

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНА МЕТАЛУРГІЙНА АКАДЕМІЯ УКРАЇНИ**

КОСТЕЦЬКИЙ ЮРІЙ ВІТАЛІЙОВИЧ

УДК 669.18:669.182.71:534:647

**НАУКОВІ І ТЕОРЕТИЧНІ ОСНОВИ ІНТЕНСИФІКАЦІЇ І
КОНТРОЛЮ ПРОЦЕСІВ РАФІНУВАННЯ ЗАЛІЗОВУГЛЕЦЕВИХ
РОЗПЛАВІВ ВІД МІДІ ТА СІРКИ**

Спеціальність 05.16.02 “Металургія чорних і кольорових металів та спеціальних сплавів”

АВТОРЕФЕРАТ
дисертації на здобуття наукового ступеня
доктора технічних наук

Дніпро, 2018

Дисертація є рукопис

Робота виконана в Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України

Науковий консультант: доктор технічних наук, професор,
Стовпченко Ганна Петрівна
Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України, провідний науковий співробітник

Офіційні опоненти: доктор технічних наук, професор
Чернятевич Анатолій Григорович
завідувач відділом фізико-технічних проблем металургії сталі Інституту чорної металургії ім. З.І. Некрасова НАН України

доктор технічних наук, професор
Макуров Сергій Леонідович
завідувач кафедри Теорії металургійних процесів і ливарного виробництва Приазовського державного технічного університету.

доктор технічних наук, професор
Сігарьов Євген Миколайович
завідувач кафедри металургії чорних металів ім. В.І. Логінова Дніпровського державного технічного університету.

Захист відбудеться “_____” _____ 2018 р. о _____ на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 08.084.03 при Національній металургійній академії України за адресою: пр. Гагаріна, 4, м. Дніпро, 49600
e-mail: lydmila_kamkina@ukr.net

З дисертацією можна ознайомитися у бібліотеці Національної металургійної академії України (пр. Гагаріна, 4, м. Дніпро, 49600)

Автореферат розвсланий “_____” _____ 2018 р.

Вчений секретар
Спеціалізованої вченої ради Д 08.084.03
доктор технічних наук, професор

Л.В. Камкіна

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність теми. Одним з основних чинників, що визначають розвиток сучасного металургійного виробництва на найближчу та довгострокову перспективу є екологічні вимоги. Зокрема – завдання обмеження викидів парникових газів в атмосферу. Переплав брухту дозволяє скоротити питому витрату первинних ресурсів та енергії на виробництво сталі і техногенне навантаження на навколишнє середовище. У зв'язку з цим у світі спостерігається поступове зростання об'ємів виробництва електросталі та збільшення її частки у структурі світового виробництва. Зараз вона складає близько третини. У Європі, як відповідь на глобальні екологічні виклики, цей показник поступово наближується до 50%.

На цьому фоні структура металургійного комплексу України, яка представлена переважно крупними вертикально-інтегрованими компаніями, які базуються на схемі “доменний процес-конвертерний процес”, вочевидь потребує збільшення частки і розвитку виробництва електросталі.

Суттєвою проблемою під час виплавки сталі з використанням металевого брухту є його забрудненість домішками кольорових металів, перш за все – міддю. Підвищений вміст міді може стати причиною утворення тріщин у заготівлі під час безперервного розливання і гарячої деформації, та погіршення механічних властивостей для більшості марок сталі. Мідь потрапляє до сталеплавильного агрегату з металошихтою і не може бути видалена з рідкого металу шляхом окислювального рафінування. Це ускладнює підбір шихтових матеріалів для виробництва якісних сталей та збільшує виробничі витрати. Відповідно актуальним завданням є створення технології, яка б забезпечувала рафінування залізовуглецевих розплавів від розчиненої міді в процесі виплавки сталі.

Ідея видалення міді з залізовуглецевих розчинів шляхом її вилучення до сульфідної фази запатентована ще в 1950 році Дж. Джорданом у США. У подальшому виконано низку робіт, які спрямовані на дослідження закономірностей сульфідного рафінування. Зокрема, дослідження в цьому напрямку проводили Ф.С.Ландберг, Р.В.Ліндсей, А. Коен, М.Блендер, І. Джимбо, Р. Фруехен, М. Сульський (всі – США), Г. Шенк (Німеччина). Фундаментальні дослідження взаємодії сульфідних і залізовуглецевих розплавів під час рафінування останніх від міді виконали Т. Імаї, Н. Сано, С. Ванг, Т. Нагасака, Р. Шім (Японія). В Радянському Союзі проблему сульфідного рафінування залізовуглецевих розплавів від міді вивчали в Інституті металургії ім. А.А.Байкова АН СРСР за участю Магнітогорського гірничо-металургійного інституту та НПО “Тулачермет” В.І.Кашин, А.М. Кацнельсон, Л.М. Сойфер, Ю.А. Данілович, А.М. Бігєєв та інші. Відомі також дослідження Д. Ванга, С. Гуо, Х. Конга (Китай) і Ю. Учуда, А. Матсуї (Корея).

Таким чином, до цього часу накопичено значну кількість лабораторних експериментальних даних, які дозволяють принципово оцінити можливості методу сульфідного рафінування. Однак, практичні аспекти і ефективність його реалізації в умовах виробництва потребують додаткових досліджень. Зокрема, потрібна розробка і випробування технологічних заходів, які забезпечують проведення процесу рафінування і подальшого доведення металу на сучасному обладнанні.

Важливою є проблема раціональної організації десульфурації металу після сульфідного рафінування. Значний вміст сірки в металі після такої обробки може перевищувати 0,5%, що робить традиційну практику рафінування сталі з вилучен-

ням сірки до шлаку надто затратною через потребу у витраті значної кількості матеріалів та енергоресурсів. Відповідно розробка методів рафінування металу після сульфідної обробки з прийнятною витратою ресурсів є актуальною науково-технічною проблемою.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами. Робота виконувалась на кафедрі “Електрометалургія” Донецького національного технічного університету згідно з планом науково-дослідних робіт ДВНЗ “Донецький національний технічний університет” де робота була складовою частиною науково-дослідних робіт: «Розробка теоретичних і технологічних основ рафінування залізовуглецевих розплавів від розчиненої міді» (науково-дослідницька робота Н-4-03, 2003-2006 р.), «Розвиток теоретичних основ і алгоритмів моніторингу процесу позапічної обробки сталі за даними про віброактивність ківшу» (державна тема Д-3-07, 2007-2009 р.), та в Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України в рамках тем відомчого наказу НАН України і цільових наукових програм Відділення фізико-технічних проблем матеріалознавства НАН України, в яких автор брав участь як виконавець: «Розробка наукового обґрунтування та створення на основі методів спеціальної електрометалургії 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.

Науково-технічні проблеми, вирішені в роботі відповідають пріоритетам розвитку фундаментальних досліджень в галузі теорії і технології сталеплавильного виробництва, а також положенням «Державної програми розвитку та реформування гірничо-металургійного комплексу України до 2020 року», «Програмі науково-технічного розвитку Донецької області на період до 2020 року» (постанова обласної Ради від 22.03.2002 р., №3/25-656).

Мета та завдання дослідження. Метою роботи є розробка наукових основ інтенсифікації та контролю процесів рафінування залізовуглецевих розплавів від міді з застосуванням методу сульфідного рафінування та від сірки.

Відповідно до зазначеної мети в роботі поставлені такі основні завдання дослідження:

- розглянути і проаналізувати відомі методи рафінування залізовуглецевих розплавів від розчиненої міді з точки зору їх застосування в процесі виробництва сталі;
- дослідити особливості реалізації методу сульфідного рафінування залізовуглецевих розплавів від розчиненої міді;
- визначити і обґрунтувати методику проведення сульфідного рафінування рідкого металу з застосуванням соди;
- дослідити зміну хімічного складу металу під час сульфідного рафінування;
- визначити вплив умов введення рафінувальних матеріалів на перебіг та ефективність рафінування металу від розчиненої міді;
- оцінити в дослідно-промислових умовах ефективність реалізації запропонованої методики сульфідного рафінування;

- визначити умови і методи розділення сульфідної і металеві фаз після сульфідного рафінування;
- запропонувати і обґрунтувати методи десульфурації насичених сіркою розплавів після сульфідного рафінування;
- розробити і обґрунтувати методи інтенсифікації процесу рафінування металу від неметалевих включень під час позапічної обробки сталі;
- проаналізувати можливості прискорення процесу десульфурації металу на УКП за рахунок інтенсифікації перемішування рідкого металу;
- розробити, обґрунтувати і експериментально перевірити дієвість он-лайн моніторингу процесу продування рідкого металу інертним газом під час позапічної обробки на УКП на основі аналізу віброактивності поверхні сталерозливного ківшу;
- дослідити і визначити зв'язок між параметрами процесу продування металу інертним газом і характеристиками вібросигналу з поверхні сталерозливного ковша;
- в дослідно-промислових умовах випробувати і оцінити точність моніторингу і достовірність прогнозу процесу продування сталі інертним газом за аналізом он-лайн даних віброактивності поверхні сталерозливного ківша.

Об'єкт дослідження: фізико-хімічні закономірності рафінування залізобуглецевих розплавів від розчиненої міді, сірки та неметалевих включень; гідродинамічні процеси та їх віброакустичні характеристики під час продування рідкого металу інертним газом.

Предмет дослідження: фізико-хімічні закономірності сульфідного рафінування залізобуглецевих розплавів від розчиненої міді і наступного рафінування від сірки; процеси рафінування рідкого металу від неметалевих включень бульбашками газу та твердими частинками, штучно введеними у розплав; віброакустичні характеристики процесу продування рідини газом крізь донний продувний пристрій; моніторинг процесу продування металу інертним газом в ківші на підставі аналізу віброакустичних даних.

Методи дослідження. Для вирішення поставлених завдань у роботі використано сучасні методи досліджень: загальноприйняті методи термодинамічного аналізу, зокрема, з використанням комп'ютерних розрахунків і пакету моделювання фізико-хімічних процесів HSC Chemistry; комп'ютерне моделювання руху потоків рідкого металу і неметалевих частинок під час продування металу інертним газом з використанням програмного модуля ANSYS Fluent; розрахунки процесів флоатації і коагуляції неметалевих включень в програмі EXCEL; для металографічних досліджень застосовували оптичну і електронну мікроскопію за стандартними процедурами і на повіреному обладнанні; загальноприйняті стандартні методики хімічного аналізу зразків металу і шлаку, що забезпечують достовірність і відтворюваність результатів; вимірювання вібраційної активності поверхні стальківша та на лабораторних установках холодного моделювання здійснювали за авторською методикою з використанням сертифікованих датчиків вібрації; обробку результатів вимірювання віброакустичних сигналів проводили в програмах MatLab і Spectrolab; отримані експериментальні дані обробляли з використанням статистичних методів обробки з побудовою графічних залежностей в програмі EXCEL.

Наукова новизна отриманих результатів. У дисертаційній роботі виконано комплекс теоретичних розробок та експериментальних досліджень піро-металургійних процесів рафінування залізовуглецевих розплавів від розчиненої міді сульфідним методом і наступного видалення сірки та неметалевих включень з металу, а також розробки теоретичних основ моніторингу та контролю продування рідкого металу інертним газом на установці ківш-піч шляхом аналізу віброактивності поверхні стальківша. Отримані результати є теоретичним узагальненням та вирішенням важливої науково-технічної проблеми, що має народногосподарське значення.

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

3. Вперше експериментально встановлено і теоретично обґрунтовано, що введення алюмінію у насичений сіркою залізовуглецевий розплав, який містить розчинену мідь, призводить до одночасного зменшення концентрацій сірки і міді в 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. Проте, з іншого боку позитивний вплив додавання алюмінію на видалення міді обмежено відповідним зменшенням коефіцієнту активності міді в металі, внаслідок чого за певної концентрації алюмінію в металі і відповідно його частки у сульфідній фазі припиняється перехід міді з металу до сульфідної фази.

4. Вперше 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. Такі частинки забезпечують ефективність видалення включень нарівні з флотацією бульбашками 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 за швидкості руху понад 2 м/с.

5. Вперше експериментально показано 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 шляхом утворення газоподібного оксиду. При цьому можливе зменшення вихідної концентрації сірки (0,5%) в металі більше ніж в два рази з одночасним зменшенням вмісту вуглецю (3,0%) в металі в три рази за

середнього відношення швидкості окиснення сірки до швидкості окиснення вуглецю близько 0,14%/хв.

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 бульбашок газу. Вперше визначено функціональну залежність між середньоквадратичним значенням віброприскорення (сигналу зареєстрованого на поверхні стальківша) в інформативному діапазоні частот і витратою газу за різних умов продування. Для бульбашкового режиму витікання газу отримана функціональна залежність має ступневий вигляд. Встановлено, що в спектрі вібросигналу спостерігається присутність характерних частотних піків, які відповідають власній частоті коливання бульбашок 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 через зменшення затрати енергії на утворення бульбашок газу за незмінного характеру залежності інтенсивності сигналу вібрації від витрати газу.

Практичне значення отриманих результатів. На підставі отриманих наукових даних:

- розроблено наукові основи технології сульфідного рафінування залізовуглецевих розплавів в тигельній індукційній печі з використанням суміші реагентів на основі соди і сірки, яка забезпечила зниження концентрації розчиненої міді від початкового вмісту близько 1% до рівня, що не перевищує 0,3%. Розроблений технологічний процес рафінування випробувано в умовах ЕСПЦ ПАТ “Костянтинівський завод “Втормет”;

- встановлено і експериментально підтверджено, що для ефективного 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 доведено доцільність нового підходу до організації процесу десульфурації насиченого сіркою залізовуглецевого розплаву шляхом вилучення сірки до газової фази в процесі продування рідкого металу киснем;

- експериментально підтверджено ефективність техніки моніторингу процесу продування металу інертним газом в ківші під час позапічної обробки на основі

аналізу віброакустичних даних з поверхні сталерозливного ківша. Розроблений пілотний зразок апаратно-програмного комплексу моніторингу і автоматичного управління продуванням металу інертним газом на установці ківш-піч успішно випробуваний в промислових умовах ККЦ Єнакіївського металургійного заводу.

– Наукові і практичні результати роботи використані у виробничому процесі на ПАТ “Костянтинівський завод “Втормет” під час переробки брухту з підвищеним вмістом міді.

– Основні положення дисертації використовуються у навчальному процесі під час виконання магістерських і дипломних робіт студентами ДВНЗ “Донецький національний технічний університет” і НТУУ “Київський політехнічний інститут ім. І. Сікорського”.

Особистий вклад здобувача. В дисертаційній роботі постановка і обґрунтування завдань досліджень, вибір наукових підходів і методів дослідження, розробка та обґрунтування методики лабораторних та дослідно-промислових експериментів, теоретичне обґрунтування і реалізація математичних моделей, аналіз та опис отриманих експериментальних даних, формулювання висновків і технологічних рекомендацій за результатами досліджень здійснено безпосередньо автором. В процесі планування, підготовки та проведення експериментів, обробці отриманих результатів і підготовці публікацій за результатами досліджень вклад автора був визначальним. Наукові і практичні результати дисертаційної роботи, які винесено на захист, отримані автором самостійно або у співавторстві у відповідності з публікаціями, які наведено в авторефераті.

