

**Отзыв  
официального оппонента  
на диссертационную работу Сулицина Андрея Владимировича  
"Развитие теоретических и технологических основ производства литьих заготовок  
из электротехнической меди",  
представленную на соискание ученой степени доктора технических наук  
по специальности 05.16.04 – Литейное производство**

Медь широко используется в различных отраслях промышленности, однако существующие технологии не обеспечивают стабильного качества продукции из электротехнической меди. Поэтому тема диссертационной работы Сулицина А.В., направленной на совершенствование технологии получения и повышение качества медной продукции, снижение ее себестоимости, является актуальной и представляет значительный научный и практический интерес.

Отличительной чертой работы является комплексный подход к решению проблемы получения качественной медной катанки из меди марок М00 и М1 в условиях метода совмещенного непрерывного литья и прокатки, которым производится подавляющее количество катанки в мире. Обращая основное внимание исследованию процессов производства литой заготовки, диссертант выявил и количественно оценил влияние параметров процессов литья не только на структуру и свойства меди в литой заготовке, но и на закономерности влияния качества литой заготовки на структуру и свойства катанки как конечной продукции производства.

Во **введении** обосновывается актуальность работы, выполненной в рамках исследований, включенных в ряд государственных программ; приводятся сведения о степени разработанности темы исследования; сформулированы цель и задачи исследований, научная новизна полученных результатов и положения, выносимые на защиту, теоретическая и практическая значимость работы; приведены методология и методы диссертационного исследования; обосновывается степень достоверности полученных результатов и приводятся периодические издания и форумы различного уровня, свидетельствующие о широкой апробации результатов исследований.

**Первая** глава посвящена анализу состояния исследований по проблематике диссертации: рассмотрены существующие технологии получения медной катанки, их преимущества и недостатки и сделан вывод о преобладании метода совмещенного непрерывного литья и прокатки; при рассмотрении влияния условий затвердевания на формирование структуры и дефектов литой заготовки подчеркнута эффективность использования аналитического метода расчета процесса затвердевания слитка при непрерывном литье; показано, что процессы модифицирования и внешнего воздействия, в частности, низкочастотная вибрация, являются эффективными методами воздействия на процессы формирования структуры и свойств литьих изделий; проанализировано влияние технологических параметров литья на формирование кристаллической структуры непрерывнолитой меди, сделан вывод о важности влияния температурного градиента на фронте кристаллизации на структуру заготовки, отлитой непрерывным способом; показано, что в решении проблемы повышения однородности структуры слитков и отливок значительную роль играют подготовка расплава, его строение и свойства, а также воздействие на расплав в предкристаллизационный период; рассмотрены характерные дефекты непрерывнолитой заготовки, причины их образования и меры предотвращения, особенности формоизменения дефектов литейного происхождения при прокатке.

На основании выполненного аналитического обзора диссертантом конкретно и обоснованно сформулированы цель и задачи исследования.

Вторая глава посвящена исследованию структуры и свойств меди марки М00 в литых заготовках, полученных наполнительным литьем в медную вертикальную изложницу, полунепрерывным вертикальным литьем, непрерывным горизонтальным литьем, непрерывным литьем методом вытягивания вверх по технологии Upcast, непрерывным литьем в водоохлаждаемый ленточный кристаллизатор. По значению силы сжатия определяли сопротивление деформации  $\sigma_s$ , по изменению высоты образца - относительное обжатие  $\varepsilon$ . Установлено, что  $\sigma_s$  повышается с увеличением относительного обжатия, что свидетельствует о нагартовке металла, и что наименьшим значением  $\sigma_s$  характеризуются литые заготовки, полученные вертикальным полунепрерывным способом литья, а наибольшим - наполнительным литьем в медную изложницу, предложена формула для оценки темпа упрочнения металла при приложении деформации.

Для сравнительной оценки макроструктуры меди в образцах, полученных различными способами литья, использован коэффициент формы зерна ( $K_f$ ). На основании полученных данных установлено, что с увеличением  $K_f$  повышается сопротивление деформации и высказано предположение, что структура, характеризующаяся меньшим значением  $K_f$ , наиболее благоприятна с точки зрения уровня свойств и при пластической обработке литых заготовок.

