

6. **Volochko A. T., Komarov A. M., Komarova V. I.** Modifikatsionnoye vozdeystvie submikronnogo dioksida kremniya, strukturirovannogo nanochastitsami bora i titana, na protsess formirovaniya mikrostruktury i svoystv porshnevogo splava [The modifying effect of submicron silicon dioxide structured by boron and titanium nanoparticles on the formation of the microstructure and properties of piston alloy]. *Vesti NAN Belarusi. Ser. fiz.-tekhn. Navuk = News of HAH Belarus. Ser. Phys.-Techn. Navuk*, 2010, no. 2, pp. 11–19.
7. **Deng Y., Yang Z., Zhang G.** Nanostructure characteristics of Al₃Sc_{1-x}Zr_x nanoparticles and their effects on mechanical property and SCC behavior of Al-Zn-Mg alloys. *Materials*, 2020. No 13. P. 1909.
8. **Amer S. M., Barkov R. Ju., Pozdnjakov A. V.** Vliyanie Mn na fazovyy sostav i svoystva splava Al-Cu-Y-Zr [The Effect of Mn on the Phase Composition and Properties of the Al-Cu-Y-Zr Alloy]. *Fizika metallov i metallovedenie = Physics of Metals and Metal Science*, 2020, vol. 121, no. 12, pp. 1331–1337.
9. **Lang Y., Cui H., Cai Y., Zhang J.** Effect of strain-modified particles on the formation of fined grains and the properties of AA7050 alloy. *Mater. Des.* 2012. No 39. P. 220–225.
10. **Leng J., Ren B., Wu H., Wang R., Dong Y.** Effect of Minor Sc and Zr Addition on the Microstructure of 7075 Aluminum Alloy during Homogenization Treatment Process. *Phys. Met. Metallogr.* 2021. No 38. pp. 1–10.
11. **Wang, Jue.** Research Status and Prospective Properties of the Al-Zn-Mg-Cu Series Aluminum Alloys / Jue Wang, Faguo Li // *Metals.*, 2023, vol. 13, no. 8, pp.1–24.
12. **Dai Yuxin, Yan Liangming, Hao Jianpeng.** Review on Micro-Alloying and Preparation Method of 7xxx Series Aluminum Alloys: Progresses and Prospects. *Metals*, 2023, vol. 13, no.8, pp. 1–24.



УДК 669.13.017.620.18

НОВЫЕ МЕТОДИКИ ВЫЯВЛЕНИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ ЧУГУНА

А. И. ПОКРОВСКИЙ, Физико-технический институт НАН Беларуси,
г. Минск, Беларусь, ул. Купревича, 10. E-mail: art@phti.by

Предложено несколько новых методик выявления графитных включений и металлической матрицы чугуна. Методика выявления формы и пространственного расположения включений графита заключается в постепенном электрохимическом растворении (вытравливании) наружного слоя металлической матрицы чугунного образца в электролите. Предложены состав электролита, материал электродов, форма образца, соотношение размеров образца и катода, а также электрические параметры процесса травления. При этом графитные включения не растворяются, а сохраняются неповрежденными и выступают над поверхностью металлической матрицы. Такое расположение делает их более доступными для исследования их морфологии с помощью растровой электронной микроскопии.

Методика цветного травления основана на тепловом травлении шлифа с градиентом температур по его сечению, при этом максимальная температура составляет 550–680 °С, а плоскость шлифа специально выполняется наклонной. При этом фазы окрашиваются в разные цвета (красный, синий, желтый, коричневый), что способствует расширению информативности метода.

Методика точного определения количества феррита и перлита основана на бинаризации как изображения структуры, так и гистограммы распределения оттенков серого цвета от черного к белому в интервале от 0 до 255 в простейшей программе анализа изображений. Высота пиков черного цвета прямо пропорциональна содержанию перлита в сумме с графитом, а белого – содержанию феррита.

Ключевые слова. Чугун, металлическая матрица, графитные включения, методики исследования, электролитическое вытравливание, цветное тепловое травление, бинаризация изображения.

NEW METHODS FOR DETECTING CAST IRON MICROSTRUCTURE

A. I. POKROVSKY, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus,
Minsk, Belarus, 10, Kuprevicha str. E-mail: art@phti.by

Several new techniques have been proposed for detecting graphite inclusions and the metal matrix of cast iron. The method of detecting the shape and spatial arrangement of graphite inclusions consists in the gradual electrochemical dissolution (etching) of the outer layer of the metal matrix of the cast-iron sample in the electrolyte. The composition of the electrolyte, the material of the electrodes, the shape of the sample, the size ratio of the sample and the cathode, as well as the electrical parameters of the etching process are proposed. At the same time, graphite inclusions do not dissolve, but remain intact, and protrude above the surface of the metal matrix. This arrangement makes them more accessible for studying their morphology using scanning electron microscopy.

