Известия вузов

ЦВЕТНАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ

ISSN 0021-3438 (Print) ISSN 2412-8783 (Online)

4 • 2017

Научно-технический журнал Основан в 1958 г. Выходит 6 раз в год

Universities' Proceedings. Non-Ferrous Metallurgy

Журнал включен в перечень научных журналов. рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ для публикации результатов диссертаций на соискание ученых степеней

Журнал входит в базу данных (реферативный журнал) ВИНИТИ.

Журнал индексируется в РИНЦ, а также в зарубежных базах данных: Russian Science Citation Index (RSCI) на платформе Web of Science, Chemical Abstracts (Online), INIS, OCLC ArticleFirst, Ulrich's Periodicals Directory.

Лучшие статьи переводятся на английский язык и публикуются в журнале «Russian Journal of Non-Ferrous Metals» (RJNFM) (издается американским издательством «Allerton Press, Inc.») — ISSN 1067-8212 (Print), 1934-970X (Online).

Электронный вариант RJNFM с 2007 г. размещается на платформе издательства «Springer»: http://link.springer.com/journal/11981

Редакция журнала

Фактический адрес: 119049, Москва, В-49, Ленинский пр-т, 4, МИСиС (корп. 4г, оф. 203)

Почтовый адрес: 119049, Москва, В-49, Ленинский пр-т, 4, НИТУ «МИСиС», редакция

журнала «Известия вузов. Цветная металлургия» (яч. 164)

Тел./факс: (495) 638-45-35 E-mail: izv.vuz@misis.ru

Интернет: http://cvmet.misis.ru

Ведущий редактор Кудинова А.А.

Дизайн и верстка Легкая Е.А.

Подписка

Агентство «Урал-пресс» Агентство «Роспечать» — индекс 70382 Объединенный каталог «Пресса России» — индекс 38610

Электронные версии отдельных статей или журнала в целом доступны на сайтах: http://cvmet.misis.ru/index.php/jour http://www.kalvis.ru

Перепечатка материалов и использование их в любой форме, в том числе в электронных СМИ, возможны только с письменного разрешения редакции.

Формат 60×88 ¹/₈. Печ. л. 10 Сдано в набор 15.07.2017 г. Подписано в печать 15.08.2017 г.

Свидетельство о регистрации № 015842 от 13.03.1997 г. Перерегистрация 30.12.2005 г. ПИ № ФС77-22637



, НИТУ «МИСиС», ООО «Калвис», 2000 г.

© «Известия вузов. Цветная металлургия», МИСиС, ООО «Калвис», 2000 г.

© «Известия вузов. Цветная металлургия», 2017 г.

Учредители

ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС"»

Адрес: 119049, Москва, Ленинский пр-т, 4

http://www.misis.ru

ООО «Калвис» (издатель)

Фактический адрес: 119049, Москва, Ленинский пр-т, 4 (корп. 4г, оф. 405)

Почтовый адрес: 119034, Москва, а/я 48 для ООО «Калвис»

http://www.kalvis.ru

Главный редактор

Левашов Е.А. — докт. техн. наук, акад. РАЕН, проф., НИТУ «МИСиС», Москва

Заместитель главного редактора

Игнаткина В.А. — докт. техн. наук, проф., НИТУ «МИСиС», Москва

Редакционная коллегия

Алкацев М.И. – локт. техн. наук. проф., СКГМИ (ГТУ), Владикавказ

Ананьев М.В. – докт. хим. наук, ИВТЭ УрО РАН, Екатеринбург Белов Н.А. – докт. техн. наук, проф., НИТУ «МИСиС», Москва

Вольдман Г.М. – докт. хим. наук, проф., МТУ (МИТХТ), Москва

Гречников Ф.В. – докт. техн. наук, акад. РАН, проф., СНИУ, Самара

Гундеров Д.В. – докт. физ.-мат. наук, ИФМК УНЦ РАН, Уфа

Деев В.Б. - докт. техн. наук, проф., НИТУ «МИСиС», Москва **Денисов В.М.** – докт. хим. наук, проф., СФУ, Красноярск

Дробот Д.В. – докт. хим. наук, проф., МТУ (МИТХТ), Москва

Зайков Ю.П. – докт. хим. наук, проф., ИВТЭ УрО РАН, Екатеринбург

Залавутдинов Р.Х. – канд. физ.-мат.наук, ИФХЭ РАН, Москва

Золоторевский В.С. – докт. техн. наук, проф., НИТУ «МИСиС», Москва

Ильин А.А. – докт. техн. наук, акад. РАН, проф., МАИ (НИУ), Москва

Мамяченков С.В. – докт. техн. наук, проф., УрФУ, Екатеринбург

Мансуров З.А. – докт. хим. наук, проф., Институт проблем горения, Алматы, Казахстан Медведев А.С. - докт. техн. наук, проф., НИТУ «МИСиС», Москва

Набойченко С.С. – докт. техн. наук, чл.-кор. РАН, проф., УрФУ, Екатеринбург

Немчинова Н.В. – докт. техн. наук, проф., ИРНИТУ, Иркутск

Никитин К.В. – докт. техн. наук, проф., СамГТУ, Самара

Поляков П.В. – докт. хим. наук, проф., СФУ, Красноярск

Псахье С. Г. – докт. физ.-мат. наук, чл.-кор. РАН, проф., ИФПМ СО РАН, Томск

Рычков В.Н. – докт. хим. наук, проф., УрФУ, Екатеринбург Сизяков В.М. – докт. техн. наук, проф., СПГУ, Санкт-Петербург

Страумал Б.Б. – докт. физ.-мат. наук, ИФТТ РАН, Черноголовка, Московская обл.

Ткачева О. Ю. – докт. хим. наук, ИВТЭ УрО РАН, Екатеринбург

Хина Б.Б. – докт. физ.-мат. наук, доц., ФТИ НАН Беларуси, Минск, Беларусь

Чекмарев А.М. – докт. техн. наук, чл.-кор. РАН, проф., РХТУ, Москва Штанский Д.В. - докт. физ.-мат. наук, проф., НИТУ «МИСиС», Москва

Louzguine D.V. - Prof., Dr., Tohoku University, Japan

McCloskey J.W. - Prof., Dr., Center of Advanced Mineral

and Metallurgical Processing Montana Tech., USA

Oye H.A. - Prof., Dr., Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, Norway Rudolph Martin - Dr.-Ing., Helmholtz Institute Freiberg for Resource Technology,

Freiberg, Germany Sadoway D. - Prof., Dr., Massachusetts Institute of Technology, Boston, USA

Stopic Srecko - Dr.-Ing. habil., RWTH Aachen University, Aachen, Germany

Verhaege M. - Prof., Dr., University of Gent, Belgium

Xanthopoulou G. - Dr., National Center for Scientific Research «Demokritos»,

Agia Paraskevi, Attica, Greece

Yerokhin A.L. - Prof., Dr., University of Manchester, United Kingdom

Zinigrad M. - Prof., Dr., Ariel University, Ariel, Israel

Zouboulis A.I. – Prof., Dr., Aristotle University of Thessaloniki, Greece

Izvestiya vuzov

ISSN 0021-3438 (Print) ISSN 2412-8783 (Online)

TSVETNAYA METALLURGIYA

Scientific and Technical Journal Founded in 1958 6 numbers per year

Universities' Proceedings. Non-Ferrous Metallurgy

Journal is included into the list of the scientific journals recommended by the Highest Attestation Commission of the Ministry of Education and Science of the Russian Federation for publishing the results of doctoral and candidate dissertations.

Abstracting/Indexing: RSCI (Russian Science Citation Index) to Web of Science platform, VINITI Database (Abstract Journal), Chemical Abstracts (Online), INIS, OCLC ArticleFirst, Ulrich's Periodicals Directory

The best articles are being translated into English and published into «Russian Journal of Non-Ferrous Metals» (RJNFM) (American publisher «Allerton Press, Inc.»): ISSN 1067-8212 (Print), 1934-970X (Online).

The electronic version of RJNFM is placed starting from 2007 at the platform of «Springer» publisher by address http://link.springer.com/journal/11981

Editorial Staff

Editorial office address: off. 203, MISIS, Leninskii pr. 4g, Moscow, 119049 Russia

Address for correspondence: «Izvestiva vuzov. Tsvetnaya metallurgiya (box 164), MISIS, Leninskii pr. 4, Moscow, 119049 Russia

Phone/fax: (495) 638-45-35 E-mail: izv.vuz@misis.ru

Internet address: http://cvmet.misis.ru

Staff editor Kudinova A.A. Layout designer Legkaya E.A.

Subscription

Ural-Press Agency Rospechat' Agency (subscription index 70382) Press of Russia Union Catalog (subscription index 38610)

Online version: http://cvmet.misis.ru/index.php/jour

http://www.kalvis.ru

This publication may not be reproduced in any form without permission.

Format 60x88 1/8. Quires 10 Signed print 15.08.2017

Certificate of registration No. 015842 (13.03.1997) Re-registration PI No. FS77-22637 (30.12.2005)



NUST «MISIS», LLC «Kalvis», 2000

«Izvestiya vuzov. Tsvetnaya metallurgiya», MISIS, LLC «Kalvis», 2000

© «Izvestiya vuzov. Tsvetnaya metallurgiya», 2017

Founders

National University of Science and Technology «MISIS»

Address: MISIS, Leninskii pr. 4, Moscow, 119049 Russia

Internet address: http://www.misis.ru

LLC «Kalvis» (Publisher)

Actual address: off. 405, MISIS, Leninskii pr. 4g, Moscow, 119049 Russia Address for correspondence: p/o box 48, LLC «Kalvis», Moscow, 119034 Russia Internet address: http://www.kalvis.ru

Editor-in-Chief

Levashov E.A. — Prof., Dr. Sci., Akad. of RANS, Head of Department of Powder Metallurgy and Functional Coatings, and Head of SHS Centre, National University of Science and Technology «MISIS», Moscow, Russia

Deputy Editor

Ignatkina V.A. — Prof., Dr. Sci., National University of Science and Technology «MISIS», Moscow, Russia

Editorial Board

Alkatsev M.I. – Prof., Dr. Sci., North Caucasus Mining Institute (State Technological University), Vladikavkaz, Russia

Ananyev M.V. – Prof., Dr. Sci., Institute of High Temperature Electrochemistry of the Ural Branch of the RAS, Yekaterinburg, Russia

Belov N.A. - Prof., Dr. Sci., National University of Science and Technology «MISIS», Moscow, Russia

Chekmarev A.M. – Prof., Dr. Sci., Corresponding Member of RAS, D. Mendeleev University of Chemical Technology of Russia, Moscow, Russia

 $\textbf{Deev V.B.} - \textbf{Prof.}, \textbf{Dr. Sci.}, \textbf{National University of Science and Technology } \\ \textbf{``MISIS''}, \textbf{Moscow}, \textbf{Russia''} \\ \textbf{``Deev V.B.} - \textbf{``Prof.}, \textbf{Dr. Sci.}, \textbf{National University of Science and Technology } \\ \textbf{``Moscow}, \textbf{Russia''} \\ \textbf{``Deev V.B.} - \textbf{``Deev V.B.}, \textbf$

Denisov V.M. – Prof., Dr. Sci., Siberian Federal University, Krasnoyarsk, Russia

Drobot D.V. - Prof., Dr. Sci., Moscow Technological University (MITHT), Moscow, Russia

Grechnikov F.V. - Prof., Dr. Sci., Acad. of RAS, Samara National Research University n.a. S.P. Korolev (Samara University), Samara, Russia

Gunderov D.V. - Dr. Sci., Institute of Molecule and Crystal Physics Ufa Research Center of the RAS, Ufa, Russia

Ilyin A.A. - Prof., Dr. Sci., Acad. of RAS, Moscow Aviation Institute (National Research University), Russia

Khina B.B. - Dr. Sci., The Physical-Techical Institute of NAS of Belarus, Minsk, Belarus

Louzguine D.V. – Prof., Dr. Sci., Tohoku University, Japan

Mamyachenkov S.V. – Prof., Dr. Sci., Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia Mansurov Z.A. – Dr. Sci., Prof., Institute of Combustion Problems, Almaty, Kazakhstan

McCloskey J.W. – Prof., Center of Advanced Mineral and Metallurgical Processing Montana Tech., USA

Medvedev A.S. – Prof., Dr. Sci., National University of Science and Technology «MISIS», Moscow, Russia Naboichenko S.S. – Prof., Dr. Sci., Corresponding Member of RAS, Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia

Nemchinova N.V. - Prof., Dr. Sci., Irkutsk National Research Technical University, Irkutsk, Russia

Nikitin K.V. – Prof., Dr. Sci., Samara State Technical University, Samara, Russia

Oye H.A. – Prof., Dr., Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, Norway

Polyakov P.V. – Prof., Dr. Sci., Siberian Federal University, Krasnoyarsk, Russia

Psakhye S.G. – Dr. Sci., Prof., Corresponding Member of RAS, Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of the RAS, Tomsk, Russia

Richkov V.N. - Prof., Dr. Sci., Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia

Rudolph Martin – Dr.-Ing., Helmholtz Institute Freiberg for Resource Technology, Freiberg, Germany Sadoway D. – Prof., Dr., Massachusetts Institute of Technology, Boston, USA

Shtansky D.V. – Prof., Dr. Sci., National University of Science and Technology «MISIS», Moscow, Russia

Sizyakov V.M. – Prof., Dr. Sci., Saint-Petersburg Mining University, St. Petersburg, Russia Stopic Srecko – Dr.-Ing. habil., RWTH Aachen University, Aachen, Germany

Straumal B.B. - Dr. Sci., Institute of Solid State Physics of the RAS, Chernogolovka, Moscow region **Tkacheva O.Yu.** – Dr. Sci., Institute of High Temperature Electrochemistry of the Ural Branch of the RAS, Yekaterinburg, Russia

Verhaege M. – Prof., Dr., University of Gent, Belgium

Vol'dman G.M. – Prof., Dr. Sci., Moscow Technological University (MITHT), Moscow, Russia

Xanthopoulou G. - Dr., National Center for Scientific Research «Demokritos», Agia Paraskevi, Attica, Greece

Yerokhin A.L. – Prof., Dr., University of Manchester, United Kingdom
Zaikov Yu.P. – Prof., Dr. Sci. Institute of High Temperature Electrochemistry of the Ural Branch of the RAS, Yekaterinburg, Russia

 $\textbf{Zalavutdinov R.Kh.} - \textbf{Cand.} \overset{\cdot}{\textbf{Sci.}}, \textbf{A.N.} \ \textbf{Frumkin Institute of Physical Chemistry and Electrochemistry of the RAS,} \\ \textbf{Sci.}, \textbf{A.N.} \ \textbf{Frumkin Institute of Physical Chemistry and Electrochemistry of the RAS,} \\ \textbf{Sci.}, \textbf{A.N.} \ \textbf{Frumkin Institute of Physical Chemistry and Electrochemistry of the RAS,} \\ \textbf{A.N.} \ \textbf{Frumkin Institute of Physical Chemistry and Electrochemistry of the RAS,} \\ \textbf{A.N.} \ \textbf{Frumkin Institute of Physical Chemistry and Electrochemistry of the RAS,} \\ \textbf{A.N.} \ \textbf{Frumkin Institute of Physical Chemistry and Electrochemistry of the RAS,} \\ \textbf{A.N.} \ \textbf{Frumkin Institute of Physical Chemistry and Electrochemistry of the RAS,} \\ \textbf{A.N.} \ \textbf{A.N.} \ \textbf{A.N.} \ \textbf{A.N.} \ \textbf{A.N.} \ \textbf{A.N.} \ \textbf{A.N.} \\ \textbf{A.N.} \ \textbf{A.N.} \\ \textbf{A.N.} \ \textbf{$ Moscow, Russia

Zinigrad M. - Prof., Dr., Ariel University, Ariel, Israel

Zolotorevskii V.S. – Prof., Dr. Sci., National University of Science and Technology «MISIS», Moscow, Russia

Zouboulis A.I. – Prof., Dr., Aristotle University of Thessaloniki, Greece

СОДЕРЖАНИЕ

Металлургия цветных металлов

4 Матюхин В.И., Гольцев В.А., Журавлёв С.Я., Дудко В.А.

Использование энергии акустического поля для снижения выноса пыли из рабочего пространства печи Ванюкова

12 Найманбаев М.А., Лохова Н.Г., Абишева А.Е., Балтабекова Ж.А., Малдыбаев Г.К.

Исследование процесса спекания низкотитанового шлака с содой

21 Королев А.А., Краюхин С.А., Мальцев Г.И., Филатов Е.С.

Переработка серебристой пены вакуумной дистилляцией

Металлургия редких и благородных металлов

30 Мальцева Е.Е., Блохин А.А., Мурашкин Ю.В., Михайленко М.А.

Повышение чистоты растворов перрената аммония по молибдену (VI) при сорбционном извлечении рения (VII) из Мо-содержащих растворов

Литейное производство

39 Деев В.Б., Пономарева К.В., Куценко А.И., Приходько О.Г., Сметанюк С.В.

Влияние условий плавки алюминиевых сплавов на свойства и качество отливок, полученных по газифицируемым моделям

46 Никитин К.В., Никитин В.И., Кривопалов Д.С., Глущенков В.А., Черников Д.Г.

Влияние различных видов обработки на структуру, плотность и электропроводность деформируемых сплавов системы AI-Mg

53 Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Баженов В.Е., Колтыгин А.В.

Компьютерное моделирование распределения температуры на поверхности формы и внутри отливки при высокоградиентной направленной кристаллизации

Обработка металлов давлением

62 Нестеренко Е.С., Гречников Ф.В.

Расчет параметров процесса вытяжки детали «полусфера» в штампе с упругим элементом

69 Горохов Ю.В., Тимофеев В.Н., Беляев С.В., Авдулов А.А., Усков И.В., Губанов И.Ю., Авдулова Ю.С., Иванов А.Г.

Прессовый узел установки Conform для непрерывного прессования цветных металлов

Информационные сообщения

76 Мелконян М.К., Красильникова Ю.О.

