

Цифровые измерения неметаллических включений в стали

© 2024

Стукалова Наталья Анатольевна^{1,3}, аспирант
Кодиров Давронжон Фарходжон угли^{*1,4}, аспирант
Алексеев Валерий Игоревич¹, аспирант

Соколовская Элина Александровна^{1,5}, кандидат технических наук, доцент,
доцент кафедры металловедения и физики прочности

Родионова Ирина Гавриловна^{2,6}, доктор технических наук, доцент,
заместитель директора научного центра физико-химических основ и технологий металлургии

¹ Университет науки и технологий МИСИС, Москва (Россия)

² ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», Москва (Россия)

*E-mail: DFKodirov@yandex.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0009-0007-3455-4457>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0009-0003-5380-5558>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9381-9223>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4201-4665>

Поступила в редакцию 19.07.2023

Принята к публикации 13.11.2023

Аннотация: Опыт многолетних исследований показал, что существенно повысить коррозионную стойкость сталей нефтепромысловых трубопроводов и увеличить сроки их безаварийной эксплуатации можно, оптимизируя химический состав и микроструктурные особенности стали, а также понижая ее загрязненность неметаллическими включениями (НВ). Влияние комплексных НВ на коррозионную стойкость стали обусловлено как химическим составом НВ, так и их количественным соотношением. Поэтому получение металлопродукции требуемого качества возможно только с применением принципа «управления по структуре». В работе на основе анализа полей яркости изображений (в масштабе образцов) в 256 оттенках серого предложены цифровые метрологически обеспеченные процедуры измерения неоднородности НВ низкоуглеродистых сталей нефтепромыслового назначения, такие как устранение неоднородности освещения поля зрения, обоснование критериев бинаризации и фильтрации шумов. Для низкоуглеродистых сталей различной выплавки выявлена ключевая роль дисперсных неметаллических включений размером от 5–10 мкм² до 2 нм² в формировании коррозионной стойкости сталей. Это может объяснить, почему в ряде случаев отсутствует взаимосвязь между скоростью коррозии и сопротивлением сталей разрушению, в формировании которого определяющее влияние оказывают частицы большего размера. В представлении НВ как множества случайных точек на плоскости распределение расстояний между ближайшими из них оценено на основе статистики полиэдров Вороного. Показано, что повышению коэффициента эксцесса распределений площадей полиэдров сопутствует увеличение скорости коррозии исследуемых сталей. Это указывает на отрицательное влияние неоднородности в размещении дисперсных НВ на коррозионную стойкость сталей.

Ключевые слова: цифровые измерения структур; управление качеством по структуре; неметаллические включения в стали; коррозионная стойкость нефтепромысловых труб.

Благодарности: Статья подготовлена по материалам докладов участников XI Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2023), Тольятти, 11–15 сентября 2023 года.

Для цитирования: Стукалова Н.А., Кодиров Д.Ф., Алексеев В.И., Соколовская Э.А., Родионова И.Г. Цифровые измерения неметаллических включений в стали // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 1. С. 95–103. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-9.

ВВЕДЕНИЕ

Получение высококачественной стали возможно только при контроле присутствующих в ней неметаллических включений (НВ), которые являются неизбежным продуктом технологического процесса [1; 2]. Размер включений в стали зависит от их происхождения и может варьироваться от 0,01 мкм до 10 мм. Из-за малой объемной доли НВ в первую очередь влияют на процессы разрушения, но каждая размерная группа по-своему [1]. Видимые невооруженным глазом крупные включения способствуют образованию очагов разрушения или коррозии. Включения небольших размеров (менее 1 мм) могут приводить к образованию очагов усталостного разрушения. Дисперсные включения могут сказаться на

пластических свойствах и склонности к росту зерна аустенита [3]. Качество металла определяется не только объемной долей и размерами НВ, но и их формой и неоднородностью расположения. В свою очередь, анализ химического и фазового состава НВ позволяет диагностировать их происхождение для дальнейшего устранения негативного воздействия. В работах [4–6] отражены особенности влияния размера, формы и типа включений на механические свойства конструкционных сталей. Загрязненность НВ является одной из основных причин быстрого выхода из строя труб нефтяного сортамента [7]. Коррозионная активность комплексных НВ, присутствующих в современных сталях, зависит от их химического и фазового состава, оптимизацией которого можно предупредить отрицательное влияние НВ

на коррозионную стойкость сталей в условиях эксплуатации нефтепромысловых трубопроводов [8].

В связи с существенным влиянием НВ на свойства стали, для их анализа используют различные методы. Для изучения химического состава единичных НВ применяют растровую электронную микроскопию с возможностью проведения рентгеноспектрального микроанализа. Для определения размера и формы включений, а также оценки расстояния между ними применяют метод экстремальных значений, Spark-DAT, термодинамические расчеты и др. [9–11]. Однако наиболее распространена ранжировка структур на основе сравнения их изображений, полученных методами световой микроскопии, с эталонными шкалами. У эталонных шкал ГОСТ 1778, 5639 и 3443 эмпирическая природа, это трудно формализуемый комплексный показатель. Статистическая природа изображений «балльных» структур часто не принимается во внимание, отсюда трудности в определении однозначного соответствия между «баллами» ГОСТ и количественными характеристиками элементов геометрии их изображений. Цифровизация делает возможным быстрые документированные измерения структур, что позволяет собрать статистику измерений и сформулировать на ее основе рекомендации по управлению качеством продукции [12].

Благодаря цифровизации стало доступным обеспечение массовости измерений и получение статистических оценок геометрических параметров элементов структур, что ранее было трудновыполнимо в связи с большим объемом ручной работы. Получаемый представительный объем результатов измерений позволяет оценить влияние неоднородности структур на свойства сталей с учетом их разномасштабности. Оценка вариации загрязненности стали 38ХНЗМФА (из крупных поковок) НВ показала, что масштаб наблюдения имеет большое значение и влияет на воспроизводимость результатов измерений геометрии НВ [13].

