

PACS numbers: 61.66.f, 61.72.y, 81.05.Bx, 81.05.Uw, 81.40.z

Особливості виявлення первинної структури вуглецевих криць для виробництва залізничних осей

О. І. Бабаченко, Т. В. Балаханова, О. А. Сафронова, Ж. А. Дементьева

*Інститут чорної металургії ім. З. І. Некрасова НАН України,
пл. Академіка Стародубова, 1,
49050 Дніпро, Україна*

Локальні варіації хемічного складу, тобто композиційні неоднорідності, відіграють важливу роль у термодинамічній стійкості й просторовому розподілі фаз у багатофазних крицях. Як вже відомо, неоднорідність розподілу хемічних елементів у структурі вуглецевих криць конструкційного класу утворюється переважно при їх кристалізації, під час твердіння злитка або безперервнолитої заготовки. Обмежена розчинність легувальних елементів у твердому стані в криці призводить до ліквідації при затвердінні. Під час кристалізації розчинена речовина розподіляється між твердим тілом і рідиною, щоб збагачувати або виснажувати міждендритні області. Це, природно, призводить до варіацій складу в мікрометровому масштабі тобто мікросегрегації. Формування ліквідаційного фону (дендритного малюнка) зумовлено почерговим збагаченням елементів окремих мікрозон (сегрегацією) під час кристалізації криці. Ділянки сегрегації Мангану, Силіцію навіть у вуглецевих крицях мають сильний вплив на морфологію і розташування фаз кінцевої структури, сформованих у виробках з вуглецевої криці. Дифузія твердотільних елементів під час циклу повторного нагрівання, зокрема Алюмінію та Мангану, відбувається надто повільно, щоб призвести до хемічної гомогенізації. Як наслідок, профілі сегрегації, наявні після лиття, залишаються протягом усіх подальших процесів і мають значний вплив на кінцеву смугасту неоднорідність мікроструктури. Таким чином, контроль мікросегрегації під час твердін-

Corresponding author: Olena Anatoliyivna Safronova
E-mail: safronovaaa77@gmail.com

*Z. I. Nekrasov Iron and Steel Institute, N.A.S. of Ukraine,
1 Academician Starodubov Sqr., UA-49050 Dnipro, Ukraine*

Citation: O. I. Babachenko, T. V. Balakhanova, O. A. Safronova, and Zh. A. Dement'eva, Features of Identifying the Primary Structure of Carbon Steels for the Production of Railway Axles, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, 45, No. 2: 275–292 (2023) (in Ukrainian). DOI: 10.15407/mfint.45.02.0275

ня в сучасних крицях має вирішальне значення для одержання однорідних механічних властивостей кінцевого продукту, оскільки фазові перетворення, що відбуваються під час термічної і/або деформаційної обробки, визначають кінцеву мікроструктуру та відбиваються локальним розподілом твердості.

Ключові слова: хемічна неоднорідність, мікросегрегація, макронеоднорідність, вуглецева криця, залізнична ось.

Local variations of the chemical composition, that is, compositional inhomogeneities, play an important role in the thermodynamic stability and spatial distribution of phases in multiphase steels. As is already known, the inhomogeneity of the distribution of chemical elements in the structure of structural grade carbon steels is formed mainly during their crystallization, during the hardening of the ingot or continuously cast billet. The limited solubility of alloying elements in the solid state in steel leads to liquation during solidification. During crystallization, the solute is partitioned between the solid and the liquid to enrich or deplete the interdendritic regions. This naturally leads to variations in the composition on a micrometer scale, i.e., microsegregation. The formation of the liquation background (dendritic pattern) is due to the alternate enrichment of elements of individual microzones (segregation) during steel crystallization. The areas of segregation of manganese and silicon even in carbon steels have a strong influence on the morphology and arrangement of phases of the final structure formed in carbon steel products. Diffusion of solid elements during the reheat cycle, particularly aluminium and manganese, is too slow to result in chemical homogenization. As a result, the segregation profiles present after casting remain during all subsequent processes and have a significant impact on the final striated in homogeneity of the microstructure. Thus, the control of microsegregation during hardening in modern steels is crucial for obtaining uniform mechanical properties of the final product, since phase transformations occurring during thermal and/or deformation treatments determine the final microstructure and are reflected by the local distribution of hardness.

Key words: chemical heterogeneity, microsegregation, macroheterogeneity, carbon steel, railway axle.

(Отримано 24 серпня 2022 р.; остаточн. варіант — 14 вересня 2022 р.)

1. ВСТУП

Для визначення характеристик первинної дендритної структури, а власне і сформованого ліквацийного фону в крицях, необхідно адекватно оцінити морфологію структури, що утворилася. Визначення рівня ліквациї навіть в теперішній час за наявності сучасних методів дослідження викликає певні труднощі [1–3]. Тому структуру металів виявляють переважно шляхом хемічного або електролітичного щавлення, при цьому реактив взаємодіє з полірованою поверхнею шліфа. При травленні поверхня шліфа розчиняється або

вкривається тонким шаром продуктів щавлення. Під дією реактивів у металах і стопах насамперед розчиняються виділення на границях зерен, які мають іншу хемічну природу. Оскільки окремі структурні складові (фази) по-різному вступають в реакцію з реактивом, то шляхом щавлення можна розрізняти хемічні та фізичні властивості металів і стопів. Структура стає видимою, при цьому відбивальна здатність шліфа відчуває зміни, які всередині кожної фази однакові незалежно від умовно орієнтованого впливу реактиву. Виникає рельєф, який складається з фаз, випнутих на поверхню шліфа. Завдяки цьому стають видимі контури структурних складових. При застосуванні косого освітлення рельєф стає більш чітко відмінні завдяки світлу і тіні. Структуру виявляють різними засобами щавлення. Найбільш звичайним і простим є холодне або гаряче щавлення зануренням [4, 5].

