

22 09 2023 681

## ВІДГУК

офіційного опонента

на дисертаційну роботу **Протоковілова Ігоря Вікторовича** на тему  
**«Електрошлаковий переплав високореакційних і прецизійних металів та сплавів з нестационарними режимами електричного живлення і електромагнітного впливу»**, яка подана на здобуття наукового ступеня  
доктора технічних наук за спеціальністю

05.16.02 – Металургія чорних і кольорових металів та спеціальних сплавів

### Актуальність теми дисертації

Поліпшення якості литих заготовок є, загалом, однією з основних завдань сучасної металургії, зокрема електрометалургії. При вирішенні цього завдання, найбільш важливою і складною є проблема отримання металевих заготовок з високою фізичною та хімічною однорідністю, дисперсною кристалічною структурою та стабільно високим рівнем фізико-механічних властивостей. Ця проблема є дуже актуальною і для електрошлакових технологій, коли підвищується маса заготовок, що відливаються, і ступінь легування сплавів. Найбільш гостро ця проблема стоїть під час виробництва прецизійних сплавів методами ЕШП. Це пов'язано з тим, що у складі таких сплавів є високореакційні метали і при їх плавці необхідно передбачити спеціальні заходи, що обмежують їхню взаємодію з атмосферними газами.

Проблема отримання якісних литих заготовок з високореакційних прецизійних сплавів методами ЕШП посилюється ще й тим, що формування металевих заготовок при цьому супроводжується виключно складною взаємодією електричних, гідродинамічних, дифузійних, капілярних та інших фізичних і хімічних процесів. Зрештою, від характеру та інтенсивності протікання зазначених процесів залежить структура і властивості литого металу в заготовках, а, отже, якість металовиробів, що виготовляються з них.

З накопичених до теперішнього часу теоретичних та експериментальних даних відомо, що можна активно впливати на процеси кристалізації, формування структури та властивості металевих заготовок з будь-яких сплавів шляхом інтенсифікації тепло- та масообміну в обсязі металу, що твердне, вирівнювання градієнта температур, руйнування фронту кристалізації тощо. Зазначені цілі можуть бути досягнуті шляхом використання різних методів зовнішнього впливу на рідкий та метал, що твердне. У якості таких методів зовнішніх впливів в електрошлакових технологіях можуть бути використані нові технологічні схеми переплаву витратного електроду та різні прийоми управління процесами кристалізації, за допомогою яких можна оптимізувати гідродинамічні та теплофізичні умови формування литих заготовок.

Враховуючи, що в Україні на сьогодні відсутнє промислове виробництво цілого ряду затребуваних прецизійних сплавів, розробка нових перспективних схем виробництва таких сплавів методами ЕШП є актуальним завданням, що дозволить відмовитись від імпорту вартісних іноземних

напівфабрикатів та забезпечить розширення їх застосування вітчизняними підприємствами.

### **Загальна характеристика роботи**

Дисертація складається зі вступу, 7 розділів, загальних висновків, списку використаних джерел із 279 найменувань та додатків на 12 сторінках. Робота має загальний обсяг 338 сторінок, містить 143 рисунків та 32 таблиці.

У вступі обґрунтовано актуальність теми дисертаційної роботи, вказано її зв'язок із науковими програмами, сформульовано мету та завдання дослідження, розкрито наукову новизну та практичне значення отриманих результатів, наведено відомості про апробацію, впровадження та публікацію основних результатів дисертаційної роботи із зазначенням особистого внеску автора.

У першому розділі проаналізовано сучасний стан і тенденції розвитку електрошлакових технологій. Викладено загальні відомості про властивості і області застосування високореакційних і прецизійних металів та сплавів, проаналізовано технологічні особливості і проблеми їх виплавки в печах ЕШП. Показано, що через жорсткі вимоги щодо хімічного складу і однорідності таких сплавів, їх виробництво потребує застосування додаткових заходів, спрямованих на гарантоване відтворення заданих характеристик металу. Невирішеною проблемою при цьому залишається керування структуроутворенням зливків ЕШП з метою отримання литого металу з дрібнозернистою, гомогенною структурою. Показано, що перспективною областю досліджень у цьому напрямку є застосування нестационарних режимів електричного живлення і зовнішнього електромагнітного впливу.

