2009** года

Учёный секретарь диссертационного совета

доктор физ.-мат. наук



С.И.Мухин

Актуальность работы:

Для магистральных газопроводов и толстого листа в строительстве и судостроении используют лист из низколегированных сталей, у них сходны многие нормы качества.

При их производстве обычно сильно выраженная технологическая наследственность. Варьирование технологических параметров в пределах, как правило, широкого поля допуска технологии приводит к значительному разбросу качества металлопродукции и даже появлению, внезапных всплеск брака. Причиной этому является различие в эволюции структур и дефектов в ходе технологической цепочки, что приводит к формированию развитой структурной неоднородности, появлению аномалий разрушения и потере качества в итоге.

Очевидно, что без оценки геометрии различных структур, механизмов их совместного участия в разрушении невозможна выработка соответствующих приемов управления качеством стали, в частности, его металлургической составляющей. Роль последней существенно возрастает в связи с увеличением потребности в высокопрочных сталях. Однако все эти вопросы не получили необходимого отражения в исследовательской и технологической практике, в частности, в связи с отсутствием объективных методов контроля таких структур. Это и определило актуальность постановки настоящей работы и ее цели.

Цель работы:

Целью работы являлось изучение эволюции структур и дефектов в технологической цепочке производства листовых сталей для выявления причин разброса качества металла, оценка совместного влияния разномасштабных структур на разрушение с использованием средств и методов их прямого наблюдения и измерения совместно с анализом баз данных производственного контроля.

Научная новизна:

1. Показано, что разброс качества листовых сталей 16Г2АФ, 09Г2ФБ, 17Г1СУ, 09Г2С определяется наследованием и эволюцией литой структуры.

2. Обнаружена аномалия вязкого разрушения листовой стали – шиферообразный излом (из выступов и впадин, вытянутых вдоль направления прокатки), вследствие отсоя по ниткам (16Г2АФ) или пленам (17Г1С-У) сульфидов марганца и по примыкающим к ним полоскам перлита с образованием вытянутых пор и их слиянием. Такие разномасштабные структуры – дальние последствия дендритной ликвации.

3. Для нелокального адаптивного управления технологической цепочкой в металлургии установлены ограничения по сужению поля допуска технологии на параметры технологии, вытекающие из многомерности задачи.

4. С использованием предложенного способа локальной (поэлементной) бинаризации изображений структур с объектами различной степени интенсивности (в оттенках серого) построены карты распределения неметаллических включений на поле для последующей оценки их вклада в разрушение.

Практическая ценность:

Полученные результаты были использованы (в соавторстве) при реинжиниринге технологии производства листа из непрерывно литой заготовки для труб ответственного назначения.

Предложенные подходы к бинаризации изображений неметаллических включений повышают воспроизводимость измерений их геометрии при оценке загрязнённости стали.

Апробация работы.

Основные результаты диссертационной работы представлены на следующих научных конференциях: 1. XLVII Международная конференция "Актуальные проблемы прочности" Новгород, 2008г. 2. V Международная научная конференция "Прочность и разрушение материалов и конструкций" г. Оренбург. 2008г. 3. IV-я Евразийская научно-практической конференция "Прочность неоднородных структур" - ПРОСТ 2008 г. Москва, 2008г. 3. XIX Уральская школа металлургов-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов», посвященная 100-летию со дня рождения академика В.Д. Садовского. г. Екатеринбург. 2008г. 4. "Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов" г. Москва. 2006. 5. III-ей Евразийской научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур – ПРОСТ 2006" г. Москва. 2006 г. 6. 62^я научно-техническая конференция студентов и молодых ученых МИСиС г.Москва 2007г. 7. II Международная школа "Физическое металловедение" и XVIII Уральская школа металлургов-термистов "Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов" г. Тольятти. 2006 г.

Структура и объем работы: Диссертация состоит из введения, аналитического обзора литературы, четырех глав с описанием методики и результатов исследований, выводов и списка использованных источников из 98 наименований. Работа изложена на 120 страницах, содержит 62 рисунков и 26 таблиц.

Материал и методики исследования

В качестве объекта исследования использовали листовой прокат сталей 09Г2С, 09Г2ФБ, 10Г2ФБЮ, 12Г2СБ, 16Г2АФ, 17Г1С-У. Сталь выплавляли в дуговой сталеплавильной печи емкостью 100 тонн либо в мартеновской печи. После раскисления, металл по традиционной технологии доводили по химическому составу легированием, усредняли, очищали от неметаллических включений, продувая на установке печь-ковш (УКП) инертным газом (аргоном). Содержание вредных примесей снижали путем наведения шлака, добавлением РЗМ, присадками алюминия и силикокальция.

Далее металл разливали на машине непрерывного литья заготовок (МНЛЗ) или в изложницы. Массовые доли химических элементов, за исключением содержания водорода, серы, азота определяли фотоэлектрическим спектральным методом на фотоэлектрическом спектрометре GY-50E в соответствии с ГОСТ 18895. Массовую долю углерода определяли кулонометрическим методом с использованием экспресс-анализатора АН-7529 по ГОСТ 22536.1 и ГОСТ 12344. Массовую долю серы определяли кулонометрическим методом с использованием экспресс-анализатора АС-7932 по ГОСТ 22536.2 и ГОСТ 12345. Массовую долю азота определили методом восстановительного плавления на экспресс-анализаторе ТН-114. Химический состав сталей соответствовал требованиям нормативных документов (табл.1).

Таблица 1. Требования к химическому составу, %. масс.

Сталь	C	Si	Mn	Nb	V	Ni	Cu	Ti	N	P	S	Al	Cr
16Г2АФ ГОСТ 19281	0,14 0,20	0,30 0,60	1,30 1,70	-	0,07 0,12	≤ 0,3	≤ 0,30	-	0,015 0,025	≤ 0,025	≤ 0,020	-	≤ 0,4
17Г1С-У ТУ14-1-19589	0,15 0,20	0,40 0,60	1,15 1,60	-	-	≤ 0,3	≤ 0,30	-	-	≤ 0,025	≤ 0,020	-	≤ 0,3
12Г2СБ ТУ14-1-5477	0,10 0,14	0,25 0,50	1,40 1,70	0,04 0,07	-	-	-	-	0,010 0,012	≤ 0,020	≤ 0,02	-	-
09Г2ФБ ТС 13657842 -142-2006	0,09 0,11	0,20 0,30	1,40 1,50	0,04 0,06	0,04 0,06	≤ 0,2	≤ 0,20	0,010 0,030	0,010 0,012	≤ 0,018	≤ 0,006	0,02 0,04	≤ 0,2
09Г2С ТУ 14-15241-93	0,09 0,01	0,50 0,60	1,50 1,70	-	-	≤ 0,3	≤ 0,30	-	-	≤ 0,030	≤ 0,040	-	≤ 0,3
10Г2ФБЮ ТУ 14-1-4627-26	0,11 0,12	0,45 0,50	1,50 1,75	0,05 0,06	0,07 0,09	≤ 0,3	≤ 0,25	0,010 0,035	0,010 0,012	≤ 0,018	≤ 0,006	0,02 0,05	≤ 0,2

После разливки в изложницы слитки направляли в обжимной цех полученные слябы после нагрева (1120-1180⁰С) прокатывали по соответствующей технологии. Слябы после разливки на МНЛЗ сразу направляли на нагрев и прокат, минуя обжимной цех.

В зависимости от требований технологии сталь прокатывали на стане 2800 с усилием обжатия 2800 т. на толщину от 9 до 50 мм. по обычному режиму или по режиму контролируемой прокатки: нагрев слябов (1120-1180⁰С), температура раската после клетки

ДУО (менее 1020⁰С), подстуживание, температура начала проката в клети КВАРТО (980-950⁰С), температура конца прокатки после (800-750⁰С). Большую часть полученного неконтролируемой прокаткой металла подвергали, в соответствии с действующей технологией, термической обработке.

Испытания на растяжение проводились в соответствии с ГОСТ 1497 при температуре +20 °С с использованием универсальной испытательной машины 1958У 10 – 1. Склонность стали к хрупкому разрушению определяли на основе ударных испытаний при температурах -20 °С и -60 °С на образцах типов Шарпи и Менаже в соответствии с ГОСТ 9454 и ГОСТ 9455. Ось надреза была перпендикулярна к поверхности проката. Так же проводились испытания падающим грузом (ИПГ) с последующей оценкой доли вязкой составляющей в изломе. Механические свойства соответствовали действующим нормам качества (табл.2).

