

KARDOS IBOLYA – GÁCSI ZOLTÁN

Színes maratás alkalmazása öntöttvasak szövetszerkezetének jellemzésére

Az öntöttvas szövetszerkezetében számos fázis lehet jelen, a minőség és a hőkezelési eljárások függvényében. A színes maratás lehetőséget nyújt arra, hogy pontosan mérhetővé és azonosíthatóvá váljanak a különböző fázisok, pl. a karbidok. A szövetszerkezetben jelenlévő vas-karbid (cementit) vagy más típusú karbidok nagy hatással vannak az öntvény tulajdonságaira, így annak mennyiségére szigorúak az előírások, főleg az autóiipari öntvények esetén. A színes maratási kísérleteinkben bemutattuk, hogy a karbid kimutatható és egyes reagensek használata során annak mennyisége digitális képfeldolgozással meghatározható. A színes maratási reagensek segítségével más szövetszerkezeti sajátosságok is láthatóvá válhatnak. A vizsgálatok során azt tapasztaltuk, hogy egyes ferrit szemcsék különböző színűre maródnak. Valószínűleg kapcsolatban vannak a szemcsék orientációjával, mivel a különböző orientációjú anódos fázisokon más az interferenciafilm vastagsága és így különböző színárnyalatokban színeződnek el.

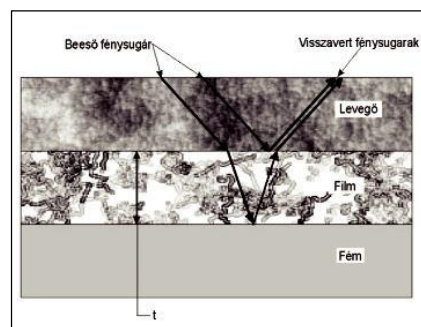
Bevezetés

Az öntöttvas felhasználási területe nagyon széles, köszönhető ez annak, hogy igen változatos szövetszerkezetű és grafit morfológiájú minőségeket állítanak elő, melyek jelentős változatosságot eredményeznek a várható tulajdonságok tekintetében. Az öntöttvas öntvényeknek széles körű a felhasználási területe. Alkalmazzák autóiipari alkatrészek, mezőgazdasági gépek, csövek, szerelvények, láncszemek és kéziszerszámok, vagy akár speciális kopásálló hengerek és görgők alapanyagaként [1]. A grafitnak, mint az öntöttvas szövetszerkezetében jelenlévő rideg fázisnak döntő jelentősége van az öntvény mechanikai tulajdonságai szempontjából. A grafit befolyásoló hatása pedig leginkább annak alakjától függ [2].

Ezért a gyártás során kiemelt jelentőséget kap a grafit alakjának meghatározása. Mindemellett hangsúlyos szerepe van az öntöttvas szövetszerkezetének is, amely ugyanolyan alakú grafit mellett lényeges különbségeket okozhat a mechanikai tulajdonságokban. A szövetszerkezetben jelenlévő fázisok előhívására különböző maratási eljárásokat alkalmaznak. A leggyakrabban alkalmazott oldódási (korróziós) maratás mellett egyre nagyobb teret nyernek a színes maratási technikák, amelyek segítségével olyan részletek is láthatóvá válhatnak, melyek hagyományos oldódási maratással csak igen nehezen különíthetők el.

Színes maratás alapjai

A színes maratás során alkalmazott marószereket a megfelelő elszínező-



■ 1. ábra. A levegő–film–fém interferenciahatás vázlatos rajza [3]

dés érdekében kémiai úton úgy állítják be, hogy a minta felületén egy stabil, általában 0,04–0,5 μm vastagságú filmet képezzenek. Ezek a vékony filmek oxid, szulfid, komplex molibdát, szelén vagy kromát típusú filmek lehetnek, melyek az interferencia hatásnak köszönhetően különbözőképpen színeződnek. Az interferencia erősen függ a keletkezett film vastagsától, így a passzíváló filmek, amelyek alumínium vagy saválló anyagok felületén jelentkeznek, nem teszik láthatóvá a mikroszerkezetet, mivel túl vékonyak. Az interferencia jelenség annak eredményeként figyelhető meg, hogy a filmréteggel bevont fém felületre beeső fénysugarakat a film felülete és a fém felülete is visszaveri. Ez a jelenség függ a fényforrás levegőben mért hullámhosszától (λ), a film vastagságától (t) és a film törésmutatójától (n). A levegő–film–fém interferenciahatás vázlatos rajza az 1. ábrán látható. Interferencia jöhet létre abban az esetben, ha a két felület által visszavert fény effektív úthossza egymásnak a $\lambda/2$ páratlan számú többszöröse.