Згідно [4], термін «первинне щавлення» запропонував Обергоффер для виявлення структури, яке уможливорює розрізняти хемічний склад первинних кристалів. Щавлення первинної структури проводиться, як правило, макрощавниками та вважається закінченим, коли виявляють розподіл елемента, ліквіація якого в стопі відбувається найбільшою мірою, а також, коли у складових вторинної структури (насамперед, зерен), яка виникла в результаті поліморфного перетворення і термообробки (рекристалізація, пом'якшувальний відпал тощо), виявляють нову орієнтацію. Особливість щавлення полягає у виявленні дендритних гілок різного порядку і, що особливо важливо, виявленні чітко ріжниць в міждендритних ділянках гілок різного порядку.

2. АНАЛІЗА ЛІТЕРАТУРНИХ ДАНИХ

Для виявлення макронеоднорідності, що утворилася в результаті кристалізації, кування та ін., пропонують використовувати насичений на холоді розчин пікринової кислоти у воді [4, 5]. Застосування реагентів для кольорового щавлення, чутливого до сегрегації Si, ефективно було використано в роботі [6], під час виявлення макроструктури твердіння. Дослідження сегрегації, проведене з використанням передових методів, показало, що для досліджених хемічних складів Si, Mn, Cr, Ni, Mo та Al мають тенденцію концентруватися в останній рідині, яка твердіє, що узгоджується з результатами металографічного аналізу.

У роботі [7] для кольорової ідентифікації дендритної структури стопу Fe–0,8% C–2% Si–1% Mn–1% Cr для щавлення застосовували реактив, який складався з 10 г NaOH, 40 г КОН, 10 г пікринової кислоти і 50 мл дистильованої води. Цей щавильний розчин призводить до формування на поверхні зразка тонкої оксидної плівки (приблизно 0,04–0,5 мкм). Показано, що товщина плівки залежить

від локального вмісту Si в мікроструктурі й, таким чином, дає області різного кольору (плівку різної товщини), що уможливорює ідентифікувати картину сегрегації Si. Процес щавлення проводився при 120°C протягом приблизно 40 с. Слід наголосити, що застосування пікрату калію досить обмежене, бо потребує занадто обережного поводження, оскільки належить до особливо небезпечних речовин.

Автори роботи [8] отримували картину структурної неоднорідності напіваустенітної неіржавійної криці за допомогою розчину для кольорового щавлення Ліхтенеггера і Блоха (L–B), який виявляє не тільки фази, присутні в мікроструктурі, але також наявність хемічних смуг уздовж напрямку вальцювання. Було виявлено, що реагент L–B профарбовує мікроструктуру смугами залежно від того, які легувальні та домішкові елементи розділені на кожен смугу. Даний реактив складається [9] 100 см³ води — H₂O, 20 г фториду амонію — (NH₄) HF₂, 0,5 г дисульфату калію — K₂S₂O₅.

Для виявлення ліквацийних смуг загартованих криць успішно використано реактив (LePera) і для виявлення розташування смуг перліту — ніталь [10].

І все ж таки найпоширенішим є реактив на основі пікрату натрію. Цей реактив достатньо знаний і ареал його застосування доволі широкий. Цей реактив успішно використовується при електролітичному щавленні для ідентифікації інтерметалідів. Застосовується для кольорової ідентифікації елементів мікроструктури в складнолегованих крицях, наприклад у вольфрамових крицях контрастно уможливорює відокремити вольфраміти заліза, залізо-вольфрамові карбіди, вольфрамову евтектику [11]. Також можливе застосування для визначення структурних складових у чавунах [12].

В якості реактиву-ідентифікатора ліквації даний реактив застосовується переважно, під час роботи з кременистими та висококременистими крицями, іноді і як макрощавник ліквації у марганцевих крицях. Виявляє в них ліквацію Силіцію, фосфідної евтектики та субструктуру кременистої криці. Як визначник ліквації раніше цей реактив був рекомендований при щавленні макроструктури. При цьому час щавлення становив лише кілька хвилин [4, 5, 12].

Щодо пропорцій реактиву, температури та тривалості щавлення наразі виникає безліч питань, хоча коректна підготовка шліфів, правильна робота щавника уможливорює уникнути додаткових помилок при металографічному аналізі [13, 14]. Одержання необхідного малюнка щавлення дендритної структури пов'язане з багатьма методичними труднощами. Як вже було показано, склад реактиву не може бути постійним для кожного типу криці. І хоча цей реактив поширений майже як і ніталь, де цілком конкретно вказана пропорція, численні автори при вказанні методики виявлення первинної структури обмежуються лише загальним висловом, що «щавлення

структури відбувалося в гарячому розчині пікрату натрію», навіть не конкретизуючи лужний то був розчин, нейтральний або кислотний.

В літературі відомо тільки декілька конкретних методичних вказівок щодо температури та тривалості щавлення гарячим розчином пікрату натрію.

Наприклад, Беккерт та Клемм [4] застосовували гарячий розчин «2 г пикрінової кислоти; 25 г NaOH; 75 мл H_2O », для виявлення дендритної макроструктури литої марганцевої криці. Щавлення відбувалося переважно всередині міжвісних просторів зі ступенем чистоти, меншим ніж в осях. При цьому особливе почорніння спостерігали при наявності подвійних сульфідів, що містять Манган. Пропорції для виявлення дендритної структури чавунів у кожному випадку суттєво відрізняються [12, 15, 16].

Використання виявлення структурної неоднорідності, що успадковується від первинної структури, знайшло широке використання не лише для дослідження особливостей утворення дендритної структури вуглецевих криць, а й при аналізі формозміни крицевих виробів за перерізом у процесі деформації вуглецевих криць [17–19]. Застосовується і для прогнозування деформаційної поведінки, локалізації деформації у феритно-перлітних або перлітних крицях шляхом врахування внеску мікроструктурних характеристик і механічних властивостей основної мікроструктури [20–23].

Таким чином, розчин пікрату натрію, хоч і розповсюджений у металографічній практиці, але досить неоднозначно розглядається принцип його дії та застосування.