Таблица 2. Нормы качества исследуемых сталей.

Марка стали	Класс	σ _в , МПа	σ _т , МПа	δ, %	Ударная вязкость, при температурах испытания(°С)		ИПГ Доля вязкой составляющей, %
					КСV, Дж/см ²	КСU, Дж/см ²	
					-20	-60	
					в пределах или не менее		не менее
16Г2АФ ГОСТ 19281	K56	540 650	390	19	29	29	85
17Г1С-У ТУ14-1-19589	K52	510 630	365 460	22	49	49	-
12Г2СБ ТУ14-1-5477	K56	550 660	400	22	49	49	85
09Г2ФБ ТС 13657842-142-2006	K56	550 650	400	23	90	90	85
09Г2С ТУ 14-15241-93	345	450 530	345	21	34	-	-
10Г2ФБЮ ТУ 14-1-4627-26	K60	590 690	480 580	23	110	-	90

Микроструктуру оценивали по ГОСТ 8233, величину зерна оценивали по ГОСТ 5639. Структурную полосчатость определяли методом сравнения с стандартной шкалой (ГОСТ 5640). Анализ неметаллических включений проводили во всех направлениях проката по ГОСТ 1778 (методы Ш, Л, П), а также с использованием компьютерных методов оценки по схеме «микроскоп - цифровая камера- компьютер». Исследования макроструктуры слэбов проводили на темплетях, отобранных с головной части слитка. Травление проводили в 50% растворе HCl в воде при T 60⁰С.

Фрактографический анализ изломов, ударных образцов и образцов на растяжение, проводили с использованием сканирующего электронного микроскопа Hitachi S-800 при увеличениях от ×40 до 4000 (микроанализатор OXFORD INCA X-act), также измеряли профиль излома с использованием лазерного профилографа (шаг сканирования 10 мкм.).

Неоднородность качества металлопродукции в рамках действующей технологии

Конечный уровень качества металлопродукции определяется структурными и металлургическими факторами. В рамках стандартной, достаточно хорошо отлаженной технологии, различная морфология неметаллических включений (включая особенности их распределения в объеме), наличие разномасштабной структурной неоднородности (вследствие широкого спектра траекторий технологии в пределах поля допуска) – одна из основных причин разброса свойств. Это снижает конкурентоспособность отечественной металлопродукции.

Систематический анализ результатов механических испытаний нескольких трубных сталей показал, что там, где свойства стали были, как правило, на нижнем пределе кривой распределения, в изломах наблюдались различные аномалии разрушения (рис.1). Так, например, в сталях 09Г2ФБ и 10Г2ФБЮ в изломах образцов после испытания падающим грузом, и растяжения, присутствовал осевой расслой (рис.1а,б), в стали 12Г2СБ в изломах ударных образцов наблюдались расслоения (рис.1в), в стали 16Г2АФ и 17Г1С-У была обнаружена аномалия вязкого разрушения - шиферообразный излом (рис.1г), в стали 09Г2С после испытания на растяжение в Z-направлении в плоскости излома был другой дефект, классифицируемый в соответствии с заводскими нормативными документами как «белые пятна».

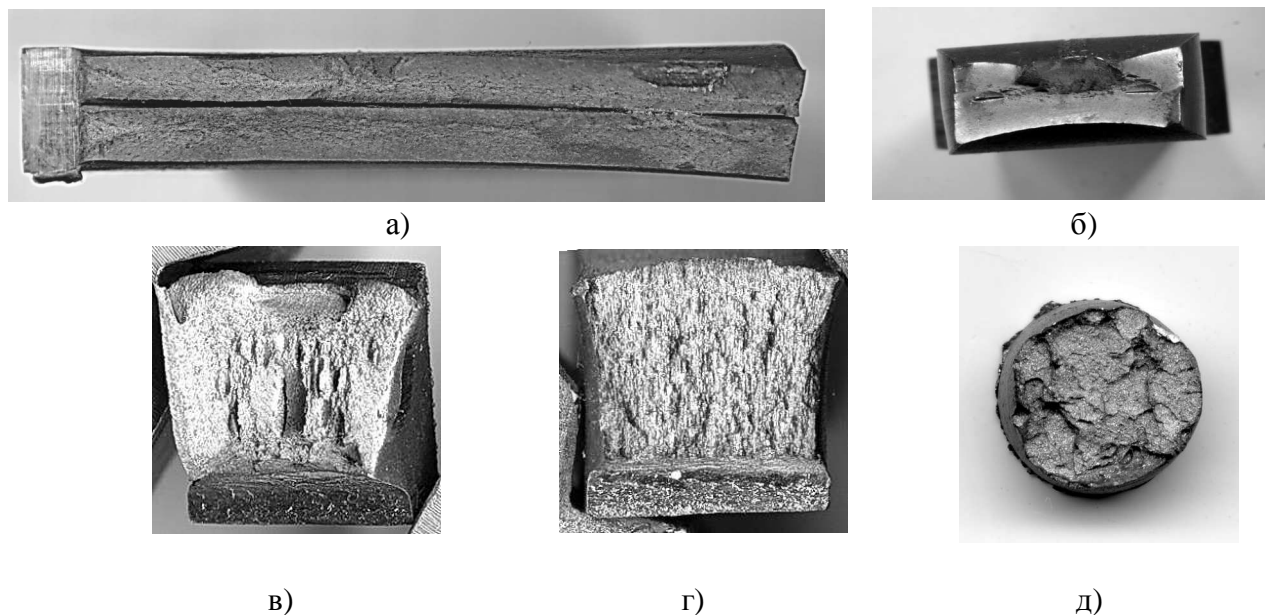


Рис. 1. Аномалии изломов в листовых сталях: а) 09Г2ФБ после ИПГ, б) 10Г2ФБЮ – после испытания на растяжение; в) 12Г2СБ – ударные испытания образцов с U-надрезом; г) 16Г2АФ и 17Г1С-У - ударные испытания образцов с V-надрезом д) 09Г2С – растяжение в Z направлении.

Такие аномалии разрушения обычно свидетельствуют о наличии развитой структурной неоднородности (включая различие в загрязненности стали неметаллическими включениями).

Если разброс качества металлопродукции – следствие широкого поля допусков реального технологического процесса, то из сопоставления колебаний процесса и продукта можно определить критические параметры состава и технологии. Наиболее доступный способ – это пассивный эксперимент («раскопки данных» производственного контроля).

В работе, с этой целью, анализировались массивы данных заводского контроля (от выплавки до сдаточных характеристик) листового проката из низколегированных сталей 09Г2ФБ, 16Г2АФ, 12Г2СБ. Они включали в себя результаты контроля химического состава, значения параметров технологического процесса (расход аргона при обработке на УКП, время обработки на УКП, температуру, скорость и время разливки на МНЛЗ, температуры проката, степень обжата на клети ДУО, температуру перед чистовой прокаткой, степень обжата на чистовой клети, температуру после прокатки и т.п.), сдаточные свойства. Всего по каждому варианту было представлено от 36 до 57 параметров, общий объем выборок по сталям 09Г2ФБ, 16Г2АФ, 12Г2СБ составил 920, 1700, 1200 партий соответственно.

Для поиска факторов, лимитирующих разброс качества металлопродукции, эффективность регрессионного анализа в принципе, невелика по ряду причин. Так, например, не выполняются требования нормальности распределения: в соответствии с требованиями нормативной документации (ГОСТ, ТУ, ТС), «хвосты» распределения ограничены снизу и сверху; распределение часто носит асимметричный или двугорбый характер. В нашем случае распределение величин параметров технологии и состава в своём большинстве имело симметричный вид. Однако такой вид распределения наблюдается далеко не всегда. Накопленная статистика данных производственного контроля показала, что в ряде случаев распределение данных имеет ярко выраженный асимметричный характер. Это, в частности, признак поддержания (по тем или иным причинам) состава, на верхнем или нижнем пределах марки, или ограничение концентрации вредных примесей, например, серы. В целом, спектр значений характеристик (эксцесс \mathcal{E} и коэффициент асимметрии A), описывающих особенности распределения значений параметров технологии и состава может быть достаточно широк. Например, для стали 16Г2АФ величина A изменялась в пределах от -1,23 до +2,64, а размах значений эксцесса составил -8,58.