Színes maratási reagensek a karbid kimutatására

A színes maratás során az interferen-

Kardos Ibolya 2000-ben szerzett a Miskolci Egyetem Anyag- és Kohómérnöki Karán anyagmérnök diplomát anyagminősítő szakirányon. 2000-től dolgozik az ISD Dunaferri Zrt. Innovációs Igazgatóságán, jelenleg szakértői beosztásban. A Miskolci Egyetem Műszaki Anyagtudományi Kar Kerpely Antal Anyagtudományok és Technológiák Doktori Iskolában 2010-ben szerzett doktori fokozatot. 2011 óta a ME Metallurgiai (ISD Dunaferri) Kihelyezett Intézet Tanszék tanszékvezetője. Szakterülete a metallográfia. Gácsi Zoltán szakmai életrajzát lapunk a 29. oldalán közöljük.

cia jelenség hatására különböző színekben jelennek meg a mintában lévő eltérő fázisok. A fémek, ötvözetek széles családja maratható ezzel az eljárással, és nem kivétel ez alól az öntöttvas sem. Az öntöttvas szövetszerkezetében számos fázis lehet jelen, a minőség és a hőkezelési eljárások függvényében. Gyakori feladat például a ferrit mennyiségének meghatározása, amely a metallográfiai laboratóriumokban található egyszerű képelemző szoftver segítségével is megoldható. Probléma akkor merül fel, ha a maratás hatására a világosan (fehér) látszó ferrit mellett más olyan fázis is van, amely szintén világosnak látszik, például a karbid. A színes maratással viszont a különböző fázisok eltérő módon színeződnek, és így lehetőség adódik a fázisok elkülönítésére és azok mennyiségének képelemzővel történő meghatározására. A következőkben néhány, a karbid kimutatására és elkülönítésére alkalmas színes maratási reagenst mutatunk be. (A karbid a szokásos összetételű öntöttvas esetén a cementitet jelenti, egyéb ötvözött esetekben pedig más típusú karbid is lehet.)

Nátrium-metabiszulfid vagy kálium-metabiszulfid és sósav

A színes maratás előtt nagyon fontos lépés a minták előkészítése. A csiszolást követő polírozás során törekedni kell arra, hogy tökéletes felületet hozunk létre. Gyakran sokkal finomabb végpolírozást kell alkalmazni, mint amilyet egy hagyományos, korróziós

maratás során megkívánna a minta felülete. A színes maratás eredményét nagymértékben befolyásolja a felület minősége. Az első két reagens a következő komponensekből áll:

– nátrium-metabiszulfid reagens: 100 ml H₂O, 1 g Na₂S₂O₅, 1 ml HCl (Beraha 0, általunk módosított reagens) [3]

– kálium-metabiszulfid reagens: 100 ml H₂O, 1 g K₂S₂O₅, 1 ml HCl (Beraha 0 reagens) [4].

A legtöbb színes reagensnél a mintát maratás előtt kis mértékben elő kell maratni (ennek célja a csiszolással és polírozással képlekenyen alakított felületi réteg, az úgynevezett Beilby-réteg eltávolítása). Az előmaratáskor általános korróziós marószert alkalmazunk, amelyeket acélok esetén a legtöbb esetben a fázisok előhívására használunk, pl. Pikral (4%-os pikrinsav) vagy 2% Nital.

