

ЧЕРНЫЕ МЕТАЛЛЫ



Перевод с немецкого МАЙ 2007

stahl
und
eisen

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ ЖУРНАЛ

ПО АКТУАЛЬНЫМ ПРОБЛЕМАМ МЕТАЛЛУРГИИ, МАШИНОСТРОЕНИЯ И ПРИБОРОСТРОЕНИЯ
ЗАРУБЕЖНЫХ СТРАН

REVUE DE

METALLURGIE



Оценка металлургического качества никелевых жаропрочных сплавов

А. А. Казаков, Д. В. Киселев*

Разработан анализатор изображения Thixomet® для панорамных металлографических исследований. Thixomet® состоит из основного модуля, к которому подключаются дополнительные модули, реализующие различные методики металлографических исследований и основанные на отечественных и зарубежных стандартах. Одним из таких дополнительных модулей является «металлургическое качество суперсплавов». В статье рассмотрены особенности работы этого модуля, а также возможности использования полученных с его помощью результатов для решения задач управления качеством металлопродукции.

В мировой практике уже несколько десятилетий для металлографических исследований успешно используются такие анализаторы изображений, как Quantimet, Omnimet, Clemex, Leco и др. Однако часто возможности этих универсальных анализаторов изображений недостаточны для решения специфических задач описания структуры материалов, например, металлургического качества жаропрочных никелевых сплавов.

Еще десять лет назад на российском рынке практически отсутствовали отечественные анализаторы изображений, что, однако, нельзя объяснить отставанием России в развитии теории количественной металлографии. Всемирно признанным основателем этой теории является С. А. Салтыков, который еще в начале пятидесятых годов XX века разработал основные принципы стереологии как науки. Профессор Ирвин Андервуд (Ervin E. Underwood) с коллегами из Университета в Атланте, США, настолько увлекся переводом второго издания книги С. А. Салтыкова «Стереометрическая металлография» (1958 г.), что в 1970 г. издал собственную книгу «Количественная стереология» [1], которая вышла в свет одновременно с уже третьим изданием книги С. А. Салтыкова [2]. Безусловно, причиной отсутствия отечественных анализаторов изображения в те годы была дороговизна или отсутствие аппаратного обеспечения (цифровых и аналоговых камер, фреймграбберов, мощных персональных компьютеров). В настоящее время, эти «аппаратные» ограничения преодолены, поэтому теоретические основы количественной металлографии и обработки изображений [1–4], технический прогресс в компьютерных технологиях и цифровом телевидении сделали возможным разработку отечественных анализаторов

изображения, одним из первых среди которых был Thixomet.

Thixomet имеет несколько специализированных модулей для решения конкретных технологических задач [5], вплоть до трехмерной реконструкции структуры по плоским сечениям [6]. В остальных модулях реализованы измерения в соответствии с отечественными и зарубежными стандартами для оценки неметаллических включений, размера зерна и др. Все модули Thixomet объединяет новая для количественной металлографии возможность: производить, наряду с классическими «от поля к полю», панорамные исследования структуры материалов [7]. Далее проиллюстрирована работа Thixomet для оценки металлургического качества паспортной шихтовой заготовки из жаропрочных никелевых сплавов.

Особенности технологии. Известно, что технология получения готовых изделий из никелевых жаропрочных сплавов (например лопаток газовых турбин) состоит из нескольких этапов. Сначала из первородных шихтовых материалов в больших вакуумных индукционных печах получают паспортную шихтовую заготовку (ПШЗ), которую режут на небольшие части и используют в малых вакуумных индукционных печах для получения изделий методом литья по выплавляемым моделям. Прибыльные части отливки, выпоры и литники, которые остаются после такого способа литья, образуют значительное количество отходов. Возврат отходов в производство турбинных лопаток ограничен, так как их доля в шихте не должна превышать 30 %. Более того, желательно, чтобы отходы были предварительно переплавлены с использованием технологий активного рафинирования расплава. Перед повторным использованием расплава в производстве лопаток следует убедиться, что материал заготовки, полученный рафинированием отходов, соответствует техническим требованиям не только по химическому составу, но и по металлургическому качеству.

* А. А. Казаков, Д. В. Киселев, кафедра «Стали и сплавы», Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, Россия.

