

ВІДГУК
офіційного опонента на дисертаційну роботу
КОСТЕЦЬКОГО ЮРІЯ ВІТАЛІЙОВИЧА

«Наукові і теоретичні основи інтенсифікації і контролю процесів рафінування залізовуглецевих розплавів від міді та сірки»,
що представлена на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.16.02 «Металургія чорних і кольорових металів та спеціальних сплавів»

1. Актуальність роботи

Дисертаційну роботу Костецького Ю.В. присвячено розвитку наукових основ видалення міді, сірки та неметалевих включень з залізовуглецевих розплавів. Проблеми металургійної галузі, що пов'язані з необхідністю удосконалення способів видобутку, збагачення та використання первинної сировини та ресурсів, потребують удосконалення відомих та розробки нових підходів до використання вторинної сировини при виробництві якісних марок сталі.

Переробка металобрухту у сталеплавильних агрегатах здатна забезпечити зменшення навантаження на оточуюче середовище. Такий спосіб виробництва дозволяє зменшити енерговитрати на отримання сталі на 75%, підвищити ефективність використання природних ресурсів із одночасним забезпеченням високої якості металопродукції.

В той же час, виробництво якісних марок сталі з використанням металобрухту ускладнюється внаслідок високого ступеню забрудненості останнього домішками кольорових металів, перш за все – міддю. Підвищений вміст міді може стати причиною утворення тріщин у заготівлі під час безперервного розливання сталі та гарячої деформації, погіршення механічних властивостей більшості марок сталі.

До найбільш перспективних методів видалення домішок міді можна віднести переведення металобрухту у залізовуглецевий розплав з наступним видаленням міді шляхом її вилучення до сульфідної фази. Однак в такому випадку виникає необхідність десульфурації розплаву після сульфідного рафінування, з врахуванням вмісту сірки у останньому більш ніж 0,5%. Таким чином, розробка наукових основ і теоретичного обґрунтування, лабораторно-промислового відпрацювання технології рафінування залізовуглецевих розплавів з видаленням міді та сірки є актуальним науково-технічним завданням.

Слід окремо відзначити, що закономірності перебігу процесів та особливості сульфідного рафінування залізовуглецевих розплавів, інтенсифікації видалення неметалевих включень, що утворюються по ходу обробки, досліджені не у повній мірі.

З цієї точки зору дисертаційна робота Костецького Ю.В. є актуальною і своєчасною, оскільки спрямована на дослідження та розвиток наукових уявлень щодо механізму та фізико-хімічних закономірностей рафінування залізовуглецевих розплавів від розчиненої міді шляхом сульфідної обробки з подальшою десульфурацією, відпрацювання елементів технології та визначення технологічного маршруту є актуальною науково-технічною проблемою.

Дисертаційну роботу виконано у відповідності з планами науково-дослідних робіт Н-4-03 «Розробка теоретичних і технологічних основ рафінування залізовуглецевих розплавів від розчиненої міді», Д-3-07 «Розвиток теоретичних основ і алгоритмів моніторингу процесу позапічної обробки сталі за даними про віброактивність ковшу» та в рамках тем відомчого наказу НАН України і цільових наукових програм відділення фізико-технічних проблем матеріалознавства НАН України «Розробка наукового обґрунтування та створення на основі методів спеціальної електрOMETалургії та композитних електродів наскрізної технології виробництва сучасних високоміцних сталей для зварних конструкцій» ДР№0117U001184; «Розробка технології електрошлакового переплаву (ЕШП) для виробництва сучасних залізничних рейок підвищеної зварюваності» ДР№0115U002612, в яких Костецький Ю.В. був виконавцем.

Завдання і питання, поставлені в дисертаційній роботі відповідають концепції розвитку ГМК України до 2020 р.

2. Обґрунтованість і достовірність наукових положень, висновків і рекомендацій

Основні наукові положення дисертації, висновки та рекомендації обґрунтовані та відповідають об'єктивній дійсності. Вони базуються на результатах досліджень і розробок вітчизняних та зарубіжних фахівців, базових положеннях теорії металургійних процесів. Для обробки результатів досліджень використані загальноприйняті методи термодинамічного аналізу з використанням комп'ютерних розрахунків і сучасних пакетів моделювання фізико-хімічних процесів, що відбуваються в процесі рафінування сталі та сплавів. Теоретичні дослідження ґрунтуються на фундаментальних положеннях теорії фізичної хімії, гідрогазодинамічних та масообмінних процесів і не протирічають загальноприйнятим уявленням. Розроблені наукові положення і технічні рішення перевірені і знайшли підтвердження в умовах реального виробництва на підприємствах України.

Достовірність результатів дослідження підтверджується збіжністю теоретичних передумов і отриманих експериментальних даних.