У роботах, які було опубліковано у співавторстві, здобувачем виконане наступне: аналіз і узагальнення літературних даних, розробка і обґрунтування методики експериментів [1,5]; термодинамічний аналіз умов переходу домішки з металу до газової фази [2]; розробка методики і проведення експериментів [3]; аналіз літературних даних, розробка концепції здійснення моніторингу на підставі аналізу віброакустичних даних, розробка методики проведення експериментів та планування досліджень, обґрунтування інформативних діапазонів, аналіз результатів [4,6,8,10,11,12,13,14,17]; формулювання вихідних даних і вимог до алгоритму [7]; розробка і обґрунтування методики досліджень та аналіз результатів [9,16,21]; формулювання вихідних даних, параметрів і розробка математичних моделей, планування розрахункових експериментів, аналіз результатів, розробка концепції деформації висхідних потоків рідкого металу в ківші під час одночасного продування крізь донну і занурену фурму [15,18]; розробка концепції інтенсифікації процесу видалення неметалевих включень твердими частинками, формулювання вихідних даних і розробка математичних моделей, аналіз результатів розрахунків [19,20,22,23]; підбір, аналіз та узагальнення літературних даних [24,26]; експериментальна перевірка параметрів конструкції [27]; ідея присаджування металевого алюмінію у рідкий метал для покращення рафінування [28]; розробка і обґрунтування методики розділення сульфідної і металеві фаз після рафінування [29,30].

Апробація результатів дисертації. Основні положення і результати роботи було повідомлено і обговорено на наукових конференціях і семінарах, в тому числі: The 9th International Metallurgical Conference METAL 2000, 16–18.05.2000, Ostrava, Czech Republic (2000 p.); The V International Conference Metallurgy, Refractories and

Environment, Stara Lesna, High Tatras, Slovakia, May 13-16, 2002, Slovakia by Harlequin, s.r.o., Kosice, Slovakia (2002 p.); «Современные проблемы теории и практики производства качественной стали» Международная научная конференция, ПГТУ, Мариуполь (2004 p.); «Прогрессивные технологии в металлургии стали: XXI век» Международная научно-техническая конференция, ДонНТУ, Донецк (2004 p.); «Advances in Metallurgical Processes and materials» the International Conference, НМетАУ, Дніпропетровськ, Україна, (2007 p.); «Metal 2007» the International Metallurgical & Material Conference, 22-24.5.2007, Hradec nad Moravice, Czech Republic (2007 p.); The 2007 International Symposium on Liquid Metal Processing and Casting, September 2-5, 2007, Nancy, France, (2007 p.); The Third Baosteel Biennial Academic Conference, 26-28 Sept. 2008, Shanghai, China, (2008 p.); VI Международная конференция «Стратегия качества в промышленности и образовании», 4-11 июня 2010, Варна, Болгария (2010 p.); «METAL 2011» 20th International Metallurgical and material conference, Brno, Czech Republic (2011 p.); The 2011 International Symposium on Liquid Metal Processing and Casting, September 25-28 2011, Nancy, France (2011 p.); «Slugs and Fluxes in Modern Metallurgy», International Workshop on Metal-Slag Interaction, 14-19.09.2010, Ялта, Крим, Україна (2010 p.); VIII Міжнародна конференція «Стратегія якості у промисловості і освіті», 8-15 червня 2012 р., Варна, Болгарія (2012 p.); 5th International Congress on the Science and Technology of Steelmaking, Oct. 1-3, 2012, Dresden, Germany (2012 p.); 2-nd International Conference „Advances in Metallurgical Processes & Materials“ AdMet 2014, 4-5 June, 2015, Київ, Україна (2015 p.); Multidisciplinary International Conference „Advances in Metallurgical Processes & Materials“ AdMet 2018, 10-13 June, 2018, Львів, Україна (2018 p.);

Публікації. За темою дисертаційної роботи опубліковано 55 наукових праць, у тому числі: 21 – стаття у наукових фахових виданнях, 2 – статті у виданнях, що індексуються у наукометричній базі Scopus, 3 – статті у періодичних наукових виданнях, 4 – патенти, 25 – матеріали наукових конференцій.

Структура і обсяг роботи. Дисертація складається зі вступу, 5 розділів, загальних висновків, списку використаних джерел із 220 найменувань та додатків. Дисертація має загальний обсяг 325 сторінок, 107 рисунків і 32 таблиці.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У **вступі** обґрунтовано актуальність теми дослідження і відповідність роботи основним цілям і завданням розвитку металургійного комплексу України, сформульовано мету і задачі дослідження, показано наукову новизну та практичне значення отриманих результатів, а також наведені відомості щодо апробації та публікації основних результатів роботи.

У **першому розділі** виконано 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 залізовуглецевих 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 виробництві сталі в майбутньому будуть збільшуватись. Відповідно, буде зростати і споживання брухту, а проблема з домішками міді загострюватись. Виходячи з цього створення технології виробництва сталі з можливістю рафінування рідкого металу від розчиненої міді є актуальним.

Проведено аналіз відомих методів рафінування залізобуглецевих розплавів від міді. Переважно розглядають два можливих варіанти проведення рафінування: шляхом переведення міді з рідкого металу в газову фазу (метод випаровування), та її вилученням до конденсованої фази відповідного хімічного складу, яка знаходиться у контакті з рідким металом (рафінування флюсом).

Аналіз даних показує, що низька швидкість процесу випаровування утруднює організацію ефективного рафінування металу від розчиненої міді в технологічному циклі виробництва сталі через необхідність тривалої витримки рідкого металу під вакуумом. Тому метод рафінування розплаву сульфідними флюсами визначено як перспективний для побудови промислової технології.

До цього часу накопичено значну кількість лабораторних експериментальних даних, які дозволяють принципово оцінити можливості методу сульфідного рафінування та визначити сприятливі умови для його проведення. Аналіз публікацій показав, що, як основа для сульфідного флюсу, найбільшу цікавість у дослідників обґрунтовано викликали 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 не розглянуто в літературі.

У **другому розділі** подано результати термодинамічного аналізу умов переходу міді з рідкого металу до сульфідної фази, представлено та проаналізовано результати експериментальних досліджень з сульфідного рафінування.

Можливість видалення розчиненої міді з залізобуглецевих 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, термодинамічний аналіз показує, що безпосереднє утворення чистих сульфідів міді в об'ємі рідкого металу неможливе. Однак 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 . В процесі термічного розкладання карбонату натрію (кальцинованої соди) в контакті з рідким залізом за наявності сірки утворення сульфиду натрію відбувається за реакцією:



З метою дослідження особливостей техніки рафінування з застосуванням

соди проведено експериментальні дослідження з роздільним та комбінованим введенням сірки та соди у рідкий чавун, який містив розчинену мідь.

Лабораторні плавки проводили на печі Таммана. У експериментах з роздільним введенням 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, коли у рідкий метал вводили лише сірку, без наступної обробки содою.

Аналіз результатів лабораторних експериментів з введенням соди у насичений сіркою рідкий чавун показали, що за певної витрати соди має місце рафінування металу від розчиненої міді (рис. 1). Найбільше скорочення концентрації міді після обробки сягало 30% від початкового значення за загальної витрати реагентів 8,6% від маси металу.

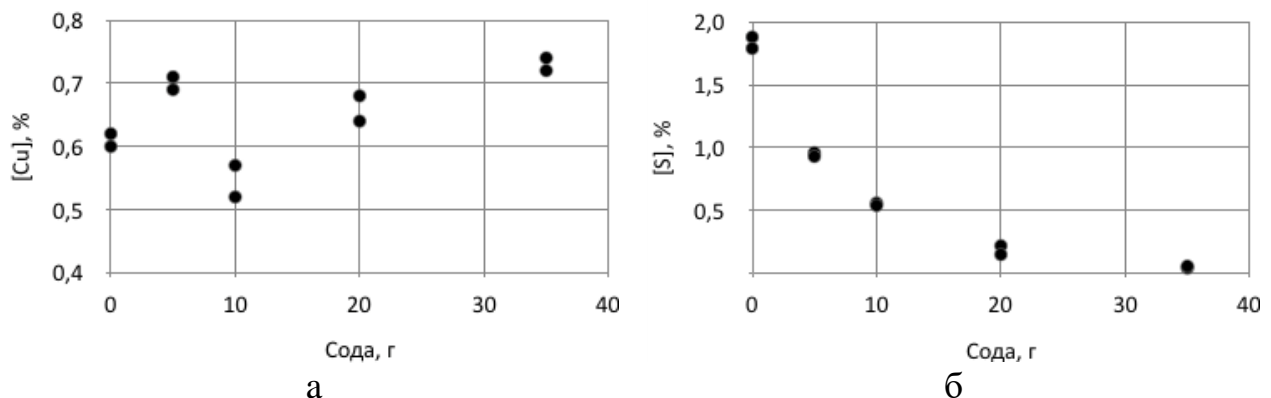


Рис.1. Залишкова концентрація міді (а) та сірки (б) в металі в залежності від кількості доданої соди.

Досліджено, яким чином в процесі сульфідної обробки змінюються концентрації інших елементів, що присутні в металі. Зокрема вуглецю, мангану, нікелю і фосфору. Манган, який має високу спорідненість до сірки, демонструє подібний до міді характер залежності величини залишкової концентрації від витрати соди (рис. 2). Залишкова концентрація вуглецю і сірки в металі зменшується зі зростанням витрати соди відповідно до реакції (1).

Таким чином протягом сульфідної обробки відбувається зміна концентрації всіх елементів, які мають спорідненість до сірки більшу ніж у заліза. Це треба враховувати у разі рафінування багатоконпонентних розплавів.

Лабораторні експерименти з введенням соди у попередньо насичений сіркою залізовуглецевий розплав показали принципову можливість реалізації такої побудови процесу рафінування. Для отримання найкращих результатів, витрата соди повинна певним чином співвідноситись з кількістю сульфідної фази, яка присутня в системі “рідкий метал-сульфідна фаза” на момент введення реагентів. Кількість доданої соди визначає хімічний склад сульфідної фази та об’єм газів, які утворюються відповідно до реакції (1). У експериментах найкращий результат було досягнуто, коли відношення кількості введеної в метал соди до витрати сірки складала 0,5.

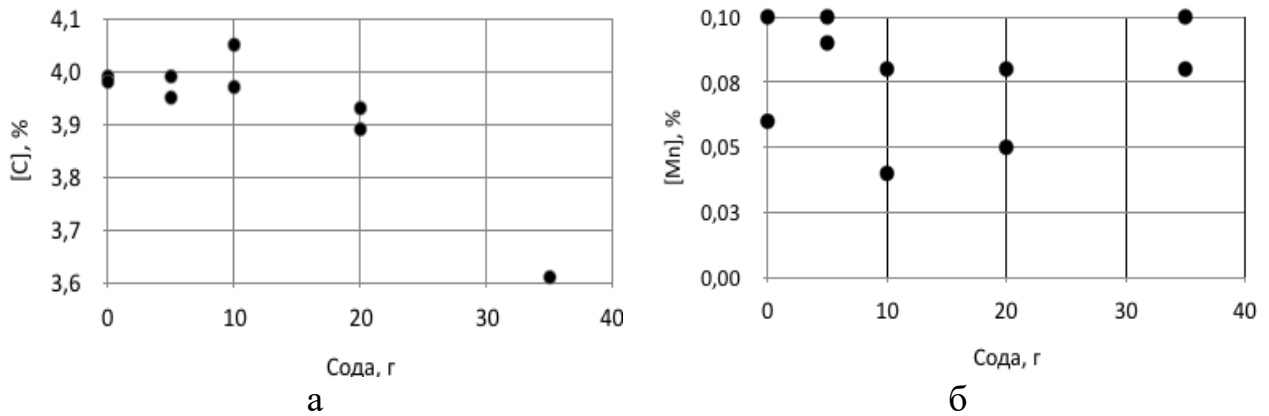


Рис.2. Залишкова концентрація вуглецю (а) і мангану (б) в металі в залежності від кількості доданої соди.

При одночасному введенні реагентів в рідкий метал використовували суміш з порошків сірки, соди та вуглецю. Суміш вводили в метал однією порцією. У таблиці 1 представлені результати цих експериментів. Для кожної серії експериментів наведені значення масових концентрацій елементів, які усереднені за результатами чотирьох плавок.

Таблиця 1

Хімічний склад металу після обробки сумішшю реагентів, мас. %

Серія	C	Si	Mn	Cu	Ni	S	(Mn+Cu+Ni)	Питома витрата суміші, кг/кг
Вихідн.	3,40	1,50	0,30	1,07	0,75	0,07	2,12	Вихідн.
1	3,89	1,55	0,11	0,78	0,38	0,46	1,26	0,060
2	3,50	1,49	0,12	0,84	0,48	0,40	1,43	0,047

В експериментах з більшою витратою суміші досягнуто більше зменшення концентрації міді – в середньому на 27% від початкового значення. Залишкова концентрація сірки в металі коливалась в діапазоні 0,3-0,6%. Концентрація мангану та нікелю в металі також зменшувалась (рис. 3). Показано залежність між залишковими концентраціями мангану і міді в металі після обробки. Експерименти показали вплив питомої витрати рафінувальної суміші на вміст кольорових домішок і залишковий вміст сірки. Зокрема, зі збільшенням витрати суміші збільшується і залишковий вміст сірки в метал, і рафінувальний ефект щодо міді.

Аналіз результатів лабораторних досліджень дозволив зробити висновок, що обидва розглянуті варіанти введення реагентів забезпечують досягнення ефекту рафінування металу від міді з близькими результатами. Однак при одночасному введенні результати досягнуті за меншої витрати реагентів і він є більш простим в організаційному плані. Тому для випробування в дослідно-промислових умовах обраний спосіб одночасного введення реагентів.

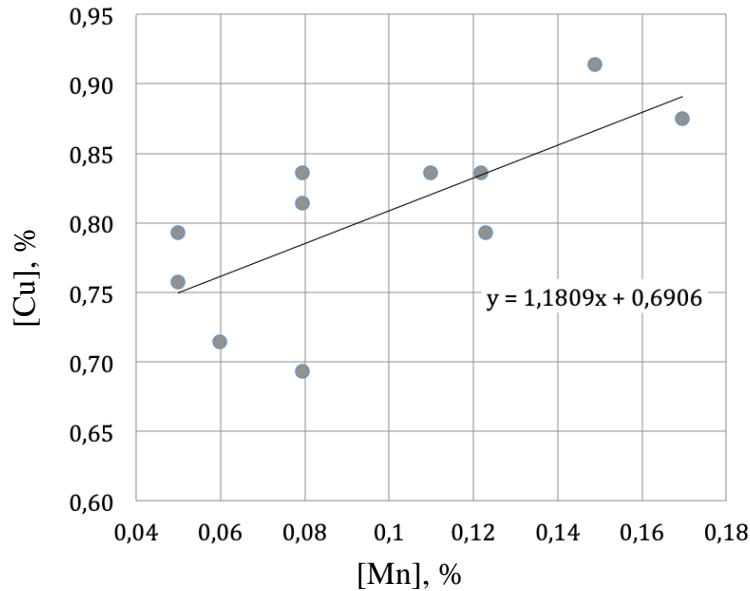


Рис. 3. Співвідношення залишкових концентрацій мангану і міді після сульфідної обробки.

