



МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗМЕРОВ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ВКЛЮЧЕНИЙ В МЕТАЛЛЕ СВАРНЫХ ШВОВ НИЗКОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ

Чл.-кор. НАН Украины Г. М. ГРИГОРЕНКО, В. Ф. ГРАБИН, В. В. ГОЛОВКО, кандидаты техн. наук, В. А. КОСТИН, И. И. АЛЕКСЕЕНКО, Л. М. КАПИТАНЧУК, инженеры (Ин-т электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины)

Методика предполагает использование цифровых методов получения изображений применительно к растровому электронному и световому микроскопам. Применение оптического метода определения размеров включений с использованием цифровой камеры дает возможность определять включения, размер которых превышает 0,07 мкм.

Ключевые слова: низколегированная сталь, сварной шов, неметаллические включения, структура, цифровое изображение, электронная микроскопия

В научно-технической литературе последних лет наблюдается большой интерес к проблемам, связанным с условиями формирования структурных составляющих в металле шва. Исследования, выполненные в этой области, направлены на углубление представлений о механизмах зарождения, роста и развития как самой структуры, так и неметаллических включений (НВ), формирующихся в составе литого металла. Такие работы требуют новых подходов к вопросам методики проведения количественных определений ультрадисперсных компонентов структуры (например, НВ размером 0,08... 0,2 мкм) с использованием оптических и электронных микроскопов.

В настоящее время широко распространен металлографический метод определения размеров НВ с использованием светового микроскопа (СМ) и автоматизированных приборов типа «Квантимет», «Омнимет», «Эпиквант» и др. Однако эти приборы имеют сравнительно низкую разрешающую способность — возможно определение включений, размер которых превышает 0,27 мкм (физически минимальный размер объектов, доступных для изучения в СМ). Это связано с тем, что объекты, размер которых меньше длины волны света ($\lambda = 270$ нм), не регистрируются. При этом не учитываются более мелкие частицы, с размерами которых многие исследователи связывают формирование структуры игольчатого феррита, обеспечивающего оптимальное сочетание прочностных и пластических свойств сварных низколегированных швов.

Сегодня все большее применение находят цифровые методы получения изображений (например, с помощью цифровых камер или фотоаппаратов). Затем оцифрованное изображение подвергается анализу с помощью соответствующего программного обеспечения. В результате получают цифровой набор данных, содержащих значительный объем информации, проанализировав который можно по-

лучить размерные характеристики исследуемого объекта.

В этой связи актуальным является использование современных средств для выявления неметаллических частиц размером менее 0,5 мкм.

Для анализа размеров НВ был использован растровый электронный микроскоп (РЭМ) JSM-840 фирмы «Jeol» (Япония) с системой микроанализаторов фирмы «Link Systems» (Англия). Разрешающая способность микроскопа 40 нм, ускоряющее напряжение 5... 35 кВ, ток пучка 10^{-7} ... 10^{-11} А. Исследования проводили в режиме вторичных и обратно-рассеянных электронов. Использовали также СМ «Неофот-32» с цифровой фотокамерой OLYMPUS C-3000ZOOM. Общая матрица изображения в ней составляет 3340000 пикселей. Максимальное разрешение камеры 2048×1536 пикселей. Для оперативного управления используется 1,8" цветной LCD дисплей. В режиме ZOOM укрупнение камеры изменяется от 1 до 10 раз. На рис. 1 приведена блок-схема системы анализа НВ.

