

ISSN 1995-2732 (Print), 2412-9003 (Online)
УДК 621.77
DOI: 10.18503/1995-2732-2022-20-4-95-101



РАЗРАБОТКА НОВОГО ПОКАЗАТЕЛЯ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА МЕТАЛЛОПРОКАТА ДЛЯ ЭМАЛИРОВАНИЯ И МЕТОДИКИ ЕГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Голубчик Э.М., Чикишев Д.Н.

Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова, Магнитогорск, Россия

Аннотация. Современный рынок материалов диктует необходимость поддержания устойчивого баланса интересов производителей и потребителей. Это особенно актуально при освоении процессов производства изделий, обладающих повышенным уровнем потребительских свойств. Одним из высокорентабельных видов холоднокатаной металлопродукции является прокат, производимый для эмалирования из стали марки 08ЮР. Требования потребителей к такой продукции предусматривают исключение появления дефекта «рыбья чешуя» в готовом эмалированном изделии. В отечественной практике для оценки вероятности появления данного дефекта применяется показатель водородного охрупчивания, который регламентируется нормативными документами. В то же время существующий показатель оценки качества металлопроката не в полной мере характеризует склонность проката к возникновению дефекта «рыбья чешуя», что связано с особенностями методики его определения, в том числе из-за влияния человеческого фактора. Учеными ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова» (ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова») совместно со специалистами ПАО «Магнитогорский металлургический комбинат» (ПАО «ММК») был предложен новый показатель качества металлопроката для эмалирования – объемная доля структурно-свободного цементита, который позволяет оценить склонность проката к образованию «рыбьей чешуи», а также была разработана методика его определения. Разработанный показатель позволяет однозначно судить о склонности металлопроката к наводороживанию и в полной мере коррелирует со значениями показателя водородного охрупчивания. Определены границы значений данного показателя, исключающие формирование дефекта в эмалированном изделии. На основе разработанной методики были выявлены коренные причины появления дефекта «рыбья чешуя» и определены пути его минимизации в технологии производства проката для эмалирования. В частности, при организации процесса горячей прокатки предложены новые технологические решения по охлаждению поверхности металла на отводящем рольганге стана горячей прокатки. Разработанная новая сквозная технология производства металлопроката из стали марки 08ЮР обеспечивает выход годной продукции на уровне 99,8%.

Ключевые слова: холоднокатаный металлопрокат, эмалирование, микроструктура, свойства, наводороживание, качество

© Голубчик Э.М., Чикишев Д.Н., 2022

Для цитирования

Голубчик Э.М., Чикишев Д.Н. Разработка нового показателя оценки качества металлопроката для эмалирования и методики его определения. // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2022. Т. 20. №4. С. 95-101. <https://doi.org/10.18503/1995-2732-2022-20-4-95-101>



Контент доступен под лицензией Creative Commons Attribution 4.0 License.
The content is available under Creative Commons Attribution 4.0 License.

DEVELOPMENT OF A NEW INDICATOR FOR ASSESSING THE QUALITY OF ROLLED STEEL PRODUCTS FOR ENAMELING AND METHODS FOR ITS DETERMINATION

Golubchik E.M., Chikishev D.N.

Nosov Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk, Russia

Abstract. The current materials market dictates the need for maintaining an acceptable balance of interests between producers and consumers. This is especially true when mastering the production processes of products with an increased level of consumer properties. One of the highly profitable types of cold-rolled steel products is rolled products for enameling from 08YuR steel grade (as per the Russian Standard). Consumer requirements for such products provide for the exclusion of a “fish scale” defect in the finished enameled product. In Russian practice, to assess the probability of this defect, the hydrogen embrittlement (HE) index is used as stated in the regulatory documents. At the same time, the existing quality assessment indicator for rolled steel products does not fully characterize the tendency of rolled products to develop the “fish scale” defect, which is attributed to the peculiarities of the methods for its determination, including the influence of the human factor. Scientists of Nosov Magnitogorsk State Technical University (NMSTU) and specialists of PJSC Magnitogorsk Iron and Steel Works (PJSC MMK) proposed a new indicator of the quality of rolled steel products for enameling, namely the volume fraction of structurally free cementite, to assess the tendency of rolled products to cause “fish scales”, and developed the methods for its determination. The developed indicator contributes to forming a clear opinion on the tendency of rolled steel products to hydrogen trapping and fully correlates with the hydrogen embrittlement values. The authors determined the threshold range of such values, excluding the defect in the enameled product. The developed methodology served as a basis for identifying root causes for the “fish scale” defect and ways to minimize it, when manufacturing rolled products for enameling. In particular, when organizing the hot rolling process, new technological solutions were proposed for cooling the steel surface on the discharge roller table of a hot rolling mill. The developed new end-to-end technology for rolled steel products from 08YuR steel grade (as per the Russian Standard) ensures the yield of 99.8%.