Сульфідну обробку з використанням суміші реагентів було випробувано в дослідно-промислових умовах на тигельній 200 кг індукційній печі ЕСПЦ Костянтинівського заводу ВТОРМЕТ. Здійснювали обробку залізовуглецевого розплаву, попередньо легованого міддю. Для сульфідної обробки використовували суміш з порошків сірки, соди і вуглецю, що були взяті у співвідношенні 12/8,6/1.

На першому етапі дослідно-промислових експериментів досліджували інжектування суміші реагентів в об'єм рідкого металу у струмені газу. Схема експериментальної установки показана на рисунку 4.

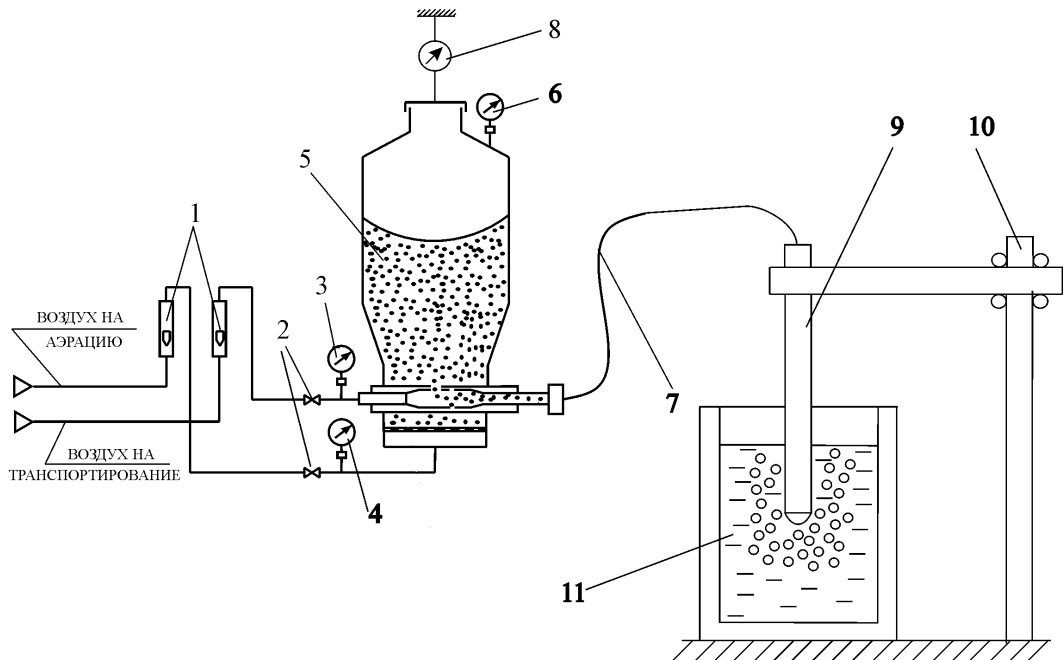


Рис. 4. Схема установки для інжектування порошкових реагентів у рідкий метал: 1 – витратомір газу; 2 – вентиль; 3, 4, 6 – манометр; 5 – аераційний живильник; 7 – пневмотранспортний трубопровід; 8 – пристрій безперервного зважування (динамометр); 9 – фурма; 10 – маніпулятор фурми; 11 – індукційна піч

Фурму з графітовим наконечником занурювали в об'єм рідкого металу на

глибину 200-250 мм і здійснювали продування з інтенсивністю введення суміші 1,46-2,80 кг/хв. Показано, що при продуванні розплаву сумішшю порошків соди та сірки у струмені аргону з витратою 50-55 кг/т досягається зниження концентрації розчиненої міді на 47-50% від початкового вмісту 1,4-2,0%. Залишковий вміст сірки в металі після продування рафінувальною сумішшю у струмені аргону складав близько 0,3%. Інжекція матеріалів з тією ж питомою витратою у струмені атмосферного повітря призвела до зниження вмісту розчиненої міді в металі лише на 20% при більшій в три рази залишковій концентрації сірки.

Дослідження показали, що протягом інжекції реагентів концентрація сірки в металі поступово підвищується з 0,26% до 0,75% з одночасним зменшенням концентрації розчиненої міді (рис. 5). Дослідження зразків металу на електронному мікроскопі показало, що протягом продування спостерігається утворення в об'ємі металу значної кількості сульфідних неметалевих включень розмірами від 1 до 10 мкм (рис 6). Причому протягом продування середній розмір включень збільшується з 1,0-1,5 мкм до 2-4 мкм завдяки процесу коагуляції. Дослідження хімічного складу сульфідних включень у характеристичному випромінюванні відповідних елементів показує, що вони містять мідь (рис 7). Це дозволяє зробити висновок, що для досягнення найбільшого ефекту від сульфідного рафінування потрібними є заходи для покращення видалення чисельних сульфідних включень, які в значній кількості присутні в об'ємі рідкого металу по закінченню обробки.

У главі також представлені результати експериментальних досліджень впливу на залишковий вміст міді в металі присадок металевого алюмінію у насичений сіркою метал після закінчення інжекції сірковмісної суміші і вилучення з поверхні розплаву сульфідного флюсу. Встановлено, що після введення алюмінію на дзеркалі металу знову утворюється шар сульфідної фази, а концентрація сірки і міді в металі зменшується (рис 5). Збільшення витрати алюмінію більше 0,01 кг/кг сприяло подальшій десульфуратії металу, але не впливало на вміст міді (рис. 5(проби 4,5)). Дослідження на електронному мікроскопі показали, що після присадки металевого алюмінію в метал неметалеві включення (НВ) набувають глобулярної форми і добре коагулюють (рис. 6(проба 4)), що безумовно повинно сприяти їх кращому видаленню з об'єму металу.

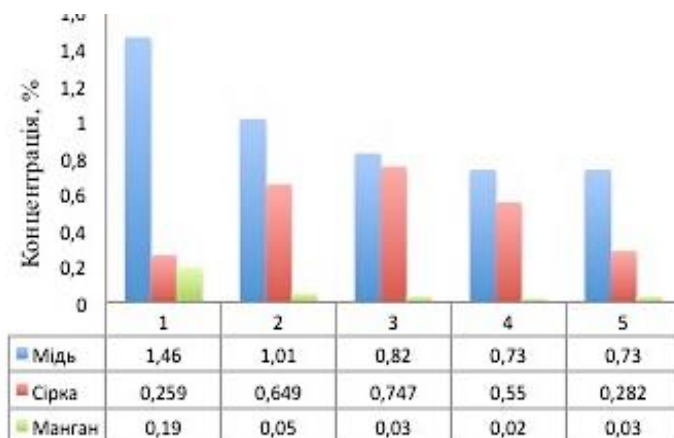


Рис. 5. Зміна концентрації сірки, міді та мангану протягом інжекції суміші (1 – перед початком інжекції; 2 – на 6-й хвилині інжекції; 3 – на 8-й хвилині інжекції; 4,5 – після видалення шлаку і присадки алюмінію в рідкий метал)

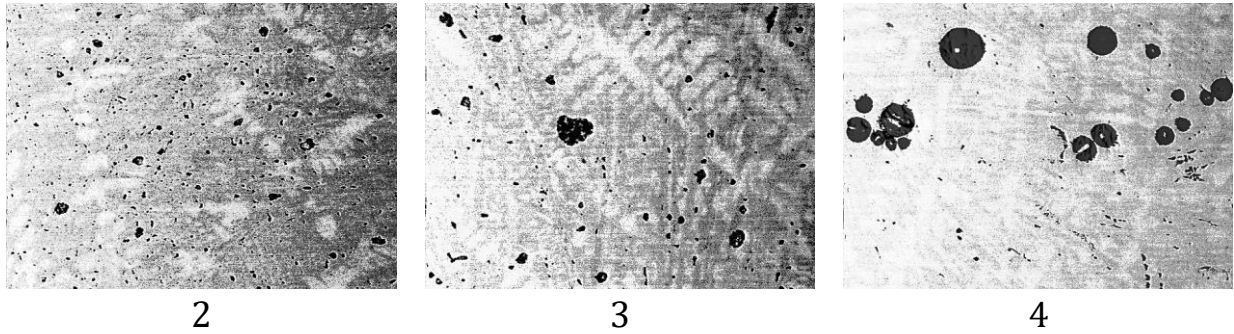


Рис. 6. Вигляд сульфідних неметалевих включень у зразках металу при збільшенні x500 (номери відповідно до рисунку 5)

Окрім того, спостерігається зміна в хімічному складі НВ через їх збагачення сульфідом алюмінію (рис.7) і збіднення сульфідом заліза за реакцією



Дана методика дозволяє підвищити ефективність сульфідної обробки металу завдяки поліпшенню вилучення насиченої міддю сульфідної фази з об'єму металу і одночасного зменшення залишкової концентрації сірки в металі.

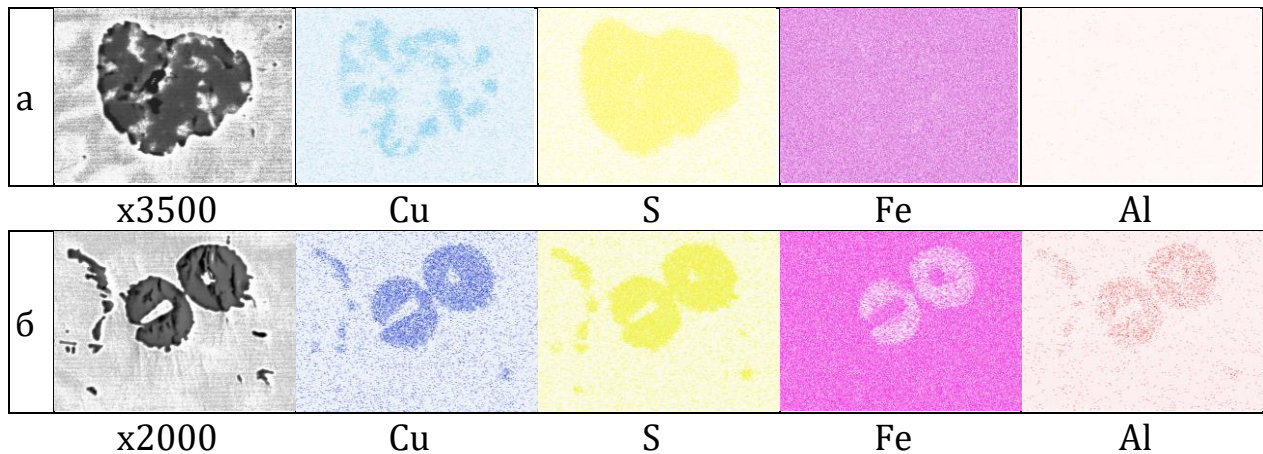


Рис. 7. Вигляд сульфідних неметалевих включень у характеристичному випромінненні відповідних елементів (а – на 8-й хвилині інжекції; б – після присадки алюмінію в рідкий метал)

Представлені у главі результати експериментальних досліджень показують, що однією з обов'язкових умов ефективного протікання процесу сульфідного рафінування є інтенсивне перемішування металевих і сульфідних фаз, що реагують. В експериментах з присаджуванням суміші реагентів на дзеркало металу без інтенсивного перемішування суттєвого зменшення концентрації міді в металі не відбувалося, незважаючи на значне зростання концентрації сірки в ньому.

Представлено і проаналізовано результати експериментів у дослідно-промислових умовах в ході яких рідкий метал з індукційної печі зливали на порцію суміші, розміщену в розливному ківші, і після нетривалої витримки для завершення реакцій, метал і флюс, що утворився, повертали в тигель печі на другу порцію суміші реагентів. Після цього тигель печі накривали кришкою і витримували метал три хвилини. Потім скачували флюс з дзеркала металу і відбирали проби для хімічного аналізу. З метою визначення впливу витрати суміші на результати обробки

на одній з плавок такий цикл обробки повторили двічі. Загальна питома витрата суміші складала 0,105-0,108 кг/кг. В таблиці 2 представлені результати хімічного аналізу проб металу з даних плавок.

Таблиця 2

Зміна вмісту деяких елементів в металі в процесі сульфідної обробки

Плавка	Момент відбирання проби	C, %	Mn, %	Cu, %	S, %	Витрата суміші, кг/кг
1	Перед обробкою	3,37	0,81	1,12	0,046	
	Після 1-го циклу обробки	3,57	0,19	0,62	0,59	0,054
	Після 2-го циклу обробки	3,98	0,15	0,23	0,93	0,054
2	Перед обробкою	3,51	0,74	0,56	0,14	
	Після обробки	3,67	0,15	0,29	0,81	0,105

В ході експериментальних досліджень проводили обробку розплаву з різним початковим вмістом міді. Питому витрату суміші було визначено з урахуванням часткового окиснення реагентів киснем повітря в ході обробки. За рахунок сульфідної обробки вдалося знизити вміст міді в металі до концентрації менше 0,3% (табл.2). Для металу з початковим вмістом міді 1,12% необхідно два цикли сульфідної обробки. Відповідно питома витрата суміші збільшилась вдвічі. Як і в лабораторних дослідженнях спостерігали паралельне зменшення вмісту марганцю в металі. Слід відзначити, що залишковий вміст сірки в металі є більшим, ніж в лабораторних експериментах, що обумовлено великою питомою витратою суміші та окисним впливом атмосфери.

Представлені результати показують, що розроблений метод сульфідної обробки дозволяє вирішувати завдання з рафінування залізобуглецевих розплавів від розчиненої міді. До його переваг слід віднести відносну простоту реалізації і малу тривалість процесу обробки. У той же час 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. В межах використовуваної в ході експериментів техніки переливу розплаву з печі в ківш і назад зробити це було важко за наявних технологічних умов. Сульфідну обробку розплаву рекомендовано здійснювати в спеціалізованому закритому реакторі, що дозволить створити умови для ефективного рафінування і покращення екологічних показників процесу.

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

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

Замість неефективного (через хорошу адгезію сульфідної фази до металу) механічного згрібання флюсу з поверхні металу, запропонована технологія з додаванням на поверхню рідкого флюсу охолоджуючого твердого матеріалу з наступним

їх сумісним видаленням. Як охолоджуючий матеріал в експериментах випробували шамот та вапно фракцією 3-15 мм. Отримані результати показали, що така технологія забезпечує практично повне видалення сульфідної фази з дзеркала металу без втрат рідкого металу і запобігає поверненню міді з сульфідної фази внаслідок її взаємодії з окисною атмосферою.

Проблему інтенсифікації процесу рафінування металу від неметалевих включень досліджували з використанням комп'ютерного моделювання. Досліджено закономірності флотації неметалевих включень бульбашками газу і їх коагуляції з твердими рафінувальними частинками, штучно введеними в об'єм рідкого металу з метою інтенсифікації процесу видалення включень.

На основі результатів математичного моделювання процесу флотації неметалевих включень бульбашками газу показано, що найкращі результати можна досягнути за умови утворення великої кількості дрібних (1-5 мм) бульбашок газу, якомога рівномірно розподілених у об'ємі металу, що реалізувати на практиці вкрай складно. За результатами розрахунків, через механізм флотації бульбашками інертного газу можливо добре видаляти включення розмірами понад 50 μm . Більш дрібні включення розмірами 10-50 μm майже не видаляються таким шляхом.