Одним из важных этапов количественного анализа является сегментация, т. е. разделение изображения на составляющие его области или объекты. Сегментация изображений, не являющихся тривиальными, представляет собой одну из самых сложных задач обработки изображений. Большинство существующих алгоритмов сегментации изображений основываются на одном из двух базовых свойств сигнала яркости: разрывности и однородности. В первом случае подход состоит в разбиении изображения на основании резких изменений сигнала, таких как перепады яркости на изображении. Вторая категория методов использует разбиение изображения на области, однородные в смысле заранее выбранных критериев. Примером таких методов может служить пороговая обработка (бинаризация) [14]. В существующих на сегодняшний день стандартах (ASTM E45–18a и DIN EN 10247:2017-09) для количественной оценки НВ в качестве метода бинаризации рекомендуется применять метод мерцания (фликер-метод), однако он является ручным и, как следствие, субъективным. В свою очередь, в большинство анализаторов изображений встроены глобальные методы. Применение глобальных методов бинаризации при обработке панорам изображений НВ может привести к искажению бинарного изображения. Причинами этого являются маленький размер и количество изучаемых объектов, а также особенность автоматиче-

ской «сшивки» панорам изображений, которая приводит к неоднородности освещенности. Поэтому остается актуальной разработка таких методов бинаризации, которые являются физически обоснованными и позволяют объективно выделять информативные объекты на изображениях структур.

Практика разработки цифровых процедур измерений структур и изломов показывает, что учет физических закономерностей формирования поля яркости их изображений при установлении критериев бинаризации и фильтрации, обоснованный выбор представительных объемов объекта измерений с учетом их статистической природы могут обеспечить фактически единственную траекторию подготовки изображений для последующего их измерения. Следовательно, от полученных в различных лабораториях на одних и тех же шлифов измерений геометрии элементов структуры можно не ждать существенных различий [15]. Очевидно, что цифровая металлография с использованием анализаторов изображений, прошедших межлабораторные круговые сличения, существенно упростит прямо-сдаточные испытания между поставщиком и потребителем металлопродукции [16].

Цель исследования – отработка методики количественного анализа неметаллических включений в масштабах шлифа для выявления закономерностей их влияния на коррозионную стойкость металла нефтепромысловых труб.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Объектами исследования выступали листы из 5 низкоуглеродистых сталей различной выплавки. Листы получены по штатной технологии, назначение – нефтепромысловые трубы. Химический состав изучаемых сталей представлен в таблице 1.

Химический состав сталей определялся на автоматическом анализаторе OBLF QSN 750 и соответствовал требованиям нормативных документов. Микроструктура изучалась на продольных образцах, вырезанных из листов в состоянии поставки. Вырезанные образцы подвергались горячей запрессовке в смоле на автоматическом электрогидравлическом прессе CitoPress-5. Шлифование и полирование проводились на станке AutoMet 250 Buehler. Для металлографического исследования структуры использовали оптический микроскоп Axio Observer D1m Carl Zeiss.

Для оценки загрязненности стали НВ в нашем исследовании были получены панорамы в масштабах шлифа (изучаемая площадь для всех образцов была не менее 170 мм²). Панорамы изображений неметаллических включений получены на нетравленных металлографических шлифах при помощи программного обеспечения Thixomet при увеличении $\times 50$. Определение химического состава комплексных НВ осуществлялось на сканирующем электронном микроскопе JSM-6610LV при увеличении $\times 500$ (анализируемая площадь составила не менее 3,5 мм² в масштабе образца). Исследования наноразмерных выделений карбидных (карбонитридных) избыточных фаз проводили методами просвечивающей электронной микроскопии на JEM-200CX.

Испытания на растяжение для определения прочностных и пластических характеристик проводились в соответствии с ГОСТ 1497-84. Электрохимические

Таблица 1. Химический состав исследуемых сталей
Table 1. Chemical composition of the steels under study

Сталь	Содержание элемента, массовая доля, %										
	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Mo	V	Nb	N
1	0,052	0,466	0,150	0,002	0,005	0,054	0,091	0,009	0,099	0,002	0,022
2	0,054	0,653	0,214	0,001	0,005	0,067	0,104	0,009	0,044	0,024	0,007
3	0,049	1,090	0,248	0,001	0,005	0,244	0,076	0,095	0,002	0,033	0,008
4	0,049	0,920	0,230	0,001	0,004	0,651	0,071	0,008	0,004	0,040	0,007
5	0,044	0,635	0,258	0,001	0,003	0,538	0,070	0,009	0,044	0,025	0,007

исследования для определения коррозионных характеристик и последующие расчеты проводили в соответствии со стандартами ASTM G3, G5, G59, G102, ISO 17475:2005 и ГОСТ 9.912-89.

Обработка панорам изображений проводилась в подготовленном программном обеспечении на языке C#. Цветное изображение переводилось в оттенки серого (от 0 до 255) по формуле:

$$I=0,299 \cdot R+0,587 \cdot G+0,114 \cdot B,$$

где R , G и B – значение интенсивности красного, зеленого и синего цвета соответственно [17].

Для обработки панорам изображений разработан комплексный алгоритм, включающий в себя устранение неоднородности освещенности различной природы и последующий анализ поля яркости для определения порога бинаризации. Неоднородность освещенности устранялась при помощи метода, основанного на вычитании поверхности 1-й или 2-й степени из исходного 3D-распределения интенсивностей яркости изображения. Алгоритм бинаризации включал в себя построение гистограмм распределения интенсивностей пикселей полутонового изображения $f(x,y)$. Темные объекты на светлом фоне выделяли, определяя величину порога T , разграничивающего моды распределения яркостей. Любую точку на изображении с координатами x_i и y_i , в которой $f(x_i,y_i) > T$, называли фоном, точки с меньшей яркостью – объектом. Расчет геометрических параметров проводился по принципу четырехсвязности, граничные объекты не учитывались.