A kísérletek során a maratási időt változtattuk, és négy különböző időpontban (10, 15, 20 és 25 másodperc) vizsgáltuk meg a mintát. 15 másodperces maratás után megfelelő elszíneződés tapasztalható, de a kálium-metabiszulfid reagensnél még nem alakult ki megfelelően nagy területen a csapadékréteg. A karbid mind a két reagensnél jól látható, de a kálium-metabiszulfid reagensnél még nem egyenletes a ferriten kialakult csapadék és így helyenként még világosnak látszik. A 2–3. ábrán jól látható, hogy mind a két reagensnél a karbid világos (fehér), így egyértelműen elkülöníthető az alapszövettől.

Megállapítottuk a mikroszkópos és

a makroszkópos vizsgálat eredményeiből, hogy mindkét reagens esetén 25 másodperces maratás után érhető el az optimális eredmény. A 15 másodperces maratáskor a nátrium-metabiszulfitos – általunk módosított reagens – kedvezőbb, mivel a minta felületén nagyobb területen alakult ki csapadék, és így nagyobb a vizsgálható felület.

A reagens nem érzékeny a maratási körülmények változásaira (a minta felületén található szennyeződésekre), ezért robusztusnak nevezhetők. A kidolgozott maratási eljárások könnyen reprodukálhatók, és így bármely metallográfiai laboratóriumban alkalmazhatók [3].

Beraha kadmium-klorid (Beraha CdS) reagens

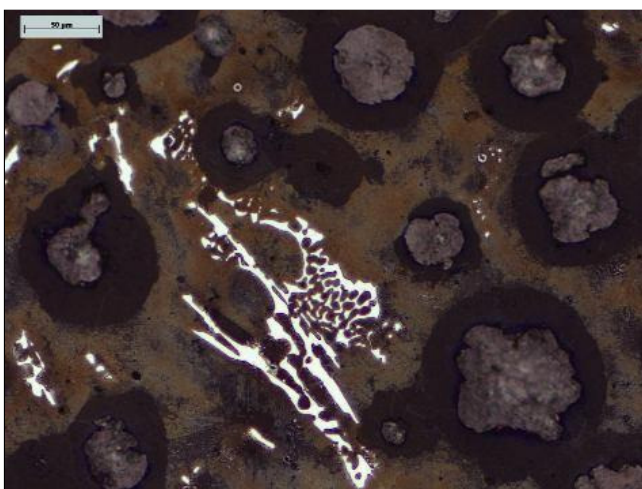
A következő reagens a kadmium-kloridot (CdCl₂) tartalmazó, Beraha nevéhez fűződő marószert. Az összetétele a következő:

– Beraha CdS: 1000 ml H₂O, 240 g Na₂S₂O₃•5H₂O, 20-25 g CdCl₂, 30 g C₆H₈O₇ [4].

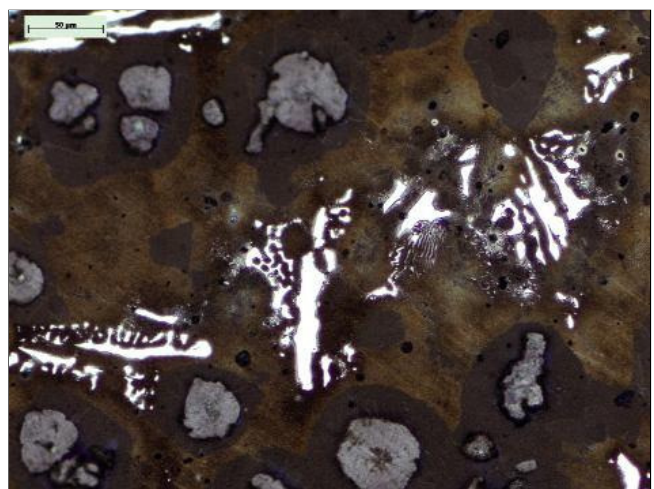
Maratási paraméterek: szobahőmérséklet, 3 másodperces előmaratás Pikrallal, maratási idő 15 másodperc.

A marószert hatására a ferrit fehér, a perlit kék, és a karbid narancssárgás színűnek látszik (4–5. ábra). A fázisok jól elkülöníthetők, és így digitális képfeldolgozás segítségével bármely fázis mennyisége jól meghatározható.

