

# 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 II – iunie 2017

Transfer de cunoștințe privind expertize tehnice autorizate în vederea stabilirii stării de puritate ale semifabricatelor turnate continuu și diseminarea rezultatelor

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> Procedură de expertiză tehnică autorizată a defectelor de puritate incluzionară pentru semifabricatele destinate produselor tubulare și pieselor auto.....  | pag. 4  |
| 1.1. Procedură de expertiză tehnică a defectelor de puritate incluzionară tip <i>incluziuni nemetalice superficiale</i> pentru semifabricatele destinate produselor tubulare și pieselor auto .....                        | pag. 6  |
| 1.2. Procedură de expertiză tehnică autorizată a defectelor de puritate incluzionară tip <i>incluziuni nemetalice interne (INMI)</i> pentru semifabricatele destinate produselor tubulare și pieselor auto .....           | pag. 10 |
| <b>Cap. 2</b> Investigații privind structura, compoziția elementală și fazele incluziunilor prin microscopie optică (OM), electronică (SEM-EDS) și difracție de raze X (XRD) și stabilirea genezei și dezvoltării INM..... | pag. 11 |
| 2.1. Investigații privind structura, compoziția elementală și fazele incluziunilor...  | pag. 11 |
| 2.2. Stabilirea genezei și dezvoltării incluziunilor nemetalice.....   | pag. 13 |
| <b>Cap. 3</b> Realizarea unei expertize tehnice pentru evaluarea cauzelor unor defecte ale produselor tubulare și/sau pieselor auto .....  | pag. 14 |
| <b>Bibliografie</b> .....  | pag. 18 |
| <b>Anexa I</b> .....   | pag. 19 |

## REZUMATUL ETAPEI

Acest raport prezintă lucrările desfășurate pentru etapa II – iunie 2017 în cadrul centrului de cercetări UPB-ECOMET și la partenerul TMK Reșița privind activitățile programate și rezultatele obținute.

Lucrările desfășurate în cadrul proiectului Tehnologie îmbunătățită pentru producerea materialelor de înaltă puritate pentru aplicații speciale destinate infrastructurii și mijloacelor de transport - Proiect 87-BG/2016, Etapa II - **Transfer de cunoștințe privind expertize tehnice autorizate în vederea stabilirii stării de puritate ale semifabricatelor turnate continuu și diseminarea rezultatelor** au constat în:

1. Stabilirea **cadrelui legal** în care se execută expertizele tehnice autorizate, tipurile de expertize tehnice, tipurile de experți tehnici și livrabilele procesului de expertiză tehnică;
2. Intocmirea a **două proceduri de expertiză tehnică autorizată** a defectelor de puritate incluzionară pentru semifabricatele destinate produselor tubulare și pieselor auto: o procedură pentru expertiza tehnică a defectelor de puritate incluzionară tip incluziuni nemetalice superficiale și o procedură pentru expertiza tehnică a defectelor de puritate incluzionară tip incluziuni nemetalice interne;
3. **Investigații** privind structura, compoziția elementală și fazele incluziunilor prin microscopie optică (OM), electronică (SEM-EDS) și difracție de raze X (XRD) pe un **lot de 18 șarje** din producția partenerului TMK Reșița; totodată a fost efectuată o **analiză statistică** pentru stabilirea **ierarhiei de primă cauzalitate privind apariția incluziunilor nemetalice** în semifabricatele lotului de șarje analizat;
4. Stabilirea **genezei și dezvoltării incluziunilor nemetalice** în semifabricatele investigate; pentru fiecare din cele 18 șarje ale lotului analizat fost construit un probabil mecanism de geneză și dezvoltare a INM constatate;
5. Realizarea unei expertize tehnice în 10 pași, conform procedurii întocmite pentru evaluarea cauzelor defectului **crăpături longitudinale cu incluziuni nemetalice superficiale în zona apropiată crăpăturii** în cazul produselor tubulare și/sau pieselor auto;
6. Intocmirea **suporturilor pentru două cursuri** privind expertizarea tehnică.