Пікрат натрію в залежності від його лужності, від вмісту хемічних елементів у фазових складових структури криці, вибірково з ними взаємодіє. В результаті формується поверхнева плівка різного хемічного складу, від якого залежить її товщина й, відповідно, оптичні властивості. Утворювана інтерференція світла в тонкій плівці створює ефект зафарбовування структури криці. Точна хемічна взаємодія компонентів пікрату натрію з компонентами криці, попри його використання з 1903 року, залишається не з'ясованою. Автори роботи [24] наголошують, що ефект зафарбовування в пікраті натрію ймовірно подібний ефекту фарбування у випадку утворення сульфідної плівки на твердих розчинах заліза з фосфором. Поширена думка, що цей реактив не формує мікрорельєф на поверхні шліфа, як це трапляється при звичайному кислотному селективному щавленні, наприклад, ніталем. Щавлення в пікраті натрію добре виявляє первинну (дендритну) структуру криці й достатньою мірою кінцеву, яка збігається зі структурою, що виявляється щавленням у ніталі. Про це свідчить збіг тих самих місць структури литої криці після щавлення шліфа в ніталі й пікраті натрію, особливо при спостереганні її в поляризованому світлі. Вперше за бага-

то років про дію даного реактиву замислився автор роботи [25], який припустив, що його дія заснована на вибірковій взаємодії компонентів пікрату натрію із залізом різного ступеня електронегативності, що залежить від ступеня відновлення заліза й вмісту в ньому розкиснювальних елементів — Карбону, Силіцію й Мангану, а також сполук із Фосфором, Сіркою й іншими елементами. Тому, чим більше в структурі криці домішок і легувальних елементів, а також, чим кристалографічно більш сприятливо орієнтована структура до дії реактиву, тим інтенсивніше вона реагує з пікратом натрію. У результаті цього утворюється плівка з різними оптичними властивостями, завдяки яким візуалізується хемічна й кристалографічна неоднорідність структури. Оптичні властивості плівки визначають її колір, що уможливлює диференціювати ліквіційні ділянки. Колірний спектр плівки залежить від якісного й кількісного хемічного складу досліджуваної криці, від умов щавлення: стану розчину, температури й часу. Тому за допомогою щавлення в пікраті натрію можна відносно швидко оцінити якісний і відносний розподіл домішкових елементів у структурі криці.

Величезне значення поряд зі складом реактиву має тривалість щавлення. Тривалість щавлення, тобто час впливу травильного реактиву, визначається не тільки ступенем дисоціації розчину, його температурою і хемічним складом, але також площиною фаз, що підлягають виявленню. Короткочасне щавлення (менше ніж 1 хв), т. зв. вищавлювання границь і поверхонь зерен, якщо уможливлює забарвлення щавильного розчину, проводять без заміру часу. Результати щавлення оцінюють за зовнішнім виглядом шліфа. Час, як правило, вказують орієнтовний. Але використання щавника темного кольору, непрозорого, як розчин пікрату натрію, при тривалому щавленні від одного до декількох годин надає можливості оптично простежити процес щавлення, тому необхідно вказувати хоча б орієнтовний час.

Швидкість реакції щавлення, а також результат щавлення багато в чому залежать від того, чи рухається шліф або перемішується реактив під час процесу. Відразу ж після занурення в реактив, необхідно пересувати зразок не тільки для того, щоб усунути прилипли бульбашки повітря, але в першу чергу, щоб вирівняти різність концентрацій, що виникає у хемічному розчині, та гальмує виявлення структури. Пікринова кислота, наприклад, внаслідок зміни концентрації утворює темний шар нерозчинної речовини, який уповільнює та перешкоджає рівномірному травленню [4].

3. МЕТА ТА ЗАВДАННЯ ДОСЛІДЖЕНЬ

Дана робота присвячена визначенню особливостей виявлення первинної структури вуглецевих криць для виробництва залізничних

осей реактивом на основі пікрату натрію. Реактив випробуваний на дослідних зливках сталей марок F і EA1N.

4. МАТЕРІАЛ ТА МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕНЬ

Колективом Інституту чорної металургії при проведенні наукових робіт з дослідження структуроутворення сталей залізничного призначення вже використовується реактив на основі пікрату натрію [12, 26–29] і лише в недавній час був визначений оптимальний його склад і особливості щавлення середньовуглецевих криць залізничного призначення. Використання реактиву у відомих пропорціях для дослідження первинної структури і ступеня ліквідації вуглецевих криць для залізничних осей не знайшов застосування в роботах Інституту чорної металургії ім. З. І. Некрасова НАН України, оскільки час щавлення занадто збільшувався і картина щавлення виходила нечіткою і темною, визначенню структури заважала велика кількість артефактів.

Хімічний склад досліджуваних зразків наведено в таблиці 1.

Від дослідного зливка для виготовлення шліфа відрізували зразок пилкою за умови постійного охолодження. Потім заточували на точильному верстаті за допомогою шліфувальних кругів з крупним та дрібним зерном. Потім проводили шліфування на наждачному папері № 120 до усунення слідів від заточування, на № 320 і в кінці на № 400 зі зміною напрямку шліфування до усунення слідів від попереднього етапу. Після шліфування на наждачному папері проходить шліфування на щільному папері (типу ватман) з нанесенням

ТАБЛИЦЯ 1. Хімічний склад дослідних зразків.

TABLE 1. Chemical composition of experimental samples.

№	Основні елементи			Домішкові елементи								
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Al	Cu	V	Ti
F												
1	0,52	0,47	0,77	0,014	0,0056	0,056	0,085	0,0098	0,051	0,136	0,0028	0,0018
2	0,59	0,31	0,73	0,0092	0,0038	0,057	0,087	0,0083	0,011	0,141	0,0025	0,0029
3	0,55	0,16	0,63	0,0210	0,0290	0,027	0,026	0,003	0,0016	0,026	0,0011	0,0005
4	0,59	0,31	1,08	0,026	0,030	0,028	0,027	0,0022	0,043	0,029	0,0023	0,0013
EA1N												
5	0,36	0,34	0,63	0,019	0,025	0,027	0,024	0,0026	0,031	0,026	0,002	0,0011
6	0,39	0,12	0,60	0,0210	0,0240	0,027	0,021	0,0029	0,0005	0,027	0,0011	0,0005

алмазної пасти з зернистістю 5/3 мкм. Після шліфування на ватмані потрібна протирка поверхні шліфа бензином і подальше полірування на сукні. На сукно наноситься дрібна алмазна паста з зернистістю 1/0 мкм. Після цього полірування шліф необхідно на цьому ж сукні полірувати мильною водою, а потім звичайною. Після всіх етапів полірування слід промивати шліф у етиловому спирті.