У другому розділі розглянуті процеси плавлення витратного електроду і формування кристалічної будови зливків ЕШП.

На прикладі конкретного прецензійного сплаву (29НК) досліджено вплив технологічних параметрів ЕШП на характер плавлення витратних електродів, встановлено залежності струму плавки від швидкості подачі електроду, визначено вплив напруги і швидкості подачі на форму торця електроду і глибину його занурення у шлак. Показано, що основним чинником, що визначає форму і розміри торця витратного електроду є питома потужність переплаву.

Методом фізичного моделювання встановлено, що використовуючи поздовжнє магнітне поле можна керувати швидкістю потоків в шлаковій ванні. Це, у свою чергу, впливає на особливості формування електродних крапель та траєкторії їх руху у ванні. Шляхом натурних експериментів при ЕШП титану встановлено, що застосування поздовжнього магнітного поля індукцією 0,2...0,24 Тл призводить до збільшення на 3...5 % швидкості плавлення електроду, збільшення на 20...53 % частоти відриву крапель електродного металу та зменшення на 15...31 % їх середньої маси.

На основі аналізу умов кристалізації зливків ЕШП було запропоновано два підходи щодо керування структуроутворенням металу. Перший підхід оснований на зменшенні об'єму металевої ванни шляхом ведення

електрошлакового процесу в імпульсному режимі із забезпеченням періодичності процесів плавлення електроду і пошарового формування зливка. Другий – на цілеспрямованому впливі на гідродинамічний стан рідкої металеві ванни, з використанням електричних і магнітних полів.

**Третій розділ** присвячений дослідженню процесу ЕШП з нестационарними режимами електричного живлення. Було встановлено, що використання нестационарних режимів живлення при ЕШП визначається динамічними характеристиками теплових режимів основних складових робочої зони печі ЕШП, а саме: шлакової і металеві ванн, витратного електроду і гарнісажної кірки. При цьому, обмежуючим чинником є процес утворення гарнісажної кірки, який є більш чутливим до зміни режимів живлення електрошлакового процесу.

Експериментальними результатами підтверджено можливість практичної реалізації процесу ЕШП з нестационарним живленням електричною енергією при збереженні стабільності електрошлакового процесу і з отриманням зливок з бездефектним формуванням бічної поверхні, щільною макроструктурою без металургійних дефектів. На прикладі виплавки зливок титану марки Grade 4 діаметром 84...120 мм показано, що використання нестационарного (імпульсного) живлення дозволяє знизити на 7...10% питомі витрати електроенергії, у порівнянні з ЕШП в стаціонарному режимі.

Показано, що нестационарне живлення електричною енергією дає можливість керувати структурою отриманого металу. Встановлено можливість зменшення у 1,5...2 рази розміру зерен литого металу для зливок діаметром до 100 мм за щільністю струму у ванні  $\geq 0,4$  А/мм<sup>2</sup>. При цьому, виявлено, що при збільшенні перерізу зливка ефективність керування структуроутворенням металу, шляхом нестационарного електроживлення, зменшується.

**У четвертому розділі** представлено результати досліджень процесу ЕШП з пошаровим формуванням зливка. Встановлено, що застосування нестационарних режимів електричного живлення з паузами, тривалість яких перевищує постійні часу витратного електроду і металеві ванни, призводить до періодичності процесів плавлення витратного електроду і кристалізації окремих об'ємів металеві ванни, зумовлюючи, тим самим, пошарове формування зливка по його висоті. На основі експериментальних даних запропоновані залежності для визначення характеристик пошарового твердіння зливок ЕШП в водоохолоджуваних кристалізаторах діаметром до 220 мм, а саме: часу повного твердіння металеві ванни, товщини затверділого шару металу та температури рідкої металеві ванни.

