

高铁车轮中复合夹杂物的火花光谱原位分析

盛亮¹, 袁良经^{2*}, 李冬玲², 张晓芬³, 张翘楚², 于雷², 贾云海^{1*}

1. 钢铁研究总院, 北京 100081
2. 钢研纳克检测技术股份有限公司, 北京 100081
3. 北京科技大学, 北京 100083

摘要 火花发射光谱分析钢中单一夹杂物的研究已有文献报导, 但用火花光谱分析钢中复合夹杂物一直是个难题。钢中复合夹杂物是一种单一夹杂物包裹另外一种单一夹杂物组成的复合体, 或由两个及以上单一夹杂物紧密相邻结合体。如何区分材料中同时存在但不相邻的两种单一夹杂物和二者复合夹杂物, 用火花发射光谱技术难于实现。该工作采用火花光谱原位统计分布分析(OPA)进行高铁车轮截面的夹杂物分析, OPA通过对经连续扫描的火花放电激发所产生的元素光谱信号进行采集和分析, 可实现大尺度金属材料的成分及夹杂物统计分布表征, 在同一激发位置下, 当既有 Al_2O_3 夹杂物光谱信号, 也有 MnS 夹杂物光谱信号, 通过对 Al_2O_3 夹杂物和 MnS 夹杂物的火花光谱强度时序耦合处理, 获得此时序对应位置处的复合夹杂物信息。根据超过阈值以上的火花光谱强度和夹杂物平均面积之间的良好线性关系, 在同一位置下, 分别获得 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物中 Al_2O_3 夹杂物和 MnS 夹杂物的面积, 将 Al_2O_3 夹杂物面积和 MnS 夹杂物面积相加, 得到 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物的面积。同时结合扫描电镜(SEM)分析小区域内的复合夹杂物, 将每一个扫描电镜复合夹杂物面积对应一个 OPA 分析夹杂物的归一化面积, 建立 SEM 和 OPA 两种分析方法获得的复合夹杂物面积的关系曲线, 二者具有良好线性关系, 线性相关系数大于 0.99。取高铁车轮截面中另外两部分进行验证实验, 得到的结果也与扫描电镜结果基本一致, 即在分析小面积区域内 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物, OPA 分析的归一化结果也能够满足表征需要。除此之外, 由于 OPA 可以进行部件全域分析, 可检测到更多的较大 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物颗粒, 可有效避免扫描电镜(SEM)因分析区域有限造成大尺寸夹杂物漏检问题, 为大尺寸金属构件的夹杂物分析特别是 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物的分析提供了一种有效手段。

关键词 火花光谱原位分析; 复合夹杂物; 粒度分布; 高铁车轮; 扫描电镜分析

中图分类号: O657.3 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3964/j.issn.1000-0593(2022)04-1122-07

引言

非金属夹杂物能够降低钢的塑性、韧性、耐腐蚀性和疲劳性能^[1-4], 严重影响现代高端钢铁材料的质量^[5-8]。钢中夹杂物的传统表征方法有金相显微分析法、扫描电镜结合能谱(SEM-EDS)法等^[9-12]。根据钢中夹杂物评级分析 ASTM 标准及 ISO 标准分析的表面积分别为 160 及 200 mm^2 , 这些方法存在分析区域小的局限性, 无法实现一次性大区域的夹杂物分布表征。根据文献报道^[13-14], 火花光谱分析(OES)或火花源原位统计分布分析(OPA)能够直接分析钢中夹杂物并给出夹杂物分布, 其利用了单火花在激发夹杂物时会产生比

固溶元素更高的异常火花光谱强度, 基于异常火花光谱强度大小, 可计算夹杂物尺寸或面积。但迄今火花光谱只能分析钢中单一类型夹杂物, 如三氧化二铝或硫化锰, 还不能进行复合夹杂物分析。

材料中复合夹杂物一般指两种或两种以上夹杂物, 以紧密相邻或一个包裹另一个的方式形成的混合物。判定两种夹杂物是仅相邻但仍属于独立分布, 还是两种夹杂物复合在一起对于光谱分析夹杂物本身就是个难题。此外, 如果是复合夹杂物, 如何用光谱区分测定也是一个尚未解决的难题。钢中的夹杂物存在形式多种多样, 有以单一形式存在的夹杂物, 也有以复合夹杂物存在。如在高铁车轮中, 单一的 Al_2O_3 夹杂物和单一的 MnS 夹杂物均分别存在, 但同时为