Роль исследовательской инфраструктуры в инновационном развитии металлургической промышленности России

Хроника

80 Артемию Александровичу Попову – 70 лет

CONTENTS

Metallurgy of Nonferrous Metals

4 Matyukhin V.I., Goltsev V.A., Zhuravlev S.Ya., Dudko V.A.

Acoustic field energy utilization for lowering dust removal from the Vanyukov furnace

12 Naimanbayev M.A., Lokhova N.G., Abisheva A.E., Baltabekova Zh.A., Maldybaev G.K.

Study of low-titanium slag and soda baking process

21 Korolev A.A., Krayukhin S.A., Maltsev G.I., Filatov E.S.

Silver crust processing by vacuum distillation

Metallurgy of Rare and Precious Metals

30 Maltseva E.E., Blokhin A.A., Murashkin Yu.V., Mikhaylenko M.A.

Purity upgrade of ammonium perrhenate solutions in respect of molybdenum (VI) at sorption recovery of rhenium (VII) from solutions containing molybdenum (VI)

Foundry

39 Deev V.B., Ponomareva K.V., Kutsenko A.I., Prikhodko O.G., Smetanyuk S.V.

Influence of melting conditions of aluminum alloys on the properties and quality of castings obtained by lost foam casting

46 Nikitin K.V., Nikitin V.I., Krivopalov D.S., Glushchenkov V.A., Chernikov D.G.

Influence of various treatment types on the structure, density, and electrical conductivity of Al–Mg system wrought alloys

53 Bondarenko Yu.A., Echin A.B., Bazhenov V.E., Koltygin A.V.

Simulation of temperature field at the mold surface and inside the casting at high-gradient directional solidification process

Pressure Treatment of Metals

62 Nesterenko E.S., Grechnikov F.V.

Calculating parameters of hemisphere part drawing in the die with an elastic element

69 Gorokhov Yu.V., Timofeev V.N., Belyaev S.V., Avdulov A.A., Uskov I.V., Gubanov I.Yu., Avdulova Yu.S., Iyanov A.G.

Die assembly of the Conform unit for continuous non-ferrous metal forming

Information Reports

76 Melkonyan M.K., Krasilnikova Yu.O.

The role of research infrastructure in innovation of the metallurgical industry of Russia

Chronicle

80 Artemii Aleksandrovich Popov – is 70 years old

УДК: 669.2.013.8: 628 + 534.8

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-4-11

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭНЕРГИИ АКУСТИЧЕСКОГО ПОЛЯ ДЛЯ СНИЖЕНИЯ ВЫНОСА ПЫЛИ ИЗ РАБОЧЕГО ПРОСТРАНСТВА ПЕЧИ ВАНЮКОВА

© 2017 г. В.И. Матюхин, В.А. Гольцев, С.Я. Журавлёв, В.А. Дудко

Уральский федеральный университет имени первого президента России Б.Н. Ельцина (УрФУ), г. Екатеринбург

Статья поступила в редакцию 16.01.17 г., доработана 10.04.17 г., подписана в печать 20.04.2017 г.

Для организации внутрипечного пылеосаждения на печи Ванюкова в ОАО «СУМЗ» (Россия, г. Ревда) была применена технология с использованием акустических излучателей. Конструкция излучателя включала сопловую трубу, воздушное сопло, резонатор и фокусирующую поверхность. Исходя из площади поверхности ванны расплава печи и рекомендуемых значений удельной акустической мощности для внутрипечного пылеосаждения, была рассчитана суммарная звуковая мощность акустического поля и определены оптимальное количество и места расположения акустических излучателей. Для формирования акустического поля на печи Ванюкова для плавки сульфидного медного цинксодержащего сырья и обеднения жидких конвертерных шлаков в торцевой стене через смотровое окно были установлены 4 акустических излучателя: два со стороны аптейка и два со стороны загрузки шихтовых материалов. Всего было реализовано шесть опытных режимов испытаний системы внутрипечного пылеосаждения с различными настройками работы акустических излучателей и один базовый — для сравнения показателей работы. Продолжительность опытных периодов колебалась от 5 до 18 сут, причем общее время работы агрегата с использованием акустических излучателей составило 68 сут. Наличие в рабочем пространстве печи акустического поля при любых настройках работы излучателей в той или иной мере способствовало снижению концентрации пылевых частиц после цепочки газоочистных аппаратов (в товарной точке). По экспериментальным данным было выявлено, что минимальная суммарная звуковая мощность акустического поля, обеспечивающая снижение концентрации пыли за счет коагуляции пылевых частиц внутри печного пространства, составляет 800 Вт.

Ключевые слова: печь Ванюкова, вынос пыли, осаждение пыли, акустический газоструйный излучатель, выход штейна.

Матюхин В.И. — канд. техн. наук, доцент кафедры теплофизики и информатики в металлургии УрФУ (620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19). E-mail: matyhin53@mail.ru.

Гольцев В.А. – канд. техн. наук, доцент той же кафедры. E-mail: v.a.goltsev@urfu.ru.

Журавлёв С.Я. – бакалавр, магистрант той же кафедры. E-mail: stepan.zhuravlyov@gmail.com.

Дудко В.А. — бакалавр, магистрант той же кафедры. E-mail: v.a.dudko@urfu.ru.

Для цитирования: *Матнохин В.И., Гольцев В.А., Журавлёв С.Я., Дудко В.А.* Использование энергии акустического поля для снижения выноса пыли из рабочего пространства печи Ванюкова // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2017. No. 4. C. 4-11. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-4-11.

Matyukhin V.I., Goltsev V.A., Zhuravlev S.Ya., Dudko V.A.

Acoustic field energy utilization for lowering dust removal from the Vanyukov furnace

The acoustic generator technology was used to arrange in-furnace dust deposition in the Vanyukov furnace, OJSC SUMZ (Revda, Russia). The generator design included a nozzle tube, an air nozzle, a resonator and a focusing surface. The total acoustic power of the acoustic field and the optimum number and location of the acoustic generators were determined based on the surface area of the furnace molten pool and the recommended values of specific acoustic power for in-furnace dust deposition. To create an acoustic field in the Vanyukov's furnace for melting the sulfide copper zinc-containing raw material and depleting the liquid converter slag, four acoustic generators were installed in the end wall through the inspection window: two on the uptake side and two on the charge material loading side. In total, six pilot modes of in-furnace dust deposition system testing at different operation settings of acoustic generators were implemented with one basic mode to compare performance. The duration of test periods ranged from 5 to 18 days, and the total operation time of the unit using acoustic generators was 68 days. It should be noted that the presence of an acoustic field in the furnace body at any operation settings of generators in one way or another helped to reduce the concentration of dust particles downstream the chain of gas purifiers (at the commodity point). According to test data, it was found that the minimum total acoustic power of the acoustic field, which reduces the dust concentration due to the coagulation of dust particles within the furnace space, is 800 W.

Keywords: Vanyukov furnace, dust removal, dust deposition, acoustic gas-jet generator, matte discharge.

Matyukhin V.I. – Cand. Sci. (Eng.), Associate professor, Department of thermophysics and informatics in metallurgy (TIM), Ural Federal University (UrFU) name of the first president of Russia B.N. Yeltsin (620002, Russia, Yekaterinburg, Mira str., 19). E-mail: matyhin53@mail.ru.

Goltsev V.A. - Cand. Sci. (Eng.), Associate professor, TIM Department, UrFU. E-mail: v.a.goltsev@urfu.ru.

Zhuravlev S.Ya. - Bachelor, Undergraduate, TIM Department, UrFU. E-mail: stepan.zhuravlyov@gmail.com.

Dudko V.A. - Bachelor, Undergraduate, TIM Department, UrFU. E-mail: v.a.dudko@urfu.ru.

Citation: *Matyukhin V.I., Goltsev V.A., Zhuravlev S.Ya., Dudko V.A.* Ispol'zovanie energii akusticheskogo polya dlya snizheniya vynosa pyli iz rabochego prostranstva pechi Vanyukova. *Izv. vuzov. Tsvet. metallurgiya*. 2017. No. 4. P. 4–11. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-4-11.

Введение

Одним из наиболее эффективных и высокопроизводительных агрегатов для переработки неокомкованного медьсодержащего сырья является печь Ванюкова (ПВ). Ее отличительная особенность проявляется в получении, независимо от вида исходных рудных компонентов, относительно богатого штейна (не менее 45 % меди), отвальных шлаков и богатых по диоксиду серы отходящих газов [1]. При этом технологические условия плавки обеспечивает тепловая энергия, выделяющаяся непосредственно в расплаве в результате барботирования его газообразным окислителем. Благодаря интенсивно протекающим тепломассообменным процессам между твердыми, жидкими и газообразными компонентами в печи Ванюкова достигаются низкий удельный расход топлива, высокая удельная производительность агрегата при возможности регулирования в широком диапазоне содержания меди в штейне. Принцип работы и перспективы развития плавки в ПВ изложены во многих публикациях [2—8].

Практически все технологические процессы в металлургии, связанные с операциями переработки шихтовых материалов, содержащих мелкодисперсные фракции, сопровождаются значительным пылевыделением. Причина этого явления заключается не столько в технологических особенностях плавильного передела, сколько в неудовлетворительной подготовке исходной шихты. В данном случае использование различных технологических систем очистки отходящих технологических газов — это борьба с последствиями, а не с причинами пылеобразования. Сокращение выноса пыли из печи путем ее осаждения на поверхность расплава не только облегчит работу оборудования системы газоочистки, но и увеличит выход основного продукта — штейна. Коагуляция мелких частиц пыли в крупные, их выпадение из газового потока могут быть достигнуты при воздействии

акустического поля на поверхность расплава и технологические газы непосредственно в рабочем пространстве печи [9—13].

Цель настоящей работы заключалась в исследовании возможности уменьшения пылевыноса из печи Ванюкова при использовании газоструйных акустических излучателей.

Методика исследований

Исследования по влиянию энергии акустического поля на пылеосаждение проводили на печи ПВ-1 для плавки сульфидного медного цинксодержащего сырья и обеднения жидких конвертерных шлаков ОАО «СУМЗ» (г. Ревда).

Для обеспечения максимального результата акустического воздействия на запыленный поток был выбран излучатель, схема которого приведена на рис. 1. Подаваемый в трубу *1* компрессорный воздух через сопло *2* поступает в металлический резонатор *3*, выполненный в виде полого цилиндра. Воздушная струя, достигнув торцевой стенки резонатора, отражается от нее и возвращается в обратном направлении. При столкновении двух воздушных струй — первичной из сопла и отраженной от внутренней стенки резонатора —

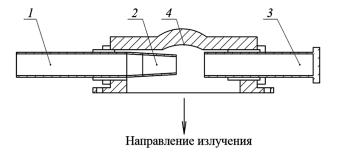


Рис. 1. Схема акустического излучателя 1 — сопловая труба, 2 — воздушное сопло, 3 — резонатор, 4 — фокусирующая поверхность

формируется энергия акустического излучения, которая с помощью вогнутой фокусирующей поверхности 4 направляется в область воздействия.

Для минимизации затрат на настройку и максимальной эффективности использования энергии акустического поля при реализации процессов осаждения пыли внутри печного пространства и сокращения времени пусконаладочных работ использовали излучатель с постоянными геометрическими размерами. Изменение энергетических параметров акустического поля для обеспечения резонанса собственной частоты колебаний частичек пыли в рабочем пространстве печи с несущей частотой внешнего акустического поля осуществляли варьированием давления компрессорного воздуха, подаваемого в трубу 1 (см. рис. 1), в диапазоне от 0,2 до 0,4 МПа.

Вначале определили количество звуковых излучателей (*n*, шт.) по величине звуковой мощности, необходимой для реализации эффекта акустического пылеосаждения в рабочем пространстве:

$$n = \frac{N_{yA}S}{N_1},$$

где $N_{\rm уд}=140\div160~{\rm Bt/m^2}$ — рекомендуемые [14] значения удельной акустической мощности для внутрипечного пылеосаждения; N_1 — акустическая мощность одного излучателя, ${\rm Bt}$; S — площадь поверхности, на которую оказывается акустическое воздействие, ${\rm m^2}$.

Исходя из площади поверхности ванны печи ПВ-1 (36,5 м²) и рекомендуемых значений $N_{yg} = 150 \text{ BT/m²}$, суммарная звуковая мощность акустического поля должна составить 5475 Вт. Для одного излучателя (см. рис. 1), в зависимости от величины подводимого давления воздуха, значение N_1 варьируется в диапазоне от 300 до 475 Вт.

В связи с технологическими ограничениями по использованию компрессорного воздуха для формирования акустического поля на печи ПВ-1 установили 4 акустических излучателя: два в торцевой стене через смотровое окно со стороны аптейка и два — со стороны загрузки шихтовых материалов. Схема размещения излучателей и вспомогательного оборудования приведена на рис. 2. Акустические излучатели 3 монтировали на волноводы 4, изготовленные из трубы диаметром 134 мм. Расстояние между излучателями с каждой стороны составляло 500 мм, а угол наклона был равен 15°. Волноводы защищали излучатели от агрессивного действия печных газов и высокой температуры. Настройку акустической мощности излучателей осуществляли изменением давления компрессорного воздуха регулировочным краном 1.

Отработку режимных параметров использования энергии акустического поля в рабочем пространстве печи Ванюкова производили изменением давления компрессорного воздуха, варьируя также количество включенных излучателей. Влияние энергии акустического поля на показатели

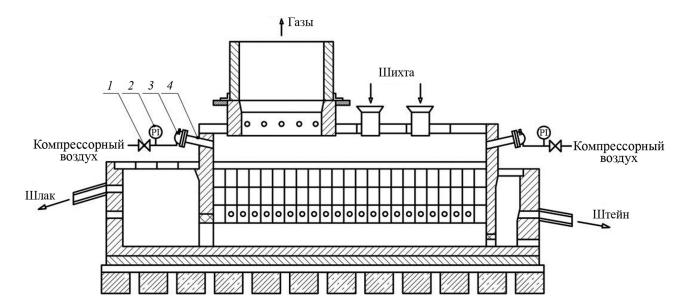


Рис. 2. Схема установки акустических излучателей на ΠB -1 1 – регулировочный кран, 2 – манометр, 3 – акустические излучатели, 4 – волноводы

работы печи ПВ-1 и пылевынос из рабочего пространства оценивали на основании анализа производственных данных за относительно длительный период (более 7 дней) работы агрегата. Для этого использовали результаты приборных замеров основных параметров плавки, полученные по данным информационной системы агрегата, а также контролировали температуру шлака и штейна с помощью переносной термопары.

Результаты работы и их обсуждение

Усредненные показатели, характеризующие работу печи Ванюкова без использования акустических излучателей, полученные по показаниям стационарных контрольно-измерительных приборов и измерений материальных потоков исходных компонентов и продуктов плавки, приведены ниже:

| Расход кислорода, м ³ /ч |
|--|
| Расход известняка, т/ч30,49 |
| Расход шихты, т/ч55,24 |
| Расход газа, м ³ /ч1057,09 |
| Расход воздуха, м ³ /ч2093 |
| Температура отходящих газов, °С1111 |
| 2 |
| Запыленность газа на выходе из электрофильтра, мг/м ³ 102,2 |
| |
| из электрофильтра, мг/м ³ 102,2 |
| из электрофильтра, мг/м³ |

Используя эти данные, составили материальный баланс плавки в ПВ-1 (табл. 1).

Исследования особенностей пылеобразования в печи Ванюкова методами физического и матема-

тического моделирования позволили установить [15] наличие в ее рабочем пространстве зон вихревого неупорядоченного движения газовой среды в области загрузочных отверстий, заливочного окна и пристеночного пространства над ванной. Именно в этих зонах образуется большое количество взвешенных пылевых частиц. В других частях печи (в области арочной сводовой перегородки, у поверхности ванны в головной части печи) формируются зоны, в которых, в свою очередь, создаются условия для значительного выноса пылевых частиц. Более крупные частицы расплава и пыли выносятся в газоотводящий канал с последующим осаждением на теплообменных поверхностях котла-утилизатора и в системе газоочистки.

Газовая среда ПВ характеризуется значительной температурой, повышенной агрессивностью (ввиду присутствия в ней сернистых соединений), присутствием расплавленных частиц штейна и шлака [16]. Располагая акустические излучатели в местах формирования пылевых потоков и активно воздействуя на них энергией акустического поля, можно снизить образование пыли непосредственно в рабочем пространстве печи [17, 18]. Результат внешнего акустического воздействия на пылевые частицы, распределенные в газовом потоке, в основном зависит от наличия вязкостных сил Стокса между колеблющимся потоком внешней среды, омывающим твердые элементы. Образующиеся в нем стоячие звуковые волны формируют нестационарное скоростное поле, тем самым способствуя коагуляции и дальнейшему осаждению укрупнившихся частиц [19—22].