При цьому встановлено, що визначальними параметрами процесу пошарового формування є тривалість імпульсів та пауз плавлення електроду, об'єм окремого шару наплавленого металу, електричні режими підігріву шлакової ванни під час пауз плавлення електрода та характер їх зміни при переході від паузи до імпульсу плавлення електроду. Ці характеристики

необхідно вибирати виходячи з розмірів зливків, властивостей матеріалу, що виплавляється, умов охолодження рідкої металевої ванни.

Показано, що зливки, отримані способом пошарового формування мають щільну структуру, без пористості та шлакових включень, характеризуються відсутністю великих стовпчастих кристалів та зони зустрічної кристалізації по вісі зливка. При правильно обраних режимах пошарового формування дефекти по зонах сплавлення відсутні, а механічні властивості вздовж і поперек шарів кристалізації рівнозначні.

**П'ятий розділ** присвячений дослідженню методів керування структуроутворенням зливків ЕШП, основаних на фізичному впливі на гідродинамічний стан рідкої металевої ванни за допомогою зовнішніх, імпульсних електричних та магнітних впливів. В якості інструменту для реалізації таких впливів розглянуто розряди ємнісних накопичувачів електричної енергії (конденсаторів). Батареї конденсаторів, при відносно малих габаритах, дозволяють у короткий термін (соті частки секунди) виділяти суттєву електричну енергію та формувати потужні розрядні імпульси струму для впливу на кристалізацію металу.

Експериментально показана можливість практичної реалізації процесу ЕШП з розрядами конденсаторів на металургійну ванну при збереженні стабільності електрошлакового процесу і формуванні зливка з щільною макроструктурою без металургійних дефектів. Показана перспективність застосування даного методу впливу на структуроутворення зливків, перевага якого полягає у відсутності необхідності використання додаткових пристроїв для створення магнітних полів.

Експериментальна оцінка різних варіантів електромагнітного впливу з використанням розрядів ємнісних накопичувачів електричної енергії показала, що найбільш ефективним методом є застосування одночасних електричних розрядів на соленоїд кристалізатора і на металургійну ванну, з питомою енергією розрядів  $0,3...0,4$  Дж/мм<sup>2</sup> і частотою  $0,6...3$  Гц. Такий метод впливу повністю усуває формування стовбчастої орієнтованої структури металу, забезпечує її подрібнення і гомогенізацію, наближаючи до структури деформованого металу.

**Шостий розділ** присвячений дослідженню процесу ЕШП в умовах вакууму. Показано, що при ЕШП сплавів, до складу яких входять високореакційні метали (Ti, Cr, Ni, Zr, Co та ін.), виникає проблема забезпечення захисту рідкого металу від взаємодії з атмосферою повітря. Через це ЕШП таких сплавів, зокрема на основі титану, здійснюються в камерній печі при незначному надлишковому тиску інертного газу. Проте дуже перспективним, з точки зору дегазації металу, може бути ведення процесу ЕШП в умовах вакууму.

Показано можливість проведення процесу ЕШП в умовах вакууму, з використанням фторидно-оксидних та сольових флюсів. При цьому, основною проблемою реалізації процесу ЕШП у вакуумі є закипання флюсу, викликане інтенсивним випаровуванням легколетючих сполук, насамперед хлоридів і фторидів, яке призводить до порушення стабільності

електрошлакового процесу. Через це, для кожного складу флюсу є мінімальний тиск, нижче за який ведення процесу ЕШП унеможлиблюється. Так, рівень критичного тиску, при якому відбувається закипання шлакової ванни, для сольових флюсів типу АН-Т2 та АН-Т4 становить 12...22 та 15...26 кПа, відповідно, а для фторидно-оксидних флюсів АНФ- 1, АНФ-6, АНФ-28 він нижчий і становить біля 3...15 кПа. Крім цього встановлено, що зниження тиску в камері печі нижче атмосферного до 40 кПа спричиняє зниження струму плавки на 5...25 % і що тиск закипання флюсу при ЕШП залежить не тільки від складу флюсу, але і від електричних режимів, які визначають теплову потужність процесу.

