



МЕЖДУНАРОДНАЯ  
 НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ  
 КОНФЕРЕНЦИЯ  
 «ЛИТЕЙНОЕ ПРОИЗВОДСТВО  
 И МЕТАЛЛУРГИЯ 2017.  
 БЕЛАРУСЬ»



УДК 669.187

Поступила 06.09.2017

## ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ВКЛЮЧЕНИЙ В СТАЛИ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ В ЦЗЛ ОАО «БЕЛОРУССКИЙ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЙ ЗАВОД – УПРАВЛЯЮЩАЯ КОМПАНИЯ ХОЛДИНГА «БЕЛОРУССКАЯ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКАЯ КОМПАНИЯ»

## 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»

*Т. П. КУРЕНКОВА, ОАО «БМЗ – управляющая компания холдинга «БМК», г. Жлобин, Гомельская обл., Беларусь, ул. Промышленная, 37, тел. +375 2334 54720*

*T. P. KURENKOVA, OJSC «BSW – Management Company of Holding «BMC», Zhlobin city, Gomel Region, Belarus, 37, Promyshlennaya str. Tel. +375 2334 54720*

*Современные способы производства стали и сплавов не дают возможности получить металл, не содержащий неметаллических включений. Одной из главных задач металлургов является разработка и применение методов контроля, позволяющих с высокой степенью достоверности выявить критичные с точки зрения качества включения. В статье представлены обзор методов контроля включений, используемых в ЦЗЛ ОАО «БМЗ – УКХ «БМК», а также некоторые перспективные разработки, возможность и целесообразность применения которых рассматривается в настоящее время.*

*The modern ways of production of steel and alloys do not give the chance to receive metal free of nonmetallic inclusions. One of the main tasks of metallurgists is development and application of the control methods allowing to reveal inclusions, critical for the quality with high degree of credibility. The review of control methods of the inclusions used in the central enterprise laboratory of OJSC «BSW» – management company of holding «BMC» and also some perspective developments which possibility and expediency of application is considered and presented in the article.*

**Ключевые слова.** Макровключения, микровключения, микроскопия, качество, статистическая значимость.

**Keywords.** Macroinclusions, microinclusions, microscopy, quality, statistical importance.

Проблема неметаллических включений – одна из самых актуальных проблем, стоящих перед металлургами и металловедами, которые занимаются получением и обработкой качественных сталей. К сожалению, наличие включений может свести на нет все усилия, затраченные на разработку состава стали и технологии ее производства.

Неметаллические включения являются неотъемлемой частью структуры любой стали, свойства которой существенно зависят от структурного состояния, в том числе от природы, количества и распределения неметаллических включений.

Включения в стали могут иметь размеры от дисперсных, неразличимых при обычно применяемых увеличениях микроскопа, до крупных, видимых невооруженным глазом и имеющих иногда протяженность в несколько десятков миллиметров, поэтому различают макровключения размером более 1 мм и микровключения, размеры которых менее 1 мм.

Методы определения загрязненности металла макро- и микровключениями различны. Для определения степени загрязненности металла макровключениями в лабораториях ЦЗЛ ОАО «БМЗ – УКХ «БМК» используется метод синего излома, указанный в стандарте ISO 3763 «Деформируемые стали – Макроскопические методы определения содержания неметаллических включений». Сущность метода состоит

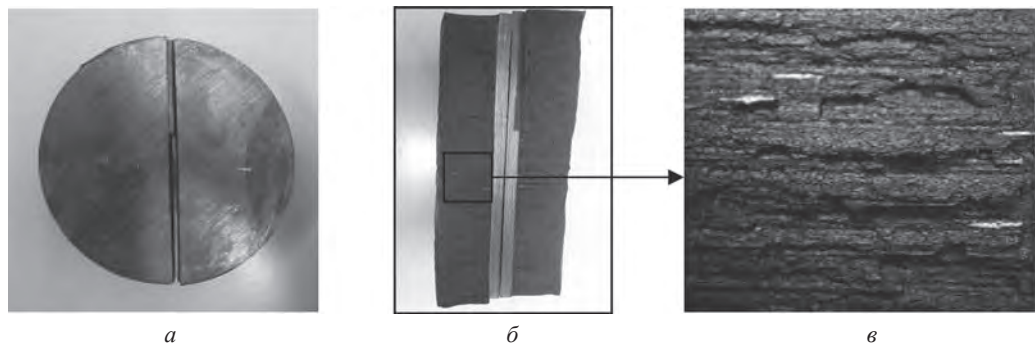
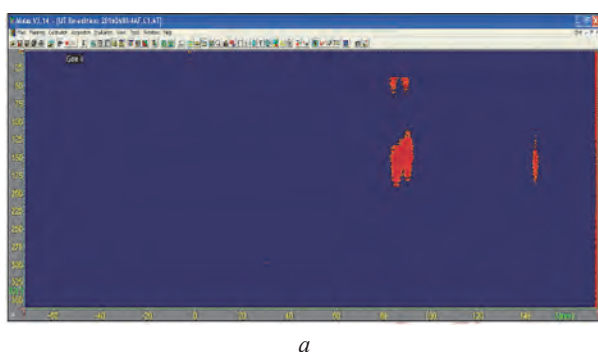