Для приготування реактиву необхідно взяти пікринову кислоту $C_6H_2(NO_2)_3OH$, гідроксид натрію $NaOH$, і дистильовану воду в пропорції 1:5:8. У воду кімнатної температури висипати $NaOH$, помішуючи до повного розчинення. Слідом за цим всипати пікринову кислоту. Після повного розчинення і припинення реакції реактив готовий до роботи. Щавлення проводиться в гарячому розчині реактиву, при цьому температуру розчину необхідно підтримувати на рівні 90–93 °С, не допускаючи його кипіння. Найзручніше це здійснювати на водяній бані. Підготовлений заздалегідь шліф на спеціальному тримачі (типу вигнутої перфорованої лопатки) опустити в реактив. Засікти час занурення. При щавленні необхідно постійно ворухити шліф. Це зручніше робити періодичним підняттям-опусканням лопатки без вилучення зразка на поверхню. Такі маніпуляції необхідні для вирівнювання концентрації і потенціалу травильного реактиву.

5. РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ

Найбільша різниця відбувається між 30 і 48 хвилинами щавлення — при цьому більш чітко відбувається окреслення гілок. Надалі при збільшенні часу щавлення відбувається зміна відтінку деяких ділянок. Йдеться про місця підвищеної концентрації Силіцію. Це місця так званого стику дендритних гілок, які починають приймати синій відтінок (рис. 1, з).

Таким чином можна підсумувати, що для якісного визначення ліквідаційних ділянок (і не тільки Силіцію, оскільки властивістю до прямої ліквідації володіють практично всі леґувальні й домішкові елементи осьової вуглецевої криці) необхідно збільшити час щавлення до появи синього відтінку в окремих областях шліфа. При виборі оптичного збільшення для адекватної оцінки дендритної структури при металографічному дослідженні слід керуватися правилом, яке нормовано при оцінці зеренної структури [30].

Однак у металознавчій практиці відомі випадки, коли існує необхідність співвіднести кінцеву структуру, окремі види дефектів або певних неметалічних включень (або їх слідів) з первинною дендритною структурою. Реактив на основі пікрату натрію виявляє невелику щавильну дію, внаслідок чого на фоні дендритної структури досить контрастно можна спостерігати наявну зеренну структуру. Після щавлення у ніталі для одержання чистого малюнку лікві-

ційної неоднорідності завжди потрібна нова підготовка шліфа, в результаті чого місце, яке цікавить дослідника, може бути втрачене.

Зі збільшенням часу щавлення вказаним реактивом картина мікроструктури суттєво не змінюється (рис. 1).

Саме запропонований склад реактиву уможлиблює при варіюванні часу щавлення отримати дендритну структуру разом з кінцевою феритно-перлітною. Слід дотримуватись саме вказаних пропорцій реактиву, оскільки в іншому випадку картина може виявитись занадто темною, з низькою контрастністю, або взагалі реактив не дозволить виявити дендритну мікронеоднорідність (рис. 2). У цьому випадку варто щавити зразок не надто тривалий час. При дослідженні структури вуглецевої криці для залізничних осей спостерігається картина накладення структур — витравлюється кінцева феритно-перлітна структура з поверхневим накладенням плівки,

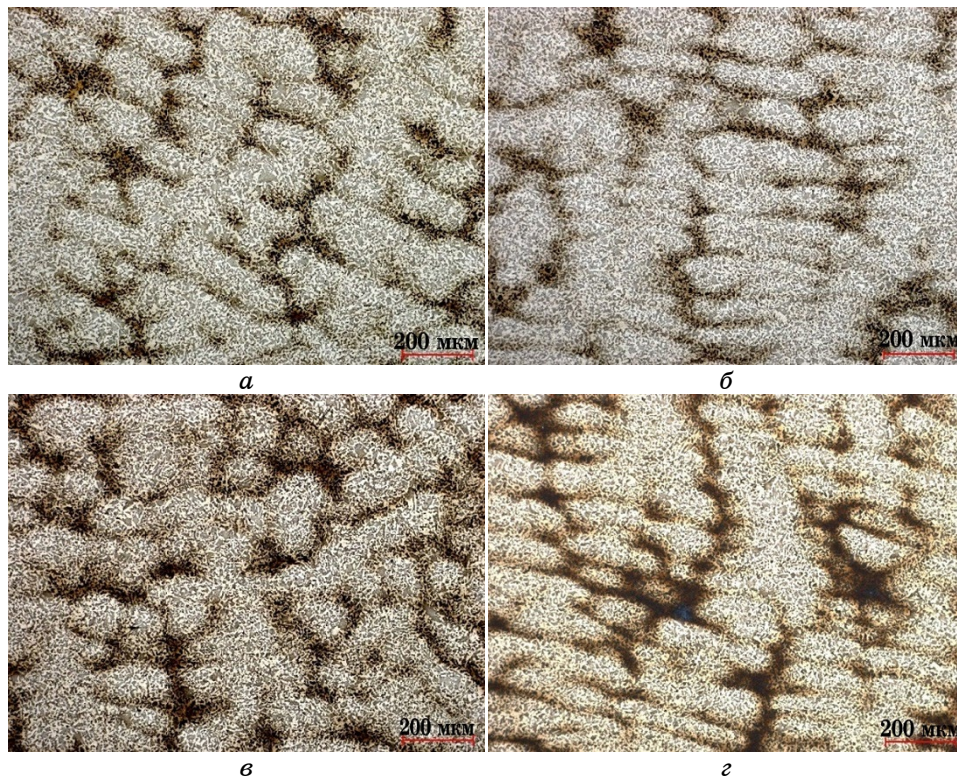


Рис. 1. Структура осевої криці після щавлення запропонованим реактивом, зразок № 5. Загальний час щавлення: 30 хв. (а), 48 хв. (б), 68 хв. (в), 90 хв. (г).

