



(51) МПК  
*C23F 1/28* (2006.01)  
*G01N 1/32* (2006.01)  
*G01N 33/20* (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: **2010142531/02, 18.10.2010**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
**18.10.2010**

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **18.10.2010**

(45) Опубликовано: **27.04.2012** Бюл. № 12

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **JP 2007204772 A, 16.08.2007. RU 96120990 A, 10.03.1998. SU 1309088 A1, 07.05.1987. JP 52042436 A, 02.04.1977.**

Адрес для переписки:

**195251, Санкт-Петербург, ул.  
 Политехническая, 29, ФГБОУ ВПО "Санкт-Петербургский государственный политехнический университет", Отдел интеллектуальной собственности**

(72) Автор(ы):

**Казаков Александр Анатольевич (RU),  
 Казакова Елена Иосифовна (RU),  
 Киселёв Даниил Владимирович (RU),  
 Курочкина Ольга Вячеславовна (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Санкт-Петербургский государственный политехнический университет" (ФГБОУ ВПО "СПбГПУ") (RU)**

**(54) СПОСОБ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ТРУБНЫХ СТАЛЕЙ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к исследованию структуры высокопрочных сталей. Способ включает взаимодействие образца трубной стали с водным раствором сульфосолей, последующие промывку и просушку образца и выявление областей бейнита речной морфологии с помощью оптического микроскопа. При этом после нанесения на поверхность образца водного раствора сульфосолей удаляют образовавшуюся пленку, а выявление бейнитных областей проводят с помощью поляризованного света оптического микроскопа, после чего фиксируют полученные изображения образца и количественно определяют параметры выявленных областей бейнита речной

морфологии. Способ позволяет выявить структуру высокопрочной трубной стали, в результате оценки которой можно сделать вывод о металлургическом качестве трубной стали. 3 ил.



Фиг.1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
*C23F 1/28* (2006.01)  
*G01N 1/32* (2006.01)  
*G01N 33/20* (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: **2010142531/02, 18.10.2010**

(24) Effective date for property rights:  
**18.10.2010**

Priority:

(22) Date of filing: **18.10.2010**

(45) Date of publication: **27.04.2012 Bull. 12**

Mail address:

**195251, Sankt-Peterburg, ul. Politehnicheskaja,  
29, FGBOU VPO "Sankt-Peterburgskij  
gosudarstvennyj politekhnicheskij universitet",  
Otdel intellektual'noj sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Kazakov Aleksandr Anatol'evich (RU),  
Kazakova Elena Iosifovna (RU),  
Kiselev Daniil Vladimirovich (RU),  
Kurochkina Ol'ga Vjacheslavovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe  
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego  
professional'nogo obrazovanija "Sankt-  
Peterburgskij gosudarstvennyj politekhnicheskij  
universitet" (FGBOU VPO "SPbGPU") (RU)**

(54) **INVESTIGATION METHOD OF STRUCTURE OF TUBE STEELS**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: invention refers to investigation of structure of high-strength steels. Method involves interaction of tube steel specimen with water solution of sulphosalts, further flushing and drying of specimen and detection of areas of bainite of rack morphology by means of optic microscope. At that, after application to specimen surface of water solution of sulphosalts, there removed is formed film, and bainitic areas are detected by means of polarised light of optic microscope; after that, obtained pictures of specimen are fixed and parameters of the detected bainitic areas of rack morphology are determined.

EFFECT: method allows detecting structure of high-strength tube steel as a result of evaluation of which the conclusion can be made on metallurgical quality of tube steel.

4 dwg



Фиг.1

Изобретение относится к области металлографии, а именно к способам выявления и оценки структуры высокопрочных трубных сталей.

Известен способ исследования структуры металлов путем химического травления, включающий нанесение 4% спиртового раствора азотной кислоты на полированную поверхность шлифа, ее промывку, сушку и наблюдение в оптическом микроскопе. В результате травления образуется система выступов и впадин, характеризующих микроструктуру сплава. При травлении чистого металла или однофазного сплава границы зерен растворяются интенсивнее, чем тело зерна, образуя углубления, которые при визуальном наблюдении кажутся темными вследствие рассеивания на них света [Беккерт М., Клемм Х. Лейпциг, 1976. Пер. с нем., М., "Металлургия", 1979, 336 с. с ил]. Способ не позволяет методом оптической микроскопии однозначно выявить бейнит речной морфологии, являющийся одной из структурных составляющих низкоуглеродистых трубных сталей.

Наиболее близким техническим решением, выбранным за прототип, является «Метод окрашивающего травления для наблюдения структуры стали» [заявка JP №2007204772 (A)]. Метод включает погружение образца стали в травящее вещество на основе водного раствора сульфосолей (1% водного раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}$ ] и 0,5%  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ), промывку образца в проточной воде, его сушку в потоке горячего воздуха и наблюдение структуры с помощью оптического микроскопа.