Поскольку акустическое воздействие осуществляется только на рабочее пространство печи Ванюкова без изменения условий работы системы газоочистки, то для анализа условий пылеосаждения достаточно использовать данные о запыленности

Таблица 1 Материальный баланс плавки

| Приход м | ассы | | Расход массы | | | |
|------------------------|--------------|-------|-----------------------|--------------|------|--|
| Статьи | кг/кг штейна | % | Статьи | кг/кг штейна | % | |
| Расход шихты | 1,90 | 49,8 | Выход штейна | 1,0 | 26,2 | |
| Расход известняка | 1,07 | 28,0 | Выход шлака | 1,05 | 27,5 | |
| Расход кислорода | 0,75 | 19,6 | Выход пыли | 0,02 | 0,5 | |
| Расход воздуха | 0,08 | 2,1 | Выход отходящих газов | 1,75 | 45,8 | |
| Расход природного газа | 0,02 | 0,5 | | | | |
| Общий приход | 3,82 | 100,0 | Общий расход | 3,82 | 100 | |

Таблица 2 Усредненные показатели работы ПВ-1 с использованием энергии акустического поля по периодам испытаний

| Режим | Длитель- ность, сут | Акусти- ческая мощность, Вт | Расход шихты, т/ч | Температура отходящих газов, °C | Запыленность технологических газов после системы газо-очистки (в товарной точке), мг/м ³ | Выход штейна, т/сут | Выход шлака, т/сут | Температура шлака, °С | Температура штейна, °С |
|---|---------------------------|--------------------------------------|-------------------------|---------------------------------|---|---------------------------|--------------------------|-----------------------------|------------------------------|
| 1 Базовый, без воздействия акустического поля | 7 | - | 55,17 | 1134 | 130,16 | 806,64 | 846,97 | 1226 | 1176 |
| $\frac{2}{1}$ излучатель $P_{\text{K.B}}^{ *} = 0,3 \text{ M}\Pi a$ | 5 | 427 | 56,48 | 1144 | 119,83 | 812,50 | 853,13 | 1227 | 1193 |
| $\frac{3}{2}$ излучателя со стороны загрузки $P_{\text{K.B}} = 0.3 \; \text{М} \Pi \text{a}$ | 11 | 854 | 56,43 | 1136 | 31,33 | 808,34 | 848,76 | 1226 | 1183 |
| $egin{array}{c} {\it 4} \\ 2 \ \text{излучателя} \\ {\it co} \ {\it ctopohb} \ {\it sarpy3ku}, \\ 1-{\it co} \ {\it ctopohb} \ {\it antermatical antermatical arterial arteria$ | 9 | 1281 | 54,45 | 1172 | 41,75 | 761,54 | 799,62 | 1211 | 1198 |
| 5 2 излучателя со стороны загрузки, $2-$ со стороны аптейка $P_{\rm K.B}=0,4~{ m M}\Pi{ m a}$ | 18 | 1903 | 52,81 | 1007 | 44,17 | 645,00 | 677,25 | 1230 | 1180 |
| $egin{array}{c} \pmb{6} \\ 2 \ \text{излучателя} \\ \text{со стороны загрузки,} \\ 1 - \text{со стороны аптейка} \\ \pmb{P}_{\text{K.B}} = 0,2 \ \text{М} \Pi \text{a} \\ \end{array}$ | 15 | 928 | 53,99 | 1169 | 53,42 | 771,74 | 801,91 | 1227 | 1194 |
| 7 2 излучателя со стороны загрузки $P_{\rm K,B} = 0.2 \ {\rm M} \Pi {\rm a}$ | 10 | 618 | 62,86 | 1134 | 91 | Нет данных | Нет данных | 1225 | 1100 |
| $^*P_{\scriptscriptstyle m K.B}$ — давление компр | ессорного | воздуха, под | даваемог | о на излучате. | ль. | | | | |

в товарной точке (после последней ступени очистки — электрического фильтра). Если считать, что на печи выполняется технологическая инструкция на плавку медного сырья, то при длительном периоде исследований (не менее недели) усредненные данные, полученные за этот промежуток времени, могут служить критерием для анализа поведения агрегата в измененных условиях.

Всего на ПВ-1 провели 6 опытных режимов испытаний системы внутрипечного пылеосаждения с различными настройками работы акустических излучателей и 1 базовый — для сравнения

показателей работы (табл. 2). Продолжительность опытных режимов колебалась от 5 до 18 сут, причем общая длительность работы агрегата с использованием акустических излучателей составила 68 сут. Во все периоды испытаний, кроме 5-го и 7-го (отсутствие данных), производительность агрегата по расплаву (совместный выход штейна и шлака) была постоянной. Анализируя данные табл. 2, необходимо отметить, что наличие в рабочем пространстве печи акустического поля при любых настройках работы излучателей в той или иной мере способствовало снижению концентра-

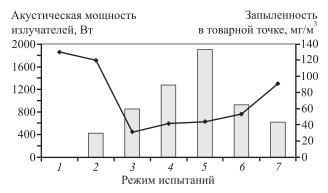


Рис. 3. Зависимость средней запыленности (ломаная линия) технологических газов в товарной точке от акустической мощности по периодам испытаний

ции пылевых частиц после цепочки газоочистных аппаратов (в товарной точке).

На рис. 3 представлена экспериментальная зависимость изменения запыленности отходящих газов в товарной точке от общей акустической мощности, подаваемой в рабочее пространство ПВ-1 в ходе отработки опытных режимов. Ее анализ показал, что с увеличением суммарной звуковой мощности акустического поля до уровня 800 Вт и более (режимы испытаний 3-6 в табл. 2) средняя запыленность потока газов после цепочки аппаратов газоочистки составляет приблизительно 50 мг/м^3 , что примерно в 2 раза ниже по сравнению с базовым периодом испытаний без воздействия акустического поля. Следует отметить, что высокие значения общей акустической мощности (1900 и 1280 Вт на режимах 5 и 4) не приводят к повышению эффективности пылеосаждения. Однако и относительно небольшая ее величина (периоды испытаний 2 и 7) не оказывает значительного влияния на концентрацию пылевых частиц в отходящих газах печи в товарной точке.

Средствами центральной заводской лаборатории ОАО «СУМЗ» были выполнены непрерывные сравнительные измерения и расчеты пылевыноса из печи ПВ-1 без использования энергии акустического поля и с ее применением. В обоих случаях продолжительность экспериментов составляла 10 сут. Генерацию акустического поля осуществляли двумя излучателями, установленными со стороны загрузки шихтовых материалов с акустической мощностью 860 Вт, и двумя излучателями со стороны аптейка с мощностью 950 Вт. В процессе испытаний контролировали основные параметры печи с учетом особенностей выгрузки пылевых компонентов из котла-утилизатора и электрофильтра. По результатам расчетов выяв-

лено снижение общего пылевыноса из рабочего пространства печи при применении акустического поля с 0,77 до 0,69 % от общей массы шихтовых материалов, загружаемых в печь. Сравнительный анализ уровня звукового давления на рабочих площадках печи показал отсутствие существенного изменения его значений при использовании энергии акустического поля.

Выводы

- 1. Доказана эффективность использования энергии акустического поля для организации пылеосаждения в рабочем пространстве печи Ванюкова. Опытным путем определена минимальная акустическая мощность газоструйных излучателей, необходимая для снижения пылевыноса, которая составила 800 Вт.
- **2.** Средствами центральной заводской лаборатории ОАО «СУМЗ» показано, что в период применения акустических излучателей суммарной мощностью 1800 Вт средний вынос пыли из печи ПВ-1 составил 0.69~% от массы загруженной шихты, а без их использования 0.77~%.
- **3.** Установлено, что применение акустического поля не привело к изменению уровня звукового давления на рабочих площадках печи.

Литература

- 1. Гущин С.Н., Телегин А.С., Лобанов В.И., Корюков В.Н. Теплотехника и теплоэнергетика металлургического производства. М.: Металлургия, 1993.
- 2. *Ванюков А.В., Уткин Н.И.* Комплексная переработка медного и никелевого сырья. Челябинск: Металлургия, 1988.
- Han Feng, Yu Fei, Cui Zhaojie. Industrial metabolism of copper and sulfur in a copper-specific eco-industrial park in China //J. Clean. Product. 2015. Vol. 133. P. 459— 466.
- 4. Набойченко С.С., Агеев Н.Г., Дорошкевич А.П., Жуков В.П., Елисеев Е.И., Карелов С.В., Лебедь А.Б., Мамяченков С.В. Процессы и аппараты цветной металлургии: Учеб. для вузов / Под ред. С.С. Набойченко. Екатеринбург: УГТУ—УПИ, 2005.
- Vaisburd S., Berner A., Brandon D.G., Kozhakhmetov S., Kenzhaliyev E., Zhalelev R. Slags and mattes in Vanyukov's process for the extraction of copper // Metal. Mater. Trans. 2015. Vol. 33. No. 4. P. 551—559.
- 6. *Chen L., Bin W., Yang T., Liu W., Bin S.* Research and industrial application of oxygen-rich side-blow bath smelt-

- ing technology // Proc. of 4-th Int. Symp. on High-Temperature Metallurgical Processing (TMS 2013). Annual Meeting and Exhibition (San Antonio, TX, United States, 3—7 March 2013). 2013. P. 49—55.
- 7. Ярошенко Ю.Г., Матюхин О.В., Паньшин А.М., Коновалов И.С. Использование энергии акустического поля для улучшения показателей работы шахтных печей // Цвет. металлы. 2013. No. 8. C. 64—70.
- 8. Asanov D.A., Filyanova L.A., Zapasnyi V.V., Sukhova N.M. Study of the performance indices of a dust-cleaning system at the balkhash copper smelter // Metallurgist. 2016. No. 3-4. P. 331—338.
- Zhang H.L., Zhou C.Q., Bing W.U., Chen Y.M. Numerical simulation of multiphase flow in a Vanyukov furnace // J. Southern African Institute of Mining and Metallurgy. 2015. Vol. 115. No. 5. P. 457—463.
- 10. *Кутателадзе С.С.* Тепло- и массообмен в звуковом поле. Новосибирск: СО АН СССР, 1970.
- Cafiero G., Greco C.S., Astarita T., Discetti S. Flow field features of fractal impinging jets at short nozzle to plate distances // Exp. Therm. Fluid Sci. 2016. No. 78. P. 334— 344
- Andrade M.A.B., Skotis G.D., Ritchie S.B, Cumming D.R.S., Riehle M.O., Bernassau A.L. Contactless acoustic manipulation and sorting of particles by dynamic acoustic fields // IEEE Trans. Ultrason., Ferroelectr., Frequ. Contr. 2016. Vol. 63. Iss. 10. P. 1593—1600.
- 13. *Dong X.-R., Liu Y.-X, Chen Y.-H., Dong G.* Research on control of hypersonic shock wave/boundary layer interactions by double micro-ramps// Binggong Xuebao. Acta Armamentarii. 2016. Vol. 37. No. 9. P. 1624—1632.
- 14. Долинский А.А., Басок Б.И., Гулый С.И. Дискретно-импульсный ввод энергии в теплотехнологиях. Киев: ИТТФ НАНУ, 1996.
- 15. Серегин П.С. Исследование газовой динамики внутрипечного пространства, пылевыноса и настылеобразования в печи Ванюкова с использованием метода физического моделирования: Дис. ... канд. техн. наук. Санкт-Петербург: Институт Гипроникель, 2001.
- Селиванов Е.Н., Скопов Г.В., Гуляева Р.И., Матвеев А.В. Вещественный состав пыли электрофильтров печи Ванюкова ОАО «Среднеуральский медеплавильный завод» // Металлург. 2014. No. 5. C. 92—95.
- Кардашев Г.А. Физические методы интенсификации процессов в химической технологии. М.: Химия, 1990.
- Коновалов И.С. Совершенствование тепловой и газодинамической работы шахтных медеплавильных печей: Дис. ... канд. техн. наук. Екатеринбург: УрФУ, 2012.

- Shilton R.J., Yeo L.Y., Friend J.R. Quantification of surface acoustic wave induced chaotic mixing-flows in microfluidic wells // Sensors and Actuators. B: Chem. 2011. Vol. 160. No. 1. P. 1565—1572.
- Khabeev N.S. Intensification of the effect exerted by bubbles on a body immersed in a liquid due to the radial bubble oscillations // J. Eng. Phys. Thermophys. 2015. Vol. 88. No. 3. P. 645—651.
- 21. *Ивановский А.И*. Теоретическое и экспериментальное изучение потоков, вызванных звуком. М.: Гидрометеоиздат, 1959.
- 22. *Руденко О.В., Молен С.И.* Теоретические основы нелинейной акустики. М.: Наука, 1978.

References

- Gushchin S.N., Telegin A.S., Lobanov V.I., Koryukov V.N.
 Teplotekhnika i teploenergetika metallurgicheskogo proizvodstva [Heating engineer and power system
 of metallurgical production]. Moscow: Metallurgiya,
 1993.
- Vanyukov A.V., Utkin N.I. Kompleksnaya pererabotka mednogo i nikelevogo syr'ya [Complex processing of copper and nickel raw materials]. Chelyabinsk: Metallurgiya, 1988.
- 3. *Han Feng, Yu Fei, Cui Zhaojie*. Industrial metabolism of copper and sulfur in a copper-specific eco-industrial park in China. *J. Clean. Product.* 2015. Vol. 133. P. 459—466
- Naboichenko S.S., Ageev N.G., Doroshkevich A.P., Zhukov V.P., Eliseev E.I., Karelov S.V., Lebed' A.B., Mamyachenkov S.V. Protsessy i apparaty tsvetnoi metallurgii [Processes and devices of nonferrous metallurgy]. Ekaterinburg: UGTU—UPI, 2005.
- Vaisburd S., Berner A., Brandon D.G., Kozhakhmetov S., Kenzhaliyev E., Zhalelev R. Slags and mattes in Vanyukov's process for the extraction of copper. Metall. Mater. Trans. 2015. Vol. 33. No. 4. P. 551—559.
- Chen L., Bin W., Yang T., Liu W., Bin S. Research and industrial application of oxygen-rich side-blow bath smelting technology. In: Proc. of 4-th Int. Symp. on High-Temperature Metallurgical Processing (TMS 2013). Annual Meeting and Exhibition (San Antonio, TX, United States, 3—7 March 2013). 2013. P. 49—55.
- 7. Matyukhin V.I., Yaroshenko Yu.G., Matyukhin O.V., Pan'shin A.M., Konovalov I.S. Ispol'zovanie energii akusticheskogo polya dlya uluchsheniya pokazatelei raboty shakhtnykh pechei [Using the energy of the acoustic field to improve the performance of the shaft furnace]. Tsvet. metally. 2013. No. 8. P. 64—70.
- 8. Asanov D.A., Filyanova L.A., Zapasnyi V.V., Sukhova N.M. Study of the performance indices of a dust-cleaning sys-

- tem at the balkhash copper smelter. *Metallurgist*. 2016. No. 3-4. P. 331—338.
- 9. Zhang H.L., Zhou C.Q., Bing W.U., Chen Y.M. Numerical simulation of multiphase flow in a Vanyukov furnace. J. Southern African Institute of Mining and Metallurgy. 2015. Vol. 115. No. 5. P. 457—463.
- 10. *Kutateladze S.S.* Teplo i massoobmen v zvukovom pole [Heat and mass transfer in the acustic field]. Novosibirsk: SO AN SSSR, 1970.
- 11. Cafiero G., Greco C.S., Astarita T., Discetti S. Flow field features of fractal impinging jets at short nozzle to plate distances. Exp. Therm. Fluid Sci. 2016. No. 78. P. 334—344.
- Andrade M.A.B., Skotis G.D., Ritchie S.B, Cumming D.R.S., Riehle M.O., Bernassau A.L. Contactless acoustic manipulation and sorting of particles by dynamic acoustic fields. IEEE Trans. Ultrason., Ferroelectr., Frequ. Contr. 2016. Vol. 63. Iss. 10. P. 1593—1600.
- 13. *Dong X.-R., Liu Y.-X, Chen Y.-H., Dong G.* Research on control of hypersonic shock wave/boundary layer interactions by double micro-ramps. *Binggong Xuebao. Acta Armamentarii.* 2016. Vol. 37. No. 9. P. 1624—1632.
- Dolinskii A.A., Basok B.I., Gulyi S.I. Diskretno-impul'snyi vvod energii v teplotekhnologiiyah [Discrete and pulse input of energy in heattechnologies]. Kiev: ITTF NANU, 1996.
- Seregin P.S. Issledovanie gazovoi dinamiki vnutripechnogo prostranstva, pylevynosa i nastyleobrazovaniya v pechi Vanyukova s ispol'zovaniem metoda fizicheskogo mode-

- lirovaniya: Diss. PhD. Sankt-Peterburg: Institut Gipronikel', 2001.
- Selivanov E.N., Gulyaeva R.I., Skopov G.V., Matveev A.V. Material composition of the dust from the electrostatic precipitators of a Vanyukov furnace at the Middle Ural Copper Smelter. Metallurgist. 2014. No. 5-6. P. 431—435.
- Kardashev G.A. Fizicheskie metody intensifikatsii protsessov v khimicheskoi tekhnologii [Physical methods of intensification of processes in chemical technology]. Moscow: Khimiya, 1990.
- Konovalov I.S. Sovershenstvovanie teplovoi i gazodinamicheskoi raboty shakhtnykh medeplavil'nykh pechei: Diss. PhD. Ekaterinburg: UFU, 2012.
- Shilton R.J., Yeo L.Y., Friend J.R. Quantification of surface acoustic wave induced chaotic mixing-flows in microfluidic wells. Sensors and Actuators. B: Chem. 2011. Vol. 160. No. 1. P. 1565—1572.
- 20. *Khabeev N.S.* Intensification of the effect exerted by bubbles on a body immersed in a liquid due to the radial bubble oscillations. *J. Eng. Phys. Thermophys.* 2015. Vol. 88. No. 3. P. 645—651.
- Ivanovskii A.I. Teoreticheskoe i eksperimental'noe izuchenie potokov, vyzvannykh zvukom [Theoretical and experimental study of the flow caused by the sound]. Moscow: Gidrometeoizdat, 1959.
- Rudenko O.V., Molen S.I. Teoreticheskie osnovy nelineinoi akustiki [Theoretical foundations of nonlinear acoustics]. Moscow: Nauka, 1978.

УДК 661.882.27

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-12-20

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА СПЕКАНИЯ НИЗКОТИТАНОВОГО ШЛАКА С СОДОЙ

© 2017 г. М.А. Найманбаев, Н.Г. Лохова, А.Е. Абишева, Ж.А. Балтабекова, Г.К. Малдыбаев

АО «Центр наук о Земле, металлургии и обогащения», г. Алматы, Республика Казахстан

Статья поступила в редакцию 09.03.16 г., доработана 06.05.16 г., подписана в печать 13.05.16 г.

