УДК 669.187.25:669.01

Наука

М. И. Гасик /д. т. н./, Ю. С. Пройдак /д. т. н./, Ю. Н. Бортников, А. П. Горобец

М. М. Гасик /д. т. н./ Ю. В. Климчик

Национальная металлургическая академия Украины, г. Днипро, Украина e-mail: gasikmi@.ua; projdak@metal.nmetau.edu.ua; bortnikov.iur@gmail.com; gorobets.dnepr@gmail.com Аалто университета, г. Хельсинки, Финляндия ООО «ИНТЕРПАЙП Украина», г. Днипро, Украина e-mail: yuriy.klimchik@interpipe.bis

# Электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ типов и химсостава неметаллических включений черновой железнодорожной оси из непрерывнолитой заготовки

M. I. Gasik /Dr. Sci. (Tech.)/, Yu. S. Projdak /Dr. Sci. (Tech.)/, Yu. N. Bortnikov, A. P. Gorobets

Ukraine

M. M. Gasik /Dr. Sci. (Tech.)/ Y. V. Klimchik

e-mail: gasikmi@.ua; projdak@metal.nmetau.edu.ua; bortnikov.iur@gmail.com; gorobets.dnepr@gmail.com Aallto University Technology, Helsinki, Finland "INTERPIPE Ukraine" LLC, Dnipro, Ukraine e-mail: yuriy.klimchik@interpipe.bis

National Metallurgical Academy of Ukraine, Dnipro,

# Electron microscopy and x-ray spectral microanalysis of types and chemical propeties inclusions of the railway axis from a continuous billet

Цель. Исследование типа и химического состава неметаллических включений черновой железнодорожной оси методом электронной микроскопии и РСМА для усовершенствования сквозной технологии производства железнодорожных осей.

Методика. Исследование фазового состава и вида неметаллических включений в образиах железнодорожной оси производилось с применением современной аппаратуры и метода рентгеноструктурного анализа с определением качественного и количественного состава фаз.

Результаты. Выполнен анализ влияния элементов на химический состав электростали EA1N и неметаллических включений на комплекс физико-механических свойств металла железнодорожной оси, изготовленной прокаткой из непрерывнолитой заготовки диаметром 470 мм. Методами электронной микроскопии и рентгеноспектрального анализа изучены типы и составы неметаллических включений. Результаты исследований могут быть использованы для корректировки режимов технологии раскисления и легирования электростали осевого сортамента.

Научная новизна. Впервые получены оригинальные экспериментальные данные о типах и химических составах неметаллических гетерофазных включений в металле железнодорожной оси с помощью электронной микроскопии и рентгеноструктурного микроанализа; полученные результаты исследования формирования многофазных включений научно обоснованы с применением диаграмм фазовых равновесий с участием оксидных, оксидно-сульфидных минеральных фаз.

Практическая значимость. Результаты электронной микроскопии и рентгеноспектрального анализа имеют большое значение для совершенствования сквозной технологической схемы и постадийных процессов раскисления и легирования электростали EA1N для производства железнодорожных осей. (Ил. 12. Табл. 4. Библиогр.: 12 назв.)

Ключевые слова: железнодорожная ось, подвижной состав вагонов, колесные пары, химсостав стали, технология стали, непрерывнолитые заготовки, прокатка, ковка, механические свойства металла, неметаллические включения.

Постановка задачи. Безопасность и эффективность государственных и коммерческих перевозок зависит от эксплуатационной надежности железнодорожных колесных пар - цельнокатаных

колес и осей, изготавливаемых, как правило, из непрерывнолитых заготовок кислородно-конвертерного и электросталеплавильного процессов выплавки осевой стали.

© М. И. Гасик /д. т. н./, Ю. С. Пройдак /д. т. н./, Ю. Н. Бортников, А. П. Горобец, М. М. Гасик /д. т. н./, Ю. В. Климчик, 2018 г.

Свыше 30 лет железнодорожные вагоны в СНГ эксплуатировались на тележках модели 18-100, изначально спроектированных для осевой нагрузки 21,5 т. За истекшее время осевая нагрузка была увеличена до 23,5 т без внесения каких-либо серьезных изменений в конструкцию тележки. Последовательно разрабатываются и реализуются программы по созданию тележек и вагонов с осевой нагрузкой 25 т для скоростей движения 120 км/ч и осевой нагрузкой 30 т для скоростей движения 90 км/ч только на отдельных направлениях железных дорог [1; 2].