Рис. 1. Вид образца для оценки макровключений методом синего излома: *а* – вид темплета после термообработки и разрушения; *б* – вид излома темплета; *в* – вид неметаллических включений в зоне излома



Номер включения	Глубина включения от поверхности, мм	Длина включения, мм
1	23.7	0.25
2	23.4	2.0
3	26.9	1.75
4	26.6	0.5
5	26.4	0.75
6	14.2	1.25
7	32.7–33.0	8.75
8	27.5	11.0
9	31.5	2.0
10	30.7	3.25

Рис. 2. УЗ изображение включений (*а*) и результаты испытаний (*б*) образца прутка диаметром 70 мм из стали 100Cr6

в определении общего количества и распределения неметаллических включений, видимых на поверхности продольного излома, нагретого до температуры 300–350 °С, вызывающей синий цвет побежалости. Включения при этом имеют вид белых строчек (рис. 1). Неметаллические включения контролируются путем подсчета в полученном изломе количества включений с использованием параметра длины и (или) толщины включений. Образец для испытания может иметь надрез, который упрощает излом образца для испытания.

Одним из способов обнаружения макровключений включений является метод погружения в иммерсионной ванне. На рис. 2 показано изображение включений, полученное при использовании данного метода, и приведены характеристики включений (глубина от поверхности и длина включения) при испытании образца прутка диаметром 70 мм из стали 100Cr6.

Традиционными методами оценки загрязненности металла микровключениями являются металлографические методы, которые можно разделить на методы сравнения загрязненности шлифа включениями с эталонными шкалами и методы подсчета включений на нетравленном шлифе с определением объемного или массового количества включений. Загрязненность конструкционных сталей и сплавов оценивают по ГОСТ 1778-70 «Сталь. Металлографические методы определения неметаллических включений», подшипниковых марок сталей – по ГОСТ 801-78 «Сталь подшипниковая. Технические условия», которые включают в себя как балльную оценку включений, так и подсчет их количества и определение размеров. Многие международные и иностранные стандарты, такие, например, как американский ASTM E 45-13 «Стандартные методы испытания для определения включений в стали» также предполагают балльную оценку загрязненности стали неметаллическими включениями. Существуют методы, согласно которым за определенное количество и размеры включений исследуемым образцам присваиваются так называемые штрафные баллы или индексы. Такая система оценки описана, например, во французском стандарте NFA 04-107 «Iron and Steel – Micrographic method of determination of the non metallic inclusion content of unalloyed wire rod from SAI Global».

При металлографическом методе контроля оцениваются количество, размер, тип (сульфиды, силикаты, алюминаты, нитриды), а также способность к деформации включений (например, хрупкие, деформируемые или недеформируемые). Для металлографического определения типа (или состава включения) используются методы наблюдения в светлом и темном поле, поляризованном свете. Накопленный



Рис. 3. Растровый электронный микроскоп Tescan Vega II LSH, оснащенный рентгеновским микроанализатором INCA Energy 350

