

Phenom ParticleX

全自动一体化钢中非金属夹杂物分析系统

夹杂物分析新高度



PHENOMSCIENTIFIC
飞 纳 电 镜

钢中非金属夹杂物分析的意义

什么是钢中非金属夹杂物？

钢中非金属夹杂物 (Non-Metallic Inclusions, 简称 NMI) 是指存在于钢水或者钢材中的氧化物 (比如氧化铝、镁铝尖晶石、铝酸钙等)、硫化物 (比如硫化锰、硫化钙等)、碳化物、氮化物等非金属颗粒。这些夹杂物的存在不但影响钢材质量, 而且对炼钢工艺过程也有很大的危害。

钢中非金属夹杂物有哪些危害？

钢中非金属夹杂物的存在会造成钢材的强度降低、抗疲劳寿命缩短、抗冲击韧性变差, 也会造成钢材的腐蚀速率加快。由非金属夹杂物导致的钢材表面质量问题甚至会导致用户对整批钢材的退货。此外, 在炼钢过程中, 固体非金属夹杂物, 比如氧化铝和镁铝尖晶石等, 会造成水口堵塞, 影响生产效率。

生产高品质洁净钢对钢中非金属夹杂物分析的要求

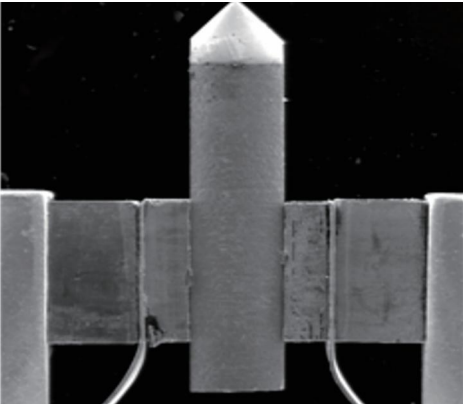
由于钢中非金属夹杂物的危害, 生产高品质洁净钢已成为钢铁行业发展的趋势, 生产洁净钢的关键在于对非金属夹杂物的有效控制, 控制杂质的关键就在于准确、快速和全面地检测夹杂物的尺寸、形貌和组成, 并且对几千个甚至上万个夹杂物的大量数据进行全自动的统计和冶金分析。冶金工程师和炼钢部门只有通过及时地获取直观易懂的夹杂物分析数据报告, 才能对炼钢工艺过程中的非金属夹杂物进行有效的控制, 从而保证高品质钢的稳定生产。



全自动一体化钢中夹杂物分析系统历史发展

在各种夹杂物分析技术中，目前国内外公认的最准确和可靠的方法是使用全自动一体化的快速夹杂物分析仪对夹杂物进行检测分析。Aspex系列产品因其独有的全自动集成一体化的快速夹杂物分析和报告功能在全球钢铁行业得到了广泛认可，并且已有大量文献报道该技术在钢铁生产中的各种成功案例。2019 年，Aspex 系列产品升级到最新型号 Phenom ParticleX。

- 1. 1992 年，ASPEX 诞生。主打基于 SEM+EDS 的自动化夹杂物分析，满足客户对夹杂物大小、形态和元素组成的分析需求。
- 2. 2012 年 FEI 收购 ASPEX，并于 2017 年 ASPEX 升级为第四代，更名为 Explorer4。钨灯丝升级为 CeB₆ 灯丝。
- 3. 2019 年 Explorer4 升级为 Phenom ParticleX，采用 CeB₆ 晶体灯丝，具备自动化夹杂物分析系统和常规扫描电镜系统双系统，进一步拓展了应用范围。



采用 CeB₆ 晶体灯丝，确保自动化分析的流畅运行：

- CeB₆ 灯丝寿命更长，使用时间超过 3000 小时（厂家质保）；钨灯丝寿命较短（仅为 100 小时左右）
- CeB₆ 灯丝亮度更高，因此图像质量更高，结果准确性也更高
- CeB₆ 灯丝性能更稳定，不会熔断，挥发量极小，保证自动化分析的流畅运行；钨灯丝后期会熔断，导致分析过程立刻终止
- 色散更小，仅为钨灯丝的 1/3~1/2

分析测定钢中非金属夹杂物的难点及最新解决方案

分析测定钢中非金属夹杂物是一项复杂的工作，它既需要对钢样中存在的大量夹杂物进行定量分析，测量其尺寸、形貌等，又需要测定它们的化学组成和分布、以及变化趋势等。目前，常用的夹杂物分析方法（如金相法、化学分析法、扫描电镜、电解方法等）都只是从某一个侧面反映了钢中非金属夹杂物的属性，但这些方法不但依靠手工操作费时费力，不具备统计意义，而且所检测的数据不全面，不能为生产部门提供所需的夹杂物信息。

