



<https://doi.org/10.21122/1683-6065-2025-2-52-63>
УДК 669.13.017:620.18

Поступила 04.04.2025
Received 04.04.2025

МЕТОДИКА ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО ТРАВЛЕНИЯ ДЛЯ АНАЛИЗА ФОРМЫ И ПРОСТРАНСТВЕННОГО РАСПОЛОЖЕНИЯ ГРАФИТНЫХ ВКЛЮЧЕНИЙ В ЛИТОМ И ПЛАСТИЧЕСКИ ДЕФОРМИРОВАННОМ ЧУГУНЕ

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

Предложены методика выявления формы и пространственного расположения включений графита в структуре чугуна и схема соответствующего устройства. Методика заключается в постепенном электрохимическом растворении (вытравливании) наружного слоя металлической матрицы чугунного образца в электролите. При этом образец служит анодом, а полый цилиндр – катодом. Предложены состав электролита, материал электродов, форма образца, соотношение размеров образца и катода, а также электрические параметры процесса травления. Последние 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. Способ наиболее эффективен для выявления строения разветвленных и вытянутых включений графита, например, для подвергнутого горячей пластической деформации высокопрочного чугуна. С помощью данной методики доказан факт пластического течения хрупких графитных включений во время горячего выдавливания литых заготовок. Показано, что получаемая веретенообразная структура графита представляет собой цельный конгломерат, а не рассыпается в порошок, как считалось ранее. При этом установлено, что наиболее интенсивное пластическое течение графита (с максимальной степенью деформации) происходит в первую очередь в поверхностном слое. В центральной части вытянутого графитного включения сохраняются слабо- и недеформированные ядра характерной сферической формы. Показано, что процесс растворения металлической матрицы 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. Поэтому данная методика, кроме выявления морфологии графитных включений, позволяет также проанализировать пространственное расположение цементитных пластин в перлите.

Ключевые слова. Высокопрочный чугун, микроструктура, включения графита, металлическая матрица, электрохимическое травление, растровая электронная микроскопия, морфология поверхности, пластическая деформация.

Для цитирования. Покровский, А. И. Методика электрохимического травления для анализа формы и пространственного расположения графитных включений в литом и пластически деформированном чугуне / А. И. Покровский // Литье и металлургия. 2025. № 2. С. 52–63. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2025-2-52-63>.

ELECTROCHEMICAL ETCHING TECHNIQUE FOR ANALYZING THE SHAPE AND SPATIAL ARRANGEMENT OF GRAPHITE INCLUSIONS IN AS-CAST AND PLASTICALLY DEFORMED CAST IRON

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

The technique for revealing the shape and spatial arrangement of graphite inclusions in the structure of cast iron and the scheme of the corresponding device are proposed. The method consists in gradual electrochemical dissolution (etching) of the outer layer of the metal matrix of the cast iron sample in the electrolyte. The specimen serves as an anode and a hollow cylinder as a cathode. The composition of the electrolyte, electrode material, sample shape, sample-to-cathode size ratio, and electrical parameters of the etching process are proposed. These parameters are selected in such a way that the graphite inclusions do not dissolve but remain intact, partially or completely exposed and protruding above the surface of the metal matrix. This situation makes graphite inclusions more accessible for studying their morphology using scanning electron microscopy. Method is most effective for revealing the structure of branched and elongated graphite inclusions, for example, for ductile cast iron subjected to hot plastic deformation. With the help of this technique the fact of plastic flow of brittle graphite inclusions during hot extrusion of cast specimens is proved. It is shown that the resulting spindle-shaped graphite structure is a solid conglomerate and does not crumble into powder, as previously thought. It was found that the most intense plastic flow of graphite (with the maximum degree

of deformation) occurs primarily in the surface layer. In the central part of the elongated graphite inclusion, weakly deformed or undeformed nuclei of characteristic spherical shape are preserved. It is shown that dissolution of the metal matrix occurs in stages. The ferrite component of pearlite dissolves first and then the cementite inclusions, because cementite has a more positive electrode potential than ferrite. Therefore, this technique, in addition to revealing the morphology of graphite inclusions, also makes it possible to analyze the spatial arrangement of cementite plates in pearlite.

Keywords. Ductile cast iron, microstructure, graphite inclusions, metal matrix, electrochemical etching, scanning electron microscopy, surface morphology, plastic deformation.

For citation. Pokrovsky A. I. Electrochemical etching technique for analyzing the shape and spatial arrangement of graphite inclusions in as-cast and plastically deformed cast iron. Foundry production and metallurgy, 2025, no. 2, pp. 52–63. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2025-2-52-63>.

Введение

Метод металлографического травления металлов широко применяется для сталей и чугунов, хотя и ограничен разрешающей способностью микроскопа [1–5]. Между тем чугун как объект металлографических исследований занимает особое место, так как в отличие от сталей является ярко выраженным гетерогенным материалом. В его структуре, помимо металлической матрицы, присутствуют графитные включения, причем иногда достаточно разветвленной формы. Существенным недостатком классического металлографического метода исследования чугуна является анализ исключительно двухмерного изображения, когда в плоскость шлифа попадает лишь одно из многих сечений графитного включения, не в полной мере отражающее его пространственное расположение.

Действующий ГОСТ 3443-87 [6, табл. 11] предусматривает всего несколько эталонов формы графита. Однако в реальной практике формы включений графита гораздо многообразнее и не всегда четко укладываются в вышеописанные нормы. В последнее время реализуются различные способы получения изделий с использованием горячей пластической деформации чугунных отливок. При этом графитные включения приобретают новые, необычные формы, например, ромбообразную с ответвлениями (рис. 1, а) или веретенообразную (рис. 1, б) [7, 8].

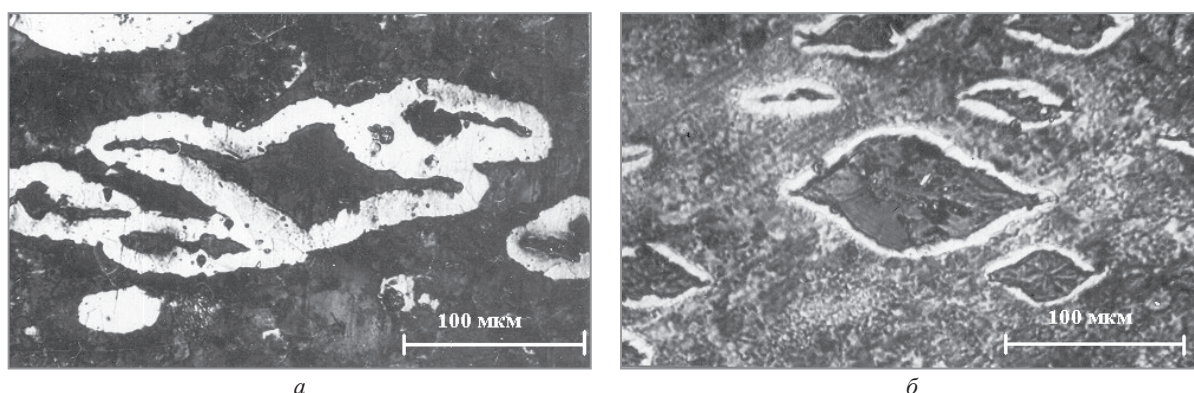


Рис. 1. Формы графита после горячей пластической деформации литого высокопрочного чугуна: а – ромбообразная с ответвлениями; б – веретенообразная. Степень обжатия 60%, температура деформации 950 °С, травлено ниталем, $\times 500$ [7, 8]

На рис. 2 показаны варианты рассеечения плоскостью шлифа графитных включений высокопрочного чугуна в литом (рис. 2, а) и деформированном (рис. 2, б, в) состояниях [9]. Из рис. 2, в видно, что вытянутое деформированное включение графита можно ошибочно трактовать как шаровидное (сравним сечения включений, обведенные красным и зеленым овалами).