Приведены результаты исследования процесса спекания соды с низкотитановым шлаком, полученным при переработке титаномагнетитового концентрата с целью изменения минералогического состава Ті-содержащих фаз с получением продукта, пригодного для химического отделения диоксида титана от примесей. Рентгенофазовым анализом установлено, что полученный титановый шлак относится к шпинелидно-аносовитному типу. Изучены факторы, влияющие на процесс спекания: соотношение масс шлака и соды, продолжительность ведения процесса, температура и размер частиц шлака. Термический анализ процесса спекания шлака с содой показал, что оптимальной температурой процесса является 900°C. Она обеспечивает образование титанатов натрия и достаточно пористого спека. Показано, что предварительная обработка шлака требует тонкого размола титанового шлака для эффективного проведения процесса разложения. Выявлено, что измельчение частиц титанового шлака до 40 мкм способствует более полному разложению аносовита с образованием титанатов натрия. Установлено, что при спекании титанового шлака с содой при массовом соотношении шлак: сода = 1:1,05 происходит разложение аносовита, а практически весь титан связан в титанаты натрия. Определены оптимальные условия проведения процесса: массовое соотношение шлака к соде 1:1,05, температура спекания 900 °C, продолжительность 60 мин и размер частиц шлака 40 мкм. Титансодержащие фазы шлака в процессе спекания преобразуются в Na₂TiO₃ и Na₈Ti₅O₁₄. В спеке отмечено присутствие значительного количества диоксида кремния и фазы силиката натрия-магния. Рентгеноспектральный микроанализ спеков показал, что примесные элементы адсорбируются на частицах образовавшегося Na₂TiO₃.

Ключевые слова: титаномагнетитовый концентрат, титановый шлак, сода, спекание, титанаты натрия, аносовит, силикаты.

Найманбаев М.А. — канд. техн. наук, зав. лабораторией титана и редких тугоплавких металлов, AO «Центр наук о Земле, металлургии и обогащения» (050010, Республика Казахстан, г. Алматы, ул. Шевченко/ул. Валиханова, 29/133). E-mail: madali_2011@inbox.ru.

Лохова Н.Г. — ст. науч. сотрудник той же лаборатории. E-mail: ao.cnzmo@rambler.ru.

Абишева А.Е. – мл. науч. сотрудник той же лаборатории. E-mail: Ardak7267@mail.ru.

Балтабекова Ж.А. — науч. сотрудник той же лаборатории. E-mail: jazira001@mail.ru.

Малдыбаев Г.К. – вед. инженер той же лаборатории. E-mail: galimjan_87@mail.ru.

Для цитирования: *Найманбаев М.А., Лохова Н.Г., Абишева А.Е., Балтабекова Ж.А., Малдыбаев Г.К.* Исследование процесса спекания низкотитанового шлака с содой // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2017. No. 4. C. 12—20. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-12-20.

Naimanbayev M.A., Lokhova N.G., Abisheva A.E., Baltabekova Zh.A., Maldybaev G.K.

Study of low-titanium slag and soda baking process

The article presents study results of soda and low-titanium slag baking, where the slag is produced during processing of titanium magnetite concentrate. The purpose of baking is to change the mineralogical composition of Ti-containing phases and obtain a product suitable for chemical separation of titanium dioxide from impurities. The X-ray phase analysis revealed that the obtained titanium slag belonged to the spinel-anosovit type. The article studies the factors influencing the baking process: the slag to soda mass ratio, the process duration, the temperature and the size of slag particles. The thermal analysis of the slag and soda baking process revealed that the optimum process temperature was 900°C. This temperature ensured formation of sodium titanates and a cake of sufficient porosity. The article demonstrates that effective decomposition process requires a pretreatment of titanium slag by fine grinding. It was found that grinding of titanium slag particles to 40 μ m contributes to more complete decomposition of the anosovite and formation of sodium titanates. It was found that during titanium slag and soda baking at the slag to soda mass ratio of 1:1,05, decomposition of anosovite occurred, and virtually all titanium was bound to sodium titanates. Optimal process conditions were determined as follows: slag to soda mass ratio -1:1,05, baking temperature -900 ° C, duration -60 minutes and slag particle size -40 μ m. During baking, the titanium-containing slag phases were converted into Na₂TiO₃ and Na₈Ti₅O₁₄. The presence of a significant amount of silicon dioxide and the sodium-magnesium silicate phase was observed in the cake. The electron microprobe analysis of the cake showed that impurity elements were adsorbed on the particles of formed Na₂TiO₃.

Keywords: titanium magnetite concentrate, titanium slag, soda, baking, sodium titanates, anosovite, silicates.

Naimanbayev M.A. — Cand. Sci. (Tech.), Head of Titan and rare refractory metals laboratory, JSC «Center of Sciences on Earth, metallurgy and enrichment» (050010, Republic Kazakhstan, Almaty, Shevchenko str./Valikhanov str., 29/133). Email: madali_2011@inbox.ru.

Lokhova N.G. - Senior researcher of the same Laboratory. E-mail: ao.cnzmo@rambler.ru.

Abisheva A.E. – Junior researcher of the same Laboratory. E-mail: Ardak7267@mail.ru.

Baltabekova Zh.A. – Researcher of the same Laboratory. E-mail: jazira001@mail.ru.

Maldybaev G.K. - PhD, Doctoral Cand., Lead engineer of the same Laboratory. E-mail: galimjan 87@mail.ru.

Citation: *Naimanbayev M.A., Lokhova N.G., Abisheva A.E., Baltabekova Zh.A., Maldybaev G.K.* Issledovanie protsessa spekaniya nizkotitanovogo shlaka s sodoi. *Izv. vuzov. Tsvet. metallurgiya*. 2017. No. 4. P. 12–20. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-12-20.

Введение

Диоксид титана широко используется в качестве пигмента в красках, бумаге и косметических продуктах, а также в высокотехнологических приборах, таких как солнечные батареи, полупроводники, биомедицинская аппаратура и воздухоочистители [1].

Существуют две основные промышленные технологии по получению пигмента диоксида титана — серно-кислотная и хлорная, в которых основным сырьем является высокотитановый шлак и/или рутил, получаемый из ильменитового концентрата. В серно-кислотном процессе Ті-содержащий продукт обрабатывают концентрированной серной кислотой с получением сульфатного раствора, который подвергается гидролизу и осаждению диоксида титана, а в раствор переходит железо в виде сульфатов. По хлорной технологии рутил сначала подвергается действию хлоргаза, титан переходит в форму хлорида и дальше переводится в пигмент с удалением хлора при высокой температуре в смеси воздуха и кислорода.

В настоящее время по серно-кислотной технологии работают заводы КНР с суммарной мощностью 130 тыс. т/год, а также АО «Крымский титан» производительностью 80 тыс. т/год [2, 3]. Предприятия основных производителей пигментного диоксида титана используют как серно-кислотный, так и хлорный процессы, предпочитая последний. Так, суммарная мощность заводов компании «Millennium Inorganic Chemicals Inc.» по первой технологии составляет 182 тыс. т/год, а по второй — 350 тыс. т/год. Фирма «Kronos In.» (дочерняя компания «NL Industries Inc.») по серно-кислотному методу производит 24 тыс. т/год, а по хлорному — 230 тыс. т/год пигмента. Следует отметить, что заводы компании «E.I. du Pont de Nemours & Co. Inc.» («DuPont») — крупнейшего продуцента пигментного диоксида титана с суммарной мощностью $1\,000$ тыс. т/год — работают только по хлорной технологии [3].

Поскольку в хлорной технологии предъявляются высокие требования к исходному титановому сырью, лимитирующие содержание примесей, в последние 10 лет в качестве альтернативы разрабатываются гидрометаллургические способы получения пигментного диоксида титана. Многие из них заключаются в кислотном выщелачивании обогащенного по титану сырья [4—7].

В 2008 г. успешно опробована в промышленном масштабе технология Austpac, в совокупности называемая «ERMS SR», включающая соляно-кислотное выщелачивание ильменита с получением высокочистого снтетического рутила [8]. Другие исследования основаны на спекании низкотитанового шлака с различными щелочными реагентами. При спекании титанового шлака с гидроксидом натрия титан, кремний, ванадий и алюминий образовывают ванадаты, силикаты и алюминаты натрия. При водном выщелачивании спека ванадий, кремний и алюминий переводятся в раствор, а нерастворимые титанаты остаются в осадке и растворяются в серной или соляной кислоте с дальнейшим выделением титановой кислоты. Полученный продукт переводится в белый пигмент диоксида титана путем прокалки [9-12].

В работах [13, 14] получение рутила из титанового шлака с содержанием 72—82 % TiO₂ основано на гидрометаллургической переработке продуктов спекания титанового шлака с кальцинированной содой. При обработке спека водой по способу [13] в раствор переходит кремний, а согласно [14] при водном выщелачивании продукта спекания в раствор извлекаются хром и кремний в виде хроматов и силикатов.

Расхождение в результатах можно объяснить тем, что из-за существенного расхождения хими-

ческого и минералогического составов титановых шлаков, полученных при переработке ильменитовых и титаномагнетитовых концентратов различных месторождений, в процессе спекания титановых шлаков с содой образуются фазы, отличающиеся по минералогическому составу.

Целью представленной работы является изучение поведения фаз титана и сопутствующих элементов при спекании титанового шлака с содой, а также определение влияния основных факторов на образование титанатов натрия.

Экспериментальная часть

Методы анализа. Рентгеновские данные получены на аппарате Brukerd Advance. Рентгенофлуоресцентный анализ осуществлялся на спектрометре с волновой дисперсией Venus 200 («PANalyical B.V.», Голландия). Химический анализ образцов выполнен на оптическом эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой Optima 2000 DV («Perkin Elmer», США). Картирование элементного и фазового составов образцов проведено на электронно-зондовом микроанализаторе JXA-8230 фирмы JEOL (Япония). Термический анализ выполнен с использованием прибора синхронного термического анализа STA 449 F3 Jupiter. Обработка результатов производилась посредством программного обеспечения NETZSCH Proteus.

Материалы:

- титаномагнетитовый концентрат месторождения Тымлай, предоставленный ТОО «Tenir Logistic» (Республика Казахстан), его химический состав приведен в табл. 1.
- шубаркульский спецкокс, содержащий 67,5 мас.% углерода и 5,8 мас.% летучих; зольность 4,0 мас.%; влажность 17,9 %.
- карбонат натрия (кальцинированная сода) марки «XЧ».

Методика эксперимента. Титановый шлак получали по методике [15].

Его химический состав приведен в табл. 1.

При проведении процесса спекания навеску

титанового шлака, измельченного до размера частиц 63 мкм, тщательно перемешивали с необходимым количеством безводного карбоната натрия в алундовом тигле и помещали в печь. Согласно результатам химического анализа титанового шлака для образования титаната натрия теоретическое массовое соотношение шлак: сода должно быть близко к 1:0,5, но, так как реакция проходит в расплаве соды, необходим избыток карбоната натрия, поэтому при проведении некоторых исследований массовое соотношение шлака к соде принято равным 1:0,85. Плавку титаномагнетитового концентрата и спекание титанового шлака с содой проводили в камерной печи XD-1700M при t = 900 °C, стабильность температуры при установившемся тепловом режиме была в пределах ±2 °C.

Результаты и их обсуждение

Результаты рентгенофазового анализа (РФА) титанового шлака (табл. 2) свидетельствуют о том, что он относится к шпинелидно-аносовитному типу. Согласно [16] при окислительном обжиге решетка аносовита разрушается в интервале $t = 400 \div 900$ °C с высвобождением титана и примесей, содержащихся в анасовите.

Аносовит является твердым раствором состава $n[\text{MeO}\cdot2\text{TiO}_2]\cdot[\text{Me}_2\text{O}_3\cdot\text{TiO}_2]$, где MeO — FeO, MnO, MgO, а Me₂O₃ — Al₂O₃, Cr₂O₃, Ti₂O₃, V₂O₅. К нему также можно отнести фазу, рентгенографически характеризующуюся как система Fe—Mg—Ti—O [17].

Методом электронной микроскопии установлено по крайней мере 3 типа аносовита. В первом случае в формулу в качестве основных составляющих кроме титана входят железо и хром: $[(Fe_{0,45}\cdot Ti_{2,05})O_5]\cdot[(Cr_{0,61}\cdot Ti_{2,39})O_5];$ во втором — магний и марганец: $(Mn_{0,94}\cdot Mg\cdot Ti_{1,06})O_5$. Кроме того, отмечено присутствие аносовита, состав которого отличается многокомпонентностью — присутствуют магний, ванадий, марганец, железо и алюминий: $[(Fe_{0,67}\cdot Mg_{0,86}\cdot Mn_{0,47}\cdot Ti)O_5]\cdot[(Al_{1,03}\cdot V_{0,97}\cdot Ti)O_5]$. Известно [18], что аносовит с повышенным содер-

Таблица 1 **Содержание (мас.%) основных компонентов в исходных продуктах**

| | | | | | | - | | | | | |
|-------------------------------|------|-------------------|------|-----|-----|------|------|-----|------|------|------|
| Продукт | Ti | Fe _{общ} | Si | Al | Mg | Ca | Na | Mn | V | Cr | С |
| Титаномагнетитовый концентрат | 9,58 | 53,0 | 2,38 | 1,2 | 2,1 | 0,78 | 0,02 | 0,2 | 0,07 | 0,06 | 0,15 |
| Титановый шлак | 37,1 | 5,19 | 6,06 | 3,5 | 4,8 | 1,07 | 1,84 | 0,6 | 0,08 | 0,07 | 4,58 |

Таблица 2 Результаты рентгенофазового анализа титанового шлака

| Компонент | Формула | Содержание, мас.% |
|---|---|-------------------|
| Система железо—магний— титан—кислород | Fe-Mg-Ti-O | 21,4 |
| Аносовит | $(MgTi_2)O_5$ | 11,3 |
| Шпинель | $MgAl_2O_4$ | 10,5 |
| Армалколит | $\mathrm{Fe}_{0,5}\mathrm{Mg}_{0,5}\mathrm{Ti}_2\mathrm{O}_5$ | 9,3 |
| Форстерит | $(Mg_{1,8}Fe_{0,27})(SiO_4)$ | 7,6 |
| Нефелин | $Na_7Al_6Si_{10}O_{32}$ | 7,6 |
| Браунит-2Q | CaMn ₁₄ +3SiO ₂₄ | 6,8 |
| Оксид титана | Ti_4O_7 | 8,7 |
| Анатаз | TiO ₂ | 6,8 |
| Графит | C | 4,7 |
| Вьюстит | $Fe_{0,97}O$ | 5,3 |

жанием алюминия является трудновскрываемым компонентом.

В ходе исследований:

- установлено образование титаната натрия, загрязненного соединениями меди и железа;
- определено, что небольшое количество аносовита присутствует в шлаке в сростках с нефелином;
- обнаружено также металлическое железо с примесями титана, меди и цинка.

Эксперименты по влиянию температуры на процесс спекания титанового шлака с карбонатом натрия при массовом соотношении шлак: сода = 1:1 осуществлялись методом термического анализа. Величина навески составляла 200 мг.

На кривой ДТА (рис. 1) плавление соды отражено эндотермическим эффектом с максимальным развитием при $t=858\,^{\circ}\mathrm{C}$, а последующие термоэффекты отражают образование титанатов натрия. Подтверждением служат проявление интенсивного эндотермического эффекта с экстремумом при $t=974\,^{\circ}\mathrm{C}$, характеризующего плавление образовавшегося дититаната натрия $\mathrm{Na_2Ti_2O_5}$, а также эндотермический пик при $1131\,^{\circ}\mathrm{C}$ — отражение плавления трититаната натрия $\mathrm{Na_2Ti_3O_7}$. Следует отметить образование силиката натрия, существование которого подтверждает эндоэффект плавления с максимумом при $t=1094\,^{\circ}\mathrm{C}$.

Увеличение температуры обжига свыше 900 °C приводит к образованию и кристаллизации стек-

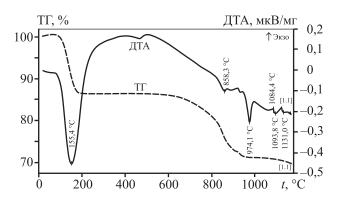


Рис. 1. Дериватограмма процесса спекания титанового шлака с содой

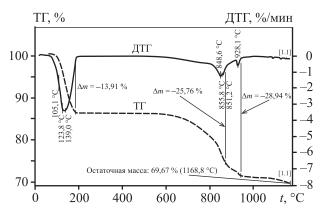


Рис. 2. Фрагмент дериватограммы процесса спекания титанового шлака с содой

ловидной фазы, которая характеризуется экзотермическим эффектом с максимумом при t=1084 °C. Наблюдаемый процесс приводит к оплавлению спека, что затрудняет его переработку.

На рис. 2 представлен фрагмент дериватограммы процесса спекания смеси титанового шлака с содой, отражающий изменение массы образца в ходе нагрева.

Потеря массы пробы, равная $\Delta m = -13.9~\%$ при $t = 124~^\circ\text{C}$, связана с тем, что за время подготовки шихты происходит адсорбция паров воды из воздуха на развитой поверхности материала, а в ходе нагрева она удаляется. При проведении дальнейших исследований расчет расхода соды проводили с учетом данного факта.

Резкая потеря массы пробы начинается при t = 650 °C, а при 870 °C она составляет 11,8 %. В этом интервале температур происходят в наложении друг на друга процессы разложения аносовита на оксиды и их взаимодействие с содой, при этом часть соды возгоняется. Основное взаимодействие соды с компонентами шлака и образующимися в

| Влижние размера на | выпыние размера застид шышка на результаты спекания титанового шышка с содон | | | | | | | | |
|--------------------------|--|------------------|-------------------|------------------|--------------------------------|-------------|--------------------------------|-------------------|--|
| 1 | Выход спека, | | | Содержан | ние компон | ентов, мас. | % | | |
| d_{min} , мкм | % | TiO ₂ | Fe _{общ} | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | MnO | Cr ₂ O ₃ | Na ₂ O | |
| Исходный шлак | | 56,82 | 3,50 | 12,53 | 6,76 | 1,09 | 0,47 | 3,76 | |
| 40 | 77,0 | 39,46 | 2,43 | 8,70 | 4,69 | 0,76 | 0,33 | 27,83 | |
| 63 | 78,2 | 38,84 | 2,39 | 8,56 | 4,62 | 0,75 | 0,32 | 27,61 | |
| 71 | 78,8 | 38,55 | 2,37 | 8,50 | 4,59 | 0,74 | 0,32 | 27,34 | |
| 90 | 79,9 | 38,03 | 2,34 | 8,39 | 4,52 | 0,73 | 0,31 | 27,73 | |
| 160 | 81,3 | 37,38 | 2,30 | 8,24 | 4,45 | 0,72 | 0,31 | 28,01 | |

Таблица 3 Влияние размера частиц шлака на результаты спекания титанового шлака с содой

ходе нагрева продуктами заканчивается при t = 940 °C. Потеря массы пробы при t > 940 °C происходит в основном за счет возгонки карбоната натрия.