The technique of color etching is based on thermal etching of a metallographic specimen with a temperature gradient along its cross-section, while the maximum temperature is 550–680 °C, and the plane of the specimen is inclined. In this case, the phases are colored in different colors (red, blue, yellow, brown), which contributes to expand the information content of the method.

The technique for accurately determining the amount of ferrite and pearlite is based on the binarization of both the image of the structure and the histogram of the distribution of shades of gray from black to white in the range from 0 to 255 in a simple image analysis program. The height of the black peaks is directly proportional to the content of pearlite combined with graphite, and the white peaks are directly proportional to the content of ferrite.

Keywords. Cast iron, metal matrix, graphite inclusions, research methods, electrolytic etching, color thermal etching, image binarization.

Введение

Анализ существующих методик исследования микроструктуры чугунов показал, что на практике реализуется совсем небольшое их количество. Между тем чугун как объект металлографических исследований занимает особое место, так как в отличие от сталей является ярко выраженным гетерогенным материалом. Классический, типовой и наиболее часто употребляемый подход к исследованию структуры чугуна предполагает травление 4%-ным раствором азотной кислоты в этиловом спирте и изучение подготовленного металлографического шлифа под оптическим микроскопом.

В последнее время применяются различные новые воздействия на чугун. Например, пластическая деформация приводит к получению более многообразных структур и форм графита. После деформации

высокопрочного чугуна в структуре практически не остается включений графита шаровидной формы, все они приобретают форму веретен с различной степенью вытянутости.

В связи с этим описания формы графита по шкалам ГОСТ-3443-87 носят достаточно формальный характер и их явно недостаточно. Исключительное многообразие и выразительность образующихся структур требуют более современных методик. Например, на рис. 1 представлено несколько схем сечений включений графита. Из них следует, что в некоторых случаях легко ошибиться в идентификации формы включений.

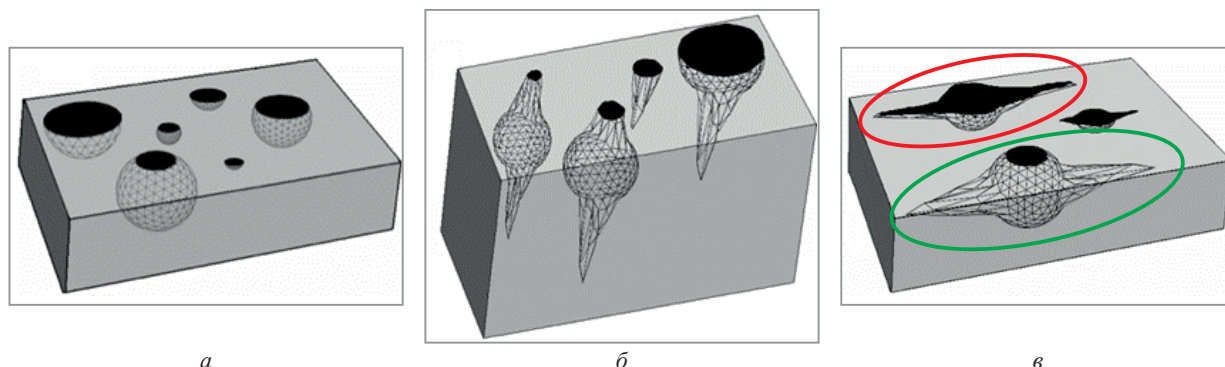


Рис. 1. Схематическое изображение рассечения плоскостью шлифа графитных включений: *а* – литое состояние; *б* – деформированное состояние, поперечное сечение; *в* – деформированное состояние, продольное сечение

Таким образом, для всесторонней оценки формы графита в деформированном чугуне одних металлографических исследований шлифов недостаточно. Было бы целесообразно либо полностью выделить включения, либо растворить металлическую матрицу на гораздо большую глубину, чем при обычном травлении, сохранив выступающие над ней графитные включения и провести всесторонние исследования их пространственного расположения и морфологии с использованием растровой электронной микроскопии.

Цель работы – разработка новых методик исследования структуры чугуна.

