

ИННОВАЦИИ В МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОМ
ПРОМЫШЛЕННОМ И ЛАБОРАТОРНОМ
ОБОРУДОВАНИИ, ТЕХНОЛОГИЯХ И МАТЕРИАЛАХINNOVATION IN METALLURGICAL
INDUSTRIAL AND LABORATORY EQUIPMENT,
TECHNOLOGIES AND MATERIALS

УДК 669.18

DOI 10.17073/0368-0797-2024-4-471-480



Оригинальная статья

Original article

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ВКЛЮЧЕНИЙ В СТАЛИ

А. О. Морозов¹, О. А. Комолова¹, А. Ю. Ем¹, А. А. Жемков¹,
К. В. Григорович¹, Е. В. Якубенко², Т. И. Черкашина², А. И. Дагман²

¹ Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (Россия, 119991, Москва, Ленинский пр., 49)

² ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат» (Россия, 398040, Липецк, пл. Металлургов, 2)

✉ morozov-morozov.an@yandex.ru

Аннотация. В рамках исследования предложена методика оценки чистоты металла по неметаллическим включениям (НВ) с использованием оптико-эмиссионной спектрометрии. Для оценки содержания НВ в слябах отобраны по два столбика металла от двух слябов низколегированного металла, раскисленного алюминием. Каждый столбик поделен на семь образцов в направлении от малого радиуса непрерывнолитой заготовки к большому. На данных образцах проведены исследования по оценке загрязненности металла НВ методами количественной оптической металлографии по стандарту ASTM E1245-03, фракционного газового анализа (ФГА) и оптико-эмиссионного спектрального PDA анализа. Исследования по стандарту ASTM E1245-03 показали, что во всех образцах процентное соотношение содержания оксидов и сульфидов в среднем составляет 10 и 90 % соответственно. По результатам ФГА сделан вывод о том, что в пробах металла обоих слитков преобладают такие оксидные НВ, как алюминаты. Проведено сравнение результатов определения содержания кислорода в НВ, полученного методом ФГА, и количества попаданий искр (спарков) во включения при анализе методом PDA. Анализ зависимостей показал, что есть два четко выраженных распределения точек. Для проведения анализа методом PDA разработана программа, позволяющая определить количество НВ различных типов в образцах металла и рассчитать их объемную долю.

Ключевые слова: неметаллические включения, ASTM E1245-03, фракционный газовый анализ, PDA

Для цитирования: Морозов А.О., Комолова О.А., Ем А.Ю., Жемков А.А., Григорович К.В., Якубенко Е.В., Черкашина Т.И., Дагман А.И. Разработка методики определения содержания неметаллических включений в стали. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2024;67(4):471–480. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-4-471-480>

DEVELOPMENT OF A METHODOLOGY FOR DETERMINING THE CONTENT OF NON-METALLIC INCLUSIONS IN STEEL

A. O. Morozov¹, O. A. Komolova¹, A. Yu. Em¹, A. A. Zhemkov¹,
K. V. Grigorovich¹, E. V. Yakubenko², T. I. Cherkashina², A. I. Dagman²

¹ Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences (49 Leninskii Ave., Moscow 119991, Russian Federation)

² PJSC “Novolipetsk Metallurgical Plant” (2 Metallurgov Sqr., Lipetsk 398040, Russian Federation)

✉ morozov-morozov.an@yandex.ru

Abstract. As part of the study, a method was proposed for assessing the metal purity for non-metallic inclusions using optical emission spectrometry. To assess the content of non-metallic inclusions in the slabs, two columns of metal were selected from two slabs of low-alloy metal deoxidized with aluminum. Each column was divided into seven samples in the direction from the small radius of the continuously cast ingot to the large one. We studied these samples to assess metal contamination with non-metallic inclusions using quantitative optical metallography according to ASTM E1245-03, fractional gas analysis (FGA) and optical emission spectral analysis PDA. Analysis of the samples according to ASTM E1245-03 standard showed that in all samples the percentage of oxides and sulfides is on average 10 and 90 %, respectively.

According to the results of FGA, it was concluded that such non-metallic oxide inclusions as aluminates predominate in the metal samples of both ingots. A comparison was made between the results of the determination of oxygen in non-metallic inclusions obtained by FGA method and the number of sparks in inclusions at the analysis by PDA method; analysis of the dependencies showed that there are two clearly defined point distributions. To carry out PDA analysis, a program was developed that allows determining the number of inclusions of various types and calculate their volume fraction.

Keywords: non-metallic inclusions, ASTM E1245-03, fractional gas analysis, PDA

For citation: Morozov A.O., Komolova O.A., Em A.Yu., Zhemkov A.A., Grigorovich K.V., Yakubenko E.V., Cherkashina T.I., Dagman A.I. Development of a methodology for determining the content of non-metallic inclusions in steel. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(4):471–480. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-4-471-480>

ВВЕДЕНИЕ

Большое влияние на качество стали оказывают неметаллические включения (НВ). Присутствие НВ в готовом металле нарушает его однородность, ухудшает поверхностные свойства стали, усталостную прочность и пластические характеристики металла [1 – 3]. Неметаллические включения являются концентраторами напряжений при деформации, прокатке и штамповке стального листа, что в дальнейшем приводит к возникновению поверхностных дефектов [4 – 7]. Негативным последствием повышенного содержания НВ в стальном расплаве также является «заращение» сталеразливочных стаканов, которое сильно снижает скорость разливки и ухудшает технологичность производства [8].

На количество, форму, размер, тип оксидных НВ в стали оказывают влияние различные факторы производства:

- химический состав, окисленность, температура стали и шлака;
- химический и фракционный состав раскислителей, шлакообразующих и легирующих материалов и режим их ввода;
- режим продувки расплава инертным газом;
- технология вакуумирования;
- химический состав футеровки.

Включения, размер которых превышает 50 мкм, распределены неравномерно и их количество гораздо меньше. Однако они существенно влияют на качество готового продукта, поскольку усталостное разрушение всегда происходит в зоне крупных НВ независимо от их состава [4; 9 – 11].

Большинство исследователей считают, что НВ рассматриваются как места инициирования водородного растрескивания [12 – 14]. Существует взаимосвязь между включениями $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$, $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3$ и дефектами внутренней и внешней неравномерности металла [15; 16].