Разрабатываются требования к вагонам подвижных составов железных дорог и пути стальных магистралей при повышении осевых нагрузок до 27 тс и выше. Для допустимых осевых нагрузок 27 тс возможно использовать тележки со с т а т и ч е с к и м п р о г и б о м осей 50–60 мм; увеличение осевой нагрузки до 29 тс потребует создания новых автосцепов и тележек со статическим прогибом не менее 90 мм [3; 4].

Решению проблемных задач повышения качества железнодорожных колес посвящены международные научно-практические конференции, научные монографии, научно-технологические справочные издания. В последние годы активизированы работы по повышению качества железнодорожных осей в направлении совершенствования технологии производства стали осевого сортамента, получения непрерывнолитых заготовок металла, ковочно-прокатной технологии изготовления осей, разработки режимов термической обработки их. Это в значительной мере обусловлено экономической выгодой, приходящейся на долю перевозок железнодорожным транспортом.

Настоящая работа является одним из первых экспериментальных комплексных исследований

типа (минералогической природы), химического состава, фазовой структуры, масштабного фактора неметаллических включений в структуре представительных образцов металла термически обработанной железнодорожной оси. Обобщенные в статье результаты исследования неметаллических включений, полученные с применением электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа, сопровождаются физико-химическим анализом формирования структуры включений с применением бинарных оксидной (MgO – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), оксидно-сульфидной (CaO – CaS) и сульфидных (Ca – S, Mn – S) систем равновесного состояния.

Требования к непрерывнолитой заготовке осевого сортамента

Качество железнодорожных осей, производимых ПАО «ИНТЕРПАЙП НТЗ» из непрерывнолитой заготовки осевой электростали ООО «МЗ «Днепросталь», должно соответствовать нормам сдаточного контроля по EN 13261:2009. Высокие требования предъявляются и к качеству исходных непрерывнолитых заготовок, получаемых из электростали (табл. 1), выплавляемой в дуговой электропечи ДСП 190 с раскислением, науглероживанием и легированием металла полупродукта при эркерном выпуске его в приемный сталеразливочный ковш, внепечной обработкой на установке ковш-печь (УПК) и вакууматоре с последующей разливкой на МНЛЗ-2 в заготовки диаметром 470 мм.

В макроструктуре осевых заготовок не допускаются раковины, расслоения, завороты корок, газовые пузыри и трещины, экзогенные неметаллические шлаковые макровключения. Классификация дефектов макроструктуры приведена в табл. 2.

Таблица 1

Требования EN 13261:2009 к химсоставу из углеродистой и легированной осевой электростали

Марка		Массовая доля химических элементов, %										
стали	C	Mn	Si	V	S	Р	Cr	Ni	Cu	Мо		
EA1N	≤0,40	≤1,20	≤0,50	≤0,06	≤0,020	≤0,02	≤0,30	≤0,30	≤0,30	≤0,008		
EA4T	0,22-0,29	0,50-0,80	0,15-0,40	≤0,06	≤0,015	≤0,00	0,09–1,20	≤0,30	≤0,30	0,15-0,30		

Таблица 2

Классификация дефектов макроструктуры непрерывнолитых заготовок осевой стали с оценкой их величин в баллах по СОУ МПП 77.040-191:2007

Наименование дефекта	Условное обозначение	Величина дефекта (балл, не более)
Осевая пористость	(OП)	2
Осевая ликвация	(ОЛ)	2
Трещины осевой зоны	(TO)	1
Ликвационные полоски и трещины по сечению	(ПTC)	1
Точечная неоднородность краевая	(THK)	1
Внеосевая химическая неоднородность	(BXH)	1

Требования стандарта EN 13261:2009 к качеству осей по механическим характеристикам

Требования к уровню механических свойств, которые должны быть обеспечены на образцах, отобранных на половине радиуса у сплошных железнодорожных осей, приведены в табл. 3. Испытания проводят в соответствии с EN 10002-1. Диаметр обработанной части образца для испытания должен быть, по меньшей мере, 10 мм, а базовая длина должна быть в пять раз больше диаметра.

#### Таблица З Значения механических свойств образцов, отобранных на половине радиуса у сплошных осей

$R_{eH} (N/mm^2)$	$R_m(N/mm^2)$	A <sub>5</sub> (%)
≥320	550-650	≥22

Образцы для испытания осей отбирают на трех уровнях в месте наибольшего сечения оси (рис. 1): 1) как можно ближе к наружной поверхности оси; 2) на середине радиуса (1/2R); 3) в центре сплошной оси.



# Рис. 1. Место отбора образцов для проведения механических испытаний

Значение механических свойств образцов, отобранных от наружной поверхности, должны быть больше или равняться значениям, измеренным на половине радиуса у сплошных осей, умноженным на 0,95.

