

# RAPORT DE CERCETARE

## TEHNOLOGIE ÎMBUNĂTĂȚITĂ PENTRU PRODUCEREA MATERIALELOR DE ÎNALTĂ PURITATE PENTRU APLICAȚII SPECIALE DESTINATE INFRASTRUCTURII ȘI MIJLOACELOR DE TRANSPORT

Proiect 87-BG/2016 - Etapa I – 2016

**Analiza calității semifabricatelor de la TMK Reșița privind starea incluzionară de natura exogenă și endogena**

Director Proiect,  
Prof. Dr. Ing. Cristian PREDESCU

### CUPRINS

<b>Rezumatul etapei</b> .....	pag. 2
<b>Descrierea științifică și tehnică</b> .....	pag. 4
<b>Cap. 1.</b> Analiza metodelor de măsurare a purității oțelurilor destinate țevilor, conductelor, pieselor auto și a mijloacelor de intervenție prin ingineria INM .....	pag. 4
1.1. Analiza metodelor de măsurare a purității oțelurilor destinate țevilor, conductelor, pieselor auto .....	pag. 4
1.2. Analiza mijloacelor de intervenție prin ingineria INM .....	pag. 8
<b>Cap. 2</b> Intocmirea instrucțiunilor pentru evaluarea stării de puritate a semifabricatelor agentului economic .....	pag. 10
<b>Cap. 3</b> Evaluarea stării de puritate pe un lot de 10 șarje prin analize de microscopie optică (OM) și electronică (SEM-EDS) .....	pag. 12
3.1. Evaluarea stării de puritate prin microscopie optică (OM) .....	pag. 12
3.2. Evaluarea stării de puritate prin microscopie electronică (SEM-EDS) .....	pag. 13
<b>Cap.4.</b> Instruirea unui grup de 2 masteranzi și 2 doctoranzi pentru evaluarea stării de puritate a lotului de șarje prin stagiu de practică .....	pag. 14
<b>Concluzii</b> .....	pag. 15
<b>Bibliografie</b> .....	pag. 17
<b>Anexe</b> .....	pag. 18

## REZUMATUL ETAPEI

Acest raport prezintă lucrările desfășurate pentru etapa I - 2016 în cadrul centrului de cercetări UPB-ECOMET și la partenerul TMK Reșița privind activitățile programate și rezultatele obținute.

Au fost analizate metode de evaluare a purității oțelurilor destinate țevelor, conductelor, pieselor auto și a mijloacelor de intervenție prin ingineria INM la nivel mondial, facându-se propuneri pentru partenerul TMK Reșița de introducere a standardului E 45 2005 – Standard Test Methods for Determining the Inclusions Content of Steel. Totodată s-a propus completarea actualelor instrucțiuni pentru evaluarea stării de puritate a semifabricatelor la TMK Reșița prin introducerea probelor  $O_{tot}$  (INM),  $Al_{sol}$  și micropuritate/sarjă.

Evaluarea purității INM pentru 10 sarje ale partenerului TMK Reșița a aratat că oțelul produs la TMK Reșița are o puritate la nivel micro ( $INM < 50 \mu m$ ) în general satisfăcătoare spre bună, dar la nivel microscopic ( $INM > 50 \mu m$ ) apar defecte sporadice cauzate de unele inconsecvențe ale procesului tehnologic.

Pe parcursul desfășurării activităților din această etapă un grup format din 2 masteranzi și 2 doctoranzi au participat la un stagiul de practică în vederea dobândirii abilităților pentru evaluarea stării de puritate a oțelurilor.

Etapa I - Analiza calității semifabricatelor de la TMK Reșița privind starea incluzionară de natura exogenă și endogenă a avut 4 activități programate și 4 rezultate estimate. Activitățile au constat în:

1. Realizarea unei analize documentare a metodelor de măsurare a purității oțelurilor destinate țevelor, conductelor, pieselor auto și a mijloacelor de intervenție prin ingineria INM practicate la nivel mondial; această activitate a avut ca rezultat **evidențierea metodelor de măsurare a purității în funcție de starea de agregare a oțelului și de două standarde internaționale de referință și evidențierea a 9 mijloace de intervenție prin ingineria INM – gradul de realizare a obiectivului – 100%**;
2. Intocmirea instrucțiunilor pentru evaluarea stării de puritate a semifabricatelor pentru partenerul TMK Reșița; această activitate a avut ca rezultat completarea actualelor instrucțiuni de fabricație (ITG-OE-01, ITG-OE-02, ITG-OE-03, ITG-OE-04) pentru fluxul de fabricație al partenerului TMK Reșița (EBT-LF-VD-WF-MTC) cu **7 noi instrucțiuni tehnologice prin introducerea probelor O,  $O_{tot}$  (INM),  $Al_{sol}$  și micropuritate/sarjă - gradul de realizare a obiectivului – 100%**;
3. Evaluarea purității INM prin microscopie optică și electronică pentru 10 sarje realizate la partenerului TMK Reșița; această activitate a avut ca rezultat **intocmirea a 10 buletine de analize OM și SEM-EDS pentru cele 10 sarje realizate care au evidențiat pentru starea incluzionară a oțelului dimensiunile și densitatea incluzionară, punctajele maxime conform standardului E45, forma și compoziția chimică a INM, ca și aprecieri privind geneza acestor INM - gradul de realizare a obiectivului – 100%**;
4. Organizarea și derularea unui stagiul de practică în vederea dobândirii abilităților pentru evaluarea stării de puritate a oțelurilor; această activitate a avut ca rezultat un **stagiul de practică pentru 2 masteranzi și 2 doctoranzi în vederea dobândirii abilităților pentru evaluarea stării de puritate a oțelurilor (8 sedințe (x 4 h) cu tematică în domeniul notiunilor de ingineria INM, pregătirea probelor pentru analize de microscopie optică și electronică, evaluarea prin lucru pe microscop optic și sistem SEM-EDS) - gradul de realizare a obiectivului – 100%**;