Задачей настоящего исследования является сравнение методик определения загрязненности металла НВ. Одним из самых распространенных способов количественной оценки содержания НВ в стали является металлографический анализ. Он заключается в сравнении размеров и формы найденных в металле НВ с эталонными шкалами с использованием бальных шкал

и количественной оптической микроскопии по стандарту ASTM E1245-03 с определением объемной доли и размерного распределения включений [17 – 20].

Метод фракционного газового анализа (ФГА) дает возможность определить общее содержание кислорода в различных типах оксидных НВ и их объемную долю, что обеспечивает более полную картину содержания различных типов НВ в стали [21 – 23].

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗАГРЯЗНЕННОСТИ МЕТАЛЛА НВ МЕТОДОМ ОПТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ ПО СТАНДАРТУ ASTM E1245-03

Определение загрязненности металла НВ методом оптической микроскопии по стандарту ASTM E1245-03 осуществлялось с помощью оптического микроскопа на шлифе, приготовленном надлежащим образом. Изображение фотографировали с помощью камеры. Распознавание и выделение включений основывается на разнице в интенсивности уровня серого при их сравнении друг с другом и с нетравленной матрицей. Проводимые измерения и разделения НВ зависят от природы распознанных элементов (оксиды, сульфиды) на изображении. Эти измерения проводятся на каждом выбранном поле зрения. Поверхность шлифа должна быть достаточно большой по площади (не менее 160 мм²), чтобы была возможность измерить, по крайней мере, 100 полей зрения при необходимом увеличении.

Для исследования содержания НВ отобраны по два столбика от двух непрерывнолитых заготовок. Один столбик взят из середины непрерывнолитой заготовки, другой из зоны 1/4 ширины слитка. Каждый столбик поделен на семь образцов. Схема отбора образцов представлена на рис. 1. В табл. 1 показана маркировка исследуемых образцов.

Из каждого столбика проанализированы образцы 1, 2, 4, 6, 7. Образцы 3 и 5 не исследовались.

С целью подготовки образцов для проведения оценки загрязненности металла НВ методом оптической микроскопии по стандарту ASTM E1245-03 образцы металла подвергались шлифовке и полировке для получения требуемого качества поверхности. Анализ по стандарту ASTM E1245-03 проводили на поверхности площадью 200 мм² для каждого образца.

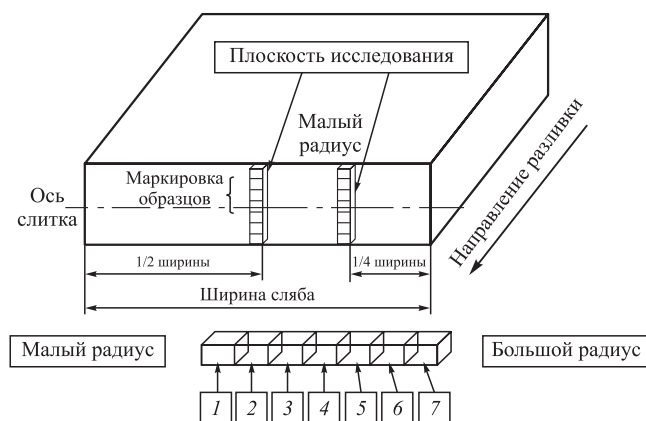


Рис. 1. Схема отбора образцов

Fig. 1. Sampling scheme

Таблица 1. Маркировка образцов

Table 1. Sample labeling

Маркировка образца	Описание образца
11X	Столбик из 1/2 ширины слэба 1, X – номер образца в столбике
12X	Столбик из 1/4 ширины слэба 1, X – номер образца в столбике
21X	Столбик из 1/2 ширины слэба 2, X – номер образца в столбике
22X	Столбик из 1/4 ширины слэба 2, X – номер образца в столбике

В результате анализа выделены два основных типа НВ: оксиды и сульфиды. Также наблюдались соединения оксидов с сульфидами в виде оксисульфидов. Данные оксисульфидные включения разделены по оттенкам серого на две части: оксидную и сульфидную. В табл. 2 представлены результаты расчета общей объемной доли НВ и отдельно объемные доли оксидных и сульфидных включений.

Результаты исследований показали, что среднее процентное содержание оксидов и сульфидов в металле по всем образцам составляет 10 и 90 % соответственно. Однако в образцах 111 и 121 относительное содержание оксидов выше (31 и 17 % сульфидов соответственно), наблюдается неравномерное распределение НВ. В образцах, расположенных ближе к малому радиусу (111, 121), также обнаружено неравномерное распределение НВ. В верхней зоне образцов установлено минимальное содержание НВ, их размер не превышает 10 мкм, а основное количество всех включений расположено ниже 1/3 по высоте образцов, т. е. верхняя 1/3 образцов по высоте чище по включениям, чем нижние 2/3. Образцы (111, 112, 121, 122, 211, 212, 221, 222), находившиеся ближе всего к малому радиусу, имели большую объемную долю НВ относительно

других образцов. На рис. 2 – 5 приведено сравнение результатов расчета объемной доли НВ, полученных при исследовании одинаковых образцов в лабораториях ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат» (НЛМК) (ЦЛК и R&D) и в лаборатории № 17 ИМЕТ РАН.

Из рис. 2 – 5 видно, что чистота металла по НВ во втором слэбе несколько выше, чем в первом. Объемная доля НВ в металле второго слэба не превышает 0,035 %, а в первом слэбе варьируется в диапазоне от 0,02 до 0,055 %. Можно сделать вывод о том, что второй слэб более однородный по содержанию НВ по всей высоте и содержит меньше включений, чем первый слэб.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗАГРЯЗНЕННОСТИ ОБРАЗЦОВ

МЕТАЛЛА НВ МЕТОДОМ ФГА

Для определения содержания оксидных НВ, образующихся в стали, проведен фракционный газовый анализ отобранных образцов металла. Метод ФГА позволяет определить в образце общее содержание кислорода и азота, количество кислорода в разных типах оксидных НВ и рассчитать объемную долю разных

Таблица 2. Объемная доля всех НВ в образцах и объемная доля оксидных и сульфидных включений, %