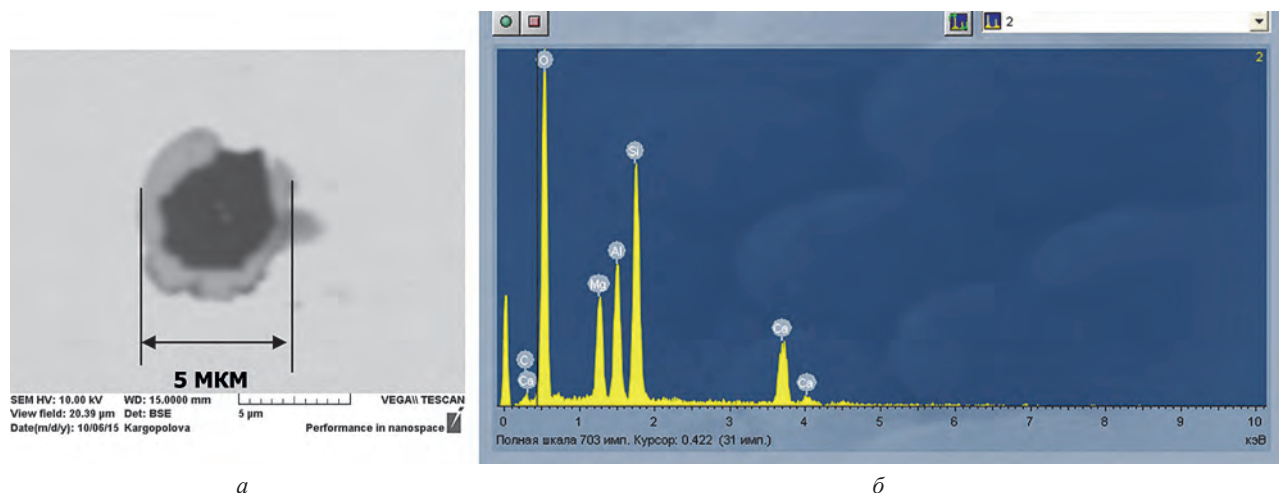


Рис. 4. Анализ неметаллического включения на РЭМСРМА: *а* – определение размера включения; *б* – характеристический спектр элементов, полученный при анализе состава включения

опыт исследований позволяет с высокой степенью вероятности по оптическим свойствам, таким, как цвет, прозрачность, изотропность, определить примерный состав включений. В настоящее время в ЦЗЛ для более точного анализа количества и химического состава включений в высококачественных сталях используется метод электронной микроскопии и рентгеновского микроанализа, в основном для контроля качества катанки, предназначенной для производства металлокорда.

На рис. 3 представлен вид установленного в металлографической лаборатории ЦЗЛ растрового электронного микроскопа Tescan Vega II LSH, оснащенного рентгеновским микроанализатором INCA Energy 350.

Оценка загрязненности стали неметаллическими включениями производится на образцах катанки диаметром 5,5 мм, предназначенной для производства металлокорда. Все оксидные включения размером более 1 мкм подвергаются микрорентгеноспектральному анализу. Для этого электронный пучок направляется на исследуемое включение (рис. 4, *а*), производятся сбор характеристического спектра (рис. 4, *б*) и расчет содержания оксидных фаз во включении, фиксируется их размер. После исследования необходимого количества включений на треугольную диаграмму наносятся точки, каждая из которых соответствует конкретному включению. В итоге по каждой исследованной плавке формируется отчет в виде диаграммы, характеризующей преимущественный состав включений, а также представляется информация об их количестве, выраженная как плотность включений на квадратном сантиметре, и размерах. При контроле каждого образца необходимо обеспечить анализ не менее 10% площади образца.

На рис. 5 приведены примеры диаграмм распределения оксидных неметаллических включений по химическому составу, а в таблице – распределение включений по размерам на образцах катанки диаметром 5,5 мм двух плавков марок стали 80К и 80Б, предназначенных соответственно для производства металлокорда и бортовой проволоки. Как известно, с точки зрения способности к деформируемости одни-



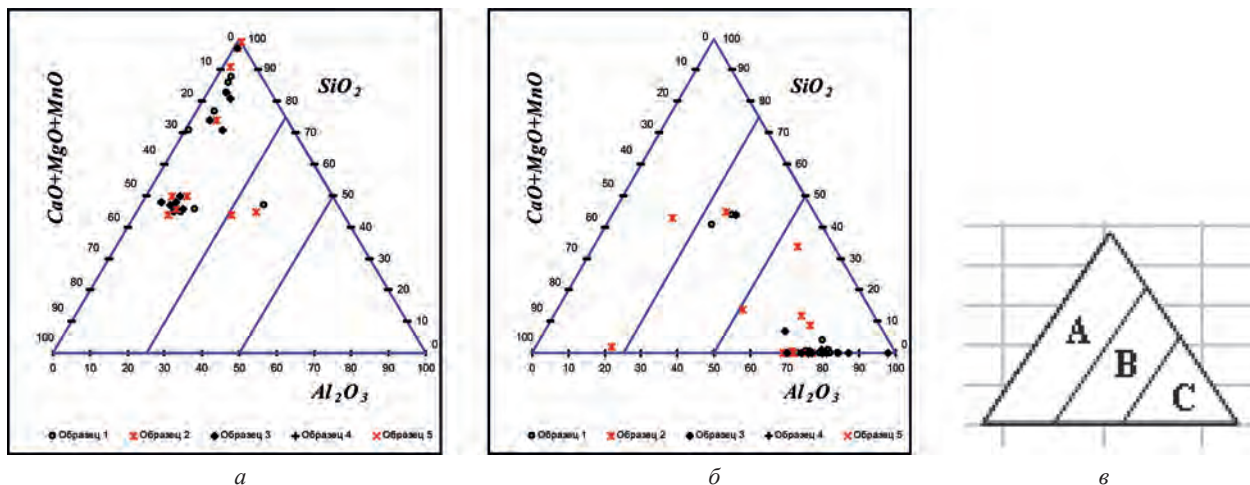


Рис. 5. Диаграммы распределения неметаллических включений по химическому составу: а – плавка марки стали 80К; б – плавка марки стали 80Б; в – обозначение зон тройной диаграммы