收稿日期: 2021-03-05, 修订日期: 2021-05-18

基金项目: 科技部重大科学仪器设备开发专项(2017YFF0106200)资助

作者简介: 盛亮, 1991 年生, 钢铁研究总院博士研究生 e-mail: shengliang91@163.com

* 通讯作者 e-mail: yuanliangjing@ncschina.com; jiayunhai@ncschina.com

消除单一 Al_2O_3 夹杂物对钢性能的负面影响, 采用以 MnS 夹杂物包裹 Al_2O_3 夹杂物的特殊冶金工艺, 从而形成部分 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物^[15]。传统夹杂物分析方法采用扫描电镜及能谱 (SEM-EDS), 分析 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物形貌尺寸和数量, 但由于分析区域小而缺乏代表性, 不能给出大面积中的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物及其分布。

本工作分别用钢中单一夹杂物建立夹杂物平均面积和夹杂物单火花光谱强度曲线, 根据原位分析在同一位置同时获得的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物中各个元素的光谱强度, 分别计算构成复合夹杂物的单一夹杂物的面积, 然后将单一夹杂物面积加和, 得到 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物面积; 根据光谱信号中 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物的光谱信号频数, 确定复合夹杂物的数量。本文针对高铁车轮钢中 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物分析, 研究在火花光谱原位分析中如何确认 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物, 以及在扫描电镜分析复合夹杂物的面积参数的基础上, 采用 OPA 进行大面积高铁车轮表面 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物的统计分布, 并在大尺寸高铁车轮的不同部位, 验证分析方法的可行性。

1 实验部分

1.1 仪器

OPA-1000 (钢研纳克); 扫描电镜 TESCAN-VEGA3 (TESCAN); 能谱仪 Aztec (牛津)。

1.2 样品制备

图 1 为高铁车轮截面, 样品左侧是靠近车轮中心的轮毂部分, 样品中间为高铁车轮的轮辐部分, 样品右侧是车轮外部的轮辋部分。SEM-EDS 分析的区域为轮毂部分 A1, 轮辐部分 A2, 轮辋部分 A3, 见图 1(a); OPA 分析的区域为轮毂部分 B1, 轮辐部分 B2, 轮辋部分 B3, 见图 1(b)。

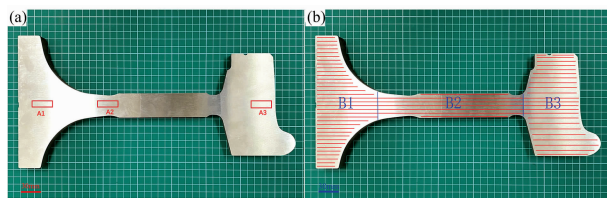


图 1 高铁车轮截面及其分析区域

(a): SEM-EDS 分析的区域; (b): OPA 分析区域

Fig. 1 Cross section of high railway wheel and its analysis area

(a): SEM-EDS analysis area; (b): OPA analysis area

高铁车轮中含有球状 Al_2O_3 夹杂物、MnS 夹杂物以及特殊冶金工艺产生的 MnS 包裹 Al_2O_3 的复合夹杂物, 其中球状 Al_2O_3 夹杂物的扫描电镜 (SEM) 微观形貌如图 2(a), MnS 夹杂物的微观结构形貌如图 2(b), $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物的 SEM 微观形貌和能谱分别如图 2(c) 和 (d)。

1.3 条件

扫描电镜 TESCAN-VEGA3: 参照标准 GB/T10561—2005 测定钢中夹杂物, 在样品 [图 1(a)] 分别取三个 $30\text{ mm} \times 10\text{ mm}$ 面积检测区域 A1, A2 和 A3。A1 位于轮毂部分,

A2 位于轮辐部分, A3 位于轮辋部分, 三部分各自实际分析面积 272 mm^2 。样品表面用目数从低到高的 SiC 砂纸逐级打磨至 $5\text{ }\mu\text{m}$, 抛光后清洗、吹干, 用 SEM 和能谱仪分析。