Рассчитывались следующие параметры НВ: плотность, объемная доля и средняя площадь, а также коэффициенты асимметрии и эксцесса распределения площадей. Для установления порогового значения «объект – шум» опирались на параметры применяемого оборудования и природу объекта. С этой целью, в частности, порог фильтрации варьировали, последовательно удаляя из первичного изображения включения площадью менее 5, 10, 25, 50, 75 и 100 мкм² соответственно. Для оценки неоднородности размещения НВ было предложено построение полиэдров Вороного [18], основанное на методе серединных перпендикуляров. После построения полиэдров и определения ближайших соседей бы-

ли рассчитаны расстояния между центрами объектов (НВ), площади полиэдров и количество их ближайших соседей, а также коэффициенты эксцесса и асимметрии распределений полученных значений.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Вариация порогового фильтра привела к следующим изменениям значений параметров геометрии НВ: естественному уменьшению величины плотности и объемной доли частиц, увеличению средних значений их площади у пяти исследуемых сталей (рис. 1). Выявлено, что при высоких значениях фильтра нивелируется различие в плотности НВ исследуемых образцов. Различие плотности крупных включений (от 100 мкм² и выше) для всех образцов было минимально – 29 шт/мм², а для всех включений (без фильтрации) – 218 шт/мм².

Полученные результаты количественного анализа НВ были сопоставлены со сдаточными свойствами сталей. Результаты испытаний на растяжение и коррозионную стойкость представлены в таблице 2.

Изучаемые листы соответствовали классу прочности K52 и K55, разброс прочностных и пластических параметров был незначительный, однако коррозионная стойкость образцов отличалась в 3 раза. На рис. 2 представлено соотношение плотности НВ и коррозионной стойкости исследуемых сталей с учетом различного уровня фильтрации шумов.

На рис. 3 представлены зависимости параметров полиэдров Вороного от значений коррозионной стойкости исследуемых образцов, из которых следует, что данные характеристики значимо коррелируют между собой.

У сталей 4 и 5 наименьшая плотность и более однородное размещение НВ и, как следствие, наилучшие показатели коррозионной стойкости. В свою очередь, у сталей 1, 2 и 3 статистика полиэдров Вороного не отличается, но у сталей 2 и 3 выявлена корреляция с плотностью НВ. Для стали 1 значимой связи между плотностью НВ и коррозионной стойкостью обнаружено не было.

Результаты количественной оценки и химического состава НВ методом сканирующей микроскопии представлены в таблице 3.

На рис. 4 представлены изображения наноразмерных частиц, полученные при помощи просвечивающей микроскопии.

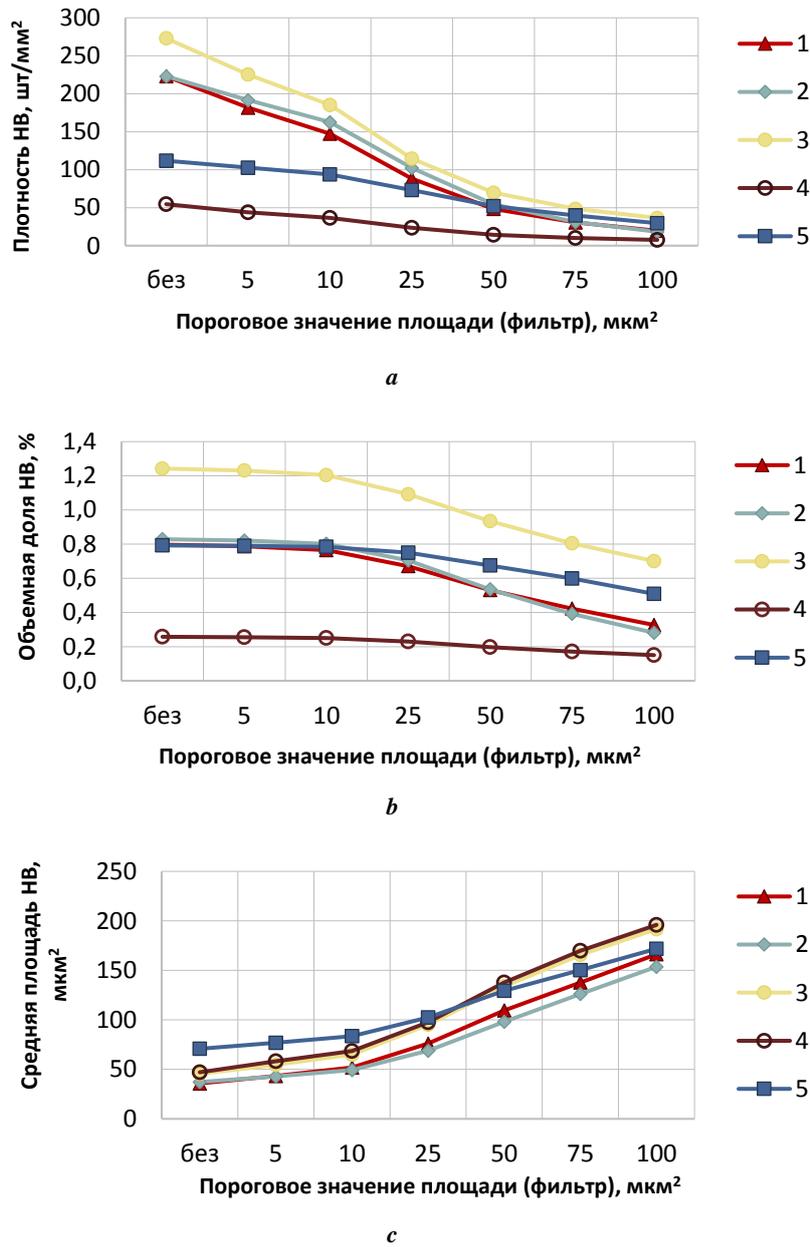


Рис. 1. Статистические параметры НВ изучаемых сталей при разных уровнях фильтрации:
а – плотность; **б** – объемная доля; **в** – средняя площадь
Fig. 1. Statistical parameters of NMIs of the steels under study at different filtration levels:
a – density; **b** – volume fraction; **c** – average area

