МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

MATERIALS SCIENCE



УДК 621.74.04:669.018 **DOI** 10.17073/0368-0797-2025-3-274-279



Оригинальная статья Original article

НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ ВКЛЮЧЕНИЯ В МИКРОПОРАХ МАССИВНЫХ СТАЛЬНЫХ ОТЛИВОК

Ю. Н. Гойхенберг 1 , Б. А. Кулаков 1 , Д. С. Полухин 2

- ¹ Южно-Уральский государственный университет (Россия, 454080, Челябинск, пр. Ленина, 76)
- ² ООО «Научно-технический центр Конар» (Россия, 454010, Челябинск, Енисейская ул., 8)

poluhin.dmitriy@konar.ru

Аннотация. Изучение литой структуры отливок позволяет оптимизировать технологические параметры процесса литья и повысить качество литых заготовок. Проведены электронно-микроскопические исследования неметаллических включений и рентгеноспектральный анализ их микрообъемов в металлических пластинах, вырезанных из дефектных участков массивной отливки. Исследованы «свежие» изломы ударных образцов с острым V-образным надрезом, разрушенных при -60 °C. Установлено, что на границах и в теле зерен отливки практически отсутствуют окисные пленки и неметаллические включения. Последние встречаются на внутренней поверхности микропор или вблизи них по краю, а на границах зерен или в их теле присутствуют карбонитриды алюминия. Определение химического состава неметаллических включений в микрообъемах порядка 1 мкм³ позволило установить их природу и возможные причины появления, а также сформулировать практические рекомендации по предотвращению визуально наблюдаемых дефектов в массивной отливке. Для повышения качества и уменьшения количества возникающих в отливке микропор необходимо использовать при выплавке стали более чистую шихту, не содержащую цинк, который имеет низкую температуру кипения. При заливке формы его пары вместе с другими газами поднимаются к прибыли, под которой в результате кристаллизации оседают в чистом виде или в виде соединений типа ZnO на стенках образующихся микропор, рыхлостей, раковин. Кроме того, требуется более тщательно удалять шлак, чтобы он не участвовал в образовании пор, и его частицы не осаждались в порах или вблизи них в виде магнезиальной шпинели, сульфидов кальция и марганца, оксидов железа, алюминия, кальция и др. Также требуется ограничить остаточное содержание алюминия в стали после ее раскисления до 0,03 %, как принято в металлургическом производстве, и минимизировать содержание смолы в материале формы.

Ключевые слова: массивная отливка, растровая электронная микроскопия, микропоры, плавка, неметаллические включения, рентгеноспектральный анализ

Для цитирования: Гойхенберг Ю.Н., Кулаков Б.А., Полухин Д.С. Неметаллические включения в микропорах массивных стальных отливок. *Известия вузов. Черная металлургия.* 2025;68(3):274–279. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2025-3-274-279

NON-METALLIC INCLUSIONS IN MICROPORES OF MASSIVE STEEL CASTINGS

Yu. N. Goikhenberg¹, B. A. Kulakov¹, D. S. Polukhin²

- ¹South Ural State University (76 Lenina Ave., Chelyabinsk 454080, Russian Federation)
- ²LLC "Scientific and Technical Centre KONAR" (8 Eniseiskaya Str., Chelyabinsk 455030, Russian Federation)

poluhin.dmitriy@konar.ru

Abstract. The study of the cast structure of castings makes it possible to optimize the technological parameters of the casting process and improve the quality of cast billets. Electron microscopic studies of nonmetallic inclusions and X-ray spectral analysis of their micro-volumes in metal plates cut from defective sections of a massive casting were carried out. The "fresh" fractures of impact samples with a sharp V-shaped incision destroyed at −60 °C were investigated. It was found that there are practically no oxide films and non-metallic inclusions at the boundaries and in the body of the casting grains. The latter occur on the inner surface of micropores or near them at the edge, and aluminum carbonitrides are present at the grain boundaries or in their body. Determination of chemical composition of non-metallic inclusions in micro-volumes of the order of 1 μm³ allowed us to establish their nature and possible causes of their appearance, as well as formulate practical recommendations for the prevention of visually observable defects in a massive casting. To improve the quality and reduce the number of micropores occurring in the casting, it is necessary to use a cleaner charge that does not contain zinc. Zinc has a low boiling point (907 °C [10]), and, when casting the mold, its vapors, along with other gases, rise to a casting head, under which, as a result of crystallization, they settle in pure form or in the form of ZnO-type compounds on the walls of the resulting micropores, shrinkage porosities, cavities. In addition, it is necessary to remove the slag more carefully so that it does not participate in pores formation, and its particles do not precipitate in or near the pores in the form of magnesia spinel, calcium

and manganese sulfides, iron, aluminum, calcium oxides, etc. It is also required to limit the residual aluminum content in steel after its deoxidation to 0.03 %, as is customary in metallurgical production, and to minimize the resin content in the mold material.