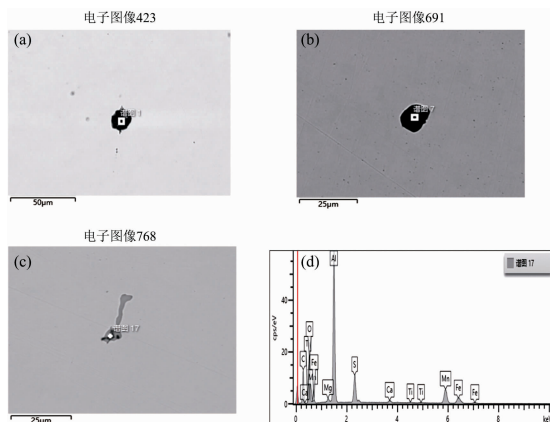


图 2 典型夹杂物微观形貌和组成图

(a): Al_2O_3 夹杂物; (b): MnS 夹杂物;

(c): $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物; (d): $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物的能谱图

Fig. 2 Microstructure morphologies and composition of typical inclusions

(a): Al_2O_3 ; (b): MnS; (c): $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$;

(d): Energy dispersive spectrum of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$

OPA-1000: 用系统附带的铣刀进行全自动加工整个车轮截面样品的表面, 粗糙度 $Ra < 3.2$ 。选择高铁车轮的 3 个不同区域 B1, B2 和 B3 进行从左到右逐行全扫描分析, 见图 1(b)。单火花激发频率 500 Hz , 扫描分析速率 $1\text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, 扫描行距 4 mm 。Al 分析线 396.1 nm , Mn 分析线 293.3 nm , S 分析线 180.7 nm 。

2 结果与讨论

2.1 在扫描电镜中不同部分的三类夹杂物尺寸及颗粒数分布

轮毂部分 A1、轮辐部分 A2、轮辋部分 A3 的 SEM 测定三类夹杂物尺寸分布分别见表 1。

根据表 1 的数据可以得出, 在高铁车轮中轮辋部分 A3 的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物的数量最多, 其次是轮辐部分 A2, 最后是轮毂部分 A1。在轮毂部分 A1 和轮辋部分 A3 中, $3\sim 5\text{ }\mu\text{m}$ 的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物颗粒数最多, 轮辐部分 A2 中, $0\sim 3\text{ }\mu\text{m}$ 的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物颗粒最多。

2.2 火花原位分析的光谱强度与夹杂物平均面积的关系

2.2.1 Al_2O_3 夹杂物光谱强度与平均面积的关系

单火花光源激发含有 Al_2O_3 夹杂物及固溶元素 Al 的高铁车轮构件, 光谱信号强度呈非高斯对称的强度-频数谱图, 以平均强度加 2.5 倍标准偏差为阈值, 扣除固溶 Al 元素产生的阈值以下的光谱信号强度, 得到了高铁车轮中 Al_2O_3 夹杂物的光谱强度信号, 见图 3。根据文献^[13-14], Al_2O_3 夹杂物光谱信号强度和夹杂物的尺寸呈二次函数关系, Al_2O_3 夹杂物光谱信号强度和夹杂物的平均面积呈线性关系。将 Al_2O_3

表 1 高铁车轮的扫描电镜测定的夹杂物尺寸分布

Table 1 Inclusion size distribution measured by SEM

夹杂物尺寸范围/ μm	夹杂物面积范围/ μm^2	轮毂部分 A1			轮辐部分 A2			轮辋部分 A3		
		Al_2O_3 夹杂物/颗	MnS 夹杂物/颗	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物/颗	Al_2O_3 夹杂物/颗	MnS 夹杂物/颗	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物/颗	Al_2O_3 夹杂物/颗	MnS 夹杂物/颗	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物/颗
0~3	0~7.1	559	2 942	153	301	1 277	321	911	5 007	635
3~5	7.1~19.6	286	2 465	377	304	644	308	732	2 312	721
5~7	19.6~38.5	136	1 329	183	139	228	137	237	655	257
7~9	38.5~63.6	54	530	91	45	68	69	65	169	67
9~11	63.6~95	27	258	50	8	16	11	25	45	32
11~13	95~132.7	10	75	18	11	5	11	10	10	4
13~15	132.7~176.6	4	28	4	5	1	1	2	6	1
>15	>176.6	3	14	5	7	1	1	2	1	0