Выявление пространственного расположения графита

Применительно к чугунам предложены усовершенствованная методика электрохимического выявления формы и пространственного расположения включений графита в структуре и соответствующее устройство. Методика заключается в постепенном электрохимическом растворении (вытравливании) наружного слоя металлической матрицы чугунного образца в электролите, причем графитные включения остаются нерастворенными. Предложены состав электролита, материал электродов, форма образца, соотношение размеров образца и катода, а также электрические параметры процесса травления. Эти параметры подобраны таким образом, что графитные включения не растворяются, а сохраняются неповрежденными, частично или полностью «обнажены» и выступают над поверхностью металлической матрицы. Такое расположение делает графитные включения более доступными для исследования их морфологии с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ).

Использование методики позволило подтвердить, что процесс растворения металлической матрицы при электрохимическом травлении происходит поэтапно. В первую очередь растворяются ферритная оторочка вокруг графита и ферритная составляющая перлита, а затем – цементитные включения, поскольку цементит имеет более положительный электродный потенциал, чем феррит.

Показана наибольшая эффективность данного метода для выявления строения разветвленных и вытянутых включений графита, в частности, для подвергнутого горячей пластической деформации высокопрочного чугуна. С помощью данной методики и последующего исследования поверхности растровой электронной микроскопией доказан факт пластического течения хрупких графитных включений во время горячего выдавливания литых чугунных заготовок. При этом установлено, что при деформации графитное включение не рассыпается в порошок, как считалось ранее, а представляет собой монолитное образование с достаточно рельефной поверхностью, состоящей из плотно скомпонованных между собой вытянутых параллельных волокон (рис. 2).

Показано, что форма деформированного включения не гомогенно однородна, а представляет собой конгломерат фрагментов-волокон. Вдоль границ секторов исходного графитного включения, вероятно,

