

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 IV – septembrie 2018

Transfer de cunoștințe privind fabricația semifabricatelor destinate produselor tubulare și pieselor auto cu puritate controlată și avansată. Diseminarea rezultatelor cercetării.

Director Proiect,
Prof. Dr. Ing. Cristian PREDESCU

CUPRINS

Rezumatul etapei	pag. 2
Descrierea științifică și tehnică	pag. 5
Cap. 1. Intocmirea instrucțiunilor de elaborare a semifabricatelor destinate produselor tubulare și pieselor auto cu puritate controlată și avansată și analiză unui lot de 10 șarje.....	pag. 6
1.1. Premise pentru întocmirea instrucțiunilor și transpunerea concluziilor din etapele anterioare în noi instrucțiuni.....	pag. 6
1.2. Urmărirea unui lot de 10 șarje	pag. 9
1.3. Analiza lotului de 10 șarje.....	pag. 11
Cap. 2. Transfer tehnologic în vederea instruirii unui grup de 3 specialiști ai agentului economic pentru conducerea și analiza proceselor de inginerie a INM prin stagiul de pregătire în laboratoarele UPB—ECOMET și instruirea unui grup de 8 specialiști cercetători de la UPB-ECOMET în vederea valorificării rezultatelor cercetării	pag. 17
2.1. Instruirea specialiștilor ai agentului economic pentru conducerea și analiza proceselor de inginerie a INM prin stagiul de pregătire în laboratoarele UPB—ECOMET	pag. 17
2.2. Dezvoltarea abilităților antreprenoriale și a experienței profesionale ale cercetătorilor de la UPB-ECOMET în vederea valorificării rezultatelor cercetării	pag. 17
Cap. 3. Definitivarea tehnologiei de fabricație a semifabricatelor turnate continuu cu puritate controlată și avansată și diseminarea rezultatelor.....	pag. 18
3.1. Definitivarea tehnologiei de fabricație a semifabricatelor turnate continuu cu puritate controlată și avansată	pag. 18
3.2. Diseminarea rezultatelor.....	pag. 18
Bibliografie	pag. 19
Anexa 1-9	

REZUMATUL ETAPEI

Acest raport prezintă lucrările desfășurate pentru etapa IV – septembrie 2018 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 IV - **Transfer de cunoștințe privind fabricația semifabricatelor destinate produselor tubulare și pieselor auto cu puritate controlată și avansată. Diseminarea rezultatelor cercetării** au constat în:

1. Intocmirea **noilor instrucțiuni de elaborare a semifabricatelor** destinate produselor tubulare și pieselor auto cu puritate controlată și avansată; aceste instrucțiuni au fost realizate pe baza concluziilor rezultate din etapele anterioare de analiză a purității incluzionare și a evoluțiilor șarjelor urmărite și ele s-au adăugat instrucțiunilor generale și de marcă ale partenerului;
2. Urmărirea și analiza unui **nou lot de 10 șarje**, pentru a valida noile instrucțiuni tehnologice de elaborare; lotul a fost realizat pe baza noilor instrucțiuni de elaborare a semifabricatelor destinate produselor tubulare și pieselor auto cu puritate controlată și avansată; metoda de analiză utilizată a fost stabilirea influenței parametrilor de procesare a șarjelor de oțel asupra caracteristicilor de **puritate incluzionară (micro și macro)** a semifabricatelor;
3. Caracterizarea **purității microincluzionare prin 3 indicatori statistici**, conform cu standardul E 45 2005 – Standard Test Methods for Determining the Inclusions Content of Steel (densitatea incluzionară, nr. microincluziuni de dimensiune max. $50 \mu\text{m} / \text{cm}^2$, dimensiunea medie a microincluziunilor, μm , suprafața specifică microincluzionară, $\mu\text{m}^2/\text{cm}^2$); **Parametrii de proces independenți folosiți în această analiză au fost în număr de 6** (conținutul de oxigen al oțelului lichid la sfârșitul perioadei de oxidare (insuflare oxigen) în cuptorul electric (CE), conținutul de oxigen al oțelului lichid la începutul tratamentului în oala cuptor (LF), bazicitatea zgurei la sfârșitul tratamentului LF, durata de barbotare finală (pentru purificare incluzionară) în instalația LF, debitul de argon în timpul barbotării finale în instalația LF, creșterea conținutului de azot în oțelul lichid în timpul turnării continue (TC));
4. Caracterizarea **purității macroincluzionare** prin analiză individuală pentru macroincluziuni $>50 \mu\text{m}$ privind **6 criterii definite ca limitative** și pentru apariția microincluziunilor ($O_{CE}>400 \text{ ppm}$, $O_{LF}>20 \text{ ppm}$, $B_{zgura} < 2.7$, $B_{zgura} > 3.7$, Timp barbotare $< 4 \text{ min}$, Debit barbotare $> 0,7 \text{ Nl/txmin}$, $\Delta N_{TC} > 25 \%$); în acest caz criteriile au fost definite pentru atingerea a **doua obiective de puritate microincluzionară**: dimensiunea microincluziunilor $< 12 \mu\text{m}$, suprafața specifică a microincluziunilor $< 3500 \mu\text{m}^2/\text{cm}^2$ (aprox. echivalent $< 5 \text{ ppm } O_{tot}$);
5. Caracterizarea **purității macroincluzionare** pe baza investigațiilor privind structura, compoziția elementală și fazele macroincluziunilor prin **microscopie electronică (EDAX)**;
6. Identificarea **mecanismelor probabile de generare și creștere a macroincluziunilor** detectate;