3. Наукова новизна отриманих результатів

У дисертаційній роботі Костецького Ю.В. отримані нові наукові знання стосовно процесів рафінування залізовуглецевих розплавів від розчиненої міді сульфідним методом із наступним видалення сірки та неметалевих включень з розплаву, розроблені теоретичні основи моніторингу та контролю продування рідкого металу інертним газом у ківші.

До найбільш суттєвих наукових результатів, отриманих здобувачем, можна віднести наступні:

1. Уперше показано і теоретично обґрунтовано, що залишкова концентрація міді в попередньо насиченому сіркою залізовуглецевому розплаві екстремально залежить від питомої витрати карбонату натрію на обробку, яка обумовлює вміст у сульфідній фазі частки сульфиду натрію. Сорбційна здатність сульфідної фази по відношенню до міді залежить від вмісту сульфиду натрію і досягає найбільшого значення за його мольної частки близько 40.

2. Уперше показано та експериментально підтверджено, що в умовах сульфідного рафінування металу разом з міддю зменшуються концентрації інших домішкових металів, причому ступінь їх видалення збільшується в ряду мідь, нікель, манган і визначається їх спорідненістю до сірки та термодинамічною активністю останніх у розплаві.

3. Уперше встановлено, експериментально та теоретично обґрунтовано, що введення алюмінію у насичений сіркою залізовуглецевий розплав, який містить розчинену мідь, призводить до одночасного зменшення концентрацій сірки і міді у металі внаслідок утворення сульфідної фази з сульфідом алюмінію. Останній зменшує величину коефіцієнту активності міді у сульфідній фазі і підвищує активність сірки в металі, що сприяє збільшенню коефіцієнта розподілу міді між металом і сульфідною фазою. Показано, що позитивний вплив використання алюмінію для вилучення міді обмежений відповідним зменшенням коефіцієнту активності міді в металі, внаслідок чого, за певної концентрації алюмінію в металі і відповідно його частки у сульфідній фазі, перехід міді з металу до сульфідної фази припиняється.

4. Уперше запропоновано та теоретично обґрунтовано механізм інтенсифікації процесу видалення зі сталі неметалевих, зокрема оксидних, включень розміром до 20 мкм, шляхом введення в об'єм розплаву твердих тугоплавких рафінувальних частинок оксиду алюмінію розміром 0,4-1,0 мм. Останні здатні забезпечити ефективність видалення неметалевих включень нарівні з флотацією пузирями газу розміром 5 мм. Показано, що на процес закріплення неметалевого включення на поверхні твердої частинки найбільше впливають сили адгезії між ними, а потоки рідкої сталі, які діють на включення, здатні відірвати його від твердої частинки лише при швидкостях потоків понад 2 м/с.

5. Уперше експериментально доведено і теоретично обґрунтовано, що під час продування киснем насиченого сіркою залізовуглецевого розплаву з високим вмістом вуглецю, можливим є одночасне протікання процесів зневуглецювання і видалення сірки з металу у газову фазу з утворенням газоподібного оксиду. При цьому можливе зменшення вихідної концентрації сірки (0,5%) у металевому розплаві більш ніж у два рази з одночасним зменшенням вмісту вуглецю (3,0%) в металі у три рази відповідно. Визначено, що середнє відношення швидкості окиснення сірки до швидкості окиснення вуглецю складає 0,14.

6. Експериментально доведено і теоретично обґрунтовано можливість використання віброакустичних сигналів з поверхні ківша для моніторингу процесу продування сталі інертним газом під час позапічної обробки. Показано, що хороша кореляція між параметрами вібросигналу і величиною поточної витрати газу на продування спостерігається в частотному діапазоні 15-95 Гц, а потужність вібросигналу корелює з величиною витрати енергії на утворення пузирів газу. Уперше визначено функціональну залежність між середньоквадратичним значенням віброприскорення (сигналу зареєстрованого на поверхні стальківшу) в інформативному діапазоні частот і витратою газу за різних умов продування. Для пузиркового режиму витікання газу отримана функціональна залежність має ступеневий вигляд. Встановлено, що в спектрі вібросигналу спостерігається присутність характерних частотних піків, які відповідають власній частоті колювання пузирів газу. Для системи «вода-повітря» вони знаходяться в діапазоні частот 2-3 кГц.

7. Показано і обґрунтовано вплив величини поверхневого натягу рідини на характеристики вібросигналу, який утворюється під час продування газом крізь донний продувний пристрій. Показано, що зі зменшенням поверхневого натягу рідини, яку продувають газом, інтенсивність вібросигналу зменшується внаслідок зменшення витрат енергії на утворення пузирів газу за незмінного характеру залежності інтенсивності сигналу вібрації від витрати газу.