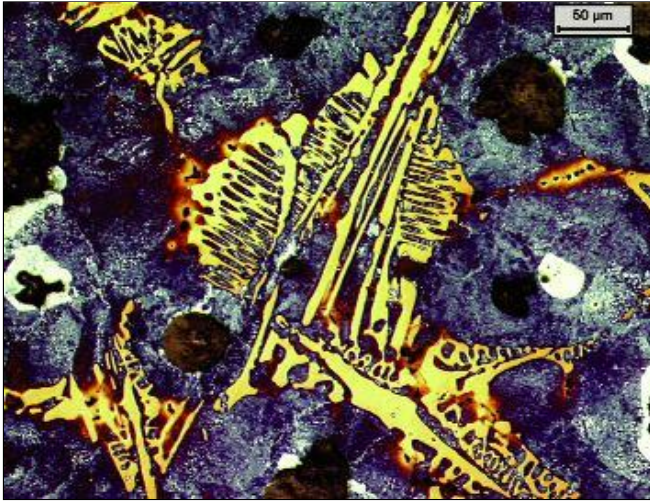
Megállapítottuk, hogy az optimális maratási idő 15 másodperc. A rea-



■ 2. ábra. Öntöttvas szövetszerkezetéről készült fénymikroszkópos felvétel 20 másodperces maratás után. (Eredeti nagyítás: 200x, nátrium-metabiszulfid reagens) [3]



■ 3. ábra. Öntöttvas szövetszerkezetéről készült fénymikroszkópos felvétel 20 másodperces maratás után. (Eredeti nagyítás: 200x, kálium-metabiszulfid reagens) [3]



■ **4. ábra.** Öntöttvas szövetszerkezetéről készült fénymikroszkópos felvétel 15 másodperces maratás után. (Eredeti nagyítás: 200x, Beraha CdS reagens) [3]



■ **5. ábra.** Öntöttvas szövetszerkezetéről készült fénymikroszkópos felvétel 15 másodperces maratás után. (Eredeti nagyítás: 500x, Beraha CdS reagens) [3]

gens rendkívül érzékeny a maratás során fellépő zavaró körülményekre (mint a felületén található szennyeződésekre). A maratási eljárás nehezen reprodukálható [3].

Beraha nátrium-molibdát (Beraha Na-Mo) reagens

Az alkalmazott reagens szintén Beraha nevéhez fűződik, amely a következő komponensekből áll [4]:

- Beraha Na-Mo I.: 100 ml H₂O, 1 g Na₂MoO₄ • 2H₂O, pH 2,5-3,0, a maratási kísérletekben a reagens pH-értéke 3,
- Beraha Na-Mo II.: 100 ml H₂O, 1 g Na₂MoO₄ • 2H₂O, 0,1 g-0,5 g NH₄FHF, pH 2,5-3,5, a maratási kísérletekben a reagens pH-értéke 3 és 0,3 g NH₄FHF-ot használtunk. Maratási paraméterek: szobahőmérséklet, 3 másodperces előmaratás Pikrallal [3].

A reagens hatására a karbid narancssárga színűnek látszik (6–8. ábra).

Megállapítottuk, hogy mindkét reagens hatása azonos, csak a megjelenő színben van különbség. A Beraha Na-Mo I. reagens esetén narancssárga, a Beraha Na-Mo II. reagensnél pedig kékes színű a karbid. A rövidebb maratási időnél a ledeburitban lévő karbid látható, a maratási idő növekedésével pedig egyre jobban láthatóvá válnak a perlit cementit lemezei. A marószerek nem reagálnak érzékenyen a maratási körülmények változásaira [3].

Beraha által módosított Klemm I reagens

A következő maratási kísérleteinkben olyan marószert alkalmaztunk, amelyet Beraha fejlesztett tovább Klemm I reagenséből.

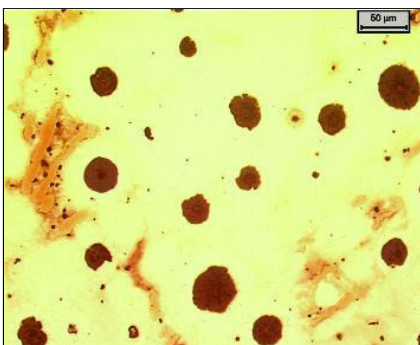
- Klemm I-Beraha 10/3 reagens: 100 ml H₂O, 10 g Na₂S₂O₂, 3 g K₂S₂O₅ [4].