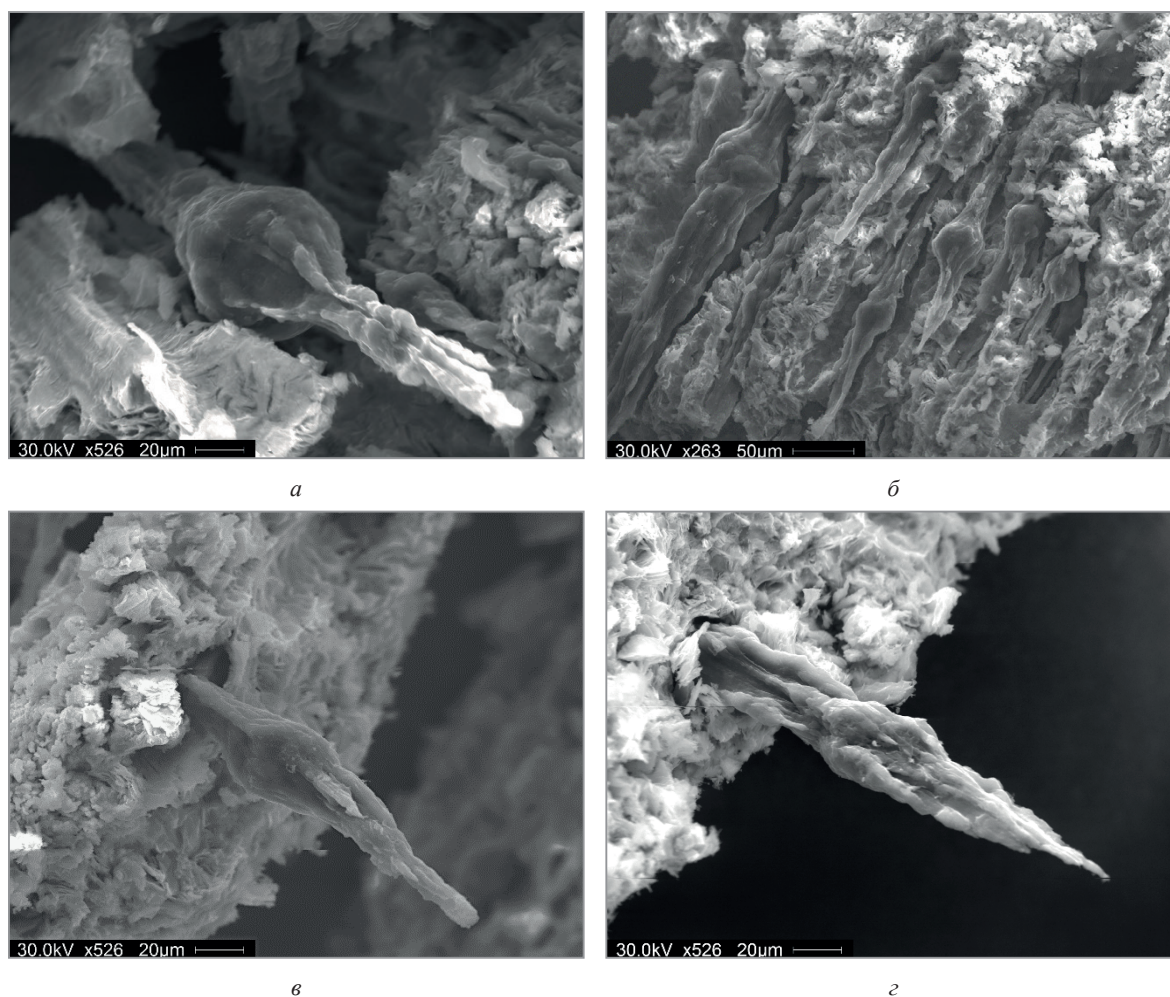


Рис. 2. РЭМ-изображения деформированного графитного включения в высокопрочном чугуने после электрохимического вытравливания

и происходит скольжение при деформации. Из рис. видно, что поверхность деформированного включения – это достаточно рельефный монолитный конгломерат из плотно скомпонованных между собой и параллельных вытянутых волокон. Способами классической металлографии невозможно получить для исследования такую рельефную поверхность, так как на шлифе включение выглядело бы невыразительной плоской удлиненной фигурой.

Изучение формы и морфологии поверхности электрохимически вытравленных включений графита с помощью растровой электронной микроскопии показало, что существуют две стадии пластической деформации графита в высокопрочном чугуне: скольжение наружных слоев графита с поверхности сферолита и последующее их вытягивание в волокна с сохранением центрального слабо- и недеформированного ядра; пластическая деформация всего объема графита с формированием веретенообразного включения.

Цветное тепловое травление

Предложена методика выявления микроструктуры деформированного чугуна с использованием цветного термического травления, которая может служить дополнением известных способов травления и способствует получению более информативного изображения микроструктуры. Особенностью методики является применение повышенных температур теплового травления (550–680 °С) с высоким градиентом распределения температур по сечению образца за счет использования охлаждаемого основания, при этом поверхность шлифа для последующего металлографического анализа специально выполняется наклонной. Повышенные температуры позволяют значительно расширить цветовую гамму картины травления, получить оттенки желтого, оранжевого, коричневого, синего, зеленого и фиолетового цветов. Использование наклонного шлифа позволяет увеличить площадь исследуемой области, а нагрев – сократить время окисления с 15–60 мин до значений порядка 1 мин.

В разных зонах наклонного шлифа (в тонком и более толстом сечении) формируется оксидная пленка различной толщины. Таким образом, анализируя различные зоны косоугольного шлифа, нагретого с градиентом температуры, можно проследить динамику изменения окраски какой-либо фазы. Например, перлит по мере увеличения температуры нагрева может окрашиваться желто-оранжевым, затем розово-красным и зеленовато-синим цветами (рис. 3).

