

ISSN 1561-8358 (Print)

ISSN 2524-244X (Online)

УДК 539.216+669:006

<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-12-19>

Поступила в редакцию 09.12.2020

Received 09.12.2020

**А. Г. Анисович**

*Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь*

## **ПРОБЛЕМЫ ПРИМЕНЕНИЯ СТАНДАРТОВ ПРИ ОЦЕНКЕ МИКРОСТРУКТУРЫ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ**

**Аннотация.** Рассмотрены проблемы применения некоторых стандартов, содержащих эталонные шкалы структур: ГОСТ 1763-68, 1778-70, 5640-68, 9391-80, 10243-75, 13938.13-93, 22838-77, 3443-87 (материалы: кислородная медь, трубные и конструкционные стали, чугун). Показано, что нормативная база стандартов для металлографического анализа морально устарела. Основной проблемой является несоответствие увеличения эталонов реальным структурам современных сплавов. В основном в эталонах микроструктур используется увеличение 100 крат, в частности, для анализа полосчатости структуры проката, видманштеттовой структуры, фосфидной эвтектики. Для анализа современных материалов требуется увеличение порядка 500...800 крат. Увеличение 360...400 крат, используемое в некоторых шкалах, также является недостаточным, например, для анализа структурно-свободного цементита. Также качество изображений структур, приведенных в стандартах, затрудняет их использование. Общим недостатком рассматриваемых стандартных шкал структур является отсутствие метрики на фотографиях, что не отвечает современному уровню металловедения и доставляет определенные неудобства при сравнении структур. Необходим пересмотр стандартов, регламентирующих структуру металлов и сплавов. Следует проводить исследования по разработке нового поколения стандартов, опираясь на реальные структуры современных промышленных сплавов. Также требуется разработка новых методов анализа структуры. Прежде всего это касается анализа в программах обработки изображений.

**Ключевые слова:** стандарты, структура, сталь, чугун, металлографический анализ, программы обработки изображений

**Для цитирования:** Анисович, А. Г. Проблемы применения стандартов при оценке микроструктуры металлов и сплавов / А. Г. Анисович // Вес. Нац. акад. наук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2021. – Т. 66, № 1. – С. 12–19. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-12-19>

**Anna G. Anisovich**

*Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus*

## **PROBLEMS OF APPLICATION OF STANDARDS IN EVALUATION OF MICROSTRUCTURE OF METALS AND ALLOYS**

**Abstract.** The purpose of this work is to consider the problems of applying some standards containing reference scales of structures: 1763-68, 1778-70, 5640-68, 9391-80, 10243-75, 13938.13-93, 22838-77, 3443-87 (materials: oxygenated copper, pipe and structural steels, cast iron). It is shown that the normative base of standards for metallographic analysis is morally outdated. The main problem is the discrepancy between the increase in standards and real modern structures. Basically, microstructure standards use a magnification of 100 times, in particular, for the analysis of oxygenated copper, banding of the rolled metal structure, Widmanstätt structure, phosphide eutectic. The analysis of modern materials requires an increase of about 500...800 times. The magnification of 360...400 times, used in some scales, is also insufficient, in particular, for the analysis of structurally free cementite. Also, the quality of images of structures makes them difficult to use. A common disadvantage of the considered standard scales of structures is the absence of metrics in photographs, which does not correspond to the modern level of metallurgy and causes certain inconveniences when comparing structures. It is necessary to revise the standards governing the structure of metals and alloys. Research should be carried out to develop a new generation of standards based on the real structures of modern industrial alloys. It is also necessary to develop new methods of structure analysis. This applies primarily to analysis in image processing programs.

**Keywords:** standards, structure, steel, cast iron, metallographic analysis, image processing programs

**For citation:** Anisovich A. G. Problems of application of standards in evaluation of microstructure of metals and alloys. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2021, vol. 66, no. 1, pp. 12–19 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-12-19>

**Введение.** Качество металлических изделий и полуфабрикатов регулируется системой стандартов. Одними из основных являются те стандарты, которые регламентируют химический состав сталей и сплавов, а также их структуру. Именно структура в наибольшей степени ответственна за комплекс механических свойств промышленных металлов и сплавов. Стандарты регламентируют количественное описание структуры путем определения средних характеристик – диаметра или площади зерна, размера включений фаз и т. д. Для количественного анализа в стандартах приводятся процедуры: метод секущих, метод подсчета зерен, планиметрический метод. В данных нормативных документах также содержатся эталонные шкалы, и оценка структуры производится визуальным сравнением структуры образца с этими шкалами. В результате устанавливается соответствие исследуемой структуры определенной шкале ГОСТ; также структуре образца может быть присвоен балл.