7. Proiectarea și construirea un **suport de curs format din 4 prelegeri** dedicate specialiștilor agentului economic pentru conducerea și analiza proceselor de **inginerie a incluziunilor nemetalice (INM)** specifice semifabricatelor destinate țevilor;
8. Întocmirea unui **suport de curs format din trei prelegeri** privind dezvoltarea abilităților antreprenoriale și a experienței profesionale ale cercetătorilor de la UPB-ECOMET pentru **valorificarea rezultatelor cercetării**;
9. **Validarea tehnologiei de fabricație** a semifabricatelor turnate continuu cu puritate controlată și avansată destinate produselor tubulare de transport și pieselor auto; **obiectivele măsurabile** impuse ca garanție de validare prin noua tehnologie au fost **în număr de 4**:
 - densitatea microincluzionară: $< 30 / \text{cm}^2$
 - dimensiunea microincluziunilor: $< 12 \mu\text{m}$;
 - suprafața specifică a microincluziunilor $< 3500 \mu\text{m}^2/\text{cm}^2$ (aprox. echivalent $< 5 \text{ ppm O}_{\text{tot}}$).
 - prezența macroincluziuni: 0.
10. **Diseminarea rezultatelor** obținute în etapele de cercetare prin întocmirea **unui articol științific** din aria de cuprindere a mecanismelor fizico-chimice care determină starea de puritate a oțelului desinat semifabricatelor-țevi;
11. **Diseminarea rezultatelor** obținute în etapele de cercetare prin întocmirea **unei cereri de brevet** referitoare la tuburile de protecție pentru turnarea continua a oțelului cu puritate incluzionară ridicată.

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

1. **Noile instrucțiuni în număr de 14** au fost grupate pe agregatele principale: 4 pentru cuptorul electric cu arc (EBT), 5 pentru instalația oală-cuptor (LF) și 5 pentru mașina de turnat continuu (MTC);
2. Urmărirea și analiza **lotului de 10 șarje a evidențiat următoarele**:
 - pentru a putea obține densități mici (sub 30 microincluziuni/cm²), parametrii independenții ar trebui menținuți **sub 350 ppm oxygen în cuptorul electric (CE) și respectiv sub 10 ppm în oala cuptor (LF)**;
 - practica cu dezoxidare parțială la evacuarea din cuptorul electric pentru oțelurile cu conținut redus de Al conduce la o creștere a impurificării oțelului cu circa 20%, dacă nu este însoțită de o dezoxidare “curată” în vid;
 - un **interval de bazicitate a zgurii de 2.70-3.70** este suficient pentru asigurarea unei densități mici (sub 30 microincluziuni/cm²), interval care ar trebui să asigure și necesitățile de desulfurare avansată;
 - pentru a se obține o densitate mică (sub 30 microincluziuni/cm²) este necesară o **durată de barbotare de min. 4 minute la un debit de Ar de max. 0.7 NI/txmin**;
 - pentru a obține o densitate mică (sub 30 microincluziuni/cm²) este necesar ca **creșterea conținutului de azot la turnarea continua să fie limitată chiar la max. 20%**;
 - **dimensiunea medie a microincluziunilor a fost de 10.8μm**, dar cei șase parametrii independenți analizați au o influență mai slabă, lucru explicabil prin faptul că dimensiunea

medie microincludziunilor ar trebui să fie descrisă și de parametrii legați de tipul de microincludziuni din punct de vedere mineralogic;