Таким образом, температура спекания титанового шлака с содой (900 °C) достаточна для образования титаната натрия и обеспечивает получение пористого спека, легко отделяемого от стенок тигля.

Влияние размера частиц шлака на процесс разложения титанового шлака изучали в интервале $d_{\rm шл}=40\div160$ мкм при продолжительности спекания $\tau=90$ мин, температуре 900 °C и массовом соотношении шлак: сода =1:0,85. Результаты экспериментов приведены в табл. 3, из которой видно, что с увеличением размера частиц выход спека увеличивается с 77 до 81,3%.

Известно, что чем мельче частицы реагирующих веществ, тем выше реакционная способность системы. Поэтому на потерю массы шихты кроме возгонки соды влияет и количество компонентов шихты, вовлеченных в реакции с карбонатом натрия, которые протекают с выделением диоксида углерода, например по реакциям

$$2\text{TiO}_2 + \text{Na}_2\text{CO}_3 = \text{Na}_2\text{Ti}_2\text{O}_5 + \text{CO}_2\uparrow$$
,
 $\text{SiO}_2 + \text{Na}_2\text{CO}_3 = \text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{CO}_2\uparrow$.

Практический интерес представляет исследование влияния крупности частиц при агломерационном спекании титанового шлака с содой на образование титанатов натрия.

Для наглядности в табл. 4 по результатам рентгенофазового анализа спеков рассмотрено изменение содержания в них только титансодержащих фаз. Видно, что показатели разложения системы Na—Mg—Ti—O при $d_{\text{шл}}=40\div63$ мкм достигают наибольших значений, поэтому предварительная

Таблица 4 Влияние размера частиц шлака на разложение аносовита

| $d_{\mathrm{шл}}$, мкм, | Долевое содерж в спек | |
|--------------------------|--------------------------|---------|
| не более | Na-Mg-Ti-O | Na-Ti-O |
| 40 | 11,6 | 39,8 |
| 63 | 12,7 | 38,1 |
| 71 | 19,5 | 33,1 |
| 90 | 29,7 | 18,0 |
| 160 | 49,9 | 18,8 |
| *Данные РФА | ١. | |

обработка шлака требует его тонкого размола для эффективного проведения процесса разложения.

Таким образом, измельчение частиц титанового шлака до 40 мкм способствует более полному разложению аносовита с образованием титанатов натрия.

Влияние продолжительности спекания на образование титанатов натрия. В ходе этого исследования была проведена серия экспериментов с разными временными периодами в диапазоне $\tau = 30 \div 90$ мин при t = 900 °C, $d_{\text{шл}} = 40$ мкм и массовом отношении шлак : сода 1:0,85, результаты которых приведены в табл. 5 и 6. Из их данных видно, что после 60 мин ведения спекания процесс разложения титанового шлака замедляется, при этом ~85 % титана присутствует в виде титанатов натрия.

Увеличение продолжительности процесса не показало значительного эффекта, поэтому оптимальным временем спекания титанового шлака с содой, необходимым для его разложения, является 60 мин.

Таблица 5 Влияние продолжительности процесса спекания титанового шлака с содой на изменение содержания компонентов в спеке

| | Выход спека, | | | Содержан | ние компоне | ентов, мас.% |) | |
|---------------|--------------|------------------|-------------------|------------------|--------------------------------|--------------|--------------------------------|-------------------|
| τ, мин | % | TiO ₂ | Fe _{общ} | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | MnO | Cr ₂ O ₃ | Na ₂ O |
| Исходный шлак | | 56,82 | 3,50 | 12,53 | 6,76 | 1,09 | 0,47 | 3,76 |
| 30 | 79,6 | 38,24 | 2,36 | 8,43 | 4,55 | 0,73 | 0,32 | 27,59 |
| 45 | 78,8 | 38,55 | 2,37 | 8,50 | 4,56 | 0,74 | 0,32 | 27,30 |
| 60 | 77,6 | 39,13 | 2,41 | 8,63 | 4,66 | 0,75 | 0,32 | 27,38 |
| 75 | 77,4 | 39,24 | 2,42 | 8,65 | 4,67 | 0,75 | 0,32 | 27,45 |
| 90 | 77,0 | 39,46 | 2,43 | 8,70 | 4,69 | 0,76 | 0,33 | 27,83 |

Таблица 6 Влияние продолжительности процесса спекания титанового шлака с содой на количество титансодержащих систем в спеке

| | | Na-Mg-Ti-O | Na-Ti-O | | | |
|--------|-------------------------|---|-------------------------|---|--|--|
| τ, мин | Доля системы в спеке, % | Доля Ті от общего содержания в спеке, % | Доля системы в спеке, % | Доля Ті от общего содержания в спеке, % | | |
| 30 | 78,3 | 80,7 | 14,7 | 19,3 | | |
| 45 | 77,0 | 79,5 | 15,1 | 20,5 | | |
| 60 | 15,0 | 15,5 | 38,1 | 84,5 | | |
| 75 | 14,7 | 15,5 | 38,9 | 84,8 | | |
| 90 | 13,3 | 13,7 | 39,2 | 86,3 | | |

Таблица 7 Влияние расхода реагента в процессе спекания титанового шлака с содой на содержание компонентов в спеке

| Мас. соотношение | Выход | | | Содержан | ние компонен | нтов, мас.% | | |
|------------------|----------|------------------|-------------------|------------------|--------------|-------------|-----------|-------------------|
| шлак : сода | спека, % | TiO ₂ | Fe _{общ} | SiO ₂ | Al_2O_3 | MnO | Cr_2O_3 | Na ₂ O |
| Исходный шлак | | 56,82 | 3,50 | 12,53 | 6,76 | 1,09 | 0,47 | 3,76 |
| 1:0,25 | 90,2 | 49,93 | 3,08 | 11,01 | 5,94 | 0,96 | 0,41 | 11,23 |
| 1:0,35 | 88,1 | 47,91 | 2,95 | 10,56 | 5,70 | 0,92 | 0,40 | 15,52 |
| 1:0,40 | 84,7 | 46,65 | 2,87 | 10,29 | 5,55 | 0,89 | 0,39 | 16,89 |
| 1:0,50 | 84,3 | 44,29 | 2,73 | 9,77 | 5,27 | 0,85 | 0,37 | 18,72 |
| 1:0,60 | 82,4 | 42,85 | 2,64 | 9,45 | 5,10 | 0,82 | 0,35 | 20,85 |
| 1:0,70 | 80,2 | 41,87 | 2,58 | 9,23 | 4,98 | 0,80 | 0,35 | 22,29 |
| 1:0,80 | 79,2 | 40,24 | 2,48 | 8,87 | 4,79 | 0,77 | 0,33 | 23,69 |
| 1:0,85 | 78,5 | 39,13 | 2,41 | 8,63 | 4,66 | 0,75 | 0,32 | 27,38 |
| 1:0,95 | 77,9 | 37,23 | 2,29 | 8,21 | 4,43 | 0,71 | 0,31 | 28,78 |
| 1:1,05 | 77,8 | 35,78 | 2,20 | 7,89 | 4,26 | 0,69 | 0,30 | 30,78 |
| 1:1,15 | 76,7 | 34,77 | 2,14 | 7,67 | 4,14 | 0,67 | 0,29 | 32,20 |

Влияние массового соотношения шлак: сода на образование титанатов натрия. Изучение влияния удельного расхода соды на разложение титанового шлака с образованием титанатов натрия при

спекании проводили при t = 900 °C, $\tau = 60$ мин. В табл. 7 приведены данные по изменению химического состава спеков в зависимости от количества соды в шихте, из которой следует, что при

Таблица 8 Влияние расхода соды на образование титанатов натрия в процессе спекания титанового шлака с содой

| Мас. соотношение | Долевое содержание системы в спеке, % | | | | | | |
|------------------|---------------------------------------|------------|------------|---------|--|--|--|
| шлак : сода | Mg-Ti-O | Fe-Mg-Ti-O | Na-Fe-Ti-O | Na-Ti-O | | | |
| 0 | 35,4 | 16,9 | _ | _ | | | |
| 1:0,25 | 35,8 | _ | 35,2 | _ | | | |
| 1:0,35 | 36,5 | _ | 43,5 | _ | | | |
| 1:0,40 | 37,6 | _ | 43,2 | _ | | | |
| 1:0,50 | 49,3 | _ | 34,1 | _ | | | |
| 1:0,60 | 58,4 | _ | 23,3 | _ | | | |
| 1:0,70 | 60,3 | - | 2,6 | 1,3 | | | |
| 1:0,80 | 30,6 | _ | _ | 22,7 | | | |
| 1:0,85 | 15,0 | - | _ | 38,1 | | | |
| 1:0,95 | 7,2 | _ | _ | 41,8 | | | |
| 1:1,05 | _ | _ | _ | 56,2 | | | |
| 1:1,15 | _ | _ | _ | 62,8 | | | |

введении соды в шихту в количестве 10.5 г на 10 г шлака потери Nа в виде карбоната натрия составляют 10-12 %.

В табл. 8 представлены результаты рентгенофазового анализа спеков, из которых видно, что даже небольшое количество соды в шихте способствует разложению системы Fe—Mg—Ti—O. Кроме того, при спекании титанового шлака с содой с их массовым соотношением 1:0,85 разложение аносовита происходит в неполной мере, а с увеличением расхода соды до массового соотношения 1:1,05практически весь титан связан в титанаты натрия (табл. 9).

Таблица 9 Результаты РФА спека

| Компонент | Формула | Содержание, мас.% |
|--------------------------|---|-------------------|
| Метатитанат натрия | Na ₂ TiO ₃ | 33,7 |
| Силикат натрия-магния | $Na_{1,74}(Mg_{0,865}Si_{1,135}O_4)$ | 28,2 |
| Пентатитанат натрия | $Na_8Ti_5O_{14}$ | 27,4 |
| Система Ca-Al-Cr-O | 3CaO·Al ₂ O ₃ ·CaCrO ₄ | 5,1 |
| Феррит натрия | NaFeO ₂ | 5,6 |

Примечание. Массовое соотношение шлак : сода = = 1:1,05, t=900 °C, $\tau=60$ мин.

Рентгеноспектральным микроанализом спека титанового шлака с содой, имеющего фазовый состав, приведенный в табл. 9, установлено присутствие частиц перовскита CaTiO₃ и зерен алюминийсодержащего аносовита (в малом количестве).

Заключение

Проведенные физико-химические исследования титанового шлака, полученного при плавке титаномагнетитового концентрата месторождения Тымлай, показали, что он относится к шпинелидно-аносовитному типу.

Рентгенографический анализ продуктов спекания титанового шлака с содой позволил определить влияние основных факторов на процесс и установить оптимальный режим спекания:

- массовое соотношение шлак : coga = 1 : 1,05;
- температура 900 °C;
- продолжительность процесса 60 мин;
- размер частиц шлака 40 мкм.

Выявлено, что в выбранных условиях спекания титанового шлака с содой наиболее упорным компонентом является перовскит.

Литература

Zhang W., Zhu Z., Xheng C.V. A literature review of titanium metallurgical processes // Hydrometallurgy. 2011.
 No. 108. P. 177—188.

- 2. Мировой рынок диоксида титана. URL: http://www.titanexport.com (дата обращения: 6.06.2015).
- Методы производства и структура потребления диоксида титана. URL: http://www.yaregaruda.ru/ru/ node/49 (дата обращения: 12.09.2015).
- Садыхов Г.Б. Разработка научных основ и технологии комплексного использования титаномагнетитов с высоким содержанием диоксида титана: Автореф. дисс. ... канд. техн. наук. М.: ИМЕТ РАН, 2001.
- 5. Водопьянов А.Г., Кожевников Г.Н. Разработка процессов извлечения диоксида титана из шлаков и лейкоксенового сырья // Тр. междунар. конгресса «Фундаментальные основы технологий переработки и утилизации техногенных отходов» Техноген 2012. (г. Екатеринбург, 13—15 июня 2012 г.). Екатеринбург: УрО РАН, 2012. С. 338—340.
- Tianyan Xue, Lina Wang, Tao Qi, Jinglong Chu, Jingkui Qu, Changhou Liu. Decomposition kinetics of titanium slag in sodium hydroxide system // Hydrometallurgy. 2009. No. 95. P. 22—27.
- Зеленова И.М., Резниченко В.А. Обогащение титановых шлаков с целью получения сырья для производства металлического титана и его пигментного диоксида // Тез. докл. III Конгресса обогатителей стран СНГ (г. Москва, 20—23 марта 2001 г.). М.: Альтекс, 2001. С. 121—122.
- Austpac Resours N.L. ERMS SR technology. URL: http://www.austpacresources.com/demo.php (дата обращения 21.09.2016).
- 9. *Manhique A.J., Focke W.W., Madivate C.* Titania recovery from low-grate titanoferrous minerals // Hydrometallurgy. 2011. No. 109. P. 230—236.
- Wang Dong, Chu Jinglong, Lijie, Qi Tao, Wang Weijing. Anti-caking in the producnion of titanium dioxide using low-grade titanium slag via the NaOH molten salt method // Powder technology. 2012. No. 232. P. 99—105.
- 11. *Scott Middlemas, Z. Zak Fang, Peng Fan.* A new method for production of titanium dioxide pigment // Hydrometallurgy. 2013. No. 131-132. P. 107—113.
- Desheng Chen, Longsheng Zhao, Yahui Liu, Tao Qi, Jianchong Wang, Lina Wang. A novel process for recovery of iron, titanium, and vanadium from titanomagnetite concentrates: NaOH molten salt roasting and water leaching processes // J. Hazard. Mater. 2013. No. 244-245. P. 588—595.
- Lasheen T.A. Soda ash roasting of titania slag product from Rosetta ilmenite // Hydrometallurgy. 2008. No. 93. P. 124—128.
- 14. *Водопьянов А.Г., Кожевников Г.Н.* Способ переработки титановых шлаков: Пат. 2518042 (РФ). 2014.

- Naimanbayev M.A., Jurkanov J. K., Abisheva A. E., Baltabekova Zh.A. Titanium magnetite concentrates reduction smelting technology // Sustainable industrial processing summit. Antalya, Turkey, 2015. P. 146—149.
- 16. Зеленова М.М., Морозов А.А., Садыхов Г.Б. Обогащение титаномагнетитовых шлаков гидрометаллургическим способом // Технол. металлов. 2012. No. 8. C. 3—8.
- 17. *Резниченко В.А., Аверин В.В., Олюнина Т.В.* Титанаты. Научные основы, технология, производство. М.: Наука, 2010.
- 18. *Батыгин В.Г.* Об образовании и некоторых свойствах титанатов натрия // Журн. неорган. химии. 1967. Т. 12. No. 6. C. 1442—1452.

References

- Zhang W., Zhu Z., Xheng C.V. A literature review of titanium metallurgical processes. Hydrometallurgy. 2011.
 No. 108. P. 177—188.
- Mirovoj rynok dioksida titana [The global market for titanium dioxide] URL: http://www.titanexport.com (accessed: 6.06.2015).
- Metody proizvodstva i struktura potreblenija dioksida titana [Methods of production and structure of the titanium dioxide consumption] URL: http://www.yaregaruda. ru/ru/node/49 (accessed: 12.09.2015).
- 4. Sadykhov G.B. Razrabotka nauchnykh osnov i tekhnologii kompleksnogo ispol'zovaniya titanomagnetitov s vysokim soderzhaniem dioksida titana. [Development of scientific foundations and technologies of integrated use titanomagnetite with a high content of titanium dioxide]: Abstr. diss. PhD. Moscow: IMET RAS, 2001.
- Vodop'yanov A.G., Kozhevnikov G.N. Razrabotka protsessov izvlecheniya dioksida titana iz shlakov i leikoksenovogo syr'ya. In: Trudy mezhdunar. kongressa «Fundamental'nye osnovy tekhnologii pererabotki i utilizatsii tekhnogennykh otkhodov» — Technogen 2012 [Development processes of extraction of titanium dioxide slag and leucoxene raw materials. In: Proceedings of the Int. Congress «Fundamentals of processing technologies and utilization of technogenic waste» — Technogen 2012]. Ekaterinburg: UB RAS, 2012. P. 338—340.
- Tianyan Xue, Lina Wang, Tao Qi, Jinglong Chu, Jingkui Qu, Changhou Liu. Decomposition kinetics of titanium slag in sodium hydroxide system. Hydrometallurgy. 2009. No. 95. P. 22—27.
- Zelenova I.M., Reznichenko V.A. Obogashchenie titanovykh shlakov s tsel'yu polucheniya syr'ya dlya proizvodstva metallicheskogo titana i ego pigmentnogo dioksida. In: Tezisy dokladov III Kongressa obogatitelei stran SNG [En-

- richment of titanium slag in order to obtain the raw material for production titanium metal and pigment dioxide. In: *Abstracts of the III Congress of CIS countries by enrichers*]. Moscow: Altex, 2001. P. 121–122.
- Austpac Resours N.L. ERMS SR technology. URL: http://www.austpacresources.com/demo.php (accessed: 21.09.2016).
- Manhique A.J., Focke W.W., Madivate C. Carvalho Madivate. Titania recovery from low-grate titanoferrous minerals. Hydrometallurgy. 2011. No. 109. P. 230—236.
- Wang Dong, Chu Jinglong, Lijie Qi Tao, Wang Weijing. Anti-caking in the producnion of titanium dioxide using low-grade titanium slag via the NaOH molten salt method. Powder technology. 2012. No. 232. P. 99—105.
- Scott Middlemas, Z. Zak Fang, Peng Fan. A new method for production of titanium dioxide pigment. Hydrometallurgy. 2013. No. 131-132. P. 107—113.
- Desheng Chen, Longsheng Zhao, Yahui Liu, Tao Qi, Jianchong Wang, Lina Wang. A novel process for recovery of iron, titanium, and vanadium from titanomagnetite concentrates: NaOH molten salt roasting and water leaching processes. J. Hazard. Mater. 2013. No. 244-245. P. 588—595.