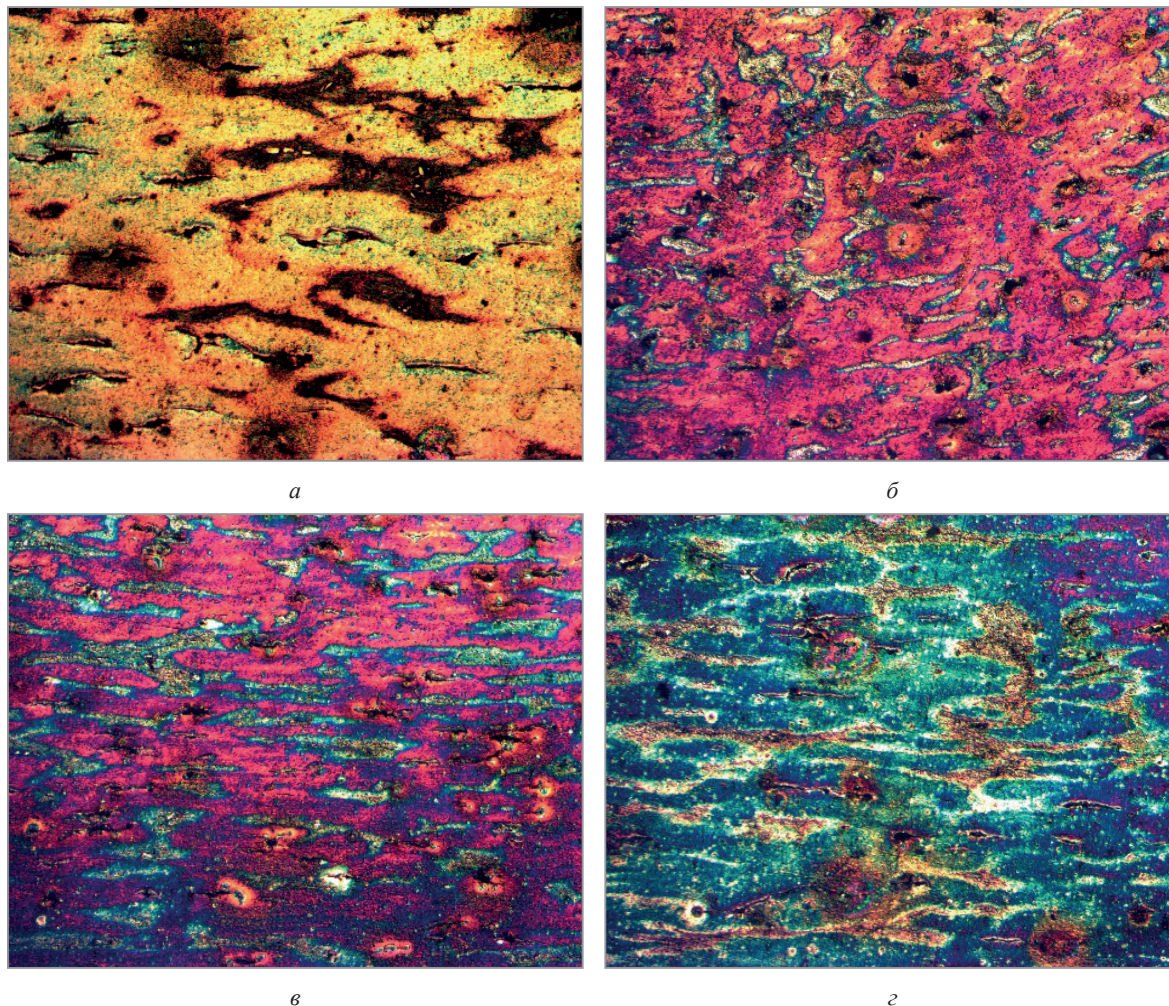


Рис. 3. Варианты изображений шлифа высокопрочного чугуна, подвергнутого горячей пластической деформации. $\times 100$, термическое травление

Методика точного определения количества перлита и феррита

Специализированные компьютерные программы количественного анализа изображений микроструктур (ZEISS ZEN, Thixomet, NEXSYS ImageExpert Pro 3, SIAMS, Image SP и др.) достаточно дорогие, имеются в распоряжении не у всех предприятий и к тому же требуют высококвалифицированного персонала. При этом используемый в металловедческой практике Беларуси ГОСТ 3443-87 не позволяет дать точную количественную оценку содержания перлита и феррита в структуре чугуна. В связи с этим предложена новая, простая методика более точного определения количества феррита и перлита в структуре чугуна с использованием специального травителя, обеспечивающего замедленное травление и более высокий контраст изображения (рис. 4), а также стандартных компьютерных программ обработки изображения типа ACDSee, имеющихся у каждого пользователя, которые позволяют получить гистограмму распределения оттенков серого цвета от черного к белому в интервале от 0 до 255.

Особенностью методики является использование дополнительной бинаризации изображения с разделением его только на черный и белый цвет. На получаемой гистограмме высота пиков черного цвета прямо пропорциональна совместному содержанию перлита и графита, а белого – феррита (рис. 5).

Предварительно определенное на нетравленном шлифе количество графитных включений вычитается из общего количества пикселей черного цвета и остаток соответствует количеству перлита. Количество пикселей белого цвета соответствует количеству феррита.

