

УДК 669.16

ИЗМЕНЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ РАЗЛИЧНЫХ ТИПОВ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ВКЛЮЧЕНИЙ В ПРОЦЕССЕ ВНЕПЕЧНОЙ ОБРАБОТКИ НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ КЛАССА IF*

*Горкуша Д.В.¹, аспирант кафедры металлургии стали, новых производственных технологий
и защиты металлов (gorkushadmitry@gmail.com)*

*Григорович К.В.^{1,2}, член-корр. РАН, д.т.н., профессор кафедры металлургии стали,
новых производственных технологий и защиты металлов, зав. лабораторией диагностики материалов*

Карасев А.В.³, д.т.н., профессор

*Комолова О.А.^{1,2}, к.т.н., доцент кафедры металлургии стали, новых производственных технологий
и защиты металлов, старший научный сотрудник (o.a.komolova@gmail.com)*

¹ Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

(119049, Россия, Москва, Ленинский пр., 4)

² Институт металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова РАН

(119991, Россия, Москва, Ленинский пр., 49)

³ KTH Royal Institute of Technology

(Kungliga Tekniska Högskolan, SE-100 44, Stockholm, Sweden)

Аннотация. Разработка новых более совершенных материалов для автомобильной промышленности позволяет производить более легких кузовов без потери прочностных характеристик конструкции. Это стало возможным благодаря созданию и последующему внедрению в производство таких марок стали, как IF (Interstitial Free) – стали без свободных атомов внедрения и IF-BH (Bake Hardening) – стали с упрочнением при горячей сушке. Приведен краткий обзор истории появления IF стали и сегодняшняя ситуация при производстве IF стали в России. Одним из критериев качества для сталей класса IF является чистота металла по неметаллическим включениям, которые негативно влияют на пластические свойства материала, приводят к образованию поверхностных дефектов плоского проката и снижают технологичность производства из-за уменьшения скорости разлива стали, так как вызывают «зарастание» стальной заливочной ванны. В работе представлены результаты исследования содержания, состава, размеров и морфологии неметаллических включений в пробах металла, отобранных по всей технологической цепочке производства стали класса IF на этапах выплавки, внепечной обработки, разлива. Используются методы количественного металлографического анализа шлифа, электрохимического осаждения (ЭО) с последующим рентгеновским микроанализом выделенных включений, Оже-электронной спектроскопии, фракционного газового анализа (ФГА). В результате анализа включений в исследованных образцах на сканирующем электронном микроскопе по морфологическим признакам выделено пять характерных типов включений, которые снижают эксплуатационные свойства и прочностные характеристики произведенных из них материалов. Результаты анализа неметаллических включений в пробах металла, полученных методом ЭО, находятся в хорошем соответствии с результатами определения оксидных неметаллических включений методом ФГА. С помощью фракционного газового анализа установлена динамика изменения содержания различных типов оксидных неметаллических включений по ходу внепечной обработки стали. Показано, что применение метода ФГА позволяет проводить анализ причин образования неметаллических включений в металле и вносить корректирующие операции в технологический процесс.

Ключевые слова: марки стали IF и IF-BH, фракционный газовый анализ, электролитическое растворение, сверхнизкоуглеродистая сталь, BH-эффект, неметаллические включения, производство стали.

DOI: 10.17073/0368-0797-2019-5-345-352

ВВЕДЕНИЕ

Разработка новых более совершенных материалов для автомобильной промышленности позволяет производить более легких кузовов без потери прочностных характеристик конструкции. Это стало возможным благодаря созданию и последующему внедрению в производство таких марок стали, как IF (Interstitial Free) – стали без свободных атомов внедрения и IF-BH (Bake Hardening) – стали с упрочнением при горячей

сушке. В Японии в начале 1990-х годов появилась технология производства IF-сталей, которая позволила производить высококачественную сталь со сверхнизкими концентрациями углерода и азота, а также с высокой степенью чистоты по неметаллическим включениям [1].

На российских предприятиях черной металлургии первые промышленные плавки низкоуглеродистой стали класса IF датируются началом 2000-х годов [2 – 5]. На сегодняшний день в России не существует отработанной технологии производства низкоуглеродистой стали класса IF или IF-BH. Отечественные технологии

* Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-29-24146 мк.

производства данных марок стали не обеспечивают получение высококачественных сталей, способных конкурировать с мировыми аналогами с высоким выходом годной продукции [6, 7]. Это связано с особенностями технологии выплавки, внепечной обработки, разливки стали, качеством оборудования, которое используется на отечественных предприятиях черной металлургии [8, 9] по сравнению с мировыми лидерами производства сталей класса IF [10, 11]. Одним из критериев качества для раскисленных алюминием сталей класса IF является чистота металла по неметаллическим включениям (НВ), которые негативно влияют на пластические свойства материала, приводят к образованию поверхностных дефектов плоского проката [12, 13] и снижают технологичность производства из-за уменьшения скорости разливки стали, так как вызывают «зарастание» сталеразливочных стаканов [14 – 16].

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В данной работе была исследована технология производства стали класса IF-ВН на отечественном металлургическом предприятии. По всей технологической цепочке были отобраны пробы металла, которые были исследованы с помощью количественного металлографического анализа шлифа на оптическом микроскопе, Оже-спектроскопии, фракционного газового анализа и электрохимического осаждения с последующим рентгеновским микроанализом выделенных включений на сканирующем электронном микроскопе [17]. Применение нескольких методов анализа отобранных проб металла позволило исследовать процессы образования, трансформации и удаления неметаллических включений в ходе технологических процессов производства стали класса IF.