Значение механических свойств образцов, отобранных из центра сплошных осей, должны быть больше или равняться значениям, измеренным на половине радиуса, умноженным на 0,8. Требования стандарта EN 13261:2009 к качеству осей по неметаллическим включениям

По требованию потребителя загрязненность металла осевой заготовки неметаллическими включениями не должна превышать норм, установленных в заказе. Разрешается гарантировать загрязненность металла неметаллическими включениями в соответствии с указанными нормами без проведения контроля на основании соблюдения технологии производства заготовок.

Уровень чистоты стали измеряют посредством микрографического контроля методом А по ISO 4967:1998. Максимальные значения для включений приведены в табл. 4.

Качество железнодорожных осей, получаемых прокаткой заготовок, контролируется по микроструктуре. Участок оси для исследования микроструктуры показан на рис. 2.



Рис. 2. Место отбора образца из оси для исследования микроструктуры

Исследования микроструктуры проводят на плоскости площадью 200 мм<sup>2</sup>, перпендикулярно к стрелке F, на половине радиуса у сплошных осей. Образцы для исследования берут в месте наибольшего сечения оси.

Характеристика образца оси для изготовления шлифа и методика исследования типов и химических составов неметаллических включений на шлифе образца металла

Образец металла для исследования неметаллических включений отобран из оси в радиальном сечении на расстоянии 1/2R плавки № 1180157 (ось серии № 8) следующего химического состава:

Таблица 4

#### Максимальные значения для включений большой и малой толщины по ISO 4967:1998 метод А

	Катег	ория 1	Категория 2			
Тип включения	Большой	Малой толщины	Большой	Малой толщины		
	толщины (макс.)	(макс.)	толщины (макс.)	(макс.)		
А (сульфиды)	1,5	1,5	1,5	2		
В (алюминаты)	1	1,5	1,5	2		
С (силикаты)	1	1,5	1,5	2		
D (глобулярные оксиды)	1	1,5	1,5	2		
B + C + D	2	3	3	4		

© Металлургическая и горнорудная промышленность/2018 🛠 4

Наименование элемента, % масс.	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Мо	Al	Cu	$V \leq$
Содержание элемента, % масс.	0,36	0,21	0,87	0,013	0,004	0,12	0,10	0,022	0,17	0,005

Отношение % Mn : % Si, характеризующее при заданном содержании углерода микроструктуру металла оси, равно 4,14.

Методика исследования неметаллических включений. Образцы металла для изготовления шлифов были отобраны в радиальном сечении оси диаметром 225 мм от трех участков по радиусу образца: 1 – приповерхностного слоя оси; 2 – центральной части оси и 3 – на расстоянии 1/2 радиуса оси (1/2R). В настоящей статье особенности расположения неметаллических включений на шлифе и рентгеноспектральный микроанализ их состава исследованы на шлифе образца оси 1/2R. Исследование включений на каждом из трех образцов производилось на ряде участков шлифов. На шлифе образца оси № 2 (1/2R) исследовано 4 участка сосредоточения включений при масштабном факторе 100 мкм. Из-за ограниченного объема статьи ниже представлены характеристики электронного изображения включений и химические составы их по данным рентгеноспектрального микроанализа на двух участках.

К ратко о закономерностях кристаллизации (охлаждении) расплава стали круглой осевой заготовки.

Выделяют три области кристаллизации стали (слитки, непрерывнолитые заготовки): область твердого металла, область затвердевания и область жидкого металла (рис. 3).



Рис. 3. Схема строения области затвердевания

По данным академика Н. Т. Гудцова [5] переходная область затвердевания от твердой к жидкой области подразделяется на три зоны. Можно полагать, что совокупность факторов, влияющих на процессы формирования структуры стали в области затвердевания, оказывает также влияние и на размеры, расположение и виды неметаллических включений.

В связи с этим ниже приведена краткая характеристика каждой из трех зон области затвердевания стали. Первая: зона м а к р о с к о п и ч е с к и х перемещений, в которой жидкость движется вместе с взвешенными в ней кристаллами; вторая: зона л о к а л ь н ы х перемещений, в которой дендриты образуют связанный скелет, но жидкость движется между их осями на всю глубину зоны; третья: зона м и к р о с к о п и ч е с к и х перемещений, в которой жидкость объема жидкого металла разобщена на небольшие замкнутые участки, затвердевающие изолировано. В пределах этих зон происходят различные физические и физико-химические процессы формирования микроструктуры стали и неметаллических включений.