Fig. 1. Structure of axial steel after etching with the proposed reagent, sample No. 5. Total etching time: 30 min (a), 48 min (б), 68 min (в), 90 min . (г).



Рис. 2. Структура осевої криці марки EA1N після гарячої деформації та нормалізації, зразок № 6: час щавлення 20 хв. (а), час щавлення 100 хв. (б).

Fig. 2. Structure of EA1N axial steel after hot deformation and normalization, sample No. 6: etching time 20 min (a), etching time 100 min (b).

що виявляє дендритну будову.

Як правило кінцеву феритно-перлітну структуру вуглецевих криць виявляють щавленням в ніталі. Це уможливорює якісно і кількісно оцінити кінцевий структурний стан, який формується при останній обробці криці.

Таким чином, дослідження трансформації та перетворення дендритної структури бажано проводити на зразках одної плавки, оскільки при коливанні хімічного складу щавлення в пікраті натрію по іншому зображує ліквацийну структуру. В цьому є відмінність способу щавлення пікратом натрію від не менш популярного щавлення у ніталі, де більш насичені легувальними та домішковими елементами зони травляться слабкіше.

Коли тіло дендрита приймає золотавий відтінок, додаткові елементи його форми вже не будуть з'являтися. Однак подальше зростання часу щавлення надає змогу якісно побачити різницю у рівні ліквації (рис. 3). Ділянка між дендритними осями вищого порядку, так звані місця стикування і де знаходиться скупчення найбільшої кількості ліквацийних елементів, набуває синього відтінку. Тоді як інші міждендритні ділянки залишаються коричневими.

Подальше збільшення часу щавлення за умови високого вмісту елементів з високою здатністю до ліквації сприяє збільшенню щільності інтерференційної плівки, яка стає жовтувато-рожевого відтінку з поступовим переходом до синього кольору (рис. 4).

Задовгий час щавлення, вище вказаних на рисунку 1, призводить до виникнення на поверхні шліфа щільної плівки, через яку можна розгледіти структуру дендритів, але повною мірою оцінити кінцеву

феритно-перлітну структуру неможливо (рис. 5). І хоча контури дендритної структури в окремих ділянках проглядаються, дуже велика ймовірність помилки при проведенні металографічного аналізу.

Однак треба зазначити, що миттєве утворення щільної плівки брудно сивого кольору, яку часто можна спостерігати при щавленні реактивом на основі пікрату натрію, але в інших концентраціях — не відбувається.

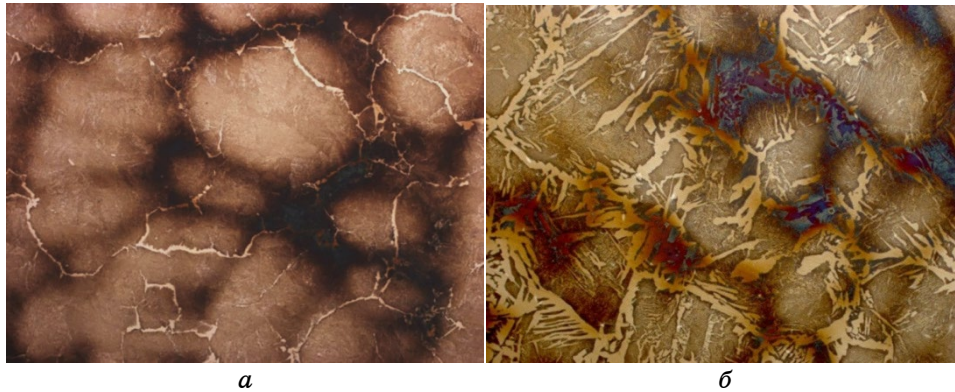


Рис. 3. Мікроструктура вуглецевих криць для залізничних осей після щавлення в пікраті натрію: марки F, зразок № 2 (а), марки EA1N, зразок № 5 (б).

Fig. 3. Microstructure of carbon steels for railway axles after etching in sodium picrate: grade F, sample No. 2 (a), grade EA1N, sample No. 5 (b).

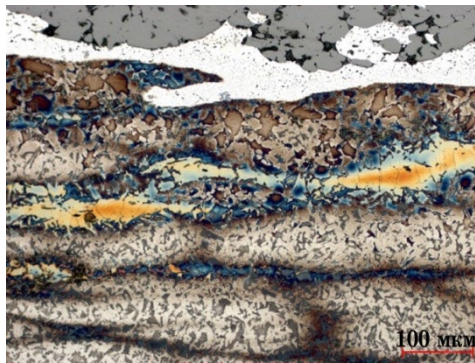


Рис. 4. Мікроструктура центральної зони зливка вуглецевої криці з підвищеним рівнем ліквациї, зразок № 1.

Fig. 4. Microstructure of the central zone of a carbon steel ingot with a high level of liquation, sample No. 1.



Рис. 5. Мікроструктура вищавленого шліфа, час щавлення 2,5 години.

Fig. 5. Microstructure of the etched section, etching time 2.5 hours.

Попри те, що пікрат натрію більшою мірою реагує на вміст Силіцію, у зразках з ідентичним вмістом Силіцію і Карбону, але вищим вмістом Мангану, Фосфору і Сірки, час щавлення для досягнення необхідного контрасту скоротився на 28 хв, що загалом склало 40 хв. При цьому слід зазначити, що картина щавлення виявилася суттєво більш контрастною, ніж при більшому часі щавлення зразка з більшим вмістом Силіцію, але з меншим вмістом домішкових елементів (рис. 6).

Якість інтерференційної плівки в цьому випадку відрізняється.



Рис. 6. Дендритна структура вуглецевої криці для залізничних осей з однаковим вмістом Силіцію: зразок № 2, час щавлення 68 хв (а), зразок № 4, час щавлення 40 хв (б).

Fig. 6. Dendritic structure of carbon steel for railway axles with the same silicon content: sample No. 2, etching time 68 min (a), sample No. 4, etching time 40 min (b).

Відмінність зразка полягала в більш високому вмісті Mn, S і P. Однак, Манган і Сульфур пов'язані в сульфід Мангану, тому їх підвищення не могло істотно вплинути на хід щавлення. Можна припустити, що саме Фосфор і став причиною підвищеного щавлення зразка.