夹杂物的平均面积与光谱原位解析谱图中的 Al_2O_3 光谱强度拟合, 图 4 中 Al_2O_3 夹杂物光谱强度和面积呈良好线性关系, $R^2=0.968$ 。

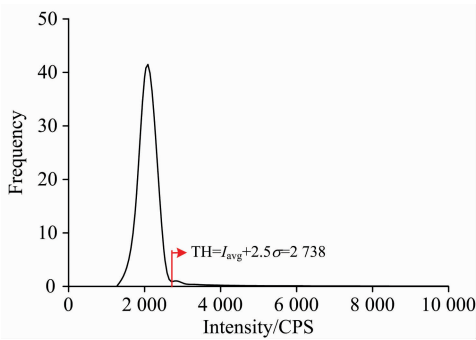


图 3 Al_2O_3 夹杂物光谱阈值

Fig. 3 Spectral threshold of Al_2O_3 inclusion

合, 见图 5, 其拟合光谱信号强度与平均面积呈线性关系, $R^2=0.926$ 。

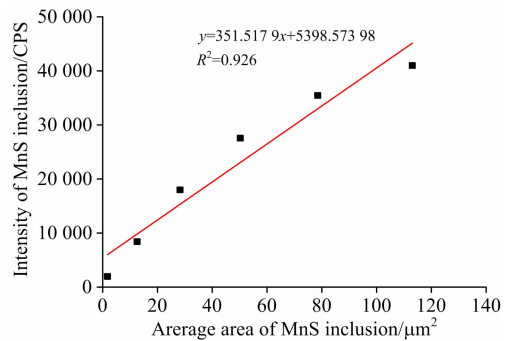


图 5 MnS 夹杂物的平均面积与光谱强度拟合曲线

Fig. 5 Fitting curve between the average area of MnS inclusion and the spectral intensity

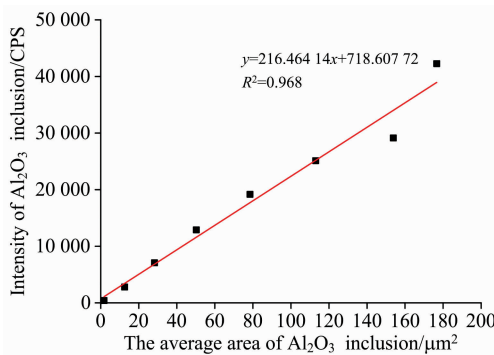


图 4 Al_2O_3 夹杂物的平均面积与光谱强度拟合曲线

Fig. 4 Fitting curve between the average area of Al_2O_3 inclusion and the spectral intensity

2.3 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物光谱信号解析

图 6 为 Al 元素单火花强度信号时序分布图, 图 7 为 MnS 夹杂物单火花强度信号时序合成图, 图 8 为 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物的光谱强度信号时序合成图。图 6—图 8 横坐标为单火花激发时序频数, 每个单火花代表特定位置信息, 纵坐标为光谱强度。通过图 6 与图 7 的数据谱图耦合, 形成谱图 8, 即在时序强度耦合谱图中, 同一单火花时序位置即同一激发位置下, 如果 Al_2O_3 夹杂物光谱信号和 MnS 夹杂物光谱信号同时存在, 则此位置即为 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹

2.2.2 MnS 夹杂物光谱信号强度与平均面积之间的关系

平均强度加 2.5 倍标准偏差为阈值, 扣除固溶 Mn 元素产生的小于阈值的光谱信号强度, 得到高铁车轮中 Mn 元素夹杂物光谱强度; S 元素在钢中不单独存在, 均与其他金属元素结合形成夹杂物。在某一位置, 既有 Mn 元素信号, 也有 S 元素光谱信号, 则可认为此位置有 MnS 夹杂物。将 MnS 夹杂物平均面积与解析谱图中 MnS 共有信号强度拟

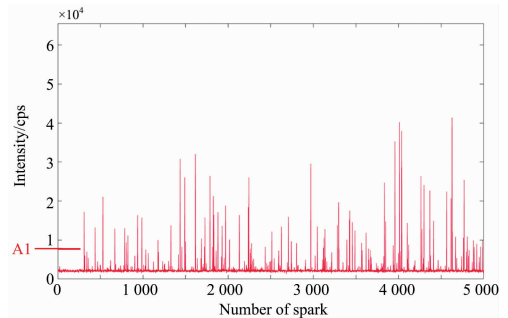


图 6 Al 元素的单火花强度时序图

Fig. 6 Sequential diagram of Al single sparks

杂物。由此可以准确地区分和确认复合夹杂物，并为 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物定量分析打下了基础。