Результати моделювання показали, що для інтенсифікації процесу видалення НВ з рідкого металу можна застосувати механізм коагуляції включень з твердими тугоплавкими частинками, штучно введеними в об'єм розплаву, що, згідно отриманих даних, може забезпечити більш ефективно рафінування рідкого металу від включень розмірами менше за 50 μm .

Аналіз закономірностей процесу коагуляції показав, що краще за все в рідкому металі коагулюють частинки і включення, які погано змочуються металом, а на процес закріплення НВ на твердій частинці найбільше впливають сили адгезії між ними. В умовах продування металу газом в ківші швидкість руху потоків рідкого металу не достатня, щоб силами спротиву відірвати закріплене на поверхні твердої частинки неметалеve включення. Розрахована тривалість "спікання" частинки та включення складає близько 0,01 с. Все це разом створює передумови для здійснення рафінування за таким механізмом.

Для оцінки ефективності процесу рафінування рідкого металу від НВ тугоплавкими порошковими матеріалами розроблено математичну модель, яка базується на модифікованій методиці розрахунку процесу флотації газовими бульбашками. Для розрахунку ефективності рафінування металу від неметалевих включень тугоплавкими частинками використовували наступне співвідношення:

$$\eta_p = 100 \left(1 - \exp \left(- \frac{3HT_F Q_p P}{2VT_0 d_p} \right) \right), \quad (3)$$

де Q_p – об'ємна витрата частинок, $\text{м}^3/\text{с}$; H – глибина ванни рідкого металу, м; T_F – температура металу, К; T_0 – температура часток, К; P – вірогідність зіткнення включення з часткою; V – об'єм рідкого металу, м^3 ; d_p – діаметр часток, м; t – тривалість продування, с.

Ймовірність закріплення прийняли рівною 1, а ймовірність відриву рівною 0, щоб в процесі розрахунку враховувати лише ймовірність зіткнення включення з часткою. Замість діаметру частинки в розрахунку використовували суму величини її діаметру і товщини прикордонного шару навколо неї.

Результати розрахунків ефективності рафінування рідкої сталі від неметалевих включень тугоплавкими частинками для включень різних розмірів наведено на рис. 8.

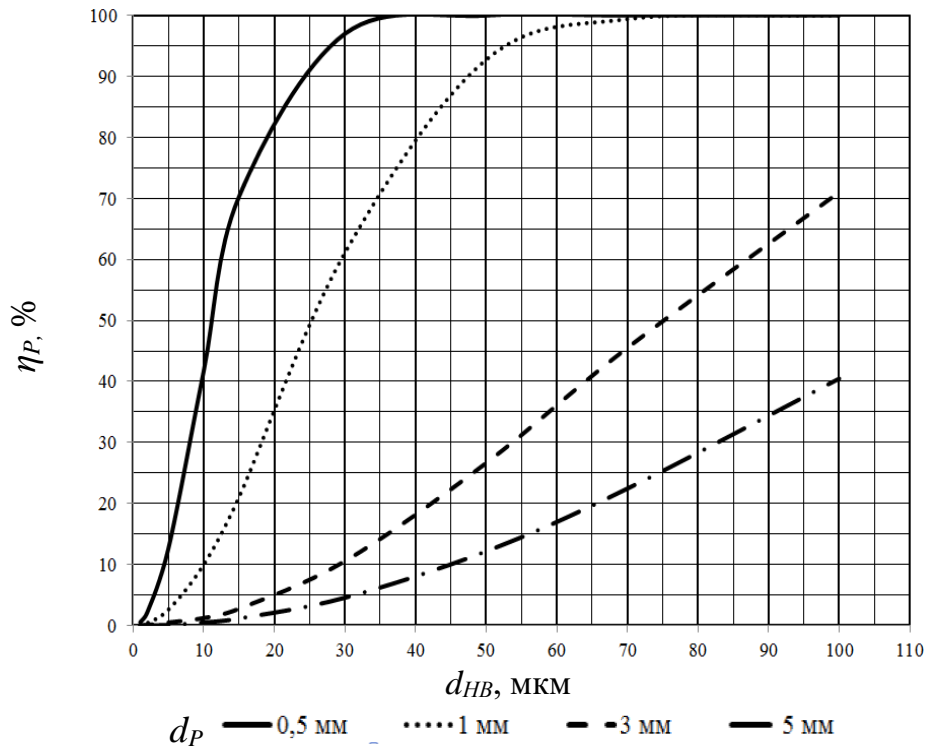


Рис. 8. Залежність ефективності видалення неметалевих включень η_r твердими рафінувальними частинками різного діаметру d_p за 15 хвилин інжекції від діаметру неметалевих включень d_{NB}

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 1 мм. При цьому ефективність видалення неметалевих включень буде відповідати ефективності газової флотації бульбашками діаметром 5 мм, але має трохи інший характер. Краще за все будуть видалятися включення розміром більше за 20 μm , а для включень розміром менше за 10 μm ефективність рафінування різко падає. Чим менший розмір твердої частинки, тим вище ефективність видалення включень. Проте дуже 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 недоцільно. Окрім того, зі зменшенням розміру частинок ускладнюється організація процесу їх введення в об'єм рідкого металу.

Комп'ютерне моделювання показало, 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 ківшу. Характер руху частинок, які занурені в розплав, безпосередньо пов'язаний з умовами руху потоків рідкого металу, які виникають під впливом газового перемішування. Максимальний розмір частинки, яка може бути захоплена певним потоком металу, або мінімальну швидкість потоку за якої він може затягти частинку певного розміру, можна визначити за допомогою наступної нерівності:

$$\frac{4}{3}\pi g r^3 (\rho_m - \rho_p) \leq 6\pi r \eta_m u_m, \quad (4)$$

де r – радіус частинки, м; u_m – швидкість потоку рідкого металу, м/с; η_m – в'язкість рідкого металу, Па·с; g – прискорення вільного падіння, м/с².

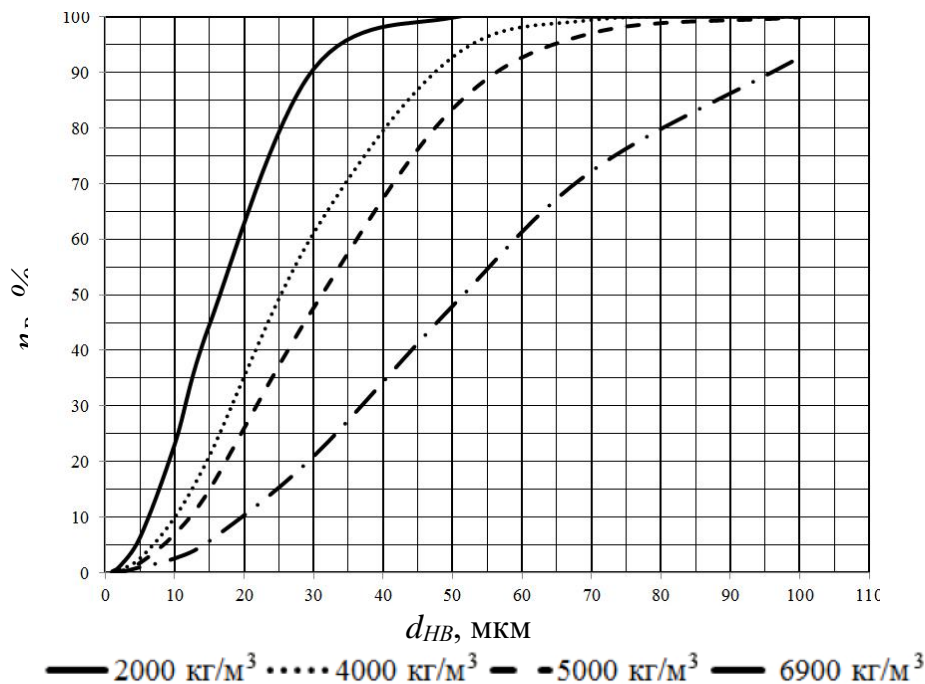


Рис. 9. Ефективність видалення неметалевих включень η_p різного діаметра d_{HB} тугоплавкими рафінувальними частинками діаметром 1 мм з різною щільністю

Відповідно на підставі даних щодо напрямку руху і швидкостей руху потоків металу можливо у першому наближенні прогнозувати траєкторію руху твердих частинок, які введені в об'єм розплаву. Для рішення гідродинамічної задачі стосовно руху рідкого металу в ківші під час продування та інжекції частинок застосовували метод комп'ютерного моделювання з використанням прикладного пакету ANSYS Fluent. Для визначення оптимальних параметрів витрати газу крізь продувальні пристрої у днищі ківша і місця введення фурми для інжекції матеріалів використовували двовимірну модель. Тривимірне моделювання проводили з метою уточнення результатів двовимірного моделювання, приймаючи до уваги об'ємну природу потоків металу.

Математична модель опису гідродинамічного перемішування рідкого металу базується на рівняннях Нав'є-Стокса. Вона включає рівняння нерозривності в формі Ейлера (рівняння нестискаємості) і рівняння збереження імпульсу.

Було створено кілька геометричних і кінцево-різницевоїх моделей, що враховують різне розташування зануреної в розплав фурми. Донну фурму у всіх випадках було розміщено на відстані від центральної осі ківша, що дорівнює $2/3R$, де R – внутрішній радіус днища ківша. Розглянули чотири характерні варіанти розташування зануреної фурми – осьове положення з глибинами занурення 0,55 м і 0,25 м та ексцентричне зі зміщенням від осі в сторону, протилежну розташуванню донної фурми, з аналогічними глибинами занурення. Витрату інертного газу крізь нижню фурму змінювали в інтервалі 1,2-6,4 л/хв. Витрату аргону крізь занурену фурму у всіх розрахунках залишали незмінною і рівною 56 л/хв. Значення витрат газу крізь фурми визначали виходячи з технічних характеристик устаткування, яке планувалось застосовувати у дослідно-промислових умовах. Результатами розрахунку були значення векторів швидкості і сумарна швидкість в кожній вузловій точці розрахункової області.

Аналіз результатів моделювання показує, що найкращий результат відповідно до цілей моделювання досягається за максимального заглиблення фурми та її ексцентричному розташуванні (рис. 10).

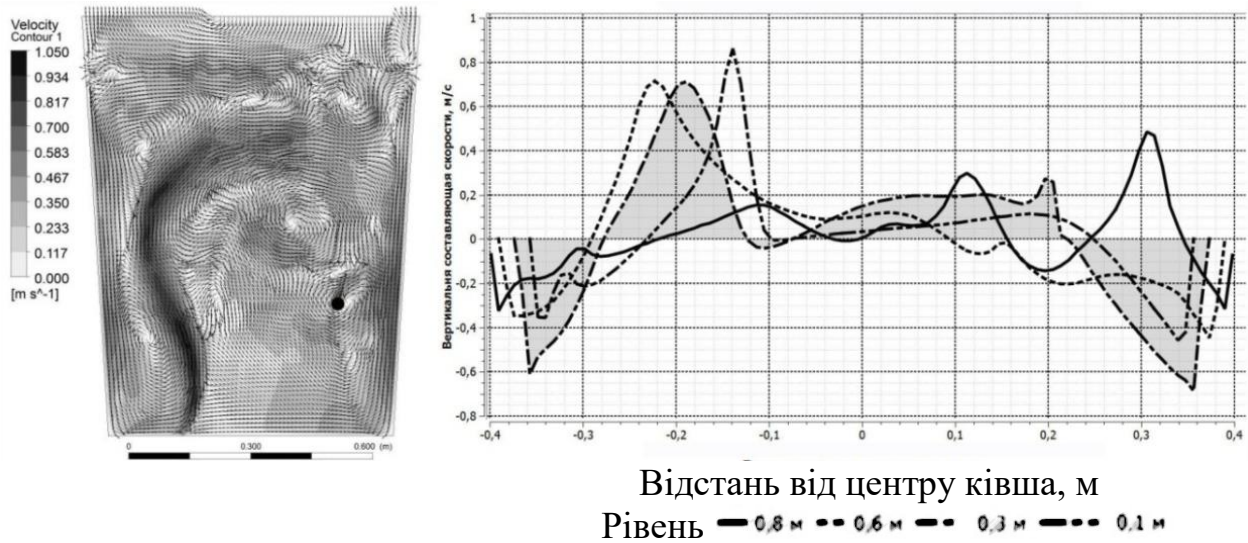


Рис. 10. Поля та графіки розподілу швидкостей рідкого металу на різних висотах в ковші за ексцентричного розташування фурми, зануреної на глибину 0,55 м і витраті аргону 6,4 л/хв крізь донний продувальний пристрій.

При осьовому розташуванні фурми найкращий результат досягається при малому її заглибленні (рис. 11).

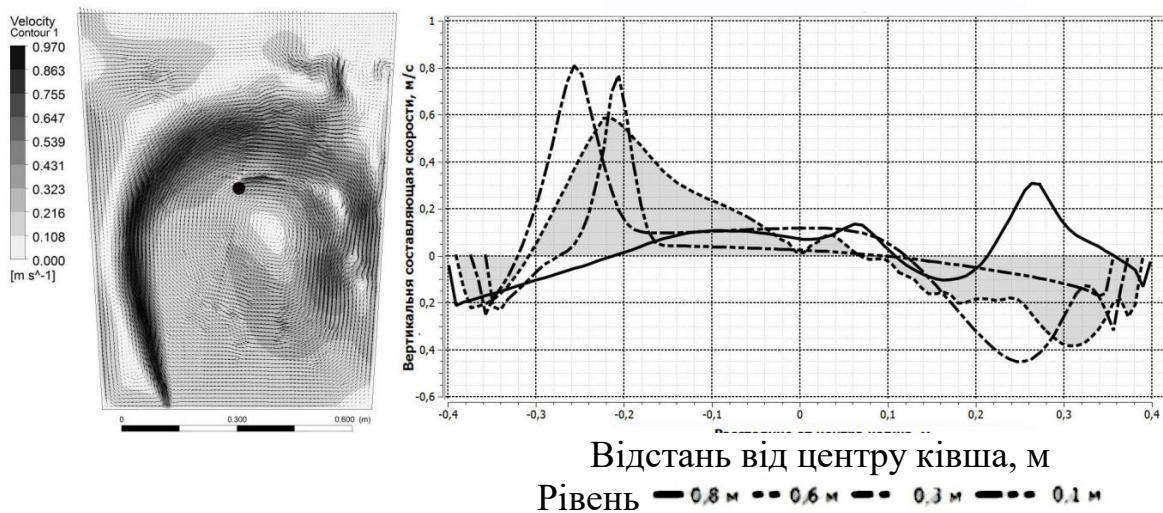


Рис. 11. Поля та графіки розподілу швидкостей рідкого металу на різних висотах в ковші за центрального положення фурми, зануреної на глибину 0,25 м і витраті аргону 6,4 л/хв крізь донний продувальний пристрій.