Keywords: cold rolled steel products, enameling, microstructure, properties, hydrogen trapping, quality

For citation

Golubchik E.M., Chikishev D.N. Development of a New Indicator for Assessing the Quality of Rolled Steel Products for Enameling and Methods for Its Determination. *Vestnik Magnitogorskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta im. G.I. Nosova* [Vestnik of Nosov Magnitogorsk State Technical University]. 2022, vol. 20, no. 4, pp. 95-101. <https://doi.org/10.18503/1995-2732-2022-20-4-95-101>

Введение

В условиях нестабильной экономической ситуации в мире, с учетом наметившегося переизбытка товарной продукции, существенным двигателем дальнейшего развития конкурентных преимуществ производителей становится возможность последних оперативно и адекватно реагировать на настроения рынка. Причем в последние годы при постоянно изменяющейся конъюнктуре потребительского рынка наиболее приемлемой для развития производства, в частности в металлургии, и повышения эффективности при проведении различного рода реконструкций либо модернизаций предприятий становится концепция освоения «глобального рынка» сбыта собственной продукции. В связи с этим на первый план выступают два аспекта современного промышленного металлургического

производства. Во-первых, необходимость обеспечивать и поддерживать стабильно высокие показатели качества сортамента, имеющего в том числе эксклюзивный характер, а также возможность управления данными показателями на всех стадиях производственного цикла металлопродукции. Во-вторых, способность предприятия достаточно оперативно адаптироваться к внешним воздействиям без снижения эффективности и результативности производства. При этом производителям приходится учитывать требования, которые зачастую не всегда пересекаются у разных потребителей на один и тот же вид продукции. Одним из достаточно востребованных видов является металлопрокат для эмалирования. Наибольшее распространение для изготовления эмалированных изделий в нашей стране получила марка стали 08ЮР, которая широко применяется для производства посуды,

сантехники, газовых плит и т.п. Наиболее актуальной проблемой для производства такого вида продукции остается появление в готовом эмалированном изделии дефекта «рыбья чешуя».

Дефект «рыбья чешуя», по мнению зарубежных и отечественных исследователей, образуется на эмалированном изделии в результате откола эмали и вызван выделением водорода из металла [1-10]. Для оценки склонности металла к наводороживанию в отечественной практике используется показатель водородного охрупчивания (ПВО). Методика его определения и пороговые значения нормируются ГОСТ 24244-2018 и, например, ТУ 14-101-321-2008 (ПАО «ММК»). При этом в соответствии с ГОСТ 24244-2018 значение показателя менее 40% считается неудовлетворительным. Таким образом, чем ниже значение ПВО, тем выше вероятность появления дефекта в готовом эмалированном изделии. В имеющемся же европейском стандарте EN 10209 установлены требования на методы испытания устойчивости к образованию «чешуйчатой окалины», потери массы при травлении и сцепления эмалированного покрытия с металлической подложкой. Современные методики определения склонности проката к наводороживанию поверхности достаточно сложны, при этом результаты испытаний не всегда позволяют однозначно судить о последующей вероятности образования дефекта в готовом эмалированном изделии. В условиях массового производства отечественные методики оценки ПВО на разных предприятиях как производителей, так и потребителей имеют значительные недостатки – различное оборудование для однородных испытаний, разные нейтрализаторы загрязнений поверхности при подготовке к испытаниям, существенное влияние человеческого фактора. Следует отметить, что производители проката для эмалирования оценивают параметр ПВО, как правило, на готовом рулонном прокате на концевых участках полосы. При этом, как показали комплексные исследования, проведенные учеными ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова», распределение значений ПВО по длине и ширине холоднокатаной полосы может носить нестабильный характер и существенно отличаться друг от друга. Это приводит к тому, что проба металлопроката, выдержавшая испытание по значению ПВО у производителя, не всегда гарантирует потребителю вероятность отсутствия появления дефекта «рыбья чешуя» в готовом эмалированном изделии, полученном из данной полосы, так как распределение ПВО по площади полосы в рулоне может носить