普通扫描电镜法与全自动一体化钢中非金属夹杂物分析系统 ParticleX 对比：

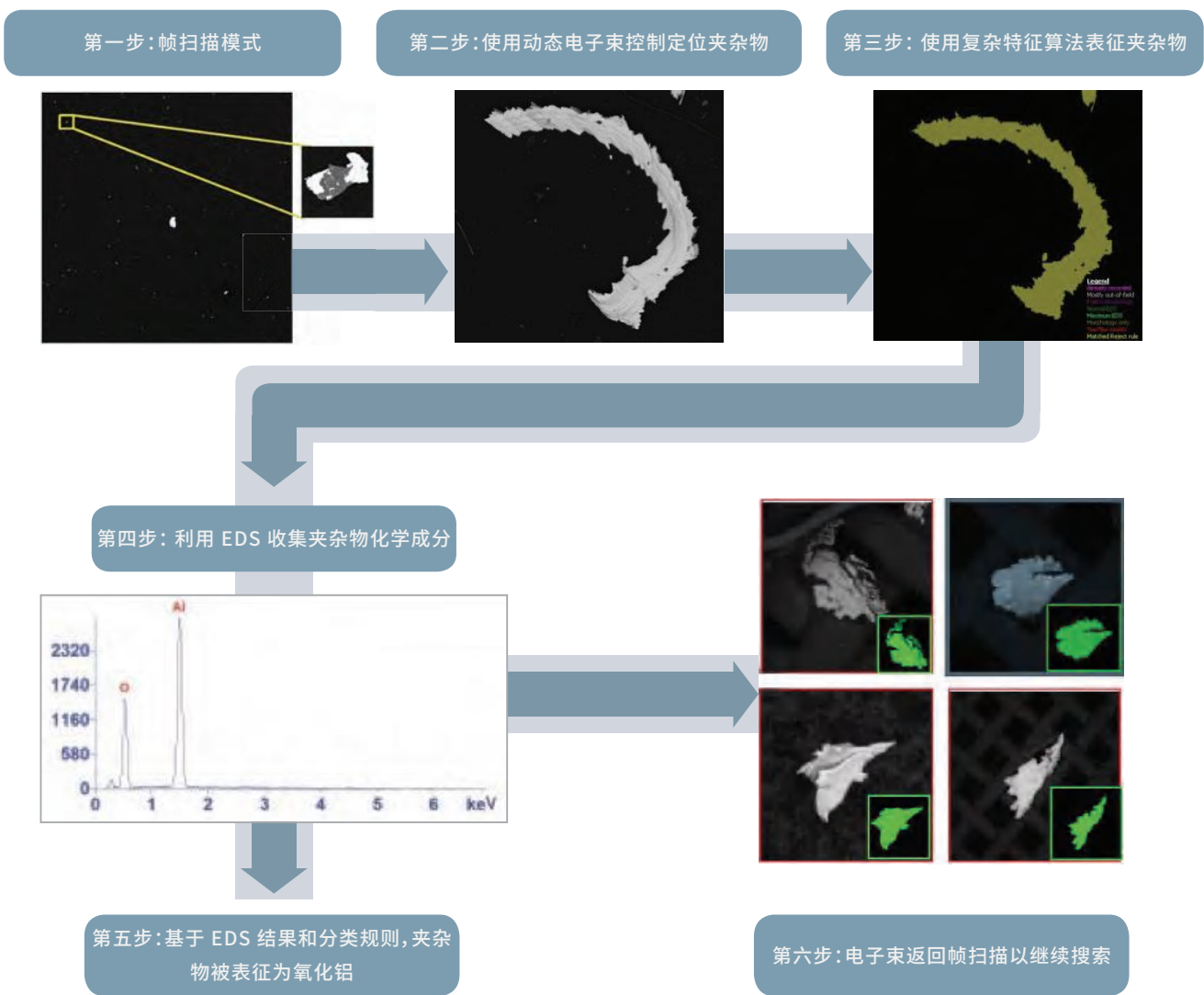
	普通扫描电镜法	全自动一体化钢中非金属夹杂物分析系统 Phenom ParticleX
原理	手动移动视野寻找夹杂物，手动采集夹杂物照片，手动做能谱分析，人工判断夹杂物种类并统计夹杂物尺寸及数量。	通过 BSD 信号自动识别夹杂物并自动采集图像；通过 EDS 自动分析夹杂物的化学成分，并与数据库比对判断夹杂物种类；通过全自动马达台寻找所有夹杂物并做统计分析，生成标准化测试报告。
速度	分析速度慢，对于一个100mm ² 大小含有5000个夹杂物的钢样，对所有夹杂物分析检测的过程耗时一般需要超过一周。	对于一个100mm ² 大小含有5000个夹杂物的钢样，只需要 1 个小时左右即可完成对整个样品中所有夹杂物的分析，并自动存储所有夹杂物的照片、位置、大小和形貌等信息。
分析准确性	分析结果准确性不可靠，人工统计存在主观性，操作员疲惫、情绪波动等因素会造成分析误差。	夹杂物分析采用独有的动态弦线技术实时锁定每一个夹杂物进行成分分析，避免了普通电镜由于电子束漂移和环境震动等因素导致的测量错误，充分保证了夹杂物分析的准确性。
区分夹杂物与污染物	扫描时无法区分夹杂物和污染物，只能在扫描分析结束后通过能谱仪信号来判断，结果不准确。	在采集能谱信号时，若该夹杂物不能达到 EDS 设定最低计数阈值，或不满足所定义化学组成条件，则直接放弃，不再测量分析，提高了准确性，加快了分析速度，并有效地避免了污染物对分析结果的影响。
扫描电镜与能谱仪是否一体	普通扫描电镜和能谱仪是分体的，要通过两套软件及两台计算机分别控制，使用和维修都不方便。	采用电镜和能谱仪一体化设计，一套软件同时控制电镜和能谱，可以实现夹杂物的自动扫描和化学成分同步分析。
对放置环境的要求	普通电镜对环境的要求很高，需要恒温、恒湿、防磁、防震等条件，不但满足不了工业生产环境下的使用，而且使用运行成本高。	按照满足工业生产环境进行设计，内置防震系统，可用于苛刻的工况环境；采用台式设计，内置磁屏蔽，普通实验室即可放置，运行维护成本低。
分析报告	即使配备了图像分析软件，普通的电子显微镜也无法满足洁净钢生产和质量控制对夹杂物全自动分析和数据报告的需求。	不但可以根据夹杂物的大小和化学组成进行统计报告，更是将所有夹杂物的组成分布体现在自定义的三元分布图上，让使用者对夹杂物的成分分布情况一目了然。