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

1. Actul normativ de bază în activitatea de expertizare este **O. G. nr. 2/2000** și **Codul de Procedură Civilă**;
2. În funcție de autoritățile care solicită expertiza tehnică există **două tipuri de expertize tehnice: judiciară**, executată din dispoziția organelor de urmărire penală, a instanțelor judecătorești și **extrajudiciară**, efectuată la cererea persoanelor fizice sau juridice; persoanele care pot efectua expertizele tehnice sunt expertul tehnic judiciar sau extrajudiciar și specialistul în domeniu; livrabilul de bază al activității de expertiză tehnică este Raportul de expertiză tehnică, care trebuie să cuprindă minim trei părți (partea introductivă, descrierea operațiunilor și concluziile);
3. **Procedurile de expertiză tehnică** autorizată a defectelor de puritate incluzionară pentru semifabricatele destinate produselor tubulare și pieselor auto **trebuie să cuprindă 8 pași obligatorii** (Localizare și descriere defect, Prelevări probe pentru investigații și investigații, Colectare documente de referință, Analiza documentelor de referință, Formularea ipoteze de cauzalitate defecte, Validare ipoteze de cauzalitate defecte, Descrierea mecanismului de cauzalitate a defectelor, Concluzii și recomandări);
4. Pentru a derula o procedură de identificare a cauzelor defectului tip „incluziuni nemetalice superficiale (interne)” a fost realizată o **schemă logică** care poate fi urmată;
5. Cel mai important pas în derularea procedurilor construite este **Descrierea mecanismului de cauzalitate a defectelor**, care de regulă trebuie să fie unic și care trebuie întocmit pe baza ipotezelor de cauzalitate validate;
6. Concluziile principale rezultate din evaluarea stării de puritate pentru lotul celor 18 șarje sunt:
  - evaluările prin microscopie electronică arată că **oțelul produs la TMK Reșița are o puritate la nivel micro (INM < 50 μm) în general bună**;
  - toate incluziunile determinate la nivel micro au fost în domeniul de dimensiuni 10-50 μm;
  - dimensiunea medie a incluziunilor la nivel micro este ~ 15 μm;
  - la nivel microscopic (INM > 50 μm) apar incluziuni nemetalice sporadice (1 șarjă din 18) cu o dimensiune de ~ 200 μm, cauzate de unele disfuncționalități în procesul tehnologic, în special în partea de protecție a oțelului în stare lichidă împotriva întrepătrunderii de praf de turnare și a reoxidărilor;
  - forma incluziunilor la nivel microscopic este în general aglomerare poliedrică;
  - evaluările prin microscopie electronică (SEM-EDS) au arătat că incluziunile nemetalice evaluate au un conținut variabil de oxigen (16-56%), de aluminiu (0-40%), de calciu (0-32%), de fier (0-80%), de sulf și prezențe sporadice de elemente tip marker (Na, Cl, K);