Keywords: massive casting, scanning electron microscopy, melting, micropores, nonmetallic inclusions, X-ray spectral analysis

For citation: Goikhenberg Yu.N., Kulakov B.A., Polukhin D.S. Non-metallic inclusions in micropores of massive steel castings. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2025;68(3):274–279. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2025-3-274-279

Введение

Качество литых деталей является важным экономическим фактором как при самом производстве отливок, так и в системах их дальнейшей эксплуатации, например, в нефтегазовом комплексе страны [1; 2]. Поэтому исследование литой структуры таких отливок позволяет оптимизировать технологические параметры процесса литья и повысить качество литых заготовок [3; 4]. Как показывают многочисленные исследования [5], вне зависимости от способа литья или материала дефекты отливок из черных и цветных металлов в виде несплошностей и включений являются главной причиной брака на производстве. Повышение качества литейных сталей непосредственно связано с уменьшением количества неметаллических включений (НВ) [6-10], их химическим составом, кристаллической структурой, морфологией, местом залегания, размерами, распределением и т. д. [11 – 13]. С развитием растровой электронной микроскопии, позволяющей осуществлять рентгеноспектральный анализ (МРСА) в микрообъемах порядка 1 мкм³, появилась возможность проводить исследования на новом уровне и возникли новые перспективы изучения происхождения и образования НВ в сталях [14 – 16].

Сочетание этих методов позволяет определять причины появления микропор, снижающих качество отливки, и намечать меры борьбы с ними. Представляет интерес установление связи НВ с микропорами, которые оказывают существенное влияние на свойства отливок. Целью работы является исследование НВ вблизи и внутри микропор массивной отливки и разработка мероприятий, уменьшающих их количество.

Материал и методика исследования

Химический состав исследованной массивной отливки «корпус» весом без прибылей $10\, \mathrm{T}$, определенный по ковшевой пробе, соответствует литой микролегированной стали $20\Gamma Л$ (ГОСТ 977-88), а результаты МРСА свидетельствуют о более высоком содержании в ней никеля, меди и цинка. Выплавку стали производили в электродуговой печи типа ДСП с основной футеровкой емкостью $25\, \mathrm{T}$. Литейные формы и стержни для нее изготовлены по α -set процессу. Следует отметить, что при заливке металла смоляное связующее формы и стержня подвергаются термодеструкции с выбросом большого количества различных углеводородов, которые, в свою очередь,

разлагаются на углерод и водород, способствующий формированию в отливках газовой пористости [17]. Проведены электронно-микроскопические исследования на растровом электронном микроскопе «свежих» изломов, микроструктуры и состава в дефектных участках отливки, находившихся под прибылями, где наиболее часто встречаются поверхностные дефекты. Из центральных участков темплетов, не содержащих видимых раковин, вырезали по три заготовки ударных образцов и по две заготовки для приготовления продольных и поперечных микрошлифов. На растровом электронном микроскопе JSM-7001F в диапазоне увеличений $30 - 20~000^{\times}$ с использованием детекторов вторичных (SEI) и обратно-рассеянных (BSE) электронов исследовали «свежие» (практически сразу после испытаний) изломы разрушенных при температуре -60 °C ударных образцов с острым V-образным надрезом. Твердость темплетов HV10измеряли с погрешностью нагрузки 10 кг. Исследование и фотографирование микроструктуры проводили на оптическом микроскопе Axio Observer.D1m. Одновременно с исследованием микроструктуры изучали элементный состав образцов с помощью энергодисперсионного рентгеновского спектрометра OXFORD INCA X-MAX 80 точечно по структурам, а также в режиме картирования.