случайный характер. Таким образом, возникает необходимость, во-первых, разработки показателя, однозначно характеризующего склонность металлопроката к наводороживанию, во-вторых, разработки инженерной методики его определения в условиях массового производства и, в-третьих, технологии адаптивного оперативного управления таким показателем.

Материалы и методы исследования

Как известно, для снижения водородного охрупчивания металлопроката для эмалирования необходимо применение «ловушек» водорода [5]. Как показал обзор отечественной и зарубежной литературы [1-5], для этого в металлургической практике применяются разные методы. В частности, на отечественных металлургических заводах применяют специальное микролегирование, например бором (в пределах 0,001-0,003%), кроме того, в низкоуглеродистых сталях наряду с ферритом возможно получение дополнительных фаз, увеличение границ зерен в микроструктуре проката и т.д.

Учеными ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова» был разработан и предложен новый показатель оценки склонности металлопроката для эмалирования к образованию дефекта «рыбья чешуя» – объемная доля структурно-свободного цементита в микроструктуре проката. Проведенные многочисленные комплексные исследования совместно со специалистами ПАО «ММК» на холоднокатаном металлопрокате из стали марки 08ЮР позволили выявить факт, что для выполнения требования по отсутствию дефекта «рыбья чешуя» и обеспечения значений ПВО более 40% значения объёмной доли цементитных частиц должны составлять более 2,7%. Испытание считается не удовлетворительным, если значение менее 2,4-2,6%. При этом сформированная устойчивая карбидная (цементитная) сетка при указанных значениях содержания карбидных (цементитных) частиц в структуре может выступать в качестве устойчивой ловушки водорода в металлопрокате под эмалирование, что, соответственно, исключает (минимизирует) возможность образования дефекта «рыбья чешуя». Образцы, имеющие удовлетворительные значения показателя склонности стали к наводороживанию, имеют явное строчечное расположение структурно-свободного цементита, представляющего одно- или двухслойные цепочки. В микроструктуре образцов, не прошедших испытание на склонность стали к наводороживанию, наблюдается точечная (глобуляр-

ная) сыпь из цементитных частиц, равномерно или неравномерно распределённых по площади шлифа и имеющих только тенденцию к образованию однослойных цепочек с общей ориентацией в направлении деформации. Частицы цементита могут иметь неравноосную форму и равномерно располагаться в объёме зёрен и на их стыках. Объёмная доля таких частиц, как правило, не превышает 1%. Все образцы с неудовлетворительными значениями показателя склонности стали к наводороживанию имеют в своей структуре цементит нулевого балла различных рядов шкалы 1 по ГОСТ 5640-68.

Пример определения объёмной доли структурно-свободного цементита в микроструктуре стали марки 08ЮР приведен на **рис. 1**. Примеры микроструктуры с удовлетворительными и неудовлетворительными значениями объёмной доли цементита представлены на **рис. 2**.

Разработанная методика оценки объёмной доли структурно-свободного цементита в микроструктуре металлопроката из стали марки 08ЮР включает в себя следующие этапы: отбор проб и подготовка шлифов холоднокатаного проката по стандартной методике (ГОСТ 5640-68); травление образцов в 4%-м растворе азотной кислоты в этиловом спирте методом погружения; электронно-микроскопическое исследование образцов с использованием растрового (сканирующего) микроскопа при увеличениях $\times 500$ - 1000 крат

для оценки размера зерна феррита и объёмной доли структурно-свободного цементита; ввод растровых электронно-микроскопических (РЭМ) изображений в программную среду Thixomet PRO с возможной калибровкой изображений; последующий количественный анализ объёмной доли структурно-свободного цементита на РЭМ-фотографиях (осуществляется в автоматическом режиме); соответствующая статистическая обработка полученных результатов. Исследования проводились с применением растрового (сканирующего) электронного микроскопа JSM-6490LVJEOL [11, 12].