Maratási paraméterek: szobahőmérséklet, előmaratás Pikrallal, maratási idő négy perc.

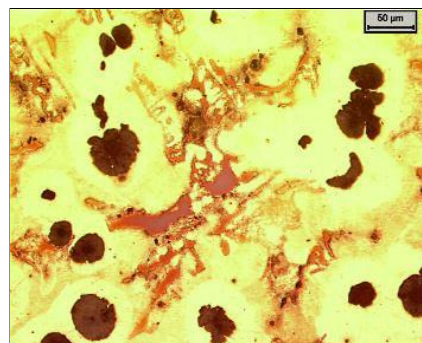
Megállapítottuk, hogy a reagens hatására a karbid fehér, a perlit barnássárga, a ferrit pedig a kék szín különböző árnyalataiban látható. Azok a színes reagensok, melyek az anódos fázist színezik el, érzékenyek a fázisok orientáció különbségére, ezért figyelhető meg az, hogy a ferrit szemcsék eltérő kék színekben jelennek meg (9–10. ábra) [3].

Az öntöttvas ferrit orientációjának meghatározása visszaszórtelektron diffrakcióval (EBSD)

Az anódos fázist elszínező színes reagensok érzékenyek a fázis orientációjára, és ezért a megjelenő színben különbségek érzékelhetők az orientáció függvényében. A Klemm I-Beraha 10/3 reagens alkalmazása során



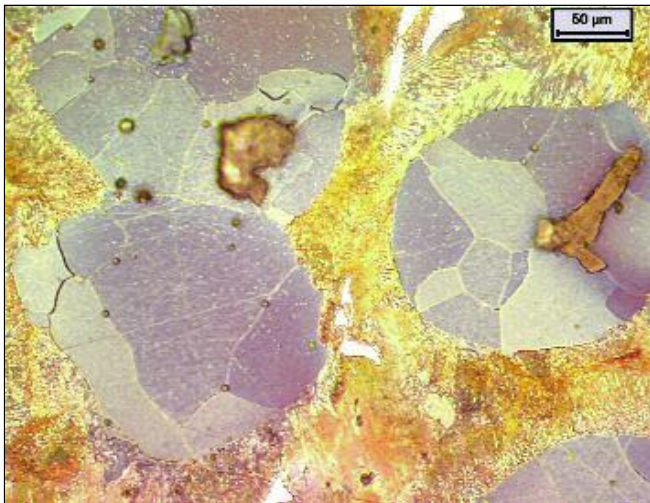
■ **6. ábra.** Öntöttvas szövetszerkezetéről készült fénymikroszkópos felvétel 10 másodperces maratás után. (Eredeti nagyítás: 200x, Beraha Na-Mo I. reagens) [3]



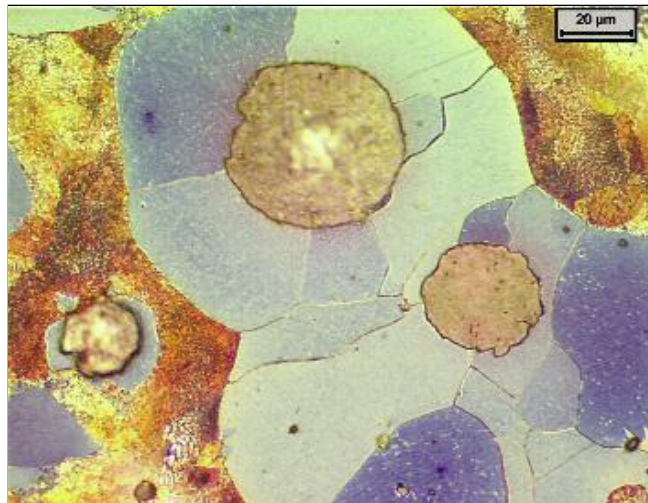
■ **7. ábra.** Öntöttvas szövetszerkezetéről készült fénymikroszkópos felvétel 20 másodperces maratás után. (Eredeti nagyítás: 200x, Beraha Na-Mo I. reagens) [3]