Основные стандарты, регламентирующие структуру металлов и сплавов, созданы в 1960–1970-е годы. В настоящее время они являются действующими на территории Содружества Независимых Государств. В частности, непосредственно металлографического контроля структуры касаются следующие нормативные документы:

ГОСТ 1763-68 «Сталь. Методы определения глубины обезуглероженного слоя»;

ГОСТ 1778-70 «Сталь. Металлографические методы определения неметаллических включений»;

ГОСТ 5640-68 «Сталь. Металлографический метод оценки микроструктуры листов и лент»;

ГОСТ 9391-80 «Сплавы твердые спеченные. Методы определения пористости и микроструктуры»;

ГОСТ 10243-75 «Сталь. Методы испытаний и оценки макроструктуры»;

ГОСТ 13938.13-93 «Медь. Методы определения кислорода»;

ГОСТ 22838-77 «Сплавы жаропрочные. Методы контроля и оценки макроструктуры»;

ГОСТ 3443-87 «Отливки из чугуна с различной формой графита. Методы определения структуры», а также некоторые другие.

За последние 40 лет технологии производства металлических материалов существенно продвинулись вперед, и действующие стандарты не могут адекватно регламентировать структуру металлических изделий и полуфабрикатов. Получили широкое применение материалы со структурой высокой дисперсности, которую невозможно исследовать и классифицировать согласно действующим нормативным документам при увеличениях 100 и 200 крат.

ГОСТ 5639-82 «Стали и сплавы. Методы выявления и определения величины зерна», а также ГОСТ 21073.0-75, 21073.1-75, 21073.2-75, 21073.3-75, 21073.4-75 по определению величины зерна цветных сплавов дают численные величины параметров структуры, и их несоответствие современному уровню не столь критично. Устарели некоторые методики определения размера зерна, например метод секущих, планиметрический метод. Но с появлением программ обработки изображений данная проблема снимается. Кроме того, вопрос использования программ обработки изображений требует отдельного рассмотрения [1, 2] не только с учетом принципов стереометрической металлографии [3], но и гостирования компьютерных методов анализа.

*Цель данной работы* – рассмотрение проблем применения некоторых стандартов, содержащих эталонные шкалы микроструктур промышленных сплавов.

**Материалы и методики исследования.** Исследуемые материалы: кислородная медь, трубные и конструкционные стали, чугун; рассматриваемые стандарты: 1763-68, 1778-70, 5640-68, 9391-80, 10243-75, 13938.13-93, 22838-77, 3443-87. Изучение микроструктуры проведено на инвертированном металлографическом микроскопе МИ-1. Фотографирование структуры производилось в программе обработки изображений IMAGE-SP; метрический отрезок устанавливался калибровочным узлом программы по аттестованному объект-микрометру.

**Результаты и их обсуждение.** ГОСТ 13938.13-93 «Медь. Методы определения кислорода» устанавливает порядок определения кислорода в меди методами восстановительного плавления (в электролитической, литой или деформированной при массовой доле кислорода от 0,0003 до 0,5 %) и металлографическим (в литой или деформированной при массовой доле кислорода от 0,01 до 0,15 %). Этот нормативный документ был переиздан в 1993 г. Однако при этом не были переработаны эталонные шкалы микроструктур. Стандарт позволяет определить количество

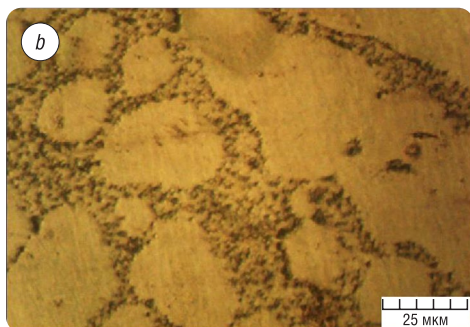
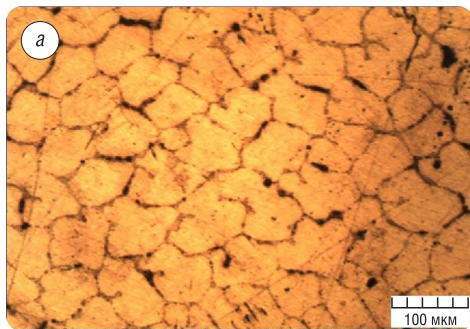


Рис. 1. Структура меди, полученная по способу непрерывного литья: *a* – 200<sup>×</sup>, *b* – 800<sup>×</sup>  
 Fig. 1. Structure of copper, obtained by the method of continuous casting: *a* – 200<sup>×</sup>, *b* – 800<sup>×</sup>