- **suprafață specifică microincludzionară medie a fost $3278 \mu\text{m}^2/\text{cm}^2$** , iar dintre șase parametrii independenți analizați a rezultat că ar trebui să existe o **limitare a debitului de Ar (posibil la 0.7 Nl/txmin)**, ca și a creșterii de azot în oțelul lichid în perioada de turnare continuă (**posibil la 20%**), pentru a obține o suprafață specifică microincludzionară de max. $3500 \mu\text{m}^2/\text{cm}^2$; această suprafață specifică este echivalentă unui procent de circa 0,0035% din suprafața oțelului și prin aproximare pe baza diferențelor de densitate material includzionar-material metalic la un conținut de max. 5 ppm O_{tot} în oțelul solid, valoare echivalentă pentru oțelurile de înaltă puritate;
 - **impurificarea macroincludzionară ($>50 \mu\text{m}$)** se observă doar în cazul a două șarje din cele zece analizate; dacă le raportăm la cele 320 de includziuni contorizate pentru cele 10 șarje, rezultă că din totalul de formațiuni includzionare, **frecvența celor de tip macro este de circa 0.6%**.
 - **analiza de cauzalitate a apariției macroincludziunilor** a arătat că atunci când sunt îndeplinite toate condițiile pentru apariția microincludziunilor la dimensiuni $> 12 \mu\text{m}$ și la suprafețe specifică a microincludziunilor $>3500 \mu\text{m}^2/\text{cm}^2$ (aprox. echivalent $> 5 \text{ ppm } O_{\text{tot}}$) sunt șanse spre 100% să apară și macroincludziuni;
 - corelarea apariției microincludziunilor cu cea a apariției macroincludziunilor este un indiciu că **macroincludziunile nu apar** numai datorită uzurii accidentale a căptuselii refractare, a întrepătrunderii zgurii sau prafurilor de turnare ci și **datorită unor fenomene de dezoxidare întârziată, reoxidare și coagulare nefinalizată cu decantare completă**;
 - **compoziția chimică a macroincludziunilor** investigate inclină către **aluminați și calcoaluminați** alungiți, nemodificați, chiar spărți în procesul de laminare sau către calcoaluminați alungiți, nemodificați, și **oxizi de Fe din reoxidare**;
 - **mecanismele probabile** de generare a acestor macroincludziuni sunt:
 - o **Tratament redus cu calciu în oala de turnare (includziuni de alumina aglomerate în tuburile de imersie cu desprinderi bruște) - Nivel scăzut al oțelului în distribuitor (decantare slabă și întârziată).**
 - o **Deschidere oală de turnare cu oxigen (formare $\text{FeO}+\text{Al}_2\text{O}_3$) – 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);**
3. **Transferul tehnologic tip bridge către agentul economic TMK Reșița** s-a efectuat prin instruirea a 3 specialiști ai agentului economic pe baza unui **suport de curs dedicat proceselor de ingineria INM, format din 4 părți**: (1) Tipuri de includziuni nemetalice (INM) în materialele metalice feroase, (2) Mijloace de evaluare a includziunilor nemetalice în materialele metalice feroase, (3) Geneza includziunilor nemetalice în materialele metalice feroase, (4) Mijloace de inginerie pentru gestionarea INM;
4. **Transferul tehnologic tip bridge către instituția de cercetare UPB-ECOMET** s-a efectuat pentru 8 cercetători pe baza unui **suport de curs dedicat dezvoltării abilităților antreprenoriale în vederea valorificării rezultatelor cercetării**; suportul de curs a cuprins **trei prelegeri** cu următoarea tematică: (1) Metode de valorificare prin transfer în industrie a rezultatelor cercetării, (2) Planul de afaceri- instrument de lucru pentru proiectele de transfer

- tehnologic, (3) Necesități de proiecte de transfer tehnologic la beneficiarul industrial TMK Reșița – studiu de caz pentru proiectul “Stație pentru valorificarea zgurei lichide de la instalația LF;
5. Pentru atingerea obiectivelor de puritate micro și macroincludzionară declarate, **validarea tehnologiei** de fabricație a semifabricatelor turnate continuu cu puritate controlată și avansată destinate produselor tubulare de transport și pieselor auto **a implicat modificarea a 9 instrucțiuni tehnologice** din cele 14 testate în timpul experimentării celor 10 șarje:
- a) două în cuptorul electric (CE) : oxigen dizolvat în baia metalică (maxim 400 ppm) și cantitatea de var dozată în timpul evacuării oțelului pentru o bazicitate țintă de 3,5;
 - b) cinci în instalația de tratament (LF): oxigen dizolvat în baia metalică de maxim 50 ppm, conținut de max. 0,005%S în baia metalică, regim de barbotare în perioada de probe și adaosuri – ochi de oțel descoperit: 2,5-3,0 NI/t*min, regim de barbotare în perioada de desulfurare cu deschidere minimă a oțelului, dar aspect valurit: 1,5-2 NI/t*min, timp de barbotare pentru purificare incluzionară de 5-7, regim barbotare pentru purificare incluzionară de 0.5-1 NI/t*min;
 - c) două în perioada de turnare continuă (TC): deschidere naturală a oalei de turnare sau deschidere cu oxigen < 10 secunde și creștere de azot în oțelul lichid de max. 30%;
6. Pentru **diseminarea rezultatelor** s-au realizat un articol științific intitulat “**Identificarea mecanismelor fizico-chimice din etapele de elaborare a oțelului care afectează starea de puritate a semifabricatelor destinate țevilor**” și o cerere de brevet intitulată “**Tub de protecție pentru turnarea continuă a oțelului cu puritate incluzionară ridicată**”;