4. Значимість отриманих у дисертації результатів для науки та практики

На підставі результатів лабораторних і теоретичних досліджень Костецьким Ю.В. були запропоновані нові технічні та технологічні рішення, які були перевірені у промислових умовах ЕСПЦ ПАТ «Костянтинівський завод «Втормет» та ККЦ Єнакіївського металургійного заводу.

Встановлено і експериментально підтверджено, що для підвищення ефективності процесу сульфідного рафінування необхідно є розвинена поверхня міжфазового контакту, яку доцільно створювати шляхом інтенсивного

перемішування сульфідної і металеві фази з наступним їх максимально повним розділенням по завершенні рафінування.

Запропоновано новий метод інтенсифікації процесу рафінування рідкого металу в ківші від неметалевих включень шляхом введення в об'єм розплаву за допомогою зануреної фурми дрібних тугоплавких твердих частинок одночасно з продуванням розплаву інертним газом крізь донні пристрої.

Запропоновано, науково обґрунтовано і експериментально підтверджено доцільність організації процесу десульфурації насиченого сіркою залізобуглецевого розплаву шляхом вилучення сірки до газової фази в процесі продування рідкого металу киснем.

Розроблені дисертантом теоретичні положення і отримані експериментальні дані можуть слугувати підґрунтям для подальших розробок і досліджень. Розробки використовуються у навчальному процесі ДВНЗ «Донецький національний технічний університет» і НТУУ «Київський політехнічний інститут ім. І. Сікорського».

5. Загальна характеристика роботи

Дисертаційна робота складається зі вступу, 5 розділів, загальних висновків, списку використаних джерел із 220 найменувань та додатків. Загальний обсяг дисертації 325 сторінок, у тому числі 107 рисунків і 32 таблиці.

Структура роботи відповідає загально прийнятому підходу до побудови дисертаційних робіт. Матеріали проведених досліджень та теоретичного обґрунтування викладені з дотриманням логіки і в достатньому ступеню аргументовані. Загальне оформлення роботи в цілому відповідає вимогам, які висувають до дисертаційних робіт.

У **першому розділі** наведений аналіз існуючої технології виробництва сталі з точки зору забезпечення допустимого вмісту міді в готовому металі. Визначені джерела потрапляння міді в завалку, серед яких основним є сталевий брухт. Мідь надходить до сталеплавильного агрегату з металошихтою і не може бути видалена з розплавленого металу в процесі окислювального рафінування, що обумовлене фізико-хімічними особливостями поведінки міді в системі «рідкий метал-оксидний шлак». Відтак, проблема рафінування залізобуглецевих розплавів від міді не може бути ефективно вирішена в циклі сучасного сталеплавильного виробництва. Зокрема вона є вкрай актуальною для електросталеплавильного виробництва, де сталевий брухт складає основу металошихти. Прогнози показують, що об'єми виробництва електросталі та її частка у загальносвітовому виробництва сталі в майбутньому будуть збільшуватись. Відповідно, буде зростати і споживання брухту, а проблема з домішками міді загострюватись. Виходячи з цього теоретичне обґрунтування та удосконалення технології виробництва сталі з можливістю

рафінування рідкого металу від розчиненої міді є актуальним завданням.

Проведено аналіз відомих методів рафінування залізовуглецевих розплавів від міді. Аналізом даних показано, що низька швидкість процесу випаровування утруднює організацію ефективного рафінування металу від розчиненої міді в технологічному циклі виробництва сталі внаслідок необхідності тривалої витримки рідкого металу під вакуумом. Метод рафінування розплаву з застосуванням сульфідних флюсів визначений у дисертаційній роботі у якості пріоритетного для побудови промислової технології видалення міді.

Аналіз публікацій показав, що у якості основи для сульфідного флюсу, найбільшу цікавість у дослідників обґрунтовано викликають системи $\text{FeS-NaS}_{0,5}$ та $\text{FeS-AlS}_{1,5}$. Однак, практичні аспекти реалізації процесу сульфідного рафінування і подальшого доведення металу в умовах виробництва у доступних джерелах не розглянуті.

У **другому розділі** представлені результати термодинамічного аналізу умов переходу міді з рідкого металу до сульфідної фази та аналіз результатів експериментальних досліджень сульфідного рафінування залізовуглецевого розплаву.