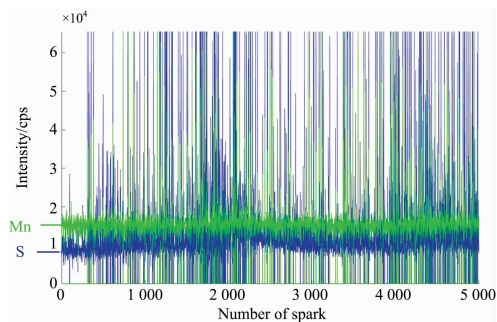


图 7 MnS 夹杂物强度时序耦合图

Fig. 7 Sequential diagram of MnS inclusion

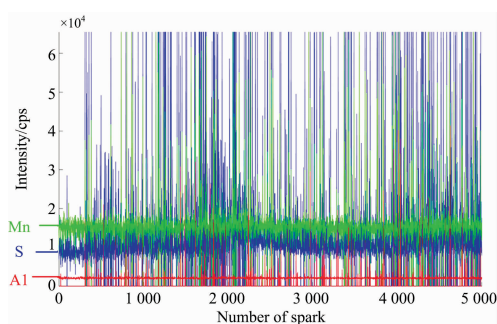


图 8 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物的光谱强度时序耦合图

Fig. 8 Sequential diagram of Al₂O₃/MnS complex inclusions

2.4 OPA 与 SEM 分析 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物的相关性

为减少脆性夹杂物 Al₂O₃ 带来的不利影响，高铁车轮采用特殊冶金工艺，尽量用 MnS 将 Al₂O₃ 包裹起来，提高高铁车轮的性能^[15]。采用 OPA 可分析较大面积样品内的 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物，并建立与 SEM 分析结果的相关性。

对于 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物，无论是 MnS 全面包裹 Al₂O₃，还是 MnS 与 Al₂O₃ 二者紧密相连为一体，复合夹杂物面积都应是两种夹杂物面积之和，见式(1)

$$S_{\text{复合夹杂物}} = S_{\text{MnS}} + S_{\text{Al}_2\text{O}_3} \quad (1)$$

根据上述 Al₂O₃ 夹杂物和 MnS 夹杂物光谱强度与平均面积的关系，从测量的 Al₂O₃ 和 MnS 的光谱强度，即可得到复合夹杂物中 Al₂O₃ 的面积及 MnS 的各自面积，两者面积相加即获得 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物面积。根据 OPA 分析的轮毂部分 B1 的统计结果如表 2 所示。

基于扫描电镜分析 A1 面积的 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物颗粒数总数为 881 个，而用 OPA 分析 B1 获得的 Al₂O₃/MnS 复合夹杂颗粒数远大于 SEM 得到的 A1 区域的 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物颗粒数，其总数达 7 839 个。将 OPA 中 7 839 个 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物按照 0~3, 3~5, 5~7, 7~9, 9~11, 11~13, 13~15 和 >15 μm 区域分成 8 组，每一组按照表 1 中轮毂部分 A1 的扫描电镜分析的复合夹杂物数目进行归一化，得到每一组的归一化系数，相当于每一个扫描电镜复合夹杂物面积对应一个 OPA 分析夹杂物归一化面积。将 SEM 结果中每一颗 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物的面积作为 x

轴，对应的归一化后 OPA 复合夹杂物面积作为 y 轴，得到扫描电镜 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物面积与 OPA 归一化后 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物面积呈良好线性关系，R²>0.99，见图 9。直线的斜率为 1.003 67 十分接近于 1，直线截距为 0.519 65(单位为 μm²)，表明用 OPA 分析夹杂物的面积与用 SEM 分析的复合夹杂物面积，二者测量结果偏差很小。完全可以用归一化后 OPA 分析获得准确的 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物分布。

表 2 OPA 分析轮毂部分 B1 的 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物尺寸分布

Table 2 Inclusion size distribution of complex inclusions of B1 region of the bub by using OPA analysis