Отрицательное действие возмущения может быть компенсировано или усилено действием третьих параметров технологии или состава (их колебаний в пределах поля допуска). В нашем случае, например, для стали 16Г2АФ регрессия указала на отрицательное влияние ряда факторов, в частности, загрязненность серой на ударную вязкость стали (на ее

наименьшее значение от каждой партии). Однако при этом было показано, что снижение содержания серы (последовательное сокращение объема выборки данных ударной вязкости, при удалении их значений, отвечающих концентрации серы выше заданного ограничения с шагом 0,001%), от 0,009 до 0,002%, масс соотношение положительных и отрицательных значений ударной вязкости (выше и ниже среднего по исходной выборке) сохранялось практически одинаковым (рис.2).

Это с одной стороны, указывает на то, что не всякое попадание управляющего параметра в зону риска приводит к падению свойств, с другой на то, что для достижения высокой вязкости в стали не всегда необходимо максимальное исключение нежелательных «возмущений» (и сопутствующее этому увеличение себестоимости металла). Естественно, по отношению к сере, данное замечание не относится к трубам для перекачки газа, содержащего сероводород.

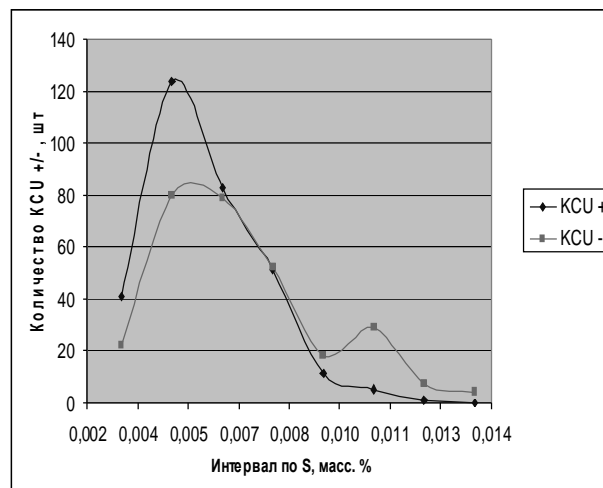


Рис. 2. Распределение значений ударной вязкости стали 16Г2АФ при различной концентрации серы: КСУ+ и КСУ- (больше и меньше среднего по выборке соответственно).

В нашем случае это означает, что снижение концентрации серы не является гарантией повышения вязкости стали, и в принципе, что уровень ударной вязкости выше среднего по выборке можно получить и при умеренной загрязненности серой ($\leq 0,010\%$, масс). Это означает, что прямое подавление отрицательного возмущения не всегда целесообразно, в т.ч. по экономическим причинам.

Отсюда также вытекает потенциально низкая эффективность метода контрольных карт. Очевидно, что контрольные границы параметров технологии, всегда будут отсекают не только отрицательные, но и положительные значения оптимизируемого свойства.

Когда в рамках технологии отсутствует единое поле параметров, для поиска зон риска управляющих параметров технологии и их оптимальных отклонений целесообразно

разбивать поле параметров технологии на области с доминирующим типом зависимости. Для локализации таких областей было предложено строить эллипсы рассеяния.

Это позволило оценить зоны риска некоторых управляющих параметров. С использованием предложенного подхода, в частности, показано (рис.3), что при увеличении продолжительности времени обработки на УКП стали 09Г2ФБ предел прочности на верхнем пределе распределения можно получить с вероятностью не меньше 0,8. Для стали 16Г2АФ выявлено совместное влияние марганца и серы на разброс значений ударной вязкости.

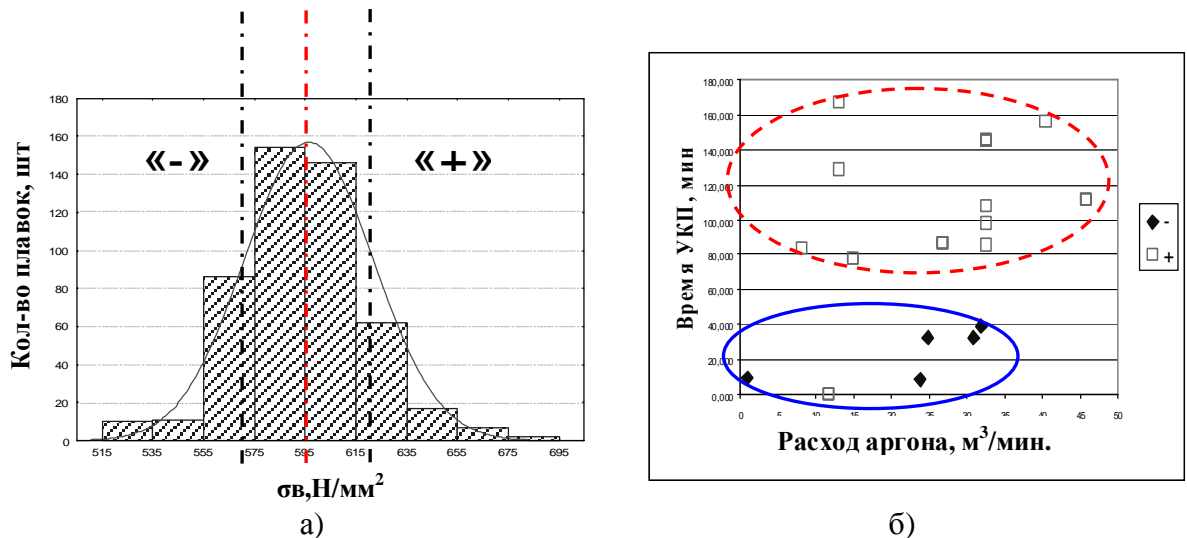


Рис. 3. Схема выявления причин появления низких значений прочности (σ_b) стали 09Г2ФБ: а) гистограмма распределения значений прочности, «-» и «+» - интервал колебаний на нижнем и на верхнем пределе соответственно; б) Выделение областей с доминирующим типом зависимости с помощью эллипсов рассеяния («-» зона риска).

Таким образом, использование процедуры выявления областей с доминирующими типом зависимости, позволяет не учитывать ограничения, существующие в классической статистике, связанные с видом распределения и выявить в конечном итоге зоны риска технологии. Далее, на этой основе можно построить таблицу решающих правил, обеспечивающую возможность внесения корректирующих действий (в реальном времени без изменения технологии по существу) в случае попадания какого либо из параметров технологии (состава) в зону риска. Очевидно, что построение такой таблицы решающих правил должно основываться на глубоком понимании структурных причин провалов свойств стали и особенностей эволюции структур и дефектов в ходе технологической цепочки.

Структурные и металлургические факторы неоднородности пластичности и вязкости листовых сталей

Для понимания структурных причин провалов пластичности и вязкости необходим анализ механизмов разрушения в сопоставлении с количественной оценкой разномасштабных структур. Так в сталях 16Г2АФ и 17Г1С-У низкие показатели ударной вязкости сопровождались появлением шиферообразного излома (рис.4а-в). Поверхность излома представляла собой канавки, вытянутые вдоль направления прокатки, на дне которых были неметаллические включения, обрывки ниток или пленки, которые микроанализатор (JSV-35 CF) определил как сульфиды марганца.

В изломах стали 12Г2СБ, на стенках расслоений, обнаружили оксиды алюминия размером от 3 мкм (рис.4г-е).