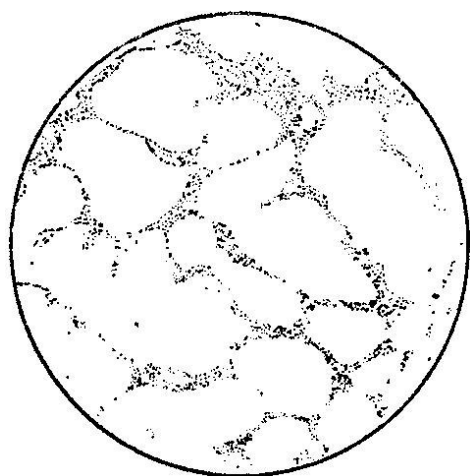


Рис. 2. Эталон № 11 ГОСТ 13938-93; медь содержит 0,09 % кислорода  
 Fig. 2. Standard no. 11 of GOST 13938-93; copper contains 0.09 % oxygen

кислорода в литой меди и основан на визуальном сравнении анализируемой структуры с эталонными шкалами, которые даны при 200<sup>×</sup>. В настоящее время при использовании современных способов литья достигнут уровень дисперсности структуры, намного превышающий таковой при «классических» способах литья [4, 5]. На рис. 1 приведены структуры кислородной меди при увеличениях 200 и 800 крат, на рис. 2 – эталон по ГОСТ 13938-93, соответствующий рис. 1, *b*.

Как видно из рисунков, определить содержание кислорода методом сравнения при 200<sup>×</sup> невозможно. Сравнение возможно при 800<sup>×</sup> (рис. 1, *b*, рис. 2). Тем не менее, исходя из требований ГОСТ 13938-93, определение концентрации кислорода при таком увеличении является нарушением стандартной процедуры.

При анализе трубных сталей весьма востребованным является ГОСТ 5640-68 «Сталь. Металлографический метод оценки микроструктуры листов и лент», который включает следующие эталонные шкалы структур:

Шкала 1. *Структурно-свободный цементит*, (360–400)<sup>×</sup>;

Шкала 2. *Перлит в малоуглеродистой деформированной стали*, (360–400)<sup>×</sup>;

Шкала 3. *Полосчатость феррито-перлитной структуры*, 100<sup>×</sup>;

Шкала 4. *Видманитеттова структура*, 100<sup>×</sup>.

Шкала 1. *Структурно-свободный цементит*. На рис. 3 показано изображение реальной структуры стали 20 2018 года изготовления и эталон структуры по шкале 1, ряд А, балл 5. Размер стрелки на рис. 3, *b* составляет 200 мкм, что дает представление о несоответствии увеличений эталона и реальной структуры. Структура на рис. 3, *a* получена при 1000<sup>×</sup>. При (360–400)<sup>×</sup>, регламентированном ГОСТ, масштаб реальной структуры не соответствует эталону.

Шкала 2. *Перлит в малоуглеродистой деформированной стали*. Для оценки количества и характера расположения перлита в малоуглеродистой деформированной стали с содержанием углерода 0,10–0,30 % шкала сформирована в зависимости от строения перлита (зернистый или сорбитообразный), его количества и характера распределения и состоит из двух рядов и шести баллов. Ряд А предназначен для оценки зернистого перлита в холоднокатаной стали с содержанием углерода 0,1–0,2 %.

При увеличении номера балла укрупняется размер частиц цементита и наблюдается тенденция к образованию полос.

Изображения эталона по ГОСТ 5640-68 и структуры современной стали представлены на рис. 4. Качество изображения структуры эталона низкое (рис. 4, *a*), вид перлита (зернистый) ясен только из описания данного эталона в тексте стандарта. Зернистый перлит на реальном изображении структуры стали возможно идентифицировать при 1000<sup>×</sup> (рис. 4, *b*).

Качество изображений эталонных структур можно оценить из рис. 5. Если зернистый перлит в полосе еще различим, то пластинчатый перлит, скорее, угадывается.