ми из самых опасных являются оксидные включения с высоким содержанием  $Al_2O_3$ . Поэтому включения, соответствующие зоне С тройной диаграммы (рис. 5, в), имеют критическое значение для катанки, предназначенной для производства тонкой проволоки для металлокорда.

**Характеристики загрязненности катанки неметаллическими включениями**

Марка стали	Назначение	Плотность НВ, вкл/см <sup>2</sup>	Количество неметаллических включений размером, мкм					Химический состав НВ, вкл/см <sup>2</sup>		
			1	2	3	4	5	А	В	С
80К	Производство металлокорда	365	7	19	3	0	0	328	37	0
			23%	63%	10%	0	0	90%	10%	0%
80Б	Производство бортовой проволоки	506	1	13	10	5	1	39	78	389
			26%	33%	26%	13%	3%	8%	15%	77%

Микроскопические методы, к которым относится и электронно-микроскопический, хорошо подходят для оценки загрязненности стали включениями размером до 30 мкм. Более крупные включения, критичные с точки зрения качества в чистых сталях, встречаются редко. Поэтому для проведения статистически значимой оценки по наличию крупных включений методами электронной или оптической микроскопии требуется исследование очень большого количества микрошлифов. Для получения статистически значимой оценки чистоты стали по неметаллическим включениям могут быть использованы методы ультразвукового контроля.

Также известны методы определения крупных включений, основанные на том, что неметаллические включения, являясь концентраторами напряжений, отрицательно влияют на механические и особенно усталостные свойства сталей и изделий из них. При усталостном испытании образец подвергается циклическому нагружению до разрушения, после чего в изломе с помощью растрового электронного микроскопа с рентгеновским микроанализатором исследуются неметаллические включения, определяется их размер и состав.

К сожалению, данный метод имеет существенный недостаток: на проведение одного испытания затрачивается около 2 сут.

С целью повышения оперативности оценки загрязненности неметаллическими включениями качественных и высококачественных сталей в ЦЗЛ ОАО «БМЗ – УКХ «БМК» рассматривается возможность использования альтернативных методов контроля неметаллических включений, при которых используется оптическая эмиссионная спектрометрия с импульсным избирательным анализом и фракционное термическое разложение.

Так, интерес представляет метод Spark-DAT, который разработан специалистами швейцарской фирмы «Thermo Fisher Scientific» и применяется в оптико-эмиссионной спектрометрии. Суть метода состоит в том, что во время искрового разряда, создаваемого в атмосфере аргона между вспомогательным электродом и анализируемым металлическим образцом, продуцируется несколько тысяч искр, в которых сгорает около 100 мг анализируемого вещества с поверхности металла. При этом очень точно задается