Показано, що можливість видалення розчиненої міді з залізовуглецевих розчинів шляхом її переведення до сульфідної фази обумовлена тим, що при температурах сталеплавильних процесів хімічна спорідненість міді до сірки є більшою ніж у заліза. В той же час, з застосуванням методів термодинамічного аналізу визначено, що безпосереднє утворення чистих сульфідів міді в об'ємі рідкого металу є неможливим. В той же час мідь, яка розчинена в залізі, може переходити з рідкого металу до сульфідної фази, утвореної на основі сульфиду заліза. Тобто з розчиненням сульфиду міді у сульфіді заліза. Причому найбільш сприятливі термодинамічні умови для сульфідного рафінування складаються під час обробки насичених вуглецем розплавів заліза. Додавання до сульфідної фази сульфиду натрію збільшує значення коефіцієнту розподілу міді між нею і металом L_{Cu} , а також зменшує рівноважну концентрацію сірки в металі.

У експериментальних дослідженнях для формування сульфідної фази, що містить сульфід натрію, використовували карбонат натрію Na_2CO_3 . З метою визначення особливостей рафінування розплаву з застосуванням соди проведені експериментальні дослідження з роздільним та комбінованим введенням сірки та соди у рідкий залізовуглецевий розплав, який містив розчинену мідь.

У лабораторних умовах було випробувано роздільний та суміщений спосіб введення реагентів. При роздільному введенні реагентів розплав спочатку насичували сіркою до утворення сульфідної фази, а потім вводили в метал соду. Проведено лабораторні плавки з різною витратою соди, а також експерименти, у ході яких у рідкий метал вводили лише сірку, без наступної обробки содою. При

суміщеному введенні реагентів у ванну використовували суміш з порошоків сірки, соди та вуглецю.

На підставі аналізу результатів лабораторних досліджень автором дисертації зроблені висновки, що обидва варіанти введення реагентів здатні забезпечити досягнення ефекту рафінування металу від міді з близькими результатами. В той же час, при суміщеному вводиті реагентів результату було досягнуто за менших витрат реагентів, тому для випробування в дослідно-промислових умовах був обраний саме цей варіант.

Сульфідну обробку з використанням суміші реагентів було випробувано в дослідно-промислових умовах на тигельній 200 кг індукційній печі ЕСПЦ «Костянтинівського заводу «ВТОРМЕТ». Для сульфідної обробки високовуглецевого розплаву, попередньо легованого міддю, використовували суміш з порошоків сірки, соди і вуглецю у співвідношенні 12,0/8,6/1,0 відповідно.

Визначено, що при інжекції суміші реагентів в об'єм рідкого металу у струмені газу, концентрація сірки в металі поступово підвищується з 0,26% до 0,75% з одночасним зменшенням концентрації розчиненої міді. Встановлено, що по ходу рафінування в об'ємі металу утворюється значна кількість сульфідних неметалевих включень з розмірами від 1 до 10 мкм. При цьому, по ходу продування середній розмір включень, завдяки процесу коагуляції, збільшується з 1,0-1,5 мкм до 2-4 мкм. За хімічним складом сульфідні включення містять мідь. Це дозволило автору зробити висновок, що для досягнення найбільшого ефекту від сульфідного рафінування потрібними є заходи для підвищення інтенсивності та ефективності видалення чисельних утворених сульфідних включень з металу.

У розділі також представлені результати експериментальних досліджень впливу присадок металевого алюмінію у насичений сіркою розплав після закінчення інжекції сірковмісної суміші і ступеню вилучення з поверхні розплаву сульфідного флюсу на залишковий вміст міді в металі. Встановлено, що після введення алюмінію на дзеркалі металу знову утворюється шар сульфідної фази, а концентрація сірки і міді в металі зменшується. Визначено, що збільшення витрати алюмінію понад 0,01 кг/кг сприяє подальшій десульфурації металу, але не впливає на вміст міді. Після присадки алюмінію неметалеві включення набувають глобулярної форми і добре коагулюють, що, на думку автора, повинно сприяти їх видаленню з металу.

Встановлено також, що однією з обов'язкових умов для ефективного протікання сульфідного рафінування є інтенсивне перемішування металеві і сульфідної фаз.

За результатами дослідно-промислових експериментів встановлено, що запропонований метод сульфідної обробки, в цілому, дозволяє вирішувати завдання з рафінування залізобуглецевих розплавів від розчиненої міді. До його

переваг автором дисертації віднесено відносну простоту реалізації і малу тривалість процесу обробки.

У той же час, відмічається, що в промислових умовах необхідно вирішувати завдання з ізолювання зони реакції від взаємодії з атмосферою, як з екологічних міркувань, так і для мінімізації окисного впливу атмосферного повітря. Виконання таких умов при випробуванні технології переливу розплаву з печі в ківш із наступним поверненням до печі ускладнюється. За цих обмежень сульфідну обробку розплаву рекомендується проводити у спеціалізованому закритому реакторі.

У **третьому розділі** представлено результати досліджень, які спрямовані на вирішення комплексного завдання з розділення рідкого металу і сульфідної фази після сульфідного рафінування.