În plus s-a realizat o activitate de diseminare a rezultatelor etapei prin difuzarea celor 10 buletine de analiza OM și SEM-EDS la partenerul TMK Reșița - **gradul de realizare a obiectivului – 100%**.

Rezultatele și concluziile obținute pe parcursul derulării activităților programate au fost:

1. Pentru oțelurile calmate cu Al, Ai-Si sau Si, un oțel superpur trebuie să îndeplinească simultan mai multe criterii: nr. incluziuni nemetalice/cm<sup>2</sup> <500; diametrul maxim al fiecărei incluziuni: max. 10 μm; fracția dimensională peste 5 μm: < 10%;
2. Metodele de măsurare a purității oțelurilor se diferențiază în funcție de starea de agregare a oțelului: pentru oțelul lichid (O, O<sub>tot</sub>, Al<sub>sol</sub>), pentru oțelul solid (microscopie optică, microscopie electronica (tip SEM/EDX));
3. Au fost analizate metode de evaluare a purității oțelurilor destinate țevelor, conductelor, pieselor auto și a mijloacelor de intervenție prin ingineria INM la nivel mondial, făcându-se propuneri pentru partenerul TMK Reșița de introducere a standardului E 45 2005 – Standard Test Methods for Determining the Inclusions Content of Steel;
4. Doua standarde europene sunt de referință pentru analiza de puritate a oțelurilor: E 45 2005 – Standard Test Methods for Determining the Inclusions Content of Steel (cu corespondentul SR EN 10247:2007) și ASTM E1245 - Standard Practice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of metals by Automatic Image Analysis;
5. Au fost completate actualele instrucțiuni pentru evaluarea stării de puritate a semifabricatelor la TMK Reșița prin introducerea probelor O, O<sub>tot</sub> (INM), Al<sub>sol</sub> și micropuritate/sarjă;
6. Concluziile principale rezultate din evaluarea stării de puritate pentru cele 10 sarje realizate la partenerul TMK Reșița sunt:
  - a) evaluările prin microscopie optică (x200) arată că oțelul produs la TMK Reșița are o puritate la nivel micro (INM < 50 μm) în general satisfăcătoare spre bună, dar dar la nivel macroscopic (INM > 50 μm) par defecte sporadice;
  - b) toate incluziunile determinate la nivel micro au fost în domeniul de dimensiuni 5-20 μm;
  - c) densitatea incluzionară la nivel micro este între 24-27 incluziuni/mm<sup>2</sup>;
  - d) dimensiunea medie a incluziunilor la nivel micro este între 10-13 μm;
  - e) punctajele maxime (E45) pe campurile cele mai impure sunt 1,0;
  - f) la nivel macroscopic (INM > 50 μm) apar incluziuni nemetalice sporadice care de regulă sunt cauze pentru defecte;
  - g) incluziunile la nivel macroscopic s-au găsit în cazul a 40% din sarje, dimensiunea incluziunilor fiind între 115-856 μm;
  - h) forma incluziunilor la nivel macroscopic este în general alungită, dar formată și prin aglomerări;
  - i) evaluările prin microscopie electronică (SEM-EDS) au arătat că incluziunile nemetalice evaluate (atât cele micro cât și cele macro) au un conținut variabil de oxigen (3-30%), de aluminiu (0-30%), de calciu (0-37%), de fier (0-80%), de sulf (0-22%) și prezențe sporadice de elemente tip marker (Na, Cl, K);
  - j) compoziția chimică atât de diferită a acestor incluziuni nemetalice atestă și o compoziție mineralogică diferită, de la oxizi simpli de Fe, Si, Al la sulfuri de Fe, Ca parțial globulizate, calco-aluminați insuficient modificați, silicați parțial vitrificați;
  - k) unele dintre cauzele apariției acestor incluziuni sunt parțial clare în această fază de investigație (nivel inconstant în distribuitor/cristalizor cu întrepatrundere de praf turnare/lubrefiere, dezoxidare necontrolată în oală cu reoxidare pe sus sau pe jos, modificare necontrolată a produselor aluminați cu depunere-desprindere în/din tubul de imersare) în timp ce alte posibile cauze necesită investigații suplimentare legate de tehnologia practică (istoric) pentru fiecare sarjă.
7. Pe parcursul desfășurării activităților din această etapă, un grup format din 2 masteranzi și 2 doctoranzi au participat la un stagiul de practică în vederea dobândirii abilităților pentru evaluarea stării de puritate a oțelurilor; stagiul de practică s-a desfășurat pe durata a 8 sedințe (x 4 h) cu tematică în domeniul notiunilor de ingineria INM, pregătirea probelor pentru analize de microscopie optică și electronică, evaluarea prin lucru pe microscop optic și sistem SEM-EDS.