夹杂物尺寸范围/μm	夹杂物面积范围/μm ²	Al ₂ O ₃ /MnS 复合夹杂物/颗
0~3	0~7.1	761
3~5	7.1~19.6	1 111
5~7	19.6~38.5	1 398
7~9	38.5~63.6	1 304
9~11	63.6~95	1 202
11~13	95~132.7	1 042
13~15	132.7~176.6	523
>15	>176.6	498

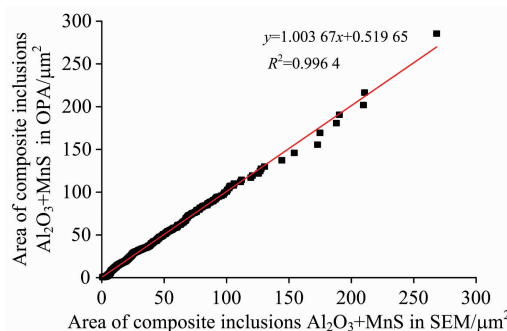


图 9 以扫描电镜和 OPA 分别分析 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物面积的关系曲线

Fig. 9 The relation curve of the areas of Al₂O₃/MnS complex inclusions measured by SEM and OPA

2.5 OPA 和 SEM 测量高铁车轮中不同部位的 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物分布一致性检验

2.5.1 OPA 和 SEM 对 B2 的 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物分布一致性检验

由于 B1 轮毂部分和 B2 轮辐部分属于同一个高铁车轮，故 Al₂O₃ 和 MnS 夹杂物光谱信号强度与面积关系式相互通用，故可直接得到 B2 轮辐部分中的 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物的分布结果。经过 OPA 复合夹杂物曲线 $y = 1.003 67x + 0.519 65$ 处理得到归一化的 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物分布，并将其与 SEM 结果对比，如表 3 所示。根据表 3 统计结果，对于 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物分析，OPA 归一化的数据结果和 SEM 数据结果是基本匹配的。对于较大颗粒 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物，OPA 分析归一化后的复合夹杂物数量要大于

SEM, 主要是因为尺寸效应, 扫描电镜的分析面积仅为 272 mm², 而 OPA 的分析区域大于扫描电镜分析区域数十倍,

故一些大尺寸复合夹杂物用 OPA 可以获得检测, 但不在扫描电镜分析的小区域内, 所以造成二者颗数差异。

表 3 轮辐部分 B2 的 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物分布

Table 3 Inclusion size distribution of Al₂O₃/MnS complex inclusions of B2 region of the spoke

夹杂物尺寸范围/ μm	夹杂物面积范围/ μm^2	OPA 分析 Al ₂ O ₃ /MnS 复合夹杂物/颗	OPA 分析归一化后 Al ₂ O ₃ /MnS 复合夹杂物/颗	SEM 分析 Al ₂ O ₃ /MnS 复合夹杂物/颗
0~3	0~7.1	403	101	321
3~5	7.1~19.6	723	362	308
5~7	19.6~38.5	888	127	137
7~9	38.5~63.6	992	71	69
9~11	63.6~95	767	32	11
11~13	95~132.7	827	15	11
13~15	132.7~176.6	400	3	1
>15 μm	>176.6	352	4	1

2.5.2 OPA 和 SEM 对 B3 的 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物分布一致性检验

将 B3 轮辋部分, 同理进行验证, 得到归一化后的 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物分布结果, 并将其与扫描电镜结果对比, 如表 4 所示。根据表 4 统计结果显示, OPA 和 SEM 对于 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物的分析结论基本匹配。对于 0~3 μm 分组中, 归一化后的 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物的颗数要

小于扫描电镜的颗数, 主要原因有两个, 一个是 OPA 是光谱分析, 测定小尺寸复合夹杂物时存在一定灵敏度的局限性, 可能导致数值偏小; 另一个是 OPA 采用的平均强度加 2.5 倍标准偏差的阈值确定也许还有更优化的方式, 从而造成接近阈值的小颗粒夹杂物数量不同; 对于大颗粒 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物, OPA 分析归一化后的复合夹杂物颗数要大于 SEM, 主要是因为尺寸效应。