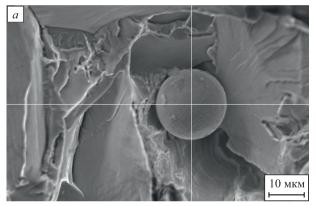
РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

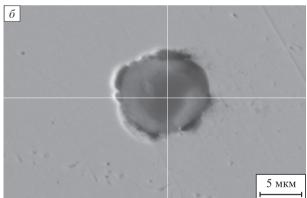
Микроструктура темплетов состоит в основном из феррита и перлита разной степени дисперсности, а также содержит видманштетт, как и микроструктура стали $20 \, \Gamma Л$, приведенная в справочнике [18]. Твердость пластин изменяется в широких пределах от 162-181 до 192-214, а ударная вязкость увеличивается от 5.1-34.0 до 43.0-98.0 Дж/см².

Исследование «свежих» изломов на растровом электронном микроскопе (РЭМ) свидетельствует о смешанном характере разрушения ударных образцов с острым V-образным надрезом при температуре -60 °C. В основном наблюдается хрупкое разрушение с незначительным количеством вязкой составляющей и вскрытые поры (рис. 1, a). На нетравленых продольных микрошлифах при сравнительно небольших увеличениях оптического микроскопа можно наблюдать участки с большим количеством круглых или вытянутых пор разных размеров. При этом в некоторых из них видны НВ. Размеры пор на наружной поверхности их выхода составляют 120-130 мкм, а размеры находя-

щихся в них включений колеблются от 1,24 до 2,7 мкм в диаметре. При общем обзоре видны чистые от включений границы и тело зерен. При больших увеличениях РЭМ можно видеть (рис. $1, \delta$), что включения многофазные, а также определить химический состав каждой фазы (рис. $1, \delta$). Так для включения, изображенного на рис. $1, \delta$, установлено, что его центральная часть представляет собой магнезиальную шпинель (MgO·Al₂O₃), заключенную в более светлую сульфидную оболочку (CaS), которые должны были быть удалены вместе со шлаком.

Микроанализ элементного состава участков с НВ в разных режимах позволяет установить состав, природу, взаиморасположение и возможные причины их появления. Например, рис. 2, представляющий нало-





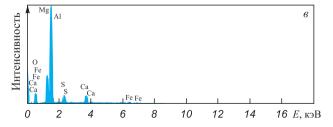
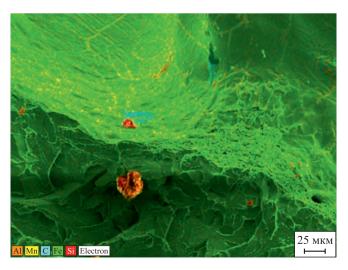


Рис. 1. Микрофотография «свежего» излома ударного образца: сферическая частица FeO в микропоре (a); магнезиальная шпинель $({\rm MgO\cdot Al_2O_3})$ в сульфидной $({\rm CaS})$ оболочке (δ) ; спектр, указанный в точке перекрестия (ϵ)

Fig. 1. Photomicrography of the "fresh" fracture of the impact sample – spherical particle of FeO in a micropore (a), magnesian spinel (MgO·Al₂O₃) in a sulfide (CaS) shell (δ) and spectrum indicated at the crosshair point (β)

жение карт распределения железа, кремния, алюминия и углерода на микрофотографию электронного изображения внутренней поверхности микропоры показывает, что на фоне железной матрицы (зеленый цвет) в микропоре и рядом с ней наблюдаются частицы кремния (красный цвет), углерода (синий цвет) и алюминия (оранжевый цвет). Можно заметить, что частицы чаще всего состоят не из одного элемента, а из нескольких. Так, из сопоставления карт распределения кремния и алюминия видно, что большинство частиц содержат оба элемента. Кроме того, анализ спектра свидетельствует о наличии в данном участке кислорода и серы. Повидимому, эти элементы вместе с углеродом являются газообразными продуктами термодеструкции смолы в форме и их последующего пиролиза с выделением углерода с кислородом и серой [17], газы которых образуют поры и в последующем в них оседают. В данном участке микропоры также можно заметить неравномерное распределение алюминия, выделившегося из металла по границам зерен или в виде отдельных частичек (рис. 3, a). Алюминий часто образует с азотом нитриды, что иллюстрирует карта их распределения (рис. 3, δ , ϵ). Также видно, что в некоторых микропорах ударных образцов, разрушенных при -60 °C, остались непереведенные в шлак неметаллические частицы MnS, CaS, MgS и др. (рис. 4). При электронно-микроскопических исследованиях «свежих» изломов ударных образцов, вырезанных из других темплетов, кроме обнаруженных в порах и вблизи них HB (MgO·Al₂O₂, CaS, SiC) найдены еще соединения (по данным микрорентгеноспектрального анализа), содержащие дополнительно углерод, кислород и фосфор (C + O + Ca + Mg + P + Si), а также магний и кремний (C + O + Mg + Si). В изломах образцов одного из темплетов вблизи надреза присутствует участок, усеянный частицами, содержа-