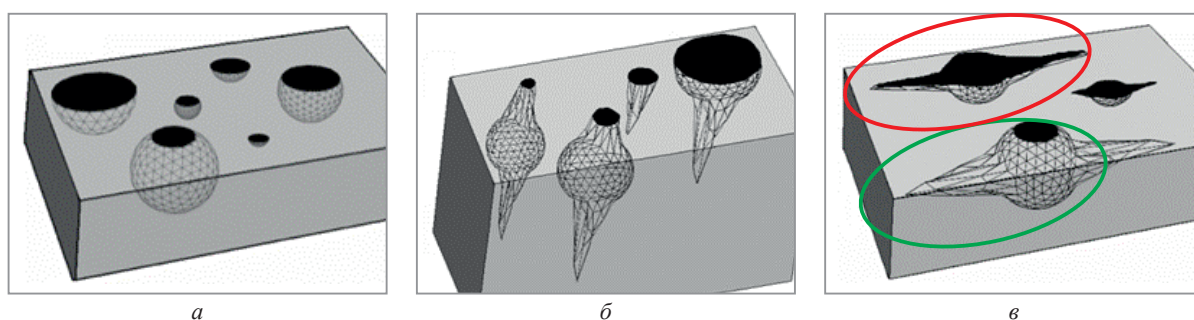


Рис. 2. Схематическое изображение рассеечения плоскостью шлифа графитных включений: а – литое состояние; б – деформированное состояние, поперечное сечение; в – деформированное состояние, продольное сечение [8]

Для анализа металлографического шлифа чугунного образца применяют также электронную микроскопию с гораздо большими увеличениями (10 000–20 000), однако и в этом случае исследованию подвергается лишь одно из сечений графита, а аксонометрию и пространственное расположение включений невозможно идентифицировать.

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.

Наиболее известным методом выделения включений из металлической матрицы является так называемый карбидный анализ, которому посвящена специальная монография [10]. Он заключается в электрохимическом растворении металлической матрицы и выделении включений сложной формы для последующего рентгеновского анализа. Однако в [10] этот метод был применен только для выделения карбидных включений из полностью белого (неграфитизированного) чугуна, т.е. содержащего в структуре ледебуритную эвтектику (от 30 до 60 % карбидов).

Одним из вариантов электрохимического растворения сплавов железа является анодное травление [1, с. 17]. При этом электрический ток напряжением 4 В проходит через образец, подключенный в качестве анода. Травильной емкостью служит платиновый стакан, заполненный электролитом. Устройство состоит из источника тока, положительный полюс которого присоединен к платиновому стакану, с которым в контакте находится исследуемый образец, регулировочный реостат и амперметр. Отрицательный полюс присоединен к катоду, также выполненному из платины. Его недостатком является использование массивного стакана из драгоценной платины. Другой недостаток заключается в невозможности приемлемого управления процессом электрохимического травления образца. Токоподвод к образцу осуществляется посредством контакта с платиновым стаканом, который также является электропроводящим. Сопротивление контакта образец – стакан постоянно меняется, что приводит к изменению плотности тока у поверхности исследуемого образца и высокой неоднородности скорости травления в ее различных областях.

Еще один способ выявления структуры чугуна – электролитическая полировка поверхности образца в электролите из ортофосфорной кислоты [11, с. 22]. Устройство содержит источник постоянного тока, регулировочный реостат, амперметр, вольтметр и ванну для травления, в которой исследуемый образец служит анодом. В [11, с. 22] описаны следующие параметры травления: плотность тока 0,6 А/дм², напряжение 0,75–2,0 В; процесс проводится при комнатной температуре. В этом случае не используются драгоценные металлы, авторы [11] рекомендуют изготавливать катод, как и образец, также из чугуна. Однако изготовление анода и катода из материалов одного класса с близкими электродными потенциалами приводит к малой эффективности процесса.

Цель работы – разработать более эффективную методику выявления формы и пространственного расположения графитных включений в высокопрочном литом и деформированном чугуне электрохимическим вытравливанием для последующего анализа рельефной поверхности с помощью растровой электронной микроскопии.

Методика проведения исследований

Исследовали высокопрочный чугун следующего химического состава: углерода – 3,52 %; кремния – 2,0; марганца – 0,5; никеля – 0,3; магния – 0,05; фосфора – 0,08; серы – 0,01 %. Чугун выплавляли в индукционной печи объемом 150 кг по известной технологии, модифицировали известными модификаторами: сфероидизирующим ФСМГ7К03 и графитизирующим ферросилицием ФС75. Заготовки отливали в песчаные формы. Методика горячей пластической деформации чугуновых заготовок описана в [7]. Изготовление и травление шлифов проводили по стандартным методикам, в качестве травителя использовали 5 %-й раствор азотной кислоты в этиловом спирте (ниталь). Электрохимическое травление осуществляли по методике, описанной в настоящей статье. Растровую электронную микроскопию поверхности образцов после травления проводили на сканирующем электронном микроскопе РЭМ-100У и TESCAN MIRA 3.

Результаты экспериментов и их обсуждение

Для разработки методики использован и модифицирован известный процесс анодного окисления и растворения исследуемого образца чугуна в электролите. Он основан на разности электрохимических потенциалов графитных включений и составляющих металлической матрицы чугуна (в частности,

феррита и цементита). Под действием приложенного извне постоянного электрического тока начинается процесс электролиза. При этом положительные ионы железа из фаз феррита и цементита переходят в раствор электролита, а освободившиеся при этом отрицательные электроны расходуются у катода на реакцию разряда ионов водорода, их восстановления и превращения в нейтральные молекулы водорода. Графит же, как более химически инертный материал, не растворяется, а сохраняется в виде изолированных включений, выступающих над поверхностью металлической матрицы.

В качестве материала катода опробовали несколько материалов: листовой титановый сплав марки BT1-0 и нержавеющую сталь марки 03X18H10T; толщина листа в обоих случаях составляла 0,5 мм. На титановом сплаве после долгого использования появлялись следы окисления, поэтому наиболее оптимальным вариантом показала себя нержавеющая сталь.