Плівка має зовсім інший відтінок — більш землисто-синій, на відміну від пронизливо синього відтінку ліквацийних ділянок з підвищеним вмістом Силіцію (див. рис. 3, б).

Однак основним фактором залишається вплив Силіцію.

При низькому вмісті Силіцію, картина найменш контрастна (рис. 7). Крім цього залишається відкритим питання — чи внаслідок низького вмісту C та Si розмір та конфігурація дендритів тран-



Рис. 7. Дендритна структура вуглецевої криці для залізничних осей з різним вмістом Силіцію: зразок № 1, час щавлення 15 хв (а), зразок № 6, час щавлення 80 хв (б), зразок № 3, час щавлення 96 хв (в).

Fig. 7. Dendritic structure of carbon steel for railway axles with different silicon content: sample No. 1, etching time 15 min (a), sample No. 6, etching time 80 min (б), sample No. 3, etching time 96 min (в).

сформувалися, або незначна мікронеоднорідність залишається невиразною внаслідок більш інтенсивного витравлювання феритно-перлітної зеренної структури.

При травленні литого зразка пікратом натрію створюється ефект об'ємного тривимірного зображення. Такі фото мікроструктур виглядають дуже наочно і презентабельно, що допомагає візуально привернути увагу, що особливо актуальним є при підготовці студентів та підвищення рівня зацікавленості спеціальністю абітурієнтів.

Щавлення ж зразка вуглецевої криці з дрібною феритно-перлітною структурою не дає такого ефекту (рис. 8).

Ймовірно це відбувається в результаті паралельного виявлення первинної дендритної структури і кінцевої феритно-перлітної, і дрібні зерна перліту «розмивають» границі ліквацийного контуру і

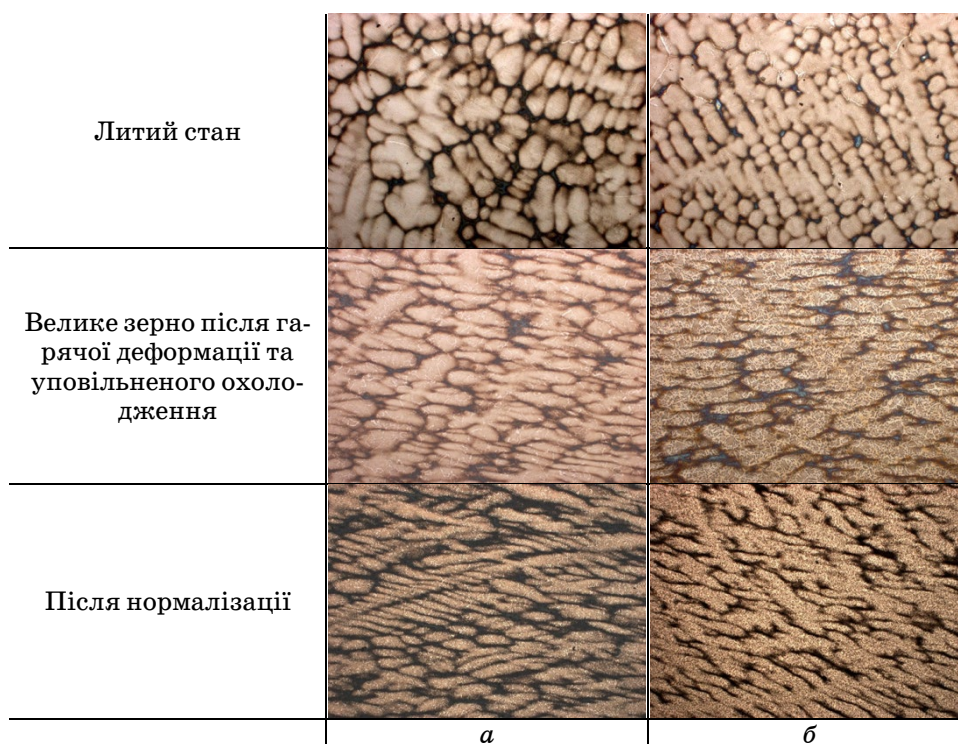


Рис. 8. Формування картини структурної неоднорідності при травленні пікратом натрію зразків вуглецевої криці для залізничних осей: криця марки F, зразок № 4 (*a*), криця марки EA1N, зразок № 5 (*б*).

Fig. 8. Formation of a picture of structural heterogeneity during etching with sodium picrate of carbon steel samples for railway axles: steel grade F, sample No. 4 (*a*), steel grade EA1N, sample No. 5 (*б*).

картина виходить дещо «змазаною». Тому для вивчення формування дендритів краще використовувати крицю з великим первинним зерном. Особливо це яскраво проявляється в крицях з низьким вмістом Карбону та домішкових елементів.

Окремо слід зазначити й таке питання як оцінку пророблення перерізу за зміною щільності розподілу ліквацийних ділянок. Багатьма дослідниками доведено, що ліквация елементів зберігається аж до одержання кінцевого продукту. Звичайно при гарячій пластичній деформації і тривалій термообробці відбувається деяка гомогенізація складу криці, проте повного вирівнювання хемічного складу криці за перерізом виробу і в мікронах не відбувається.

Оцінювання «пророблення» перерізу металевих виробів під час деформації за слідами ліквации (дендритної структури) реалізується досить давно. При цьому часто відбувається порівняння режимів деформації криць різних плавів і на підставі зміни або абсолютних значень щільності дендритної структури, як правило, робиться висновок про більш інтенсивний режим опрацювання. Тому вважаємо за належне попередити дослідників про можливу помилку при застосуванні даного методу для криць, що містять різну кількість Карбону.

Застосування методу оцінки інтенсивності деформаційного опрацювання за ступенем ущільнення дендритної структури має проводитися тільки в крицях, що мають якомога ближчі значення вмісту легувальних і домішкових елементів. Навіть варіювання складу в межах марки може призвести до похибки отриманого результату і до помилкових висновків.