Puc. 2. Карта распределения Fe, Si, C и Al на внутренней поверхности микропоры

Fig. 2. Map of distribution of Fe, Si, C and Al on the micropore inner surface

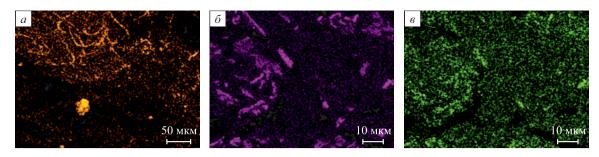
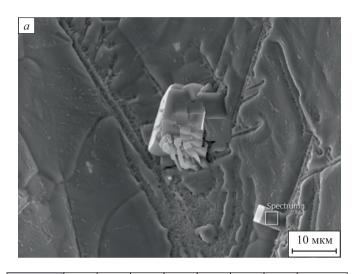


Рис. 3. Карты распределения алюминия (a, δ) и азота (s) на участке разрушенного ударного образца

Fig. 3. Maps of distribution of Al (a, δ) and N (s) in the area of destroyed impact sample



Элемент	С	Mg	Al	S	Ca	Mn	Fe	Итого
Mac. %	3,77	2,44	0,74	13,59	2,39	47,83	29,24	100,00

6

Al Ma C B Si Electron

Рис. 4. Электронное изображение раскрытой микропоры (a), таблица химического состава одного из HB в поре (δ) и карта распределения углерода на внутренней поверхности в другой раскрытой поре (a)

Fig. 4. Electronic image of open micropore (a), Table of the chemical composition of one of the HBs in the pore (δ) and map of C distribution on the inner surface of the other open pore (s)

щими Al, S и O. При этом в некоторых порах видны соединения (C+O+S) и (C+O+Ca), а в одной из пор частицы, содержащие много легких элементов

(C + Mg + Al + Si + S + K + Ca + Ti). В порах также наблюдаются карбиды кремния, оксиды железа, причем на одном из электронных изображений (рис. 1, a)

Результаты МРСА некоторых элементов в комплексных НВ в разных порах

Results of micro-X-ray spectral analysis of complex NMI in a different pores

Элемент	С	Mn	Fe	Zn
Mac. %	16,89 – 66,60	0,63 – 1,05	56,97 – 76,45	4,86 - 25,57

можно видеть, как сферическая частица оксида железа втягивается в микропору. Как показывают результаты МРСА, некоторые мелкие выделения круглой формы представляют собой чистый цинк или его окислы ZnO. При этом в комплексных НВ содержание цинка колеблется от 4,86 до 25,57 мас. % (таблица). Четко различаются расположение, форма и размеры частиц углерода на внутренней поверхности микропоры (рис. 4, в). В раскрытых порах иногда можно увидеть сульфиды кальция в окружении магнезиальной шпинели, карбонитриды алюминия и частицы меди.

Выводы

Таким образом, электронно-микроскопическими исследованиями «свежих» изломов и структуры темплетов, вырезанных из массивной отливки, установлено, что на границах и в теле зерен практически отсутствуют окисные пленки и НВ. Последние встречаются в микропорах или вблизи них, а на границах зерен или в их теле присутствуют карбонитриды алюминия. Определение химического состава НВ (МРСА в микрообъемах порядка 1 мкм³) показало присутствие в них углерода, кислорода, серы, азота, цинка и других элементов, что позволило установить природу и возможные причины их появления, а также сформулировать практические рекомендации по предотвращению визуально наблюдаемых микропор в массивной отливке. Для уменьшения количества НВ в отливках необходимо не только уменьшать в 2-3 раза содержание кислорода, как предлагают в работе [19], но и выполнить следующие рекомендации.