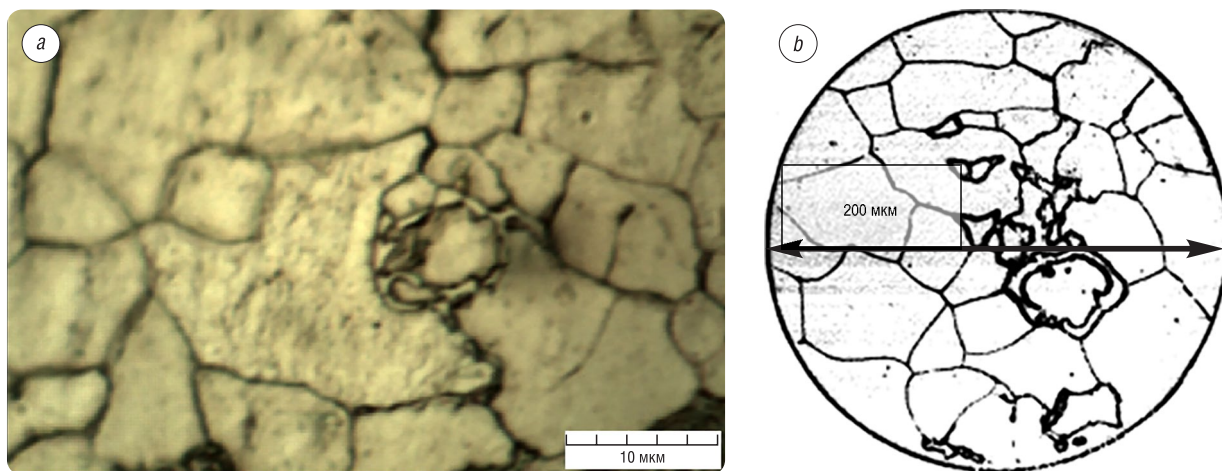


Рис. 3. Структурно-свободный цементит в стали 20 (a) и эталон для определения структурно-свободного цементита (b)

Fig. 3. Structurally free cementite in steel 20 (a) and a standard for determining structurally free cementite (b)

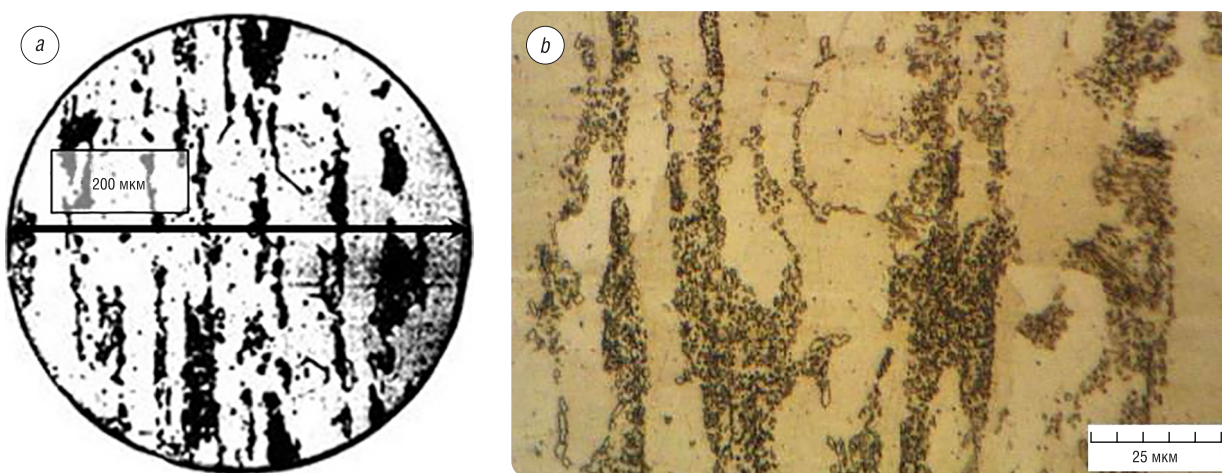


Рис. 4. Эталон структуры по ГОСТ 5640-68, ряд А, балл 4 (a) и полосы зернистого перлита в стали современного производства (b)

Fig. 4. The standard of structure according to GOST 5640-68, row A, point 4 (a) and stripes of granular pearlite in modern steel (b)

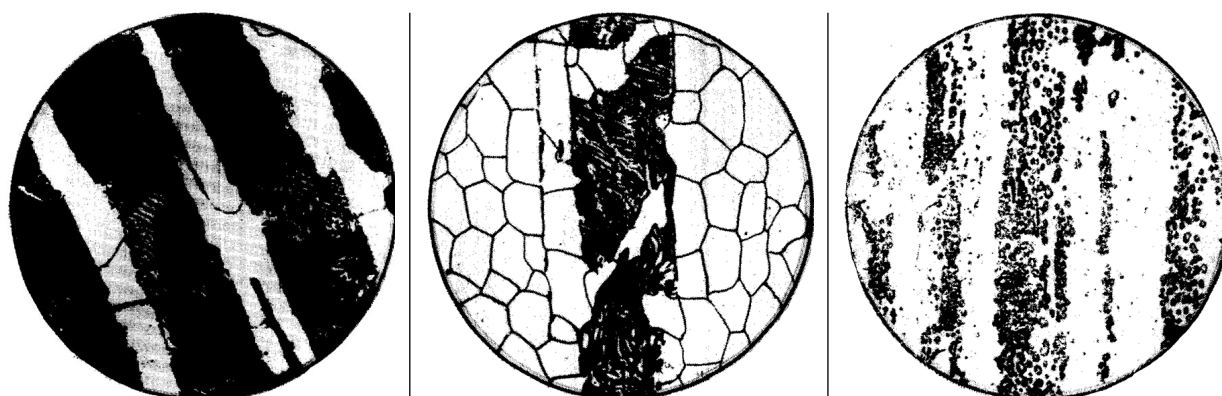


Рис. 5. Эталоны структуры по шкале 2, балл 5; слева направо – ряды А, Б, В  
 Fig. 5. Standards of structure on a scale of 2, point 5; from left to right – rows A, B, C