На основании анализа процесса получения литых заготовок методом литья в ленточный кристаллизатор на установке «Hazelett» для изучения анизотропных характеристик непрерывнолитой кислородсодержащей меди были выбраны литые заготовки прямоугольного сечения, полученные эти методом. В ходе исследования определялась твердость по Бринеллю в поперечном, продольном и горизонтальном сечениях литой заготовки из меди, полученной при действующих технологических параметрах непрерывного литья. Полученные результаты свидетельствуют о том, что медь в литом состоянии характеризуется неравномерным распределением механических свойств по сечению заготовки и их анизотропным характером, что связано с формированием при затвердевании литой заготовки крупной столбчатой структуры. Установлено, что литая медь проявляет различную степень анизотропности свойств в зависимости от направления воздействия по отношению к направлению роста столбчатых зерен и указано на необходимость учитывать полученные данные при назначении режимов пластической обработки литой заготовки из меди и расчетах калибровки прокатных валков первых клетей прокатного стана.

При оценке влияния технологических параметров процессов литья на жидкое состояние меди М1 установлено, что температура перегрева и скорость охлаждения расплава меди существенно влияют на параметры жидкого состояния и, регулируя эти параметры, можно управлять процессом кристаллизации меди. В результате сравнительных исследований меди марок М00 и М1 получены количественные данные о снижении величины переохлаждения при кристаллизации под влиянием примесей.

В третьей главе исследовано влияние модификаторов и вибрации на структуру и свойства меди, выполнен аналитический обзор теоретических основ процессов модифицирования и влияния внешних воздействий на структуру сплавов. Отмечено, что при непрерывном литье слитков меди и медных сплавов модифицирование применяется редко и при выборе модификаторов и методов модифицирования необходимо учитывать ограничения по содержанию примесей и склонность меди к формированию столбчатой структуры, особенности технологических процессов получения литых заготовок из меди. Выполнен расчет коэффициентов модифицирующей активности различных химических элементов применительно к меди, что позволило обосновать выбор и исследовать влияние Mg и Ti на структуру меди М1, совместного влияния Ti и В в виде лигатуры Al-5Ti-1В на структуру меди М00 и влияние РЗМ в виде миш-металла на структуру меди М00 и М1.

Разработана оригинальная методика ввода модификаторов в расплав, предусматривающая запрессовку модификаторов в тонкостенные медные трубы, которые вводили в тигель с расплавом меди, расплав в тигле перемешивали и заливали в предварительно подогретую изложницу из стали. Полученные слитки разрезались на образцы для испытания механических свойств и металлографического анализа структуры.

Повышение механических свойств меди при введении магния и титана объясняется измельчением структуры и легирующим влияние этих элементов.

При вводе в расплав меди лигатуры Al-5Ti-1B происходит изменение характера кристаллизации меди с последовательного на последовательно объемный, в результате чего наблюдается периферийная зона столбчатых зерен и зона равноосных зерен в центральной части слитка. При этом значительное измельчение структуры не наблюдается, микролегирование меди алюминием и титаном приводит к повышению твердости HB.

При вводе миш-металла в расплав меди марок M00 и M1 в структуре слитков преобладают равноосные зерна, а протяженность зоны столбчатых зерен незначительная. При этом средняя площадь сечения зерна в структуре слитков уменьшается, однако степень влияния этого фактора на медь марок M00 и M1 различна, что объясняется содержанием большего количества примесей в меди марки M1. В структуре слитков меди марки M00 толщина границ зерен меньше, чем в структуре слитков меди марки M1, что объясняется загрязненностью меди M1 примесями. Значение среднего размера дендритной ячейки при введении в расплав миш-металла уменьшается для обеих марок меди, что связано с изменением характера затвердевания меди при вводе модификатора с последовательного на объемный. С увеличением количества вводимого миш-металла происходит рост σ<sub>в</sub>, δ и HB.