Сущность метода оценки. Основу метода составляет методика изучения образца с помощью оптического микроскопа, известная из рекламных материалов фирмы Willan Metals Ltd. Визуальная оценка загрязненности металла производится по количеству и размеру загрязнений с учетом их природы по нижеприведенному выражению для расчета рейтингового балла. Образец вырезается из нижней части цилиндрической заготовки. Исследуется площадь, эквивалентная площади круга диаметром 20 мм. Вся площадь шлифа последовательно поле за полем просматривается в окуляры при увеличении в 200 раз.

Различают следующие разновидности загрязнений:

Оксидные плены (OF):

большие (размер равен диаметру поля зрения, видимого в окуляр при увеличении в 200 раз);
 средние (размер равен 1/2 диаметра поля зрения);
 мелкие (размер равен 1/4 диаметра поля зрения).

Шлаковые глобулы (SG) и нитридные кластеры (NC):

большие (занимают 1/10 площади поля зрения, видимого в окуляр при увеличении в 200 раз);
 средние (занимают 1/50 площади поля зрения);
 мелкие (занимают 1/100 площади поля зрения).

С учетом вклада каждого из найденных типов загрязнений, обнаруженных на всех n -исследованных полях зрения, подсчитывается итоговый рейтинговый балл по следующей формуле:

$$R_{\Sigma} = \sum_{j=1}^n \sum_{k=1}^3 \sum_{i=1}^3 (R_{j,k} \cdot N_{j,k}^i), \quad (1)$$

где $R_{j,k}$ — рейтинговый коэффициент j -го типа загрязнений k -размерной группы; $N_{j,k}^i$ — количество j -го типа загрязнений k -размерной группы на j -м поле зрения.

Для каждого из перечисленных типов загрязнений назначаются следующие рейтинговые коэффициенты:

оксидные плены и шлаковые глобулы имеют $R_{j,k} = 1; 0,5; 0,25$ для больших, средних и мелких дефектов соответственно;

нитридные кластеры имеют $R_{j,k} = 10; 5; 2$ для больших, средних и мелких дефектов соответственно.

Следует отметить, что для одной и той же размерной группы рейтинговые коэффициенты для нитридных кластеров в 10 раз выше, чем для шлаковых глобул или оксидных плен. Это объясняется трудностями рафинирования жаропрочных никелевых сплавов от нитридов и их скоплений по сравнению со шлаковыми глобулами или оксидными пленами, которые легко ассимилируются поверхностью футеровки тигля при переплаве или поверхностью керамического фильтра при разливке.

Реализация методики в анализаторе изображения Thixomet. Для автоматизации измерений по этой методике в дополнение к основному модулю Thixomet был разработан специальный модуль (plug-in) «Металлургическое качество суперсплавов». В отличие

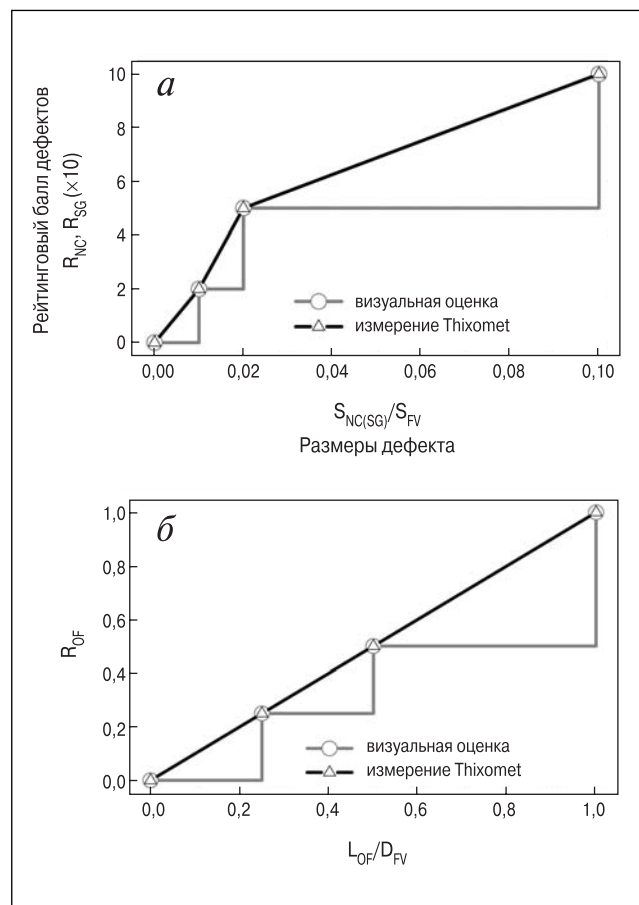


Рис. 1. Рейтинговый балл дефектов в зависимости от их размеров для нитридных скоплений и шлаковых глобул (а) и оксидных плен (б)