Количественный металлографический анализ шлифа на оптическом микроскопе является наиболее распространенным способом определения неметаллических включений в стали. Данный метод дает возможность определить количество, тип, линейные размеры, объемную долю НВ [18]. Метод является достаточно трудоемким, на результат исследования оказывает сильное влияние качество шлифа, он не позволяет определить точную форму неметаллических включений.

Метод Оже-электронной спектроскопии дает возможность установить форму, линейные размеры и элементный состав неметаллических включений [19, 20].

Фракционный газовый анализ (ФГА) позволяет определить общее содержание кислорода в металле, количество кислорода, которое содержится в различных типах неметаллических включений и объемную долю различных типов оксидных НВ. Фракционный газовый анализ представляет собой модификацию метода восстановительного плавления в графитовом тигле в токе несущего газа при заданной линейной

скорости нагрева образца. Метод анализа основан на различии температурных зависимостей термодинамической прочности оксидов, в которых находится основная часть связанного в металле кислорода. При повышении температуры расплава оксиды восстанавливаются углеродом и кислород экстрагируется из расплава в виде окиси углерода. При этом газоанализатор фиксирует кривую газовыделения из образца в зависимости от температуры расплава. Используя разработанное программное обеспечение OxSeP Pro и данные о химическом составе образца, рассчитывается объемная доля различных типов оксидных НВ, содержащихся в исследуемом образце. Метод ФГА является экспрессным, поскольку за короткий промежуток времени (10 – 15 мин) дает возможность определить содержание различных типов оксидных неметаллических включений в металле [21, 22].

Электрохимическое осаждение (ЭО) позволяет растворить матрицу металла и выделить неметаллические включения для изучения их на сканирующем электронном микроскопе. Метод ЭО дает возможность исследовать морфологию и форму НВ. Исследования полированных шлифов не дают полной картины о размерах, форме и распределении НВ, особенно когда изучаются конгломераты включений, так как рассматривается только одно сечение – срез металла [23 – 25].

Технологическая схема производства стали класса IF и IF-ВН состоит из следующих этапов:

- использование чистой шихты с предварительной десульфурацией чугуна ($[S] < 0,005 \%$);
- выплавка стали в кислородном конвертере;
- обработка стали на вакууматоре;
- обработка расплава на установке ковш-печь – раскисление алюминием, легирование титаном и ниобием, нагрев до заданной температуры;
- разливка на МНЛЗ.

Схема отбора проб металла и технологии производства стали класса IF и IF-ВН представлены на рис. 1.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Исследования содержания, состава, размеров и морфологии неметаллических включений в отобранных пробах металла проводили методами количественного металлографического анализа шлифов на оптическом микроскопе, Оже-электронной спектроскопии, ФГА, ЭО с последующим рентгеновским микроанализом выделенных включений.

С помощью количественного металлографического анализа шлифов на оптическом микроскопе были исследованы образцы металла готовых слябов (проба № 4) и выявлены строчки оксидных и нитридных НВ. Типичные неметаллические включения, обнаруженные на шлифах, представлены на рис. 2. Данный метод может показать загрязненность стали НВ и охарактеризовать наиболее опасные неметалли-

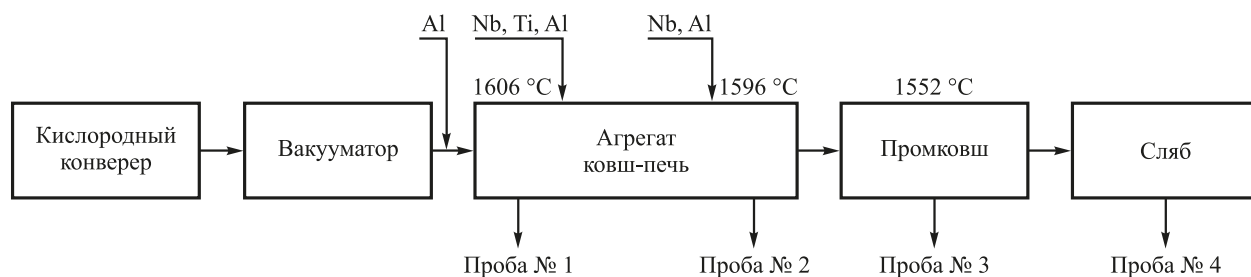
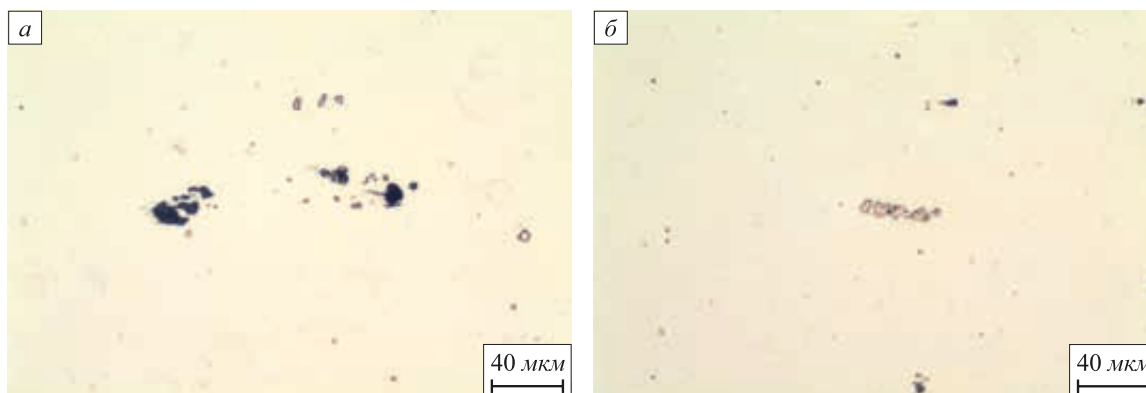


Рис. 1. Схема отбора проб металла и технологии производства стали класса IF и IF-BH

Fig. 1. Metal sampling scheme and IF and IF-BH steel grade steelmaking technology

Рис. 2. Типичные неметаллические включения в слябе (проба 4):
а – оксиды; б – нитридыFig. 2. Typical nonmetallic inclusions in a slab (sample 4):
а – oxides; б – nitrides

ческие включения. Однако данный метод не дает ответа, являются ли данные строчки скоплением мелких НВ или это большие кластеры-конгломераты размером более 40 мкм.