На основании анализа литературных данных и результатов собственных экспериментов сделан вывод о возможном отличии в механизмах модифицирования меди в зависимости от содержания в ней примесей, что влияет, в первую очередь, на величину переохлаждения при кристаллизации. Произведены расчеты критической величины переохлаждения для меди, характеризующие различный характер затвердевания, сделаны выводы о том, что критическая величина переохлаждения в проведенных экспериментах не достигалась, и высказано предположение о принципиальной возможность ее достижения при затвердевании меди марки M00. Сделан вывод о преимущественном влиянии самопроизвольных зародышей на процесс кристаллизации меди M00 и вынужденных зародышей - меди M1.

На основании полученных результатов экспериментов сформулированы рекомендации по разработке промышленной технологии модифицирования расплава меди с введением миш-металла в виде биметаллической проволоки с медной оболочкой при помощи трайб-аппарата в разливочный ковш в случае непрерывной разливки меди в ленточный водоохлаждаемый кристаллизатор или в разливочную коробку в случае получения слитков полунепрерывным литьем. Конкретизированы рекомендуемые параметры литья (количество модификатора и температура модифицирования) слитков из меди M00 и M1.

На основании анализа литературных данных обоснована целесообразность использовании вибрационной обработки жидкой меди с целью устранения столбчатых кристаллов и формирования равноосной структуры. За параметр оптимизации принята доля столбчатых кристаллов Z в макроструктуре литых заготовок и средняя площадь сечения зерна S. Для определения оптимальных параметров вибрационного воздействия использовался последовательный симплексный метод, в качестве варьируемых факторов приняли частоту и амплитуду вынужденных колебаний. Эксперименты проводили при

литъе слитков диаметром 40 мм и высотой 55 мм марки М1 с использованием лабораторного вибростола. Полученные зависимости позволили определить параметры вибрации, под воздействием которых формируется структура меди с наименьшими значениями доли столбчатых кристаллов, средней площади зерна и среднего размера дендритной ячейки. Установлены оптимальные параметры вибрационной обработки, позволяющие полностью устранить явление транскристаллизации в меди и значительно измельчить ее макро- и микроструктуру. Эти параметры вибрации обеспечили также повышение механических свойств и их равномерное распределение в объеме слитка.

Для изучения механизма влияния вибрационной обработки на медь в процессе кристаллизации и объяснения полученных результатов рассмотрено взаимодействие фронта кристаллизации с возникающими потоками жидкости с использованием уравнений Навье – Стокса. Из анализа полученных зависимостей скорости движения жидкости относительно фронта кристаллизации и построенных эпюр сделан вывод, что потоками жидкости можно целенаправленно управлять, варьируя параметрами вибрации изложницы. При этом главным фактором влияния вибрации на структуру меди является процесс срезания дендритов и возникновения обломков кристаллов, которые захватываются потоками расплава, возникающими в изложнице вследствие вынужденной конвекции жидкого металла, и разносятся по всему объему жидкого металла. Часть обломков расплывается, что приводит к охлаждению жидкого металла, а более крупные обломки становятся зародышами, что приводит к формированию равноосной структуры медного слитка.

Высказано предположение, что при полунепрерывном литье меди, для которого характерна интенсивная вынужденная конвекция в лунке жидкого металла вследствие движения струи металла, представленные процессы будут протекать более интенсивно, чем при наполнительном литье, и, таким образом, установленные оптимальные параметры вибрации будут более эффективно реализованы при полунепрерывном литье.

Четвертая глава посвящена исследованию процесса затвердевания литой заготовки в ленточном водоохлаждаемом кристаллизаторе. Выполнен анализ условий формирования литых заготовок и их влияния на образование трещин, рассчитано изменение температуры по сечению литой заготовки по мере ее продвижения в кристаллизаторе. Исходя из необходимости обеспечения полного затвердевания заготовки в пределах зоны первичного охлаждения и фиксации лунки жидкого металла в пределах кристаллизатора, поставлена задача оценить влияние конструкции кристаллизатора на процесс затвердевания медной непрерывнолитой заготовки при различных скоростях литья. Эта задача решена с помощью программы ProCast 2010 и построения 3d-модели слитка в окружении стальных лент и цепей дамб-блоков. При этом учитывалось изменение конструкции водоохлаждаемых направляющих. Анализ построенных профилей лунок жидкого металла в зависимости от скорости литья и различных условий охлаждения слитка в кристаллизаторе показал, что новая конструкция кристаллизатора позволяет повысить скорость литья и производительность установки непрерывного литья «Хазелетт».