为什么 ParticleX 的结果可信度更高？

不同于传统的自动 SEM + EDX 分析方法

传统基于帧的数据收集方法，在同一区域使用多重的扫描来全面表征任何观察到的夹杂物。该过程需要几毫秒的时间，而这个大的时间间隔会导致电子束漂移，从而影响结果的准确性和精度。

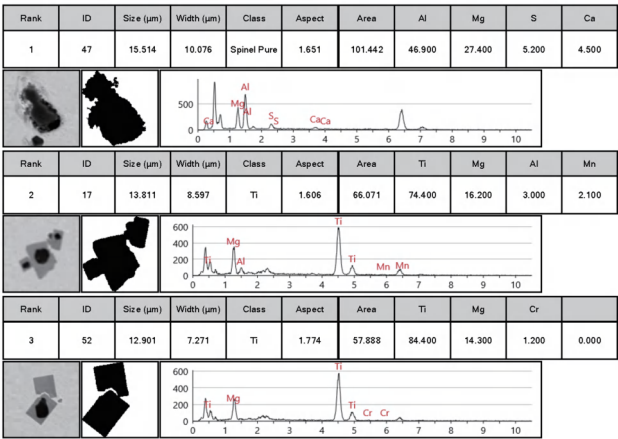
与传统的等待全帧捕捉的方法不同，ParticleX 分析仪在收集 EDS 使用专有的动态电子束控制和复杂特征算法 (CFA)，以及特征锁定技术。如下图所示，通过在粗栅格中移动光束，来搜索检查每步中观察到的图像亮度。一旦来自给定步的特征亮度超过检测阈值，动态电子束控制接管并开始使用复杂特征算法 (CFA) 确定观察到的夹杂物的大小和形状。