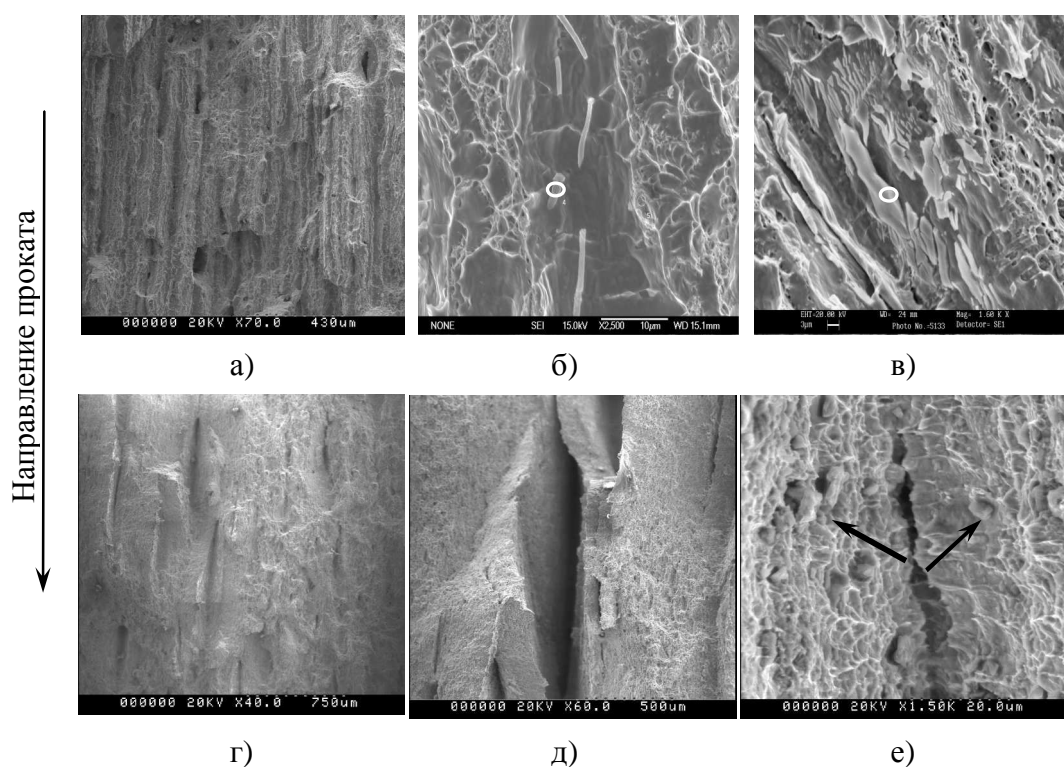


Рис. 4. Морфология поверхности разрушения ударных образцов: а) б) сталь 16Г2АФ при разных увеличениях; в) сталь 17Г1С-У; г)е) расслоения в стали 12Г2СБ; е) строение стенок расслоений.

В микроструктуре сталей наблюдалась феррито-перлитная полосчатость (рис.5). Для стали 16Г2АФ суммарная ширина полос феррита и перлита (шириной 20 ± 6 и 8 ± 3 мкм, соответственно) отвечала в среднем ширине микробороздки шиферообразного излома (по измерениям на лазерном профилографе). Сопоставление протравленного шлифа (после распила излома перпендикулярно плоскости проката) и поверхности разрушения показало, что ко дну канавок прилегают более хрупкие полосы перлита (рис.5а)

Ориентированность неметаллических включений, в первую очередь сульфидов, вдоль направления прокатки прямо следует из наблюдений металлографического шлифа (рис.5б). Отсюда можно предположить следующий сценарий развития событий. Сера при кристаллизации оттесняется в межосья дендритов. После прокатки здесь образуются нитки сульфидов. В местах соприкосновения с ними слой обогащен марганцем и туда втягивается углерод. После охлаждения с проката здесь наблюдаются полосы перлита. Далее при деформации и разрушении проявляется совместное влияние различных структурных составляющих: на границе ниток сульфидов с перлитом последовательно образуются цилиндрические поры (в различных плоскостях), и последующее их слияние. Это дает шиферообразный излом и соответствующее снижение ударной вязкости.

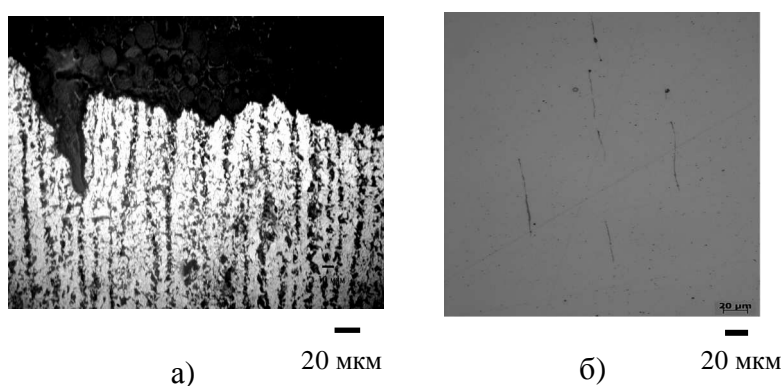


Рис. 5. Микроструктура (а) и неметаллические включения (б) в сталях 16Г2АФ и 17Г1СУ.

Дальние последствия ликвации также наблюдались и после непрерывной разливки. Так в сталях 10Г2ФБЮ и 09Г2ФБ на образцах испытания падающим грузом выявили вязкие изломы с расслоением (рис.6а) в центральной части образца. На их внутренних стенках были ленты сульфидов марганца шириной 20 ± 3 и длиной 100 ± 20 мкм. (рис.6 б,в), а также отдельные включения кубической формы (рис.6г) размером от 4 мкм. (карбиды титана).

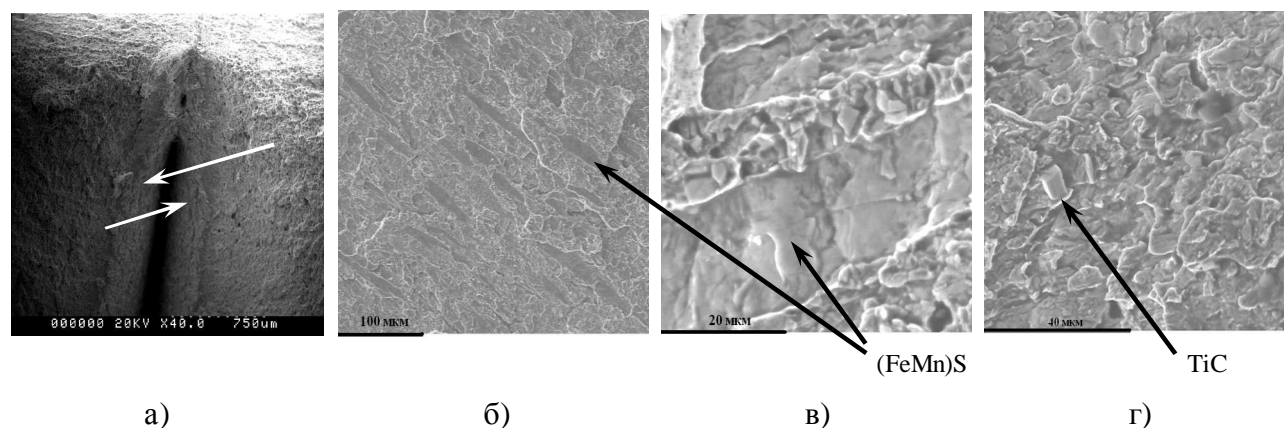


Рис. 6. Строение расслоя (а) в изломе образца ИПГ сталь 09Г2ФБ; б,в) ленты сульфидов марганца; г) включения карбидов титана.

Микроструктура по толщине листа неоднородна (рис.7), это - преимущественная феррито-перлитная полосчатость, в середине же тех листов, где наблюдались расслои, была другая структурная составляющая, которая по результатам измерения микротвердости, идентифицирована как бейнит (рис.7в).

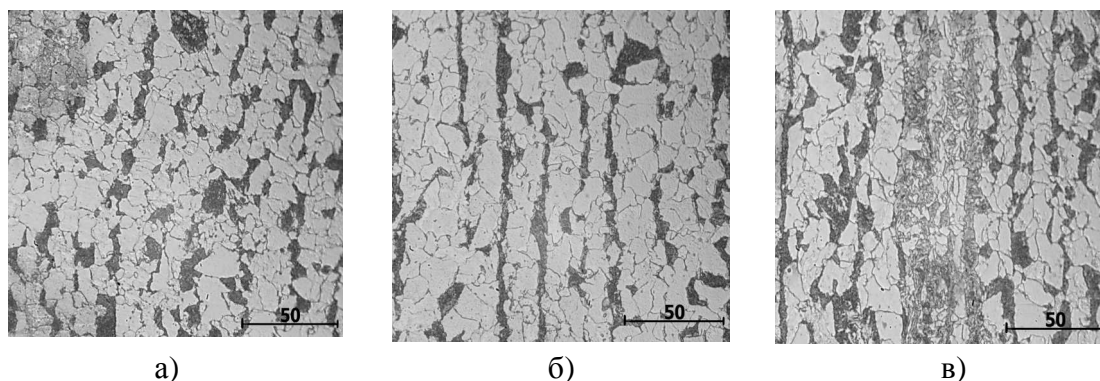


Рис. 7. Микроструктура стали 09Г2ФБ по толщине: а) край листа; б) 1/3 от края; в) середина листа.