Таким образом, в ходе проведения исследований был выявлен фактор (наличие определенной доли структурно-свободного цементита), который, с одной стороны, может обеспечить формирование равномерной микроструктуры по всему объёму (а соответственно, и площади) металлопроката, что позволяет обеспечить стабильность показателя наводороживания, а с другой – является достаточно легко управляемым в технологическом процессе. Анализ сквозной технологии производства металлопроката для эмалирования в условиях ПАО «ММК» показал, что цементитная сетка формируется при горячей прокатке на широкополосном стане. Для условий ПАО «ММК» – это станы 2000 и 2500 горячей прокатки, имеющие специфические отличия по составу оборудования.

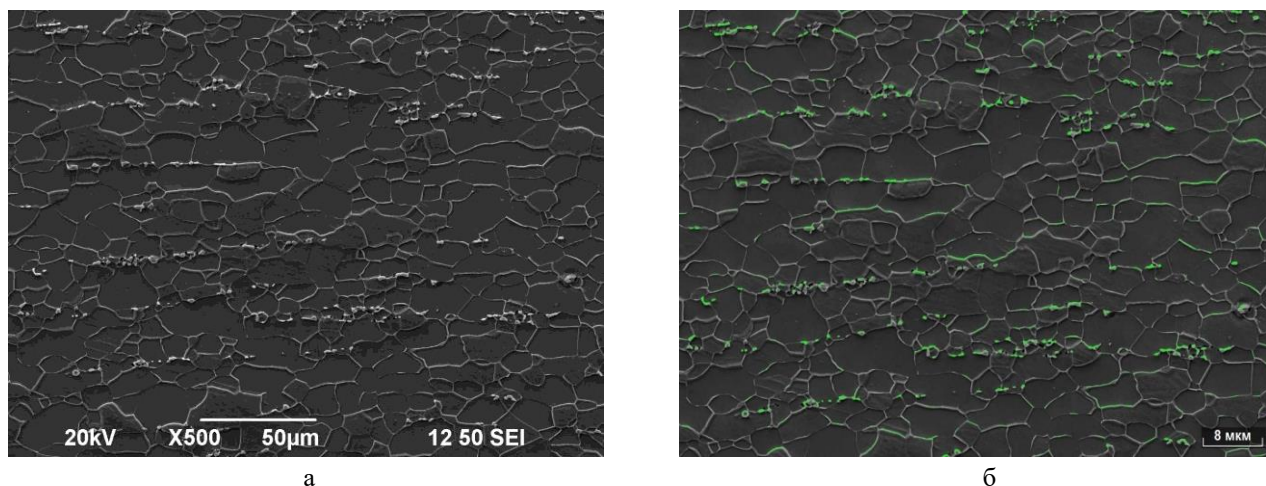


Рис. 1. Пример определения объёмной доли структурно-свободного цементита в микроструктуре стали 08ЮР в среде программного продукта Thixomet PRO: а – исходное РЭМ-изображение; б – РЭМ-изображение после обработки в среде программного продукта Thixomet PRO в автоматическом режиме путем выделения области существования структурно-свободного цементита

Fig. 1. An example of determining the volume fraction of structurally free cementite in the microstructure of steel grade 08YuR in Thixomet PRO: a is an original SEM image; b is a SEM image after processing in Thixomet PRO in an automatic mode by specifying a zone of structurally free cementite