Table 2. Total volume fraction of non-metallic inclusions in the samples and volume fraction of oxide and sulfide inclusions, %

Проба	Общая объемная доля НВ	Оксидные НВ	Сульфидные НВ
111	0,0444	0,0139	0,0305
112	0,0447	0,0047	0,0400
114	0,0230	0,0020	0,0210
116	0,0220	0,0020	0,0200
117	0,0104	0,0007	0,0097
121	0,0553	0,0093	0,0460
122	0,0391	0,0031	0,0360
124	0,0379	0,0029	0,0350
126	0,0286	0,0026	0,0260
127	0,0219	0,0019	0,0200
211	0,0274	0,0024	0,0250
212	0,0298	0,0018	0,0280
214	0,0215	0,0025	0,0190
216	0,0265	0,0025	0,0240
217	0,0200	0,0020	0,0180
221	0,0250	0,0020	0,0230
222	0,0264	0,0014	0,0250
224	0,0292	0,0022	0,0270
226	0,0204	0,0024	0,0180
227	0,0186	0,0016	0,0170

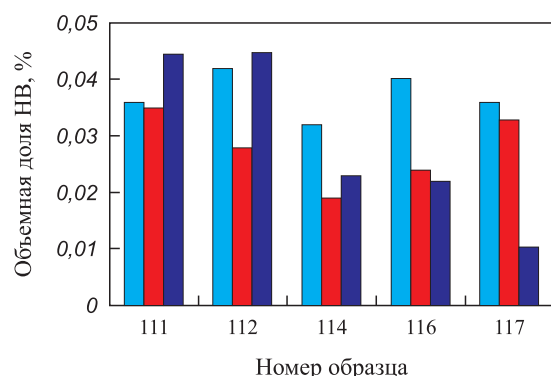


Рис. 2. Сравнения результатов расчета объемных долей НВ для образцов, отобранных от центрального столбика слитка 1:

■ – ЦЛК; ■ – R&D; ■ – Лаборатория № 17

Fig. 2. Comparison of the results of calculating the volume fractions of non-metallic inclusions for the samples from the central column of 1 ingot:

■ – PCL; ■ – R&D; ■ – Laboratory No. 17

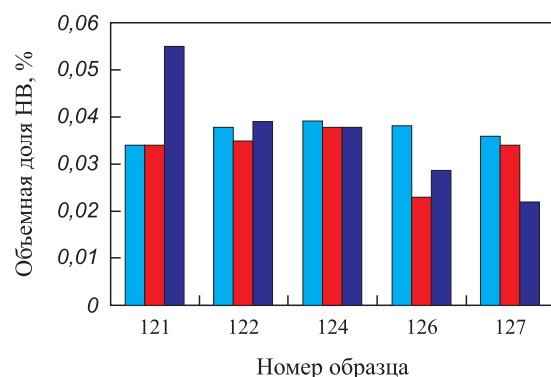


Рис. 3. Сравнения результатов расчета объемных долей НВ для образцов, отобранных от крайнего столбика слитка 1:

■ – ЦЛК; ■ – R&D; ■ – Лаборатория № 17

Fig. 3. Comparison of the results of calculating the volume fractions of non-metallic inclusions for the samples from the outer column of 1 ingot:

■ – PCL; ■ – R&D; ■ – Laboratory No. 17

типов оксидных НВ. Главным достоинством метода ФГА является то, что анализ обеспечивает оперативное получение информации о содержании общего кислорода и азота в металле, а также кислорода, распределенного в разных типах оксидных НВ.

Фракционный газовый анализ представляет собой модификацию метода восстановительного плавления в графитовом тигле в токе несущего газа при заданной линейной скорости нагрева образца. Анализ основан на различии температурных зависимостей термодинамической прочности оксидов, в которых находится основная часть связанного в металле кислорода. При повышении температуры расплава оксиды восстанавливаются углеродом, а кислород экстрагируется из расплава в виде оксида углерода по реакции

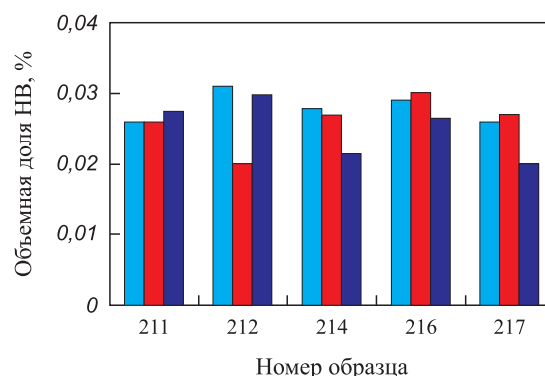


Рис. 4. Сравнения результатов расчета объемных долей НВ для образцов, отобранных от центрального столбика слитка 2:

■ – ЦЛК; ■ – R&D; ■ – Лаборатория № 17

Fig. 4. Comparison of the results of calculating the volume fractions of non-metallic inclusions for the samples from the central column of 2 ingot:

■ – PCL; ■ – R&D; ■ – Laboratory No. 17

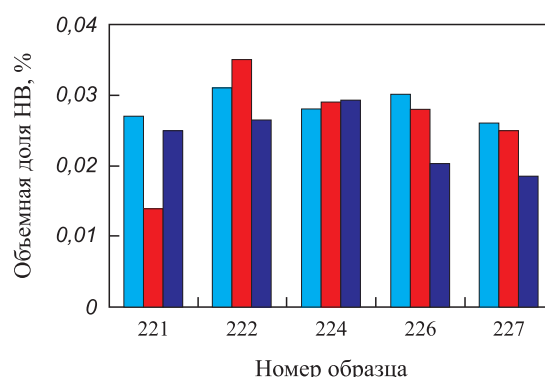


Рис. 5. Сравнения результатов расчета объемных долей НВ для образцов, отобранных от крайнего столбика слитка 2:

■ – ЦЛК; ■ – R&D; ■ – Лаборатория № 17

Fig. 5. Comparison of the results of calculating the volume fractions of non-metallic inclusions for the samples from the outer column of 2 ingot:

■ – PCL; ■ – R&D; ■ – Laboratory No. 17

Восстановление оксидных НВ, содержащихся в металле, представляет сложный процесс, включающий несколько стадий:

- плавление образца и растекание расплава по графитовому тиглю;
- диффузия углерода из графитового тигля в материал образца;
- диссоциация и восстановление оксидных включений углеродом в расплаве с образованием молекул и пузырьков CO;
- внутренний массоперенос продуктов реакции к поверхности образца;
- отвод продуктов реакции от реакционной поверхности и массоперенос в газовой фазе.