При выборе электролита опробовали водные растворы различных кислот (соляной, лимонной, пикриновой), а также солей в различных концентрациях. Показано, что для деформированного чугуна наиболее эффективное вытравливание металлической матрицы обеспечивает следующий состав электролита: гидроксид калия – 25 г; пикриновая кислота – 2 г; вода – 120 г. Плотность тока составляла 0,01–0,03 А/см². Продолжительность травления 40–90 мин. В качестве емкости для электролита использовали стеклянный, фарфоровый и фторопластовый стаканы объемом 500 мл, причем в качестве оптимального материала ванны был выбран фторопласт как менее хрупкий и небующийся.

Установлены следующие особенности электрохимического травления по предлагаемой методике. Во-первых, у образца интенсивно вытравливается каемка – ободок, граничащий с поверхностью электролита, что, вероятно, обусловлено интенсификацией процесса за счет присутствия кислорода воздуха. Во-вторых, более интенсивно вытравливается нижняя, торцовая поверхность образца, погруженная в электролит. Это связано с искажением линий электрического поля и увеличением в этих местах плотности тока. Для устранения этого явления нижняя торцовая поверхность образца изолировалась от электролита путем окунания в расплавленный парафин.

Опробованы два различных варианта устройств для электрохимического травления.

Вариант 1. Плоский образец в качестве анода и параллельно расположенный ему плоский катод. Схема устройства приведена на рис. 3.

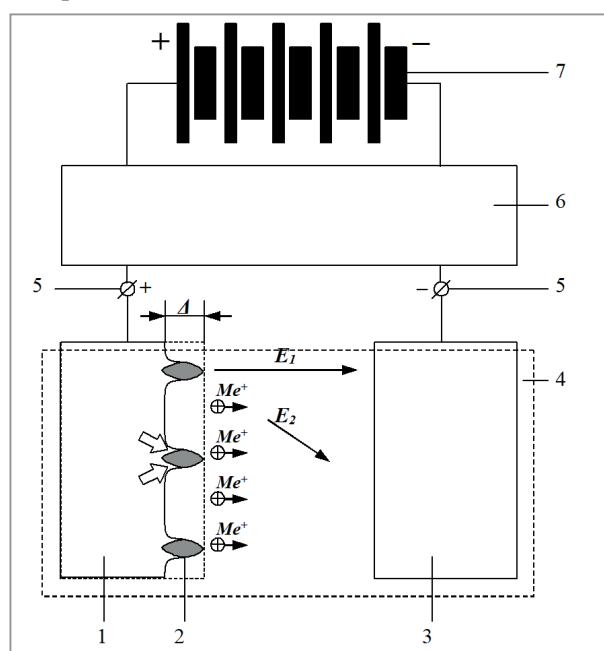


Рис. 3. Вариант устройства электрохимического травления чугуна по схеме плоский образец – плоский катод:
 1 – анод, плоский исследуемый образец чугуна; 2 – включения графита на поверхности металлической матрицы;
 3 – плоский катод; 4 – ванна для травления; 5 – клеммы подключения электродов к блоку управления;
 6 – блок управления, состоящий из реостата, амперметра и вольтметра; 7 – источник питания;
 Δ – глубина травления металлической матрицы; E_1 , E_2 – напряженность электрического поля в различных направлениях;
 Me^+ – ионы металла растворяющейся металлической матрицы

В процессе электрохимического растворения поверхности плоского образца 1 удаляется слой толщиной Δ (рис. 3). Образовавшиеся ионы металла (Me^+) устремляются к катоду по кратчайшему пути.

В направлении нормали к поверхности образца напряженность электрического поля E_1 больше, чем в других направлениях, например, E_2 . Поэтому в зоне по бокам и позади включения (показаны фигурными стрелками на рис. 3) образуется область своеобразной тени и металлическая матрица там не вытравливается. Это затрудняет анализ формы включений и поэтому вариант с плоскими образцом и анодом менее предпочтителен.

Вариант 2. Цилиндрический образец в качестве анода и полый цилиндрический катод. Схема электрохимического растворения по варианту цилиндрический образец анод – цилиндрический катод показана на рис. 4.

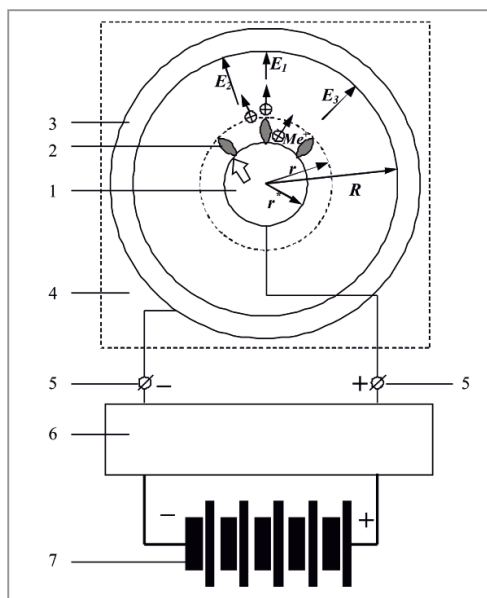


Рис. 4. Схема устройства для электрохимического травления чугуна по варианту цилиндрический образец анод – цилиндрический катод: 1 – анод, цилиндрический чугуна образец; 2 – графитные включения в структуре чугуна; 3 – катод в виде полого цилиндра; 4 – ванна с электролитом; 5 – клеммы электродов; 6 – блок управления; 7 – источник питания; r – радиус основания цилиндрического анода до травления; r^* – радиус основания цилиндрического анода после травления; R – внутренний радиус основания цилиндрического катода; Δ – глубина травления металлической матрицы;

E_1, E_2, E_3 – напряженность электрического поля в различных направлениях;

Me^+ – ионы металла растворяющейся металлической матрицы

Во втором варианте устройства использовали образцы – аноды в форме цилиндров с радиусом основания $r=10$ мм и высотой 50 мм и катоды в форме полых цилиндров высотой 50 мм и с внутренним радиусом основания от 30 до 70 мм. При электролизе за счет электрохимического растворения с поверхности цилиндрического образца 1 удаляется слой толщиной $r-r^*$ (рис. 4). При этом значения напряженности электрического поля E_1, E_2, E_3 в различных зонах близки. Области металлической матрицы у основания графитных включений 2 (рис. 4, стрелка) больше не маскируются и легче вытравливаются.

По окончании травления графитные включения достаточно прочно удерживаются на поверхности образца, и их форма может быть проанализирована с максимальной полнотой. Небольшая часть включений, размер которых меньше глубины травления, отделяется от поверхности и осаждается на дне ванны. Однако в связи с тем что деформированные графитные включения характеризуются достаточной протяженностью, в большинстве случаев они удерживаются за счет ответвлений, проникающих в объем металлической матрицы. В экспериментах количество осадка графита оказалось незначительным и не оказывало заметного влияния на результаты анализа.

Сравнивали соотношение диаметра наружного электрода к диаметру образца (R/r). Установлено, что наиболее эффективно выявление формы графита происходит при соотношении R/r от 3 до 7. При $R/r \leq 3$ металлическая матрица в нижней части графитных включений вытравливается не полностью, что осложняет контроль их формы. При $R/r \geq 7$ при травлении происходит слишком быстрое отделение графитных включений от металлической матрицы и выпадение их в виде осадка. Схема устройства для выявления формы графитных включений в структуре чугуна и параметры травления защищены патентом Республики Беларусь [12].