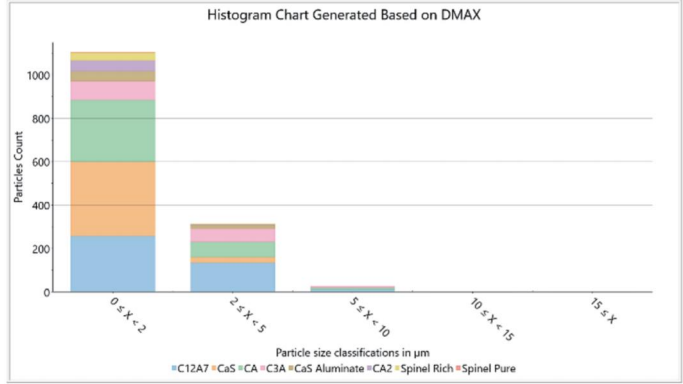
在确定样品的大小和形状后，ParticleX 分析仪使用 EDS 技术获取用于夹杂物分类的组分 X 射线光谱。EDS 采集可能需要几百毫秒，通过与成像扫描一起进行此任务，得到的数据更准确，信号丢失和电子束漂移的可能性更小。CFA 和 EDS 算法使 ParticleX 成为夹杂物分析、过程控制和优化应用的理想解决方案。

使用 Phenom ParticleX 可以获得的结果

(1) 大量夹杂物的形貌，尺寸，成分，以及分类



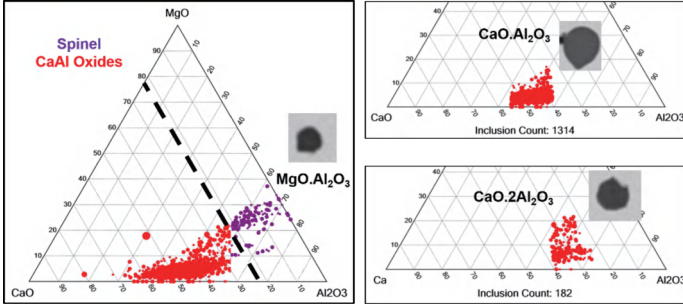
(2) 各类夹杂物的统计结果



(3) 不同种类夹杂物的数量及成分信息 (均值)

Inclusion Classification Summary											
Classification	Particles	%	Mg	Al	Si	S	Ca	Mn	Features/mm ²	Area%	Incl.Index**
C12A7	405	28.0	10.3	28.2	1.8	10.4	47.2	2.0	2.4	36.3	0.00091
CaS	369	25.5	8.7	10.8	0.9	30.4	46.2	3.1	2.2	14.5	0.00036
CA	364	25.2	11.1	39.8	2.0	5.7	38.2	3.1	2.1	23.9	0.00060
C3A	154	10.7	9.3	17.5	1.4	8.4	61.0	2.4	0.9	19.5	0.00049
CaS Aluminate	61	4.2	7.8	23.7	1.5	23.3	40.8	2.9	0.4	3.0	0.00008
CA2	54	3.7	10.7	50.4	2.0	3.0	29.6	4.3	0.3	1.7	0.00004
Spinel Rich	38	2.6	36.5	38.5	0.8	4.2	17.3	2.8	0.2	1.1	0.00003
Spinel Pure	1	0.1	38.4	50.5	1.2		6.8	3.2	0.0	0.0	0.00000
All above combined	1446	100.0	10.6	26.5	1.5	14.2	44.4	2.8	8.5	100.0	0.00250
Average chemical composition reported in %											
*Area% = Area of class/Area of selected classes											
**Inclusion Index = Area of Inclusions/Area Scanned											
Total scanned area is 169.8672mm ²											

(4) 将所有夹杂物的组成分布体现在自定义的三元分布图



钢铁行业的用户

近年来，国内多家钢铁企业及科研单位（包括宝钢、鞍钢、马钢、攀钢、沙钢、兴澄特钢、大冶钢铁、中天钢铁、河北首钢、钢铁研究总院、北京科技大学、中科院金属所等）都引进了这套快速全自动夹杂物分析系统，并广泛应用于炼钢工艺优化和创新等领域。

在欧洲，由奥地利联合钢铁公司(Voest Alpine Steel)和蒂森克虏伯钢铁(Thyssen Krupp Stahl)等为代表的钢铁企业使用该分析系统在钢的二次冶金精炼工艺优化上取得了令人瞩目成就，其研究成果公开发表在长达 171 页的欧盟钢铁研究技术报告中。

在美国，约 1/3 的钢铁企业已经在使用该夹杂物分析系统(截止 2014 年)，并将该技术作为其炼钢生产工艺控制的一个重要组成部分。

除了欧美钢铁企业，日本的众多钢铁公司也在广泛应用该分析系统。而在印度和巴西等新兴经济体国家，该分析系统也开始被当地的钢铁企业所采用。

Phenom ParticleX 在钢铁行业的具有以下应用价值

1. 提高检测效率, 快速反馈产线质量问题

自动化分析可以显著提升杂质分析速度, 其检测速度高于人工 10 倍以上。由于检测效率的提升, 可以提高产线检测的频率, 将生产中存在的质量问题快速反馈给现场, 进而快速提升产品质量。