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 2,4 м. Розглянуто варіанти продувки з витратою газу крізь занурену фурму від 300 до 800 л/хв. за постійної витрати газу крізь донну продувну пробку 200 л/хв. Аналіз отриманих даних показує, що найкращий результат під час обробки металу в 75 т ковші 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.

Комп'ютерне моделювання показало, що при одночасному продуванні розплавленого металу в ківші крізь донну і занурену фурми, за певних умов можна деформувати висхідні потоки рідкого металу в зонах барботажу і домогтися затягування інжекттованих частинок в об'єм розплаву, збільшивши тим самим час їх перебування в металі.

На тривимірній моделі дослідили вплив щільності частинок на їх розподіл в об'ємі рідкого металу в ківші в процесі інжекції. Для аналізу впливу розміру частинок на їх розподіл в об'ємі металу в процесі інжекції були виконані розрахунки для частинок діаметрами 0,1 мм, 1 мм і 3 мм зі щільністю 2500 кг/м³. Розраховані ізоповерхні концентрацій частинок в об'ємі металу наведені на рисунку 12. Середній час спливання для частинок діаметром 0,1 мм склав 6,5-7,0 секунд, для частинок діаметром 1 мм – 4,0-4,5 секунд, для частинок діаметром 3 мм – 2,0-2,5 секунди. У всіх розглянутих випадках за час продування частинки розподілялися не по всьому об'єму металу, що показує необхідність вдосконалення технології їх введення у розплав.

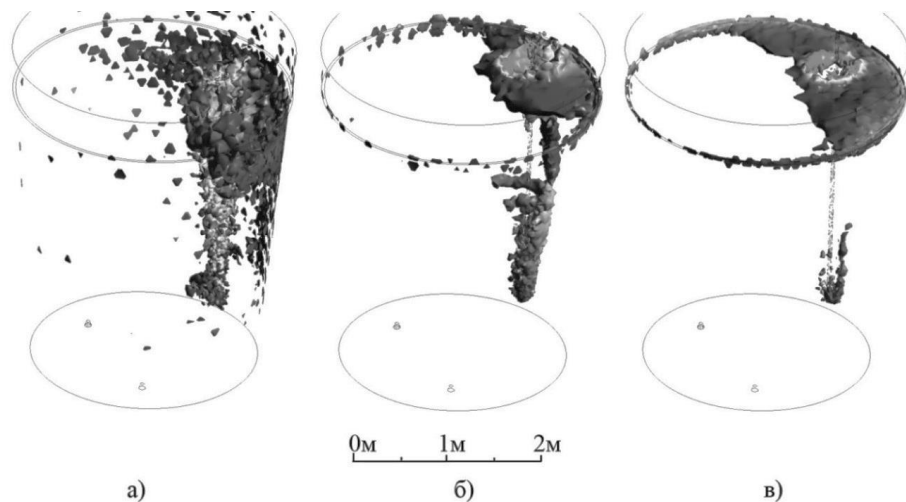


Рисунок 12 – Ізоповерхні розподілу часток у об'ємі металу залежно від їх розміру: а) - частинки діаметром 0,1 мм, б) – частинки діаметром 1 мм, в) – частинки діаметром 3 мм.

За результатами досліджень був зроблений висновок, що обробка твердими частинками може забезпечити інтенсифікацію процесу рафінування рідкого металу від неметалевих включень при її застосуванні як одночасно з бульбашковою флоатацією, так і без неї.

В четвертій главі 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, провели термодинамічні розрахунки

з використанням інструменту Equilibrium Compositions програмного пакету моделювання фізико-хімічних процесів HSC Chemistry 5.11. В процесі комп'ютерних розрахунків було розглянуто системи 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. В процесі моделювання передбачали, що на початку метал містить 4% С і 0,5% S. 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). Експериментальна перевірка впливу алюмінію на вміст сірки принципово підтвердила результати розрахунків.

Також представлено результати експериментальної перевірки висунутої концепції проведення десульфурації насиченого сіркою високовуглецевого розплаву одночасно з його зневуглецюванням в процесі продування газоподібним киснем. Теоретичний аналіз показує, 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 залізвуглецевого розплаву від вуглецю та сірки з вилученням останньої до газової фази під час окислювального продування рідкого металу киснем. В лабораторних експериментах 20 кг насиченого сіркою синтетичного чавуну продували киснем та атмосферним повітрям в тиглі індукційної печі. Встановлено, що використання повітря для продування не призводило до окиснення сірки. Одночасне окиснення вуглецю і сірки відбувалось лише за умови продування газоподібним киснем. Під час окиснення насиченого сіркою високовуглецевого розплаву газоподібним киснем протягом 30 хвилин було досягнуте 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. Динаміка зміни концентрації сірки і вуглецю протягом продування показана на рисунку 13.

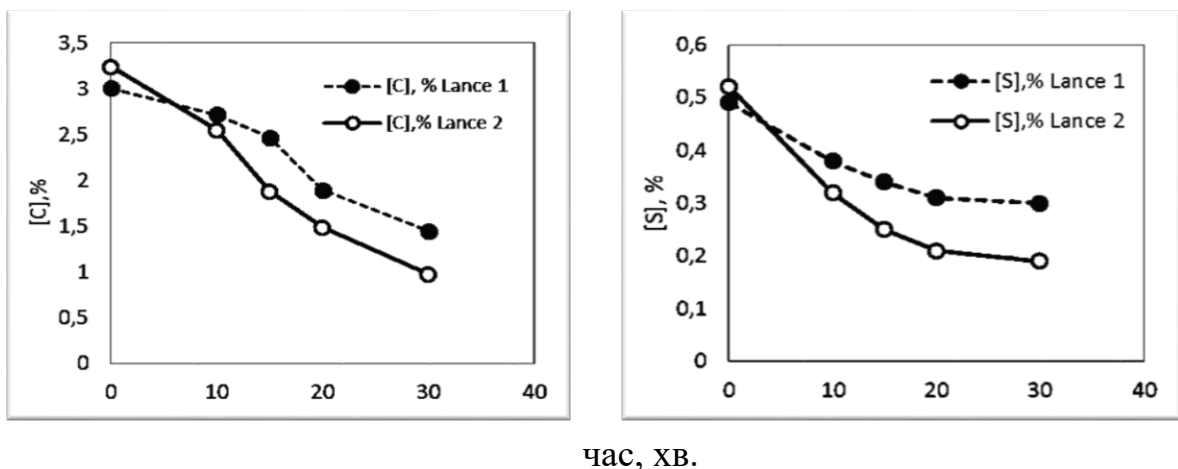


Рис. 13. Зміна концентрацій вуглецю (а) і сірки (б) під час продування металу киснем

В главі також представлені результати теоретичного аналізу впливу інтенсивності продування металу інертним газом на перебіг процесу десульфурації на агрегаті ківш-піч. 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 через зменшення загальної площі контакту металу і шлаку. Результати теоретичних розрахунків співставленні з виробничими даними під час обробки сталі на установці ківш-піч (УКП) у 150 т ківші (рис. 14).

Теоретичний ступінь десульфурації розраховували за формулою:

$$\eta_S = \frac{1 - \exp\left(-K_S \cdot \frac{A}{S} \cdot \tau \left(1 + \frac{1}{L_S \cdot M_S}\right)\right)}{1 + \frac{1}{L_S \cdot M_S}}, \quad (5)$$

де K_S – кінетичний коефіцієнт десульфурації; A – площа поверхні контакту металу та шлаку, m^2 ; V – об'єм сталі у ковші, m^3 ; t – тривалість обробки сталі, s ; L_S – рівноважний коефіцієнт розподілення сірки; M_S – відносна маса шлаку.

Проведений аналіз показав, що для проведення десульфурації на УКП з максимально можливою швидкістю для кожної конкретної установки треба врахувати розкриття дзеркала металу і відповідно вибирати режим продування.

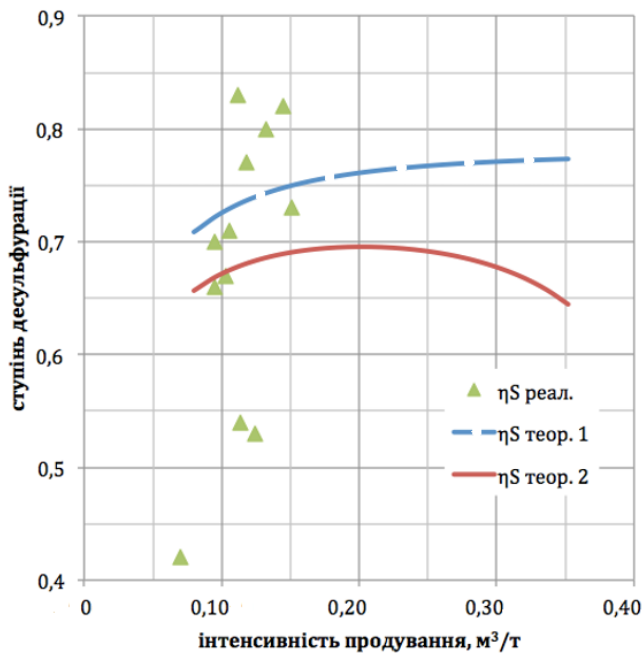


Рис. 14. Порівняння результатів розрахункового ступеня десульфурації (лінії) за різної середньої інтенсивності продування з фактичними даними для промислової УКП (точки):
 $\eta_{S \text{ теор. 1}}$ – розрахунок без урахування площі продувальної плями;
 $\eta_{S \text{ теор. 2}}$ – розрахунок з урахуванням продувальної плями;
 $\eta_{S \text{ реал.}}$ – ступінь десульфурації на плавці за виробничими даними

В п'ятій главі представлені результати досліджень з розвитку теоретичних та технологічних основ і алгоритмів моніторингу процесу продування сталі інертним газом під час позапічної обробки за результатами аналізу віброактивності поверхні сталерозливного ківша.

Представлено і проаналізовано результати лабораторних експериментів з дослідження впливу витрати продувального газу на спектр вібросигналу, з визначення інформативних діапазонів частот у спектрі вібросигналу, з визначення кореляції між енергією вібросигналу (середньоквадратичним значенням віброприскорення (СКЗ)) та рівнем витрати газу у визначеному діапазоні частот спектру вібро-

сигналу, з визначення впливу поверхневого натягу рідини на спектр та енергію вібросигналу.

Схему лабораторної установки холодного моделювання процесу продування рідини газом показано на рисунку 15.

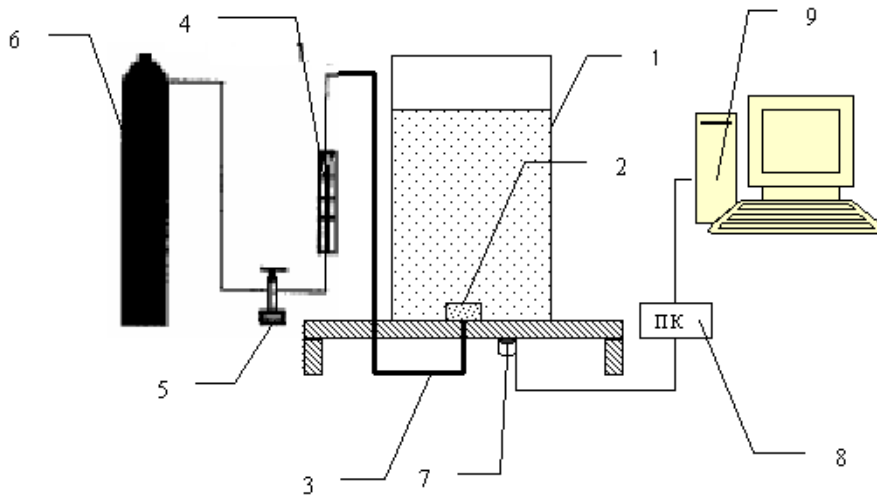


Рисунок 15 – Схема лабораторної установки (1 – робоча ємність з рідиною; 2 – фурма; 3 – газопровід; 4 – витратомір; 5 – вентиль; 6 – газовий балон; 7 – вібрдатчик; 8 – узгоджувальний пристрій; 9 – комп'ютер)

Теоретичний аналіз джерел вібрації та аналіз часових реалізацій вібросигналів, які було записано протягом експериментів, показали, що процеси, які є причиною вібрації корпусу лабораторної установки, мають виражений нестационарний характер. Для визначення рівня сигналу вібрації використовували його середньоквадратичне значення (СКЗ) для визначеної полоси частот, яке розраховували за формулою:

$$СКЗ_j = \sqrt{\frac{1}{2} \sum_{i=K_j}^{K_{j+1}} s(f_i)^2} \quad (6)$$

де K_j , K_{j+1} – номери першої і останньої спектральної лінії в спектрі сигналу, що визначає j -ту полосу частот.

Відповідно під час обробки і аналізу вібросигналів відслідковували зміни СКЗ для різних частотних діапазонів під час продування.

Аналіз даних отриманих на холодній моделі щодо зв'язку між середнім значенням рівня СКЗ вібросигналу і витратою продувального газу в частотному діапазоні 0-200 Гц (рис. 16) дозволив визначити найбільш інформативний частотний діапазон (0-40 Гц) в якому спостерігається максимальна кореляція між значенням СКЗ вібросигналу і витратою газу у всьому розглянутому діапазоні. Аналіз результатів лабораторних досліджень також показав, що збільшення кількості робочої рідини в посуді призводить до збільшення рівня СКЗ вібросигналу. За бульбашкового режиму продування залежність СКЗ віброприскорення сигналу від витрати газу корелює з величиною роботи утворення бульбашок газу і описується ступеневою функціональною залежністю (рис. 17):

$$a_{СКЗ} = k \cdot Q^n, \quad (7)$$

де k – коефіцієнт, що прямопропорційно залежить від висоти стовпа рідини; Q – витрата газу, л/хв; n – показник степеню, який приймає значення в діапазоні $n=2-3$.

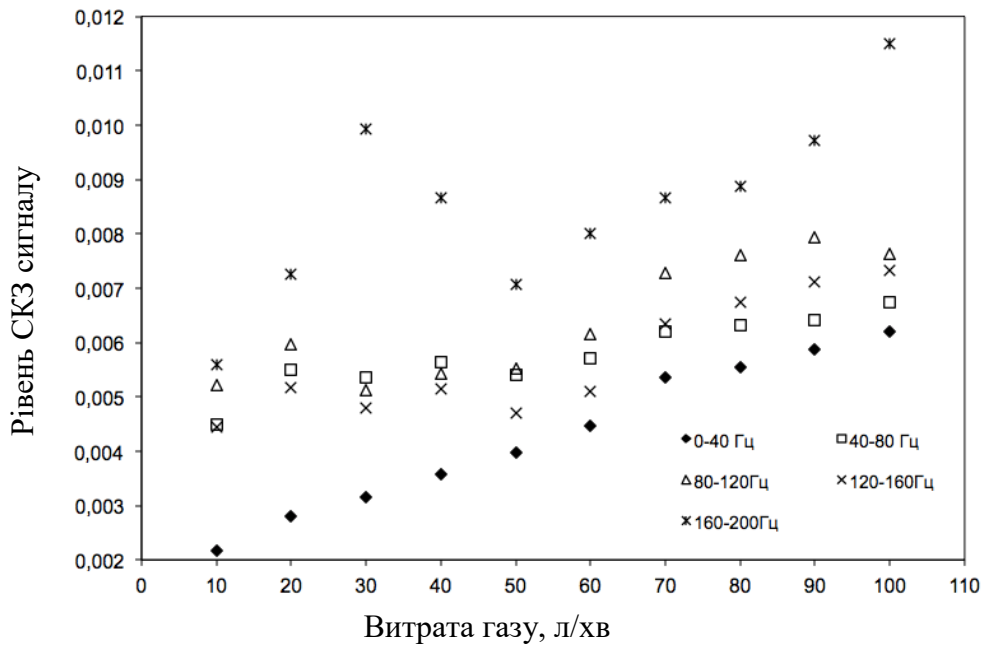


Рис. 16. Залежність середнього значення СКЗ вібросигналу від величини витрати газу в різних частотних діапазонах

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% (рис.17). Зміна величини СКЗ віброприскорення відображає зміну величини роботи на утворення бульбашки газу в рідині під час продування. Зі збільшенням витрати газу і переходом від бульбашкового режиму продування до струменевого, зменшується вплив властивостей рідини на процес утворення бульбашки, і її розмір визначається лише витратою газу.