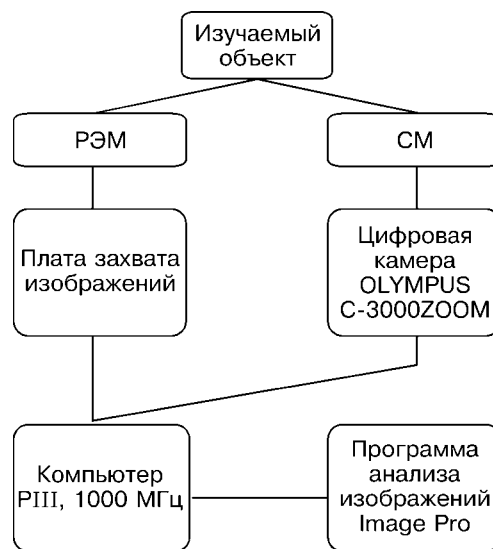


Рис. 1. Блок-схема системы анализа НВ

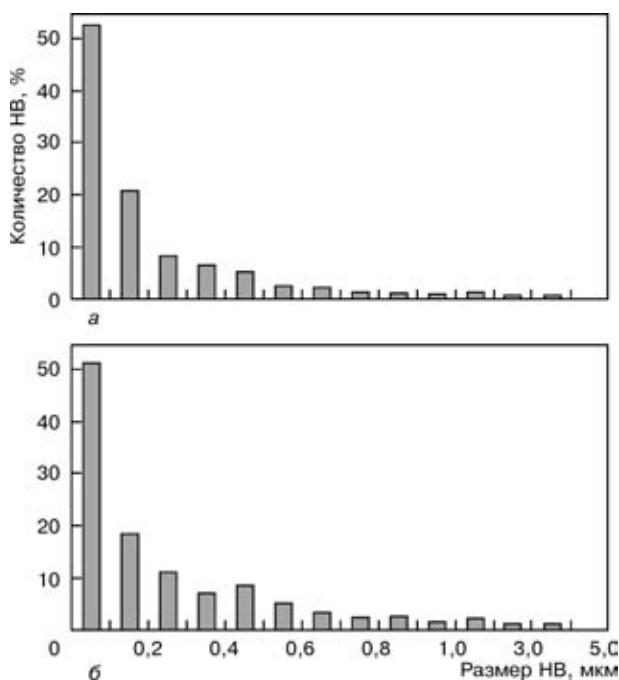


Рис. 2. Распределение НВ по размерам с использованием РЭМ (а) и СМ (б)

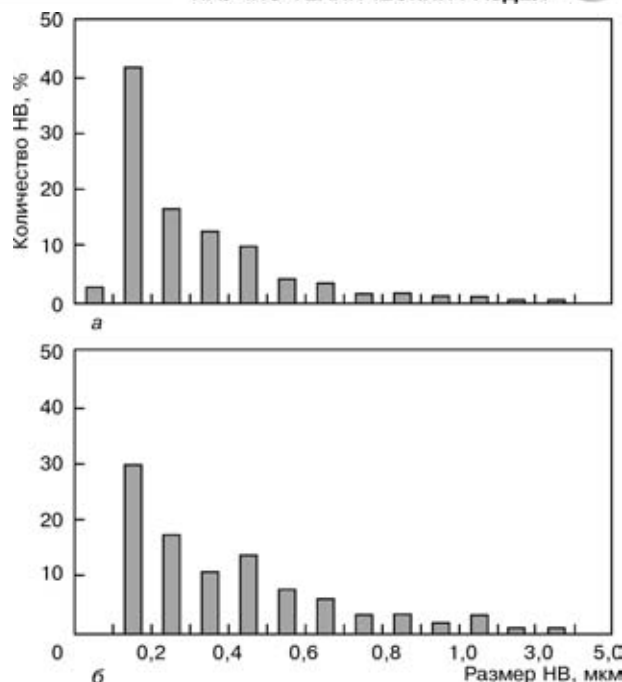


Рис. 3. Распределение НВ по размерам с учетом удаленных шумов: а – РЭМ; б – СМ

В качестве объекта исследований был выбран шлиф металла шва на стали 14ХГНДЦ, выполненный дуговой сваркой под флюсом (полированный, нетравленный). Предварительно шлиф был подвергнут ионной очистке для удаления с его поверхности различных загрязнений. Полученное цифровое изображение с помощью программы Image Pro преобразовывалось в двухцветное, где изображение одного цвета соответствовало матрице, а другого – НВ (без разграничения их типа). Заметим, что обычно в металле шва наблюдаются НВ различного типа. Как следствие включения имеют различный уровень серого цвета в оцифрованном виде. На этом этапе не стояла задача классификации включений по типам, хотя ее пос-

тановка вполне реальна. Все включения условно отнесены к одному классу, уровень верхнего и нижнего порога детектирования устанавливали таким образом, чтобы все они анализировались. Данные о размере и площади включений, полученные с помощью программы Image Pro, пересылали в написанную программу для нахождения распределения включений по размеру, построения гистограммы и вывода графиков на печать. С целью повышения достоверности полученных результатов анализ проводили на десяти независимых участках. Зная общую площадь, на которой подсчитывались включения, определяли также объемную долю НВ с использованием РЭМ и СМ. Полученные результаты представлены на рис. 2. Сопоставив результаты, полученные с использованием РЭМ и СМ, установили, что объемная доля НВ находится в достаточно хорошем согласии друг с другом – соответственно 1,2 и 1,0 %. Вместе с тем наблюдаются некоторые характерные особенности. Во-первых, оба метода показывают чрезвычайно высокое содержание самых мелких включений – до 0,1 мкм; во-вторых, результаты, полученные на РЭМ, дают большее количество мелких включений, тогда как при исследовании с использованием СМ доля средних и крупных возрастает; в-третьих, характер кривой распределения НВ при использовании РЭМ и СМ остается постоянным.

Распределение количества НВ по размерам

Размер включений, мкм	РЭМ		СМ	
	Количество, шт.	%	Количество, шт.	%
0,0...0,1	17	2,982456	0	0
0,1...0,2	240	42,10526	88	29,93197
0,2...0,3	94	16,49123	52	17,68707
0,3...0,4	74	12,98246	32	10,88435
0,4...0,5	57	10,00000	41	13,94558
0,5...0,6	25	4,385965	23	7,823129
0,6...0,7	20	3,508772	18	6,122449
0,7...0,8	11	1,929825	10	3,401361
0,8...0,9	10	1,754386	10	3,401361
0,9...1,0	7	1,228070	5	1,700680
1,0...2,0	9	1,578947	9	3,061224
2,0...3,0	3	0,526316	3	1,020408
3,0...4,0	3	0,526316	3	1,020408
4,0...5,0	0	0	0	0

Примечание. Усредненная объемная доля НВ в исследуемом поле – 1,21 (РЭМ), 1,0 % (СМ).