2. 提高检测准确性, 精确、客观反映质量问题

自动化分析, 可以避免人工统计的主观性, 也可以避免操作员疲惫、情绪波动等带来的误差。另外, 自动化分析可以获得大量数据, 更能反映产品质量。

3. 降低员工劳动强度, 解放劳动力

由于分析过程完全自动化, 操作者只需把样品放进系统, 点击开始按钮即可, 之后可以进行其他更有创造性的工作。并且该系统可以隔夜分析, 将夜间时间充分利用。

4. 标准化检测流程, 提升产品稳定性

自动化分析更容易制定严格的标准化流程, 进而提升产品稳定性。

Phenom ParticleX 产品特点

1. 可根据不同的检测需求, 灵活定制自动分析流程

常见自动化分析方案仅是能谱软件中的一项功能, 可更改的参数很少, 无法根据客户的需求灵活调整, 也无法满足客户特效需求。ParticleX 是一套独立运行的系统, 自动分析流程、杂质分类规则、报告生产样式等都可以根据实际需求灵活定制, 会给每个客户定制一套针对性解决方案。

2. 多项设计, 保证高通量快速运行

- 100 x 100 mm 大尺寸样品台, 可一次放置多个样品, 一键自动全分析
- 三仓分离的真空设计, 抽真空时间小于 1 分钟, 换样速度极快
- 全自动电动马达台, 保证位置移动的快速、精确

3. 软硬件一体化设计, 保证了软硬件的协调工作

软件可以充分调用硬件权限, 并针对性优化

电镜和能谱一体化设计, 工作距离一致, 避免频繁调节电镜或能谱工作距离, 大大提升操作便捷性

Phenom ParticleX 规格参数



数据输出格式

CSV, JPG, TIFF, ELID, EMSA

探测器

四分区 BSD 和选配的 SED

放大倍数

- 最高放大倍数:200,000x
- 光学放大:3-19x

加速电压

- 基本模式:2kV,5kV,10kV 和 20kV
- 高级模式:4.8kV-20.5kV 连续可调

电子源

- 优于 3000h 长寿命 CeB_6 晶体灯丝

真空系统

- 低-中-高三档真空度, 直接观察不导电样品

系统尺寸及重量

- 主机

316(w) x 587(d) x 625(h) mm, 75kg

- 外置隔膜泵

145(w) x 220(d) x 213(h) mm, 4.5kg

- 电源

156(w) x 300(d) x 74(h) mm, 3kg

真空泵

- 无油隔膜泵和涡轮分子泵

图像分辨率

- 优于 8 nm

抽真空时间

- < 30 秒达到高真空状态

最大样品尺寸 XYZ 样品台

- 100 mm × 100 mm x 40mm
- 自动控制 X,Y 方向移动

最大样品质量

- 1kg / 2lbs

复位精度

- ≤ 7 micron (X 和 Y)

室温

- 59° 到 77° F (15° 到 25° C)

湿度

- 20% 到 60% (无冷凝)

电源

- 110 - 240 VAC, 50/60 Hz, 6.5 A

PC 和及控制系统

- Perception 全自动分析系统
- Phenom UI 常规电镜分析系统
- ThinkPad 工作站
- 24" 显示器

- 显示器

531.5(w) x 515.4(h) x 250(d) mm, 6.7kg

- 工作站

169(w) x 456(d) x 432(h) mm, 15kg

EDS 性能

- 窗口面积:30mm²
- 分辨率:Mn K α ≤ 123 eV
- 最大计数率:300,000 cps

EDS 集成方式

- 完成集成, 非第三方

EDS 检测范围

- B 元素到 Cf 元素

EDS 识别方式

- 自动识别元素种类

图片存储格式

- JPEG, TIFF, PNG

图像质量

- 456 x 456, 684 x 684, 1024 x 1024 和 2048 x 2048

化学分析

- 谱图点采集或面采集

测量精度

- 0.5 micron 或更优

桌面尺寸

- 150 x 75 cm, 承重 150 kg

更多信息请访问:www.phenom-china.com

复纳科学仪器(上海)有限公司

上海市闵行区申滨路 88 号虹桥丽宝广场 T5 办公楼 705 室

服务热线:400 857 8882

Email:info@phenom-china.com