По окончании травления образцы вынимали из электролита, отмывали от него 0,5%-м раствором лимонной кислоты, промывали в этиловом спирте, просушивали на воздухе, а затем исследовали их

поверхность на растровом электронном микроскопе. Нужно отметить, что поверхность образцов достаточно быстро окисляется и их лучше хранить в эксикаторе.

**Результаты растровых электронно-микроскопических исследований
поверхности литого и деформированного чугуна после электрохимического травления**

Стадии электрохимического вытравливания сферических графитных включений в литом высокопрочном чугуне по мере увеличения времени травления представлены на рис. 5.

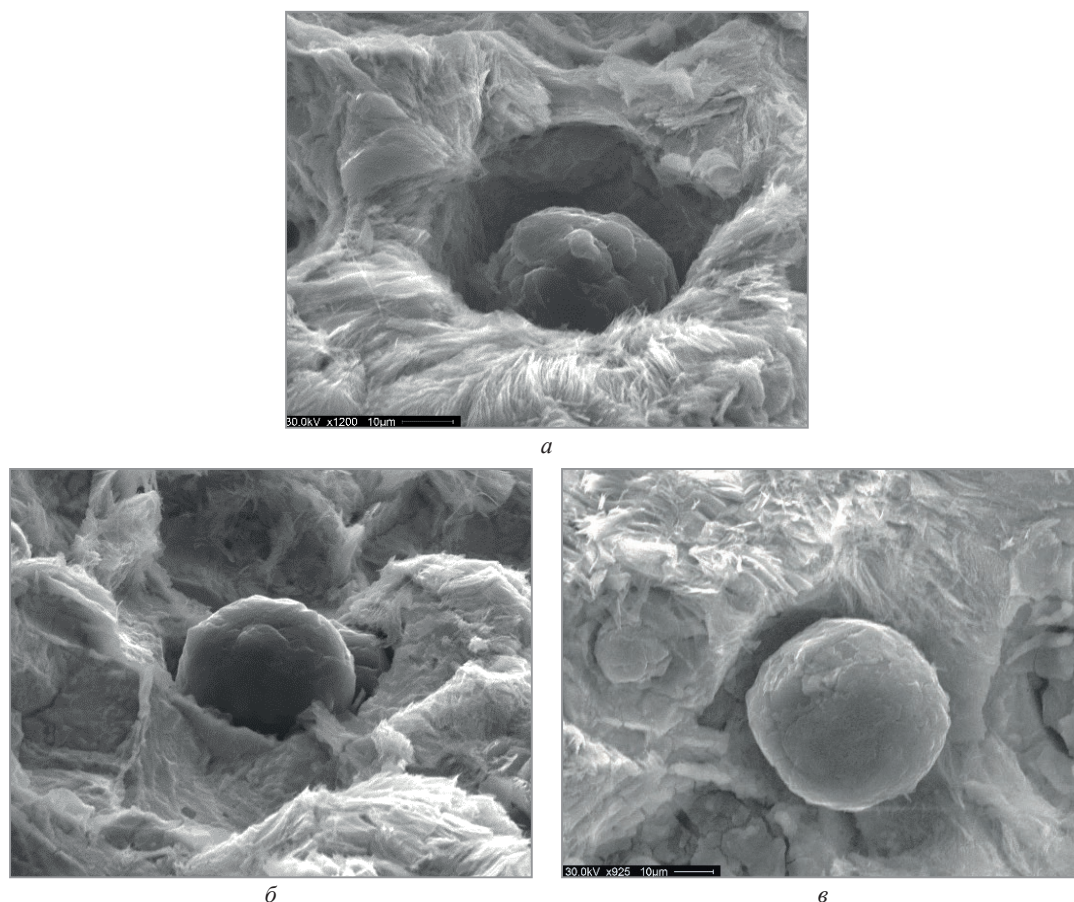


Рис. 5. Стадии электрохимического вытравливания сферических графитных включений в литом высокопрочном чугуне по мере увеличения времени травления: *а* – 20 мин; *б* – 30; *в* – 50 мин

Показаны различные стадии электрохимического травления поверхности образца литого чугуна. В первую очередь растворяется феррит, в частности ферритная оторочка вокруг графита (вместо которой образуется характерный темный провал вокруг включения), а также ферритные прожилки в перлите. При этом на переднем плане рис. 5, *а* можно более подробно оценить форму цементита перлита, представляющую собой множество тонких пластин. Вытравливание в первую очередь феррита и только затем цементита связано с различными показателями их электродного потенциала. Из [9] известно, что электродный потенциал цементита составляет 0,17 В, что на 0,27 В положительнее потенциала феррита (0,44 В).

На рис. 5, *в* показано объемное изображение шаровидного включения графита, которое удерживается над поверхностью остатками не растворившейся металлической матрицы, находящейся у его основания в своеобразной тени. Заметно, что поверхность шаровидного включения состоит из множества перекрывающихся чешуек.

Изображения поверхности образца деформированного высокопрочного чугуна (степень деформации 20 %) после электрохимического вытравливания для случая, когда исследуемая плоскость расположена параллельно направлению деформации, показаны на рис. 6, *а*, *б*.

Как видно из рис. 6, при степени обжатия 20 % графитные включения приобрели эллипсообразную форму, их поверхность не гладкая, а представляет собой наслаивающиеся и перекрывающиеся чешуйки, вытянутые в продольном направлении. Ферритная оторочка включения полностью вытравилась, поэтому графит выглядит расположенным в своеобразном темном провале. Металлическая матрица

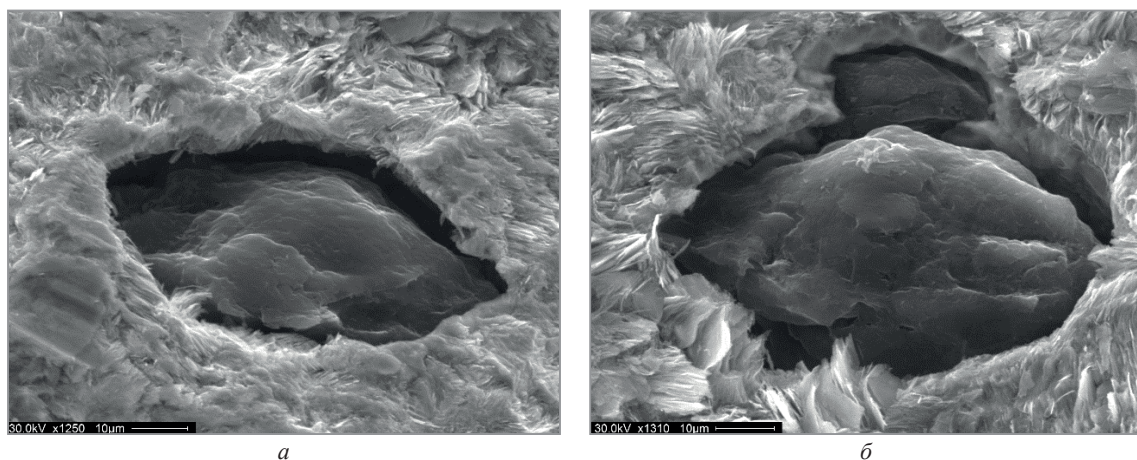


Рис. 6. РЭМ-изображения графитных включений в деформированном чугуна после электрохимического вытравливания: $a - \times 1250$; $b - \times 1310$; степень обжатия 20 %; параллельное расположение включений относительно поверхности; время травления 25 мин:

представлена не растворившимися частицами цементита перлита, имеющими характерное пластинчатое строение с острыми тонкими краями.