Для определения химического состава типичных неметаллических включений в слябе использовали метод Оже-электронной спектроскопии (рис. 3).

Отобранные пробы металла (№ 1 – 4) были исследованы методом электрохимического осаждения с последующим анализом выделенных включений на растворовом электронном микроскопе в лаборатории КТН Royal Institute of Technology (Стокгольм, Швеция). Для электрохимического осаждения были использованы те же пробы, в которых определяли включения методом ФГА. Растворение матрицы металла проводили в специально подобранном для данной марки стали растворителе-электролите 10 % АА с составом 10 % (об.) ацетилацетон – 1 % (по массе) тетраметиламмоний хлорид – метанол при следующих электрических параметрах: ток 50 – 60 мА, напряжение 2,5 – 3,5 В, электрический заряд 500 или 1000 Кл. Масса растворенного металла образцов варьировалась от 0,15 до 0,29 г. Неметаллические включения после фильтрации раствора через специальный фильтр с размером пор 0,4 мкм исследовали на сканирующем электронном микроскопе (рис. 4).

В результате исследования по морфологическим признакам было выделено пять характерных типов неметаллических включений (табл. 1).

Сферические неметаллические включения были найдены во всех исследуемых пробах металла. В пробе № 1 были обнаружены сферические НВ, состоящие из Al_2O_3 и $Al_2O_3-SiO_2$. В пробах № 2 – 4 глобулярные НВ состояли из $Al_2O_3-TiO_2$, $Al_2O_3-TiO_2-MgO$ и минимального количества $Al_2O_3-SiO_2$. Средний размер глобулярных неметаллических включений увеличивался от 3,5 мкм в пробе № 1 до 6 мкм в пробе № 4.

Пластинчатые НВ, состоящие из Al_2O_3 , были найдены только в пробах № 1, 2.

Регулярные и иррегулярные (кристаллоподобные) НВ, состоящие из Al_2O_3 , были обнаружены во всех четырех пробах металла. Неметаллические включения данного типа имеют тенденцию к увеличению среднего размера включений от 2,5 мкм в пробе № 1 до 6,5 мкм в пробе № 3. При этом полученный средний размер неметаллических включений в пробе № 4 оказался равным 5,5 мкм.

Кластеры оксидных НВ были найдены во всех четырех пробах металла. Химический состав неметаллических включений данного типа значительно менялся от пробы к пробе. Если в пробе № 1 были обнаружены только кластеры состава чистого Al_2O_3 , то во всех по-

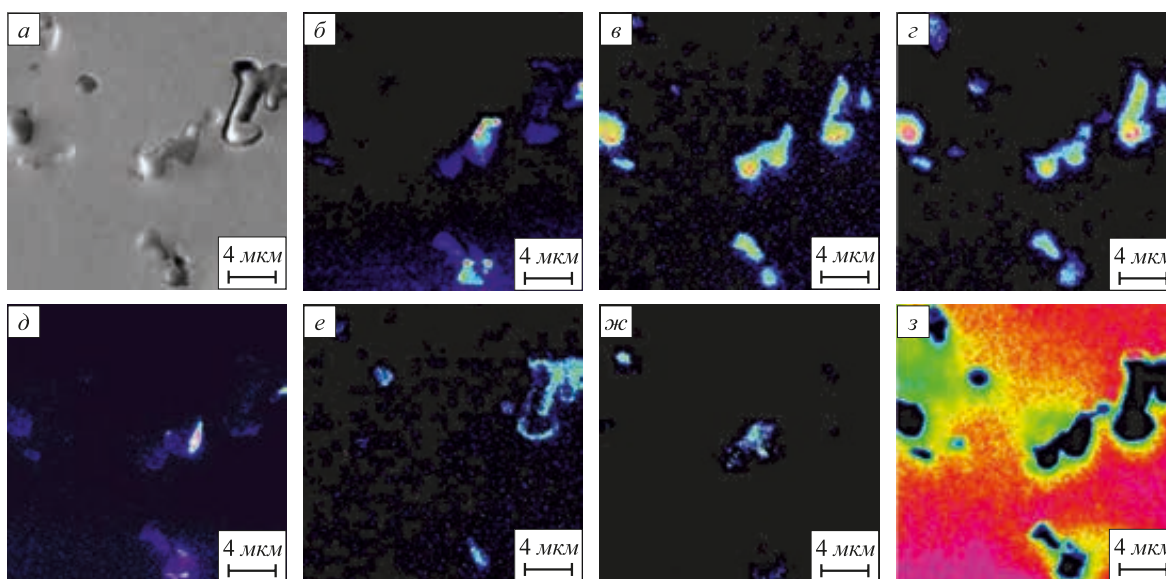


Рис. 3. Результаты химического картирования в образце (а), вырезанном из сляба, неметаллических включений (б – Ti; в – Al; г – O; д – S; е – Si; ж – C; з – Fe) на Оже-спектрометре JUMP-9500

Fig. 3. Results of chemical mapping in a sample (a) cut from the slab of non-metallic inclusions (б – Ti; в – Al; г – O; д – S; е – Si; ж – C; з – Fe) on the AES (Auger electron spectroscopy) spectrometer JUMP-9500

следующих пробах химический состав неметаллических включений усложнялся: $Al_2O_3-TiO_2$, $Al_2O_3-TiO_2-MgO$, $Al_2O_3-SiO_2$, MnS. В пробе № 3 было найдено самое большое количество кластеров, содержащих в своем составе MgO, а в пробе № 4 количество таких кластеров уменьшилось. Кластеры нитридов были найдены в пробах № 2 – 4.