表 4 轮辋部分 B3 的 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物的分布

Table 4 Size distribution of Al₂O₃/MnS complex inclusions of B3 region of the rim

夹杂物尺寸范围/ μm	夹杂物面积范围/ μm^2	OPA 分析 Al ₂ O ₃ /MnS 复合夹杂物/颗	OPA 分析归一化后 Al ₂ O ₃ /MnS 复合夹杂物/颗	SEM 分析 Al ₂ O ₃ /MnS 复合夹杂物/颗
0~3	0~7.1	1 119	280	635
3~5	7.1~19.6	1 671	836	721
5~7	19.6~38.5	1 793	256	257
7~9	38.5~63.6	1 792	128	67
9~11	63.6~95	1 457	61	32
11~13	95~132.7	1 070	19	4
13~15	132.7~176.6	542	4	1
>15 μm	>176.6	387	4	0

因此, 从轮辐部分 B2 和轮毂部分 B3 的验证数据分析可以看出, OPA 分析结果一方面与小区域 SEM 分析结果基本一致, 另一方面解决了由于 SEM 分析小区域造成大颗粒复合夹杂物漏检问题, 给出更有代表性的大颗粒 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物信息。

2.6 OPA 和 SEM 对高铁车轮中最大 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物的表征差异

通常状况下, 扫描电镜分析 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物的面积和通过 OPA 测定复合夹杂物面积, 归一化处理过后的结果相差不大, 对 >15 μm 的 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物, 两者都可以确认其存在。但由于扫描电镜分析面积有限, 故可能会将高铁车轮中未分析部位最大的复合夹杂物颗粒遗漏, 无法检测到整个样品的最大夹杂物, 存在检测盲区。如表 5 所示, 在扫描电镜下的高铁车轮中最大 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物的面积仅为 268 μm^2 , 即等效直径为 19 μm , 但 OPA 分析

表 5 高铁车轮截面各区域的最大 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物
Table 5 The maximum size of Al₂O₃/MnS complex inclusions over each cross section of high speed railway wheel

分析方式	SEM		OPA	
	面积/ μm^2	等效直径/ μm	面积/ μm^2	等效直径/ μm
轮毂部分	268	19	414	23
轮辐部分	182	15	414	23
轮辋部分	145	14	401	23

可以确定在整个高铁车轮中存在等效直径为 23 μm 的夹杂物颗粒。表 5 中高铁车轮的轮毂、轮辐、轮辋三部分用 OPA 方法获得一致的 23 μm 最大 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物等效直径, 而 SEM 方法获得三部分最大 Al₂O₃/MnS 复合夹杂物等效直径为 14~19 μm , 二者有显著差异。由于金属材料中最大夹杂物对性能最具破坏力, 因此扫描电镜方法因为漏检极

易低估夹杂物最大尺寸, 而 OPA 方法由于是对大尺寸金属构件全扫描分析, 因此测量最大夹杂物有明显优势。

3 结 论

采用 OPA 技术可以分析高铁车轮中夹杂物, 可用平均强度加 2.5 倍标准偏差作为夹杂物阈值, 区分夹杂物光谱信号并经信号耦合, 确定 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物分布信息。

单颗粒 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物面积应是其包含或紧邻

的 Al_2O_3 夹杂物面积和 MnS 夹杂物面积之和。根据 OPA 技术中单一 Al_2O_3 夹杂物和单一 MnS 的各自平均面积和超阈值光谱强度成线性关系, 得到 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物面积。将扫描电镜统计的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物面积数据与归一化后 OPA 分析的复合夹杂物数据对比, 并经高铁车轮截面不同部位实验验证, OPA 和 SEM 分析 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ 复合夹杂物的结果基本一致。因扫描电镜分析区域小, 极易漏检最具性能破坏力的大尺寸夹杂物, 而用 OPA 技术进行高铁车轮截面的夹杂物分析, 可有效避免大尺寸夹杂物漏检。