Характеристика неметаллических включений на шлифе участка № 1

На рис. 4 представлено электронное изображение расположения неметаллических включений на шлифе и указаны спектры РСМА, от которых были получены микрорентгеновские спектры (РСМА) и химсоставы включений (таблица). Химсоставы элементов, приведенных в таблице включений, получены вычитанием спектральных линий, принадлежащих матрице шлифа, при помощи программы, имеющейся в самом программном обеспечении INCA 350. Таким образом, в таблице указаны только те элементы в составах включений, которые принадлежат только каждому самому включению. Соответственно, при нормализации этих значений они были изменены до получения суммарных 100 %. Оценивая по химсоставу, включение (спектр 3) представлено чистым сульфидом типа А при коэффициенте η<sub>s</sub> = % Ca : % S, равном 1,87. Основное количество включений может быть охарактеризовано как сложные гетерофазные оксидно-сульфидные включения, состоящие из шпинели с различным отношением  $\eta_m$  = % Mg : % Al и сульфидных фаз. Следует особо выделить, что в составе включения отсутствуют силикатные включения типа С (см. табл. 4).

На рис. 5 представлены данные об электронном изображении неметаллических включений на шлифе участка 2 (фотография слева) и включений, от которых получены спектры РСМА и химсоставы соответствующих включений (таблица).





100mkm

Электронное изображение 1

100мкт Электрон

Электронное изображение 1

Спектр 1	5,30	7,03	44,57	-	21,49	21,35	0,25	
Спектр 2		4,91	1,72		35,11	57,43	0,83	
Спектр 3		-		_	34,73	65,26		
Спектр 4	19,16	6,65	15,95		22,51	35,47		0,27
Спектр 5	38,01	5,59	26,09	-	10,62	19,69		
Спектр 6	43,23	11,67	27,29	0,10	7,37	10,35	0,19	

Рис. 4. Электронное изображение расположения неметаллических включений на шлифе участка 1 (фотография слева), электронное изображение включений, от которых получены спектры РСМА (фотография справа) и химические составы соответствующих включений (таблица)



Слектронное изображение 1

Спектр	0	Mg	Al	Si	S	Ca	Mn	Fe
Спектр 1	26,17		13,64		21,50	38,69		
Спектр 2					36,32	63,68		
Спектр 3					31,74	68,26		
Спектр 4	0,74	3,85	24,57	0,90	22,79	47,15		
Спектр 5	38,01	5,59	26,09		10,62	34.01	4,83	
Спектр 6 (матрица)				0,14			0,94	98,92

Рис. 5. Электронное изображение расположения неметаллических включений на шлифе участка 2 (фотография слева), от которых получены спектры РСМА (фотография справа) и представлены химические составы соответствующих включений (таблица) после обработки данных с использованием программного обеспечения INCA 350

Анализ электронного изображения включений на шлифе (рис. 5) свидетельствует о сходстве расположения этих включений на рис. 4 и во многом по химическим составам. Так, включения (спектр № 2) характеризуются коэффициентом η<sub>s</sub> = % Ca : % S, равным 1,75, что хорошо согласуется с величиной η<sub>s</sub> = 1,87 для включения спектра 3  $\eta_{s}$  = 2,15, что может быть обусловлено сульфидом иного стехиометрического состава.

В бинарной системе Ca – S известен ряд сульфидов кальция [6]: CaS<sub>2</sub>, CaS<sub>4</sub>, CaS<sub>5</sub>. Включения спектров 4 и 5 представляют сложные оксисульфидные неметаллические включения, фазовые составы которых могут быть получены при анализе каждого включения методом РСМА, как это приведено по тексту статьи.

Как правило, при анализе однофазных или гетерогенных сульфидных включений при оптической металлографической оценке состава принимают, что во всех случаях сульфидное включение представлено стехиометрическим сульфидом CaS при отношении  $\eta_s$  = % Ca : % S, равном 1,25, что не всегда корректно. Поэтому в настоящей работе представлено обстоятельное исследование сульфидных, оксисульфидных неметаллических включений для подтверждения возможности образования, наряду с моносульфидом CaS, также сульфидов другого стехиометрического состава.

Особый интерес представляют данные о равновесной диаграмме состояния бинарной системы CaO – CaS при высоких температурах (рис. 6).

Из диаграммы следует, что температура плавления CaS равна 2525 °C, что сопоставимо с температурой плавления CaO 2627 °C [8]. Эвтектическая температура равна 1960 °С, состав эвтектики ≈78 % CaS и 22 % CaO.