Методом ФГА были исследованы все отобранные пробы металла (№ 1 – 4). Фракционный газовый анализ проводили на газоанализаторе LECOTC-600 со специально предустановленными параметрами нагрева:

«Sample preparation» время	2 мин
«Sample preparation» температура	1150 °С
Диапазон нагрева	1200 – 2400 °С
Скорость нагрева	2 °С/с

Из каждой пробы металла были вырезаны по три образца массой 1,2 – 1,6 г для проведения параллельных определений. Для удаления поверхностных загрязнений проводили предварительную подготовку образцов в графитовом тигле анализатора в режиме «Samplepreparation».

По интервалам температур начала восстановления оксидов в насыщенном углеродом металлическом расплаве, пики на кривых газовой выделения были разделены на четыре основные группы, соответствующие определенному составу оксидных неметаллических включений (табл. 2).

Результаты анализа проб металла методом ЭО подтверждают результаты определения оксидных неметаллических включением методом ФГА. Для каждой группы оксидных неметаллических включений, определенных методом ФГА, найдены соответствующие типы НВ, полученные методом ЭО (рис. 5).

Результаты исследования методом ФГА содержания кислорода в различных типах оксидных НВ в отобранных по ходу технологических операций пробах металла представлены на рис. 6. Содержание кислорода соответствует объемной доле включений каждого из типов в исследованном образце.

По результатам анализа проб металла методом ФГА можно проследить изменение морфологии и объемной доли каждой группы оксидных НВ. Если в пробе № 1

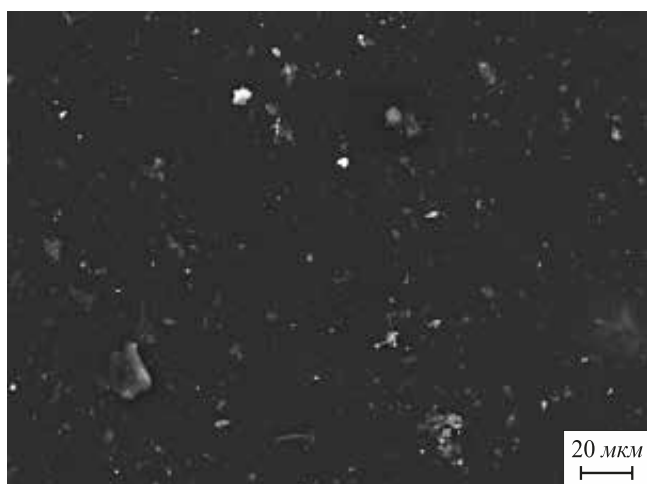
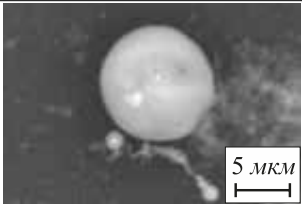
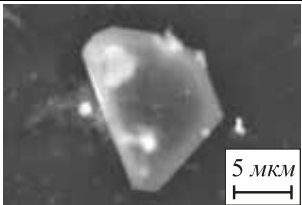
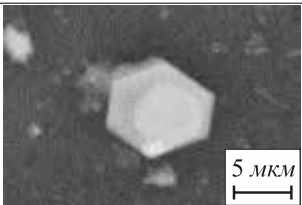
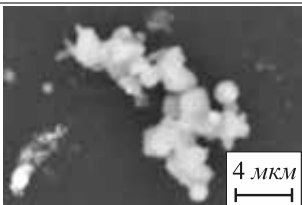
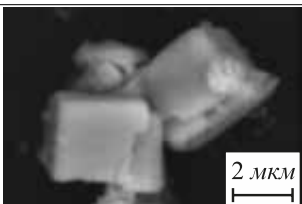


Рис. 4. Типичный вид неметаллических включений на фильтре, ×500

Fig. 4. Typical type of non-metallic inclusions on the filter at ×500 magnification

Внешний вид, состав и характерные размеры неметаллических включений в пробах после электрохимического осаждения

Table 1. Appearance, composition and characteristic dimensions of non-metallic inclusions in the samples after electrochemical dissolution

Тип	Изображение	Состав НВ	Длина НВ, мкм	Длина / Ширина	Проба
Тип I, сферические НВ		Al ₂ O ₃ ; Al ₂ O ₃ + TiO _x ; Al ₂ O ₃ + MgO + TiO _x ; Al ₂ O ₃ + MgO + TiO _x + (Ti, Nb)N, C + MnS	1,1 ~ 11,2	1,0 ~ 1,3	1 2 3 4
Тип II, пластинчатые НВ		Al ₂ O ₃	4,8 ~ 15,3	1,0 ~ 2,9	1 2
Тип III, регулярные НВ, иррегулярные НВ		Al ₂ O ₃	1,3 ~ 10,4	1,0 ~ 2,3	1 2 3 4
Тип IV, кластеры – оксиды		Al ₂ O ₃ ; Al ₂ O ₃ + TiO _x ; Al ₂ O ₃ + MgO + TiO _x ; Al ₂ O ₃ + MgO + TiO _x + (Ti, Nb)N, C + MnS	3,5 ~ 31,5	1,0 ~ 3,1	1 2 3 4
Тип V, кластеры – нитриды		(Ti, Nb)N + (Al, Mg)O	1,0 ~ 4,6	1,0 ~ 1,5	2 3 4

основным типом НВ являются алюминаты (перед отбором пробы металла в ковш был введен алюминий), то в пробе № 2 (после введения титана) основным типом НВ являются оксиды титана. В пробе № 3, отобранной из промежуточного ковша, общее содержание оксидных НВ снижается более чем на 40 ppm, при этом основным типом НВ остаются оксиды титана и комплексные НВ типа Al₂TiO₅, также присутствуют неметаллические включения сложного состава: Al₂O₃ + MgO + TiO_x, MgAl₂O₄.