6. ВИСНОВКИ

1. Удосконалено пропорції реактиву на основі пікрату натрію, який використовується для виявлення дендритної структури вуглецевих криць, що використовуються для виготовлення залізничних осей, а саме криць марок ОС, F, EA1N.
2. Застосування даного реактиву уможлиблює не тільки адекватно оцінити особливості формування дендритної структури за допомогою виявлення ліквацийного фону, а й виявити зв'язок з кінцевою структурою вуглецевої криці, яка також витравлюється запропонованим реактивом.
3. Час щавлення зразків осевої криці в пікраті натрію за вищезгаданою методикою залежить не від вмісту у криці Силіцію, а в більшості від загальної забрудненості криці.
4. Застосування методу оцінки інтенсивності деформаційного опрацювання за ступенем ущільнення дендритної структури повинно проводитися тільки в крицях, що мають якомога ближчі значення вмісту легувальних і домішкових елементів.

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. B. Ennis, E. Jimenez-Melero, R. Mostert, B. Santillana, and P. Lee, *Acta Mater.*, **115**: 132 (2016).
2. Y. Chang, C. Haase, D. Szeliga, L. Madej, U. Hangen, M. Pietrzyk, and W. Bleck, *Mater. Sci. and Eng.: A*, **827**: 142078 (2021).
3. C. Yan, X. Ju, Y. Meng and X. Shi, *SN Appl. Sci.*, **1**: 623 (2019).
4. М. Беккерт, Х. Клемм, *Способы металлографического травления* (Москва: Металлургия: 1988).
5. В. С. Коваленко, *Металлографические реактивы* (Москва: Металлургия: 1970).
6. N. E. Tenaglia, R. E. Boeri, A. D. Basso, and J. M. Massone, *Int. J. Cast Met. Res.*, **30**:2: 103 (2017).
7. A. Basso, I. Toda-Caraballo, D. San Martin, and F. Caballero, *J. Mater. Res. and Technol.*, **9**: 3013 (2020).
8. C. Celada-Casero, I. Toda-Caraballo, B. Kim, and D. San Martin, *Mater. Charact.*, **84**: 142 (2013).
9. О. І. Babachenko, К. Н. D'omina, Н. А. Kononenko, R. V. Podolskyi, and О. А. Safronova, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **43**, No. 11: 1537 (2021).
10. О. І. Babachenko, Н. А. Kononenko, R. V. Podolskyi, О. А. Safronova, and А. О. Taranenko, *Mater. Sci.*, **58**: 417 (2022).
11. Л. П. Герасимова, Ю. П. Гук, *Практическая металлография* (Москва: Б.и.: 2017).
12. К. П. Бунин, Я. Н. Малиночка, Ю. Н. Таран, *Основы металлографии чугуна* (Москва: Металлургия: 1969).
13. А. Г. Анисович, М. И. Маркевич, *Литье и металлургия*, **2**: 91 (2022).
14. Е. В. Панченко, К. В. Попов, Б. И. Кример, П. П. Арсентьев, Я. Д. Хорин, *Лаборатория металлографии* (Москва: Металлургиздат: 1957).
15. В. В. Головкин, Д. Ю. Ермоленко, С. М. Степанюк, *Автоматичне зварювання*, **6**: 3 (2020).
16. В. А. Ильинский, Н. И. Габельченко, Л. В. Костылева, Е. Ю. Карпова, *Известия Волгоградского государственного технического университета*, **4**: 158 (2010).
17. О. І. Babachenko, К. Н. D'omina, Н. А. Kononenko, and R. V. Podolskyi, *Physical Metallurgy and Heat Treatment of Metals*, **4**: 17 (2020).
18. А. А. Казаков, О. В. Пахомова, Е. И. Казакова, *Черные металлы*, **9**: 15 (2012).
19. A. B. Sychkov, E. V. Parusov, A. N. Zavalishin, and A. V. Kozlov, *J. Chem. Technol. Metall.*, **53**, No. 5: 977 (2018).
20. S. Isavand, M. Kardan-Halvaei, and A. Assempour, *Int. J. Solids Struct.*, **233**: 111205 (2021).
21. E. V. Parusov, S. I. Gubenko, A. B. Sychkov, I. N. Chuiko, L. V. Sagura, and A. I. Denisenko, *Steel Transl.*, **48**, No. 12: 812 (2018).
22. E. V. Parusov, G. D. Sukhomlin, S. I. Gubenko, A. B. Sychkov, A. I. Denisenko, and G. Ya. Kamalova, *Steel Transl.*, **48**, No. 7: 472 (2018).
23. E. V. Parusov, S. I. Gubenko, A. B. Sychkov, I. N. Chuiko, L. V. Sagura, and G. Ya. Kamalova, *Steel Transl.*, **49**, No. 5: 350 (2019).
24. Г. В. Левченко, А. Ю. Борисенко, М. С. Завгородний, В. В. Мосьпан, В. В. Мощный, *Сталь*, **1**: 13 (2017).

25. А. Ю. Борисенко, *Розвиток теорії структурної спадковості у вуглецевій криці для енергоефективного виробництва прокату з безперервнолитих заготовок* (Дисертація ... канд. техн. наук) (Київ: Фізико-технологічний інститут металів та сплавів НАН України: 2021).
26. A. Babachenko, R. Podolskyi, K. D'omina, G. Kononenko, and O. Safronova, *Modern Problems of Metallurgy*, **24**: 12 (2021).
27. O. I. Babachenko, T. V. Balakhanova, O. A. Safronova, H. A. Kononenko, and K. H. D'omina, *Science and Transport Progress*, **95**: 60 (2021).
28. Г. В. Левченко, К. Г. Дьомина, П. Д. Грушко, *Металознавство та термічна обробка металів*, **2**: 54 (2005).
29. А. И. Яценко, В. Е. Хрычиков, Т. С. Хохлова, А. Ю. Борисенко, Н. И. Репина, П. Д. Грушко, *Кристаллизация и первичная структура конструкционных сталей* (Днепропетровск: Журфонд: 2010).
30. С. А. Салтыков, *Стереометрическая металлография* (Москва: Металлургия: 1970).