- compoziția chimică diferită a acestor incluziuni nemetalice atestă și o compoziție mineralogică diferită, oxizi simpli de Fe, Si, Al, Ca, aluminati parțial globulizați, insuficient modificați, sulfuri doar parțial modificate și silicati parțial vitrificați;
7. Cauza cea mai frecventă (41%) care determină apariția INM este **decantarea întârziată**; acest fenomen este legat de patru posibile procese controlate insuficient:
    - decantarea nefinalizată în oala de tratament LF/VD (regim de barbotare inconsecvent), eventual cu o dezoxidare nefinalizată;
    - decantare nefinalizată după imersarea de SiCa (regim de barbotare prea intens, regim termic prea redus);
    - decantare nefinalizată în distribuitor (nivel prea scăzut de oțel și variații prea bruște de nivel, geometrie de distribuitor neadekvată);
    - decantare nefinalizată chiar în cristalizor (nivel prea scăzut de oțel și variații prea bruște de nivel, geometrie duze neadekvată);
  8. Celelalte cauze care determină apariția INM sunt: durabilitate scăzută a ansamblului refractar oală-distribuitor și posibila trecere în oțel (26%), jet de oțel neprotejat complet- deschideri de oală cu oxigen, reoxidări datorită protecției insuficiente a celor două jeturi, niveluri scăzute în cele două rezervoare de oțel (17%) și întreprinderi de praf turnare/acoperire datorată nivelului inconstant în distribuitor/cristalizor (14%);
  9. Au fost identificate **4 mecanisme principale de geneză și dezvoltare a INM** în cazul lotului de șarje analizat:
    - Deschidere oală de turnare cu oxigen (formare  $FeO+Al_2O_3$ ) - Nivel scăzut al oțelului în distribuitor (decantare slabă și întârziată) - Variații mari/bruște de nivel oțel în cristalizor (întreprindere praf unger);
    - Regim de barbotare necorespunzător în oala de turnare (decantare slabă și întârziată) - Erodare intensă a căptușelii refractare a oalei și distribuitorului (amestec refractar în oțel) - Nivel scăzut al oțelului în distribuitor (decantare slabă și întârziată)
    - Tratament redus cu Ca în oala de turnare (incluziuni de alumina aglomerate în tuburile de imersie cu desprinderi bruște) - Nivel scăzut al oțelului în distribuitor (decantare slabă și întârziată);
    - Deschidere oală de turnare cu oxigen (formare  $FeO+Al_2O_3$ ) – Reoxidări în distribuitor și cristalizor (incorct protejate) - Nivel scăzut al oțelului în distribuitor (decantare slabă și întârziată) – Curgere turbulentă în cristalizor (decantare slabă și întârziată).
  10. **Experiza tehnică** efectuată pentru defectul **crăpături longitudinale cu incluziuni nemetalice** superficiale în zona apropiată crăpăturii s-a bazat pe efectuarea unor **investigații suplimentare** privind structura crustei și a graunților ereditari de turnare prin probe macro neatacate, zona de generare și direcția de propagare a crăpăturii prin probe macro și micro atacate, starea incluzionară în interiorul crăpăturii și în jurul acesteia prin probe macro, micro și analiză la microsondă, colectare și interpretare date din documentele de referință (fisa șarjei la elaborare și turnare);
  11. În cadrul expertizei tehnice au fost formulate **10 ipoteze de cauzalitate** pentru defectul constatat
  12. Dintre toate ipotezele de cauzalitate formulate, pe baza calculelor și raționamentelor **au fost validate integral 3 ipoteze** (supraîncălzire mare a oțelului lichid, viteză mare de turnare cu transfer termic prea redus în zona cristalizor și răcire secundară, răcire prea puternică sub cristalizor și implicit elasticitate prea mică a blumului în punctul de îndreptare), iar 2 ipoteze au fost validate parțial (tensiuni termice mari și gradienti locali de temperatură prea mari în cristalizor, tensiuni mecanice mari și gradienti de tensiuni mecanice mari în zona de îndreptare);
  13. Pe baza validării ipotezelor de cauzalitate se consideră că **mechanismul de geneză și creștere** a defectului **crăpături longitudinale cu incluziuni nemetalice** are **5 etape**:
    - I. formarea unor microfisuri de suprafață (sub 1 mm) în zona de desprindere de pereții cristalizorului;
    - II. creșterea exagerată și neomogenă a cristalelor columnare;
    - III. propagarea fisurilor pe limita de graunți, în zona de sub cristalizor;
    - IV. propagarea fisurilor în zona de îndreptare, chiar intergranular, când fisurile intergranulare se transformă în crăpături longitudinale;
    - V. geneza INM - oxidări superficiale pe suprafața interioară a crăpăturilor, începute încă de la ieșirea din cristalizor și continuate până după punctul de îndreptare, sub formă de INM oxidică (preponderent FeO);
  14. Concluzia generală a expertizei este: Defectul „crăpături longitudinale cu zone incluzionare (INM) pe suprafața crăpăturii” are drept **cauză principală supraîncălzirea prea mare a oțelului**, iar influența purității incluzionare este nesemnificativă în acest caz;
  15. Recomandările imediate ale expertizei sunt: evaluarea mai exactă a pierderilor termice ale oțelului pe ruta LF – distribuitor TC și micșorarea supraîncălzirii cu circa 20 °C;
  16. În această etapă a proiectului, pe baza rezultatelor obținute au fost pregătite pentru diseminare grupului de masteranzi și doctoranzi selectați două suporturi de curs: **Proceduri de expertiză tehnică autorizată a defectelor de puritate incluzionară pentru semifabricatele destinate produselor tubulare și pieselor auto și Experiza tehnică pentru defectul crăpături longitudinale cu incluziuni nemetalice.**