Типичная кривая интенсивности выделения двуокиси углерода из образца металла в зависимости от температуры расплава представлена на рис. 6. Резуль-

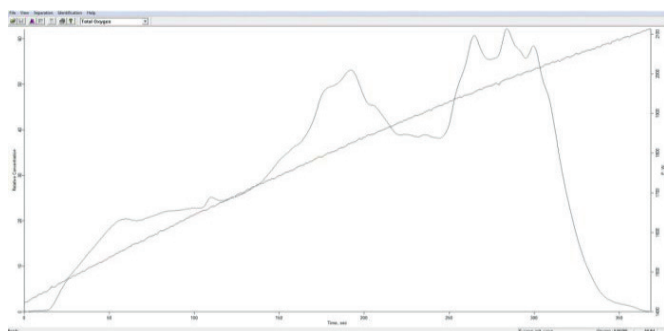


Рис. 6. Кривая газовыделения из образца (эволюграмма)

Fig. 6. Gas emission curve from the sample (evologram)

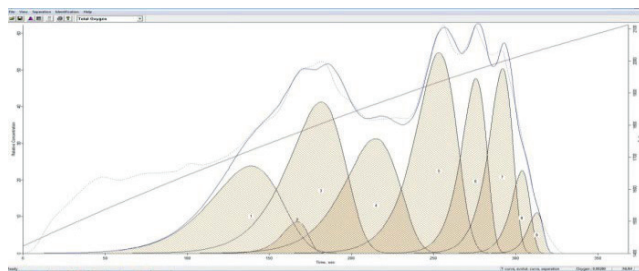


Рис. 7. Обработка результатов ФГА в программе Oxide Separation Pro

Fig. 7. Processing PGA results in Oxide Separation Pro program

таты ФГА, обработанные при помощи оригинального программного обеспечения Oxide Separation Pro, показаны на рис. 7.

Для проведения исследований методом ФГА от каждой пробы металла вырезались по три образца мас-

сой 1,0 – 1,5 г. Их поверхность зачищалась напильником для того, чтобы убрать оксидную пленку и загрязнения. После механической очистки образцы промывали спиртом и высушивали. Результаты ФГА представлены на рис. 8 – 11.

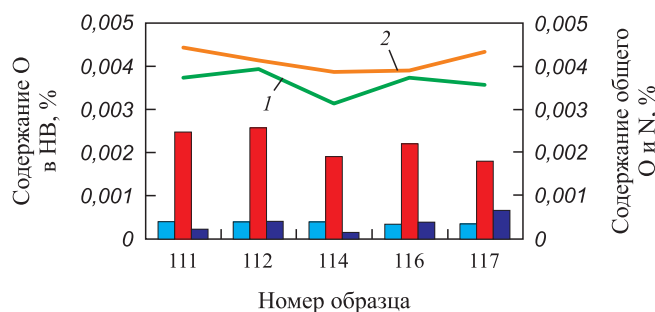


Рис. 8. Результаты ФГА образцов от центрального столбика слитки 1:

■ – силикаты; ■ – алюминаты; ■ – шпинель;
1 – кислород; 2 – азот

Fig. 8. FGA results of the samples from the central column of ingot 1:

■ – silicates; ■ – aluminates; ■ – spinel;
1 – oxygen; 2 – nitrogen

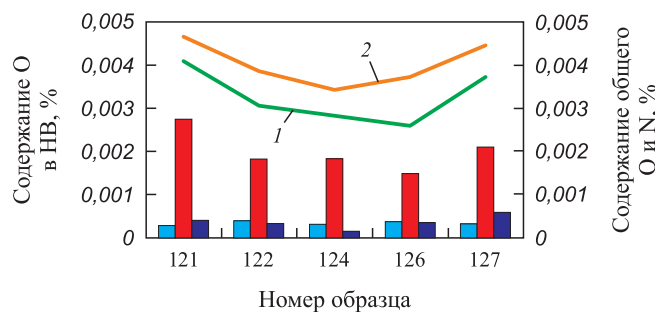


Рис. 9. Результаты ФГА образцов крайнего столбика (1/4 ширины) слитки 1:

■ – силикаты; ■ – алюминаты; ■ – шпинель;
1 – кислород; 2 – азот

Fig. 9. FGA results of the samples from the outer column (1/4 width) of ingot 1:

■ – silicates; ■ – aluminates; ■ – spinel;
1 – oxygen; 2 – nitrogen

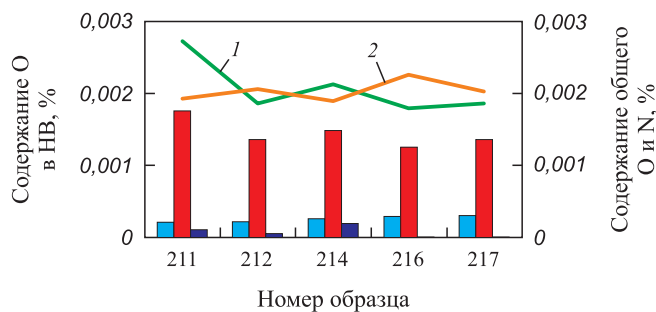


Рис. 10. Результаты ФГА образцов центрального столбика слитки 2:

■ – силикаты; ■ – алюминаты; ■ – шпинель;
1 – кислород; 2 – азот

Fig. 10. FGA results of the samples from the central column of ingot 2:

■ – silicates; ■ – aluminates; ■ – spinel;
1 – oxygen; 2 – nitrogen

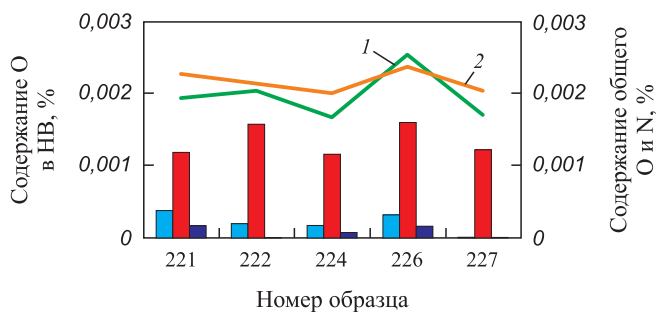


Рис. 11. Результаты ФГА образцов крайнего столбика (1/4 ширины) слитки 2:

■ – силикаты; ■ – алюминаты; ■ – шпинель;
1 – кислород; 2 – азот

Fig. 11. FGA results of the samples from the outer column (1/4 width) of ingot 2:

■ – silicates; ■ – aluminates; ■ – spinel;
1 – oxygen; 2 – nitrogen

Таблица 3. Средние значения и СКО общего кислорода и азота, кислорода в НВ для слитков 1 и 2, %

Таблица 3. Average values and SD of total oxygen and nitrogen, oxygen in non-metallic inclusions for ingots 1 and 2, %

Слиток	O	O (СКО)	N	N (СКО)	O в НВ	O в НВ (СКО)
1	0,0034	0,0005	0,0041	0,0004	0,0028	0,0004
2	0,0020	0,0004	0,0021	0,0002	0,0016	0,0002

В табл. 3 представлены средние значения и среднее квадратичное отклонение (СКО) общего кислорода и азота, а также кислорода в НВ для образцов слитков 1 и 2.

Из результатов ФГА можно сделать вывод, что в пробах металла обоих слитков преобладают такие оксидные НВ, как алюминаты (рис. 8 – 11). На рис. 8, 9 для слитка 1 наблюдается динамика увеличения содержания шпинелей от центральной части столбцов (пробы 114, 124) к большому радиусу слитка (пробы 116, 117 и 126, 127). В пробах слитка 2 (рис. 10, 11), в отличие от проб слитка 1, практически отсутствуют включе-

ния типа шпинели. Среднее содержание общего кислорода в слитке 1 составляет 0,0036 % для образцов 11X и 0,0033 % для образцов 12X. Среднее содержание азота – 0,0041 и 0,0040 % соответственно. В слитке 2 среднее содержание общего кислорода составляет 0,0021 % для образцов 21X и 0,0020 % для образцов 22X. Среднее содержание азота – 0,0020 и 0,0022 % соответственно.

Исходя из результатов средних содержаний кислорода, азота и кислорода в НВ, можно сделать вывод, что слиток 2 чище, чем слиток 1. Это соответствует результатам, полученным при расчете объемных долей включений металлографическим методом. На рис. 12 и 13 представлены корреляции между содержанием кислорода в НВ, полученным методом ФГА в исследованных образцах, и количеством попаданий искр (спарков) во включения при анализе методом оптико-эмиссионного спектрального PDA анализа для одинаковых образцов на двух различных спектрометрах (R&D и ЦЛК). На рис. 14 представлена корреляция между общим содержанием кислорода в НВ и содержанием кислорода в алюминатах, полученных методом ФГА. На рис. 15 показана корреляция между содержанием кислорода в НВ, полученного методом ФГА, и содержанием оксидов, полученного при анализе шлифов на оптическом микроскопе по стандарту ASTM E1245-03 в лаборатории № 17.

На рис. 12, 13 выделены две области точек. Первой области соответствуют результаты определений на слитке 2, второй – на слитке 1.

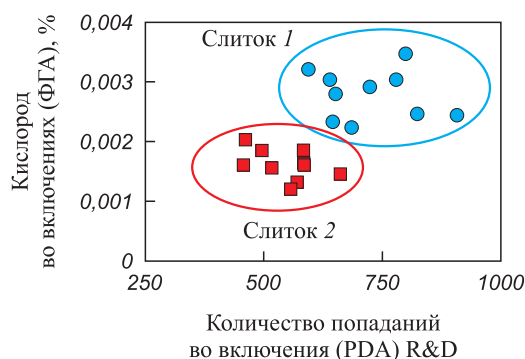


Рис. 12. Корреляция между содержанием кислорода в НВ, полученного методом ФГА, и количеством попаданий спарков во включения методом PDA (R&D) для образцов разных слитков

Fig. 12. Correlation between the oxygen content in non-metallic inclusions obtained by FGA method and number of sparks in inclusions by PDA (R&D) method for the samples of different ingots

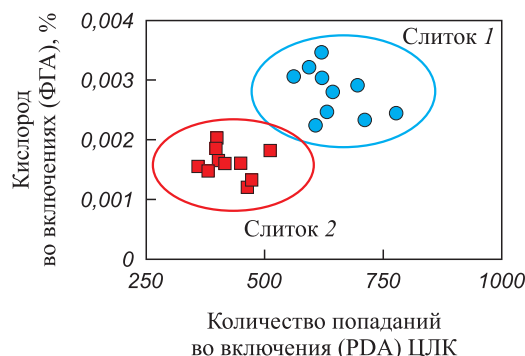


Рис. 13. Корреляция между содержанием кислорода в НВ, полученного методом ФГА, и количеством попаданий спарков во включения методом PDA (ЦЛК) для образцов разных слитков

Fig. 13. Correlation between oxygen content in non-metallic inclusions obtained by FGA method and number of sparks in inclusions by PDA method (Plant Central Laboratory – PCL)

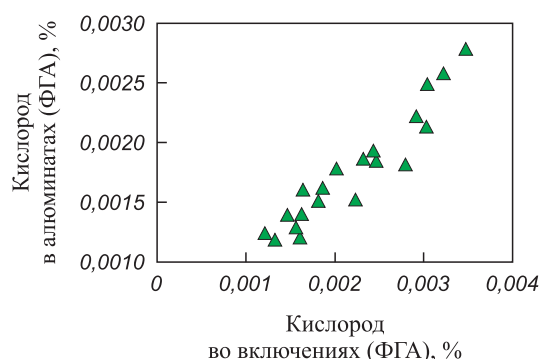


Рис. 14. Корреляция между общим содержанием кислорода в НВ и количеством кислорода, содержащегося в алюминатах, полученных методом ФГА

Fig. 14. Correlation between oxygen content in non-metallic inclusions and amount of oxygen in aluminates obtained by FGA method