от визуальной оценки оператором, автоматическое распознавание и оценка размеров дефектов с помощью анализатора Thixomet существенно повысили адекватность измерений из-за прецизионного назначения рейтингового балла с помощью монотонной функции, построенной от точно измеренного размера дефекта (рис. 1). При исследовании визуальным методом Willan Metals различают дефекты лишь трех размерных групп, поэтому назначение производится очень грубо в соответствии с трехступенчатой функцией (рис. 1).

Методика оценки с помощью Thixomet состоит в следующем. Металлургические дефекты, обнаруженные на микрошлифе и подлежащие рейтинговой оценке (оксидные плены, шлаковые глобулы и нитридные кластеры), последовательно подводятся в центр поля зрения, видимого в окуляры, а затем изображение через CCD-камеру и карту захвата (фрейм-граббер) выводится на транслирующий монитор. Настройка на резкость должна производиться таким образом, чтобы карбиды и нитридные включения имели равномерно окрашенную поверхность, которая при последующем распознавании будет полностью детектирована. Далее изображение передается в рабочее окно Thixomet и обрабатывается (рис. 2).

Идентификация дефектов (оксидных плен, нитридных кластеров и шлаковых глобул) производится по комплексным критериям, включающим информацию об уровне серого, а также с учетом морфологии дефектов и характера взаимного расположения.

Детектирование каждого из вышеназванных дефектов производят настройкой соответствующих порогов дискриминации по уровню серого, при этом добиваются четкой идентификации разных дефектов.

Отдельные карбидные включения и скопления нитридных включений имеют близкие значения уровня серого, поэтому окрашиваются одинаково.

Для того чтобы их разделить, оценивают характер взаимного расположения включений и размер. Более дисперсные карбиды, равномерно распределенные по полю шлифа, автоматически выводятся из анализа.

Протяженность плен вычисляется как длина непрерывного линейного объекта, а наблюдаемые на реальных шлифах разрывы плен соединяются с помощью настроек Thixomet. Данные настройки обеспечивают регулирование предельного значения расстояния между фрагментами плены, названного параметром дефрагментации. Разрывы плен соединяются автоматически, если расстояние между ними окажется меньше заданного предельного значения.

Площадь, занятая скоплениями шлаковых глобул или нитридными кластерами, оценивается по площади фигуры, образованной внешней границей скоплений этих дефектов (рис. 3). При поиске этой площади считается, что два нитрида или шлаковых включения принадлежат одному скоплению, если расстояние между ними меньше параметра кластеризации, который равен максимальному расстоянию между двумя нитридами или шлаковыми включениями в этом скоплении. После распознавания скопления выполняется поиск границ площади, занятой скоплением и ограниченной его выпуклой оболочкой. Если найденные оболочки двух скоплений пересекаются, то эти скопления объединяются в одно. Таким образом, пользователь может изменить коэффициент кластеризации, присоединяя к скоплению большее или меньшее число включений, окружающих ядро этого скопления, а