- Использовать при выплавке стали более чистую шихту, не содержащую цинк, чтобы исключить его попадание в расплав. Цинк имеет низкую температуру кипения (907 °C [20]) и при заливке формы его пары вместе с другими газами поднимаются к прибыли, под которой в результате кристаллизации оседают в чистом виде или в виде соединений типа ZnO на стенках образующихся микропор, рыхлостей, раковин.
- Более тщательно удалять шлак, чтобы он не участвовал в образовании пор, и его частицы не осаждались в порах или вблизи них в виде магнезиальной шпинели, сульфидов кальция и марганца, оксидов железа, алюминия, кальция и др.
- Ограничить остаточное содержание алюминия в стали после ее раскисления до 0,03 %, так как алюминий, соединяясь с азотом, оседает в виде нитридов не только на границах зерен, предотвращая их рост и делая сталь наследственно мелкозернистой, но и выделяется

в виде тонких пластин внутри зерен или в виде участков неправильной формы в микропорах.

- Не допускать при плавке перегрев расплава стали, так как при дуговом процессе в печном пространстве образуется атомарный азот, который растворяется в жидкой стали и образует включения в виде нитридов и карбонитридов алюминия.
- Минимизировать содержание смоляного связующего в материале формы, поскольку ее излишки вызывают образование большого количества газообразных продуктов термодеструкции смолы в виде углеводородов и их последующего разложения с выделением углерода и водорода, провоцирующего образование газовых дефектов в виде пор и раковин.

Список литературы / References

- 1. Производство стальных отливок: Учебник для вузов / Козлов Л.Я., Колокольцев В.М., Вдовин К.И. и др. / Под ред. Л.Я. Козлова. Москва: МИСИС; 2003:352.
- **2.** Шульте Ю.А. Производство отливок из стали. Киев; Донецк: Вища школа; 1983:184.
- **3.** Бабаскин Ю.В. Структура и свойства литой стали. Киев: Наукова думка; 1980:240.
- **4.** Казанцев М.Н., Флегентов И.А., Жевелев О.Ю. Качество литых корпусных деталей запорной арматуры и насосов. *Оборудование и технологии для нефтегазового комплекса*. 2016;(5):8–15.
 - Kazantsev M.N., Flegentov I.A., Zhevelev O.Yu. Quality of cast body parts of shut-off valves and pumps. *Oborudovanie i tekhnologii dlya neftegazovogo kompleksa*. 2016;(5):8–15. (In Russ.).
- **5.** Чечуха В.И., Садоха М.А. Дефекты при литье под высоким давлением и меры предупреждения газовых дефектов. *Литье и металлургия*. 2023;(4):16–24. https://doi.org/10.21122/1683-6065-2023-4-16-24
 - Chechukha V.I., Sadokha M.A. Defects in high-pressure casting and measures to prevent gas defects. *Lit'e i metallurgiya*. 2023;(4):16–24. (In Russ.).
 - https://doi.org/10.21122/1683-6065-2023-4-16-24
- Григорович К.В., Красовский П.В., Трушникова А.С. Анализ неметаллических включений – основа контроля качества стали и сплавов. Аналитика и контроль. 2002;6(2):133–142.
 - Grigorovich K.V., Krasovskii P.V., Trushnikova A.S. Analysis of non-metallic inclusions as the basis for quality control of steel and alloys. *Analitika i kontrol'*. 2002;6(2):133–142. (In Russ.).
- Harris M.L., Richards V.L., Lekakh S., O'Malley R. Evolution of Non-Metallic Inclusions in Foundry Steel Casting Processes: Masters Theses. 2016:22–39.

- 8. Panichkin A.V., Korotenko R.Yu., Kenzhegulov A.K., Kshibekova B.B., Alibekov Zh.Zh. Porosity and non-metallic inclusions in cast iron produced with a high proportion of scrap. Complex Use of Mineral Resources. 2022;4(323): 68-76. https://doi.org/10.31643/2022/6445.42
- 9. Li P., Liu D., Pan Zh., Zhang P., Zhang G. Separation of non-metallic inclusions from high strength low alloy steel by electromagnetic stirring. IOP Conference Series: Earth and Environmental Science. 2021;791:012085. https://doi.org/10.1088/1755-1315/791/1/012085
- 10. Thiele K., Truschner C., Walkner C., Meisel T.C., Ilie S., Rössler R., Michelic S.K. Investigating the origin of nonmetallic inclusions in Ti-stabilized ULC steels using different tracing techniques. Metals. 2024;14(1):103. https://doi.org/10.3390/met14010103
- 11. ГОСТ 1778-2022. Металлопродукция из сталей и сплавов. Металлографические методы определения неметаллических включений. Москва: Российский институт стандартизации; 2023.
- 12. Шульте Ю.А. Неметаллические включения в электростали. Москва: Металлургия; 1964:207.
- 13. Кислинг Р., Ланге Н. Неметаллические включения в стали. Москва: Металлургия: 1968:124.
- 14. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. Москва: МИСИС; 1994:328.
- 15. Быков Ю.А., Карпухин С.Д. Растровая электронная микроскопия и применение: Учебное пособие по курсу «Современные методы исследования структуры материала» / Под ред. Ю.А. Быкова. Москва: Издательство МГТУ им. Н.Э. Баумана; 2002:30.