Разработанная и реализованная оригинальная методика снятия температурных полей кристаллизующейся заготовки позволила изучить кинетику нарастания твердой корочки в различных направлениях сечения литой заготовки, изменение перепада температур между центром и поверхностью литой заготовки во времени, а также глубину лунки жидкого металла. Математическая обработка полученных зависимостей толщины твердой корочки меди от времени позволила вывести уравнения, описывающие закономерность нарастания твердой корочки во времени в различных направлениях сечения литой заготовки. Полученные данные согласуются с результатами

металлографического исследования структуры слитка и позволили подчеркнуть опасность образования трещин на боковой грани литой заготовки.

При исследовании макро- и микроструктуры литой медной заготовки при различных технологических параметрах литья были обнаружены дефекты, обусловленные технологическими параметрами плавки и литья. Наличие газовой пористости, которая присутствует во всех образцах и поражает преимущественно верхнюю и среднюю часть заготовки, объясняется присутствием в расплаве меди растворенного водорода. При этом крупные поры рассматриваются как концентраторы напряжений, которые при определенных условиях могут образовывать несплошности в металле при обработке давлением.

Анализ структуры показал, что при всех скоростях литья имеет место наличие четырех зон столбчатых кристаллов, имеющих различную протяженность, стыкующихся по пяти плоскостям и характеризующихся различными по форме и протяженности кристаллитами.

Микрорентгеноспектральный анализ образцов меди, выполненный при помощи энергодисперсионного рентгенофлюoresцентного спектрометра методом поэлементного картирования, позволил получить картины распределения элементов в образцах и сделать вывод о содержании примесей ниже порога их обнаружения прибором.

Образцы катанки, полученной из литьих заготовок, отлитых при различных технологических режимах литья, подвергались контролю качества с оценкой показателей, предусмотренных действующей нормативной документацией, а также оценивалось наличие вскрывшихся трещин и полос окалины, что позволило уточнить класс катанки.

По результатам промышленных испытаний для производства медной катанки рекомендован технологический регламент непрерывного литья меди марки М00, ориентированный на повышение выхода меди в готовую продукцию и прибыли предприятия за счет снижения расходов на переработку брака.

Качество медной катанки в значительной степени определяется качеством непрерывнолитой заготовки и условиями дальнейшей пластической обработки. Поэтому в пятой главе исследованы особенности поведения литьевых дефектов в заготовках из меди в условиях совмещенного способа литья и прокатки по технологии Contirod, а также, для сравнения, в непрерывнолитой заготовке, получаемой по технологии Upcast. На основании анализа состояния вопроса по литературным данным и действующей технологии непрерывного литья кислородсодержащей меди марки М00 в ленточный кристаллизатор сделан обоснованный вывод о том, что действующая технология непрерывного литья меди требует совершенствования с целью уменьшения внутренних и поверхностных дефектов литьих заготовок для повышения качества медной катанки.

На основании результатов исследования и проведенных испытаний катанки установлено, что основным видом дефекта литой заготовки, являющейся причиной дефектов в катанке, служит газовая пора; построена графическая зависимость линейных размеров дефектов в катанке от размера дефекта в литой заготовке; методом поэлементного картирования получены карты распределения элементов на поверхности дефекта.

Анализ характера излома образцов, вырезанных из литой и катаной (после каждой клети прокатного стана) заготовок, а также катанки показал, что излом вязкий, при этом внутри фасеток (ямок) видны частицы  $Cu_2O$  различных размеров и морфологии, что подтверждается микрорентгеноспектральным анализом.