Формирование фаз сложных гетерофазных оксидносульфидных включений может явиться основанием для принципиально нового подхода к оценке формирования структуры неметалличе-



Рис. 6. Диаграмма равновесного состояния системы CaO - CaS [7]

ских включений с образованием в центре включения шпинели (корунде) и оболочки сульфидной фазы, по примеру образования монокорунда при кристаллизации оксидно-сульфидного расплава системы Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – Al<sub>2</sub>S<sub>3</sub> [9].

Анализ фазового состава индивидуальных неметаллических гетерофазных включений на первом и втором участках шлифа в режиме цветного изображения (картирования)

На рис. 7 представлено электронное изображение неметаллического включения гетерофазной структуры, выявленного на шлифе участка № 2.

Центральная часть включения («ядро») спектр 2 представлена магнезиально-глиноземистой шпинелью с отношением % Mg : % Al = 0,409, что хорошо согласуется с отношением этих элементов в шпинели MgO<sup>-</sup>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> стехиометрического состава, равном 0,45.

Следует отметить, что состав шпинели системы MgO – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> зависит от температуры, поскольку шпинель кристаллизуется в широкой концентрационной области (рис. 8).

При нормальных условиях равновесный состав шпинели соответствует формуле MgO·Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. С повышением температуры вплоть до 2000 °С шпинель, как это следует из рис. 8, может содержать при 1995 °С максимум 61 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, а при 1920 °С максимум 98 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и только 2 % MgO.

Вторая фаза (сферическая оболочка) шпинели представлена комплексным сульфидом системы Ca – Mn – S при отношении эле-



10<sub>MK</sub>m

Спектр	0	Mg	Al	Si	S	Ca	Cr	Mn	Fe
Спектр 2	39,61	17,54	42,85						
Спектр 3					80,02	6,11		13,87	
Спектр 4 (матрица)				0,28			0,18	1,33	98,21

Рис. 7. Электронное изображение неметаллического включения на шлифе участка 2 и химсостав отдельных фаз, указанных соответствующими номерами спектров



Рис. 8. Диаграмма равновесного состояния системы MgO - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [10]

ментов % Са : % Mn : % S в весовых процентах 6,11 : 13,87 : 80,02. Пересчет состава комплексного сульфида в моль. % приводит его к составу 30,58 % Mn, 18,00 % Са и 51,59 % S. Заметим, что сульфид MnS состава 63,21 % Mn и 36,78 % S плавится при 1610 °C. Для полного анализа фазового состава сферической оболочки включения необходимы надежные данные о фазовых равновесиях в терарной системе Са – Mn – S стальная матрица шлифа (спектр 4) имеет содержание 1,33 % Mn и 0,28 % S при отношении % Mn : % S, равном 5,78, что может характеризовать наличие при кристаллизации химической ликвации марганца.

Представителем многофазного неметаллического включения участка № 2 шлифа является приведенное на рис. 9 включение с сопровождением табличных данных о химических составах слагаемых фаз.

Участки включения, окрашенные в красноватобурый цвет (спектр 2), с полным основанием могут быть идентифицированы фазой шпинельного типа (отношение % Mg : % Al = 14,56 : 36,51 = 0,398).

Актуальным представляется анализ состава части включения, обозначенного спектром 3. Особенностью состава этой части включения является высокое содержание Ca, Al и кислорода при низком содержании Mg и серы.

Исходя из состава структурной части включения (спектр 3) 29,73 % Al, 32,98 % Ca, 32,31 % O и богатой по химсоставу аналогичной структурной части (спектр 4), эти участки включения можно характеризовать как алюминаты (типа B). В системе CaO – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> образуется ряд алюминатов кальция  $3CaO \cdot Al_2O_3$ ,  $CaO \cdot Al_2O_3$ ,  $CaO \cdot Al_2O_3$  и CaO $\cdot 6Al_2O_3$  и эвтектика в интервале двух алюминатов  $3CaO \cdot Al_2O_3$  – CaO $\cdot Al_2O_3$ . Эвтектика имеет состав 49 % масс. CaO и температуру плавления 1371 °C (рис. 10).



Спектр	0	Mg	Al	Si	S	Ca	Mn	Fe
Спектр 2	44,28	14,56	36,51		0,24	4,42		
Спектр 3	32,31	1,90	29,73	1,17	1,91	32,98		
Спектр 4	32,24	1,60	33,00	0,83		32,32		
Спектр 5					70,06	29,94		
Спектр 6 (матрица)				0,18			0,89	98,93

Рис. 9. Электронное изображение гетерофазного неметаллического включения на шлифе (участок 2) и табличные данные о химическом составе структуры фаз включения



Рис. 10. Диаграмма состояния системы CaO – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, цифры – координаты эвтектических и перитектических точек [11]

На рис. 11 приведено электронное изображение неметаллического включения в цветном режиме с указанием точек (спектров) зондирования хорошо различающихся различных фаз. Изображение включения представлено при масштабном факторе 9 мкм, в поперечнике имеет размер 10-12 мкм. Химические составы пяти включений и суммарного спектра табулированы.