Завдання має дві різні складові - видалення відпрацьованого сульфідного флюсу з дзеркала металу і рафінування об'єму металу від сульфідних неметалевих включень, які містять розчинену мідь.

Механічне видалення флюсу з поверхні металу визнано недоцільним, у зв'язку з чим запропоновано додавання на поверхню рідкого флюсу охолоджуючого твердого матеріалу (шамоту та вапна) з наступним їх сумісним видаленням. Показано, що такий варіант забезпечує практично повне видалення сульфідної фази з дзеркала металу без втрат рідкого металу і запобігає поверненню міді з сульфідної фази внаслідок виключення її взаємодії з окисною атмосферою.

Можливість інтенсифікації процесу рафінування металу від утворених неметалевих включень досліджували з використанням комп'ютерного моделювання. Досліджено закономірності флоатації неметалевих включень пузирями газу і їх коагуляції з твердими рафінувальними частинками, за пропозицією автора дисертації штучно введеними в об'єм рідкого металу з метою інтенсифікації процесу видалення включень.

Показано, що найкращого результату досягається за умов утворення значної кількості дрібних (1-5 мм) пузирів газу, їх рівномірному розподіленні у об'ємі металу, та зроблено висновок про ускладнення реалізації такого варіанту у промислових умовах. Відзначається, що при флоатації пузирями інертного газу неможливо видаляти неметалеві включення розмірами у діапазоні 10-50 μm та дрібніші.

За результатами математичного моделювання показано, що для інтенсифікації процесу видалення включень придатний механізм коагуляції включень з твердими тугоплавкими частинками, штучно введеними в об'єм розплаву. Такий варіант, на думку автора, здатен забезпечити більш ефективно рафінування рідкого металу від включень розмірами менше ніж 50 μm .

Аналізом закономірностей процесу коагуляції показано, що на процес

закріплення включень на твердій частинці найбільше впливають сили адгезії між ними. Розрахована тривалість «спікання» частинки та включення складає близько 0,01 с, що створює передумови для здійснення рафінування за таким технологічним варіантом.

Для оцінки ефективності процесу рафінування рідкого металу від неметалевих включень з використанням тугоплавких частинок розроблено математичну модель, яка базується на модифікованій методиці розрахунку процесу флотації газовими бульбашками. Показано, що рафінувальна спроможність частинок різко падає зі збільшенням їх діаметру. Для частинок діаметром 0,5 мм і 1 мм різниця не дуже значна, але при збільшенні розміру частинок до 3 мм ефективність видалення включень падає у декілька разів. Тож для видалення неметалевих включень діаметр твердих рафінувальних частинок має бути менше ніж 1 мм.

Автор стверджує, що краще за все будуть видалятися включення розміром більше за 20 μm , а для включень розміром менше за 10 μm ефективність рафінування різко зменшується. В той же час, дрібні частинки можуть спливати з об'єму металу дуже повільно і самі бути джерелом забруднення металу, тому застосування часток з розмірами менше 300-400 μm визнано недоцільним.

За результатами моделювання встановлено, що розподілом твердих частинок в об'ємі рідкого металу можливо управляти шляхом застосування комбінованого продування металу крізь занурені фурми та продувальні блоки, розміщені у днищі ковшу. Таким чином існує можливість, у першому наближенні, прогнозувати траєкторію руху твердих частинок, які введені в об'єм розплаву.

Для рішення гідродинамічної задачі стосовно руху рідкого металу в ковші під час продування та інжекції частинок автором дисертації застосовано прикладний пакет ANSYSFluent. Заслуговує на увагу рішення задачі з використанням як двовимірної так і тривимірної моделей, з врахуванням об'ємної природи потоків розплаву у ковші.

В рамках вирішення задачі автором було створено кілька геометричних і кінцево-різницевих моделей, що враховують різне розташування зануреної в розплав фурми. Значення витрат газу крізь фурми визначали виходячи з технічних характеристик устаткування, яке планувалось застосовувати у дослідно-промислових умовах. У результаті чисельного моделювання отримані значення векторів швидкості і сумарна швидкість в кожній вузловій точці розрахункової області. Аналіз результатів моделювання показав, що найкращий результат, відповідно до цілей моделювання, досягається за максимального заглиблення фурми та її ексцентричному розташуванні.

За аналогічною методикою проведено математичне моделювання руху потоків металу в ковші ємністю 75 т при продуванні крізь донну і ексцентрично розташовану занурену фурму з максимальним заглибленням. Аналіз отриманих

даних показує, що найкращий результат під час обробки металу у 75 т ківші, за прийнятою схемою слід очікувати за витрат газу крізь занурену фурму на рівні 500-600 л/хв. При цьому максимальні швидкості потоків досягають 1,0-1,3 м/с, а основна маса металу рухається зі швидкостями близько 0,5 м/с, що в цілому відповідає вимогам щодо видалення неметалевих включень з використанням твердих частинок.