После введения в металл всех присадок алюминия и титана, проба № 2 содержала наибольшее количество кислорода – 74,9 ppm в оксидных НВ. В пробе № 3, отобранной из промежуточного ковша, содержание кис-

Таблица 2

Группы неметаллических включений, содержащиеся в пробах металла

Table 2. Groups of non-metallic inclusions contained in the metal samples

Группа	Состав оксидов	T _m , К
1	Проба № 1: FeO – SiO ₂ – Al ₂ O ₃ Пробы № 2 – 4: SiO ₂ – TiO ₂ – Al ₂ O ₃	1715 ÷ 1780
2	TiO _x – Al ₂ O ₃	1785 ÷ 1899
3	Al ₂ O ₃	1915 ÷ 2006
4	Al ₂ O ₃ – MgO – TiO	2029 ÷ 2086

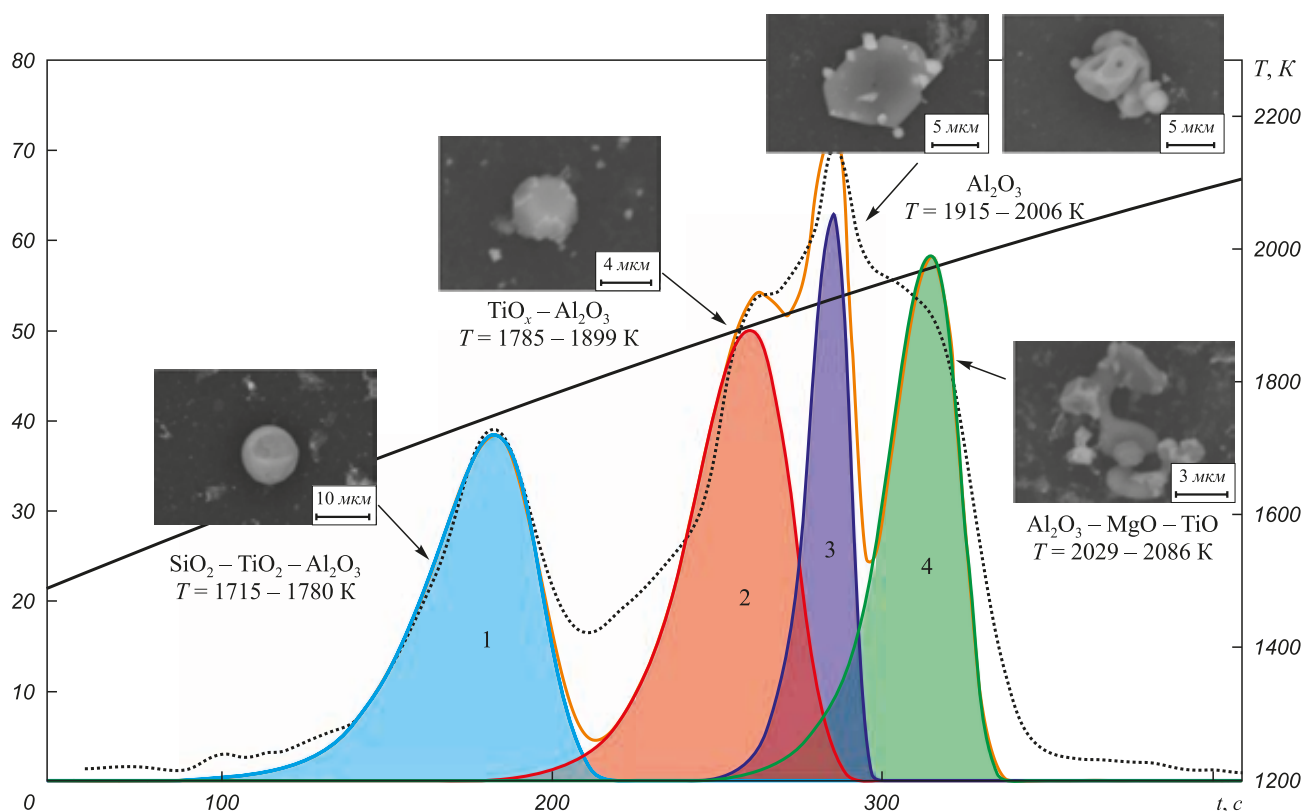


Рис. 5. Результаты определения содержания оксидных неметаллических включений в пробах металла методом ФГА и соответствие типов включений, полученных методом ЭО

Fig. 5. Results of determining the content of oxide non-metallic inclusions in metal samples by the FGA method and correspondence of the inclusions types obtained by the ED method

лорода в оксидных НВ снизилось до 33,6 ppm. В пробе № 4, отобранной от сляба, содержание кислорода в оксидах НВ составило 18,1 ppm. Суммарное содержание кислорода в группах № 3, 4 составило 4,4 ppm. Уменьшение содержания кислорода в неметаллических включениях свидетельствует о рафинировании металла от НВ в ходе технологических операций.