Номер спектра		Содержание элементов, % по массе									
на включении	0	Mg	Al	Si	S	Κ	Ca	Cr	Mn	Fe	
Спектр 2	42,65	10,89	37,27	1,43	1,02	-	4,85	-	0,54	1,36	
Спектр 3	44,41	12,26	37,46	0,54	1,09	-	2,20	-	0,58	1,47	
Спектр 4	39,47	0,96	24,87	2,21	5,24	0,16	25,34	-	0,25	1,49	
Спектр 5	11,83	0,87	8,54	0,95	16,11	0,37	27,47	-	1,88	31,99	
Спектр 6	-	-	0,50	-	42,48	-	51,33	-	-	5,69	

Рис. 11. Электронное изображение гетерофазного неметаллического включения с указанием номеров спектров зондирования включения электронным лучом и табулированные химсоставы фаз по данным PCMA

Участки включения спектры 2 и 3 (рис. 11) представлены практически магнезиальноглиноземистой шпинелью с отношением % Mg : % Al = 0,27 (спектр 2) и 0,32 (спектр 3). В пересчете на содержание оксидов эта фаза по данным спектра 2 имеет состав 20,88 % MgO и 79,12 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, а по данным спектра 3 23,44 % MgO и 77,76 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Структурная часть включения (спектр 4) с содержанием 24,87 %  $Al_2O_3$  и 25,34 % СаО при низком содержании MgO 0,96 % может быть отнесена к составу включений типа В (алюминаты) (см. табл. 3) с содержанием 5,24 % S. Синтетиче-

ские шлаковые расплавы системы CaO – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> характеризуются высокой десульфурирующей способностью [12]. Часть включения типа A (на рис. 11 зеленого цвета) представляет сульфид кальция CaS. Произведенный анализ согласуется с результатами исследования включения методом РСМА в режиме цветного картирования исследуемого включения (рис. 12).

Карты Са и S подтверждают сульфид CaS в составе включения, а карта A1 свидетельствует о наличии алюминия не только в магнезиально-глиноземной шпинели, но и в более сложных составах. Приведенные данные согласуются с ре-



Рис. 12. Электронное изображение неметаллического включения гетерофазной структуры, результаты РСМА и поэлементное изменение содержания О, Mg, Al, Si, S, Са вдоль линии сканирования включения при перемещении образца и распределение элементов между структурными частями

зультатами изменения содержания элементов в составе различных участков включения при перемещении образца вдоль линии сканирования состава различных участков включения (рис. 12).

### Выводы

1. Проанализированы требования европейского стандарта EN 13261:2009 к качеству железнодорожных осей по химическому составу и механическим свойствам. Массовая доля содержания химических элементов в оси из стали EA1N должна быть, не более: 0,4 % C, 1,2 % Mn, 0,5 % Si, 0,06 % V, 0,020 % S, 0,02 % P.

2. Рассмотрены требования к уровню чистоты металла железнодорожных осей по неметаллическим включениям и методы металлографического контроля их по требованию заказчика (метод А по ISO 4967 (ASTM E-45). Контролю (в баллах) подлежат типы неметаллических включений: А (сульфиды), В (алюминаты), С (силикаты), D (глобулярные оксиды) с классификацией по большой и малой толщинам включений.

3. С применением электронной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа исследована чистота железнодорожной оси диаметром 225 мм, изготовленной из непрерывнолитой заготовки стали EA1N диаметром 470 мм. Образцы металла для исследования неметаллических включений отобраны на расстоянии половины радиуса оси в соответствии с отбором образцов для определения механических свойств металла оси по европейским нормам EN 10002-1.

4. Впервые применительно к металлу железнодорожных осей, изготовленных из непрерывнолитых заготовок, получены наиболее полные данные о структуре основных видов гетерофазных включений. Центральная часть включения представлена магнезиально-глиноземной шпинелью (MgO Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) с отношениями % Mg : % Al равными 0,43-0,44, что согласуется с отношением элементов для стехиометрического состава шпинели. В большинстве исследованных включений периферийная часть практически представлена сульфидом кальция CaS с отношением % Ca : % S, примерно равным 1,25, что соответствует отношению элементов в сульфиде стехиометрического состава.