Причина такой неоднородности микроструктуры, в особенности макростроения непрерывно литой заготовки (НЛЗ), вызванной переменной концентрацией химических элементов по толщине листа.

Асимметричность макроструктуры непрерывно литой заготовки – их характерная черта при разливке на машинах непрерывного литья заготовок радиального типа. Фронт столбчатых дендритов при кристаллизации вытесняет ликвирующие элементы практически до геометрической оси слитка. Такая неоднородная макроструктура может сохраниться на последующих этапах передела. В нашем случае, сопоставление структуры листа из стали 09Г2ФБ (в сечении, совпадающем с направлением проката) различной толщины, выявило при макротравлении сохранившийся дендритный рисунок (рис.8).

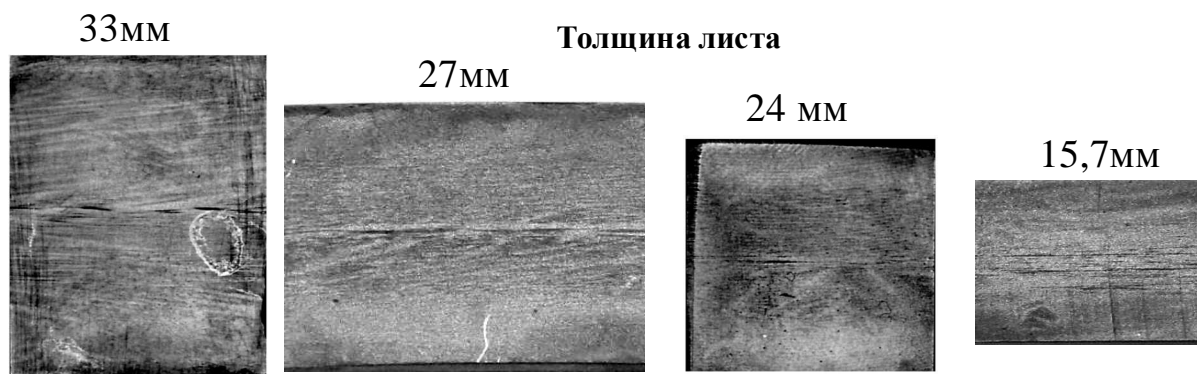


Рис. 8. Макроструктура листов из стали 09Г2ФБ различной толщины.

Если дендритное строение непрерывнолитой заготовки сохраняется в листе толщиной до ~25мм., то фронтальная ликвация, зародившаяся при разливке, может проявить себя на любой стадии производства, или при эксплуатации, так, например, как в трубах из стали 09Г2ФБ, где после травления в поперечном сечении наблюдались осевые дефекты (рис.9).

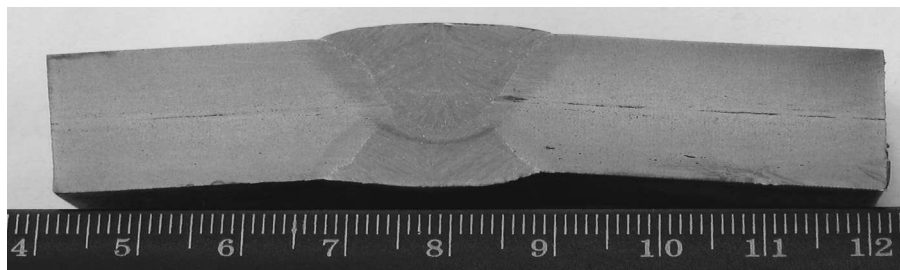


Рис. 9. Осевые дефекты в макроструктуре поперечного сечения трубы из стали 09Г2ФБ.

Такие расслои в изломе продольных образцов обычно приводят к повышению ударной вязкости. Поэтому, традиционные методы аттестации качества металлопродукции не являются достаточно эффективными. Наибольшую вероятность выявления дефектов структуры листа, обусловленных металлургическим качеством дают испытания в Z-направлении, где разрушение «самоорганизуется» в образце по грязному слою. Именно так, по скоплениям сульфидов («белые пятна» в изломе) разрушались образцы из стали 09Г2С при растяжении в третьем направлении.

Отсюда вытекает настоятельная необходимость совершенствования методов контроля, не только сопротивляемости стали разрушению, но и измерения разномасштабных структур. Это будет актуальным с одной стороны для понимания структурных механизмов провалов пластичности и вязкости, с другой - для выработки на этой основе, объективных приемов управления качеством металла, прогноза качества на ранних стадиях технологии.

Применимо к нашему случаю, например, необходимо выявить какие кластеры неметаллических включений на шлифе, при какой геометрии их размещения, в т.ч. по измерениям серного отпечатка, определяют неоднородность разрушения (по строению изломов).

Разработка процедур количественной оценки разномасштабных структур.

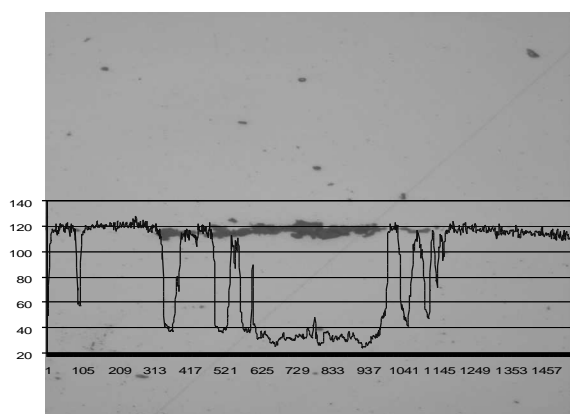
Существующие нормы в основном предусматривают качественные оценки – сравнение с эталонными шкалами (картинками). На сегодняшний день современные лаборатории все больше работают по схеме «микроскоп - цифровая камера – компьютер». Обычно цифровая регистрация предполагает получение изображения в 256 оттенках «серого». Для

последующей автоматической обработки изображений их надо бинаризовать (перевод в матрицу вида «1-0»). Это позволит, в том числе при едином алгоритме и параметрах настройки однозначно оценивать границы отдельных структурных составляющих.

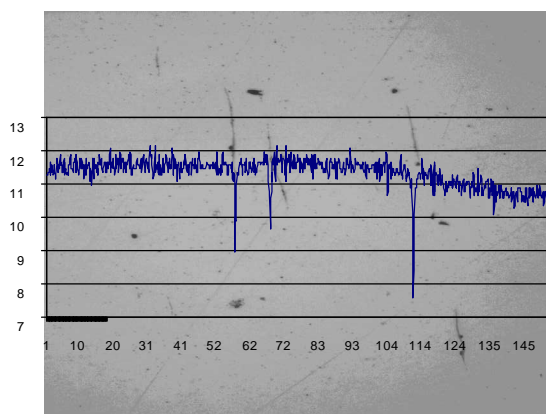
Многие программные продукты предоставляют (по умолчанию) выбор контраста потребителю, наиболее распространена схема бинаризации «на глаз». Однако это приводит к ошибке воспроизводимости результатов, поэтому вполне оправдана работа по разработке алгоритмов автоматической идентификации границ отдельных структурных составляющих.

Их выбор, должен учитывать морфологию структурной составляющей. Например, при классификации полей зрения на нетравленном шлiffe, или измерении их геометрии, объемная доля включений обычно не превышает 1,5%. (в зависимости от способа выплавки и разливки). При этом интенсивность их яркости может различаться в зависимости от природы частиц. Так, например, для исследуемых сталей размах интенсивности и яркости сульфидов и оксидов составил 66-46 единиц серого, соответственно (рис.10). Из этого в частности следует, что в данном случае, выбор контраста должен быть точечным (по элементам структуры).