Таблица 2. Механические и коррозионные свойства исследуемых сталей
Table 2. Mechanical and corrosive properties of the steels under study

Сталь	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %	Скорость коррозии, мм/год
1	441,0	510,9	24,9	1,67
2	413,8	504,4	25,9	1,35
3	469,8	547,4	21,5	1,57
4	454,0	556,2	21,5	0,59
5	445,7	524,7	26,3	0,75

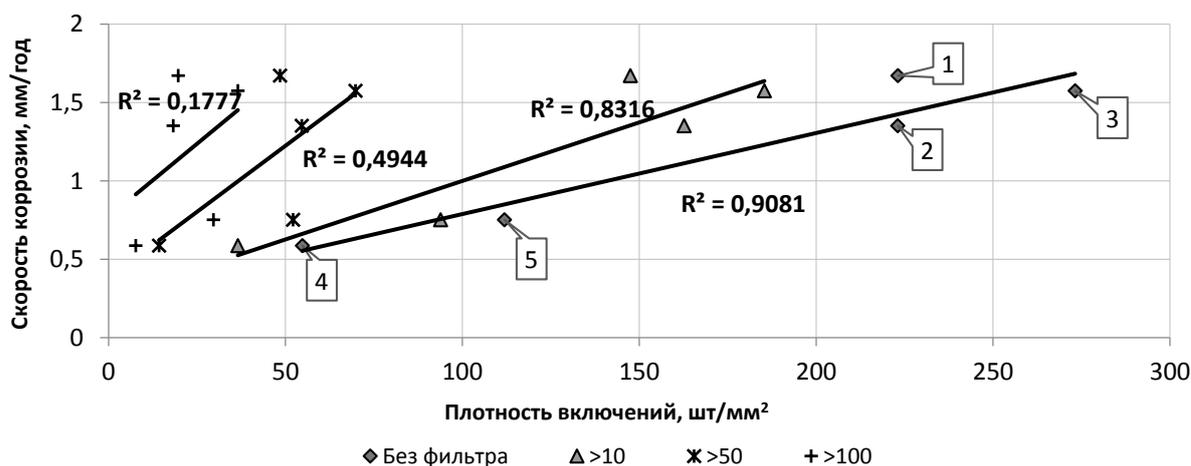


Рис. 2. Соотношение плотности НВ и скорости коррозии в исследуемых сталях при вариации уровня фильтрации включений (по величине их площади)

Fig. 2. Correlation of NMI density and corrosion rate in the steels under study when varying the inclusion filtration level (by their area)

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Изменение характеристик загрязненности сталей включениями при повышении порога фильтрации (рис. 1) связано с удалением мелких объектов, количество которых преобладает над крупными. На рис. 2 показано, что наибольшая сила связи коррозионной стойкости и плотности НВ (коэффициент корреляции 0,95) наблюдается при отсутствии фильтрации. Увеличение порога фильтрации и сопутствующее этому отсеивание мелких включений приводит к снижению коэффициента корреляции. Это свидетельствует о том, что главным образом на коррозионную стойкость влияют мелкие включения (<10 мкм²). Данный факт следует учитывать при фильтрации «шум – объект», так как неправильный выбор порога может привести к потере существенной части информации. Несмотря на то что объемная доля мелких НВ небольшая, они имеют большую плотность по сравнению с крупными. В связи с этим повышается вероятность того, что мелкие включения будут образовывать кластеры, что, в свою очередь, будет способствовать снижению коррозионной стойкости сталей.

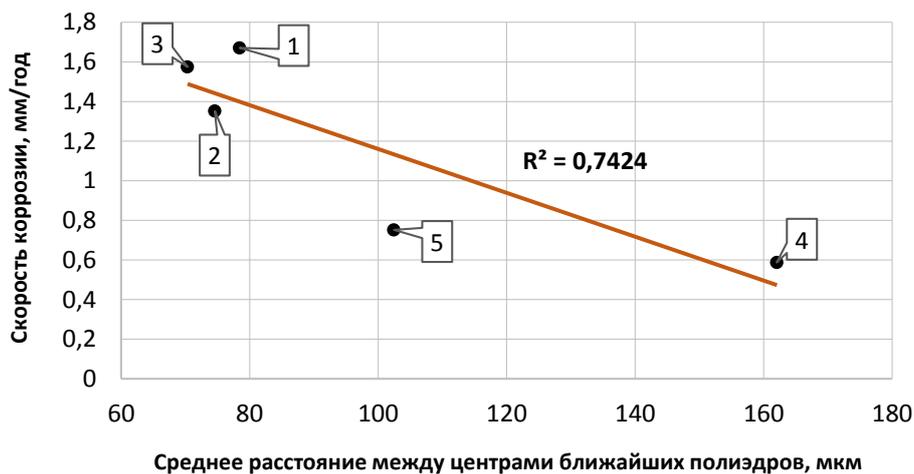
Не исключено, что отсутствие значимой связи между плотностью НВ и коррозионной стойкостью для стали 1 может быть связано с химическим составом включений и выделением наноразмерных частиц. Поэтому дальнейший анализ загрязненности сталей НВ проводился при помощи сканирующей и просвечивающей микроскопии. Микроанализ включений с использованием СЭМ показал, что, в отличие от других исследуемых сталей, сталь 1 отличается высокой плотностью комплексных НВ на основе алюмомагниевого шпинели и высоким значением соотношения Al/(Mg+Ca). Известно [19], что при увеличении доли фазы Al₂O₃ в комплексном НВ повышается склонность к появлению микроразрушений вокруг НВ, что приводит к снижению коррозионной стойкости стали. В свою очередь, модифицирование стали кальцием позволяет придать глобулярную форму такого рода включениям и тем самым понизить их негативное влияние [20].