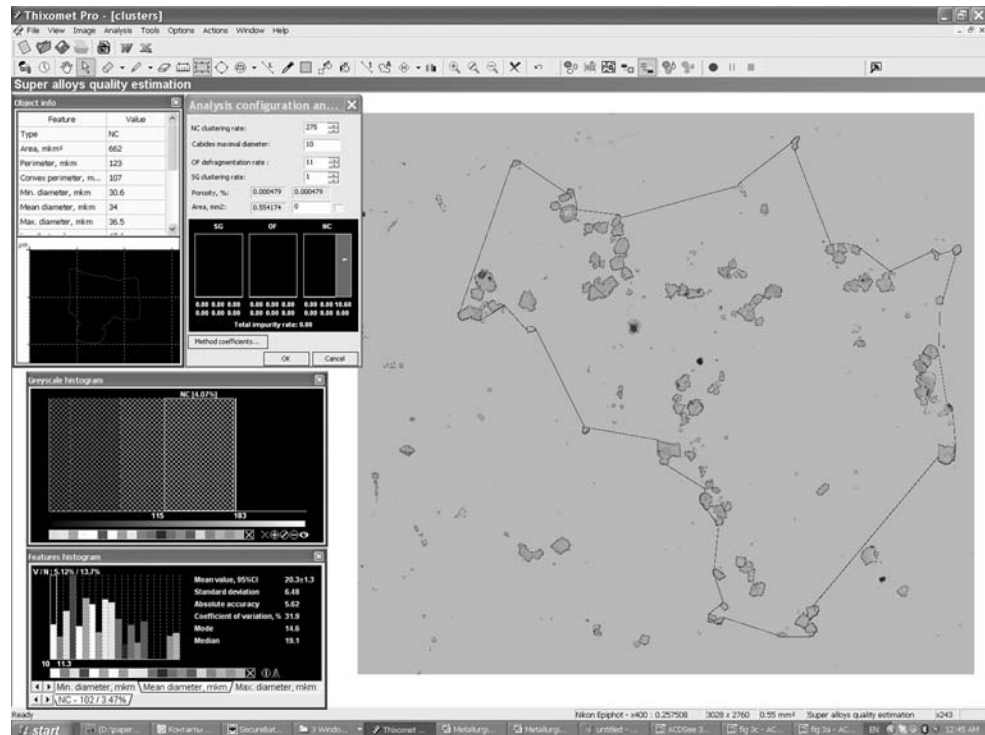


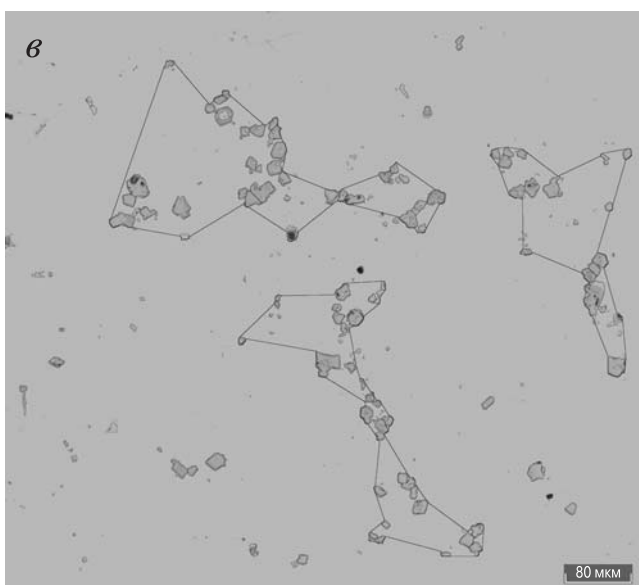
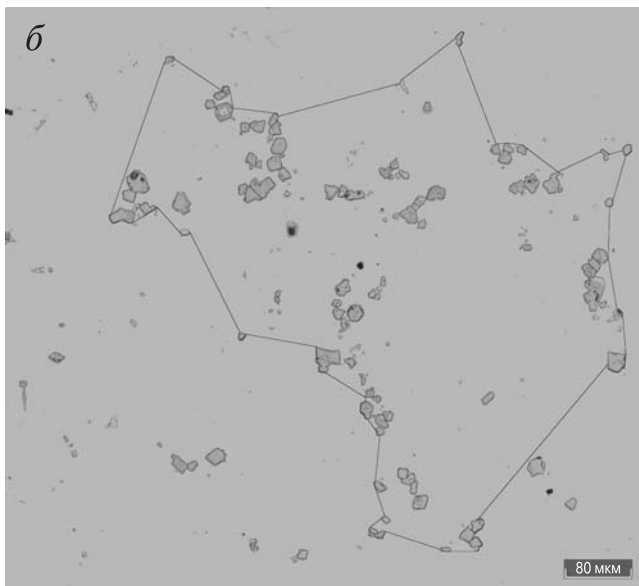
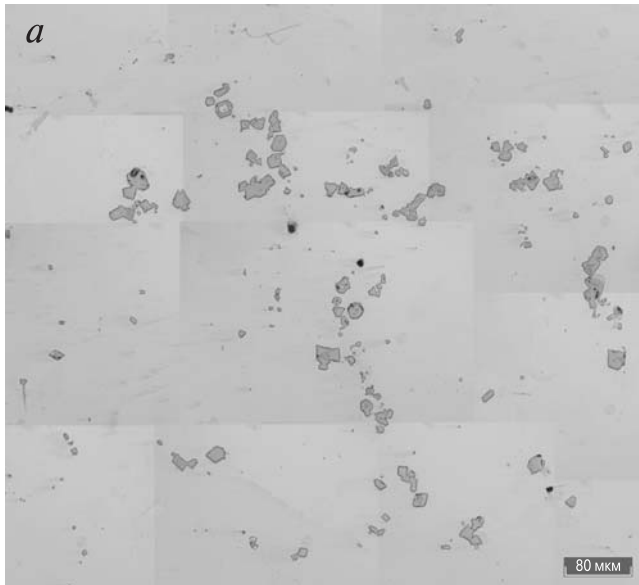
Рис. 2. Внешний вид рабочих окон Thixomet; оценка балла загрязненности