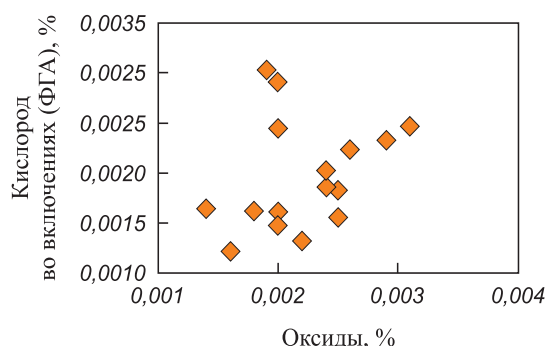


Рис. 15. Корреляция между общим содержанием кислорода в НВ, полученного методом ФГА и содержанием оксидов, полученного методом ASTM в лаборатории № 17

Fig. 15. Correlation between oxygen content in non-metallic inclusions obtained by FGA method and content of oxides obtained by ASTM method in Laboratory No. 17

Между содержанием кислорода в НВ и количеством кислорода, содержащегося в алуминатах, полученных методом ФГА, наблюдается четкая корреляция (рис. 14).

Проведен анализ массива результатов спектрального анализа образцов металла на спектрометрах. В файлах отображаются интенсивности излучения спектральных длин волн различных элементов для каждого спарка ($I_{эл}$).

На основании результатов оценки загрязненности металла НВ по стандарту ASTM E1245-03 найдено корреляционное уравнение, которое связывает площадь НВ с $I_{эл}$.

На основании полученного уравнения рассчитаны объемные доли НВ для исследуемых образцов.

Все варианты расчета сопоставлены с результатами определения объемной доли НВ с помощью оптической микроскопии (ОД-НВ – общая объемная доля НВ по результатам обработки данных спектрального анализа двух спектрометров на предприятии) (рис. 16).

Из рис. 16 видно, что результаты определения объемной доли НВ в образцах металла по стандарту ASTM E1245-03 и методом PDA согласуются. Данные анализов образцов металла показывают значимое различие содержания НВ в различных частях слывов.

Выводы

Исследования методами количественной оптической металлографии по стандарту ASTM E1245-03 показали, что во всех образцах процентное соотношение содержания оксидов и сульфидов в общей объемной доле в среднем составляет 10 и 90 % соответственно. Однако в образцах 111 и 121 содержание оксидов выше и составляет 31 и 17 % соответственно, также в данных образцах наблюдается неравномерное распределение НВ. В образцах, расположенных ближе к малому радиусу (111, 121), установлено неравномерное распределение НВ. В верхней зоне образцов обнаружено минимальное содержание НВ, их размер не превышает 10 мкм, а основное количество всех включений расположено ниже 1/3 по высоте образцов, т. е. верхняя 1/3 образцов по высоте чище по включениям, чем нижние 2/3.

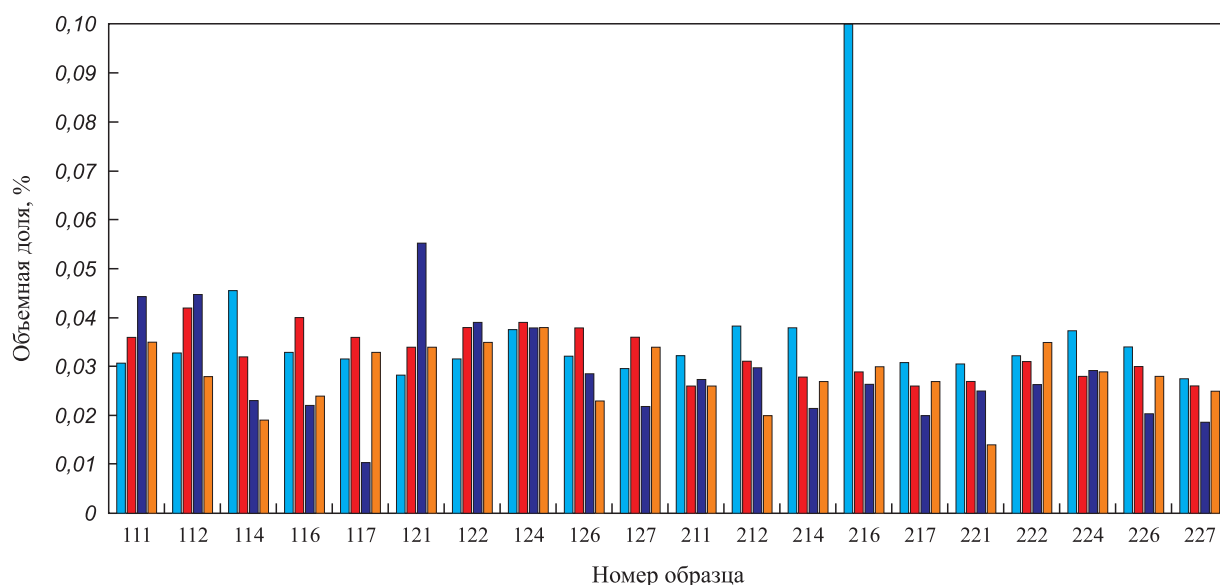


Рис. 16. Сравнение результатов определения объемной доли НВ по стандарту ASTM E1245-03 (ЦЛК, лаборатория № 17, R&D) и методом PDA (ОД-НВ, %):

■ – ОД НВ; ■ – ЦЛК; ■ – лаборатория № 17; ■ – R&D

Fig. 16. Comparison of the results of determining the volume fraction of non-metallic inclusions according to ASTM E1245-03 standard (PCL – Laboratory No. 17, R&D) and by PDA method (total volume fraction of non-metallic inclusions, %):

■ – VF of NMI; ■ – PCL; ■ – Laboratory No. 17; ■ – R&D

Образцы (111, 112, 121, 122, 211, 212, 221, 222), находящиеся ближе всего к малому радиусу разливки, по сравнению с другими имеют наибольшую объемную долю НВ. Установлены общие объемные доли НВ в образцах и отдельно объемные доли оксидных и сульфидных включений.

Сравнения результатов определения объемной доли НВ методами количественной оптической металлографии по стандарту ASTM E1245-03 сотрудниками ЦЛК, R&D и лаборатории № 17 показало хорошую сходимость результатов измерений.