На рис. 7 показаны изображения поверхности чугуна, деформированного со степенью обжатия 60 % (исследуемая поверхность параллельна направлению вытяжки).

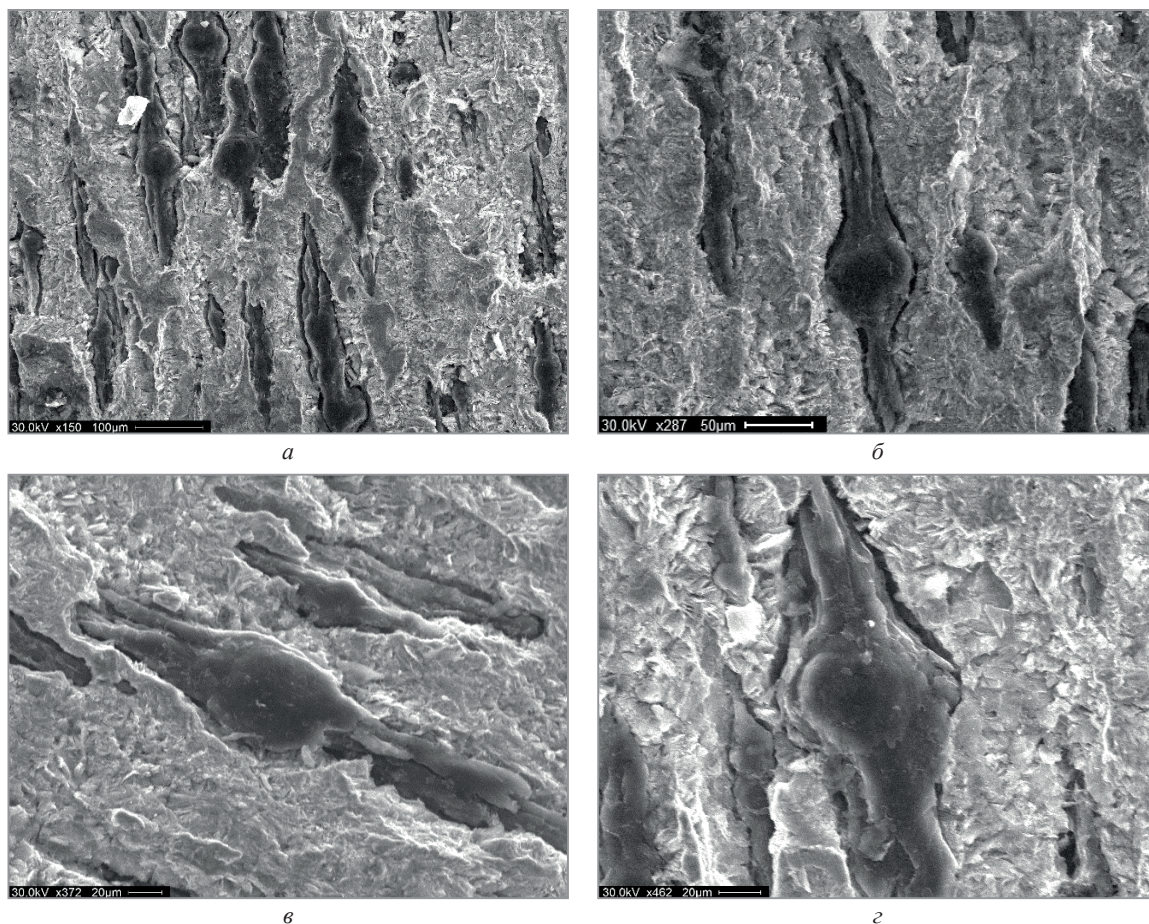


Рис. 7. РЭМ-изображения графитных включений в чугуна после электрохимического вытравливания: $a - \times 150$; $b - \times 287$; $v - \times 372$; $z - \times 462$; степень обжатия 60 %; продольное расположение включений относительно поверхности образца; время травления 20 мин.

Как видно из рис. 7, a , b , графит представлен вытянутыми включениями, причем в центральной их части заметны характерные утолщения сферической формы. Очевидно, что утолщение – это сохранившаяся центральная часть исходного сферического включения, а отростки образовывались при смещении

слоев графита в направлении пластической деформации. Показано, что в некоторых случаях возможно разделение хвостовых частей графитного включения на два, три или более ответвлений-отростков (рис. 7, б, в). Характерным является то, что отростки не отламываются от основной части и все включения выглядят монолитным, что может свидетельствовать о пластической деформации графита.

Поверхность металлической матрицы при степени обжата 60 % представлена не растворившимися цементитными составляющими перлита. Причем их размер гораздо мельче, а форма и морфология отличаются от литого состояния отсутствием ярко выраженного пластинчатого строения.

Наиболее показательным для анализа формы деформированных включений графита является случай, когда они расположены перпендикулярно либо под некоторым углом к исследуемой плоскости и большей своей частью выступают над вытравившейся металлической матрицей. При таком расположении они наиболее доступны для анализа и описания.

Рассмотрим деформированные включения графита на нескольких растровых электронных изображениях по мере увеличения времени травления. На рис. 8, а, б представлены изображения включений деформированного чугуна после 20-минутного травления. Над поверхностью матрицы возвышается хвостовая часть включения и некоторая часть его центрального сферического утолщения. На рис. 8, б заметны упомянутые выше несколько отростков на краю включения. Однако большая часть включения все еще скрыта в глубине металлической матрицы и очевидно, что для полноценного выявления формы деформированного включения продолжительности травления 20 мин явно недостаточно.