- Lasheen T.A. Soda ash roasting of titania slag product from Rosetta ilmenite. Hydrometallurgy. 2008. No. 93. P. 124—128.
- 14. *Vodop'yanov A.G., Kozhevnikov G.N.* Sposob pererabotki titanovykh shlakov [Method of titanium slag processing]: Pat. 2518042 (RF). 2014.
- Naimanbayev M.A., Jurkanov J. K., Abisheva A. E., Baltabekova Zh.A. Titanium magnetite concentrates reduction smelting technology. In: Sustainable industrial processing summit. Antalya, Turkey, 2015. P. 146—149.
- 16. Zelenova M.M., Morozov A.A., Sadykhov G.B. Obogashchenie titanomagnetitovykh shlakov gidrometallurgicheskim sposobom [Enrichment titanomagnetite sands of hydrometallurgical method] *Technologiya metallov*. 2012. No. 8. P. 3—8.
- Reznichenko V.A., Averin V.V., Olyunina T.V. Titanaty. Nauchnye osnovy, tekhnologiya, proizvodstvo [Titanates. Scientific bases, technological process, production]. Moscow: Nauka, 2010.
- 18. *Batygin V.G.* Ob obrazovanii i nekotorykh svoistvakh titanatov natriya [On the formation, and some properties of sodium titanate]. *Zhurnal neorganicheskoi khimii.* 1967. Vol. 12. No. 6. P. 1442—1452.

УДК: 661.85: 669.053: 66.048.1-982

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-21-29

ПЕРЕРАБОТКА СЕРЕБРИСТОЙ ПЕНЫ ВАКУУМНОЙ ДИСТИЛЛЯЦИЕЙ

© 2017 г. А.А. Королев, С.А. Краюхин, Г.И. Мальцев, Е.С. Филатов

АО «Уралэлектромедь», г. Верхняя Пышма, Свердловская обл.

Статья поступила в редакцию 02.02.17 г., доработана и подписана в печать 04.04.17 г.

При очистке от примесей свинец обрабатывают цинком, образующим с драгоценными металлами тугоплавкие интерметаллические не растворимые в основном металле соединения – серебристую пену (СП). Выполнены лабораторные исследования по переработке СП, содержащей, %: 78-80 Pb, 15-17 Zn, 3-5 Ag, 0,0001-0,002 Au, методом вакуумной дистилляции ($t = 800 \div 1200$ °C, $P = 10^{-1} \div 10^{-3}$ мм рт. ст., $\tau = 2 \div 42$ ч) с целью разделения цинка, свинца и драгоценных металлов. При $t \sim 800$ °C, $P = 10^{-1}$ мм рт. ст. получен цинковый конденсат состава, %: 99,85 Zn, 0,14 Pb. При $t \sim 1000$ °C, $P = 9 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст. выделены концентраты цинка-свинца (15,7 Zn, 83,6 Pb, 0,02 Ag), свинца (86-87 Pb, 0,4-2,8 Zn, 0,04-0,12 Ag), серебра (50-67 Ag, 0,1-5,3 Pb, 0,04-0,2 Zn), а при $t \sim 1200$ °C, $P = 6,5 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст. – концентраты свинца (91-97 Pb, 0,6-1,7 Zn, 0,01-1,2 Ag) и серебра (92 Ag, 1,4 Pb, 0,1 Zn). Показано, что увеличение глубины вакуума в системе более 0,1 мм рт. ст. не приводит к существенным изменениям показателей процесса вакуумной дистилляции серебристой пены. Количественная возгонка цинка происходит при температуре не более 800 °C в течение 1 ч. Об окончании процесса свидетельствует скачок давления в системе до $P = 1,5 \div 2,0$ мм рт. ст. Ликвация СП с получением чернового свинца (~42 % от исходного количества Pb) и серебристой пены ликвированной (СПЛ) состава, %: 76,39 Pb, 16,56 Zn, 6,254 Ag, возможна в течение 2 ч в атмосфере инертного газа (Ar) при $t = 700 \pm 10$ °C без вакуума. Температура процесса слива свинца составляет 380 ± 10 °C. Количественная возгонка свинца и цинка из СПЛ оптимальна (>99 %) при $t \le 1000$ °C в течение 12 ч. Одновременно из нее же извлекается ~20 % серебра от исходного количества в СП. Определены значения скорости возгона цинка (800 °C), свинца и серебра (1000 °C), которые составили (расчет/опыт) $v \cdot 10^{-4}$, г/(см²·с): 19,13/24,05 Zn, 6,25/8,6 Pb, 0,0068/0,0065 Ад. Полученные значения у могут быть использованы при проектировании оборудования для вакуумной дистилляции серебристой пены.

Ключевые слова: серебристая пена, вакуумная дистилляция, цинк, свинец, серебро.

Королев А.А. – гл. инженер АО «Уралэлектромедь» (624091, Свердловская обл., г. Верхняя Пышма, пр. Успенский, 1). E-mail: A.Korolev@elem.ru.

Краюхин С.А. – канд. техн. наук, начальник Исследовательского центра АО «Уралэлектромедь». E-mail: S.Krauhin@elem.ru.

Мальцев Г.И. – докт. техн. наук, ст. науч. сотр., гл. специалист ИЦ АО «Уралэлектромедь». E-mail: mgi@elem.ru.

Филатов Е.С. – докт. техн. наук, ст. науч. сотр., вед. специалист ИЦ АО «Уралэлектромедь». E-mail: e.filatov@ihte.uran.ru.

Для цитирования: *Королев А.А., Краюхин С.А., Мальцев Г.И., Филатов Е.С.* Переработка серебристой пены вакуумной дистилляцией // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2017. No. 4. C. 21–29. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-21-29.

Korolev A.A., Krayukhin S.A., Maltsev G.I., Filatov E.S.

Silver crust processing by vacuum distillation

When cleaned from impurities lead is treated with zinc reacting with precious metals to form refractory intermetallics that are not soluble in the base metal – a silver crust (SC). The laboratory studies for processing of SC containing, %: 78–80 Pb; 15–17 Zn; 3–5 Ag; 0,0001–0,002 Au by vacuum distillation (t = 800+1200 °C, $P = 10^{-1}+10^{-3}$ mm Hg; $\tau = 2 \div 42$ h) to separate zinc, lead and precious metals. At $t \sim 800$ °C, $P = 10^{-1}$ mm Hg, zinc condensate was obtained containing, %: 99,85 Zn, 0,14 Pb. At $t \sim 1000$ °C, $P = 9 \cdot 10^{-3}$ mm Hg, zinc-lead concentrate (15,7 Zn; 83,6 Pb; 0,02 Ag), lead concentrate (86–87 Pb; 0,4–2,8 Zn; 0,04–0,12 Ag), silver concentrate (50–67 Ag; 0,1–5,3 Pb, 0,04–0,2 Zn). At $t \sim 1200$ °C, $P = 6.5 \cdot 10^{-3}$ mm Hg, lead concentrate (91–97 Pb, 0,6–1,7 Zn; 0,01–1,2 Ag) and silver concentrate (92 Ag, 1,4 Pb, 0,1 Zn) were obtained. It is shown that the degree of vacuum in the system increased up to over 0,1 mm Hg causes no significant changes in the indicators of silver crust vacuum distillation. Quantitative sublimation of zinc takes place at a temperature not exceeding 800 °C for 1 h. The end of the process is indicated by a pressure surge in the system up to $P = 1,5 \div 2,0$ mm Hg. SC liquation producing crude lead (~42 % of the original quantity of Pb) and liquated silver crust (LSC) containing, %: 76,39 Pb; 16,56 Zn; 6,254 Ag, is possible for 2 h in an inert gas atmosphere (Ar) at $t = 700 \pm 10$ °C without vacuum. Temperature of lead draining is 380 ± 10 °C. Quantitative sublimation of lead and zinc from LSC is optimal (>99 %) at $t \le 1000$ °C for

12 h, At the same time ~20 % silver of the original quantity in SC is extracted from the composition. Velocities of zinc (800 °C), lead and silver (1000 °C) sublimation are identified (calculation/experience) and equal to $v \cdot 10^{-4}$ g/(cm²·s): 19,13/24,05 Zn; 6,25/8,6 Pb; 0,0068/0,0065 Ag. These v values can be used to design the equipment for vacuum distillation of silver crust. *Keywords*: silver crust, vacuum distillation, zinc, lead, silver.

Korolev A.A. – Chief engineer, JSC «Uralelectromed» (624091, Russia, Sverdlovsk region, Verkhnyaya Pyshma, Uspenskij av., 1). E-mail: A.Korolev@elem.ru.

Krayukhin S.A. - Cand. Sci. (Eng.), Head of Research center of JSC «Uralelectromed». E-mail: S.Krauhin@elem.ru.

Maltsev G.I. – Dr. Sci. (Eng.), Senior scientific officer, Chief specialist, Research center of JSC «Uralelectromed». E-mail: mgi@elem.ru.

Filatov E.S. – Dr. Sci. (Eng.), Senior scientific officer, Leading specialist, Research center of JSC «Uralelectromed». E-mail: a.filatov@ihte.uran.ru.

Citation: Korolev A.A., Krayukhin S.A., Maltsev G.I., Filatov E.S. Pererabotka cerebristoi peny vakuumnoi distillyatsiei. *Izv. vuzov. Tsvet. metallurgiya*. 2017. No. 4. P. 21–29. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-21-29.

Введение

Металлургическое производство свинца предусматривает несколько основных стадий:

- подготовка шихты;
- восстановительная плавка;
- последовательное удаление примесей меди, сурьмы, мышьяка, олова, серебра, висмута, кальция, магния и цинка [1—9].

Обессеребрение обычно проводится путем обработки свинца цинком, который ограниченно растворим в свинце и не взаимодействует с ним. Драгоценные металлы (ДМ) из чернового свинца взаимодействуют с цинком с формированием тугоплавких интерметаллических соединений $AuZn_3$ и $AgZn_3$, почти не растворимых в свинце. Как более легкие, эти соединения всплывают на поверхность, образуя серебристую пену (СП) [10—17].

При дистилляции СП цинк отгоняется, свинец при купеляции переходит в глет (PbO), а ДМ, остающиеся в купели (сплав Доре), направляются на аффинаж. Переработка купеляционного глета в шахтной или сократительной плавке связана со значительными потерями свинца и ДМ, требует практически таких же затрат, как и выплавка свинца из исходного сырья. В связи с этим актуальным является вопрос о создании экологически безопасной, технологически эффективной и экономически выгодной высокопроизводительной схемы по переработке серебристой пены методом вакуумной дистилляции [18—25] с получением товарных концентратов цинка, свинца и драгоценных металлов.

Целью работы является оценка принципиальной возможности использования метода вакуумной дистилляции для переработки серебристой пены.

Методика исследований

Объектами исследований являлись:

- серебристая пена (СП) состава, мас.%: 78,58 Pb, 15,95 Zn, 0,47 Bi, 0,22 Cu, 0,36 Fe, 0,63 Te, 0,005 As, 0,008 Sb, 0,003 Sn, 0,006 Ni, 0,002 Al, 0,02 Ca, 0,01 Mg, 4,31 Ag, < 0,0001 Au;
- серебристая пена после ликвации свинца (СПЛ), мас.%: 76,39 Pb, 16,56 Zn, 0,404 Cu, 0,44 Bi, 0,577 Fe; 6,25 Ag, < 0,0002 Au.

Были изготовлены две лабораторные установки для проведения экспериментов с СП и СПЛ.

1. Первая установка состояла из вакуумирующей системы, нагревательной печи, системы регистрации температуры. Материал пробирки для размещения образцов СП и СПЛ (рис. 1) — нержавеющая сталь марки X18Н10Т. Конструкция пробирки позволяет регистрировать (сканировать) температуру по высоте и избежать потери массы образцов при дистилляции. Материал тигля — графит.

Методика сборки пробирки:

- в тигель насыпали навеску исходного материала и помещали на подставку, приваренную к нижнему донышку контейнера с трубкой для откачки воздуха;
 - приваривали верхнюю крышку;
- из системы откачивали воздух до необходимой величины остаточного давления;
 - трубку для откачки воздуха заваривали;
 - сборную конструкцию помещали в печь.

Далее проводили дистилляцию, варьируя температуру ($t = 800 \div 1200$ °C), степень разряжения ($P = 0,006 \div 1,0$ мм рт. ст.) и продолжительность процесса ($\tau = 2 \div 42$ ч). При выборе температурного интервала дистилляции исходных материалов исходили из известных температур возгона индивидуальных металлов при давлениях 98000 Па, или 735 мм рт.

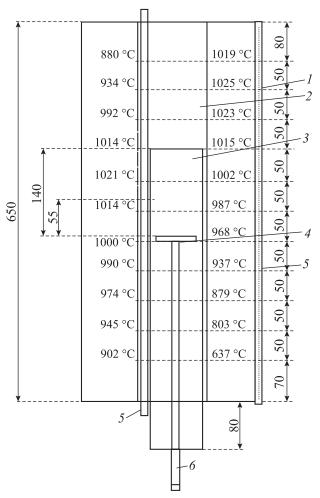


Рис. 1. Схема экспериментальной установки для вакуумной дистилляции

- 1 печь, 2 герметичный контейнер, 3 тигель с образцом,
- 4 подставка для тигля, 5 трубки для термопары,
- $\pmb{6}$ трубка для откачки воздуха

ст. (числитель) и 133 Па, или 1 мм рт. ст. (знаменатель), °C: 913/490 Zn, 1751/977 Рb, 2163/1330 Аg, 2847/1786 Au, 2788/1617 Cu. После проведения опыта систему охлаждали, пробирку разрезали, собирали возгоны и кубовый остаток, взвешивали полученные продукты и готовили пробы высверливанием огарка с разных сторон, которые анализировали следующими методами анализа: химическим, рентгенофазовым и спектральным эмиссионным с индуктивно-связанной плазмой. По массам и составам исходных образцов, возгонов и кубового остатка рассчитывали материальный баланс процесса дистилляции металлов.

Для повышения эффективности разделения возгоняемых металлов ряд опытов выполнен после установки трех конденсаторов (1—3) с фиксированной температурой, °C: 820 (1), 670 (2), 470 (3).

В первом из них экран для газовой фазы отсутствовал, а второй и третий имели перегородки. На верхнем конце внутренней трубки (поз. 5, рис. 1) была установлена стеклянная ловушка для визуального обнаружения возможных возгонов.

2. Во второй установке для более четкого разграничения продуктов конденсации цинка и свинца, отделяемых от серебра в кубовом остатке, была изменена конструкция холодильника.

Контейнером служил горизонтально расположенный кварцевый стакан ($L=1000\,\mathrm{mm}$, $d=68\,\mathrm{mm}$), имеющий слабый наклон в сторону отгоняемых продуктов. Он содержал ряд защитных экранов и закрывался резиновой пробкой с трубкой для откачки воздуха. У дна стакана располагалась кювета (графит) с навеской исходного материала $\sim 250\,\mathrm{r}$.

Установлено дополнительное (перед основным) нагревательное устройство ($L=200\,\mathrm{mm}$) с температурами $800-830\,^{\circ}\mathrm{C}$ и $470-500\,^{\circ}\mathrm{C}$ соответственно до и после выхода на режим основной печи ($t \geq 1050\,^{\circ}\mathrm{C}$) для предотвращения преждевременной конденсации цинка и лучшего его отделения от свинца.

На краю печи, при охлаждении отогнанного свинца ниже температуры плавления, формировался компактный слиток ($L = \sim 120$ мм). Визуальное наблюдение позволило зафиксировать процессы появления возгонов цинка и формирования слоев свинца с фазовым распределением металла по температурным зонам.

Для снижения количества серебра, частично переходящего в Рb-продукт при дистилляции, было уменьшено содержание свинца в исходной СП за счет ликвации. Для этого навеску СП при атмосферном давлении прогрели до 700 °С в среде аргона в течение 2 ч и охладили вместе с печью для разделения жидкой фазы свинца и твердой ликвированной серебристой пены (СПЛ).

Результаты и их обсуждение

Для отгонки цинка (табл. 1, обр. I) навеску СП массой 388,2 г засыпали в кварцевую пробирку в форме лодочки (S = 75 см²) и включали нагрев.

Налет возгонов на стенках пробирки появился при $t \approx 550$ °C и P = 0.1 мм рт. ст., после чего через 0,5 ч температура возросла до 750 °C. Давление в интервале $t = 700 \div 750$ °C увеличилось до 2 мм рт. ст., что связано с окончанием возгона цинка и началом выделения в газовую фазу примесных элементов, а затем в течение 5—10 мин оно верну-

Таблица 1 Параметры процессов разделения компонентов интерметаллидов

| N₂ | | | Продукт | m | | t, °C | Р, | τ, ч | Извлечено из материала, % | | |
|------|------------------|-------|--|------------------------------|----------------------------|-------|------------|------|---------------------------|---------|--------|
| обр. | іматериал, среда | т, г | Продукі | г | % | ί, τ | мм рт. ст. | ે, વ | Zn | Pb | Ag |
| 1 | СП | 388,2 | Возгоны Остаток | 35,9 352,3 | 9,3 90,7 | 805 | 0,1 | 2 | 57,9 | 0,007 | 0,0004 |
| 2 | СП | 81,7 | Возгоны Остаток | 29,3 52,4 | 35,9 64,1 | 1000 | 0,008 | 3,5 | 99,59 | 25,3 | 0,35 |
| 3 | СП | 90,7 | ∑ возгоны Остаток | 89,7 1,0 | 98,9 1,1 | 1050 | 0,009 | 12 | > 99,99 | > 99,99 | 99,14 |
| 4 | СП | 65,8 | ∑ возгоны Остаток | 65,5 0,3 | 99,6 0,4 | 1200 | 0,006 | 8 | > 99,99 | > 99,99 | >99,99 |
| 5 | СП | 264,5 | Возгоны Остаток | 254,2 10,3 | 96,1 3,9 | 1000 | 0,009 | 42 | > 99,99 | > 99,99 | 27,7 |
| 6 | СП + Ni-фольга | 311,5 | Zn-возгоны Рb-возгоны Ni-сплав Остаток | 35,2 260,3 3,0 13,0 | 11,3 83,5 1,0 4,2 | 1050 | 1,5 | 11 | 99,97 | 98,4 | 38,49 |
| 7 | CΠ + Ar | 1134 | Рь-сплав СПЛ | 479 655 | 42,2 57,8 | 700 | 760 | 2 | _ | 42,2 | - |
| 8 | СПЛ | 272,4 | Возгоны Остаток | 256,8 15,6 | 94,3 5,7 | 1000 | 0,010 | 24 | 99,96 | 99,9 | 39,74 |
| 9 | СП | 250,3 | Zn-возгоны Pb-возгоны Остаток | 32,0 214,3 4,0 | 12,8 85,6 1,6 | 1050 | 1,0 | 12 | 99,99 | 99,98 | 21,9 |

лось к прежнему значению 0,1 мм рт. ст. Через 1 ч температура повысилась до 805 °С при неизменном давлении. Общая продолжительность процесса при $t \ge 550$ °С составила 2 ч. За это время получены кубовый остаток и возгоны — 352,3 г (90,7 %) и 35,9 г (9,3 %) (табл. 1 и 2).