Необхідно особливо відмітити, що чисельним моделюванням підтверджена можливість деформування висхідних потоків рідкого металу в зонах барботажу і забезпечення затягування інжекттованих частинок в об'єм розплаву, збільшивши тим самим час їх перебування в металі.

У **четвертому розділі** представлені результати досліджень з розробки методів інтенсифікації процесу десульфурації металу після сульфідного рафінування.

Розглянуто два можливих варіанти видалення надлишкової сірки без залучення методу шлакового рафінування – введення в метал активних елементів для утворення відповідних сульфідів і вилучення сірки у газову фазу під час окисного рафінування металу.

Для аналізу особливостей процесу десульфурації металу за рахунок введення активних елементів, які утворюють сульфідні, автором виконані термодинамічні розрахунки з використанням EquilibriumCompositions програмного пакету моделювання фізико-хімічних процесів HSC Chemistry 5.11 для систем Fe-C-S-Mg, Fe-C-S-Ca, Fe-C-S-Mn, Fe-C-S-Al, Fe-C-S-Zr, Fe-C-S-Ba у стані рівноваги. Згідно з результатами розрахунків найбільш ефективним десульфуратором у розглянутих умовах виявився алюміній, для якого теоретично необхідна питома витрата для досягнення кінцевого вмісту сірки не більше за 0,05% склала 2,8 кг/т. Далі йдуть магній (3,5 кг/т), кальцій (5,7 кг/т), цирконій (7,5 кг/т), марганець (8,0 кг/т) та барій (20 кг/т). Проведена експериментальна перевірка впливу алюмінію на вміст сірки принципово підтвердила результати розрахунків.

У розділі також представлено результати експериментальної перевірки запропонованої автором концепції проведення десульфурації насиченого сіркою високовуглецевого розплаву одночасно з його зневуглецюванням в процесі продування газоподібним киснем. Теоретичний аналіз показав, що перехід сірки з металу в газову фазу з утворенням оксиду сірки SO_2 можливий під час окислювального рафінування розплаву за умови високого парціального тиску кисню.

В ході лабораторних досліджень було встановлено можливість одночасного рафінування залізовуглецевого розплаву від вуглецю та сірки з вилученням останньої до газової фази під час окислювального продування рідкого металу киснем. Під час окиснення насиченого сіркою високовуглецевого розплаву

газоподібним киснем протягом 30 хвилин було досягнуто зменшення концентрації сірки в металі з 0,5% до 0,19 і 0,30% в різних експериментах з одночасним зменшенням концентрації вуглецю з 3% до 1,0 і 1,5%. Різний результат продування обумовлений використанням в експериментах продувних фурм різної конструкції.

В розділі також представлені результати теоретичного аналізу впливу інтенсивності продування металу інертним газом на перебіг процесу десульфурації на установці ківш-піч (УКП). Зокрема оцінено вплив зміни розміру продувальної плями на кінетику процесу десульфурації металу. На підставі результатів аналізу показано, що незважаючи на зростання інтенсивності перемішування металу при перевищенні певної витрати інертного газу швидкість процесу десульфурації може уповільнюватись внаслідок зменшення загальної площі контакту металу і шлаку.

Показано, що для десульфурації розплаву на УКП з максимально можливою швидкістю для кожної конкретної установки існує необхідність враховувати розкриття дзеркала металу і відповідно обирати режим продування ванни.

У п'ятому розділі представлені результати досліджень з розвитку теоретичних та технологічних основ і алгоритмів моніторингу процесу продування сталі інертним газом під час обробки на УКП шляхом аналізу віброактивності поверхні сталерозливного ківшу.

Автором дисертації досліджено та визначено вплив витрати продувального газу на спектр та інформативні діапазони частот вібросигналу, кореляцію між енергією вібросигналу та рівнем витрати газу у визначеному діапазоні частот спектру вібросигналу, а також вплив поверхневого натягу рідини на спектр та енергію вібросигналу. Показано, що характер залежності СКЗ вібросигналу в обраному частотному діапазоні не залежить від кількості продувальних пристроїв і визначається лише витратою газу крізь одну фурму.

Встановлено, що зменшення поверхневого натягу рідини на 33% призводить до зменшення рівня СКЗ в середньому на 20% за витрати газу 10 л/хв., а зі збільшенням витрати газу різниця зменшується і за витрати газу 40 л/хв. складає близько 13%. Зміна величини СКЗ віброприскорення відображає зміну величини роботи на утворення пузирів газу в рідині під час продування.