Пример несоответствия реальной структуры и эталона ГОСТ 5640-68 (шкала 3) приведен также на рис. 6. Метрики на изображениях 6, *a* и 6, *b* уравниены. Стандартной шкалой пользоваться весьма сложно в силу несоответствия увеличений. На рис. 6, *c*, *d* полосчатая структура представлена при  $200\times$  и  $500\times$  соответственно. В данном случае для анализа структуры и установления балла полосчатости реальным увеличением стандартных шкал являлось бы  $(300-500)\times$ .

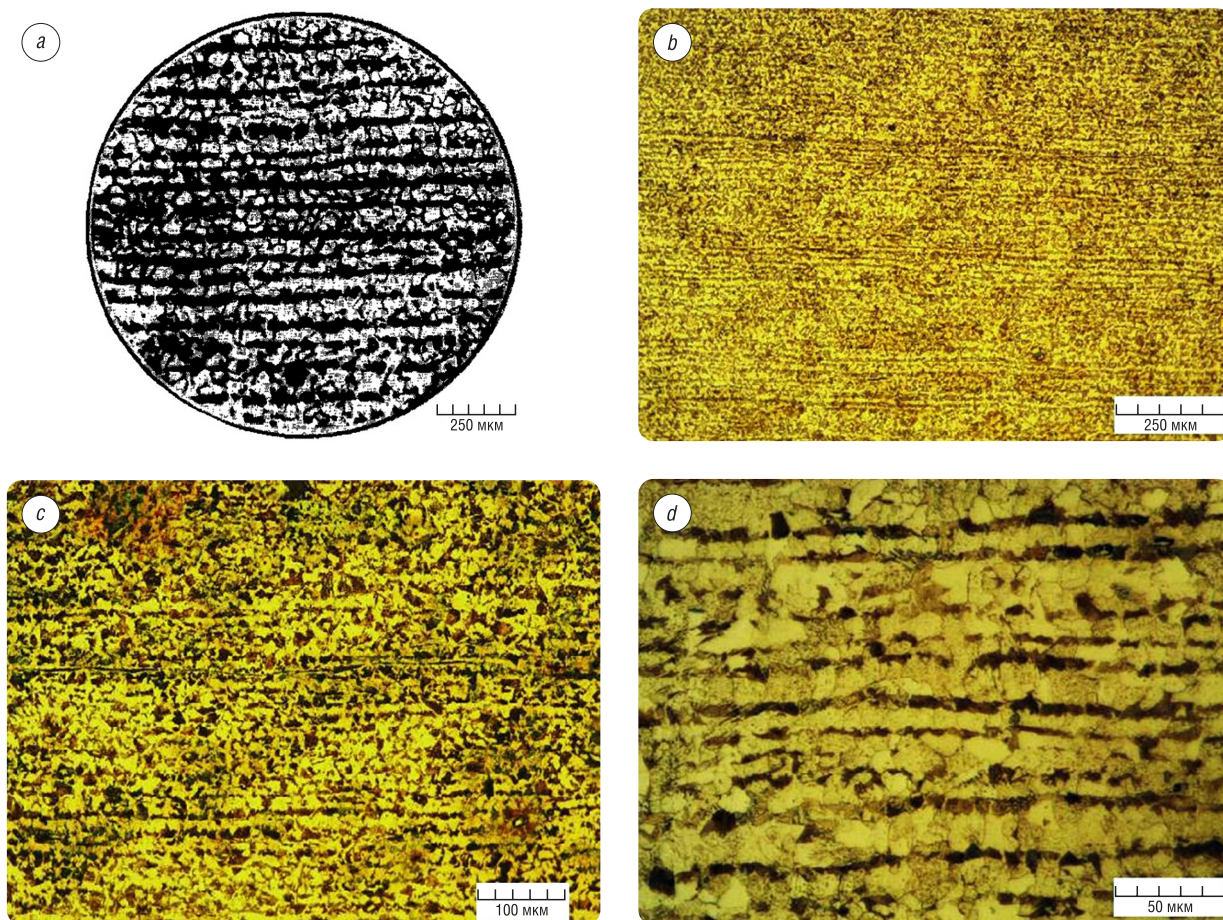


Рис. 6. Эталон структуры ГОСТ 5640-68 (шкала 3) ряд Б, балл 3 (*a*) и изображение структуры стали 17Г1С при  $100\times$  (*b*),  $200\times$  (*c*) и  $500\times$  (*d*)