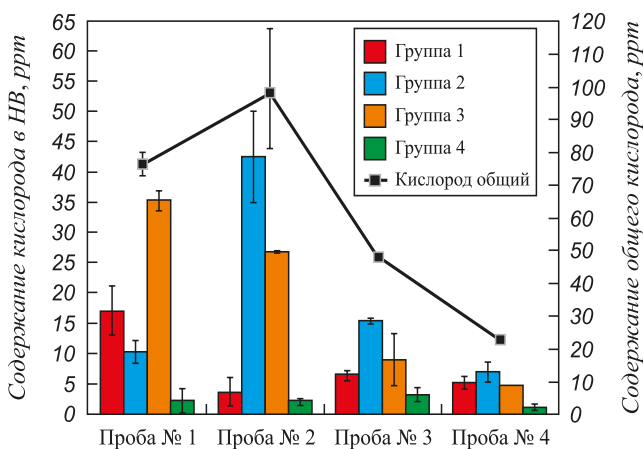


Рис. 6. Результаты исследования отобранных проб металла с помощью метода ФГА

Fig. 6. Results of the investigation of selected metal samples using the FGA method

Выводы

Проведены исследования содержания, состава, размеров и морфологии неметаллических включений в пробах металла, отобранных по всей технологической цепочке производства стали класса IF на этапах выплавки, внепечной обработки, разливки. Использованы методы количественного металлографического анализ шлифов, электрохимического осаждения с последующим рентгеновским микроанализом выделенных включений, Оже-электронной спектроскопии, фракционного газового анализа. В результате исследования по морфологическим признакам было выделено пять основных типов неметаллических включений, присутствующих в образцах металла.

Результаты анализа неметаллических включений в пробах металла, полученных методом ЭО, находятся в хорошем соответствии с результатами определения оксидных неметаллических включением методом ФГА.

Методом фракционного газового анализа установлена динамика изменения содержания различных типов оксидных неметаллических включений по ходу внепечной обработки стали. Показано, что применение метода ФГА позволяет проводить анализ причин образования НВ в металле и вносить корректирующие операции в технологический процесс.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Hideaki Kimura. Advances in high-purity IF steel manufacturing technology // Nippon steel technical report. 1994. April. No. 61. P. 65 – 69.
2. Зинько Б.Ф., Степанова А.А., Изотов А.В. Особенности технологии выплавки IF-стали со сверхнизким содержанием примесей. – В кн.: Современные достижения в металлургии и технологии производства сталей для автомобильной промышленности. Междунар. семинар 17 – 18 февраля 2004 г., Москва, 2004. С. 57 – 59, 63 – 64.
3. Родионова И., Филиппов Г. Технологические аспекты производства сталей для автомобилестроения // Национальная металлургия. 2004. № 2. С. 93 – 97.
4. Титов В. Стальной прокат для автомобильной промышленности // Национальная металлургия. 2004. № 5. С. 84 – 89.
5. Дзоценидзе Т.Д. Научные аспекты создания новых средств развития транспортной инфраструктуры, реализующих современные достижения металлургии высокопрочных сталей // Металлургия. 2008. № 5. С. 6 – 10.
6. Takechi H. Recent progress in technology for IF-Steels in Japan // Int. Forum for the Properties and Application of IF-Steels. IF-Steels 2003. P. 63 – 71.
7. Такеши Х. Результаты исследований листовой IF-стали // Современные достижения в металлургии и технологии производства сталей для автомобильной промышленности. Междунар. семинар 17 – 18 февраля 2004 г., Москва, 2004. С. 46 – 48.
8. Томас Айхерт. Внедрение технологии RH-вакуумирования стали на примере российских заводов // Металлургическое производство и технология. 2012. № 2. С. 20 – 30.
9. Колесников Ю. А., Бигеев В.А., Сергеев Д.С. Метод моделирования процесса выплавки стали в конвертере с использованием производственных данных // Изв. вуз. Черная металлургия. 2017. Т. 60. № 9. С. 698 – 705.
10. Toshio Uetani, Nagayasu Bessho. Iron and steelmaking technologies as fundamentals for the steel production // Kawasaki steel technical report. June 2001. No. 44. P. 43 – 51.
11. Zulfiadi Zulhan, Christian Schrade. Vacuum Treatment of Molten Steel: RH (Rurhstahl Heraeus) versus VTD (Vacuum Tank Degasser). 2014 SEASIS Conference and Exhibition, on May 26-29, 2014. Kuala Lumpur.
12. Ghosh Pampa, Ghosh Chiradeep, Ray R.K. Precipitation in interstitial free high strength steels // ISIJ International. 2009. Vol. 49. No. 7. P. 1080 – 1086.
13. Manish Marotrao Pande, Muxing Guo. Determination of steel cleanliness in ultra low carbon steel by pulse discrimination analysis-optical emission spectroscopy technique // ISIJ International. 2011. Vol. 51. No. 11. P. 1778 – 1787.
14. Rob Dekkers. Ph.D. Thesis. Katholieke Universiteit Leuven. Leuven, Belgium. 2002.
15. Jouni Ikäheimonen, Kauko Leiviskä, Jari Ruuska, Jarkko Matkala. Nozzle clogging prediction in continuous casting of steel // 15th Triennial World Congress on July 21 – 26, 2002. Barcelona, Spain. P. 143 – 147.
16. Tehovnik F., Burja J., Arh B., Knap M. Submerged entry nozzle clogging during continuous casting of al-killed steel // Metalurgija. 2015. No. 54 (2). P. 371 – 374.
17. Karasev A.V., Gorkusha D., Grigorovich K.V., Jönsson Pär G. Characterization of non-metallic inclusions and clusters in steels by using different modern analytical techniques // 10th International Conference CLEAN STEEL on September 18 – 20, 2018. Budapest, Hungary.
18. Богомолова Н.А. Практическая металлография: Учебник для техн. училищ. – 2-е изд., испр. – М.: Высш. школа, 1982. – 272 с.
19. Elovikov S.S. Auger electron spectroscopy // International Soros Science Education Program. 2001. Vol. 7. No. 2. P. 82 – 88.
20. ГОСТ Р ИСО 16242-2016. Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Химический анализ поверхности. Оже-электронная спектроскопия. Регистрация и представление данных. – М.: Стандартинформ, 2016.
21. Krasovskii P.V., Gruner W., Grigorovitch K.V. Comparative study of oxide speciation in steel by inert gas fusion technique // Steel Res. Int. 2006. Vol. 77. No. 1. P. 50 – 58.
22. Grigorovich K., Shibaev S.S. Optimization of the clean steels ladle treatment and non-metallic inclusion control // Metal. 2007. Vol. 5. P. 1 – 8.
23. Karasev A.V., Suito H. Analysis of size distributions of primary oxide inclusions in Fe-10 mass pct Ni-M (M = Si, Ti, Al, Zr, and Ce) alloy // Metall. Mater. Trans. B. 1999. No. 30B. P. 259 – 270.
24. Ohta H., Suito H. Characteristics of particle size distribution of deoxidation products with Mg, Zr, Al, Ca, Si/Mn and Mg/Al in Fe-10 mass % Ni alloy // ISIJ Int. 2006. No. 46 (1). P. 14 – 21.
25. Kanbe Y., Karasev A., Todoroki H., Jönsson P.G. Application of extreme value analysis for two- and three-dimensional determinations of the largest inclusion in metal samples // ISIJ Int. 2011. No. 51 (4). P. 593 – 602.