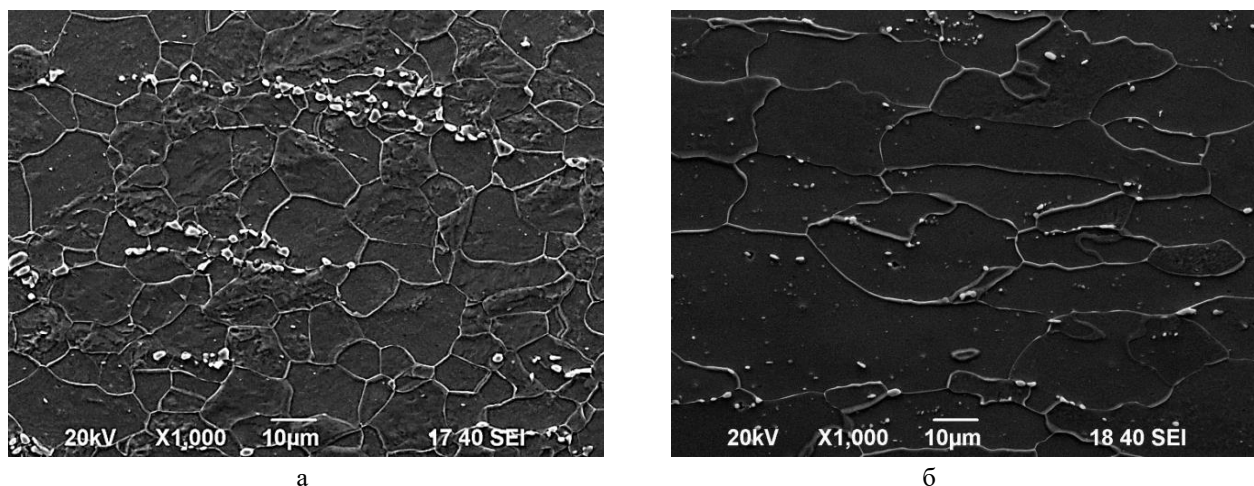


Рис. 2. Примеры микроструктуры стали 08ЮР с удовлетворительными и неудовлетворительными значениями объемной доли цементита: а – микроструктура проката со значением объёмной доли структурно-свободного цементита 3,22% (удовлетворительно, ПВО 65%); б – микроструктура проката со значением объёмной доли структурно-свободного цементита 1,57% (неудовлетворительно, ПВО 27%)

Fig. 2. Examples of the microstructure of steel grade 08YuR, showing satisfactory and unsatisfactory values of the volume fraction of cementite: a is a microstructure of rolled products with a volume fraction of structurally free cementite of 3.22% (satisfactory, hydrogen embrittlement index of 65%); б is a microstructure of rolled products with a volume fraction of structurally free cementite of 1.57% (unsatisfactory, hydrogen embrittlement index of 27%)

Как показали многолетние исследования, наиболее значимыми параметрами технологии горячей прокатки металлопроката под эмалирование, обеспечивающими стабильность микроструктуры и свойств являются температура конца горячей прокатки в интервале 860-890°C и температура смотки в диапазоне 730-750°C. Однако, как оказалось, регламентирование только этих параметров не гарантирует обеспечение высоких значений объемной доли цементита в микроструктуре стали 08ЮР. При этом необходима еще оперативная технологическая адаптация к условиям конкретного стана горячей прокатки скоростных условий прокатки в последней катающей клетки и условий охлаждения на отводящем рольганге стана с регламентацией схем подачи охладителя (воды) на верхнюю и нижнюю поверхности полосы. Причем следует минимизировать охлаждение полосы водой в начальной стадии охлаждения.

Полученные результаты и их обсуждение

Результаты корреляции значений ПВО и значений объемной доли структурно-свободного цементита в ходе проведенных комплексных исследований металлопроката для эмалирования из стали марки 08ЮР, включающие отбор проб как по длине, так и по ширине холоднокатаных ру-

лонов, прокатанных по различным схемам горячей прокатки, представлены в **таблице**.