Fig. 6. The standard of structure GOST 5640-68 (scale 3), line B, point 3 (*a*) and the image of the structure of steel 1.0117 at magnifications of  $100\times$  (*b*),  $200\times$  (*c*) and  $500\times$  (*d*)

На рис. 7 показано несоответствие структуры эталона при  $100\times$  (рис. 7, *a*) и *видманитетовой структуры* (шкала 4) сварного шва трубной стали (рис. 7, *b*). Из сравнения эталонной и реальных структур видно, что структуре эталона по масштабу соответствует увеличение порядка  $(400-500)\times$  (рис. 7, *c*, *d*).

ГОСТ 1763-68 «Сталь. Методы определения глубины обезуглероженного слоя» регламентирует определение глубины обезуглероженного слоя следующими методами: химическим, металлографическим, замера термоэлектродвижущей силы, а также твердости и микротвердости. Согласно данному нормативному документу зона частичного обезуглероживания характеризуется: для доэвтектоидной стали – феррито-перлитной структурой, содержание феррита в которой больше, чем в основной структуре; для заэвтектоидной стали – зоной феррито-перлитной структуры, зоной пластинчатого перлита при основной структуре зернистого перлита или зоной зернистого перлита, обедненной карбидами.

Некоторые примеры микроструктуры обезуглероженного слоя по ГОСТ 1763-68 (приложение 3) на стали различных марок даны на рис. 8. Поскольку это стандарт 1968 года, то структуры были получены фотографированием на фотопластинки при  $100\times$  с последующей печатью.