Експериментально доведено ефективність застосування вакуумного ЕШП для дегазації металу при переробці відходів у вигляді титанової стружки в процесі виплавки високовідсоткового феротитану FeTi70. Розроблена схема дегазації витратного електроду спресованого з губчастого титану в процесі вакуумування камерної печі ЕШП. Запропонована схема не вимагає використання додаткового обладнання та не збільшує тривалість технологічного циклу виплавки титанових зливків.

У сьомому розділі розроблено технологічні процеси камерного ЕШП високореакційних і прецизійних сплавів, представлено обладнання для реалізації даних процесів, надані данні щодо властивостей одержуваних матеріалів.

Створена дослідно-промислова установка для ЕШП високореакційних і прецизійних сплавів з електромагнітним впливом на металургійну ванну, яка дозволяє вести переплав витратних електродів в контрольованій інертній атмосфері при надлишковому тиску, або в умовах вакууму, із живленням процесу змінним, постійним, або імпульсним електричним струмом. Для даної установки розроблено технологічний процес ЕШП зливків титанових сплавів включаючи процес виготовлення витратних електродів з вихідної некомпактної шихти. Технологія була випробувана при виплавці широкої номенклатури титанових сплавів і типорозмірів зливків, в тому числі циліндричних, прямокутних і порожнистих.

Також розроблено технологію ЕШП сплавів з ефектом пам'яті форми системи Ti-Ni, під впливом зовнішнього поздовжнього магнітного поля. Запропоновані режими деформації зливків нікеліду титану, отримані напівфабрикати у вигляді пластин товщиною 0,5...15 мм і дроту діаметром 0,3...1,2 мм. Дослідження макро- і мікроструктури литого і деформованого сплаву Ti-50Ni (ат. %) вказує на відсутність в ньому мікропор, тріщин та інших дефектів металургійного походження.

Розроблено технологічну схему та режими електрошлакового переплаву відходів прецизійних сплавів 29НК, 50Н, 46Н, 49НФ із застосуванням імпульсного електромагнітного впливу на кристалізацію металу. Виплавлені дослідні та промислові партії зливків діаметром 80...140 мм, розроблено режими їх термомеханічної обробки, отримано напівфабрикати у вигляді прутків діаметром 38...45 мм.

Розроблено технологічний процес переплаву відпрацьованих катодів з хрому у камерній печі ЕШП. Отримано дослідні зразки зливків хрому. Показано, що за хімічним складом метал зливків відповідає вимогам стандарту ДСТУ 5905-2004 "Хром металевий" – до хрому марки Х99Н1.

**Висновки** повністю відображають основні результати дисертаційної роботи.

**Додатки** містять інформаційні довідки щодо практичного використання результатів дисертаційної роботи та список опублікованих наукових праць за темою дисертації.

#### **Ступінь обґрунтованості наукових положень, висновків та рекомендацій, сформульованих в дисертації, їх достовірність**

Обґрунтованість та достовірність наукових положень, висновків та рекомендацій дисертаційної роботи Протоковілова І.В. підтверджується ґрунтовним аналізом сучасних літературних джерел, чітким формулюванням мети, основних завдань досліджень та шляхів їх реалізації. Достовірність наукових положень дисертації базується на використанні в роботі фундаментальних положень металургії, теорії тепло- і масообміну, теорії подібності та підтверджується значним обсягом експериментальних досліджень, отриманих з використанням сучасного науково-дослідного обладнання та апробованих експериментальних методів. Крім цього, достовірність результатів підтверджується апробацією роботи на авторитетних міжнародних, вітчизняних та закордонних конференціях та публікаціями експериментальних даних.