- 16. Guo J., Cheng S., Guo H., Yaguan Mail. Determination of non-metallic inclusions in an ingot of continuous casting of steel with an ultra-low carbon content, free of impurities, using the metallographic method, the electrolytic method and the RTO method. Scientific Reports. 2019;9(1):2929. https://doi.org/10.1038/s41598-018-36766-6
- 17. Болдин А.Н., Давыдов Н.И., Жуковский С.С. и др. Литые формовочные материалы. Формовочные, стержневые смеси и покрытия: Справочник. Москва: Машиностроение; 2006:507.
- 18. Металлография железа. Том 2. Шредер А., Розе А. Структура сталей. Монография с атласом микрофотографий / Пер. с англ. Ленинград: Металлургия; 1972:284.
- 19. Крылов С.А., Щербаков А.И., Макаров А.А., Тонышева О.А. Снижение содержания неметаллических включений в коррозионностойкой азотсодержащей стали. Труды ВИАМ. 2017;53(5):3-13. https://doi.org/10.18577/2307-6046-2017-0-5-1-1
 - Krylov S.A., Shcherbakov A.I., Makarov A.A., Tonysheva O.A. Reduction of the content of non-metallic inclusions in corrosion-resistant nitrogen-containing steel. Trudy VIAM. 2017. 2017;53(5):3-13.
 - https://doi.org/10.18577/2307-6046-2017-0-5-1-1
- 20. Эстрин И.А. Анализ с точки зрения энергоэффективности теплотехнологий оксида цинка. Труды Ростовского государственного университета путей сообщения. 2021;(2(55)):147-150.
 - Estrin I.A. Analysis from the point of view of energy efficiency of zinc oxide heat technologies. Trudy Rostovskogo gosudarstvennogo universiteta putei soobshcheniya. 2021;(2(55)):147-150.

Сведения об авторах

Information about the Authors

Юрий Нафтулович Гойхенберг, д.т.н., старший научный сотрудник, профессор кафедры «Материаловедение и физико-химия материалов», Южно-Уральский государственный университет E-mail: goikhenbergyn@susu.ru

Борис Алексеевич Кулаков, д.т.н., профессор кафедры «Пирометаллургические и литейные технологии», Южно-Уральский государственный университет

E-mail: kulakovba@susu.ru

Дмитрий Сергеевич Полухин, к.т.н., исполнительный директор, 000 «Научно-технический центр КОНАР»

E-mail: polukhin.dmitriy@konar.ru

Yurii N. Goikhenberg, Dr. Sci. (Eng.), Senior Researcher, Prof. of the Chair of Materials Science and Physical Chemistry of Materials, South **Ural State University**

E-mail: goikhenbergyn@susu.ru

Boris A. Kulakov, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair of Pyrometallurgical and Foundry Technologies, South Ural State University

E-mail: kulakovba@susu.ru

Dmitrii S. Polukhin, Cand. Sci. (Eng.), Executive Director, LLC "Scientific and Technical Centre KONAR"

E-mail: polukhin.dmitriy@konar.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

Ю. Н. Гойхенберг - идея статьи, исследования на растровом электронном микроскопе, формулирование выводов, написание статьи. **Б. А. Кулаков** - металлографические исследования, формулирование выводов, написание статьи.

Д. С. Полухин - подготовка материала, проведение испытаний на ударную вязкость и твердость, совместная интерпретация результатов.

Yu. N. Goikhenberg - formation of the article idea, research on a scanning electron microscope, formulation of conclusions, writing the text. B. A. Kulakov - metallographic research, formulation of conclusions, writing the text.

D. S. Polukhin - preparation of the material, conducting tests for impact strength and hardness, joint interpretation of the results.

Поступила в редакцию 25.07.2024 После доработки 15.04.2025

Received 25.07.2024

Revised 15.04.2025 Принята к публикации 23.04.2025 Accepted 23.04.2025