также объединяя (рис. 3, б) или разделяя (рис. 3, в) отдельные скопления.

Результаты обработки изображений в виде гистограмм, отражающих количество и размер обнаруженных дефектов, высвечиваются в одном из рабочих окон Thixomet. Здесь же нарастающим итогом показывается рейтинговый балл загрязненности исследуемого образца, а также рейтинговые баллы отдельных дефектов (см. рис. 2).

Если металлургический дефект, подлежащий оценке, не помещается на транслирующем мониторе, то следует снизить увеличение микроскопа. Однако меньшее увеличение приведет к снижению разрешающей способности, необходимой для правильной идентификации дефектов и точной оценки их размеров. В данном случае, как и во многих других методиках, реализованных в Thixomet, использовали панорамные исследования (см. рис. 3). Измерения проводили при достаточно высоком увеличении, позволяющем выполнить качественное распознавание различных типов дефектов, а необходимую для исследований площадь последовательно наращивали прецизионной склейкой «на лету» смежных полей зрения: пока предметный столик перемещается на соседнее поле зрения, предыдущее поле «пиксель в пиксель» стыкуется к полю, захваченному накануне. Таким образом формируется панорамное изображение структуры сколь угодно большой площади и с высоким разрешением.

В условиях заводской лаборатории не всегда удается получить высокое качество поверхности шлифа. Оптическая система микроскопа также имеет свои



погрешности, связанные с равномерностью освещенности по полю. Поэтому специально была разработана процедура электронной очистки исследуемой поверхности от рисок, а также выравнивание фона от неравномерной освещенности отдельных полей зрения. Эта процедура реализуется автоматически перед каждым измерением.

По результатам измерений принимается решение о годности шихтовой заготовки для получения лопаток. Металл, загрязненность которого оценена баллом, превышающим предельное значение, подлежит рафинирующему переплаву. Предельное значение балла загрязненности шихтовой заготовки металлургическими дефектами устанавливается специальными нормативно-техническими документами и является действенным инструментом управления качеством в условиях реального производства.

Таким образом, основные особенности анализаторов Thixomet для оценки металлургического качества жаропрочных никелевых сплавов состоят в следующем:

- применении прецизионной склейки «на лету» смежных полей зрения для создания панорамных изображений сколь угодно большой площади с высоким разрешением для правильной идентификации дефектов и повышения точности их измерений;

- повышении качества панорамных изображений очисткой от царапин, оставшихся от шлифподготовки, а также от неравномерности освещенности;

- идентификации дефектов (оксидных плен, шлаковых глобул и нитридных кластеров) по комплексным критериям, включающим уровень серого, морфологию и характер взаимного расположения дефектов;

- расчете загрязненности паспортной шихтовой заготовки каждым из распознанных дефектов, а также рейтинговой оценке ее металлургического качества в целом.

Кроме того, имеется возможность измерения пористости в контрольном сечении лопатки.

Совершенствование технологии получения лопаток. Впервые для анализа металлургического качества паспортных шихтовых заготовок анализатор изображения Thixomet (Thixomet SAQE) был установлен в 1998 г. на ОАО «Завод турбинных лопаток» в Санкт-Петербурге. В 2001 г. версия Thixomet SAQE-II была установлена в ОАО «Казанское моторостроительное объединение», г. Казань, Татарстан. В 2006 г. во ФГУП «Московское машиностроительное производственное предприятие «Салют» (Москва) была установлена современная усовершенствованная версия в виде отдельного модуля к Thixomet Pro. На этих предприятиях каждая партия паспортных

Рис. 3. Распознавание нитридных скоплений (кластеров):
a — панорамное изображение скоплений нитридов, созданное Thixomet из 25 обычных полей зрения; *б* — предыдущее изображение после выравнивания фона с объединением скоплений в один большой кластер; *в* — то же, с разделением соседних скоплений