References

- [1] Liu C, Revillab R I, Zhang D W, et al. *Corrosion Science*, 2018, 138: 96.
- [2] Singh V, Khan R, Bandi B, et al. *Materials Today: Proceedings*, 2021, 41(Part 5): 1096.
- [3] Cong Tao, Liu Xiaolong, Wu Si, et al. *Engineering Failure Analysis*, 2021, 123: 105322.
- [4] Makino Taizo, Neishi Yutaka, Shiozawa Daiki, et al. *Procedia Structural Integrity*, 2017, 7: 468.
- [5] Kim W Y, Kim K S, Kim S Y. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 2021, 52(3): 1508.
- [6] Gillner K, Henrich M, Sebastian Münstermann. *International Journal of Fatigue*, 2018, 111: 70.
- [7] Yan Jianchuan, Li Tao, Shang Zhiqing, et al. *Materials Characterization*, 2019, 158: 109944.
- [8] Gao G, Xu Q, Guo H, et al. *Materials Science and Engineering A*, 2018, 739: 404.
- [9] Gleinig J, Weidner A, Fruhstorfer J, et al. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 2019, 50: 337.
- [10] Huang X, Li B, Liu Z, et al. *Vacuum*, 2019, 164: 114.
- [11] Cong Tao, Qian Guian, Zhang Guanzhen, et al. *International Journal of Fatigue*, 2021, 142: 105958.
- [12] Gong W, Jiang Z, Zhang L, et al. *Materials Science & Engineering A*, 2020, 791: 139410.
- [13] Wang Haizhou, Zhao Lei, Jia Yunhai, et al. *Engineering*, 2020, 6: 621.
- [14] LI Dong-ling, ZHAO Lei, SHEN Xue-jing, et al(李冬玲, 赵 雷, 沈学静, 等). *Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析)*, 2020, 40(6): 1710.
- [15] Li Z D, Zhou S T, Yang C F, et al. *Materials Science & Engineering A*, 2019, 764: 138208.

Determination on Complex Inclusions of High-Speed Railway Wheel Using Spark Source Original Position Analysis

SHENG Liang¹, YUAN Liang-jing^{2*}, LI Dong-ling², ZHANG Xiao-fen³, ZHANG Qiao-chu², YU Lei², JIA Yun-hai^{1*}

1. Central Iron & Steel Research Institute, Beijing 100081, China

2. NCS Testing Technology Co., Ltd., Beijing 100081, China

3. University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China

Abstract There are reports on the analysis of single type inclusions in steel by spark emission spectroscopy technology, but it is always a hard issue that complex inclusions analysis in steel by spark emission spectroscopy. The complex inclusions in steel are in two forms, one type inclusion containing another type inclusion or one type inclusion couples with another type inclusion. Nevertheless, distinguishing the isolated two types of inclusions and the complex inclusion is difficult by spark emission spectroscopy technology. In this paper, spark source original position distribution analysis (OPA) is used to analyze complex inclusions in the cross sections of a high railway wheel. The OPA technology can characterize the distribution of compositions and inclusions in a large area by the high-speed data acquisition and the analysis of element's spectrum signal excited by continuous excitation on the scanning process. At the same exciting position where both Al_2O_3 inclusion spectrum signal and MnS inclusion spectrum signal exist, through sequential spectrum signal correlation between Al_2O_3 inclusion and MnS inclusion, the complex inclusions information can be obtained at the position corresponding to time point. According to a good linear relationship between the spectrum intensity over a threshold value and average area of inclusions, the area of Al_2O_3 inclusion and MnS inclusion in $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ complex inclusion are obtained. The sum of Al_2O_3 and MnS is the area of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ complex inclusion at the same position. The scanning electron microscope (SEM) method is also used to analyze the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ complex inclusions in a limited area. The area of each complex inclusion by SEM corresponds to the normalized area of inclusion by OPA analysis, both the SEM and the OPA methods are in good consistency, and the linear correlation coefficient is better than 0.99. The results of the other two parts B_2 and B_3 of the cross-section of high-speed rail wheel measured by OPA for verification are also matched with the results obtained by SEM. In other words, in the analysis of small area $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ complex inclusions, the normalized results of OPA analysis can meet the characterization also. Moreover, because the OPA can analyze the whole area of a large sample, more large $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ complex inclusions can be detected. The weak point is that the detection of leakage of large inclusions by SEM since the smaller testing area can be avoided. An effective method for the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MnS}$ complex inclusions analysis in large steel components by OPA is developed.

Keywords Spark source original position analysis; Complex inclusions; Size distribution; High-speed railway wheel; SEM analysis

(Received Mar. 5, 2021; accepted May 18, 2021)

* Corresponding authors