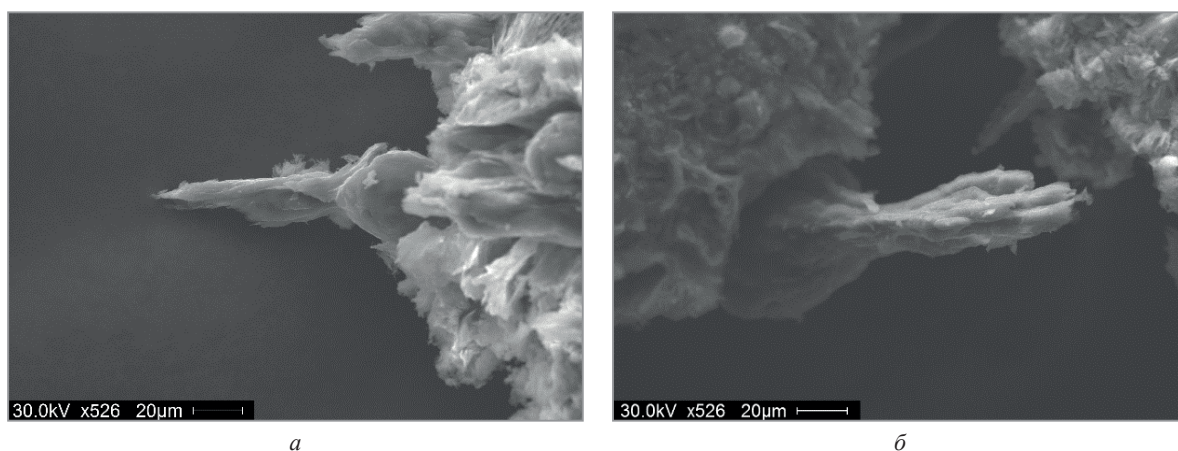


Рис. 8. РЭМ-изображения деформированных графитных включений в высокопрочном чугуне после электрохимического вытравливания; степень обжата 60 %; перпендикулярное расположение включений относительно исследуемой поверхности; время травления 20 мин; $\times 526$

При увеличении продолжительности времени травления до 40 мин получено более информативное РЭМ-изображение полностью вытравившегося деформированного включения графита (рис. 9).

Деформированное графитное включение представляет собой сферическое ядро, по обеим сторонам которого вытянуты удлинённые хвостовые отростки. Они состоят из параллельно расположенных и плотно состыкованных между собой фрагментов-волокон. Можно рассмотреть места прилегания волокон к сферолиту и, исходя из этого, предположить, что формирование ответвлений происходит путем смещения определенных зон наружных слоев графита с поверхности сферического ядра и их дальнейшего вытягивания путем пластической деформации. Причем смещение слоев графита происходит без нарушения сплошности включения, чему, вероятно, способствует высокая температура деформации порядка 850–1000 °С. Подробнее гипотеза о механизме пластической деформации графита обсуждается в [13].

На рис. 10 для понимания общего вида электрохимически травленной поверхности деформированного чугуна приведено растровое электронное изображение с множеством включений при меньшем увеличении. Форма, которую приобретает графит при степени деформации 60 %, для всех включений типична – вытянутая с шаровидным центром и двумя боковыми ответвлениями с острыми окончаниями. Боковые ответвления зачастую состоят из нескольких параллельно расположенных волокон (наиболее характерное – слева).

При увеличении степени обжата до 70 % внешний вид деформированных включений графита меняется (рис. 11), они становятся более вытянутыми, а сферическое утолщение в центре – гораздо менее выраженным. Форму графита можно охарактеризовать как веретенообразную с острыми окончаниями.

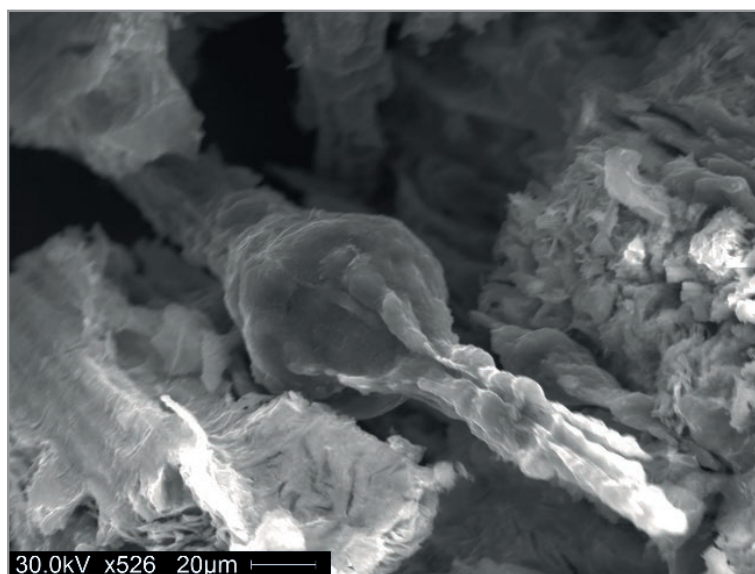


Рис. 9. РЭМ-изображение деформированного графитного включения в высокопрочном чугуна после электрохимического вытравливания; степень обжатия 60 %; перпендикулярное расположение включений относительно исследуемой поверхности; время травления 40 мин; $\times 526$

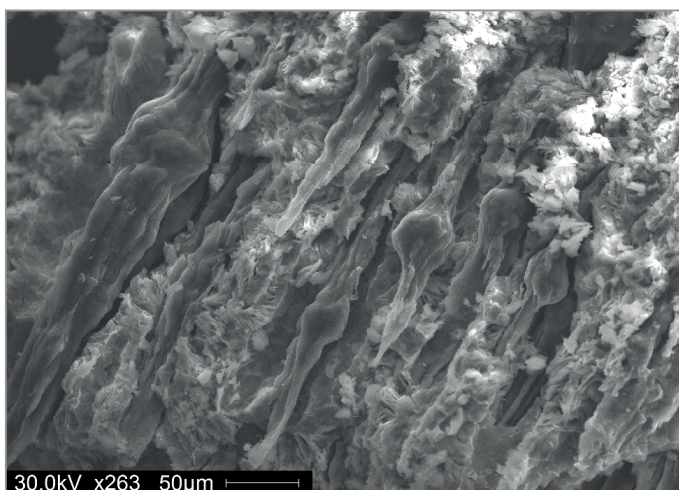
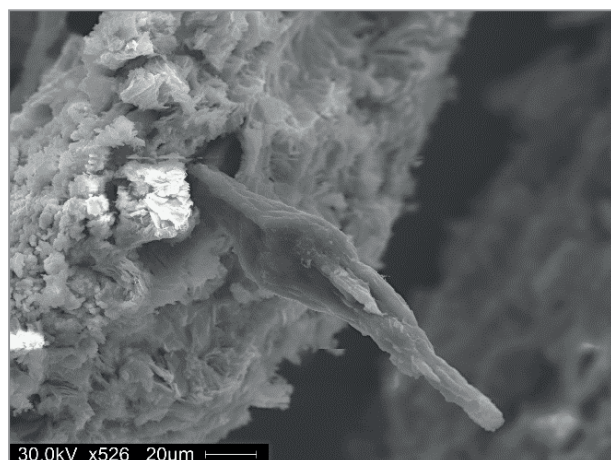
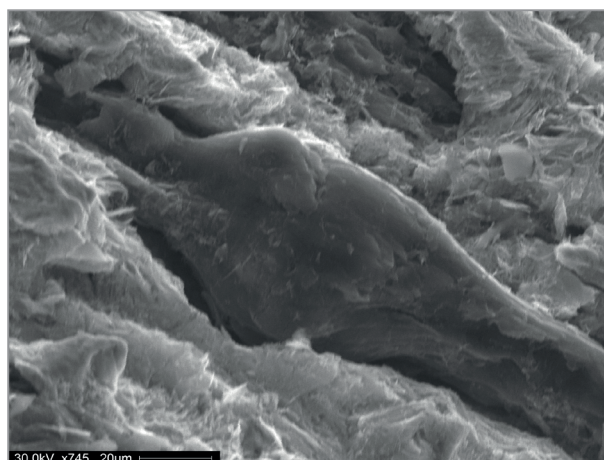