Количество металлов, перешедших из исходного образца СП в состав возгонов, составило, %: 57,9 Zn, 0,007 Pb, 0,0004 Ag. Установлено, что возгоны по составу являются цинковым продуктом, поскольку температура не превышала 805 °C, однако степень извлечения металла из СП оказалась низкой вследствие недостаточной продолжительности процесса.

Для выявления оптимальных температуры и времени отгонки цинка взяли образец СП массой 81,7 г в кварцевой пробирке, который выдержива-

ли при t=1000 °C и $P=8\cdot10^{-3}$ мм рт. ст. в течение $\tau=3,5$ ч (табл. 1, обр. 2). Получены кубовый остаток и возгоны: 52,4 г (64,1 %) и 29,3 г (35,9 %).

Количество металлов, перешедших из исходного образца СП в состав возгонов, составило, %: 99,59 Zn, 25,3 Pb, 0,35 Ag. Остальные металлы практически не возгоняются. Показано, что цинк количественно перешел в возгоны, свинец — частично, вместе с небольшим (менее 1 %) количеством серебра. На поверхности плава образовались дроссы в виде корочки в количестве ~2 % от массы плава, содержащие ~15 % железа. По-видимому, для увеличения степени отгонки свинца необходимо поднять температуру и продолжительность процесса вакуумной дистилляции СП.

В следующем опыте с массой образца СП 90,7 г в кварцевой пробирке при $t=1050~^{\circ}$ С и P=

Таблица 2 **Состав продуктов (%) разделения компонентов интерметаллидов**

| No | Посто | Содержание, % | | | | | | | | |
|------|------------------|---------------|--------|---------|----------|---------|---------|---------|--|--|
| обр. | Продукт | Zn | Pb | Ag | Au | Cu | Bi | Fe | | |
| 1 | Возгоны | 99,85 | 0,14 | <0,0002 | <0,0001 | <0,0002 | <0,003 | 0,002 | | |
| 1 | Остаток | 7,39 | 86,57 | 4,75 | <0,0001 | 0,243 | 0,52 | 0,4 | | |
| 2 | Возгоны | 44,27 | 55,41 | 0,042 | <0,0001 | <0,0002 | <0,003 | <0,002 | | |
| 2 | Остаток | 0,1 | 91,537 | 6,72 | 0,000156 | 0,344 | 0,733 | 0,566 | | |
| | Σ возгоны | 16,12 | 79,45 | 4,31 | <0,0001 | <0,0001 | 0,33 | <0,0001 | | |
| | Остаток | 0,034 | 0,2 | 3,345 | 2,516 | 19,977 | 0,017 | 59.423 | | |
| | Zn-возгоны | 15,694 | 83,61 | 0,019 | <0,0002 | 0,002 | 0,331 | 0,218 | | |
| 3 | Рb-возгоны (1) | 2,84 | 86,16 | 0,045 | <0,0002 | 0,031 | 0,334 | 6,979 | | |
| | Рb-возгоны (2) | 0,428 | 87,51 | 0,124 | <0,0002 | 0,023 | 0,692 | 7,344 | | |
| | Ад-возгоны (1) | 0,17 | 5,32 | 50,48 | 0,0238 | 0,105 | 0,006 | 29,058 | | |
| | Ад-возгоны (2) | 0,042 | 0,15 | 67,443 | 0,0185 | 0,1493 | <0,003 | 21,193 | | |
| | \sum возгоны | 16,02 | 78,92 | 4,327 | <0,0001 | 0,219 | 0,47 | 0,0005 | | |
| | Остаток | 0,023 | 0,17 | 0,0325 | 1,15 | 0,467 | 0,01 | 84,5 | | |
| 4 | Рb-возгоны (1) | 1,717 | 97,67 | 0,0085 | <0,0001 | 0,003 | 0,48 | 0,036 | | |
| | Рb-возгоны (2) | 0,589 | 90,99 | 1,259 | <0,0001 | 0,027 | 0,53 | 4,451 | | |
| | Ag-возгоны | 0,135 | 1,43 | 92,1351 | <0,0001 | 1,175 | <0,03 | 0,471 | | |
| 5 | Возгоны | 11,3 | 87,32 | 0,128 | <0,0001 | 0,004 | 0,49 | 0,005 | | |
| | Остаток | 0,014 | 0,188 | 79,76 | 0,4582 | 6,75 | 0,047 | 9,93 | | |
| | Zn-возгоны | 99,825 | 0,026 | 0,0121 | <0,00008 | 0,0004 | <0,04 | 0,003 | | |
| 6 | Рь-возгоны | <0,0002 | 99,33 | 0,1046 | 0,00011 | 0,005 | 0,44 | 0,007 | | |
| | Ni-сплав | 0,267 | 4,96 | 26,6883 | 0,04404 | 1,086 | 0,124 | 4,41 | | |
| | Остаток | 0,025 | 28,889 | 57,1594 | 0,2615 | 4,53 | 0,493 | 6,494 | | |
| 7 | Pb-сплав | 0,68 | 98,63 | 0,056 | <0,0001 | <0,0002 | 0,52 | 0,002 | | |
| | СПЛ | 16,56 | 76,39 | 6,254 | <0,0002 | 0,404 | 0,44 | 0,577 | | |
| | \sum возгоны | 12,97 | 84,31 | 2,72 | 0,0149 | <0,0001 | 0,43 | 0,04 | | |
| | Остаток | 0,0915 | 1,4541 | 67,968 | 0,052 | 7,27 | 0,432 | 15,605 | | |
| | Zn-возгоны (1) | 83,94 | 13,99 | 0,1957 | 0,00046 | 0,014 | 0,117 | <0,002 | | |
| 8 | Zn-возгоны (2) | 28,56 | 65,797 | 0,0536 | 0,00015 | 0,009 | 0,091 | <0,002 | | |
| | Рb-возгоны (1) | 5,819 | 82,969 | 0,0552 | 0,00014 | 0,036 | 0,091 | 6,859 | | |
| | Рb-возгоны (2) | 1,286 | 80,69 | 0,6582 | 0,00021 | 0,136 | 0,365 | 9,114 | | |
| | Ag-возгоны | 0,487 | 4,645 | 35,1875 | 0,0026 | 0,244 | <0,03 | 46,03 | | |
| | Zn-возгоны | 99,8 | 0,14 | 0,006 | <0,0001 | 0,0006 | <0,0004 | <0,0001 | | |
| 9 | Рь-возгоны | 0,163 | 99,071 | 0,069 | 0,0005 | <0,0001 | 0,477 | <0,0001 | | |
| | Остаток | 0,007 | 0,4655 | 79,681 | 0,037 | 6,34 | 0,01 | 10,78 | | |

 $=9\cdot10^{-3}$ мм рт. ст. увеличили время процесса до 12 ч (табл. 1, обр. 3). Полученные возгоны металлов по мере остывания локально конденсировались на разных участках внутренней и внешней трубок ав-

токлава, что дало возможность идентифицировать их как металлические конденсаты с индексом (1) и (2) соответственно (см. табл. 2). Установлено, что за 12 ч при t=1050 °C исходная СП на ~ 99 % перешла

в возгоны вместе с цинком, свинцом и серебром. Кубовый остаток в основном составили, %: 59,4 Fe, 19,98 Cu, 2,52 Au. Индивидуальный Zn-конденсат не был получен, поскольку цинк возгонялся и конденсировался совместно со свинцом в соотношении Zn/Pb = 15,7/83,6, близком к исходному в СП (15,9/78,6). По мере возгонки свинца при переходе от Pb-конденсата (1) к Pb-конденсату(2) при стабильно высоком количестве свинца (86,2—87,5 %) снизилось содержание цинка (с 2,8 до 0,4 %) и увеличилось содержание серебра (с 0,045 до 0,124 %), поскольку при уменьшении концентрации Pb < 30 мас.% давления паров свинца и серебра становятся соизмеримы и отгонка последнего возрастает.

Пробу СП массой 65,77 г в кварцевой пробирке подвергли дистилляции при более высокой температуре (t = 1200 °C, $P = 6.5 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст.), но с меньшей продолжительностью ($\tau = 8$ ч) (табл. 1, обр. 4). Количество цинка, свинца и серебра, перешедших из исходного образца СП в состав возгонов, составило более 99,99. Итак, за 8 ч при t == 1200 °С исходная СП на ~99,6 % перешла в состав возгонов вместе с металлами. Кубовый остаток в основном содержал, %: 84,5 Fe, 1,15 Au, 0,467 Cu и 2,4 Ni. Возгоны цинка рассеялись по внутреннему объему контейнера (рис. 1, поз. 2), вследствие чего не был локализован Zn-конденсат в качестве самостоятельного продукта. Выделены 2 свинцовых конденсата, более богатых по металлу (91-97,7 % Pb), чем при температуре 1050 °C (86,2—87,5 % Pb). В Рb-конденсате (2) отмечено достаточно высокое (1,26 %) содержание серебра по сравнению с предыдущем опытом (0,12 % Ад). Более высокая температура и количественная возгонка серебра позволили получить Ад-конденсат, по составу соответствующий черновому серебру (Ад ≈ 92 %).

Для образца 5 массой 264,5 г вновь применили $t=1000~^{\circ}$ С и $P=9\cdot10^{-3}$ мм рт. ст., но продолжительность процесса увеличили до 42 ч. В кубовом остатке присутствуют серебро, золото, медь, железо, содержание которых значительно возросло по сравнению с СП (табл. 2). На внутренней поверхности контейнера (см. рис. 1, поз. 2) обнаружены участки с конденсированным серебром, где его концентрация составляет 71,53—79,04 %. Несмотря на увеличение продолжительности процесса до 42 ч по сравнению с 12 ч (см. табл. 1, обр. 4), нежелательная возгонка серебра сократилась с 99,14 до 27,7 %, очевидно за счет снижения температуры процесса до 1000 °С.

На экспериментальной установке с тремя конденсаторами провели процесс дистилляции пробы СП (311,5 г) в графитовом тигле для предотвращения образования оксидов в кубовом остатке при низком вакууме 200 Па (1,5 мм рт. ст.) и t = 1050 °C в течение 11 ч (см. табл. 1, обр. 6). Графитовый тигель ($S = 12 \text{ см}^2$, $V = 108 \text{ см}^3$) по верхней наружной кромке был проклеен никелевой фольгой для предотвращения контакта со стенкой металлического стакана, в который он был установлен. Получены кубовый остаток 13,02 г (4,18 %), Zn-конденсат 35,16 г (11,29 %), Рb-конденсат 263,32 г (84,53 %) и Ni-сплав 3,05 г (0,38 %), образованный фольгой. Состав продуктов представлен в табл. 2. Цинковый продукт сконцентрировался в 3-м конденсаторе, свинцовый — в 1-м, никелевый сплав — в нижней части металлического стакана для графитового тигля, кубовый остаток — в графитовом тигле. Использование в конструкции автоклава конденсаторов, расположенных в температурной зоне возгонки соответствующих металлов, позволило не только локализовать и сконцентрировать цинк и свинец, но и смоделировать непрерывный процесс вакуумной дистилляции серебристой пены.

Условия (см. табл. 1, обр. 7) и результаты (табл. 2) опыта по ликвации свинца из состава СП (навеска 1134 г) позволили выявить элементный состав полученных продуктов: свинцовый сплав содержит ~99 % Рb, немного цинка (0,68 %) и серебра (0,056 %). Уменьшение абсолютной массы свинца в СПЛ снижает продолжительность вакуумной дистилляции металла, а значит, и количество возгоняемого с ним серебра.

Навеску 272,4 г серебристой пены ликвированной выдерживали при температуре 1000 °C, вакууме 0,01 мм рт. ст. в течение 24 ч (табл. 1, обр. 8). Выявлено несколько локальных участков конденсации металлов, перешедших в возгоны. Установлено, что за 24 ч при t = 1000 °C исходный образец СПЛ на ~94 % перешел в состав возгонов вместе с цинком, свинцом и частью серебра. В кубовом остатке в основном присутствуют, %: 67,97 Ag, 15,61 Fe и 7,27 Cu. По мере возгонки цинка (83,94— 28,56 % Zn) в составе Zn-конденсатов (1) и (2) увеличивается количество свинца (от 14 до 65,8 %), а при отгонке последнего растет содержание серебра (от 0,055 до 0,66 %) в Рb-конденсатах (1) и (2). Индивидуальный Ад-конденсат получен в небольшом количестве (~1 г) с содержанием Ag > 35 %. Уменьшение соотношения Pb/Ag с 18,2 до 12,3 для СПЛ по сравнению с исходной СП снизило коли-

| Металл | T. V. | . 104 П- | $\tau \cdot 10^{-3}, c$ | M | $v \cdot 10^4$, $r/(cm^2 \cdot c)$ | | |
|---------|-------|-----------------------------|-------------------------|--------|-------------------------------------|--------|--|
| Metalli | T, K | p_s ·10 ⁴ , Па | τ.10 -, ε | M_g | Расчет | Опыт | |
| Цинк | 1073 | 10 | 3,6 | 65,37 | 19,13 | 24,05 | |
| Свинец | 1273 | 2 | 12,6 | 207,19 | 6,25 | 8,6 | |
| Серебро | 1273 | 0,003 | 12,6 | 107,87 | 0,0068 | 0,0065 | |

Таблица 3 Скорости испарения металлов из состава серебристой пены

чество возгоняемого серебра с 99,14 до 39,74 % при неизменно высокой степени дистилляции (свыше 99,9 %) свинца и увеличении продолжительности процесса в 2 раза.

Расчет материального баланса процесса вакуумной дистилляции СП при t = 1050 °C, P = 1 мм рт. ст., $\tau = 12 \text{ ч}$ (см. табл. 1, обр. 9) осуществлен по результатам опыта на второй установке с горизонтально расположенным кварцевым стаканом. При обработке образца массой 250,3 г в графитовом тигле получены свинцовый и цинковый конденсаты, кубовый остаток (см. табл. 2). Количество металлов, перешедших из исходного образца СП в состав возгонов, рассчитано по анализу кубового остатка, %: 99,99 Zn, 99,98 Рb и 21,9 Аg. Эти данные удовлетворительно коррелируются с результатами опыта на установке с тремя конденсаторами (обр. 6) по составу цинкового и свинцового продуктов, различаются только величины степени возгонки серебра — в опыте 9 она практически в 2 раза меньше.

Таким образом, аппаратурное оформление процесса вакуумной дистилляции существенным образом влияет на состав получаемых продуктов и показатели процесса возгонки металлов из СП.

Для определения скорости отгонки металлов $(v, \Gamma/(cm^2 \cdot c))$ из СП по формуле

$$v = \Delta m / (\tau S), \tag{1}$$

где Δm — изменение массы металла, г; τ — продолжительность отгонки, с; S — площадь диафрагмы (1,5 см²), использовали данные опыта 2 с учетом следующих допущений:

- площадь диафрагмы равняется площади зазора между тиглем и стенкой прибора;
- цинк отгоняется при разогреве системы до $800\,^{\circ}\text{C}$ в течение $1\,^{\circ}\text{C}$;
- поскольку скорость отгонки металлов зависит от давления их паров, которое уменьшается в ходе процесса, можно получить только среднюю величину скорости за данный промежуток времени.

Полученные по формуле (1) данные сравнили (табл. 3) с расчетными значениями скорости испарения вещества в вакууме с открытой поверхности в молекулярном режиме (уравнение Ленгмюра):

$$v = 7.75 p_s (M_g/T)^{0.5}, (2)$$

где p_s — давление насыщенного пара металла при данной температуре, Па; M_g — молекулярная масса металла в паровой фазе; T — температура, K.

Показано [26], что величины давления насыщенного пара компонентов, возгоняемых из состава серебристой пены, гораздо ниже соответ-

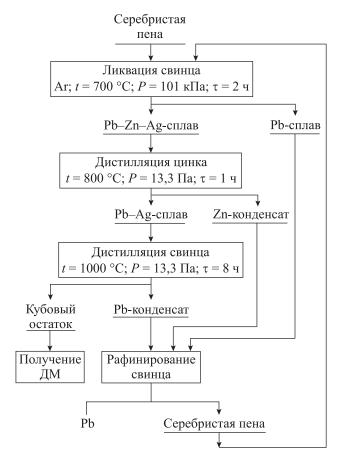


Рис. 2. Принципиальная схема переработки серебристой пены

ствующих показателей для чистых металлов, что обусловливает необходимость экспериментального определения скоростей возгонки и оптимальных условий процесса вакуумной дистилляции СП.

По результатам проведенных исследований предложена принципиальная схема переработки серебристой пены (рис. 2). Свинцовый конденсат, отогнанный вакуумной дистилляцией из ликвированной пены, очищают от драгоценных металлов по технологии получения серебристой пены.

Выводы

Проведенные исследования и полученные результаты позволили сделать следующие выводы.