REFERENCES

1. B. Ennis, E. Jimenez-Melero, R. Mostert, B. Santillana, and P. Lee, *Acta Mater.*, **115**: 132 (2016).
2. Y. Chang, C. Haase, D. Szeliga, L. Madej, U. Hangen, M. Pietrzyk, and W. Bleck, *Mater. Sci. and Eng.: A*, **827**: 142078 (2021).
3. C. Yan, X. Ju, Y. Meng, and X. Shi, *SN Appl. Sci.* **1**: 623 (2019).
4. M. Bekkert and Kh. Klemm, *Sposoby Metallograficheskogo Travleniya* [Methods of Metallographic Etching] (Moscow: Metallurgiya: 1988) (in Russian).
5. V. S. Kovalenko *Metallograficheskie Reaktivy* [Metallographic Reagents] (Moskva: Metallurgiya: 1970) (in Russian).
6. N. E. Tenaglia, R. E. Boeri, A. D. Basso, and J. M. Massone, *Int. J. Cast Met. Res.*, **30**: 2: 103 (2017).
7. A. Basso, I. Toda-Caraballo, D. San Martin, and F. Caballero, *J. Mater. Res. Technol.*, **9**: 3013 (2020).
8. C. Celada-Casero, I. Toda-Caraballo, B. Kim, and D. San Martin, *Mater. Charact.*, **84**: 142 (2013).
9. O. I. Babachenko, K. H. D'omina, H. A. Kononenko, R. V. Podolskyi, and O. A. Safronova, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **43**, No. 11: 1537 (2021).
10. O. I. Babachenko, H. A. Kononenko, R. V. Podolskyi, O. A. Safronova, and A. O. Taranenko, *Mater. Sci.*, **58**: 417 (2022).
11. L. P. Gerasimova and Yu. P. Guk, *Prakticheskaya Metallografiya* [Practical Metallography] (Moskva: 2017) (in Russian).
12. K. P. Bunin, Ya. N. Malinochka, and Yu. N. Taran, *Osnovy Metallografii Chuguna* [Fundamentals of Cast Iron Metallography] (Moskva: Metallurgiya: 1969) (in Russian).
13. A. G. Anisovich and M. I. Markevich, *Lit'e i Metallurgiya*, **2**: 91 (2022).
14. E. V. Panchenko, K. V. Popov, B. I. Krimer, P. P. Arsent'ev, and Ya. D. Khorin, *Laboratoriya Metallohratii* [Laboratory of Metallography] (Moskva: Metallurgizdat: 1957) (in Russian).
15. V. V. Golovko, D. Yu. Yermolenko, and S. M. Stepanyuk, *Avtomatichne Zvaryuvannya*, **6**: 3 (2020) (in Ukrainian).

16. V. A. Il'yinskiy, N. I. Gabel'chenko, L. V. Kostyleva, and E. Yu. Karpova, *Izvestiya Volgogradskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta*, **4**: 158 (2010) (in Russian).
17. O. I. Babachenko, K. H. D'omina, H. A. Kononenko, and R. V. Podolskyi, *Physical Metallurgy and Heat Treatment of Metals*, **4**: 17 (2020).
18. A. A. Kazakov, O. V. Pakhomova, and E. I. Kazakova, *Chernyye Metally*, **9**: 15 (2013) (in Russian).
19. A. B. Sychkov, E. V. Parusov, A. N. Zavalishin, and A. V. Kozlov, *J. Chem. Technol. Metall.*, **53**, No. 5: 977 (2018).
20. S. Isavand, M. Kardan-Halvaei, and A. Assempour, *Int.J. Solids Struct.*, **233**: 111205 (2021).
21. E. V. Parusov, S. I. Gubenko, A. B. Sychkov, I. N. Chuiko, L. V. Sagura, and A. I. Denisenko, *Steel Transl.*, **48**, No. 12: 812 (2018).
22. E. V. Parusov, G. D. Sukhomlin, S. I. Gubenko, A. B. Sychkov, A. I. Denisenko, and G. Ya. Kamalova, *Steel Transl.*, **48**, No. 7: 472 (2018).
23. E. V. Parusov, S. I. Gubenko, A. B. Sychkov, I. N. Chuiko, L. V. Sagura, and G. Ya. Kamalova, *Steel Transl.*, **49**, No. 5: 350 (2019).
24. M. S. Zavgorodniy, V. V. Mos'pan, and V. V. Mocnyy, *Stal'*, **1**: 13 (2017) (in Russian).
25. A. Yu. Borisenko, *Rozvytok Teoriyi Strukturnoyi Spadkovosti u Vuhletseviy Stali dlya Ehnerhoefehktyvnoho Vyrobnystva Prokatu z Bezperervnolytykh Zahotovok* [Development of the Theory of Structural Inheritance in Carbon Steel for Energy-Efficient Production of Rolled Products from Continuously Cast Billets.] (Thesis of Dissert. for ... Candidate of Technical Sciences) (Kyiv: Physical-Technological Institute of Metals and Alloys, N.A.S.U.: 2021) (in Ukrainian).
26. A. Babachenko, R. Podolskyi, K. D'omina, G. Kononenko, and O. Safronova, *Modern Problems of Metallurgy*, **24**: 12 (2021).
27. O. I. Babachenko, T. V. Balakhanova, O. A. Safronova, H. A. Kononenko, and K. H. D'omina, *Science and Transport Progress*, **95**: 60 (2021).
28. H. V. Levchenko, K. H. D'omina, and P. D. Hrushko, *Metaloznavstvo ta Termichna Obrobka Metaliv*, **2**: 54 (2005) (in Ukrainian).
29. A. I. Yatsenko, V. E. Khrychikov, T. S. Khokhlova, A. Yu. Borisenko, N. I. Repyna, and P. D. Grushko, *Kristallizatsiya i Pervichnaya Struktura Konstruktsionnykh Staley* [Crystallization and Primary Structure of Structural Steels] (Dnepropetrovsk: Zhurfond: 2010) (in Russian).
30. S. A. Saltykov, *Stereometricheskaya Metallohrafiya* [Stereometric Metallography] (Moskva: Metallurgiya: 1970) (in Russian).