Рис. 10. РЭМ-изображение поверхности деформированного высокопрочного чугуна после электрохимического вытравливания; степень обжатия 60 %; время травления 40 мин; $\times 263$



a



б

Рис. 11. РЭМ-изображения деформированного графитного включения в высокопрочном чугуна после электрохимического вытравливания; степень обжатия 70 %:

a – перпендикулярное расположение включений относительно исследуемой поверхности, время травления 40 мин; $\times 526$;
б – параллельное расположение включений относительно исследуемой поверхности, время травления 25 мин; $\times 745$

При еще большей степени обжатия (80%) сферическое утолщение в центре включения полностью исчезает, графит представляет собой вытянутое монолитное иглообразное образование, которое состоит из комплекса параллельно расположенных волокон, вытянутых вдоль его продольной оси и рельефно выступающих над поверхностью (рис. 12).

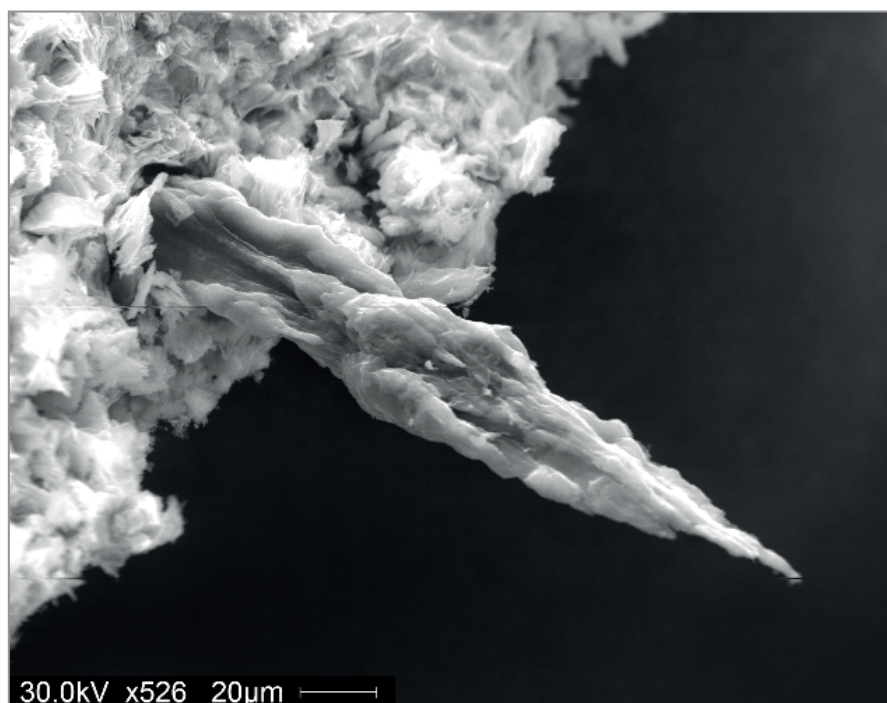


Рис. 12. РЭМ-изображение деформированного графитного включения в высокопрочном чугуने после электрохимического вытравливания поверхности; степень обжатия 80%; перпендикулярное расположение включений относительно исследуемой поверхности; время травления 40 мин; $\times 526$

Если при степени обжатия 70% (см. рис. 11) поверхность включения выглядит относительно однородной и гладкой, то при степени обжатия 80% (рис. 12) поверхность представляет собой 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 просто плоской удлиненной веретенообразной фигурой.

Особо нужно отметить, что даже при высокой степени обжатия 70–80% включения графита не разрушились; на всех изображениях (рис. 11, 12) они выглядят цельными и монолитными, а это доказывает факт, что они претерпели пластическую деформацию.

Причина того, что деформированное включение имеет не однородную фактуру, а состоит из конгломерата отдельных волокон (рис. 12), вероятно, состоит в том, что исходный сферолит графита, полученный при литье, по своей структуре также неоднороден и имеет радиально-секторальное строение (сектора расходятся из центра), описанное в [8]. Пластическая деформация графита сферической формы при горячем выдавливании литого образца происходит, вероятнее всего, за счет выклинивания, скольжения этих секторов и последующего вытягивания их в волокна.

Можно предположить, что значение степени обжатия 60% является граничным, после достижения которого в процесс пластической деформации вовлекаются не только поверхностные слои графита, но и весь объем включения. Таким образом, прослеживаются две стадии пластической деформации графита в высокопрочном чугуне:

- 1) скольжение, сдвиг, смещение наружных слоев графита со сферолита и их последующее вытягивание в волокна с сохранением при этом центрального сферического ядра (осуществляется до степени обжатия 60%);
- 2) пластическая деформация всего объема графита с формированием веретенообразного и затем иглообразного включения (происходит при степени обжатия свыше 60%).

Отметим, что исследования графитной фазы чугуна и связи ее морфологии со свойствами важны в практическом аспекте. В [7] показано, что упрочнение чугуна после деформации (например, с 600 МПа

в литом состоянии до 950–1000 МПа в деформированном) обусловлено действием комплекса структурных факторов: формы графитных включений, количества перлита в структуре, изменения морфологии и дисперсности перлита, увеличения плотности чугуна за счет устранения литейных дефектов. Действие этих факторов на прочность противоположно. Вытягивание графитных включений и отклонение его формы от шаровидной снижает прочность в продольном направлении и сохраняет неизменной прочность в поперечном направлении. Тем не менее общая прочность деформированного чугуна повышается за счет превалирования других факторов: увеличение доли перлита в структуре уменьшения размера аустенитных зерен и дисперсности перлита, уплотнение материала. Поэтому изучение морфологии деформированных графитных включений очень важно для управления их оптимальным расположением по отношению к прилагаемым нагрузкам в конкретных изделиях.

Выводы

1. Проведен анализ существующих методов электрохимического (анодного) травления металлов. Применительно к чугунам предложены усовершенствованная методика электрохимического выявления формы и пространственного расположения включений графита в структуре и схема соответствующего устройства. Методика заключается в постепенном электрохимическом растворении (вытравливании) наружного слоя металлической матрицы чугунного образца в электролите, причем графитные включения остаются нерастворенными. Проведено сравнение двух вариантов электрохимического травления: 1) плоский образец – анод и плоский катод; 2) цилиндрический образец – анод и полый цилиндрический катод. Преимуществом второго варианта является большая эффективность выявления формы и расположения включений графита из-за меньшей области тени, возникающей позади включения.

2. Предложены состав электролита, материал электродов, форма образца, соотношение размеров образца и катода, а также электрические параметры процесса травления, новизна которых защищена патентом Республики Беларусь. 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.