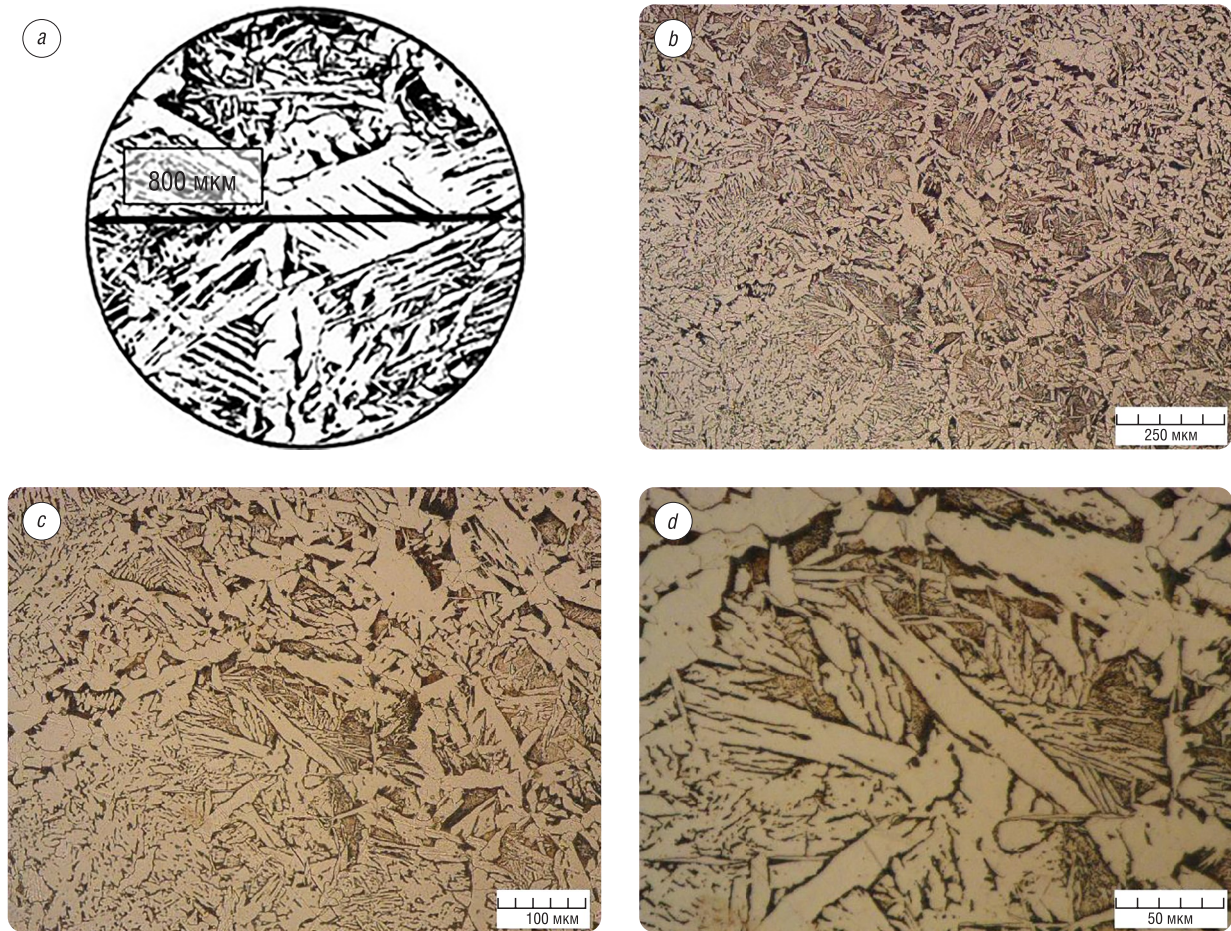


Рис. 7. Эталон видманштеттовой структуры (шкала 4, балл 5) (a) и видманштеттова структура в сварном шве при различных увеличениях: b – 100<sup>×</sup>, c – 200<sup>×</sup>, d – 500<sup>×</sup>

Fig. 7. Standard of the Widmanstätt structure (scale 4, point 5) (a) and the Widmanstet structure in a welded seam at various magnifications: b – 100<sup>×</sup>, c – 200<sup>×</sup>, d – 500<sup>×</sup>

Качество печати структур низкое, структурные составляющие видны плохо или же неразличимы вовсе. Неудобство представляет еще и тот факт, что изображения структур по ГОСТ не содержат метрики, а только информацию об увеличении. Использование таких структур неприемлемо. Применение металлографических методов анализа предусматривается в стандартах и технических условиях на металлопродукцию, устанавливающих технические требования на нее. В последнее время с распространением современного оборудования по определению химического состава физическими методами решение вопроса упрощается, и, возможно, для определения глубины обезуглероженного слоя будет достаточно определения химического состава спектральными методами. При сохранении металлографического метода оценки требуется детальная переработка фотозаталонов стандарта.

Проблема неадекватности увеличения существует и в отношении ГОСТ 3443-87 «Отливки из чугуна с различной формой графита. Методы определения структуры».

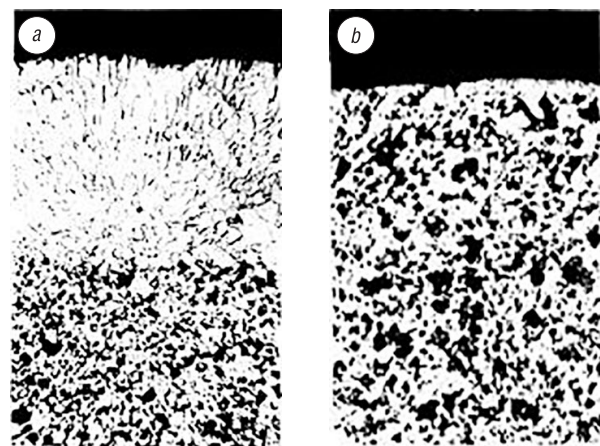


Рис. 8. Обезуглероженные зоны в стали 45 (a) и 40X (b) по ГОСТ 1763-68

Fig. 8. Decarburized zones in carbon steel (0,45 %C) (a) and 37Cr4 (b) in accordance with GOST 1763-68

На рис. 9 представлены изображения эталона структуры фосфидной эвтектики в фосфористом чугуна (Шкала 9. «А. Строение включений фосфидной эвтектики», ряд 1, ФЭЗ-Тройная мелкозернистая) и структура современного материала. Эталон ГОСТ (рис. 9, *a*) сфотографирован при  $500\times$ , современный материал (рис. 9, *b*) – при  $1500\times$ .

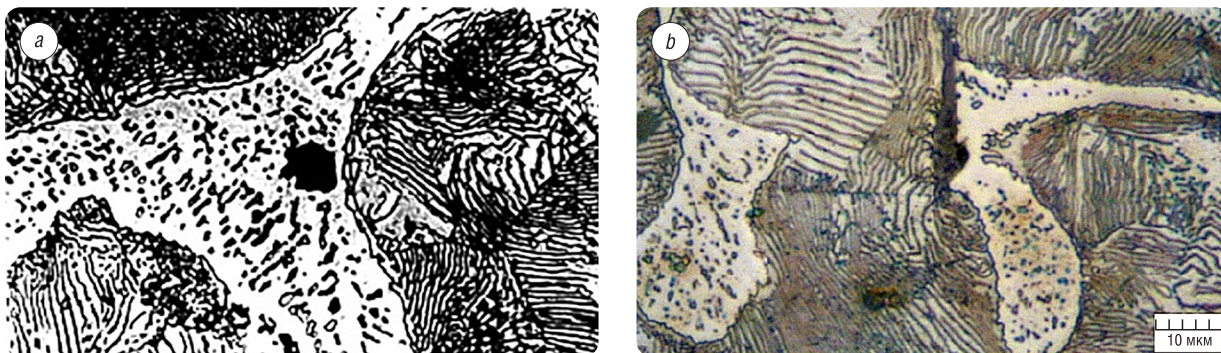


Рис. 9. Изображения фосфидной эвтектики: *a* – по ГОСТ 3443-87, *b* – современное изображение