Просвечивающая электронная микроскопия показала, что в стали 1 присутствует большое количество наноразмерных частиц карбонитридов. Принадлежность частиц к тому или иному типу оценивалась по характеру взаиморасположения частиц, наличию регулярного ориентационного соответствия между частицами и ферритной матрицей, а также по форме рефлексов от частиц на микродифракционных картинах. Наночастицы были обнаружены практически во всех проверенных на их наличие участках образца. Наблюдались частицы всех известных типов, больше всего – частиц межфазного/смешанного типа, их объемная плотность высока (рис. 4). Таким образом, наличие в стали 1 наночастиц иной природы (чем в сталях 2–5) и определило отклонение от найденных общих закономерностей, отражающих взаимосвязь плотности НВ и коррозионной стойкости.

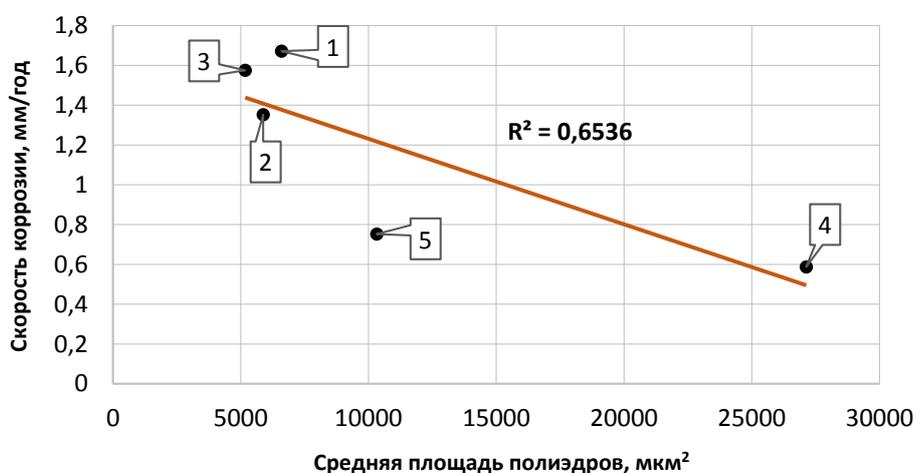
Результаты работы показали важность комплексного подхода к изучению морфологии неметаллических включений, что предусматривает сочетание физически обоснованного алгоритма обработки изображений для получения представлений о геометрии включений и закономерностях их размещения в объеме металла с анализом их состава средствами просвечивающей и сканирующей микроскопии, в т. ч. в субмикроскопическом и наноразмерном масштабах наблюдения. Это оказалось существенным для понимания различий в стойкости к коррозии нефтепромысловых сталей.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

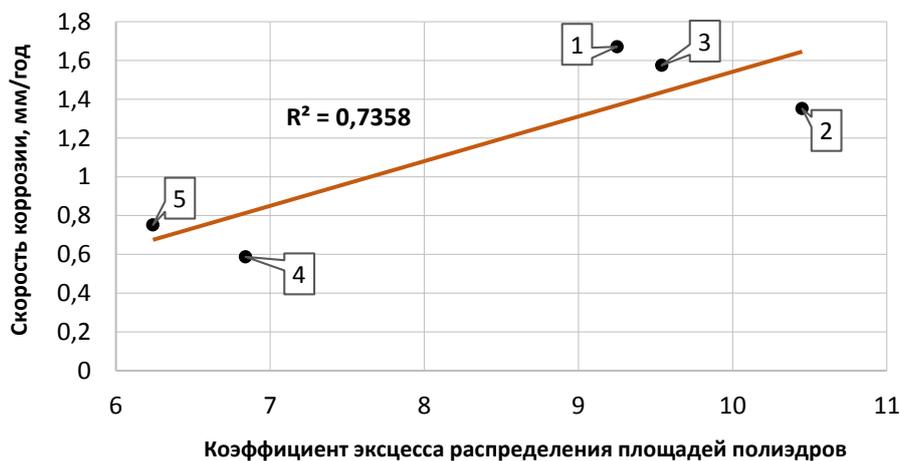
1. Предложена методика обработки панорамных изображений НВ (на металлографическом шлифе), основанная на анализе закономерностей их полей яркости (в 256 оттенках серого) с целью составления обоснованных алгоритмов выравнивания освещенности и бинаризации изображений, что необходимо для получения метрологически обеспеченных результатов. Показана важность обоснования выбора порога фильтрации



a



b



c

Рис. 3. Соотношение результатов определения геометрии НВ (по статистике полиэдров Вороного) и скорости коррозии:
 а – среднее расстояние между центрами; б – средняя площадь полиэдров;
 с – коэффициент эксцесса распределения площадей полиэдров
Fig. 3. Correlation of the results of determining the NMI geometry (according to the Voronoi polyhedra statistics) and the corrosion rate:
 а – average distance between centers; б – average area of polyhedra;
 с – kurtosis coefficient of the distribution of polyhedra areas

Таблица 3. Результаты анализа НВ методом сканирующей микроскопии
Table 3. The results of NMI analysis using scanning microscopy

Сталь	Площадь анализируемой поверхности шлифа, мм ²	Плотность НВ, шт/мм ²	Среднее содержание химического элемента во включениях, мас. %				Al/(Mg+Ca)
			Mg	Al	S	Ca	
1	3,79	51	3,75	10,60	2,95	6,04	1,18
2	4,54	37	6,73	6,95	2,73	7,14	0,53
3	3,57	48	3,40	3,11	1,32	8,38	0,32
4	3,90	35	4,03	7,92	5,48	4,60	0,97
5	3,82	43	4,17	3,00	3,11	9,19	0,35