С целью изучения поведения газовых пор в литой заготовке по мере ее пластической деформации в прокатном стане проведен опытно-промышленный эксперимент, в ходе которого осуществлялось непрерывное литье медной заготовки

прямоугольного сечения и последующая прокатка в катанку. Для оценки пористости на катаной заготовке по всем проходам прокатки проведен расчет объемной доли пористости и среднего размера пор. Показано, что наблюдается общая тенденция уменьшения объемной доли пористости и среднего размера пор в катаной заготовке по мере прохождения ее через прокатный стан.

Проведенный анализ особенностей технологии Contirod позволил акцентировать влияние на качество слитка таких технологических параметров как длительность прохождения расплава меди по литьевому тракту от шахтной печи до ленточного кристаллизатора; вдувание воздуха в соединительный желоб для корректировки содержания кислорода в меди и вдувание азота в литьевой желоб для контроля уровня расплава; необходимость постоянного контроля за соотношением  $\text{CO}/\text{CO}_2$  по всему литьевому тракту; опасность газонасыщения расплава из-за избыточного количества масла, подаваемого на литьевые ленты, и захвата воздуха расплавом по причине недостаточного погружения разливочного стакана в расплав, либо его поломки; качество используемых шихтовых материалов.

В шестой главе была поставлена и решена задача изучения влияния технологических параметров непрерывного литья на возникновение дефектов в литых заготовках и их влияния на качество катанки. При проведении серии опытно-промышленных экспериментов учитывались сводные данные из системы постоянного мониторинга качества медной катанки. Отбирались пробы из расплава меди по литьевому тракту и изготавливались образцы из литой заготовки, полученной в ленточном кристаллизаторе. Производился количественный анализ содержания водорода в литых пробах, рассчитывались геометрические размеры и объемная доля пор, определялось суммарное содержание водорода и содержание кислорода. Предложена методика оценки содержания водорода в жидкой меди, позволяющая прогнозировать объемную долю пористости в литой заготовке и вероятность образования дефектов в катанке. Полученные данные позволили выявить участки литьевого тракта, на которых происходит значительное увеличение содержания водорода в расплаве меди и возможные источники насыщения расплава водородом, прогнозировать вероятность возникновения газовых пор в литой заготовке и дефектов в медной катанке.

На основании результатов исследования влияния азота и кислорода на образование газовых дефектов в меди сформулированы рекомендации по исключению подачи воздуха в расплав и использованию азота особой чистоты. В результате построения распределения пор по размерам в образцах из литых заготовок выявлены общие тенденции изменения размера газовых пор в зависимости от технологического режима литья. Предложен вероятный механизм образования микропор в литой заготовке из кислородсодержащей меди, которые зарождаются на частицах оксида меди  $\text{Cu}_2\text{O}$ . Установлено, что у всех образцов, при разрушении которых учитывались особенности дендритной структуры, наблюдается вязкий излом, внутри фасеток находятся частицы  $\text{Cu}_2\text{O}$  различных размеров.

В результате проведенных исследований разработаны и успешно реализованы в производственных условиях рекомендации по корректировке действующего технологического процесса литья медных заготовок по технологии совмещенного литья и прокатки Contirod и непрерывного литья заготовок из меди диаметром 8 мм по технологии Upcast, которые внедрены на ЗАО «СП «Катур-Инвест» и ООО «Производственное объединение «Пермский завод цветных металлов» со значительным экономическим эффектом. Эти рекомендации справедливы и для технологического процесса получения литых заготовок малого сечения методом непрерывного литья вверх.

**В качестве замечаний и вопросов** следует отметить следующее:

1. Кажется необходимым уточнить некоторые формулировки, которые затрудняют понимание их новизны. Так, например, в разд. 2.5, очевидно, столбчатое строение литой меди не установлено, а подтверждено; коэффициент формы зерна не предложен, а использован; анизотропия твердости литой меди - это новый результат или подтверждение известных данных?

2. Поскольку в конце главы 1 не сформулированы выводы по литературному обзору, то несколько затруднено понимание логической связи между обзором и сформулированными целью и задачами работы.