Данный метод основан на получении на поверхности образца тонких оксидных пленок в результате погружения образца в травящий раствор. Возможность распознавания отдельных структурных составляющих (бейнита) основана на том, что скорости роста пленок на определенных структурных составляющих различны. Образование пленок приводит к изменению отражательной способности покрытых ими участков. Пленки разной толщины будут выделять из падающего на них белого света волны разной длины, связанные с толщинами пленок. Вследствие этого пленки кажутся окрашенными. Разная толщина пленок препятствует прохождению и отражению от поверхности образца светового пучка микроскопа, что не позволяет использовать существующий метод для выявления областей бейнита речной морфологии в структуре трубной стали при ее микроскопическом исследовании.

Задачей изобретения является создание способа исследования структуры трубной стали, позволяющего количественно определять параметры выявленных областей бейнита речной морфологии.

Предложен способ исследования структуры трубных сталей, который включает нанесение на поверхность образца стали водного раствора сульфосолей, удаление получившейся пленки, выявление областей бейнита речной морфологии с помощью поляризованного света оптического микроскопа. После чего фиксируют полученные изображения образца и количественно определяют на них параметры областей бейнита речной морфологии.

При нанесении раствора сульфосолей (например, 10 г метабисульфита натрия  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$  на 100 мл воды  $\text{H}_2\text{O}$ ) образование слоя из продуктов реакции на поверхности образца приводит к взаимодействию между металлом и этим слоем. Ионы металла, проходя через слой, взаимодействуют с реактивом на поверхности раздела. При этом осадок на поверхности шлифа образуется на участках, имеющих сродство к сере. При химическом взаимодействии ионы металла, переходящие в раствор, связываются в сульфиды уже на поверхности шлифа:  $2\text{Me} + 2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5 = 2\text{MeS} + 2\text{Na}_2\text{SO}_5$ . Небольшая добавка к этому раствору сульфосолей, например метабисульфита калия ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ), ускоряет образование сульфида. В ходе травления

образуется пленка, толщина которой препятствует прохождению и отражению от поверхности образца светового пучка микроскопа, что делает невозможным микроскопическое исследование структуры, поэтому пленку необходимо удалить.

5 Взаимодействие пленки с поверхностью металла проходит по-разному в зависимости от кристаллографической ориентации структурных составляющих высокопрочной трубной стали.

10 Области бейнита речной морфологии обладают специфической кристаллографической ориентацией, поэтому при их выявлении необходимо использовать поляризованный свет. Это позволяет получить более светлые, по сравнению с темным фоном, области бейнита речной морфологии, параметры которых можно определить [Беккерт М., Клемм Х. Лейпциг, 1976. Пер. с нем., М., "Металлургия", 1979, 336 с. с ил].

15 Участок образца трубной стали с выявленными областями бейнита речной морфологии фиксируют, например, с помощью камеры высокого разрешения и обрабатывают в анализаторе изображения. Определяют, например, следующие параметры областей бейнита речной морфологии: их общую объемную долю, объемную долю областей с протяженностью выше заданного значения, 20 максимальные и средние значения протяженности [Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. М., "Металлургия", 1970, 3-е изд., 376 с.]. По полученным параметрам можно сделать выводы о металлургическом качестве стали.

Таким образом, совокупность отличительных признаков является необходимой и 25 существенной для исследования структуры высокопрочной трубной стали.

30 Для исследования использовали образцы горячедеформированной трубной стали категории прочности X70 после контролируемой прокатки, для которых были известны значения ударной вязкости. В результате шлифовки и полировки были подготовлены шлифы продольного сечения образцов. Был приготовлен травитель на основе водного раствора сульфосолей 10%  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$  с добавлением 3%  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ . С помощью ватного тампона наносили полученный раствор на шлиф. Нанесение 35 производили, нажимая на вату с некоторым усилием с целью убрать образующуюся в ходе травления пленку. Затем образец промывали в проточной воде и высушивали в потоке горячего воздуха. Выявление областей бейнита речной морфологии 40 осуществляли с помощью поляризованного света оптического микроскопа Zeiss Axiovert 200 MAT. В результате получили более светлые, по сравнению с темным фоном образца, области бейнита речной морфологии (фиг.1). Для распознавания структуры трубной стали и проведения измерений использовали автоматический 45 анализатор изображения Thixomet, оснащенный видеокамерой высокого разрешения. Изображение структуры стали фиксировали путем построения ее панорамы площадью  $20 \text{ мм}^2$ , что эквивалентно 20 обычным полям зрения, захваченным камерой высокого разрешения при использовании объектива  $\times 10$ . Области бейнита речной морфологии были выделены анализатором и откорректированы 50 оператором по пороговому значению уровня серого (фиг.2). Для выделенных областей бейнита определяли их протяженность, определяемую максимальным диаметром по Фере, то есть максимальной длиной проекций объекта на  $n$  осей, направленных под углами  $\frac{\pi \cdot i}{n}$ , где  $i=0-63$ . Анализатором изображения были