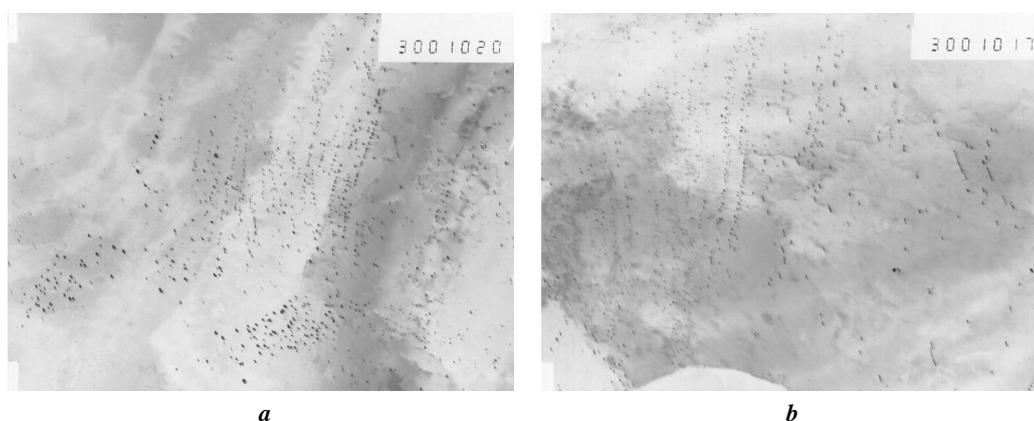


Рис. 4. Наноразмерные частицы карбонитридов в стали 1:
a – сформировавшиеся по межфазному механизму; *b* – образовавшиеся в феррите
Fig. 4. Nanosize particles of carbonitrides in the steel 1:
a – formed according to the interphase mechanism; *b* – formed in ferrite

объектов шумовой природы для получения значимых результатов

2. Показана эффективность применения статистики полиэдров Вороного для оценки неоднородности размещения НВ, которая включает в себя получение статистических оценок вида распределения значений параметров.

3. Из сопоставления результатов коррозионных испытаний и количественной оценки НВ образцов исследуемых сталей обнаружено влияние плотности, значений коэффициента эксцесса распределения площадей полиэдров, среднего расстояния между центрами включений (в диапазоне размеров от 2 нм² до 10 мкм²) на стойкость к коррозии. Коэффициенты детерминации линейных зависимостей составили 0,91, 0,74 и 0,74 соответственно. При этом влияния включений на сопротивление разрушению не выявлено, что можно объяснить отсутствием различий в загрязненности сталей НВ большего размера, играющими определяющую роль в разрушении.

4. Методами СЭМ выявлен состав НВ – преимущественно алюмомагнетитовая шпинель; методами ПЭМ – наличие большого количества наноразмерных частиц, оказывающих существенное влияние на развитие скорости коррозии исследуемых сталей.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Штремель М.А. Проблемы металлургического качества стали (неметаллические включения) // Металловедение и термическая обработка металлов. 1980. № 8. С. 2–6.
2. Гуляев А.П. Чистая сталь. М.: Металлургия, 1975. 184 с.
3. Виноград М.И. Включения в стали и ее свойства. М.: Металлургиздат, 1963. 252 с.
4. Zerst U., Madia M., Klinger C., Bettge D., Murakami Y. Defects as a root cause of fatigue failure of metallic components. II: Non-metallic inclusions // Engineering Failure Analysis. 2019. Vol. 98. P. 228–239. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2019.01.054](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2019.01.054).
5. Liu Hanze, Zhang Shikun, Zhang Jing, Ren Qiang, Zhang Lifeng, Ge Yanfeng. Properties of typical non-metallic inclusions in steel: First-principles calculations // Materials Today Communications. 2023. Vol. 34. Article number 105118. DOI: [10.1016/j.mtcomm.2022.105118](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.105118).
6. Costa e Silva A. The effects of non-metallic inclusions on properties relevant to the performance of steel in structural and mechanical applications // Journal of Materials Research and Technology. 2019. Vol. 8. № 2. P. 2408–2422. DOI: [10.1016/j.jmrt.2019.01.009](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.01.009).