3. Подтверждено, что процесс растворения металлической матрицы при электрохимическом травлении происходит постадийно. 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. Поэтому данная методика, кроме выявления морфологии и пространственного расположения графитных включений, позволяет более полно, чем металлографический анализ, изучить форму и морфологию цементита и проанализировать расположение цементитных пластин в перлите.

4. Показана наибольшая эффективность данного метода для выявления строения разветвленных и вытянутых включений графита, в частности для подвергнутого горячей пластической деформации высокопрочного чугуна.

5. С помощью данной методики и последующего исследования поверхности с помощью растровой электронной микроскопии 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. Причина того, что форма деформированного включения не гомогенно однородна, а представляет собой конгломерат фрагментов-волокон, состоит в том, что исходный литой сферолит графита по своей структуре также неоднороден и имеет радиально-секторальное строение. Вдоль границ этих секторов графитного включения, вероятно, и происходит скольжение при деформации.

6. 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: 1) скольжение наружных слоев графита с поверхности сферолита и последующее их вытягивание в волокна с сохранением центрального слабо- и недеформированного ядра (происходит до степени обжатия 60%); 2) пластическая деформация всего объема графита с формированием веретенообразного или иглообразного включения (происходит при степенях обжатия свыше 60%).

ЛИТЕРАТУРА

1. Беккерт, М. Справочник по металлографическому травлению / М. Беккерт, Х. Клемм. – М.: Металлургия, 1979. – 336 с.
2. Ямпольский, А. М. Травление металлов / А. М. Ямпольский. – М.: Металлургия, 1980. – 168 с.
3. Коваленко, В. С. Металлографические реактивы: справочник / В. С. Коваленко. – М.: Металлургия, 1981.
4. Баранова, Л. В. Металлографическое травление металлов и сплавов: справочник / Л. В. Баранова, Э. Л. Демина. – М.: Металлургия, 1986. – 256 с.
5. Анисович, А. Г. Практика металлографического исследования материалов / А. Г. Анисович, И. Н. Румянцева. – Минск: Белорусская наука, 2013. – 251 с.
6. ГОСТ 3443-87. Отливки из чугуна с различной формой графита. Методы определения структуры. – Введ. 1988–01–07. – М.: Стандартинформ, 2005. – 42 с.
7. Покровский, А. И. Горячая пластическая деформация чугуна: структура, свойства, технологические основы / А. И. Покровский. – Минск: Беларуская навука, 2010. – 256 с.
8. Покровский, А. И. Особенности структурообразования графитных включений в высокопрочном чугуне при литье и горячей пластической деформации / А. И. Покровский // Черные металлы. – 2023. – № 4. – С. 8–15.
9. Microstructure and properties evaluation of ductile cast iron subjected to hot plastic deformation and ambient temperature compression / A. S. Chaus [et al.] // Archives of Metallurgy and Materials. – 2023 – Vol. 68, iss. 2. – P. 639–648.
10. Лев, И. Е. Карбидный анализ чугуна / И. Е. Лев. – М.: Металлургиздат, 1962. – 180 с.
11. Лабораторный практикум по металлографии и физическим свойствам металлов и сплавов / Б. И. Кример [и др.]. – М.: Металлургия, 1966. – 248 с.
12. Устройство для выявления формы графитных включений в структуре чугуна: патент (полезная модель) 10652 Респ. Беларусь / А. И. Покровский; № u20140426; заявл. 20.11.2014; опубл. 30.04.2015 // Афіц. бюл. НЦІУ. – 2015. – № 2. – С. 124–125.
13. Покровский, А. И. Механизм пластической деформации графитных включений в высокопрочном чугуне при обработке давлением / А. И. Покровский // Черные металлы. – 2023. – № 6. – С. 52–60.

REFERENCES

1. Bekkert M., Klemm H. *Spravochnik po metallograficheskomu travleniju* [Handbook of metallographic etching]. Moscow, Metallurgija Publ., 1979, 336 p.
2. Jampol'skij A. M. *Travlenie metallov* [Etching of metals]. Moscow, Metallurgija Publ., 1980, 168 p.
3. Kovalenko V. S. *Metallograficheskie reaktivy* [Metallographic reagents]. Moscow, Metallurgija Publ., 1981.
4. Baranova L. V., Demina Je. L. *Metallograficheskoe travlenie metallov i splavov* [Metallographic etching of metals and alloys]. Moscow, Metallurgija Publ., 1986, 256 p.
5. Anisovich A. G., Rumjanceva I. N. *Praktika metallograficheskogo issledovaniya materialov* [Practice of metallographic examination of materials]. Minsk, Belorusskaja nauka Publ., 2013, 251 p.
6. GOST 3443–87. Otlivki iz chuguna s razlichnoj formoj grafita. Metody opredelenija struktury [Cast iron castings with different forms of graphite. Methods for determining the structure]. Vved. 1988–01–07. Moscow, Standartinform Publ., 2005, 42 p.
7. Pokrovskij A. I. *Gorjachaja plasticheskaja deformacija chuguna: struktura, svojstva, tehnologicheskie osnovy* [Hot plastic deformation of cast iron: structure, properties, technological principles]. Minsk, Belaruskaja navuka Publ., 2010, 256 p.
8. Pokrovskij A. I. Osobennosti strukturoobrazovaniya grafitnyh vkljuchenij v vysokoprochnom chugune pri lit'e i gorjachej plasticheskoj deformacii [Peculiarities of the structure formation of graphite inclusions in high-strength cast iron during casting and hot plastic deformation]. *Chernye metally = Ferrous metals*, 2023, no. 4, pp. 8–15.
9. Chaus A. S., Čaplovič L., Pokrovskii A. I., Sobota R. Microstructure and properties evaluation of ductile cast iron subjected to hot plastic deformation and ambient temperature compression. *Archives of metallurgy and materials*, 2023, vol. 68, iss. 2, pp. 639–648.
10. Lev I. E. *Karbidnyj analiz chuguna* [Carbide analysis of cast iron]. Moscow, Metallurgizdat Publ., 1962, 180 p.
11. Krimer B. I., Panchenko E. V., Shishko L. A. [et al.] *Laboratornyj praktikum po metallografii i fizicheskim svojstvam metallov i splavov* [Laboratory practical course on metallography and physical properties of metals and alloys]. Moscow, Metallurgija Publ., 1966, 248 p.
12. Pokrovskij A. I. *Ustrojstvo dlja vyjavlenija formy grafitnyh vkljuchenij v strukture chuguna: patent (poleznaja model')* [Device for identifying the shape of graphite inclusions in the structure of cast iron: patent (utility model)]. Patent RB, no. u20140426; zajavl. 20.11.2014; opubl. 30.04.2015. *Official bulletin of the National center for intellectual property*, 2015, no. 2, pp. 124–125.
13. Pokrovski A. I. Mehanizm plasticheskoj deformacii grafitnyh vkljuchenij v vysokoprochnom chugune pri obrabotke davleniem [Mechanism of plastic deformation of graphite inclusions in high-strength cast iron during pressure treatment]. *Chernye metally = Ferrous metals*, 2023, no. 6, pp. 52–60.