■ **8. ábra.** Öntöttvas szövetszerkezetéről készült fénymikroszkópos felvétel 30 másodperces maratás után. (Eredeti nagyítás: 200x, Beraha Na-Mo II. reagens) [3]



■ **9. ábra.** Öntöttvas szövetszerkezetéről készült fénymikroszkópos felvétel négyperces maratás után (Eredeti nagyítás: 500x, Klemm I-Beraha 10/3 reagens) [3]



■ **10. ábra.** Öntöttvas szövetszerkezetéről készült fénymikroszkópos felvétel négyperces maratás után (Eredeti nagyítás: 500x, Klemm I-Beraha 10/3 reagens) [3]

jól láthatóvá vált orientációs eltérések bizonyítására EBSD-s méréseket végeztünk. A színes maratást a Klemm I-Beraha 10/3 reagensnél megállapított optimális paraméterekkel végeztük el. A maratást követően kiválasztott látóteret karctű segítségével megjelöltük, hogy az EBSD-vel történő vizsgálat során ismét megtaláljuk a látóteret. A színes maratás után a minta felületét 30 percig szilika-géllal políroztuk, hogy a színes maratás hatására kialakult csapadékfilmet és a finom, vékony karcokat eltávolítsuk. A polírozás hatására a bekarcolt jelölés nem tűnt el, mivel ez a végpolírozás nem távolít el vastag réteget a minta felületéről. A vizsgálatot Philips XL 30 pásztázó elektronmikroszkóppal és EDAX TSL EBSD rendszerrel a BME

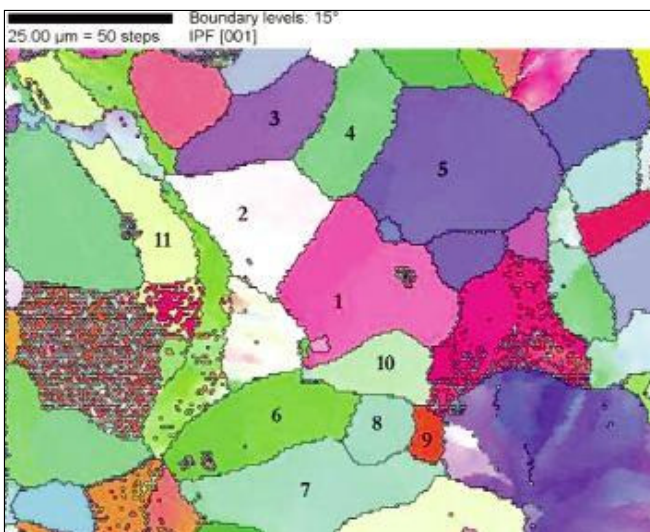
Anyagtudomány és Technológia Tanszéken, dr. Szabó Péter János segítségével végeztük el. A pásztázó elektronmikroszkóp működési paraméterei a következők voltak: 25 KV gyorsító feszültség, 12-13 mm munkatávolság.

Az EBSD mérések során a kijelölt vizsgálati területen minden mérési pontban felvesszük a Kikuchi-vonalakat, majd ezt követően a szoftver elvégzi a vonalak indexelését és elkészíti az orientáció térképet. Az orientáció térkép, vagyis az egyes mérési pontok orientációjának megadása az inverz pólusábra egységháromszögének színkódolásával történik. A kiválasztott terület orientációs térképe és a számozott színes maratott szövetszerkezet fénymikroszkópos