Для нахождения содержания основных типов оксидных НВ в различных частях слябов проведен ФГА отобранных образцов металла. По результатам анализа сделан вывод о том, что в пробах металла обоих слитков преобладают такие оксидные НВ, как алюминаты.

Для слитка 1 наблюдается динамика увеличения содержания шпинелей от центральной части столбцов (пробы 114, 124) к большому радиусу слитка (пробы 116, 117 и 126, 127). Установлено, что в пробах слитка 2, в отличие от проб слитка 1, практически отсутствуют включения типа шпинели. Среднее содержание общего кислорода в слитке 1 составляет 0,0036 % для образцов 11X и 0,0033 % для образцов 12X, среднее содержание азота – 0,0041 и 0,0040 % соответственно. Среднее содержание общего кислорода в слитке 2 составляет 0,0021 % для образцов 21X и 0,0020 % для образцов 22X, среднее содержание азота – 0,0020 и 0,0022 % соответственно. Исходя из данных средних содержаний кислорода, азота и кислорода в НВ можно сделать вывод, что слиток 2 значительно чище по оксидным НВ, чем слиток 1.

Проведено сравнение результатов определения кислорода в НВ, полученного методом ФГА, и количества попаданий спарков во включения при анализе методом оптико-эмиссионного спектрального анализа PDA (по данным R&D и ЦЛК ПАО «НЛМК»). Анализ зависимостей показал, что имеются два четко выраженных распределения точек. Первому распределению точек соответствует слиток 2, второму – слиток 1. По результатам исследований также наблюдается четкая корреляция между содержанием кислорода в НВ и количеством кислорода, содержащегося в алюминатах, полученных методом ФГА.

Выполнен анализ массива результатов спектрального анализа отобранных образцов металла, полученных на спектрометре цеха. Для проведения анализа разработано программное обеспечение, позволяющее определить количество включений различных типов и рассчитать их объемную долю НВ. Показана хорошая сходимость результатов анализа проб металла методом оптико-эмиссионного спектрального анализа PDA и методами количественной оптической металлографии по стандарту ASTM E1245-03.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Xue H.B., Cheng Y.F. Characterization of inclusions of X80 pipeline steel and its correlation with hydrogen-induced cracking. *Corrosion Science*. 2011;53(4):1201–1208. <http://dx.doi.org/10.1016/j.corsci.2010.12.011>
2. Huang F., Liu J., Deng Z.Y., Cheng J.H., Lu Z.H., Li X.G. Effect of microstructure and inclusions on hydrogen induced cracking susceptibility and hydrogen trapping efficiency of X120 pipeline steel. *Materials Science and Engineering*. 2010;527(26):6997–7001. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2010.07.022>
3. Kim W.K., Koh S.U., Yang B.Y., Kim K.Y. Effect of environmental and metallurgical factors on hydrogen induced cracking of HSLA steels. *Corrosion Science*. 2008;50(12):3336–3342. <https://doi.org/10.1016%2Fj.corsci.2008.09.030>
4. Bate P.S. Texture development in the cold rolling of IF steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2004;380(1-2):365–377. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.04.007>
5. Ma J., Zhang B., Xu D., Han E., Ke W. Effects of inclusion and loading direction on the fatigue behavior of hot rolled low carbon steel. *International Journal of Fatigue*. 2010;32(7):1116–1125. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2009.12.005>
6. Ikäheimonen J., Leiviskä K., Ruuska J., Matkala J. Nozzle clogging prediction in continuous casting of steel. In: *15th Triennial World Congress, July 21–26 Barcelona, Spain*. 2002:143–147.
7. Tehovnik F., Burja J., Arh B., Knap M. Submerged entry nozzle clogging during continuous casting of al-killed steel. *Metallurgija*. 2015;54(2):371–374.
8. Щукина Л.И., Туваев В.Ф., Комолова О.А., Григорович К.В. Исследование причин снижения разливаемости листовой стали на отечественных предприятиях. *Материалы XV Международного конгресса сталеплавыльщиков. Конгресс металлургов*. 2018:357–362.
9. Xiaolei Z., Zhe S., Guifang Z. The evolution of non-metallic inclusions in IF steel. *Applied Mechanics and Materials*. 2015;696:62–65. <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.696.62>
10. Зайцев А.И., Родионова И.Г., Хорошилов А.Д., Мезин Ф.И., Семернин Г.В., Мишнев П.А., Жиронкин М.В., Бикин К.Б. Анализ возникновения поверхностных дефектов в холоднокатаных изделиях из IF-сталей. *Электрометаллургия*. 2012;(7):36–40. Zaitsev A.I., Rodionova I.G., Khoroshilov A.D., Mezin F.I., Semernin G.V., Mishnev P.A., Zhironkin M.V., Bikin K.B. Analysis of surface defects occurrence in cold-rolled products from IF-steels. *Elektrometallurgiya*. 2012;(7):36–40. (In Russ.).
11. Shiozawa K., Lu L. Effect of non-metallic inclusion size and residual stresses on gigacycle fatigue properties in high strength steel. *Advanced Materials Research*. 2008;44–46:33–42. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.44-46.33>
12. Liu Z.Y., Li X. G., Du C. W., Lu L., Zhang Y. R., Cheng Y.F. Effect of inclusions on initiation of stress corrosion cracks in X70 pipeline steel in an acidic soil environment. *Corrosion Science*. 2009;51(4):895–900. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2009.01.007>
13. Maiti R., Hawbolt E.B. The effect of inclusion parameters on the fracture toughness of two X-70 Pipeline steels. *Journal of*