5. Выявлены также включения гетерофазной структуры, представленной в центральной части шпинелью MgO Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с оболочкой сульфида на основе марганца с частичным замещением атомов марганца атомами кальция при фазовом составе включения 40,37 % Mn, 17,28 % Ca, 39,79 % S.

6. В структуре гетерофазных включений выявлены отдельные включения с рассредоточением в сульфидной фазе частиц шпинельного состава. Включения алюминатного состава 45,89 % СаО и

54,11 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> практически совпадают с химсоставом эвтектики в системе CaO – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

7. По размерному фактору неметаллические включения в исследуемом металле железнодорожной оси можно отнести к глобулярной форме диаметром от 2–5 мкм до 8–12 мкм, которые при УЗК металла, с учетом структуры деформированной круглой заготовки, если и оказывают влияние, то незначительное.

#### Библиографический список / References

1. Бороненко Ю. П. Разработка тележек грузовых вагонов с осевой нагрузкой 30 тс / Ю. П. Бороненко, А. М. Орлова // Подвижной состав XXI века: идеи, требования, проекты. Сборник научных статей Петербургского университета путей сообщения. – 2007. – Вып. 4. – С. 5–12.

Boronenko Yu. P., Orlova A. M. *Development of cargo railway carry with axle load of 30 tf*. Railway transport of 20<sup>th</sup> century: ideas, requirements, projects. Proc. Petersburg Univ. of Railway Transp. 2007, issue 4, pp. 5-12.

2. Бороненко Ю. П. Основные требования к вагонам и пути повышения осевых нагрузок до 27 тс и выше / Ю. П. Бороненко, Ю. С. Ромен, В. О. Певзнер // Подвижной состав XXI века. Тезисы докладов Международной научно-технической конференции. – Санкт-Петербург, 2013. – С. 8–9.

Boronenko Yu. P., Romen Yu. S., Pevzner V. O. *Main requirements to railway carries and the ways of increase of axles loads to 27 tf and higher*. Railway transport of 20<sup>th</sup> century. Proc. Intern. Conf., St. Petersburg, 2013, pp. 8-9.

3. Манашкин Л. А. К вопросу о представлении движения колесной пары в задачах движения вагонов / Л. А. Манашкин, С. В. Мямлин, В. И. Приходько, В. В. Жизко // Подвижной состав XXI века. Тезисы докладов Международной научнотехнической конференции. – Санкт-Петербург, 2013. – С. 45–52.

Manashkin L. A., Myamlin S. V., Prohod'ko V. I., Zhizko V. V. *About representation of the railways wheels axle movement in tasks of railway carries traffic*. Railway transport of 20<sup>th</sup> century. Proc. Intern. Conf., St. Petersburg, 2013, pp. 45–52.

4. Рейдемейстер А. Определение циклической вязкости разрушения оси колесной пары / А. Рейдемейстер, Ю. А. Костенко / / Тезисы докладов на научно-технической конференции «Проблемы и перспективы развития железнодорожного транспорта». – Днепропетровск: ДНУЗТ, 14.05– 15.05.2015. – С. 49–50.

Reidemeister A., Kosteno Yu. A. *Measurement* of cyclic fracture toughness of railway wheels axle. Proc. Conf. "Problems and perspectives of railway transport development". Dnipropetrovsk, DNUZT, 2015, pp. 49-50.

5. Металловедение и термичекая обработка: Справочник. Т. 2. – М.: Металлургиздат, 1962. – С. 820–851.

Physical metallurgy and heat treatment. Vol. 2. Moscow, Metallurgizdat, 1962, pp. 820-851.

6. Диаграммы состояния двойных металлических систем. Справочник: в 4 т. / под ред. Н. П. Лякишева с участием в составе авторского коллектива М. И. Гасика. – М.: Машиностроение, 1996. – Т. 1. – С. 818.

Lyakishev N. P. (Ed.). Binary phase diagrams of metallic systems. Mosocw, Mashinstrojenie, 1996, vol. 1, p. 818.

7. Jha A., Igiheon U. O., Grieveson P. Carbothermic reduction of pyrrhotite in the presence of lime for production of metallic iron. I. Phase equilibria in the Fe-Ca-S-O system // Scand. J. Metall. 20 (1991), p. 270-278.

8. Кальций (сульфид кальция CaS) // Химическая энциклопедия. Т. 2. – М.: Советская энциклопедия, 1990. – С. 295.

Calcium (Calcium sulphide). Chemical enciclopedia. Vol. 2. Moscow, Soviet encyclopedia, 1990, p. 295.

9. Порада А. Н. Электротермия неорганических материалов (глава «Электротермия монокорунда») / А. Н. Порада, М. И. Гасик. – М.: Металлургия, 1990. – 232 с.