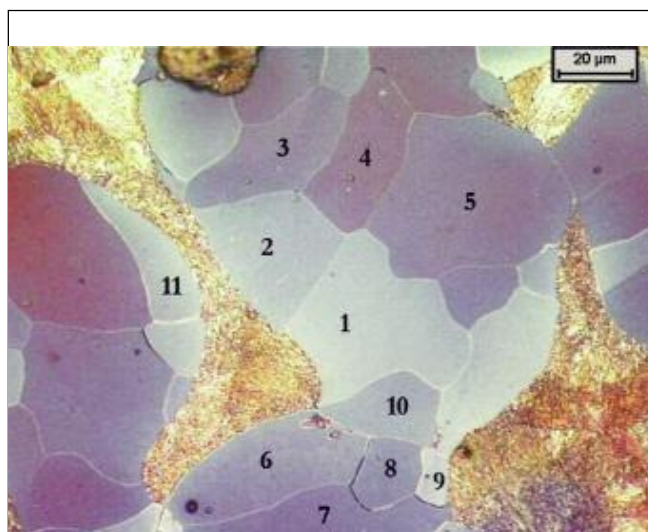
felvétele a 11–12. ábrán található.

A felvételeken megfigyelhetők olyan területek, amelyek nem egy színből állnak, hanem több rendszeresen elhelyezkedő színt foglalnak magukba. Ezek a perlitén elvégzett mérések eredményei, vagy olyan szemcsék mérési eredményei, amelyek valamilyen okból rosszul értékelhetők (szennyeződés, lunker stb.). Láthatók olyan ferrit szemcsék, amelyekben kis mértékben változik a színárnyalat, ez a szemcsén belüli lokális orientációkülönbségre utal. A 12. ábrán beszámozott szemcsék makroszkópikus felületével párhuzamos síkok normálisának iránya az 1. táblázatban található [3].

Ezen síkok közötti szögeltérést a következő képlettel határoztuk meg:



■ **11. ábra.** A vizsgált látótérről készült orientációs térkép [3]



■ **12. ábra.** A vizsgált látótérről készült számozott fénymikroszkópos felvétel. (Eredeti nagyítás: 500x, Klemm I-Beraha 10/3 reagens) [3]

$$\cos\varphi = \frac{h_1 \cdot h_2 + k_1 \cdot k_2 + l_1 \cdot l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \cdot \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}$$

A szemcsék színe jól jellemezhető az RGB színrendszerben, ahol a színnek a három alapszín: a vörös (R – red), zöld (G – green), kék (B – blue) összeadásával állíthatók elő, ez tulajdonképpen az additív színkeverés, tehát a három alapszín egyforma intenzitású keverése fehér, hiányuk fekete színt eredményez. Az YUV színtérben egy színt a fényerő vagy luminancia jellel (Y) és két ún. színkülönbségi jel (U és V) segítségével adunk meg. Az $Y=0,299 \cdot R+0,587 \cdot G+0,114 \cdot B$, amelyben az R, G és a B a közepes intenzitású vörös, zöld és kék komponens [3, 5, 6]. A vizsgált szemcsék közötti szögműködés (φ), fényerőkülönbségeket (ΔY) és az R, G, B komponensek különbségeit megvizsgálva meghatározhatók a korrelációs együttható (r) értékei. Az intenzitáskülönbség r értéke 0,51, a vörös komponens különbségének r értéke pedig 0,52. Ennek a két paraméternek legnagyobb a korrelációs együtthatója, amely bizonyos korrelációra utal [3].

A makroszkóposan is megfigyelhető, hogy a sötétebb szemcsék, pl. az 5 és a 6 szemcsék sötétkék színűek (12. ábra), amelyben piros szín is megfigyelhető.

Megállapítottuk, hogy a Klemm I–Beraha 10/3 reagenssel történő színes maratás során a ferrit szemcsék különböző színárnyalatúra színeződtek a közöttük lévő orientáció különbségből adódóan, amelyet EBSD-vel történő mérésekkel lehetett igazolni. Ugyanis a ferrit szemcsék felületi normálisai közötti szögműködés összefüggésben van a kialakult színárnyalattal, s az azt számszerűsítő Y (luminancia) jellel (YUV színtér), illetve az R (vörös komponens) értékével (RGB színtér). Ha nagy a szögműködés, akkor nagy a luminancia, illetve nagy a vörös komponens közötti különbség [3].