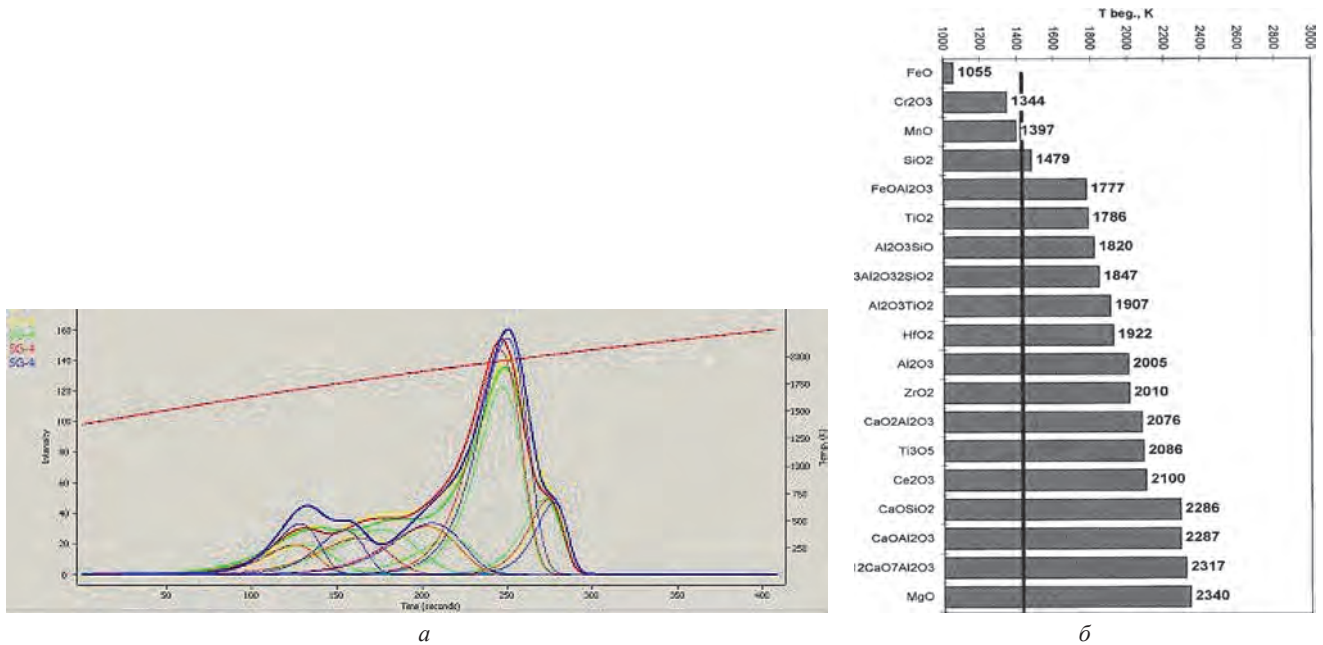


Рис. 6. Эвалограмма газовыделения кислорода образцов стали ШХ15, полученная в ИМЕТ им. А. А. Байкова РАН (а), и температурные максимумы восстановления различных оксидных соединений (б)

время испускания каждой в отдельности искры и фиксируется сигнал, получаемый при возбуждении элементов анализируемого участка вещества. Соответственно можно получить информацию о химическом составе каждого конкретного участка на поверхности пробы, куда ударила конкретная искра. Для того чтобы точно отличить включение от растворенного элемента, задаются соответствующие границы интервала, внутри которого колеблется интенсивность сигнала от растворенной примеси. Размер включения оценивается по интенсивности сигнала от попавшей в него искры. Безусловное преимущество – высокая скорость проведения анализа.

Метод фракционного газового анализа (ФГА) может быть использован для определения неметаллических включений в аналитических системах анализа газов (кислорода и азота) в стали. Эти элементы определяются методом восстановительного плавления в графитовом тигле в токе несущего газа (гелия или аргона) в печи сопротивления. Метод основан на различии температурных зависимостей термодинамической прочности оксидов, в которых находится основная часть связанного в металле кислорода. Задавая режимы монотонного нагрева образца в графитовом тигле анализатора со скоростью 2–4 К/с, получают эвалограмму газовыделения кислорода, которая представляет спектр пиков, каждый из которых соответствует тому или иному типу оксидных включений. Пики имеют свои характеристические температуры начала и максимума восстановления, по которым возможна идентификация соединений (рис. 6).

Современные способы производства стали и сплавов не дают возможности получить металл, не содержащий неметаллических включений. Больше или меньшее количество включений существует в любой стали в соответствии с ее составом и условиями производства. В настоящее время наиболее актуальным для специалистов ЦЗЛ ОАО «БМЗ – УХХ «БМК» является вопрос комплексного использования различных методов, позволяющих достоверно определить наличие включений критического размера и состава в высококачественных сталях для своевременной корректировки процесса выплавки и обеспечения необходимого уровня качества стали.

### Литература

1. Губенко С. И., Парусов В. В., Деревянченко И. В. Неметаллические включения в стали. Днепропетровск, АРТ-ПРЕСС, 2005.
2. Червяков А. Н. Металлографическое определение включений в стали. Москва, Metallurgizdat, 1953.
3. Алексеенко А. А. Методы оценки чистоты стали. Краткий обзор.
4. Красовский П. В., Шibaев С. С., Григорович К. В. Определение форм нахождения кислорода в нержавеющей сталях методом восстановительного плавления. «Заводская лаборатория. Диагностика материалов» № 6. 2006.
5. Böhlen Jean-Mark, Yellepeddi Ravi. Thermo Fisher Scientific. Применение оптической эмиссионной спектрометрии для комбинированного количественного анализа и сверхскоростного анализа неметаллических включений в металлургии. «Литье и металлургия» № 1. 2012.
6. Detecting large inclusion in steels: evaluation methods / Ekengren J., Bergstrom J. // Steel Research International. 2009.80. № 11.