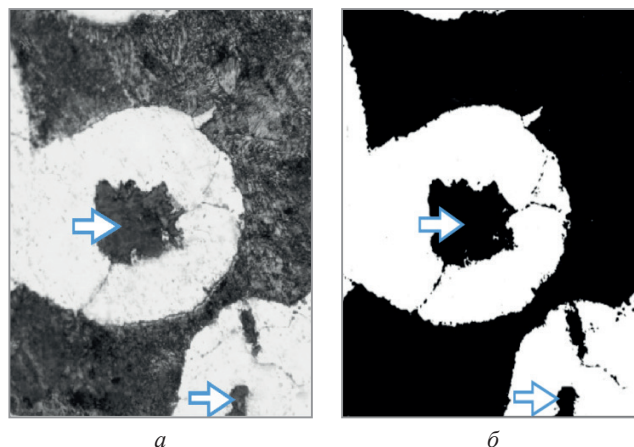


Рис. 4. Схема бинаризации изображения структуры высокопрочного чугуна с феррито-перлитной матрицей:
а – травлено предложенным травителем с добавлением уксусной кислоты;
б – бинаризованное изображение травленного шлифа (черно-белое). $\times 1000$

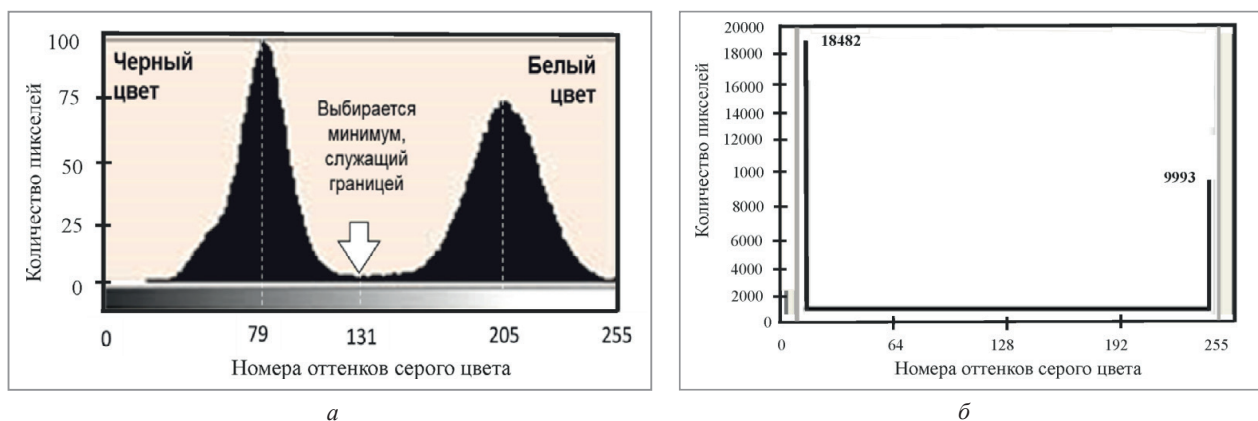


Рис. 5 Сравнение гистограмм распределения интенсивностей изображения шлифа высокопрочного чугуна до (а) и после бинаризации изображения (б)

Выводы

1. Показано, что при определенных усилиях и использовании несложных устройств можно получить гораздо более информативные изображения внутреннего строения этого материала.
2. Дополнительное использование сканирующей микроскопии предварительно обработанных образцов открывает возможность изучения пространственного расположения разветвленных фаз в структуре.
3. Помимо чисто зрелищного эффекта, новые методики позволяют выдвинуть, подтвердить или опровергнуть новые гипотезы о зарождении и внутреннем строении графитных включений, получить новые знания о их морфологии, а также точнее оценить количественное соотношение фаз.
4. Новизна указанных методик защищена шестью патентами Республики Беларусь [1–6].

Работа выполнена в Физико-техническом институте НАН Беларуси (г. Минск) в рамках ГПНИ «Электромагнитные, пучково-плазменные и литейно-деформационные технологии» (2021–2025 гг.), задание № 3.3.3.

ЛИТЕРАТУРА

1. Патент 10652. Устройство для выявления формы графитных включений в структуре чугуна : заявлено 20.11.2014 : опубл. 30.04.2015 / А. И. Покровский; заявит. ФТИ НАН Беларуси. – № u20140426; // Афіц. бюлл. / НЦІУ. – 2015. – № 2. – С. 124–125.
2. Патент 21186. Способ контроля формы графитных включений в структуре чугуна: патент (изобретение) : заявлено 20.06.2014 : опубл. 30.08.2017 / А. И. Покровский; заявит. ФТИ НАН Беларуси. – № а 20140348, // Афіц. бюлл. / НЦІУ. – 2017. – № 4. – С. 102.
3. Патент 21187. Способ контроля формы графитных включений в структуре чугуна : заявлено 25.06.2014, опубл. 30.08.2017 / А. И. Покровский; заявит. ФТИ НАН Беларуси. – № а20140352, // Афіц. бюлл. / НЦІУ. – 2017. – № 4. – С. 102.