Аналіз спектрів вібросигналів, які були зафіксовані на лабораторній установці в процесі продування води показав, що відповідно до теоретичних оцінок, в спектрі вібросигналу в діапазоні частот 2000-3500 Гц на частоті близько 2500 Гц спостерігається присутність характерних частотних піків, які відповідають власній частоті коливання пузирів газу.

Представлено і проаналізовано результати досліджень, які були проведені автором у дослідно-промислових умовах на 150-тонній установці ківш-піч за розробленими і відпрацьованими в лабораторних умовах методиками. В діапазоні частот 15-95 Гц визначена добра кореляція між інтенсивністю вібросигналу і

величиною поточної витрати інертного газу крізь пористі вставки у днищі ковшу.

На підставі обробки отриманих даних показано, що на рівень СКЗ вібросигналу, на частотах кратних 50 Гц, впливає робота електричних дуг.

Розглянуто вплив режимів горіння електричних дуг на характеристики вібросигналу, зареєстрованого на поверхні корпусу лабораторної дугової печі, що моделювала роботу УКП. Визначено, що зміна рівню сигналу у частотних діапазонах кратних 100 Гц дозволяє відслідковувати періоди і визначати сприятливі режими горіння електричних дуг.

На основі результатів проведених досліджень розроблений і успішно випробуваний у виробничих умовах в ККЦ ПАТ “Єнакіївський металургійний завод” експериментальний зразок апаратно-програмного комплексу віброакустичного моніторингу та управління процесом продування металу інертним газом на установці ківш-піч. Промислові випробування експериментального зразку апаратно-програмного комплексу показали ефективність розроблених методів і працездатність системи в умовах реального металургійного виробництва.

Автоматична оптимізація витрат продувального газу під час позапічної обробки розплаву дозволить зменшити питому витрату аргону, розкислювачів, вогнетривів, а також забезпечити ефективну гомогенізацію розплаву і зменшення забрудненості металу неметалевими включеннями. Окрім того, забезпечується стандартизація режимів продування інертним газом на плавках.

6. Повнота відображення у опублікованих роботах основних наукових та практичних результатів дисертації

Основні результати дисертації достатньо повно представлені автором у 55 наукових працях, у тому числі: 21 статті у наукових фахових виданнях, 2 статтях у виданнях, що індексуються у наукометричній базі Scopus, 3 статтях у періодичних наукових виданнях, 4 патентах, 25 матеріалах наукових конференцій. Ступінь апробації результатів дисертаційної роботи можливо вважати достатнім.

Опубліковані наукові роботи, в цілому, відповідають темі дисертації, розкривають основні положення і в достаній мірі представляють отримані результати. Кількість і склад публікацій відповідає вимогам Державної атестаційної комісії МОН України, що пред'являються до дисертаційних робіт.

7. Основні зауваження по дисертаційній роботі

1. У тексті дисертації відсутні відомості щодо використаних під час планування експериментів на холодних моделях та високотемпературних агрегатах критеріїв подібності (стор. 146, стор. 194, стор. 223, стор. 246 та ін.). Які критерії подібності було використано при моделюванні? Обмежена кількість

порівняльних плавок, особливо з врахуванням різних висхідних умов (стор. 194-196 та ін.), ускладнює оцінку ступеня достовірності отриманих результатів та висновків.

2. У тексті дисертації відсутні відомості щодо плану експерименту, факторів впливу та найбільш визначальних з них, які були отримані за результатами досліджень процесу закріплення неметалевих включень на поверхні тугоплавкого матеріалу (с. 145). Не наведені моделі залежності від факторів впливу. Чи проводилися дослідження на гарячих моделях з введенням тугоплавких часток у розплав з відбором проб та аналізом ефективності запропонованого способу рафінування?

3. Доцільність використання терміну «значна кількість» відносно кількості утворених під час сульфідного рафінування неметалевих включень потребує додаткового уточнення. Чи проводилася автором оцінка ступеня видалення з розплаву неметалевих включень, утворених під час сульфідного рафінування, по ходу конвертування розплаву згідно схеми на рис. 4.8 (стор. 200)?

4. Потребує пояснень, яким чином при розробці методів інтенсифікації видалення неметалевих включень із використанням введених твердих частинок розміром 0,4–1,0 мм врахована наявність «мертвих зон» у ківші при ексцентричному розташуванні зануреної фурми, у тому числі на глибині 2/3 від загальної глибини ванни. Яке співвідношення частки неметалевих включень, видалених на поверхні пузирів та з використанням тугоплавких частинок при продуванні розплаву аргоном на установці ківш-піч за запропонованою автором схемою рафінування?