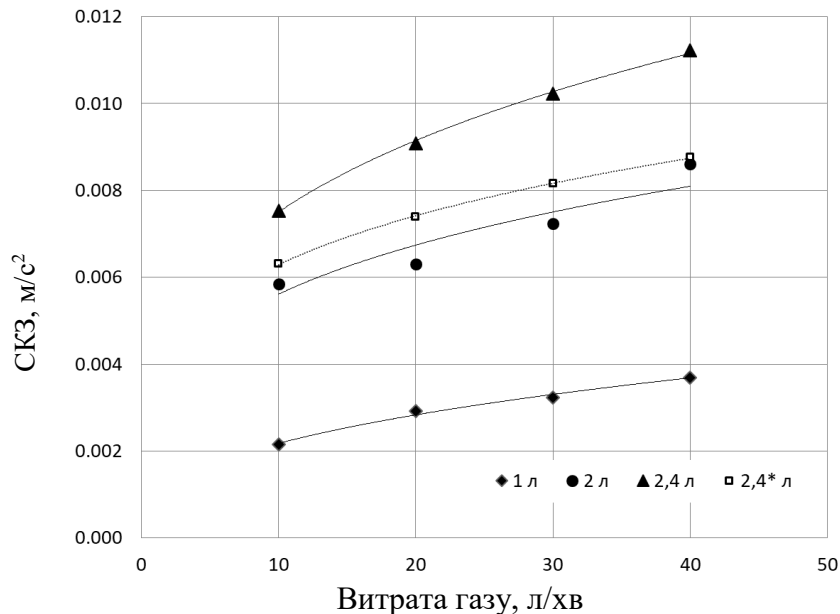


Рис. 17. Зміна величини СКЗ віброприскорення за різної витрати продувального газу і кількості рідини в посуді (зірочкою позначені дані для експерименту з продуванням розчину)

Аналіз спектрів вібросигналів зафіксованих на лабораторній установці в процесі продування води показав, що відповідно до теоретичних оцінок, в спектрі віб-

росигналу в діапазоні частот 2000-3500 Гц на частоті близько 2500 Гц спостерігається присутність характерних частотних піків, які відповідають власній частоті коливання бульбашок газу.

Представлено і проаналізовано результати досліджень, які було проведено в дослідно-промислових умовах на 150-тонній установці ківш-піч (рис 18) за розробленими і відпрацьованими в лабораторних умовах методиками. В діапазоні частот 15-95 Гц визначена хороша кореляція між інтенсивністю віброцигнала і величиною поточної витрати інертного газу крізь пористі вставки у днищі ківшу (рис 19).

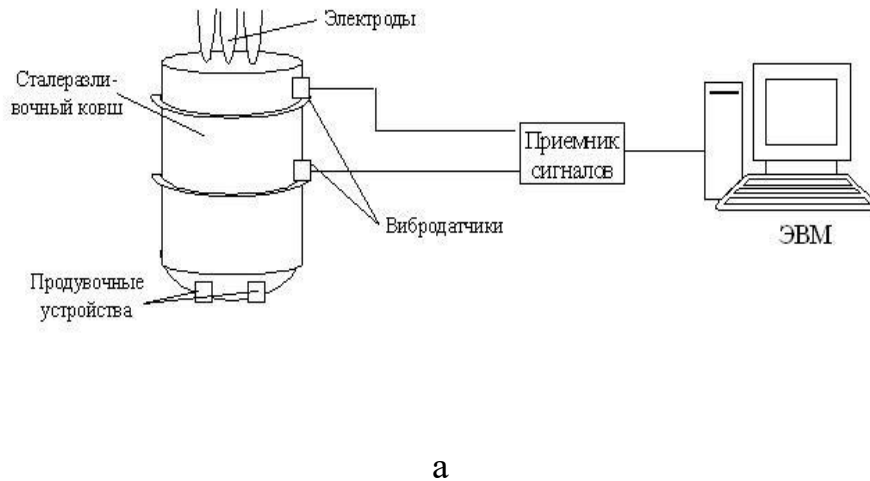


Рис. 18. Схема реєстрації даних щодо віброактивності ківша в ході позапічної обробки металу на УКП (а) і розміщення датчиків на фланцях ківшу (б)

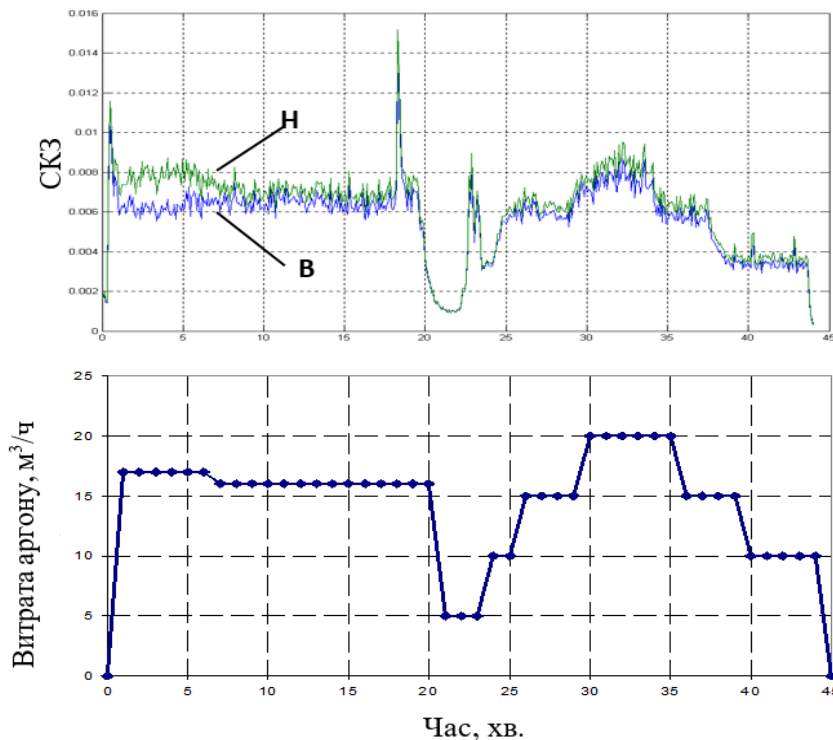


Рис. 19. Змінення з часом рівня СКЗ віброцигнала і витрати аргону (Н – нижній фланець ківша; В – верхній фланець ківша)

Обробка результатів вимірювань віброцигнала під час продування сталі на УКП, отриманих на серії плавок дозволила визначити функціональний зв'язок між витратою аргону і СКЗ сигналу (рис 20). Витрату газу і рівень СКЗ віброприско-

рення фіксували у середньому кожні 3 секунди протягом позапичної обробки плавки на УКП. При цьому до уваги брали лише стаціонарні режими продування, тобто відрізки часу, коли витрата продувального газу була сталою. Отримані данні піддали статистичній обробці, за результатами якої виключили грубі помилки вимірювання та винайшли середні значення СКЗ сигналу по всьому діапазону значень витрати продувального газу (рис. 5). Для діапазону витрат інертного газу 0-7 м³/год, який за результатами аналізу визначили як бульбашковий режим продування, функціональну залежність визначили у вигляді $a_{СКЗ} = 0,0023 \cdot Q^{0,24}$, де Q – значення витрати газу у м³/год.

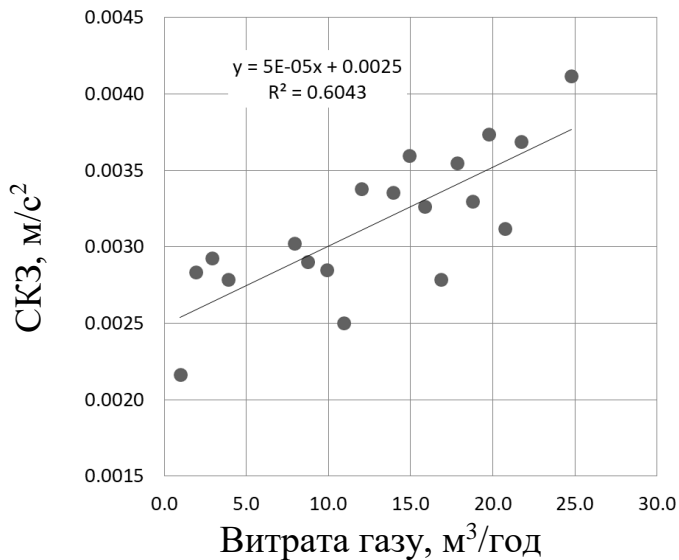


Рис. 20. Залежність середнього значення СКЗ віброприскорення зареєстрованого сигналу від величини витрати газу за різних режимів продування на 150 т установці ківш-піч

На промисловому агрегаті також спостерігається певна кореляція між інтенсивністю продування рідкого металу крізь донні продувні пристрої і СКЗ віброприскорення. Зі збільшенням витрати газу рівень СКЗ також збільшується. Тобто досліджуваний метод дозволяє в промислових умовах відстежувати перебіг процесу продування і отримувати непрямі дані щодо фактичної поточної витрати газу.

Обробка отриманих даних також показала, що на рівень СКЗ вібросигналу на частотах кратних 50 Гц впливає робота електричних дуг. Відповідно треба враховувати і вилучати з розгляду ці частоти в інформативному діапазоні для підвищення якості отриманих результатів.

Розглянуто вплив режимів горіння електричних дуг на характеристики вібросигналу, зареєстрованого на поверхні корпусу лабораторної дугової печі, що моделювала роботу УПК. Максимальний рівень потужності вібросигналу відповідає нестабільному горінню дуги в присутності твердої фази. Горінню дуги на шар рідкого шлаку відповідає значно менший рівень потужності вібросигналу. Зміна рівню сигналу у частотних діапазонах кратних 100 Гц дозволяє відслідковувати періоди горіння і визначати сприятливі режими горіння електричних дуг (рис. 21).

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, який може надавати додаткову інформацію для прийняття вірного технологічного рішення і забезпечувати автоматичне керування витратою інертного газу

на УПК в процесі позапічної обробки. Промислові випробування експериментального зразку апаратно-програмного комплексу показали ефективність розроблених методів і працездатність системи в умовах реального металургійного виробництва.

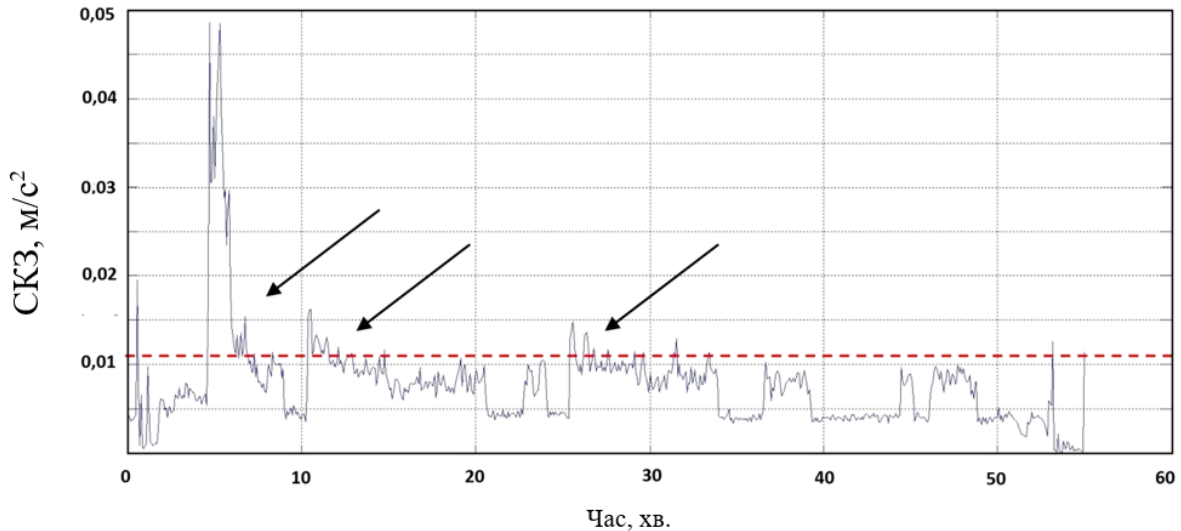


Рис. 21. Зміна рівня СКЗ вібросигналу в частотному діапазоні 95-110 Гц під час обробки стали на УПК (стрілками показані моменти присаджування шлакоутворюючих).

Корисний ефект від використання подібної системи управління продуванням може бути отримано на будь-якому сортаменті. Автоматична оптимізація витрат продувального газу під час позапічної обробки дозволяє 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.

ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ

1. Проведені дослідження показали, що техніка сульфідного рафінування з використанням соди і сірки для утворення сульфідного флюсу дозволяє зменшувати вміст розчиненої міді в залізювуглецевому розплаві в декілька разів. Зокрема, рафінування розплаву з питомою витратою суміші реагентів не більше за 0,1 кг/кг забезпечувало зменшення вмісту міді в металі з 1% до концентрацій менших за 0,3%.

2. Встановлено кореляцію між залишковими концентраціями Cu, Mn, Ni в металі після завершення сульфідного рафінування. На підставі теоретичного аналізу визначено, що співвідношення між ними регулюється величиною спорідненості елемента до сірки. Відповідно під час проведення сульфідного рафінування металу, якій містить окрім міді домішки інших металів, що мають підвищену спорідненість до сірки, слід враховувати їх взаємодію з сіркою і вплив на ступінь видалення міді з металу.

3. Результати експериментальних досліджень показали, що важливими умовами для ефективного рафінування металу з вилученням міді до сульфідної фази є інтенсивне перемішування реагуючих сульфідної і металеві фаз для забезпечення

якомога більшої площі міжфазового контакту й прискорення масопереносу, а також якомога повне розділення сульфідної фази і металу після закінчення сульфідної обробки. Проблема розділення фаз розкладається на два окремих технологічних завдання – вилучення сульфідної фази з поверхні металу і рафінування рідкого металу від сульфідних неметалевих включень.