шихтовых заготовок для производства лопаток проходит контроль металлургического качества. Контроль пористости в тестируемых сечениях лопатки выполняется с помощью анализатора изображения Thixomet. Многолетний опыт использования Thixomet в условиях действующего производства на разных предприятиях, занимающихся получением изделий из жаропрочных никелевых сплавов, показал высокую эффективность работы анализатора по выявлению брака лопаток. Анализ результатов исследования паспортной шихтовой заготовки позволил получить и новую технологическую информацию для оценки состояния производства и разработки обоснованных мер совершенствования технологии. Например, знание загрязненности по каждому отдельному типу дефектов позволяет правильно выбрать технологию рафинирования расплава для данной партии заготовок. Так, при большой загрязненности нитридными кластерами следует рекомендовать высокотемпературную (около 1630 °С) обработку расплава. Эта технологическая операция позволит растворить нитриды и деазотировать расплав. Для заготовок, загрязненных в основном шлаковыми глобулами и оксидными пленками, наиболее эффективным будет фильтрационное рафинирование расплава.

Говоря о рафинировании расплава от азота, следует отметить, что многие потребители никелевых суперсплавов вводят серьезные ограничения на содержание азота в паспортной шихтовой заготовке вплоть до 0,002 % и менее. По мнению авторов, это ограничение не всегда оправдано. Важно не общее содержание азота, а его форма. Повышенное содержание азота в виде кластеров пагубно, а в виде мелкодисперсных карбонитридов благоприятно сказывается на свойствах сплава. В заготовках со сверхнизким содержанием азота часто можно наблюдать крайне неблагоприятную форму карбидов, вытянутых вдоль первичных зерен или в виде китайских иероглифов. Такую же морфологию карбидов можно затем найти в массивных сечениях лопаток, полученных из этой заготовки. Последствия неблагоприятной морфологии карбидов — это шлифовочные трещины при механической обработке лопаток. Как было показано ранее [5], прецизионное модифицирование сплава азотом из газовой фазы позволяет трансформировать карбиды с неблагоприятной морфологией в равноосные карбонитриды титана, модифицирующие литую структуру. При этом «время жизни» сплава при эксплуатационных температурах повышается в 1,5–2 раза. Таким образом, шихтовую заготовку необходимо контролировать как на металлургическое качество, так и на морфологию карбидов. Для заготовок, имеющих неблагоприятную мор-

фологию карбидов, следует рекомендовать прецизионное модифицирование расплава азотом на стадии получения лопатки.

Выводы и заключение

Несмотря на то что стереология как наука была впервые в мире разработана в СССР более 50 лет назад С. А. Салтыковым, сегодня Россия значительно отстает от передовых западных стран по использованию количественной металлографии для описания структуры материалов. Необходимость скорейшего развития отечественной количественной металлографии обоснована по меньшей мере двумя причинами: во-первых, оценка качества структуры, основанная на стереологических измерениях, однозначно является более объективной и точной по сравнению с визуальным методом сравнения с эталонами; во-вторых, сегодня при интеграции России в мировую экономику необходимо преодолеть проблемы совместимости отечественных и зарубежных стандартов при взаимных поставках металлопродукции и проведении связанного с этим ее входного и выходного контроля.

В настоящей статье рассмотрен пример того редкого случая, когда в России уже в течение десяти лет используется методика автоматизированного определения металлургического качества паспортной шихтовой заготовки из никелевых жаропрочных сплавов с помощью анализатора изображений, тогда как на Западе такие измерения все еще производят вручную. 

Библиографический список

1. *Underwood E. E.* Quantitative Stereology, p. 274, Reading, MA: Adison-Wesley Publishing Company (1970).
2. *Салтыков С. А.* Стереометрическая металлография. М.: Металлургия, 1970. — 376 с.
3. *Russ John C.* The Image Processing Handbook, p. 674, CRC Press, USA (1995).
4. *Russ John C.* Practical Stereology, p. 185, Plenum Press, New York and London (1991).
5. *Kazakov A., Luong N., Kazakova E.* Proceedings of International Conference on Quantitative Description of Materials Microstructure, Warsaw, 337–342 (1997).
6. *Kazakov A., Luong N.* Materials Characterization, 2001, p. 191–196.
7. *Kazakov A. A., Andreeva S. V., Kazakova E. I.* 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. 11, p. 38–43.