- Materials for Energy Systems*. 1985;6(4):242–250.
<https://doi.org/10.1007/BF02833513>
14. Dong C.F., Liu Z.Y., Li X.G., Cheng Y.F. Effects of hydrogen-charging on the susceptibility of X100 pipeline steel to hydrogen-induced cracking. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2009;34(24):9879–9884.
<https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2009.09.090>
 15. Li B.S., Zhu H.Y., Xue Z.L., Qin Z.F., Sun J. Analysis of inner fold and bulge defects on J55 steel for oil casing pipe. *AIP Advances*. 2019;9:085109.
<http://dx.doi.org/10.1063/1.5100889>
 16. Zhu H.Y., Wang L.Q., Li J.L., Zhao J.X., Yu Y. Effects of metallurgical factors on reticular crack formations in Nb-bearing pipeline steel. *High Temperature Materials and Processes*. 2020;39(1):81–87.
<http://dx.doi.org/10.1515/htmp-2020-0043>
 17. Vander-Voort G.F. Materials Characterization. “Image Analysis”: Metals Handbook. ASM, Metals Park, OH; 1986;10(9):309–322.
 18. 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. *Metallurgical and Materials Transactions B*. 1999;30(2):259–270.
<https://doi.org/10.1007/s11663-999-0055-0>
 19. Ohta H., Suito H. Characteristics of particle size distribution of deoxidation products with Mg, Zr, Al, Ca, Si/Mn and Mg/Al in Fe10 mass % Ni alloy. *ISIJ International*. 2006;46(1):14–21.
<http://dx.doi.org/10.2355/isijinternational.46.14>
 20. 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 International*. 2011;51(4):593–602.
<http://dx.doi.org/10.2355/isijinternational.51.593>
 21. Pande M.M., Guo M. Determination of steel cleanliness in ultra-low carbon steel by pulse discrimination analysis optical emission spectroscopy technique. *ISIJ International*. 2011;51(11):1778–1787.
<http://dx.doi.org/10.2355/isijinternational.51.1778>
 22. Горкуша Д.В., Григорович К.В., Карасев А.В., Комолова О.А. Изменение содержания различных типов неметаллических включений при обработке низкоуглеродистой стали в ковше. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2019;62(5):345–352.
<http://dx.doi.org/10.17073/0368-0797-2019-5-345-352>
 23. Komolova O.A., Grigorovich K.V. Mathematical models, algorithms and software for dynamic simulation of ladle treatment technology. *Metallurgia Italiana*. 2019;111(3):20–24.

Сведения об авторах

Information about the Authors

Антон Олегович Морозов, младший научный сотрудник лаборатории диагностики материалов, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН

ORCID: 0000-0002-0810-4088

E-mail: morozov-morozov.an@yandex.ru

Ольга Александровна Комолова, к.т.н., старший научный сотрудник лаборатории диагностики материалов, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН

ORCID: 0000-0001-9517-8263

E-mail: o.a.komolova@gmail.com

Антон Юрьевич Ем, младший научный сотрудник лаборатории диагностики материалов, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН

ORCID: 0000-0002-9743-5996

E-mail: tony.yem1994@gmail.com

Антон Алексеевич Жемков, младший научный сотрудник лаборатории диагностики материалов, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН

E-mail: zhemkov96@mail.ru

Константин Всеволодович Григорович, академик РАН, д.т.н., заведующий лабораторией диагностики материалов, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН

ORCID: 0000-0002-5669-4262

E-mail: grigorov@imet.ac.ru

Елена Всеволодовна Якубенко, начальник отдела, ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат»

E-mail: yakubenko_ev@nlmk.com

Татьяна Игоревна Черкашина, начальник лаборатории, ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат»

E-mail: cherkashina_ti@nlmk.com

Anton O. Morozov, Junior Researcher of the Laboratory of Materials Diagnostics, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0002-0810-4088

E-mail: morozov-morozov.an@yandex.ru

Ol'ga A. Komolova, Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher of the Laboratory of Materials Diagnostics, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0001-9517-8263

E-mail: o.a.komolova@gmail.com

Anton Yu. Em, Junior Researcher of the Laboratory of Materials Diagnostics, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0002-9743-5996

E-mail: tony.yem1994@gmail.com

Anton A. Zhemkov, Junior Researcher of the Laboratory of Materials Diagnostics, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences

E-mail: zhemkov96@mail.ru

Konstantin V. Grigorovich, Academician, Dr. Sci. (Eng.), Head of the Laboratory of Materials Diagnostics, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0002-5669-4262

E-mail: grigorov@imet.ac.ru

Elena V. Yakubenko, Head of the Department, PJSC “Novolipetsk Metallurgical Plant”

E-mail: yakubenko_ev@nlmk.com

Tat'yana I. Cherkashina, Head of the Laboratory, PJSC “Novolipetsk Metallurgical Plant”

E-mail: cherkashina_ti@nlmk.com

Алексей Алексей Дагман, руководитель экспертного направления дирекции по разработке новых технологий процесса, ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат»
E-mail: dagman_ai@nlmk.com

Aleksei I. Dagman, Cand. Sci. (Eng.), Head of the Expert Direction of the Directorate of Development of New Process Technologies, PJSC "Novolipetsk Metallurgical Plant"
E-mail: dagman_ai@nlmk.com

Вклад авторов

Contribution of the Authors

А. О. Морозов – проведение исследования методом оптической микроскопии по стандарту ASTM E1245-03, подготовка текста, формирование выводов.

О. А. Комолова – разработка алгоритма и программного обеспечения обработки интенсивностей излучения элементов, корректировка текста.

А. Ю. Ем – проведение исследования методом фракционного газового анализа.

А. А. Жемков – проведение исследования методом фракционного газового анализа.

К. В. Григорович – научное руководство, анализ результатов исследований, доработка текста, корректировка выводов.

Е. В. Якубенко – проведение исследований методом оптико-эмиссионного спектрального анализа.

Т. И. Черкашина – проведение исследований методом оптико-эмиссионного спектрального анализа.

А. И. Дагман – организация работ, анализ результатов исследований.

A. O. Morozov – conducting research by optical microscopy according to ASTM E1245-03 standard, preparing text, forming conclusions.

O. A. Komolova – development of an algorithm and software for processing the radiation intensities of elements, text correction.

A. Yu. Em – conducting research by fractional gas analysis.

A. A. Zhemkov – conducting research by fractional gas analysis.

K. V. Grigorovich – scientific guidance, analysis of research results, text revision, correction of conclusions.

E. V. Yakubenko – conducting research using optical emission spectral analysis.

T. I. Cherkashina – conducting research using optical emission spectral analysis.

A. I. Dagman – work organization, analysis of research results.

Поступила в редакцию 14.03.2024

После доработки 30.06.2024

Принята к публикации 05.07.2024

Received 14.03.2024

Revised 30.06.2024

Accepted 05.07.2024