5. Автором запропоновано використання «спеціального реактора» для проведення обробки розплаву (стор. 280). У той же час, у тексті дисертації відсутні відомості стосовно особливостей конструкції, місця у технологічному маршруті (рис. 4.8) та технологічних режимів використання вказаного реактора, при цьому у схемі організації багатостадійного процесу отримання сталі (рис. 4.8) використовуються існуючі у металургійній практиці агрегати.

6. Як відомо, окиснення сірки вглибині розплаву є термодинамічно неможливим. Яким чином автором врахована поверхнева активність сірки у високовуглецевому розплаві при обґрунтуванні можливості одночасного окиснення вуглецю та сірки? Крива адсорбції сірки у сплавах Fe-S має максимум при вмісті сірки 0,02%. При цьому, при надлишку кисню, окиснення сірки може випереджати окиснення заліза. В той же час, у чавуні, де активність сірки вище ніж у чистому залізі, її концентрація у поверхневому шарі менше, ніж у сплавах Fe-S, внаслідок блокування частини поверхні угруповання Fe-C. Потребує обґрунтування розмірність %/хв., вказана у якості відношення швидкостей окиснення сірки до швидкості окиснення вуглецю під час продування киснем

залізовуглецевого розплаву (с. 31).

7. Чи встановлені автором кількісні показники ймовірності захоплення, закріплення та винесення на поверхню ванни неметалевих включень при використанні технології рафінування розплаву з введенням твердих частинок? (с. 108, с. 114, с. 116). Яка розмірність у використаному автором для визначення числа захоплень пузирями неметалевих включень у виразі (3.20) на стор. 117 і що саме відображає у наведеному виразі діаметр пузиря?

8. Потребує пояснень, яким чином визначається розмір та враховується зміна останнього у пузирів, що формуються та спливають до поверхні під час продування ванни на установці ківш-піч, на основі характеристик вібросигналу.

9. Відсутність у тексті дисертації відомостей щодо розрахунків матеріально-теплого, енергетичного балансів запропонованого технологічного маршруту, очікуваної економічної ефективності застосування багатостадійної технології отримання залізовуглецевого розплаву з металобрухту з наступним рафінуванням по міді та сірці ускладнює оцінку доцільності використання технології у масовому виробництві металопродукції. Яку, за розрахунками автора, частку може зайняти розроблена схема у загальному обсягу виробництва сталі?

Вказані зауваження не знижують у цілому наукової та практичної цінності роботи, виконаної на належному науково-технічному рівні, з використанням сучасних методів досліджень та обробки експериментальних даних.

8. Висновок про відповідність дисертації вимогам п. 11 «Порядку присудження наукових ступенів і присвоєння вченого звання старшого наукового співробітника», затвердженого постановою Кабінету Міністрів України від 24.07.2013 № 567

Представлена дисертація Костецького Юрія Віталійовича є закінченою науковою працею, в якій отримані нові наукові та експериментально обґрунтовані результати, за допомогою яких вирішене важливе науково-прикладне завдання стосовно інтенсифікації та контролю процесів рафінування залізовуглецевих розплавів від міді та сірки. Результати отримані на підставі визначення фізико-хімічних закономірностей сульфідного рафінування залізовуглецевих розплавів від розчиненої міді і наступного рафінування від сірки; ретельного вивчення процесів рафінування рідкого металу від неметалевих включень пузирями газу та твердими частинками, штучно введеними у розплав; моніторингу процесу продування металу інертним газом в ковші на підставі аналізу віброакустичних даних.

Наукова новизна та практичні результати, які винесені на захист, відповідають темі та меті дисертаційної роботи, а сама дисертація виконана на достатньо високому науково-технічному рівні. Текст дисертації викладений з

використанням сучасної науково-технічної термінології. Результати досліджень в достатній мірі проілюстровані та доповнені таблицями. Загальні висновки відповідають результатам досліджень. Основні і найбільш важливі положення дисертаційної роботи у повній мірі представлені в публікаціях автора.

Дисертаційна робота відповідає паспорту спеціальності 05.16.02 – «Металургія чорних і кольорових металів та спеціальних сплавів».

Дисертаційна робота відповідає вимогам п. 11 «Порядку присудження наукових ступенів і присвоєння вченого звання старшого наукового співробітника», затвердженого постановою Кабінету Міністрів України від 24.07.2013 № 567, є закінченою кваліфікаційною науковою роботою, а її автор, Костецький Юрій Віталійович, заслуговує присудження йому наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.16.02 – «Металургія чорних і кольорових металів та спеціальних сплавів».

Офіційний опонент:

Завідувач кафедри металургії
чорних металів ім. професора В.І. Логінова
Дніпровського державного технічного університету,
доктор техн. наук, професор

Є.М. Сігарьов

Підпис Є.М. Сігарьова засвідчую:
Начальник відділу кадрів ДДТУ



І.І. Лесова