4. В ході сульфідного рафінування з інтенсивним перемішуванням сульфідної і металевої фаз відбувається насичення рідкого металу сіркою і утворення в його об'ємі значної кількості сульфідних неметалевих включень розміром від 1 до 10 мкм, які містять в своєму складі мідь, що перейшла з металу. Для покращення вилучення міді з рідкого металу слід вживати відповідні технологічні заходи для видалення цих включень з об'єму металу по закінченню сульфідної обробки.

5. Введення в рідкий метал, що насичений сіркою після сульфідної обробки, алюмінію призводить до одночасного зменшення концентрацій сірки і міді в металі. Збільшення питомої витрати алюмінію більше за 0,01 кг/кг сприяє подальшій десульфурзації металу, але не впливає на концентрацію міді в ньому. Введення алюмінію в метал впливає на хімічний склад сульфідних неметалевих включень – вони збагачуються алюмінієм і міддю, та збіднюються залізом. Також включення набувають переважно глобулярної форми і добре коагулюють, що повинно сприяти їх видаленню з об'єму металу.

6. В промислових умовах під час реалізації сульфідної обробки необхідно вирішувати завдання з ізолювання зони реакції від взаємодії з атмосферою цеху, як з екологічних міркувань, так і для мінімізації окисного впливу атмосферного повітря. Таку обробку доцільно здійснювати в спеціалізованому реакторі, що забезпечує ефективне вирішення відповідних технологічних та екологічних завдань.

7. Для інтенсифікації процесу видалення неметалевих включень з об'єму металу пропонується застосувати механізм коагуляції включень твердими тугоплавкими частинками, які спеціально введені в об'єм рідкого металу. Згідно з результатами проведених досліджень при використанні частинок розмірами 0,4-1,0 мм цей метод забезпечить більш ефективне рафінування металу від неметалевих включень розмірами меншими за 50 мкм порівняно з бульбашкою флотацією. Згідно з виконаними оцінками частинки розміром менше 1 мм забезпечують таку ж саму ефективність видалення включень, як флотація бульбашками діаметром 5 мм, тобто за 15 хвилин рафінування твердими частинками можна видалити 80% включень діаметром менше 20 мкм.

8. Під час одночасного продування ванни рідкого металу в ківші крізь донні пористі пробки і інжектування твердих рафінувальних частинок за допомогою зануреної фурми можливо деформувати висхідні потоки рідкого металу в зонах барботажу і домогтися затягування інжекттованих частинок в об'єм розплаву, щоб збільшити час їх перебування в об'ємі металу. Найсприятливіша для затягування частинок в об'єм металу гідродинамічна картина у сталерозливному ківші спостерігалась при зануренні фурми на глибину у 2/3 від глибини ванни рідкого металу і ексцентричному її розташуванні.

9. В процесі продування газоподібним киснем залізовуглецевого розплаву, що насичений сіркою після сульфідного рафінування, одночасно зі зневуглецюванням металу відбувається його десульфурация за рахунок окиснення розчиненої сірки з утворенням газоподібного оксиду. Як показали експерименти концентрація

розчиненої сірки протягом продування може бути зменшена щонайменше на 60% від початкової концентрації 0,5%.

10. Проведений теоретичний аналіз і аналіз промислових даних показав, що при визначенні параметрів продування сталі інертним газом в процесі обробки металу інертним газом на установці ківш-піч з метою проведення десульфурації металу з максимально можливою швидкістю треба враховувати розкриття дзеркала металу (загальну площу продувальної плями) і відповідно підбирати поточну витрату інертного газу. Зі збільшенням витрати інертного газу ступінь десульфурації зростає лише до певного значення витрати газу, а потім починає навпаки зменшуватись, що обумовлене зменшенням площі контакту “шлак-метал” і посиленням взаємодії металу з окисною атмосферою.

11. Проведені в лабораторних і дослідно-промислових умовах дослідження показали, що існує виражений зв'язок між інтенсивністю продування ванни рідкого металу інертним газом в ківші крізь пористі вставки в днищі і інтенсивністю вібро-сигналу, який реєструється на поверхні кожуха стальківша. Найкраща кореляція між параметрами продування і характеристиками вібросигналу визначена в інтервалі частот 0-100 Гц та 2000-4000 Гц. Даний метод дозволяє здійснювати моніторинг процесу продування сталі інертним газом в процесі обробки сталі на агрегатах позапічної обробки.

12. Визначено, що на підставі аналізу зміни загальної потужності і 100-герцових гармонік вібросигналу, що реєструються на поверхні стальківша в процесі обробки сталі на агрегаті ківш-піч можливо діагностувати “несприятливі” режими горіння електричних дуг. Отримана інформація дозволяє в поточному режимі корегувати перебіг технологічного процесу.

13. На підставі проведених досліджень була розроблена методика і створена пілотна система віброакустичного моніторингу процесу продування інертним газом з можливістю автоматичного управління продуванням, яка пройшла успішне випробування в ККЦ ПАТ “Єнакіївський металургійний завод” на установці ківш-піч.

ПЕРЕЛІК ОПУБЛІКОВАНИХ РОБІТ

1. Троянский А.А. Рафинирование железоуглеродистых расплавов от меди / А. А. Троянский, **Ю. В. Костецкий**, М. В. Самборский // Сборник научных работ Донецкого государственного технического университета. Металлургия. Выпуск 8. – Донецк, ДонГТУ, 1999. – С.75-79.
2. Троянский А.А. Термодинамический анализ дефосфорации высоколегированных расплавов в газовую фазу / А. А. Троянский, **Ю. В. Костецкий**, С.В. Довгонюк // Сборник научных работ Донецкого государственного технического университета. Металлургия. Выпуск 14. — Донецк, ДонГТУ, 1999. — С.27-33.
3. Онищенко С.А. К вопросу о возможности получения дроби соответствующей требованиям мировых стандартов на мощностях ОАО «Алчевский металлургический комбинат» / С.А. Онищенко, Е.Г. Пашинская, А.С. Кащеев, **Ю. В. Костецкий** // Металл и литье Украины. – 2001. – №7-9. – С.71-74.

4. **Костецкий Ю. В.** Разработка технологии виброакустического мониторинга технологического процесса на установке ковш-печь / Ю. В. Костецкий, Д.П. Кукуй, В.И. Дегтяренко, А.А. Троянский, В.С. Ходячих // *Металлургическая и горнорудная промышленность*. – № 8. – 2004. – С. 76-78.
5. **Костецкий Ю. В.** Перспективы использования сульфидов для рафинирования железоуглеродистых расплавов от растворенной меди / Ю. В. Костецкий, В.П. Карпов, В.И. Омельченко, Д.Ю. Миронов // *Металл и литье Украины*. – №3-4. – 2005 – С.87-88.
6. **Костецкий Ю. В.** Мониторинг работы продувочных устройств на основе анализа данных о вибрации ковша / Ю. В. Костецкий, А.А. Троянский, Д.П. Кукуй, И.В. Дегтяренко, В.С. Ходячих // *Металл и литье Украины*. – №3-4. – 2005 – С.106-107.
7. Дегтяренко И.В. Алгоритм виброакустического контроля технологических параметров плавки на установке «ковш-печь» / И.В. Дегтяренко, **Ю. В. Костецкий**, А.А. Омельченко // *Наукові праці Донецького національного технічного університету: Серія «Обчислювальна техніка та автоматизація»*, Випуск 90. – Донецьк: ДонНТУ, 2005. – С. 15-19.
8. **Костецкий Ю. В.** Аппаратно-программный комплекс виброакустического мониторинга технологического процесса внепечной обработки стали на установке ковш-печь / Ю. В. Костецкий, Дегтяренко И.В., Омельченко А., Ходячих В.С., Деглин Б.М., Мелконян А.А. // *Вибрация машин: измерение, снижение, защита*. – №3. – 2005. – С.11-15.
9. Шпилевой К.Л. Переработка некондиционных редкоземельных продуктов / К.Л. Шпилевой, **Ю. В. Костецкий** // *Разработка рудных месторождений. Научно-технический сборник, Выпуск 1 (90)*. – Кривой рог: Криворожский технический университет. – 2006. – С. 122-125.
10. **Костецкий Ю. В.** Мониторинг режимов продувки металла в ковше / Ю. В. Костецкий, И.В. Квасов // *Вибрация машин: измерение, снижение, защита*. – №2 (9). – 2007. – С.17-20.
11. **Костецкий Ю. В.** Система контроля и управления технологическим процессом внепечной обработки металла на основе анализа вибраций ковша / Ю. В. Костецкий, И. В. Квасов, И. В. Дегтяренко, Д. П. Кукуй // *Наукові праці Донецького національного технічного університету, Серія «Металургія»*, Випуск 9 (122). – Донецьк, ДонНТУ, 2007. – С.71-79.
12. **Костецкий Ю. В.** Контроль и управление внепечной обработкой металла на основе анализа вибраций ковша/ Костецкий Ю. В., Квасов И. В., Дегтяренко И. В., Кукуй Д. П. // *Электрометаллургия*. – 2008. – №10. – С. 31-34
13. **Костецкий Ю. В.** Метод контроля режимов продувки стали инертным газом на печи-ковше / Ю. В. Костецкий, И. В. Квасов, И. В. Дегтяренко // *Наукові праці Донецького національного технічного університету. Серія «Металургія»*, Випуск 11 (159). – Донецьк, ДонНТУ, 2009. – С. 93-99.
14. **Kostetskii Yu. V.** Control and management of the out-of-furnace treatment of metal using ladle vibrations / Yu. V. Kostetskii, I. V. Kvasov, I. V. Degtyarenko, D. P. Kukui // *Russian Metallurgy (Metally)*. – 2009. – V2009. – N7. - P. 595-597.
15. **Костецкий Ю. В.** Математическое моделирование перемешивания жидкого металла в ковше в процессе инъекции материалов через погруженную фурму

- с одновременной продувкой снизу / Ю. В. Костецкий, О.В. Мач // «Системні технології», Регіональний міжвузівський збірник наукових праць. – Випуск 2 (67). – Дніпропетровськ, ДМАУ, 2010. – С. 37-43.
16. **Костецкий Ю. В.** Дослідження можливості використання нефелінових сієнів для виробництва феросилікоалюмінію // Ю. В. Костецкий, К.Л. Шпилевой, О.В. Мач // Донецький вісник Наукового товариства ім. Шевченка (Серія "Точні науки. Техніка. Гірництво"). - Т.29. – Донецьк: Український культурологічний центр, Східний видавничий дім, 2010. – С.83-94.
 17. **Костецкий Ю. В.** Управление продувкой инертным газом в агрегате «ковш-печь» на основе данных вибрационного анализа / Ю. В. Костецкий, И.В. Квасов // Вибрация машин. Измерение, снижение, защита. - №2 (21). – 2010. – С.19-24.
 18. **Костецкий Ю. В.** Численное моделирование движения жидкого металла в ковше при одновременной продувке через погруженную и донную фурмы / Ю. В. Костецкий, О.В. Мач, В.В. Прокофьев // Научные труды Донецкого национального технического университета, Серия Металлургия. 2010 – Выпуск 12 (177). – С. 120 – 129.
 19. **Костецкий Ю. В.** Математическое моделирование поведения твердых частиц в объеме металла в процессе инъекции / Ю.В. Костецкий, О.В. Мач // «Системные технологии». Региональный межвузовский сборник научных трудов. – Днепропетровск, 2011. – №2(73). – С. 147 – 152.
 20. **Костецкий Ю. В.** Исследование эффективности процесса флотации неметаллических включений пузырьками газа / Ю. В. Костецкий, О.В. Мач // Научные труды Донецкого национального технического университета. Серия Металлургия. 2011 – Выпуск 13 (194). – С. 65-76.
 21. **Костецкий Ю. В.** Исследование процесса коагуляции неметаллических включений с твердыми рафинирующими частицами в жидкой стали / Ю. В. Костецкий, О.В. Мач // Актуальные проблемы современной металлургии. Сборник научных трудов, посвященный 100-летию со дня рождения профессора М.Я. Меджибожского. – Мариуполь: ГВУЗ «ПГТУ», 2012. – С.69-78.
 22. **Костецкий Ю. В.** Исследование эффективности процесса флотации неметаллических включений твердыми частицами / Ю. В. Костецкий, О.В. Мач // Міжвузівський збірник наукових праць «Системні технології». – Дніпро, НМетаУ, 2016. Вип. 4 (105). – С.3-9.
 23. Медовар Л.Б. Концепция микроразоводов для выпуска продукции премиум качества электрошлаковым переплавом // Л.Б. Медовар, А.П. Стовпченко, **Ю.В. Костецкий** // Современная электрометаллургия. – 2017. – №3. – С. 3-8.
 24. **Костецкий Ю. В.** Рафинирование железоуглеродистых расплавов от меди методом сульфидирования // Современная электрометаллургия. – 2017. – №4. – С. 28-36.
 25. Timoshenko S. N. Energy efficient solutions for eaf steelmaking / S. N. Timoshenko, A. P. Stovpchenko, **Y. V. Kostetski**, M. V. Gubinski // Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. — 2018. — Vol. 1, No. 88. — P. 18–24.

Патенти:

26. Патент (RU) N2268224; C1; B65G 53/50; C21B 7/16; C21C 5/48. Питатель порошковых и пылевых материалов установки инъекционной обработки металлургических расплавов / Н.Т. Лифенко, **Ю.В. Костецкий**, А.А. Троянский, В.С. Седуш, В.П. Карпов, В.И. Омельченко. – Оpubл. 20.01.06 бюл. №2.
27. Патент (RU) N2268309; C01; C21C 1/04. Способ удаления меди из железуглеродистого расплава / **Ю.В. Костецкий**, Н.Т. Лифенко, А.А. Троянский, В.С. Седуш, В.П. Карпов, В.И. Омельченко, Д.Ю. Миронов. – Оpubл. 20.01.06 Бюл. №2
28. Патент (UA) №90155 C21C 1/04, 7/00; C22B 9/02. Спосіб видалення міді з залізовуглецевого розплаву / В.П. Карпов, **Ю.В. Костецкий**, В.И. Омельченко, Д.Ю. Миронов, А.А. Троянський. – Оpubл. 12.04.10 Бюл. № 7.
29. Патент (UA) №90156 C21C 1/04, 7/00; C22B 9/02. Спосіб видалення міді з залізовуглецевого розплаву / В.П. Карпов, **Ю.В. Костецкий**, В.И. Омельченко, Д.Ю. Миронов, А.А. Троянський. – Оpubл. 12.04.10 Бюл. № 7.