7. Выбойщик М.А., Иоффе А.В. Научные основы разработки и методология создания сталей для производства нефтепромысловых труб повышенной прочности и коррозионной стойкости // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2019. № 1. С. 13–20. DOI: [10.18323/2073-5073-2019-1-13-20](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2019-1-13-20).
8. Амежнов А.В., Родионова И.Г. Влияние химического и фазового состава неметаллических включений на коррозионную стойкость углеродистых и низколегированных сталей в водных средах, характерных для условий эксплуатации нефтепромысловых трубопроводов // Metallurg. 2019. № 7. С. 45–52. EDN: [PEQWKN](https://pubs.rsc.org/doi/10.1039/C9ME00000A).
9. Казаков А.А., Мurysev В.А., Киселев Д.В. Интерпретация природы неметаллических включений при оценке качества металлопродукции в условиях заводской практики // Черные металлы. 2021. № 9. С. 47–54. DOI: [10.17580/chm.2021.09.08](https://doi.org/10.17580/chm.2021.09.08).
10. Passigatti S.T.P., de Oliveira M.S., de Oliveira J.R., de Souza R.M., Vieira E.A. On the comparative inclusion analysis in steels: Spark-DAT, ASCAT and optical microscopy // Journal of Materials Research and Technology. 2022. Vol. 19. P. 4745–4755. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.06.155](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.06.155).
11. Barbosa C., de Campos J.B., do Nascimento J.L., Caminha I.M.V. Quantitative study on nonmetallic inclusion particles in steels by automatic image analysis with extreme values method // Journal of Iron and Steel Research International. 2009. Vol. 16. P. 18–21. DOI: [10.1016/S1006-706X\(09\)60054-6](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(09)60054-6).
12. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Пережогин В.Ю., Кодиров Д.Ф. Об учете статистической природы объектов при анализе структур в металловедении // Электрометаллургия. 2020. № 7. С. 22–27. EDN: [DTRDTP](https://pubs.rsc.org/doi/10.1039/C9ME00000A).
13. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Пережогин В.Ю., Ха Н.Н. Некоторые практические соображения, связанные с компьютерными процедурами обработки изображений в металловедении // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2019. № 4. С. 35–44. DOI: [10.18323/2073-5073-2019-4-35-44](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2019-4-35-44).
14. Гонсалес Р.С., Вудс Р.Е. Цифровая обработка изображений. М.: Техносфера, 2012. 1104 с.
15. Соколовская Э.А., Кудря А.В., Пережогин В.Ю., Танг В.Ф., Кодиров Д.Ф.У., Сергеев М.И. Возможности цифровизации измерений в металловедении для внесения в оценку структур и разрушения количественной меры // Metallurg. 2022. № 7. С. 48–57. DOI: [10.52351/00260827_2022_07_48](https://doi.org/10.52351/00260827_2022_07_48).
16. Казаков А.А., Киселев Д.В., Казакова Е.И. Количественные методы оценки микроструктуры стали и сплавов для пересмотра устаревших ГОСТ // Литье и металлургия. 2021. № 2. С. 42–48. DOI: [10.21122/1683-6065-2021-2-42-48](https://doi.org/10.21122/1683-6065-2021-2-42-48).
17. McHugh S.T. Understanding Photography. Master Your Digital Camera and Capture That Perfect. San Francisco: No Starch Press, 2018. 240 p.
18. Voronoi G.F. Nouvelles applications des paramètres continus à la théorie de formes quadratiques // Journal für die reine und angewandte Mathematik. 2009. Vol. 1908. № 134. P. 198–287. DOI: [10.1515/crll.1908.134.198](https://doi.org/10.1515/crll.1908.134.198).
19. Jo Sung-Koo, Kim Seon-Hyo, Song Bo. Thermodynamics on the Formation of Spinel (MgO×Al₂O₃). Inclusion in Liquid Iron Containing Chromium // Metallurgical and Materials Transactions B. 2002. Vol. 33. P. 703–709. DOI: [10.1007/s11663-002-0023-4](https://doi.org/10.1007/s11663-002-0023-4).
20. Osio A.S., Liu S., Olson D.L. The effect of solidification on the formation and growth of inclusions in low carbon steel welds // Material Science and Engineering A. 1996. Vol. 221. № 1-2. P. 122–133. DOI: [10.1016/S0921-5093\(96\)10466-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(96)10466-4).

REFERENCES

1. Shtremel M.A. The issues of metallurgical quality of steel (non-metallic inclusions). *Metal Science and Heat Treatment*, 1980, no. 8, C. 2–6.
2. Gulyaev A.P. *Chistaya stal* [Pure steel]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1975. 184 p.
3. Vinograd M.I. *Vklyucheniya v stali i ee svoystva* [Steel inclusions and its properties]. Moscow, Metallurgizdat Publ., 1963. 252 p.
4. Zerst U., Madia M., Klinger C., Bettge D., Murakami Y. Defects as a root cause of fatigue failure of metallic components. II: Non-metallic inclusions. *Engineering Failure Analysis*, 2019, vol. 98, C. 228–239. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2019.01.054](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2019.01.054).
5. Liu Hanze, Zhang Shikun, Zhang Jing, Ren Qiang, Zhang Lifeng, Ge Yanfeng. Properties of typical non-metallic inclusions in steel: First-principles calculations. *Materials Today Communications*, 2023, vol. 34, article number 105118. DOI: [10.1016/j.mtcomm.2022.105118](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.105118).
6. Costa e Silva A. The effects of non-metallic inclusions on properties relevant to the performance of steel in structural and mechanical applications. *Journal of Materials Research and Technology*, 2019, vol. 8, no. 2, C. 2408–2422. DOI: [10.1016/j.jmrt.2019.01.009](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.01.009).
7. Vyboyschik M.A., Ioffe A.V. Scientific basis of development and the methodology of creation of steels for the production of oilfield casing and tubular goods with the increased strength and corrosion resistance. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2019, no. 1, C. 13–20. DOI: [10.18323/2073-5073-2019-1-13-20](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2019-1-13-20).
8. Amezhnov A.V., Rodionova I.G. Influence of chemical and phase composition of non-metallic inclusions on corrosion resistance of carbon and low alloy steels in water mediums typical for oilfield pipelines operating conditions. *Metallurgist*, 2019, vol. 63, no. 7-8, pp. 717–726. EDN: [KBDKLV](https://pubs.rsc.org/doi/10.1039/C9ME00000A).
9. Kazakov A.A., Murysev V.A., Kiselev D.V. Interpretation of nature of non-metallic inclusions in assessing the quality of metal products in the industrial conditions. *Chernye metally*, 2021, no. 9, C. 47–54. DOI: [10.17580/chm.2021.09.08](https://doi.org/10.17580/chm.2021.09.08).
10. Passigatti S.T.P., de Oliveira M.S., de Oliveira J.R., de Souza R.M., Vieira E.A. On the comparative inclusion analysis in steels: Spark-DAT, ASCAT and optical microscopy. *Journal of Materials Research and Technology*, 2022, vol. 19, C. 4745–4755. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.06.155](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.06.155).
11. Barbosa C., de Campos J.B., do Nascimento J.L., Caminha I.M.V. Quantitative study on nonmetallic inclusion particles in steels by automatic image analysis with extreme values method. *Journal of Iron and Steel Research International*, 2009, vol. 16, C. 18–21. DOI: [10.1016/S1006-706X\(09\)60054-6](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(09)60054-6).
12. Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Perezhogin V.Yu., Kodirov D.F. On taking into account the statistical nature of