Porada A. N., Gasik M. I. *Electrothermy of inorganic materials. Chapter "Electrothermy of moncorundum"*. Mosocw, Metallurgia, 1990, 232 p.

10. Бережной А. С. Многокомпонентные системы оксидов / А. С. Бережной. – К.: Наукова думка, 1970. – 510 с.

Berezhnoi A. S. *Multicomponent oxide systems*. Kyiv, Naukova dumka, 1970, 510 p.

11. Жеребцов Д. А. Фазовые равновесия в системе СаО – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / Д. А. Жеребцов, С. А. Арчугов, Г. Г. Михайлов // Расплавы. – 1999. – № 2. – С. 63–65.

Zherebtsov D. A., Archugov C. A., Mihailov G. G. *Phase equilibria in the CaO – Al\_2O\_3 system.* Melts. 1999, no. 2, pp. 63-65.

12. Воинов С. Г. Рафинирование металла синтетическими шлаками / С. Г. Воинов, А. Г. Шалимов, Л. Ф. Косой, Е. С. Калинников. – М.: Металлургия, 1964. – 279 с.

Voinov S. G., Shalimov A. G., Kosoi L. F., Kalinnikov E. S. *Metal refining with synthetic slags*. Mosocw, Metallugia, 1964, 279 p.

**Мета.** Дослідження типу і хімічного складу неметалевих включень чорнової залізничної осі методом електронної мікроскопії та РСМА для удосконалення наскрізний технології виробництва залізничних осей.

**Методика.** Дослідження фазового складу і виду неметалічних включень в зразках залізничної осі проводилося із застосуванням сучасної апаратури і методу рентгеноструктурного аналізу з визначенням якісного і кількісного складу фаз. Результати. Виконано аналіз впливу елементів на хімічний склад електросталі EA1N і неметалевих включень на комплекс фізико-механічних властивостей металу залізничної осі, виготовленої прокаткою з безперервнолитої заготовки діаметром 470 мм. Методами електронної мікроскопії та рентгеноспектрального аналізу вивчено типи і склади неметалічних включень. Результати досліджень можуть бути використані для коригування режимів технології розкислення і легування електросталі осьового сортаменту.

Наукова новизна. Вперше отримані оригінальні експериментальні дані про типи і хімічні склади неметалічних гетерофазних включень в металі залізничної осі за допомогою електронної мікроскопії та рентгеноструктурного мікроаналізу; отримані результати дослідження формування багатофазних включень науково обґрунтовані із застосуванням діаграм фазових рівноваг за участю оксидних, оксидносульфідних мінеральних фаз.

Практична значущість. Результати електронної мікроскопії та рентгеноспектрального аналізу мають важливе значення для вдосконалення наскрізної технологічної схеми і постадійних процесів розкислення і легування електросталі EA1N для виробництва залізничних осей.

Ключові слова: залізнична вісь, рухомий состав вагонів, колісні пари, хімічний склад сталі, технологія сталі, безперервнолиті заготовки, плющення, кування, механічні властивості металу, неметалеві включення.

**Purpose.** Analysis of status and chemical composition of non-metallic inclusions of raw railway truck axle shafts steel using electron microscopy and X-ray spectral microanalysis for the improvement of the throughout technology of the axles production.

**Methodology.** Study of phase composition and type of non-metallic inclusions in axles shaft steel was carried out with modern equipment and method of X-ray spectral microanalysis for quantitative and qualitative data.

**Findings.** The analysis of the elements on chemical composition on EA1N steel and of non-metallic inclusions on physical and mechanical properties of railway axles made by rolling of continuous cast billt of 470 mm diameter. The types and composition of non-metallic inclusions were studied with electron microscopy and X-ray spectral microanalysis. Results can be applied for improvement of steel refining and alloying technology for railway wheel axles production.

**Originality.** There were discovered the original data about the types and chemical compositions of nonmetallic heterophasic inclusions in railway axis metal using the electronic microscopy and X-ray microanalysis. The obtained research results about formations of multiphase inclusions were proved using the phase equilibrium charts consiolering oxide, oxide-sulphide mineral phases.

**Practical value.** The results of electron microscopy and X-ray spectral microanalysis are important to understand and improve the throughput technology of refining and alloying of EA1N steel for railway axle shafts.

**Key words:** railway axle, railway truck, axle shaft, steel chemical composition, continuous casting billet, mechanical properties, non-metallic inclusions.

Рекомендована к публикации к. т. н. В. П. Пиптюк Поступила 13.09.2018