Проанализировав полученные результаты по НВ с размерами до 0,1 мкм, было высказано предположение, что они включают также шум электронного микроскопа и цифровой камеры, которые протектированы как включения размером до 0,1 мкм. Для того чтобы отделить при детектировании шум от ультрадисперсных включений, был предложен следующий методологический подход. В качестве анализируемого использован образец из чистого серебра (99,99 %). В связи с высокой чистотой

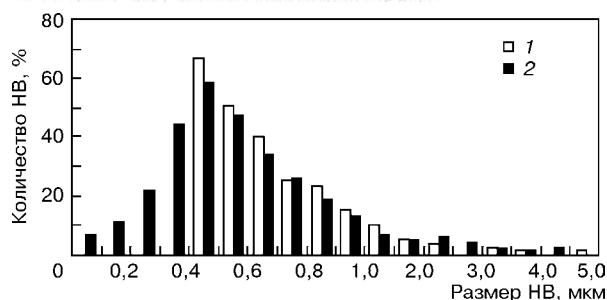


Рис. 4. Гистограмма распределения НВ, полученных с помощью СМ (1), оборудованного цифровой камерой, и анализатора изображений «Омнимет» (2)

в исследуемом образце не должны наблюдаться НВ, а любые включения, которые будут протектированы, связаны с электронным шумом регистрирующих приборов. В результате экспериментально был установлен порог (0,07 мкм), при котором шум не детектировался. Скорректированные результаты с учетом удаленных шумов представлены в таблице и в виде гистограммы (см. рис. 3).

Таким образом, при использовании РЭМ наблюдается большее количество высокодисперсных НВ в диапазоне размеров 0,1... 0,5 мкм, тогда как в диапазоне более 0,5 мкм данные, полученные с помощью СМ и РЭМ, практически совпадают. Это обстоятельство связано с более высокой разрешающей способностью РЭМ, что приводит к возможности детектирования более мелких НВ. В связи с тем, что при исследовании в СМ используются сравнительно невысокие увеличения, общая изучаемая площадь в этом случае намного больше, чем площадь, исследуемая в РЭМ, т. е. для получения достаточно надежных результатов при определении сравнительно крупных НВ, необходимо в РЭМ значительно увеличить количество изучаемых полей. С целью изучения возможности определения размеров включений, меньше 0,07 мкм, выполнены аналогичные исследования с использованием РЭМ при увеличении в 5000 раз. Анализируя результаты, полученные при большом увеличении, приходим к выводу, что значительную роль начинает играть теневой слой (лежащий между включением и матрицей), формирование которого связано с тем, что размер пикселя изображения становится сопоставим с размером

включения. Так, если при $\times 1000$ он составлял порядка 1... 2 пикселей, то при $\times 5000$ он соизмерим с размером самих включений. Причем, чем меньше размер частицы, тем выше ошибка при определении размера. Поэтому объемная доля включений, определяемая при $\times 5000$, может заметно изменяться в пределах от 0,1 до 7... 8 %, что непосредственно связано с уменьшением изучаемой области. Проведенные исследования показали, что для достижения достоверных результатов необходимо анализировать не менее 250... 300 полей. При этом установлено, что минимальный размер определяемых частиц составляет 0,022 мкм.

В заключение необходимо отметить, что сопоставление гистограммы распределения НВ, полученных с помощью СМ, оборудованного цифровой камерой, и данных, определенных с помощью анализатора изображений «Омнимет», показало их достаточно хорошее соответствие в области размеров включений более 0,5 мкм (рис. 4, образцы вырезаны из другого участка шва). Однако объемная доля НВ, полученных с помощью цифровой камеры, оказалась несколько выше, чем объемная доля включений, полученных автоматизированным методом, — соответственно 1,0 и 0,6 %. Это связано с тем, что при подсчете включений анализатором изображений не определяются включения размером менее 0,5 мкм. Применение оптического метода определения размеров НВ с использованием цифровой камеры дает возможность определять включения, размер которых превышает 0,07 мкм, что недоступно на данном этапе для металлографического метода и автоматизированных систем анализа изображений.

На основании проведенных исследований можно утверждать, что значение объемной доли и характер распределения НВ, размеры которых меньше 0,5 мкм, следует определять с использованием РЭМ или СМ, снабженного цифровой камерой. Если в металле шва средний размер включений меньше 0,5 мкм, можно использовать традиционные методы подсчета НВ.

Разработанную методику можно использовать не только для подсчета НВ, но и для определения размера и характера распределения любых типов структурных составляющих в металле шва.

Described is the procedure which provides for the use of numerical imaging methods for scanning electron and light microscopes. The optical method employed for determination of sizes of inclusions using a digital camera makes it possible to determine inclusions more than 0.07 μm in size.

Поступила в редакцию 16.05.2002