В этой связи была предложена процедура последовательного сопоставления интенсивности яркости каждого пикселя с его восьмью ближайшими соседями в переходной зоне «включение - матрица», Это позволило выбрать порог бинаризации, соответствующий среднему значению интенсивностей яркости на переходном участке (рис.11).



а)



б)

Рис. 10. Интенсивности яркости изображений оксидов (а) и сульфидов (б).

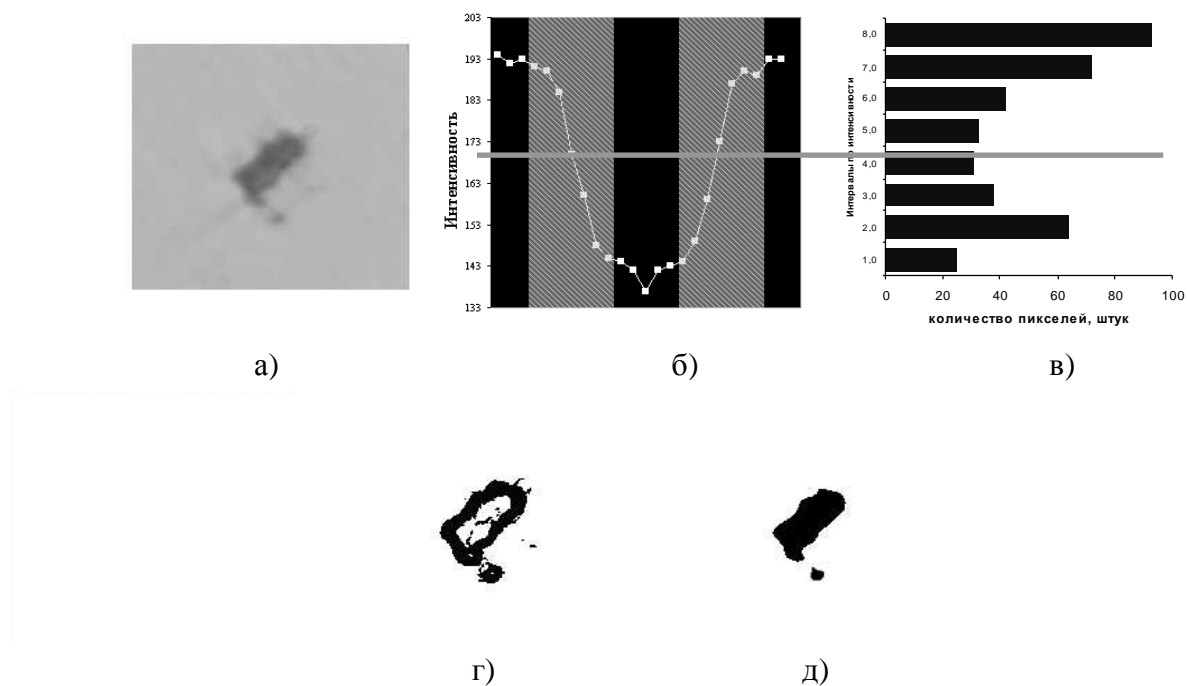


Рис. 11. Принцип поэлементной бинаризации изображений: а) исходное изображение; б) нахождение пороговых областей «объект – фон»; в) распределение интенсивностей; г) пороговая область; д) бинаризованное изображение включения.

Предложенный алгоритм дает сопоставимые результаты, при бинаризации изображений с большей долей однородных по интенсивности яркости элементов (например, серный отпечаток) (рис.12), (табл.3) с методом выбора контраста по перегибу на зависимости «площадь темных составляющих изображений - их периметр» /1/. Иные результаты получаются, когда используется стандартные процедуры бинаризации, в частности по среднему уровню интенсивности /2/.

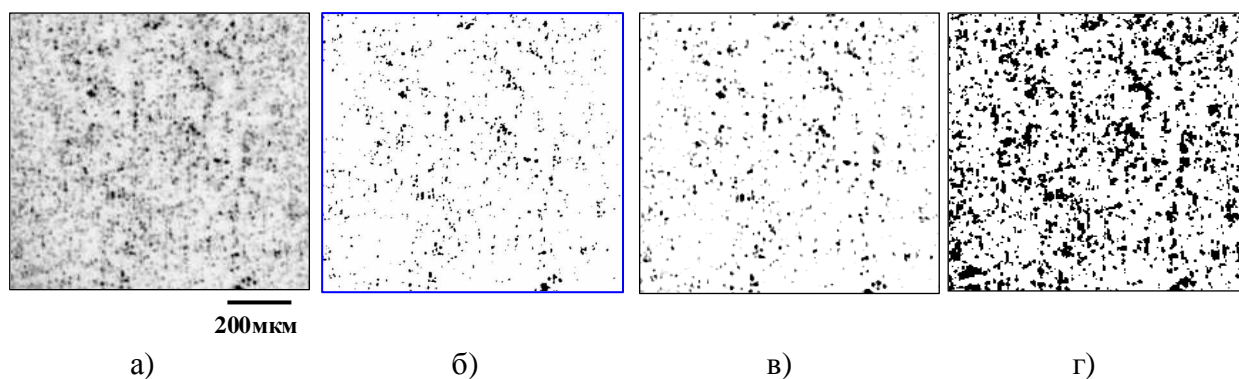


Рис. 12. Сопоставление способов бинаризации: а) исходное изображение; б) поэлементная бинаризация; в) выбор контраста перегибу на кривой «площадь темных объектов - их периметр»; г) по среднему уровню интенсивности.

Таблица 3. Определение объемной доли и анизотропии темных пятен изображений серного отпечатка при разных способах бинаризации.

Вариант	Способы бинаризации	Количественные данные	
		Объемная доля, %	Анизотропия
а	Предлагаемый способ	3,45	1,137
б	Нахождение порога по С образной кривой	6,381	1,138
в	По среднему уровню	20,46	1,231

Предложенная программа позволяет также быстро и последовательно сшивать отдельные кадры в панораму. При попадании включения (или его части) в область сканирования интенсивность пиксела на карте распределения уменьшается (рис.13). Чем больше локализация включений, тем больше наложение сканирующих областей друг на друга. Максимальному скоплению включений соответствует нулевая интенсивность. Построенная таким образом карта распределения включений дает координаты мест их локализации.

Так, на примере фрагмента серного отпечатка показаны 3 области, визуальнo идентифицированные как зоны с различной степенью концентраций темных точек, и карта распределения с местами их локализации (рис.14).

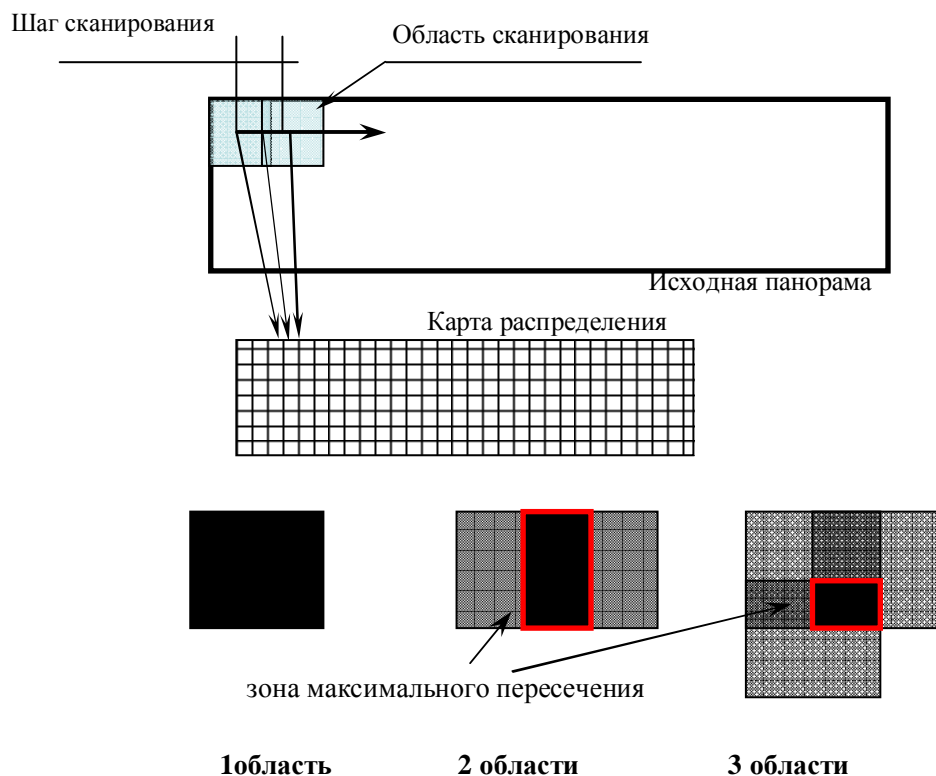


Рис.13. Составление карты распределения.