#### **Наукова новизна отриманих результатів**

Основним науковим здобутком роботи можна вважати визначення закономірностей структуроутворення литих заготовок при ЕШП в умовах нестаціонарних режимів електричного живлення і зовнішнього електромагнітного впливу та розроблення на цій основі технологічних рішень для отримання високоякісних зливків з високореакційних і прецизійних металів та сплавів. Це досягнення ґрунтується на нових наукових результатах, отриманих здобувачем, а саме:

- Вперше теоретично обґрунтовано і експериментально підтверджено можливість керування структурою металу зливків при ЕШП шляхом застосування нестаціонарних режимів електричного живлення, які призводять до періодичної зміни теплового і гідродинамічного стану металеві ванни, збільшуючи дисперсність структури литого металу, при зменшенні питомих витрат електроенергії.

- Вперше встановлено, що ефективно управляти структурою металу при ЕШП можна шляхом забезпечення періодичності процесів його плавлення та кристалізації, при якому відбувається пошарове затвердіння зливка з формуванням дрібнозернистої структури та мінімальною кількістю ливарних дефектів. При цьому періоди подачі і плавлення витратного електроду повинні чергуватись з паузами, коли електрод не плавиться, але в шлаковій ванні підтримується електричний струм і тепловий режим, що забезпечує твердіння під час пауз 75...95 % об'єму рідкої металеві ванни.

- Запропоновано новий спосіб управління структуроутворенням зливків ЕШП за допомогою сумісних розрядів ємнісних накопичувачів електричної енергії на соленоїд кристалізатора і на шлакову та металеву ванни. Встановлено, що в цьому випадку періодично збільшуються електричний струм процесу та електромагнітна сила, яка діє на розплав, що, в свою чергу, збільшує гідродинамічний вплив на фронт кристалізації зливка забезпечуючи подрібнення і гомогенізацію його литої структури, наближаючи до структури деформованого металу.

- Уперше встановлено, що імпульсне поздовжнє магнітне поле, створене розрядами конденсаторів на соленоїд кристалізатора, призводить до періодичного падіння струму плавки під час дії імпульсів магнітного поля і його відновлення під час пауз. Показано, що механізм зміни струму плавки пов'язаний з магнітогідродинамічними процесами в шлаковій ванні, внаслідок чого періодично змінюється площа контакту витратного електроду зі шлаком.

- Отримало подальший розвиток уявлення про вплив поздовжнього магнітного поля на плавлення і перенесення електродного металу. Встановлено, що під дією магнітного поля можна підвищувати швидкість потоків в шлаковій ванні, наслідком якого є збільшення частоти краплеутворення та зменшення їх маси. Обертання розплаву шлаку збільшує довжину траєкторій руху крапель і час їх перебування у шлаковій ванні, зменшуючи кількість крапель, які потрапляють на дзеркало металеві ванни по її осі.

- Встановлено, що критичний рівень вакууму, при якому відбувається закипання шлакової ванни, залежить від складу флюсу і електричних режимів, які визначають теплову потужність процесу. Чим вище потужність, тим при більш високому тиску відбувається закипання флюсу. Уперше визначено критичний рівень цього тиску для сольових та фторидно-оксидних флюсів.

### **Практичне значення отриманих результатів**

1. На основі проведених досліджень розроблено технологічні процеси, захищені патентами України:

- ЕШП титанових сплавів в камерній печі з нестационарними режимами електричного живлення і електромагнітного впливу. Технологія була випробувана при виплавці широкої номенклатури титанових сплавів і типорозмірів зливків, в тому числі циліндричних, прямокутних і порожнистих;

- ЕШП відходів прецизійних сплавів 29НК, 50Н, 46Н, 49КФ із застосуванням імпульсного електромагнітного впливу на кристалізацію металу. Отримані дослідні та промислові партії зливків і деформованих напівфабрикатів згаданих сплавів;

- ЕШП сплавів з ефектом пам'яті форми системи Ti-Ni, під впливом зовнішнього поздовжнього магнітного поля. Запропоновані режими деформації зливків, отримані напівфабрикати у вигляді пластин і дроту;

- ЕШП відпрацьованих катодів з хрому у камерній печі. Отримано дослідні зразки зливків хрому, які за хімічним складом відповідають вимогам стандарту до хрому марки Х99Н1.