Таблица. Результаты исследований образцов холоднокатаного металлопроката из стали марки 08ЮР

Table. Tests of the samples of cold rolled steel products from steel grade 08YuR

Номер образца	Склонность к охрупчиванию (ПВО), %	Объемная доля структурно-свободного цементита, %	Балл феррита
1	22,7	2,17	9, 10
2	14	1,38	10
3	12,3	1,76	10
4	36,9	1,2	9, 10
5	63,7	3,33	10
6	50	3,29	10
7	57,8	3,26	9, 10
8	40,2	2,75	10
9	48,2	3,22	9

Анализ результатов исследований показал, что при значениях объёмной доли цементита в микроструктуре холоднокатаного проката равных и более 2,7% показатель водородного охрупчивания соответствует нормативным документам. При этом у потребителей-производителей эмалированных изделий не наблюдается дефекта «рыбья

чешуя» в готовых изделиях. Разработанная технология адаптивного управления параметрами горячей прокатки металлопроката из стали 08ЮР позволила обеспечить выход годной продукции по показателю водородного охрупчивания в ПАО «ММК» на уровне практически 100%.

Заключение

Таким образом, разработан новый показатель металлопроката из низкоуглеродистой стали под эмалирование, однозначно определяющий склонность проката к образованию дефекта «рыбья чешуя», и методика его определения. Определен диапазон значений показателя объемной доли цементита, обеспечивающий получение металлопроката с нормируемыми стандартами величины показателя водородного охрупчивания. Исследованы возможности адаптивного управления формированием данного показателя на стадии горячей прокатки в условиях широкополосного стана.

Список источников

1. New approaches in understanding the effects of hydrogen trapping and the fishscaling resistance of enameled steels / Y. Lin, L. Chiang, Y. Lin, H. Yen // *Surface and Coatings Technology*, 2020, 399, p. 126-135.
2. Influence of boron addition on microstructure and properties of a low-carbon cold rolled enamel steel / Y. Zhao, X. Huang, B. Yu, L. Chen, X. Liu // *Procedia Engineering*, 2017, 207, pp. 1833-1838.
3. Effect of coiling temperature on microstructure, properties and resistance to fish-scaling of hot rolled enamel steel / Y. Zhao, X. Huang, B. Yu, X. Yuan, X. Liu // *Materials*, 2017, 10, p. 1012.
4. An ultra-low-carbon steel with outstanding fish-scaling resistance and cold formability for enameling applications / Z. Liu, W. Li, X. Shao, Y. Kang, Y. Li // *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2019, 50, pp. 1805-1815.
5. Петцольд А., Пешманн Г. Эмаль и эмалирование. Справ. изд. М.: Металлургия, 1990. 576 с.
6. Bragina L. Glass Ceramic Coatings for Ferrous Metals Protection // *Proc. of 20th Intern. Enamellers Congr.*, 15-19 May, 2005, Istanbul. P. 23-34.
7. Эмалировочное производство / Лазуткина О.Р., Казак А.К., Диденко В.В., Мирова Т.В. Екатеринбург: УрФУ, 2010. 127 с.
8. Pagliuca S., Faust W.D., Porcelain (Vitreous) Enamels and Industrial Enamelling Processes. Mantova: Tipografia Commerciale, 2011. 900 p.
9. Variations of microstructure and resistance to fish-scaling of a hot rolled enamel steel before and after enamel firing / X. Huang, Z. Zhang, X. Liu, Y. Zhao, X. Li // *Journal of Materials Research and Technology*, 11 (2021), pp. 466-473.

10. Hydrogen diffusion and trapping in Ti-modified advanced high strength steels / N. Winzer, O. Rott, R. Thiessen, I. Thomas, K. Mraczek, T. Höche, et al. // *Materials and Design*, 92 (2016), pp. 450-461.
11. Исследование особенностей микроструктуры образцов проката из стали марки 08ЮР с оценкой ее влияния на наводороживание для определения склонности к образованию дефекта «рыбья чешуя» на эмалированном прокате / Д.Н. Чикишев, Э.М. Голубчик, А.А. Авраменко, О.А. Никитенко, Д.М. Потапцев, М.Ю. Фомин, С.С. Стругов // *Вестник ЮУрГУ. Серия «Металлургия»*. 2021. Т. 21, № 3. С. 31-39.
12. Реализация новых подходов к производству высококачественного металлопроката для эмалирования / Д.Н. Чикишев, Э.М. Голубчик, О.А. Никитенко, Е.Н. Ширяева, Т.В. Коляда // *Черная металлургия. Бюллетень научно-технической и экономической информации*. 2022. Т. 78. № 1. С. 46-52.