Поступила в редакцию 25 января 2019 г.
После доработки 27 марта 2019 г.
Принята к публикации 3 апреля 2019 г.

IZVESTIYA VUZOV. CHERNAYA METALLURGIYA = IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY. 2019. VOL. 62. NO. 5, pp. 345–352.

CONTENT MODIFICATION OF DIFFERENT TYPES OF NONMETALLIC INCLUSIONS DURING LOW-CARBON IF STEEL LADLE TREATMENT

D.V. Gorkusha¹, K.V. Grigorovich^{1,2}, A.V. Karasev³, O.A. Komolova^{1,2}

¹ National University of Science and Technology “MISIS” (MISIS), Moscow, Russia

² Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, RAS, Moscow, Russia

³ KTH Royal Institute of Technology, Stockholm, Sweden

Abstract. Development of advanced materials for the automotive industry allows us to produce a lighter body without losing strength characteristics of the structure. It became possible by the creation and subsequent introduction into the production of such steel grades as IF (Interstitial Free) – steel with no interstitial solute atoms to strain the solid iron lattice and IF-BH (Bake Hardening) – steel with hardening during

hot drying. The article provides a brief overview of the history of the emergence of IF steel and the current situation in the production of it in Russia. One of the quality criteria for steels of IF grades is purity of the metal by non-metallic inclusions (NMI), which negatively affect the plastic properties of the material, lead to the formation of surface defects of flat rolled products and reduce the manufacturability due to a decrease in the casting speed of steel, as they cause overgrowing of steel casting nozzles. The article presents investigation results of the content, composition, size and morphology of non-metallic inclusions (NMI) in the metal samples taken at all stages of ladle treatment and casting of IF steel grade production using quantitative metallographic analysis, electrochemical dissolution (ED) followed by X-ray microanalysis of isolated inclusions, Auger electron spectroscopy and fractional gas analysis (FGA). As a result of the analysis of inclusions in the studied samples using a scanning electron microscope, accor-

ding to morphological features, five characteristic types of inclusions were identified, which reduce the performance properties and strength characteristics of the materials produced from them. Results of the analysis of nonmetallic inclusions in metal samples obtained by the ED method are in good agreement with the results of the determination of oxide nonmetallic inclusions by the FGA method. The method of fractional gas analysis shows the dynamics of changes in the content of various types of oxide nonmetallic inclusions during the secondary (ladle) treatment of steel. It is shown that application of the FGA method allows to make analysis of causes of the harmful NMI formation in the metal and to correct operations at ladle treatment.

Keywords: IF steel, IF-BH steel, fractional gas analysis, electrolytic dissolution, ultralowcarbon steel, BH-effect, non-metallic inclusions, steel production.