2. Комплекс запропонованих в роботі технологічних рішень підвищення ефективності електрошлакового процесу реалізовано в створеній дослідно-промисловій установці потужністю 724 кВт для камерного ЕШП зливків високореакційних і прецизійних металів та сплавів діаметром до 260 мм і довжиною до 900 мм. Розроблені технологічні процеси і обладнання використовуються в ІЕЗ ім. Є.О. Патона при виготовленні промислових партій зливків для вітчизняних підприємств.

3. Основні положення дисертаційної роботи використовуються у навчальному процесі під час підготовки аспірантів в Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України (курс "Методи підвищення ефективності металургійного виробництва").

### **Повнота викладення основних результатів дисертаційної роботи у наукових публікаціях**

Основні результати та висновки дисертаційної роботи в повному обсязі висвітлені в 65 наукових працях, з них: 4 статті у виданнях, що входять до міжнародних наукометричних баз даних Scopus та/або Web of Science; 31 стаття у наукових фахових виданнях України та інших держав; 3 патенти України на винахід та 1 патент України на корисну модель; 26 матеріалів і тез доповідей на міжнародних та вітчизняних конференціях. Реферат дисертації повністю відповідає основним положенням дисертації. Матеріал в роботі викладено логічно та послідовно, розділи взаємопов'язані та повністю розкривають поставлену в роботі мету.

### **Зауваження до дисертаційної роботи**

До недоліків відповідно змісту та результатів роботи слід віднести наступне:

1. В розділі 2 представлені результати досліджень, щодо крапельного перенесення металу при застосуванні електродів невеликого діаметру - 35 мм. Проте не пояснено, чи можна ці результати екстраполювати на плавлення електродів промислових розмірів (тобто значно більших діаметрів)? Чи зміниться характер плавлення електроду в цьому випадку, і якщо зміниться – то як ?

2. В розділі 4 досліджено процеси пошарового формування зливків ЕШП, на основі яких розроблені відповідні рекомендації стосовно вибору режимів пошарового формування. Однак з приведених даних не зовсім зрозуміло як впливають характеристики флюсу на процеси пошарового формування зливка, і які саме флюси автор рекомендує застосовувати для ЕШП з пошаровим формуванням?

3. В п'ятому розділі недостатньо обґрунтовано вплив частоти розрядів конденсаторів на формування структури зливків.

### **Загальний висновок**

Зазначені зауваження загалом не знижують наукової та практичної цінності дисертаційної роботи Протоковілова І.В. Вважаю, що за



актуальністю, науковою новизною, обсягом проведених експериментальних досліджень, їхньою науковою та практичною цінністю, дисертаційна робота Протоковілова Ігоря Вікторовича на тему «Електрошлаковий переплав високореакційних і прецизійних металів та сплавів з нестаціонарними режимами електричного живлення і електромагнітного впливу» є завершеною науковою роботою, не містить академічного плагіату та задовольняє вимоги, які ставляться до робіт на здобуття наукового ступеня доктора наук, п. 7 та 9 Порядку присудження та позбавлення наукового ступеня доктора наук, затвердженого постановою Кабінету Міністрів України від 17 листопада 2021 року № 1197. Таким чином вважаю, що Протоковілов Ігор Вікторович заслуговує присудження наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.16.02 – металургія чорних і кольорових металів та спеціальних сплавів (136 – металургія).

Офіційний опонент,  
доктор технічних наук,  
старший науковий співробітник,  
провідний науковий співробітник відділу  
безперервного лиття та деформаційних  
процесів Фізико-технологічного інституту  
металів та сплавів НАН України



А.С. Нурадинов

тел.: +38(068)706-43-33; e-mail: nla\_73@ukr.net

Підпис д.т.н., провідного наукового співробітника відділу безперервного лиття та деформаційних процесів Фізико-технологічного інституту металів та сплавів НАНУ А.С. Нурадинова засвідчую

Вчений секретар Фізико-технологічного  
інституту металів та сплавів НАН України  
к.т.н.



В.Л. Лахненко