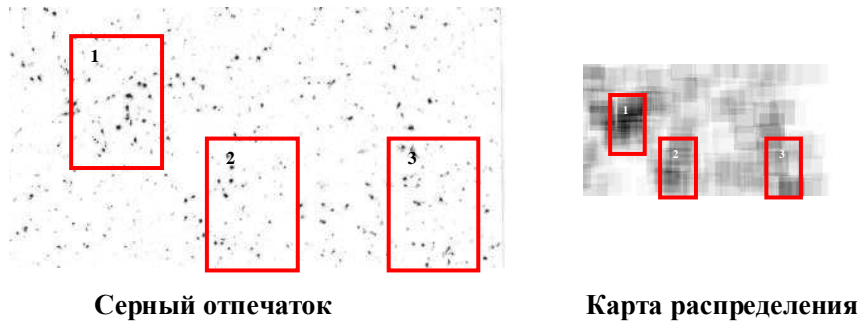


Рис. 14. Определение мест повышенной концентрации объектов на поле (на примере фрагмента серного отпечатка).

Возможности предложенного программного продукта предусматривают также очистку изображения от шумов, в частности вычитание статических шумов от пыли, в оптической системе, объемная доля которых может занимать 3-5% (что соизмеримо с уровнем загрязненности стали неметаллическими включениями).

Оценка загрязненности стали с использованием количественных процедур

Предложенные процедуры количественной оценки геометрии включений (неоднородности их размещения на шлифе) были использованы для уточнения природы расслоев в исследуемых сталях. Так, в сталях 09Г2ФБ и 10Г2ФБЮ испытания на ИПГ нередко сопровождались осевым расслоем. Для выявления критического (образования расслоя) отношения загрязненности средней части листа и основного металла (по толщине листа) анализировали образцы, в изломах которых был ярко выраженный расслой (рис.15а), не разрушенные при испытании (образец г(табл.4)) образцов с промежуточной геометрией профиля излома (рис.15б,в). Механические свойства стали при этом (табл.4) практически удовлетворяли требования технических соглашений (ТС).

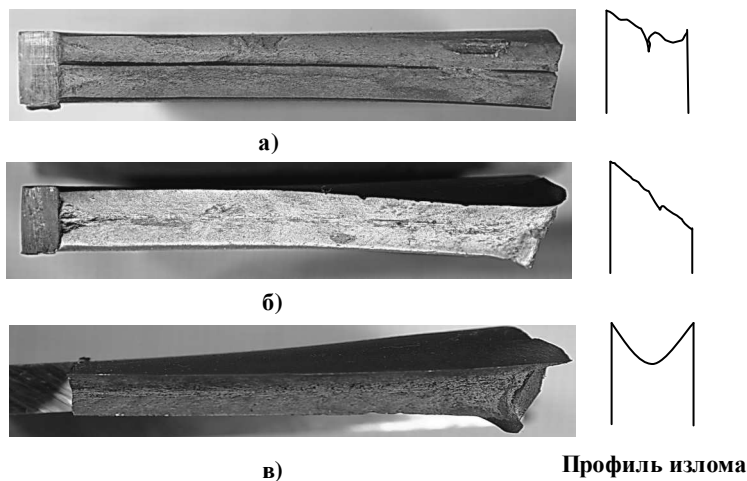


Таблица 4. Механические свойства стали 09Г2ФБ

Образец	$\sigma_{\text{т}}$, Н/мм ²	$\sigma_{\text{в}}$, Н/мм ²	δ , %	KCV, Дж/см ²	ИПГ, %
а	505	570	24,0	170,0	-
б	476	545	24,5	173,0	90
в	500	575	28,0	180,0	100
г	491	565	27,0	217,0	100
ТС	≥ 400	550- 560	≥ 23	≥ 90	≥ 85

Рис. 15. Изломы после ИПГ с расслоем (а) и с промежуточной геометрией профиля (б,в).

Металлографические изображения включений получали с использованием цифрового камеры с разрешением 3,2 мегапикселя. На всей толщине листа (9мм) общей площадью 13мм² (в масштабе образца) на вариант при увеличении в 200 раз (микроскоп Neophot 21). После обработки цифровых снимков составляли панораму и строили карту распределения включений размером от 4 мкм. и выше (рис.16).

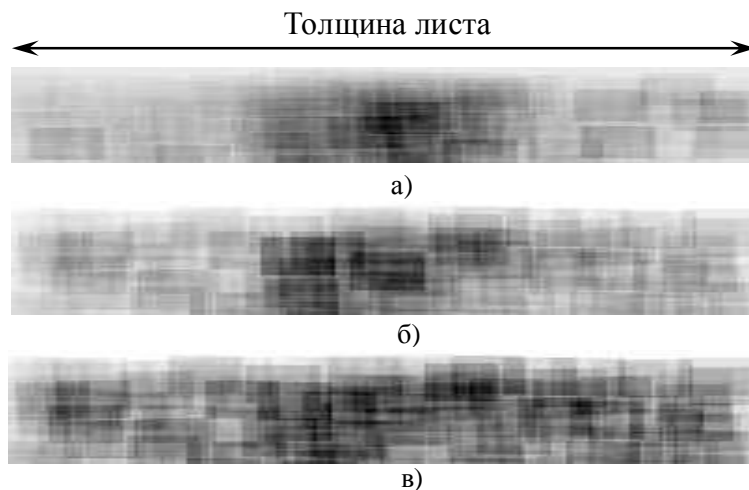


Рис. 16. Распределение включений по толщине листа 09Г2ФБ (для партий металла а-в)

По полученным картам оценивали отношение загрязненности металла в середине листа и его периферийной зоне (табл.5). Показано, что при соотношении объемных долей от 1,2 и выше вероятность появления дефекта типа расслой при механических испытаниях или в трубе велика.

Таблица 5. Соотношение объемной доли включений

Образец	Коэффициент середина/край
а	1,56
б	1,25
в	1,14
г	0,93

В стали 12Г2СБ в Z-направлении составляли панораму (x200) общей площадью 16 мм² (в масштабе листа) и строили карту распределения неметаллических включений для различных размерных групп. Максимальный контраст (плотность включений) наблюдался для частиц размером от 3 до 8 мкм. Поперечник таких кластеров составил 620-1500мкм. (рис.17). Плотность в них существенно отличалась от основной массы включений. Такие же масштабы имеют и расслоения в изломах (по результатам фрактографического анализа), что указывает на решающий вклад скоплений включений в разрушение.

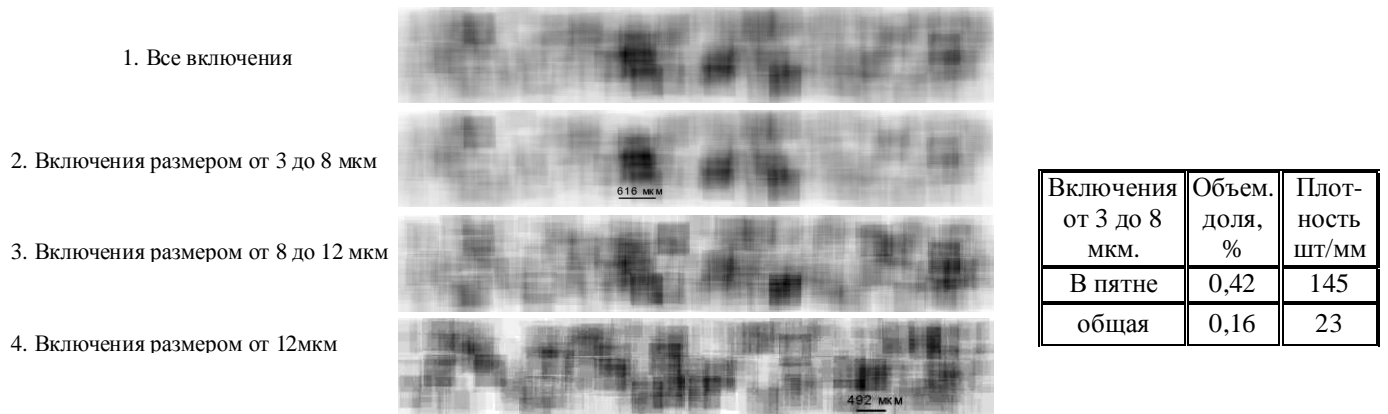


Рис. 17. Карты распределения включений в стали 12Г2СБ в Z - направлении.