Додатково результати дисертації наведено в апрбаційних публікаціях:

30. **Kostetsky Yu.** Removal of copper from carbon-iron melts / Yu. Kostetsky, A. Troyansky M.Samborsky // Proceedings of the 9th International Metallurgical Conference METAL 2000, 16–18.05.2000, Hotel ATOM / Hotel Harmony, Ostrava, Czech Republic. – CD, Copyright © 2000, TANGER.
31. **Kostetsky Y.** Aspects of the Sulfur Containing Mixtures Use for the Purpose of Copper Removal from Iron Based Melts /Y. Kostetsky, V. Karpov // Proceedings of the V. International Conference Metallurgy, Refractories and Environment, Stara Lesna, High Tatras, Slovakia, May 13-16, 2002. – Printed in Slovakia by Harlequin, s.r.o., Kosice, 2002. – P.131-134.
32. **Костецкий Ю.В.** Рафинирование железуглеродистых расплавов от растворенной меди смесями на основе серы / Ю.В. Костецкий, А.А. Троянский, В.П. Карпов, В.И. Омельченко и др. // Современные проблемы теории и практики производства качественной стали: тезисы докладов международной научной конференции. – Мариуполь, ПГТУ, 2004. – С.106.
33. **Костецкий Ю.В.** Оценка технологических параметров процесса внепечной обработки стали по вибрационным характеристикам ковша / Ю.В. Костецкий, А.А. Троянский, Д.П. Кукуй, И.В. Дегтяренко и др. // Современные проблемы теории и практики производства качественной стали: тезисы докладов международной научной конференции. – Мариуполь, ПГТУ, 2004. – С.129.
34. **Костецкий Ю.В.** Перспективы создания промышленной технологии производства стали из скрапа с повышенным содержанием меди // Прогрессивные технологии в металлургии стали: XXI век: тезисы докладов международной научно-технической конференции. – Донецк, ДонНТУ, 2004. – С.14.
35. **Костецкий Ю. В.** Использование сульфидов для рафинирования железуглеродистых расплавов от растворенной меди / Ю.В. Костецкий, А.А. Троянский, В.П. Карпов, В.И. Омельченко и др. // Прогрессивные технологии в металлургии стали: XXI век: тезисы докладов международной научно-технической конференции. – Донецк, ДонНТУ, 2004. – С.21-22.
36. **Костецкий Ю. В.** Разработка технологии виброакустического мониторинга технологического процесса на установке печь-ковш / Ю. В. Костецкий, А.А.

- Троянский, Д. П. Кукуй, И.В. Дегтяренко, В.С. Ходячих // Прогрессивные технологии в металлургии стали: XXI век: тезисы докладов международной научно-технической конференции. – Донецк, ДонНТУ, 2004. – С.22.
37. **Костецкий Ю. В.** Пути создания технологического процесса производства стали из металлолома с повышенным содержанием меди / Ю. В. Костецкий, Д.Ю. Миронов, И. Юрченко, С. Ересько // Прогрессивные технологии в металлургии стали: XXI век: тезисы докладов международной научно-технической конференции, 31.10-2.11.2006. – Донецк, ДонНТУ, 2006. – С.6.
38. **Костецкий Ю. В.** Исследование виброакустических характеристик процесса продувки металла инертным газом в ковше / Ю. В. Костецкий, Квасов И.В., Ходячих В.С., Дегтяренко И.В. // Прогрессивные технологии в металлургии стали: XXI век: тезисы докладов международной научно-технической конференции, 31.10-2.11.2006. – Донецк, ДонНТУ, 2006. – С.18.
39. **Костецкий Ю. В.** Специализированная компьютерная система управления процессом продувки (СКСУПП) металла инертным газом на УКП // Ю. В. Костецкий, А.А. Троянский, И.В. Дегтяренко, А.А. Омельченко, Д.П. Кукуй, В.С. Ходячих, Б.М. Деглин, А.А. Мелконян // Прогрессивные технологии в металлургии стали: XXI век: тезисы докладов международной научно-технической конференции, 31.10-2.11.2006. – Донецк, ДонНТУ, 2006. – С.19.
40. **Kostetsky Y.** Advanced Technological Solutions for Quality Steel Production with Copper Contaminated Scrap / Y. Kostetsky, V. Karpov, D. Mironov // Advances in Metallurgical Processes and materials: Proceeding of the International Conference. – V.1. – Dnepropetrovsk: Porohy, 2007. – P. 366-371.
41. **Kostetsky Y.** Application of Vibroacoustic Monitoring Technique on a Ladle Furnace Unit During Steel Treatment / Y. Kostetsky, D. Kukuy, I. Kvasov, V. Khodyachikh, I. Degtyarenko // Advances in Metallurgical Processes and materials: Proceeding of the International Conference. – V.1. – Dnepropetrovsk: Porohy, 2007. – P. 451-456.
42. **Kostetsky Y.** Advanced Technological Solutions for Quality Steel Production with copper contaminated Scrap / Y. Kostetsky, V. Karpov, D. Mironov // Metal 2007: Proceeding of the International Metallurgical & Material Conference, 22-24.5.2007, Hradec nad Moravice, Czech Republic. – N.172 – 8 pages.
43. **Kostetsky Y.** Application of Vibroacoustic Monitoring Technique on a Ladle Furnace Unit During Steel Treatment / Y. Kostetsky, D. Kukuy, I. Kvasov, V. Khodyachikh, I. Degtyarenko, A. Omelchenko // Metal 2007: Proceeding of the International Metallurgical & Material Conference, 22-24.5.2007, Hradec nad Moravice, Czech Republic. – N.173 – 7 pages.
44. **Kostetsky Y.** Advanced Technological Solutions for Quality Steel Production with Scrap contaminated by copper / Y. Kostetsky, V. Karpov, D. Mironov // Proceeding of the 2007 International Symposium on Liquid Metal Processing and Casting, Nancy, France, September 2-5, 2007. – Nancy: Ecole des Mines de Nancy, 2007. – P. 339-343.
45. **Kostetsky Y.** Technological innovations for copper removal from iron-carbon melts / Y. Kostetsky, V. Karpov, V. Omelchenko // Proceedings of The Third

- Baosteel Biennial Academic Conference, 26-28 Sept., 2008, Shanghai, China. – Shanghai, 2008. – P. 57-60.
46. **Костецкий Ю.В.** Исследование гидродинамики перемешивания металла в ковше в процессе инъекции материалов / Ю. В. Костецкий, А. В. Мач // Материалы VI Международной конференции «Стратегия качества в промышленности и образовании», 4-11 июня 2010 г., Варна, Болгария. – Том 1(2) – Днепропетровськ, Варна, 2010. – С.214-217.
47. **Kostetsky Y.** Study of solid particles behavior in the volume of metal in the course of pneumatic injection // Y. Kostetsky, A. Mach // In Proceedings, METAL 2011: 20th International Metallurgical and material conference. – Brno, Czech Republic, 2011. – A28.
48. **Kostetsky Y.** Modeling of behavior of injected nonmetallic particles in liquid metal bath and analysis of them influence on the metal purification processes / Y. Kostetsky, A. Mach // Proceeding of the 2011 International Symposium on Liquid Metal Processing and Casting, Nancy, France, September 25-28, 2011. – Nancy: Ecole des Mines de Nancy, 2011. – 8 pages.
49. **Kostetsky Y.** Refining of Iron-Carbon Melts by Sulfide Fluxes in order to Remove Excessive Copper during Steel Scrap Recycling // Slugs and Fluxes in Modern Metallurgy, Proceedings of the International Workshop on Metal-Slag Interaction, 14-19.09.2010, Yalta, Crimea, Ukraine. – Shaker Verlag, Aachen, 2011. – P.39-45.
50. **Костецкий Ю. В.** Исследование процесса флотации неметаллических включений пузырьками газа // Ю. В. Костецкий, А. В. Мач // VIII Міжнародна конференція «Стратегія якості у промисловості і освіті» (8-15 червня 2012 р., Варна, Болгарія): Матеріали. У 3-х томах. Том II. – Дніпропетровськ-Варна, 2012. – С.90-93.
51. **Korzun E.** Conditions of obtaining steels with low and adjustable content of nitrogen in electric arc furnaces / E. Korzun, A. Ponomarenko, **Y. Kostetsky**, A. Kodak // Proceedings of 5th International Congress on the Science and Technology of Steelmaking 2012, Dresden, Oct. 1-3. – Dresden, 2012. – CD-ROM - Paper ID 1255
52. **Kostetsky Y.** Application of the technique of directional solidification in the casting of large ingots / Y. Kostetsky, A. Troyansky, M. Efimov, P. Yavtushenko // Proceedings of 5th International Congress on the Science and Technology of Steelmaking 2012, Dresden, Oct. 1-3. – Dresden, 2012. – CD-ROM - Paper ID 1263.
53. **Kostetsky Y.** Prospects and Ways of Creating Steelmaking Process That Provides Removing Copper from Liquid Metal // Proceedings of 2-nd International Conference „Advances in Metallurgical Processes & Materials“ AdMet-2014, 4-5 June, 2015, Kyiv, Ukraine – 7 pages.
54. **Timoshenko S.** Energy efficient solutions for the EAF steelmaking / S. Timoshenko, G. Stovpchenko, **Y. Kostetski**, M. Gubinski // Proceedings of Multidisciplinary International Conference „Advances in Metallurgical Processes & Materials“ AdMet-2018, 10-13 June, 2018, Kyiv, Ukraine – 12 pages.

55. **Kostetsky Y.** Investigation of the Efficiency of Non-Metallic Inclusions Removal by Solid Particles / Y. Kostetsky, O. Mach // Proceedings of Multidisciplinary International Conference „Advances in Metallurgical Processes & Materials“ AdMet-2018, 10-13 June, 2018, Kyiv, Ukraine – 7 pages.

АНОТАЦІЯ

Костецький Ю.В. Наукові і теоретичні основи інтенсифікації і контролю процесів рафінування залізовуглецевих розплавів від міді та сірки. – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.16.02 – “Металургія чорних і кольорових металів та спеціальних сплавів” – Інститут електрозварювання ім. Є.О. Патона Національної академії наук України, м. Київ, 2018 р.

Дисертація присвячена дослідженню процесів рафінування залізовуглецевих розплавів від розчиненої міді методом сульфідного рафінування і наступного видалення сірки та неметалевих включень з металу, а також розробленню основ технології контролю процесу продування рідкого металу інертним газом на установці ківш-піч шляхом аналізу віброактивності поверхні стальківша.

Розроблено наукові основи технології сульфідного рафінування залізовуглецевих розплавів з використанням суміші реагентів на основі соди і сірки. У дослідно-промислових умовах досягнуто зниження концентрації розчиненої міді в металі від початкового вмісту близько 1% до рівня, що не перевищує 0,3%. Вперше показано, що під час обробки металу содою залишкова концентрація міді в попередньо насиченому сіркою залізовуглецевому розплаві екстремально залежить від питомої витрати соди на обробку. Встановлено, що введення алюмінію у насичений сіркою залізовуглецевий розплав, який містить розчинену мідь, призводить до одночасного зменшення концентрацій сірки і міді в металі.

Запропоновано новий метод інтенсифікації процесу рафінування рідкого металу в ківші від неметалевих включень шляхом штучного введення в об’єм розплаву дрібних тугоплавких твердих частинок одночасно з продуванням розплаву інертним газом. За результатами комп’ютерного моделювання тверді рафінувальні частинки розмірами 0,4-1,0 мм забезпечують ефективність видалення включень порівняну з флотацією бульбашками газу розміром 5 мм.

Експериментально показано і обґрунтовано, що під час продування киснем насиченого сіркою залізовуглецевого розплаву з високим вмістом вуглецю, можливе одночасне протікання процесів зневуглецювання і видалення сірки з металу у газову фазу. При цьому можливе зменшення вихідної концентрації сірки в металі (0,5%) більше ніж в два рази з одночасним зменшенням вмісту вуглецю в металі (3,0%) в три рази за середнього відношення швидкості окиснення сірки до швидкості окиснення вуглецю близько 0,14%/хв.

Експериментально доведено і обґрунтовано можливість використання віброакустичних сигналів з поверхні ківша для моніторингу процесу продування сталі інертним газом під час позапічної обробки. Показано, що в частотному діапазоні 15-95 Гц спостерігається хороша кореляція між параметрами вібросигналу і величиною поточної витрати газу на продування, а потужність вібросигналу корелює з

величиною витрати енергії на утворення бульбашок газу. Визначено функціональну залежність між середньоквадратичним значенням віброприскорення в інформативному діапазоні частот і витратою газу за різних умов продування. Показано вплив величини поверхневого натягу рідини на інтенсивність вібросигналу. Пілотний зразок системи моніторингу і автоматичного управління продуванням інертним газом на установці ківш-піч був успішно випробуваний у промислових умовах.

Ключові слова: залізовуглецевий розплав, мідь, сульфідне рафінування, моделювання, неметалеві включення, десульфурація, ківш, позапічна обробка, продування інертним газом, вібросигнал

SUMMARY

Kostetsky Yu.V. The scientific and theoretical foundations of intensification and control of refining processes of iron-carbon melts from copper and sulfur. – Manuscript of a qualification research.

The thesis for a scientific degree of Dr. of Sci. (Eng.) on specialty 05.16.02 – “Metallurgy of ferrous and non-ferrous metals and special alloys”. – E.O. Paton Electric Welding Institute of the National Academy of Science of Ukraine, Kyiv, 2018.

The thesis is devoted to the study of processes of refining of iron-carbon melts from dissolved copper by sulfide refining and subsequent removal of sulfur and non-metallic inclusions, as well as the development of the basics of monitoring and control of steel purging by argon during secondary treatment on a ladle-furnace using analysis of the vibroactivity of the ladle surface.

The scientific basis of sulfide refining of iron-carbon melts from copper with the use of a mixture of reagents based on soda and sulfur has been developed. In experimental-industrial conditions, the technology ensured the reduction of the concentration of dissolved copper from the initial content at 1% to a level not exceeding 0.3%. It is shown that during the treatment of sulfur saturated metal by soda the dependence of the residual concentration of copper in the metal on the specific consumption of soda for the treatment has extreme view. Experimentally proved and explained that the addition of aluminum in sulfur-enriched liquid iron, which contains dissolved copper, after the removal of a sulfide flux from the metal mirror leads to a simultaneous reduction of content of both sulfur and copper in the metal.

A new method of intensification of the process of non-metallic inclusions removal from liquid metal in the ladle by addition of small refractory solid particles into the volume of the metal simultaneously with inert gas purging is proposed. According to the results of computer simulation, solid refining particles of 0.4-1.0 mm in size provide the same level of inclusions removal as at the flotation method by gas bubbles of 5 mm in diameter.

It was demonstrated that during blowing with oxygen of the iron, which was saturated with carbon and sulfur, the processes of metal decarburization and desulfurization from the metal into the gas phase by forming a gaseous oxides could proceed simultaneously. It is possible to reduce the initial concentration of sulfur in the metal from 0.5% more than twice, with a simultaneous reduction in carbon content in the metal from 3.0% at three times at the average ratio of the rate of oxidation of sulfur to the rate of carbon oxidation of about 0.14 %/min.

The possibility of using of vibroacoustic signals from the ladle surface to monitor the liquid steel stirring process by argon purging was proved. It is shown that there is a good correlation between the parameters of vibration signal and the gas consumption for purging in the frequency range of 15-95 Hz, and the power of the vibration signal correlates with the amount of energy spent on the formation of gas bubbles during secondary treatment of steel is experimentally proved and grounded. The functional dependence between the mean-square values of the vibration acceleration in the informative frequency range and the gas flow under different blowing conditions was determined. The influence of the surface tension of liquid on the characteristics of vibration signal was shown. The pilot sample of the monitoring and automatic control system of inert gas purging on a ladle furnace was successfully tested in industrial conditions.

Key words: carbon-iron melt, sulfide treatment, modelling, non-metallic inclusions, desulfurization, ladle, secondary treatment, inert gas purging, vibrosignal, monitoring