Összefoglalás

Az öntöttvasban található grafit szemcsék mellett hangsúlyos szerepe van a szövetszerkezet egyéb elemeinek

is, amelyek ugyanolyan alakú grafit mellett lényeges különbségeket okozhatnak a mechanikai tulajdonságokban. A szövetszerkezetben jelenlévő fázisok előhívására különböző maratási eljárásokat alkalmaznak. A leggyakrabban alkalmazott oldódási (korróziós) maratás mellett egyre nagyobb szerephez jutnak a színes maratási technikák, amelyek segítségével olyan részletek is láthatóvá válhatnak, melyek hagyományos oldódási maratással csak igen nehezen különíthetők el. A színes maratás lehetőségét nyújt arra, hogy pontosan mérhetővé és azonosíthatóvá váljanak a különböző fázisok, pl. a karbidok. A szövetszerkezetben jelenlévő vas-karbid (cementit) vagy más típusú karbidok nagy hatással vannak az öntvény tulajdonságaira, így annak mennyiségére szigorú előírások vannak, főleg az autóiipari öntvények esetén. A maratási kísérleteinkben olyan színes maratási reagensekkel foglalkoztunk, amelyekkel az öntöttvas szövetszerkezetében található karbid kimutatható, és a mennyisége digitális képfeldolgozással meghatározható. A maratási paramétereket kísérletekkel kidolgoztuk, így azok alkalmasak reprodukív módon a karbid jellemzésére [3].

A színes maratási reagensek segítségével más szövetszerkezeti sajátosságok is láthatóvá válhatnak. Az alkalmazott Klemm I–Beraha 10/3 reagens hatására az öntöttvas szövetszerkezetében található ferrit szemcsék különböző színárnyalatokban váltak láthatóvá. Mindez valószínűleg kapcsolatban van a szemcsék orientációjával, mivel a különböző orientációjú anódos fázisokon más az interferenciafilm vastagsága, ezért különböző színárnyalatokban színeződnek el. Az orientációs különbségek bizonyítására EBSD-vel (Electron Back Scattering Diffraction) méréseket végeztünk, amellyel meghatározható a ferrit szemcsék normálisának iránya és így a szemcsék közötti szögműködés. Az eredményekből megállapítottam, hogy a ferrit szemcsék közötti szögműködés összefüggésben van a kialakult színárnyalattal az Y (luminancia) illetve az R (vörös komponens) értékével (RGB színtér) [3].

1. táblázat. A vizsgált látótéren található számozott szemcsék makroszkópikus felületével párhuzamos síkok normálisainak iránya [3]

Szemcsék azonosítói	[hkl]
1	[2 3 9]
2	[5 2 9]
3	[8 7 13]
4	[2 10 9]
5	[5 8 6]
6	[10 1 15]
7	[2 5 6]
8	[5 15 17]
9	[1 0 8]
10	[2 10 7]
11	[4 1 8]

Köszönetnyilvánítás

A kutatási munka „A felsőoktatás minőségének javítása kiválósági központok fejlesztésére alapozva a Miskolci Egyetem stratégiai kutatási területein” TÁMOP-4.2.1.B-10/2/KONV-2010-0001 projekt keretein belül készült.

Irodalom

- [1] *John Gloag, Derek Bridgwater: A History of Cast Iron in Architecture.* Allen and Unwin, London, 1948.
- [2] *Do ru M. Stefanescu University of Alabama: Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys, Section: Cast Iron, Classification and Basic Metallurgy of Cast Iron, Vol 1, ASM Handbook, ASM International, 2005., pp. 17–33.*
- [3] *Kardos Ibolya: Digitális képfeldolgozás és színes metalográfia alkalmazása gömbgrafitos öntöttvasok szövetszerkezetének jellemzésére, Doktori értekezés, 2009. Miskolc, Kerpely Antal Anyagtudományok és Technológiák Doktori Iskola*
- [4] *George F. Vander Voort, Buehler Ltd.: Metallography and Microstructures, Color Metallography, Vol 9, ASM Handbook, ASM International, 2007., pp. 1223–1382.*
- [5] *H. D. Cheng: Pattern Recognition 34, 2001., pp. 2259–2281.*
- [6] *Szűcs Tibor: A H. 264 video szabvány bemutatása. Debreceni Egyetem, szakdolgozat, 2008.*