3. Есть разнотечение в оценке важности влияния различных характеристик структуры меди. Например, на стр. 91 утверждается, что "Основной функцией модифицирования при получении литых заготовок для последующей пластической деформации является уменьшение **размера зерна**", на стр. 109 - "Количественным параметром микроструктуры меди, характеризующим уровень механических свойств, служит средний **размер дендритной ячейки**", неоднократно подчеркивается нежелательность **столбчатой** структуры. Взаимосвязаны ли между собой эти характеристики структуры, почему в отдельных экспериментах определялись только одни из них и с каким из показателей структуры заготовки наиболее полно коррелируют качественные характеристики катанки?

4. Утверждение, что "При непрерывном литье слитков меди и медных сплавов модифицирование применяется редко" (стр. 91) кажется слишком категоричным, тем более, что объяснения такого положения отсутствуют; аргумент в пользу выбора Ti, В, Mg, обладающих "Относительно низкой модифицирующей способностью" (стр. 94) из-за сравнительно низкой стоимости и достаточной доступности кажутся недостаточно серьезными, тем более, что в конечном итоге, к внедрению на заводах, занимающихся обработкой меди, в качестве модifikатора предложен миш-металл (стр. 156). Кажется не совсем правильным, что при исследовании влияния лигатуры Al-5Ti-1В влияние бора фактически игнорируется.

5. Учитывая положительный опыт промышленного использования ультразвуковой обработки при литье слитков из алюминия и его сплавов, трудно согласиться с утверждением "Ультразвуковая и высокочастотная вибрация негативно влияет на состояние здоровья работников предприятия и приводит к преждевременному выходу из строя оборудования" (стр. 124), особенно без учета метода и места подвода ультразвука к расплаву. Желательно уточнить, каким образом разработанные рекомендации по использованию вибрации (стр. 149) могут быть реализованы в производственных условиях.

6. Стр. 159: "С этой целью разработана конструкция водоохлаждаемых направляющих, обеспечивающих равномерное охлаждение цепей дамб-блоков в кристаллизаторе"; стр. 193: "Для предотвращения прорывов жидкого металла и образования горячих трещин рекомендовано применение подпружиненных направляющих дамб-блоков, позволяющих увеличить скорость литья до 11 м/мин.". Связана ли разработка новой конструкции с рекомендациями?

Все вышеприведенные замечания и вопросы не снижают общую положительную оценку диссертационной работы. Анализ представленных материалов позволяет утверждать, что работа характеризуется высокой степенью обоснованности, достоверности и новизной сформулированных научных положений, выводов и рекомендаций.

Отличительной особенностью работы является глубокий теоретический анализ рассматриваемых явлений и процессов, огромный по сложности, важности, новизны и оригинальности массив данных, полученных в условиях действующего производства.

В работе использованы современные и оригинальные методики, приборы и оборудование, широко используются компьютерные технологии, в частности пакеты прикладных программ для количественной металлографии, статистической обработки данных, моделирования кристаллизационных процессов.

Диссертация и автореферат находятся в полном соответствии и по содержанию соответствуют паспорту специальности 05.16.04 – Литейное производство. Опубликованные по теме диссертации работы и автореферат достаточно полно отражают содержание работы. Текст диссертации отличается краткостью изложения и четкостью формулировок.

Диссертационная работа Сулицина А.В. является самостоятельной научно-квалификационной работой, в которой содержатся научно обоснованные технические и технологические решения в области литья заготовок из электротехнической меди и получения качественных изделий, внедрение которых в производство вносит существенный вклад в развитие экономики страны.

В целом представленная диссертационная работа удовлетворяет требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, предъявляемым к докторским диссертациям, а ее автор, Сулицин Андрей Владимирович, заслуживает присуждения ему ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16.04 – Литейное производство.

Официальный оппонент,  
Заслуженный работник  
высшей школы РФ,  
доктор технических наук,  
профессор, профессор кафедры  
металлургических и литейных  
технологий

Косников Геннадий Александрович

195251, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, д. 29, корп. 3  
ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический  
университет Петра Великого»  
Тел. (812) 552-72-43. E-mail: genkosnikov@mail.ru