DOI: 10.17073/0368-0797-2019-5-345-352

REFERENCES

- Hideaki Kimura. Advances in high-purity IF steel manufacturing technology. *Nippon steel technical report*. April 1994, no. 61, pp. 65–69.
- Zin'ko B.F., Stepanova A.A., Izotov A.V. Features of the smelting technology of IF-steel with ultralow content of impurities. In: *Sovremennye dostizheniya v metallurgii i tekhnologii proizvodstva stalei dlya avtomobil'noi promyshlennosti. Mezhdunarodnyi seminar 17–18 fevralya 2004 g., Moskva* [Modern advances in metallurgy and steel production technology for the automotive industry. Int. Seminar, 17–18 February, 2004, Moscow]. 2004, pp. 57–59; 63–64. (In Russ.)
- Rodionova I., Filippov G. Technological aspects of the production of steel for automotive industry. *Natsional'naya metallurgiya*. 2004, no. 2, pp. 93–97. (In Russ.)
- Titov V. Rolled steel for automotive industry. *Natsional'naya metallurgiya*. 2004, no. 5, pp. 84–89. (In Russ.)
- Dzotsenidze T.D. Scientific aspects of transport infrastructure development, realizing the modern achievements of high-strength steel metallurgy. *Metallurg*. 2008, no. 5, pp. 6–10. (In Russ.)
- Takechi H. Recent progress in technology for IF-Steels in Japan. *Int. Forum for the Properties and Application of IF-Steels. IF-Steels 2003*, pp. 63–71.
- Takechi H. Results of the investigation of sheet IF-steel. In: *Sovremennye dostizheniya v metallurgii i tekhnologii proizvodstva stalei dlya avtomobil'noi promyshlennosti. Mezhdunarodnyi seminar 17–18 fevralya 2004 g., Moskva* [Modern advances in metallurgy and steel production technology for the automotive industry. Int. Seminar, February 17–18, 2004, Moscow]. pp. 46–48. (In Russ.)
- Tomas Aikher. Introduction of RH-vacuum technology of steel on the example of Russian plants. *Metallurgicheskoe proizvodstvo i tekhnologiya*. 2012, no. 2, pp. 20–30. (In Russ.)
- Kolesnikov Yu.A., Bigeev V.A., Sergeev D.S. Modeling of steel-making in BOF based on physical, chemical and thermal processes. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2017, vol. 60, no. 9, pp. 698–705.
- Toshio Uetani, Nagayasu Bessho. Iron and steelmaking technologies as fundamentals for the steel production. *Kawasaki steel technical report*. June 2001, no. 44, pp. 43–51.
- Zulfiadi Zulhan, Christian Schrade. Vacuum treatment of molten steel: RH (Ruhstahl Heraeus) versus VTD (Vacuum Tank Degasser). *2014 SEAISI Conference and Exhibition, on May 26-29, 2014, Kuala Lumpur*.
- Ghosh Pampa, Chiradeep Ghosh, Ray R. K. Precipitation in interstitial free high strength steels. *ISIJ International*. 2009, vol. 49, no. 7, pp. 1080–1086.
- Manish Marotrao Pande, Muxing Guo. Determination of steel cleanliness in ultra low carbon steel by pulse discrimination analysis-optical emission spectroscopy technique. *ISIJ International*. 2011, vol. 51, no. 11, pp. 1778–1787.
- Rob Dekkers. *Ph.D. Thesis*. Katholieke Universiteit Leuven, Leuven, Belgium: 2002.
- Jouni Ikäheimonen, Kauko Leiviskä, Jari Ruuska, Jarkko Matkela. Nozzle clogging prediction in continuous casting of steel. *15th Triennial World Congress on July 21–26, 2002, Barcelona, Spain*. pp. 143–147.
- Tehovnik F., Burja J., Arh B., Knap M. Submerged entry nozzle clogging during continuous casting of al-killed steel. *Metallurgija*. 2015, no. 54 (2), pp. 371–374.
- Karasev A.V., Gorkusha D., Grigorovich K.V., Jönsson Pär G. Characterization of non-metallic inclusions and clusters in steels by using different modern analytical techniques. *10th Int. Conf. CLEAN STEEL on September 18–20, 2018, Budapest, Hungary*.
- Bogomolova N.A. *Prakticheskaya metallografiya: Uchebnik dlya tekhn. uchilishch* [Practical metallography: Textbook for tech. schools]. Moscow: Vyssh. shkola, 1982, 272 p. (In Russ.)
- Elovikov S.S. Auger electron spectroscopy. *International Soros Science Education Program*. 2001, vol. 7, no. 2, pp. 82–88.
- GOST R ISO 16242-2016 Gosudarstvennaya sistema obespecheniya edinstva izmerenii (GSI). *Khimicheskii analiz poverkhnosti. Ozhe-elektronnaya spektroskopiya. Registratsiya i predstavlenie dannykh* [GOST R ISO 16242-2016. State system for insuring the uniformity of measurements. Surface chemical analysis. Recording and reporting data in Auger electron spectroscopy (AES)]. Moscow: Standartinform, 2016. (In Russ.)
- Krasovskii P.V., Gruner W., Grigorovitch K.V. Comparative study of oxide speciation in steel by inert gas fusion technique. *Steel Res. Int.* 2006, vol.77, no. 1, pp. 50–58.
- Grigorovich K., Shibaev S.S. Optimization of the clean steels ladle treatment and non-metallic inclusion control. *Metal*. 2007, vol. 5, pp. 1–8.
- Karasev A.V., Suito H. Analysis of size distributions of primary oxide inclusions in Fe-10 mass pct Ni-M (M = Si, Ti, Al, Zr, and Ce) alloy. *Metall. Mater. Trans. B*. 1999, no. 30B, pp. 259–270.
- Ohta H., Suito H. Characteristics of particle size distribution of deoxidation products with Mg, Zr, Al, Ca, Si/Mn and Mg/Al in Fe-10 mass % Ni Alloy. *ISIJ Int.* 2006, no. 46 (1), pp. 14–21.
- Kanbe Y., Karasev A., Todoroki H., Jönsson P.G. Application of extreme value analysis for two- and three-dimensional determinations of the largest inclusion in metal samples. *ISIJ Int.* 2011, no. 51 (4), pp. 593–602.

Funding. The work was financially supported by the Russian Foundation for Basic Research in the framework of the research project No. 18-29-24146 МК.

Information about the authors:

D.V. Gorkusha, Postgraduate of the Chair of Metallurgy of Steel, New Production Technologies and Metal Protection (gorkushadmitry@gmail.com)

K.V. Grigorovich, Corresponding Member of Russian Academy of Sciences, Dr. Sci. (Eng.), Professor of the Chair of Metallurgy of Steel, New Production Technologies and Metal Protection, Head of the Laboratory of Materials Diagnostics

A.V. Karasev, Dr. Sci. (Eng.), Professor

O.A. Komolova, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Professor of the Chair of Metallurgy of Steel, New Production Technologies and Metal Protection, Senior Researcher (o.a.komolova@gmail.com)

Received January 25, 2019

Revised March 27, 2019

Accepted April 3, 2019