Fig. 9. Images of phosphide eutectic: *a* – according to GOST 3443-87, *b* – modern image

Что касается эталонных структур по ГОСТ 10243-75, 22838-77, 9391-80, то изображения в них можно считать приемлемыми. Общим недостатком этих и остальных рассматриваемых стандартов является отсутствие метрики на фотографиях, что несовременно и доставляет определенные неудобства при сравнении структур. Проблемы, связанные со стандартами на структуру металлов и сплавов, не ограничиваются ГОСТ, рассмотренными в данной статье.

### Выводы

1. Нормативная база для металлографического анализа морально устарела. Основной проблемой является несоответствие увеличения эталонов, представленных в стандартах, современным структурам промышленных сплавов.

2. Общим недостатком стандартов по металлографии является отсутствие метрики на фотографиях.

3. Необходим пересмотр стандартов, регламентирующих структуру металлов и сплавов. Поэтому следует проводить работу по направлениям:

- разработка нового поколения стандартов (в том числе межгосударственных) на металлы и сплавы, опираясь на реальные структуры современных промышленных сплавов;
- разработка новых методов анализа структур. Это касается прежде всего анализа в программах обработки изображений.

### Список использованных источников

1. Анисович, А. Г. Определение балла зерна стали компьютерными методами / А. Г. Анисович, И. Н. Румянцева, Л. В. Бислюк // *Литье и металлургия*. – 2010. – №3 – С. 100–104.
2. Разработка методики количественной оценки микроструктурной полосчатости низколегированных трубных сталей с помощью автоматического анализа изображений / А. А. Казаков [и др.] // *Черные металлы*. – 2007. – №7. – С. 31–37.
3. Салтыков, С. А. Стереометрическая металлография / С. А. Салтыков. – М.: Металлургия, 1976. – 375 с.
4. Анисович, А. Г. Определение содержания кислорода в меди методом компьютерного анализа изображений / А. Г. Анисович, И. Н. Румянцева, П. Н. Мисуно // *Литье и металлургия*. – 2010. – №1–2. – С. 306–311.
5. Анисович, А. Г. Определение плотности куприта при анализе кислородной меди / А. Г. Анисович, Т. П. Урбан, А. С. Буйницкая // *Литье и металлургия*. – 2015. – №4. – С. 151–155.

### References

1. Anisovich A. G., Rumyantseva I. N., Bisluk L. V. Determination of steel grain grade by computer methods. *Lit'ye i metallurgiya = Foundry Production and Metallurgy*, 2010, no. 3, pp. 100–104 (in Russian).

2. Kazakov A. A., Kiselev D. V., Andreyeva S. V., Chigintsev L. S., Golovin S. V., Yegorov V. A., Markov S. I. Development of a method for quantitative assessment of microstructural banding of low-alloy pipe steels using automatic image analysis. *Chernyye metally*, 2007, no. 7, pp. 31–37 (in Russian).
3. Saltykov C. A. *Stereometric Metallography*. Moscow, Metallurgiya Publ., 1976. 375 p. (in Russian).
4. Anisovich A. G., Rumjantseva I. N., Misuno P. N. Determination of oxygen content in copper by means of computer analysis of images. *Lit'ye i metallurgiya = Foundry Production and Metallurgy*, 2010, no. 1–2, pp. 306–311 (in Russian).
5. Anisovich A. G., Urban T. P., Buynitskaya A. S. Determination of cuprite density by analysis of oxygenous copper. *Lit'ye i metallurgiya = Foundry Production and Metallurgy*, 2015, no. 4, pp. 151–155 (in Russian).

### Информация об авторе

*Анисович Анна Геннадиевна* – доктор физико-математических наук, доцент, Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси (ул. Купревича, 10, 220141, Минск, Республика Беларусь). <https://orcid.org/0000-0003-3732-815X>. E-mail: [anna-anisovich@yandex.ru](mailto:anna-anisovich@yandex.ru)

### Information about the author

*Anna G. Anisovich* – D. Sc. (Mathematics and Physics), Associate Professor, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (10, Kuprevich Str., 220141, Minsk, Republic of Belarus). <https://orcid.org/0000-0003-3732-815X>. E-mail: [anna-anisovich@yandex.ru](mailto:anna-anisovich@yandex.ru)