- objects in structural analysis in metals science. *Russian metallurgy (Metally)*, 2020, vol. 2020, no. 12, pp. 1435–1438. DOI: [10.1134/S0036029520120149](https://doi.org/10.1134/S0036029520120149).
13. Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Perezhogin V.Yu., Kha N.N. Some practical concerns related to computer procedures of processing images in material science. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2019, no. 4, C. 35–44. DOI: [10.18323/2073-5073-2019-4-35-44](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2019-4-35-44).
 14. Gonsales R.S., Vuds R.E. *Tsifrovaya obrabotka izobrazheniy* [Digital Image Processing]. Moscow, Tekhnosfera Publ., 2012. 1104 p.
 15. Sokolovskaya E.A., Kudrya A.V., Perezhogin V.Yu., Tang V.P., Kodirov D.F.U., Sergeev M.I. Possibilities of measurement digitalization in metal science for the introduction of quantitative measurement to the evaluation of structures and fractures. *Metallurgist*, 2022, vol. 66, no. 7, C. 792–804. DOI: [10.1007/s11015-022-01390-3](https://doi.org/10.1007/s11015-022-01390-3).
 16. Kazakov A.A., Kiselev D.V., Kazakova E.I. Quantitative methods for assessing the microstructure of steel and alloys for revising outdated GOST standards. *Lite i metallurgiya*, 2021, no. 2, C. 42–48. DOI: [10.21122/1683-6065-2021-2-42-48](https://doi.org/10.21122/1683-6065-2021-2-42-48).
 17. McHugh S.T. *Understanding Photography. Master Your Digital Camera and Capture That Perfect*. San Francisco, No Starch Press Publ., 2018. 240 p.
 18. Voronoi G.F. Nouvelles applications des paramètres continus à la théorie de formes quadratiques. *Journal für die reine und angewandte Mathematik*, 2009, vol. 1908, no. 134, C. 198–287. DOI: [10.1515/crll.1908.134.198](https://doi.org/10.1515/crll.1908.134.198).
 19. Jo Sung-Koo, Kim Seon-Hyo, Song Bo. Thermodynamics on the Formation of Spinel ($MgO \times Al_2O_3$). Inclusion in Liquid Iron Containing Chromium. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 2002, vol. 33, C. 703–709. DOI: [10.1007/s11663-002-0023-4](https://doi.org/10.1007/s11663-002-0023-4).
 20. Osio A.S., Liu S., Olson D.L. The effect of solidification on the formation and growth of inclusions in low carbon steel welds. *Material Science and Engineering A*, 1996, vol. 221, no. 1-2, C. 122–133. DOI: [10.1016/S0921-5093\(96\)10466-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(96)10466-4).

Digital measurements of non-metallic inclusions in steel

© 2024

Natalia A. Stukalova^{1,3}, postgraduate student
 Davronjon F. Kodirov^{*1,4}, postgraduate student
 Valeriy I. Alekseev¹, postgraduate student

Elina A. Sokolovskaya^{1,5}, PhD (Engineering), Associate Professor,
 assistant professor of Chair of Metal Science and Physics of Strength

Irina G. Rodionova^{2,6}, Doctor of Sciences (Engineering), Associate Professor,

Deputy Director of the Scientific Center for Physical and Chemical Fundamentals and Technologies of Metallurgy

¹University of Science and Technology MISIS, Moscow (Russia)

²State Research Center FSUE I.P. Bardin Central Research Institute of Ferrous Metallurgy, Moscow (Russia)

*E-mail: DFKodirov@yandex.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0009-0007-3455-4457>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0009-0003-5380-5558>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9381-9223>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4201-4665>

Received 19.07.2023

Accepted 13.11.2023

Abstract: The experience of many-year research has shown that optimizing the steel chemical composition and microstructural characteristics, as well as reducing its contamination with non-metallic inclusions (NMI), it is possible to significantly increase the corrosion resistance of oilfield pipeline steels and increase the time of their trouble-free operation. The influence of complex NMIs on the steel corrosion resistance is determined by both the chemical composition of NMIs and their quantitative ratios. Therefore, obtaining metal products of the required quality is possible only when using the “control by structure” principle. In the work, based on the analysis of brightness fields of images (on a sample scale) in 256 shades of gray, the authors proposed digital, metrologically supported procedures for measuring the NMI heterogeneity of low-carbon oilfield steels: eliminating the heterogeneity of field illumination, justifying the criteria for binarization and noise filtering. For low-carbon steels of various types of melting, the authors identified the key role of dispersed non-metallic inclusions ranging in size from 5–10 μm^2 to 2 nm^2 in the formation of the corrosion resistance of steels. This may explain why, in some cases, there is no interrelation between the corrosion rate and the fracture resistance of steels, the formation of which is determined by larger particles. When representing the NMI as a set of random points on the plane, the distribution of distances between the nearest ones is estimated based on Voronoi polyhedra statistics. The study shows that an increase in the kurtosis coefficient of distributions of polyhedra areas is accompanied by an increase in the corrosion rate of the steels under study. This indicates the negative impact of heterogeneity in the arrangement of dispersed NMIs on the corrosion resistance of steels.

Keywords: digital measurements of structures; quality management by structure; non-metallic inclusions in steel; corrosion resistance of oilfield pipes.

Acknowledgments: The paper was written on the reports of the participants of the XI International School of Physical Materials Science (SPM-2023), Togliatti, September 11–15, 2023.

For citation: Stukalova N.A., Kodirov D.F., Alekseev V.I., Sokolovskaya E.A., Rodionova I.G. Digital measurements of non-metallic inclusions in steel. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 1, pp. 95–103. DOI: [10.18323/2782-4039-2024-1-67-9](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2024-1-67-9).