Эффективность построения карт распределения включений для оценки причин разброса вязкости была подтверждена и на среднелегированных сталях другого сортамента (поковки из стали 38ХН3МФА). В частности, из сопоставления неоднородности пятен серного отпечатка и ударной вязкости (рис.18) был прямо показан вклад сульфидов в разброс ударной вязкости по сечению поковки /1/. При этом скопление пятен в центральной зоне поковки было больше чем на ее периферии.

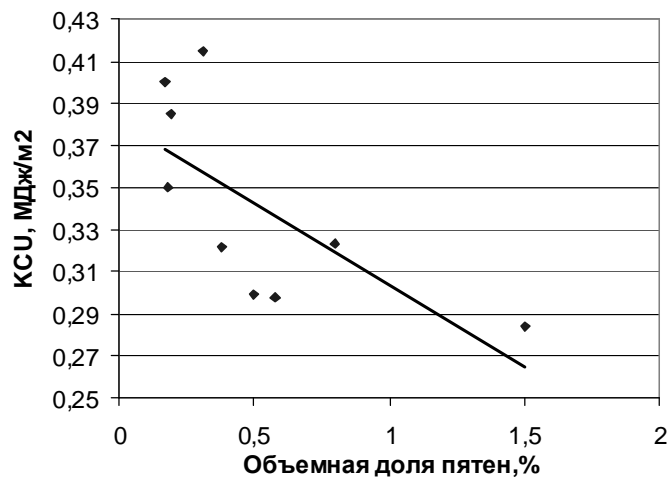


Рис. 18. Взаимосвязь объемной доли пятен серного отпечатка и ударной вязкости в крупных поковках из улучшаемой стали 38ХН3МФА (коэф. корр. -0.7).

Таким образом, полученные в работе результаты показывают, что есть настоящая необходимость в применении количественных методов измерения разномасштабных структур для объяснения причин провалов свойств стали, их прогноза на ранних стадиях технологии, и разработки на этой основе объективных приемов управления качеством листа.

ВЫВОДЫ

1. Показано, что в низколегированных сталях (трубных и строительных) эволюция структур в ходе технологического передела играет существенную роль в формировании разномасштабной структурной неоднородности, что в итоге, приводит к разбросу качества металлопродукции.
2. В конструкционных низколегированных сталях (типа 09Г2ФБ, 10Г2ФБЮ), разлитых на МНЛЗ, асимметричная структура слитка наследуется при последующем переделе, что приводит к неоднородности микроструктуры листа по сечению и появлению дефектов в листе и трубе.
3. Существующие методы производственного контроля качества процесса и продукции листа не всегда выявляют дефекты стали, имеющие металлургическую природу, что повышает риск их появления в конечном изделии.
4. Для выявления структурных причин неоднородности вязкости, предложен способ построения карт распределения неметаллических включений (определяемых морфологически и по серному отпечатку) с использованием локальной схемы выбора контраста.
5. Установлено что, причиной снижения ударной вязкости в стали 12Г2СБ послужили кластеры оксидов алюминия $\sim 600-1500\text{мкм}$. (размер включений от 3 до 8 мкм), расположенных параллельно поверхности листа. Появление расслоя в сталях 09Г2ФБ и 10Г2ФБЮ более вероятно когда, загрязненность неметаллическими включениями, в середине листа в 1,25 раза и выше чем на его периферии.
6. Показано, что для сталей 16Г2АФ и 17Г1С-У провалам ударной вязкости соответствует аномалия вязкого разрушения – шиферообразный излом. Его образование обусловлено совместным действием на разрушение ниток (плен) сульфидов и феррито-перлитной полосчатости. Появление разномасштабных структур – дальнейшие последствия ликвации.
7. На основе «раскопок данных» производственного контроля качества показана низкая эффективность сужения поля допуска для стабилизации качества металлопродукции. Развита приемы когнитивной графики для определения областей с доминирующим типом зависимости.
8. Еще раз подтверждено, что испытания на растяжение в третьем направлении (сталь 09Г2С) весьма эффективны для выявления металлургических факторов, лимитирующих пластичность и вязкость листа.

Список используемой литературы:

1. Кудря А.В., Соколовская Э.А. // Известия РАН. Серия "Физическая". 2004. Т. 68. № 10. С. 1495-1502.
2. Крупин Ю.А., Сухова Ю.Г. Компьютерная металлография. М.: Изд. Дом МИСиС, 2009. 87 с.

Основные результаты диссертационной работы в следующих публикациях:

1. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Сухова В.Г., Марков Е.А., Арсенкин А.М., Салихов Т.Ш., "Наблюдение и измерение характеристик структур, пластичности и вязкости в конструкционных сталях" // Металловедение и термическая обработка металлов. 2009. №5.
2. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Салихов Т.Ш., Кудрявцев Д.В., Скородумов С.В., "Совместное измерение разномасштабных структур при оценке причин неоднородности вязкости" // Изв. вузов. Черная металлургия 2009. № 5.
3. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Салихов Т.Ш., Пономарёва М.В., Скородумов С.В., Глухов М.Г. Оценка неоднородности качества листовых сталей // Изв. вузов. Черная металлургия. 2008. № 11. С. 30-36.
4. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Арсенкин А.М., Салихов Т.Ш. Измерения морфологии вязкого излома средствами наблюдения различной размерности. XLVII Международная конференция "Актуальные проблемы прочности", 1-5 июля 2008 года, Нижний Новгород: материалы конференции. Часть 1. – Н. Новгород, 2008, С. 309.
5. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Арсенкин А.М., Салихов Т.Ш. Микрорельеф вязкого разрушения. "Прочность и разрушение материалов и конструкций": Материалы V Международной научной конференции. Т.1. 12-14 марта 2008 г. Оренбург. С. 55.
6. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Салихов Т.Ш., Кудрявцев Д.В., Скородумов С.В. Сопоставление неоднородности структур и разрушения листовых сталей с использованием компьютеризированных методов наблюдения. В сб. тезисов докладов IV-ой Евразийской научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур" - ПРОСТ 2008. Москва, 2008 г. С. 186.
7. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Салихов Т.Ш., Котова И.П.. Выявление критических факторов металлургического качества на основе "раскопок данных" архивов заводского контроля. В сб. тезисов докладов IV-ой Евразийской научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур" - ПРОСТ 2008. Москва, 2008 года. С. 193.
8. Кудря А.В., Арсенкин А.М., Соколовская Э.А., Салихов Т.Ш. Наблюдение разрушения в конструкционной стали. В сб. тезисов XIX Уральской школы металлочелов-термистов

«Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов», посвященной 100-летию со дня рождения академика В.Д. Садовского. 2008. Екатеринбург. С. 253.

9. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Водопьянов Е.А., Пономарёва М.А., Салихов Т.Ш. Совместное влияние разномасштабных структур на колебания качества металлопродукции. В сб. тезисов научно-технического семинара "Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов", Москва. 2006. С.82.

10. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Пономарёва М.В., Салихов Т.Ш. Выявление критических факторов качества листовых сталей. В сб. тезисов докладов III-ей Евразийской научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур – ПРОСТ 2006". г. Москва. С. 80.

11. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Пономарёва М.В., Салихов Т.Ш. Факторы неоднородности пластичности и вязкости листовых сталей. В сб. тезисов II Международной школы "Физическое материаловедение" и XVIII Уральской школы металловедов-термистов "Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов", 2006 г.Тольятти. С.14