References

1. Lin Y., Chiang L., Lin Y., Yen H. New approaches in understanding the effects of hydrogen trapping and the fishscaling resistance of enameled steels. *Surface and Coatings Technology*, 2020, 399, 126-135.
2. Zhao Y., Huang X., Yu B., Chen L., Liu X. Influence of boron addition on microstructure and properties of a low-carbon cold rolled enamel steel. *Procedia Engineering*, 2017, 207, 1833-1838.
3. Zhao Y., Huang X., Yu B., Yuan X., Liu X. Effect of coiling temperature on microstructure, properties and resistance to fish-scaling of hot rolled enamel steel. *Materials*, 2017, 10, 1012.
4. Liu Z., Li W., Shao X., Kang Y., Li Y. An ultra-low-carbon steel with outstanding fish-scaling resistance and cold formability for enameling applications. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2019, 50, 1805-1815.
5. Petzold A., Poeschmann G. Emal i emalirovanie [Enamel and enameling]. Reference book. Moscow: Metallurgiya, 1990, 576 p. (In Russ.)
6. Bragina L. Glass ceramic coatings for ferrous metals protection. *Proc. of 20th Intern. Enamellers Congr.*, 15-19 May, 2005, Istanbul. pp. 23-34.
7. Lazutkina O.R., Kazak A.K., Didenko V.V., Mirova T.V. Emalirovochnoe proizvodstvo [Enameling facilities]. Yekaterinburg: Ural Federal University, 2010, 127 p. (In Russ.)
8. Pagliuca S., Faust W.D., Porcelain (vitreous) enamels and industrial enamelling processes. Mantova: Tipografia Commerciale, 2011, 900 p.
9. Huang X., Zhang Z., Liu X., Zhao Y., Li X. Variations of microstructure and resistance to fish-scaling of a hot rolled enamel steel before and after enamel firing. *Journal of Materials Research and Technology*, 2021, 11, 466-473.
10. Winzer N., Rott O., Thiessen R., Thomas I., Mraczek K., Höche T., et al. Hydrogen diffusion and trapping

- in Ti-modified advanced high strength steels. *Materials and Design*, 2016, 92, 450-461.
11. Chikishev D.N., Golubchik E.M., Avramenko A.A., Nikitenko O.A., Potapsev D.M., Fomin M.Yu., Strugov S.S. Study on the microstructure of samples of rolled products from 08YuR steel grade and assessment of its effect on hydrogen trapping to determine the tendency to cause the “fish scale” defect on enameled rolled products. *Vestnik YuUrGU. Seriya Metallurgiya* [Bulletin of South Ural State University. Series: Metallurgy], 2021, vol. 21, no. 3, pp. 31-39. (In Russ.)
12. Chikishev D.N., Golubchik E.M., Nikitenko O.A., Shiryayeva E.N., Kolyada T.V. Implementation of new approaches to the production of high-quality rolled steel products for enameling. *Chernaya metallurgiya. Byulleten nauchno-tekhnicheskoy i ekonomicheskoy informatsii* [Ferrous Metallurgy. Bulletin of Scientific, Technical and Economic Information], 2022, vol. 78, no. 1, pp. 46-52. (In Russ.)

Поступила 22.09.2022; принята к публикации 18.10.2022; опубликована 22.12.2022
Submitted 22/09/2022; revised 18/10/2022; published 22/12/2022

Голубчик Эдуард Михайлович – доктор технических наук, профессор,
Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова, Магнитогорск, Россия.
Email: golub66@mail.ru. ORCID 0000-0003-3064-1311

Чикишев Денис Николаевич – доктор технических наук, профессор,
Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова, Магнитогорск, Россия.
Email: d.chikishev@magtu.ru. ORCID 0000-0002-9402-4032

Eduard M. Golubchik – DrSc (Eng.), Professor
Nosov Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk, Russia.
Email: golub66@mail.ru. ORCID 0000-0003-3064-1311

Denis N. Chikishev – DrSc (Eng.), Professor,
Nosov Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk, Russia.
Email: d.chikishev@magtu.ru. ORCID 0000-0002-9402-4032