определены следующие количественные параметры областей бейнита речной морфологии: общая объемная доля - 37,8%, максимальный диаметр - 1341 мкм, средний из трех максимальных диаметров - 1020 мкм и объемная доля областей с

протяженностью выше заданного значения (100, 200, ..., 1000 мкм) (фиг.3).  
Анализируя полученные данные для исследуемого образца трубной стали и  
известные для него значения ударной вязкости, можно предположить, что наличие в  
5 структуре трубной стали областей бейнита речной морфологии протяженностью  
свыше 700-1000 мкм способствуют охрупчиванию металла.

Таким образом, показано, что предложенный способ позволяет исследовать  
структуру высокопрочной трубной стали путем выявления и количественного  
определения параметров областей бейнита речной морфологии, в результате чего  
10 можно делать выводы о металлургическом качестве трубной стали.

#### Формула изобретения

Способ исследования структуры трубных сталей, включающий взаимодействие  
образца с водным раствором сульфосолей, последующие промывку и просушку  
15 образца и выявление областей бейнита речной морфологии с помощью оптического  
микроскопа, отличающийся тем, что на поверхность образца наносят водный  
раствор сульфосолей, после чего удаляют образовавшуюся пленку, а выявление  
бейнитных областей проводят с помощью поляризованного света оптического  
20 микроскопа, после чего фиксируют полученные изображения образца и  
количественно определяют параметры выявленных областей бейнита речной  
морфологии.

25

30

35

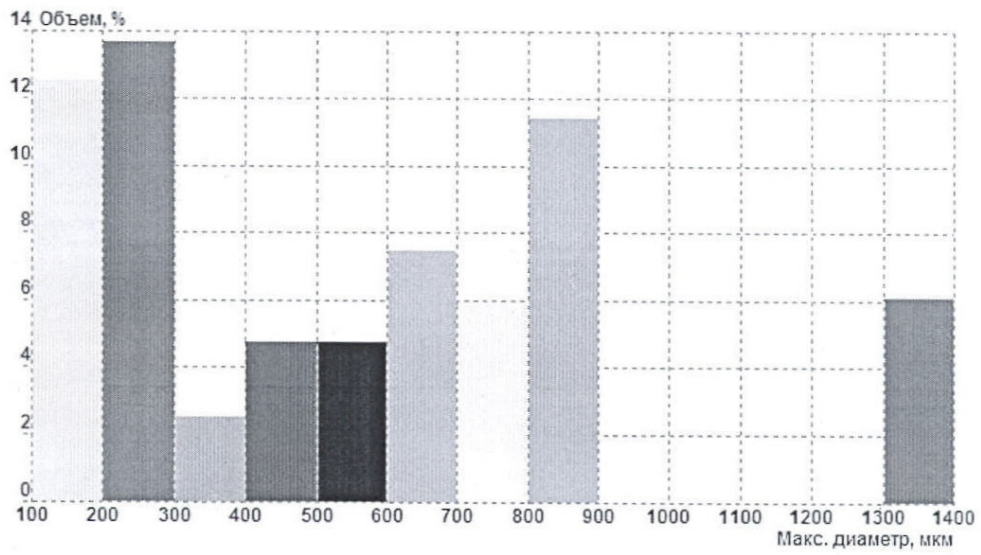
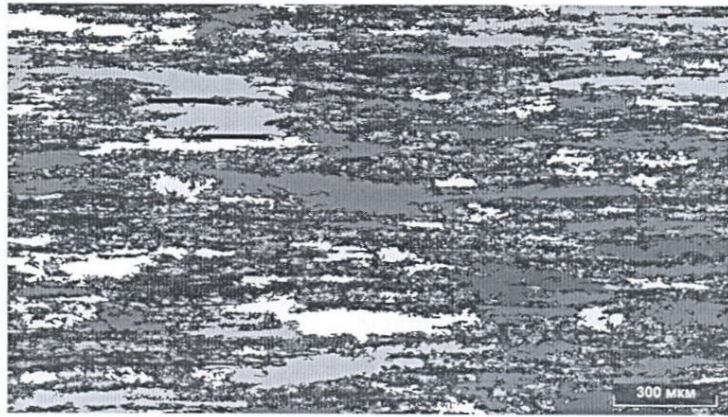
40

45

50



Фиг. 2



Фиг. 3