- 1. Увеличение глубины вакуума в системе более 0,1 мм рт. ст. не приводит к существенным изменениям показателей процесса вакуумной дистилляции серебристой пены.
- 2. Ликвация серебристой пены с получением чернового свинца (~42 % от исходного количества Рb) и остатка (серебристая пена ликвационная) возможна в течение 2 ч в атмосфере инертного газа (Ar) при атмосферном давлении и температуре 700±10 °C. Температура процесса слива свинца составляет 380±10 °C.
- 3. Количественная возгонка цинка с получением Pb—Ag-сплава происходит при температуре не более 800 °C в течение 1 ч. Об окончании процесса свидетельствует скачок давления в системе до 1,5—2,0 мм рт. ст.
- **4.** Количественная возгонка свинца из свинцово-серебряного сплава оптимальна при температуре не более 1000 °C.
- **5.** Определенные в работе значения скорости возгона металлов могут быть использованы при проектировании оборудования для вакуумной дистилляции серебристой пены.

Литература/References

- Erez B.-Y., V. Yitzhak, Brink Edwin C. M., Ron B. A new Ghassulian metallurgical assemblage from Bet Shemesh (Israel) and the earliest leaded copper in the Levant. J. Archaeolog. Sci.: Reports. 2016. Vol. 9. P. 493—504.
- Yin N.-H., Sivry Y., Avril C. Bioweathering of lead blast furnace metallurgical slags by Pseudomonas aeruginosa. Int. Biodeter. Biodegradat. 2014. Vol. 86. Pt. C. P. 372—381.

- 3. *Capannesi G., Rosada A., Avino P.* Elemental characterization of impurities at trace and ultra-trace levels in metallurgical lead samples by INAA. *Microchem. J.* 2009. Vol. 93. No. 2. P. 188—194.
- 4. *Sun B., Yang C., Gui W.* A discussion of the control of nonferrous metallurgical processes. *IFAC-papers on line*. 2015. Vol. 48. No. 17. P. 80—85.
- 5. *Yin N.-H., Sivry Y., Benedetti M.F.* Application of Zn isotopes in environmental impact assessment of Zn—Pb metallurgical industries: A mini review. *Appl. Geochem.* 2016. Vol. 64. P. 128—135.
- Sethurajan M., Huguenot D., Jain R. Leaching and selective zinc recovery from acidic leachates of zinc metallurgical leach residues. J. Hazard. Mater. 2017. Vol. 324. Pt. A. P. 71—82.
- 7. Yu Z., Ma W., Xie K. Life cycle assessment of grid-connected power generation from metallurgical route multi-crystalline silicon photovoltaic system in China. Appl. Energy. 2017. Vol. 185. No. 1. P. 68—81.
- 8. *Roest R, Lomas H., Hockings K.* Fractographic approach to metallurgical coke failure analysis. Pt. 1: Cokes of single coal origin. *Fuel.* 2016. Vol. 180. P. 785—793.
- 9. Shi X., Zhang J., Yang X. Metallurgical leaching of metal powder for facile and generalized synthesis of metal sulfide nanocrystals. Colloid. Surf. A: Physicochem. Eng. Aspects. 2016. Vol. 497. P. 344—351.
- Jamali-Zghal N., Lacarrière B., Le Corre O. Metallurgical recycling processes: Sustainability ratios and environmental performance assessment. Resourc. Conservat. Recycl. 2015. Vol. 97. P. 66—75.
- 11. Asavavisithchai S., Preuksarattanawut T., Nisaratanaporn E. Microstructure and compressive properties of open-cell silver foams with different pore architectures. Proc. Mater. Sci. 2014. Vol. 4. P. 51–55.
- 12. *Li Z.-K., Bi S.-J., Li J.-W.* Distal Pb-Zn-Ag veins associated with the world-class Donggou porphyry Mo deposit, southern North China craton. *Ore Geology Rev.* 2017. Vol. 82. P. 232—251.
- 13. *Hsuan T.-C.*, *Lin K.-L*. Microstructural evolution of ε-AgZn₃ and η-Zn phases in Sn—8,5 Zn—0,5 Ag—0,01 Al—0,1 Ga solder during aging treatment. *J. Alloys and Compounds*. 2009. Vol. 469. No. 1-2. P. 350—356.
- Gain A. K., Chan Y. C., Sharif A. Effect of small Sn—3.5Ag—0.5Cu additions on the structure and properties of Sn—9Zn solder in ball grid array packages. *Microelectr. Eng.* 2009. Vol. 86. No. 11. P. 2347—2353.
- Gutierrez-Perez V.H., Cruz-Ramirez A., Vargas-Ramirez M. Silver removal from molten lead through zinc powder injection. Trans. Nonferr. Met. Soc. China. 2014. Vol. 24. No. 2. P. 544—552.
- 16. Kong X., Yang B., Xiong H. Thermodynamics of removing

- impurities from crude lead by vacuum distillation refining. *Trans. Nonferr. Met. Soc. China.* 2014. Vol. 24. No. 6. P. 1946—1950.
- 17. Wang Z., Harris R. Prediction of the thermodynamic properties of Pb—Zn—Ag from binary data. In: Proc. Int. Symp. on Primary and Secondary Lead Processing (Halifax. Nova Scotia, 20—24 Aug. 1989). A volume in Proceedings of Metallurgical Society of Canadian Institute of Mining and Metallurgy. 1989. P. 239—251.
- 18. Дьяков В.Е. Разработка и испытание вакуумного аппарата разделения свинцово-оловянных отходов сплавов // Междунар. науч.-иссл. журн. 2016. № 3 (45). Ч. 2 (29). С. 11—14; Dyakov V.E. Razrabotka i ispytanie vakuumnogo apparata razdelenija svincovo-olovjannykh othodov splavov [Development and testing of the vacuum apparatus separation of lead-tin alloys waste]. Mezhdunarodnyj nauchno-issledovateľskij zhurnal. 2016. No. 3 (45). Pt. 2 (29). P. 11—14.
- 19. *Nan C., Yang H.W., Yang B.* Experimental and modeling vapor-liquid equilibria: Separation of Bi from Sn by vacuum distillation. *Vacuum*. 2017. Vol. 135. P. 109—114.
- 20. *Кеменов В.Н., Нестеров С.Б.* Вакуумная техника и технология: Учеб. пос. для вузов. М.: Издательство МЭИ, 2002; *Кетепоv V.N., Nesterov S.B.* Vakuumnaya

- tehnika i tehnologiya [Vacuum technique and technology]. Moscow: Izdatel'stvo MJeI, 2002.
- 21. Иванов В.Е., Папиров И.И., Тихинский Г.Ф. Чистые и сверхчистые металлы. М.: Металлургия, 1965; Ivanov V.E., Papirov I.I., Tihinskij G.F. Chistye i sverhchistye metally [Pure and ultrapure metals]. Moscow: Metallurgiya, 1965.
- 22. Самарин А.М. Вакуумная металлургия. М.: Металлургиздат, 1962; Samarin A.M. Vakuumnaja metallurgiya [Vacuum metallurgy]. Moscow: Metallurgizdat, 1962.
- 23. *Kong X., Yang B., Xiong H.* Removal of impurities from crude lead with high impurities by vacuum distillation and its analysis. *Vacuum*. 2014. Vol. 105. P. 17—20.
- 24. *Roth A.* Physico—chemical phenomena in vacuum techniques. *Vacuum Technol*. 1990. P. 149—199.
- 25. *He Z., Dai Y.* The behavior of parkes' process of zinc crusts in vacuum distillation. *J. Kunming Inst. Technol.* 1989. Vol. 14. No. 1. P. 35—40.
- 26. Манохин А.И. Процессы цветной металлургии при низких давлениях. М.: Наука, 1983; Manohin A.I. Processy tsvetnoj metallurgii pri nizkikh davleniyakh [Processes of nonferrous metallurgy at low pressures]. Moscow: Nauka, 1983.

УДК: 546.719: 546: 77: 66.081: 542.06

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-30-38

ПОВЫШЕНИЕ ЧИСТОТЫ РАСТВОРОВ ПЕРРЕНАТА АММОНИЯ ПО МОЛИБДЕНУ (VI) ПРИ СОРБЦИОННОМ ИЗВЛЕЧЕНИИ РЕНИЯ (VII) ИЗ Мо-СОДЕРЖАЩИХ РАСТВОРОВ

© 2017 г. Е.Е. Мальцева, А.А. Блохин, Ю.В. Мурашкин, М.А. Михайленко

Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет) (СПбГТИ (ТУ))

Представительство компании «Purolite Ltd.» в СНГ, г. Москва

Статья поступила в редакцию 22.02.17 г., доработана 05.04.17 г., подписана в печать 10.04.17 г.

Рассмотрена возможность дополнительной очистки аммиачных рениевых десорбатов от молибдена в ходе сорбционного извлечения рения из Мо-содержащих растворов с помощью слабоосновных анионитов Purolite A170 и Purolite A172. В статических условиях на фоне 1 M раствора (NH_4) $_3SO_4$ изучена зависимость сорбщии Re(VII) и Mo(VI) на этих анионитах от значений рН раствора. Показано, что диапазон значений рН, при котором аниониты сохраняют способность к сорбции Re(VII), распространяется и на слабощелочную область. Существенное уменьшение поглощения Re(VII) начинается при увеличении pH сверх 7.5. Емкость анионитов по Mo(VI) начинает заметно снижаться при повышении pH растворов более 5,0, и уже при достижении рН ~ 7,0 молибден практически перестает сорбироваться обоими анионитами. С целью снижения содержания Mo(VI) в рениевых десорбатах при сорбционном извлечении Re(VII) из Мо-содержащих растворов на слабоосновных анионитах предложена следующая схема. Вначале десорбируется основное количество сорбированного Mo(VI) путем контактирования насыщенного анионита с раствором сульфата аммония при перемешивании смеси и поддержании постоянных значений рН раствора в пределах 7,0-7,5 за счет добавления дозированных количеств раствора аммиака. После этого анионит отделяется от раствора сульфата аммония, содержащего Mo(VI), промывается водой и десорбируется Re(VII) раствором аммиака в динамических условиях. Проверка предлагаемого способа на анионитах, насыщенных сорбцией из модельного раствора, состава, г/л: 98 H₂SO₄, 4 Mo(VI), 0,5 Re(VII), показала, что в ходе обработки анионитов раствором сульфата аммония происходит десорбция не менее 90 % сорбированного молибдена. При этом соотношение концентраций Re(VII): Mo(VI) в аммиачных рениевых десорбатах при использовании анионита A170 повышается в 11 раз, а анионита А172 – в 20 раз по сравнению с тем, что достигалось без проведения дополнительной операции отмывки от Mo(VI). Потери Re(VII) с Мо-содержащим десорбатом (обратимые) не превышают 5,2 % от количества сорбированного Re(VII).

Ключевые слова: рений (VII), молибден (VI), перренат аммония, аниониты, сорбция, десорбция, растворы, аммиак, сульфат аммония.

Мальцева Е.Е. — инженер кафедры технологии редких элементов и наноматериалов на их основе СПбГТИ (ТУ) (190013, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 26). E-mail: maltseva.k@mail.ru.

Блохин А.А. – докт. техн. наук, профессор той же кафедры. E-mail: blokhin@list.ru.

Мурашкин Ю.В. – канд. хим. наук, доцент той же кафедры. E-mail: murashkin-1@mail.ru.

Михайленко М.А. – канд. хим. наук, руководитель направления гидрометаллургии представительства компании «Purolite Ltd.» в СНГ (113096, г. Москва, Люсиновская ул., 36). E-mail: purolite mm@co.ru.

Для цитирования: *Мальцева Е.Е., Блохин А.А., Мурашкин Ю.В., Михайленко М.А.* Повышение чистоты растворов перрената аммония по молибдену (VI) при сорбционном извлечении рения (VII) из Мо-содержащих растворов // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2017. No. 4. C. 30—38. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-30-38.

Maltseva E.E., Blokhin A.A., Murashkin Yu.V., Mikhaylenko M.A.

Purity upgrade of ammonium perrhenate solutions in respect of molybdenum (VI) at sorption recovery of rhenium (VII) from solutions containing molybdenum (VI)

The study covers the method of additional cleaning of ammonium perrhenate desorbates from molybdenum through sorption recovery of rhenium from Mo-containing solutions with Purolite A170 and A172 weak base anion exchange resins. The dependence of Re(VII) and Mo(VI) sorption using these resins on solution pH was studied under static conditions with the 1 M (NH₄)₂SO₄ solution. It was found that the pH range at which the resins retain the ability of Re(VII) sorption extends to a weak-alkaline area. A significant decrease in Re(VII) adsorption begins when pH exceeds 7,5 Mo(VI) capacity of the resins decreases significantly when solution pH exceeds 5,0, and both anion exchange resins practically stop molybdenum sorption at above pH \sim 7,0. Reduction of Mo(VI) content in

rhenium desorbates obtained in sorption recovery of Re(VII) from Mo-containing solutions with weak base anion exchange resins can be achieved as follows. First, major quantity of adsorbed Mo(VI) is desorbed from the loaded resin by ammonium sulfate solution when stirring the mixture and keeping pH constant in the 7.0-7.5 range by dosing the ammonia solution. Then the resin is separated from the Mo(VI)-containing ammonia solution, washed with water, and Re(VII) is desorbed by the ammonia solution in dynamic conditions. The proposed method was verified with anion exchangers loaded in sorption from the model solution with the following composition, g/L: 98 H_2SO_4 , 4 Mo(VI), 0.5 Re(VII). It was shown that resin treatment with the ammonium sulfate solution removes at least 90 % of adsorbed molybdenum. A ratio of Re(VII) to Mo(VI) concentrations in ammonium perrhenate desorbates increases by 11 times with Purolite A170 resin, and by 20 times with Purolite A172 resin compared to the results obtained without an additional Mo(VI) washing. Re(VII) losses (reversible) with the Mo-containing desorbate are below 5,2 % of the adsorbed Re(VII) amount.

Keywords: Rhenium (VII), Molybdenum (VI), ammonium perrhenate, anion exchange resins, adsorption, desorption, solutions, ammonia, ammonium sulfate.

Maltseva E.E. – Engineer, Department of technology of rare elements and nanomaterials on their base, St. Petersburg State Institute of Technology (Technical University) – SPbSTI (190013, Russia, St. Petersburg, Moscow av., 26).

Blokhin A.A. – Dr. Sci. (Tech.), Prof., Department of technology of rare elements and nanomaterials on their base, SPbSTI. E-mail: blokhin@list.ru.

Murashkin Y.V. – Cand. Sci. (Chem.), Associate professor, Department of technology of rare elements and nanomaterials on their base, SPbSTI. E-mail: murashkin-1@mail.ru.

Mikhaylenko M.A. – Cand. Sci., Hydrometallurgy manager, Representative office of «Purolite Ltd.» in CIS (113096, Russia, Moscow, Lyusinovskaya str, 36). E-mail: purolite_mm@co.ru.

Citation: *Maltseva E.E., Blokhin A.A., Murashkin Yu.V., Mikhaylenko M.A.* Povyshenie chistoty rastvorov perrenata ammoniya po molibdenu (VI) pri sorbtsionnom izvlechenii reniya (VII) iz Mo-soderzhashchikh rastvorov. *Izv. vuzov. Tsvet. metallurgiya*. 2017. No. 4. P. 30–38. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-30-38.

Введение

E-mail: maltseva.k@mail.ru.

Одним из наиболее богатых сырьевых источников рения являются молибдениты, из которых Re(VII) извлекают попутно при их переработке на целевой компонент [1-7]. Независимо от метода переработки молибденитовых концентратов рений, доступный для последующего извлечения, переходит в растворы, в состав которых входит молибден в концентрациях, на 1-3 порядка превосходящих концентрацию рения. К числу наиболее эффективных технологий извлечения рения из Мо-содержащих растворов относится сорбционный способ, основанный на применении некоторых селективных к Re(VII) слабоосновных ионитов, из которых рений должен легко десорбироваться растворами щелочных реагентов, в частности аммиака [8—14].

Из аммиачных десорбатов рений выделяют в виде перрената аммония. Однако и при использовании избирательных ионитов полное отделение Re(VII) от Mo(VI) обычно не происходит, и рениевые десорбаты могут содержать заметные количества Mo(VI). Между тем его содержание в перренате аммония — конечном продукте гидрометаллургического передела Re(VII) — жестко регламентируется. Так, содержание молибдена в перренате аммония марок AP0 и AP1 не должно превышать $5\cdot10^{-4}$ и $5\cdot10^{-2}$ мас.% соответственно.

Цель настоящей работы заключалась в разработке способа, обеспечивающего снижение содержания Mo(VI) в рениевых десорбатах, получаемых в ходе сорбционного извлечения Re(VII) из растворов, в состав которых входит Mo(VI).

Методика исследований

Объектом исследования явились слабоосновные аниониты Purolite A170 и Purolite A172 (далее обозначаемые как А170 и А172), способные согласно [15—19] к избирательному извлечению Re(VII) из Мо-содержащих растворов различного состава. Эти аниониты имеют одни и те же функциональные группы — вторичные аминогруппы, но различаются морфологией матрицы. У анионита А172 она представляет собой гелевый, а у анионита А170 — макропористый сополимеры стирола и дивинилбензола. Оба анионита имеют практически равную полную массовую анионообменную емкость — 3,6 мг-экв./г сухого анионита. Значения их полной объемной анионообменной емкости составляют 1,6 и 1,4 мг-экв./мл набухшего анионита в депротонированной форме (форме свободного основания) для А172 и А170 соответственно.

Эксперименты в статических условиях проводили по следующей методике. Навески анионитов

0,2 г в пересчете на массу абсолютно сухого ионита помещали в колбы, содержащие 20 мл раствора, и перемешивали в шейкере Memmert ONE 14 в течение 90 ч. Предварительные опыты показали, что такая продолжительность контакта более чем достаточна для установления равновесия. По истечении указанного времени растворы отделяли от анионитов и проводили их анализ на рений или молибден. Массовую емкость анионитов (E, ммоль/г) по Re(VII) или Mo(VI) определяли по изменению их концентраций в растворах после их контакта с анионитами с учетом навески анионита (в пересчете на массу абсолютно сухого ионита) и объема раствора. Значения логарифмов эффективных констант диссоциации функциональных групп оценивали из кривых потенциометрического титрования анионитов.

Потенциометрическое титрование осуществляли методом отдельных навесок. Навески анионитов в депротонированной форме приводили в контакт с растворами с одинаковой концентрацией хлорида натрия (1 моль/л) и переменной соляной кислоты (от 0 до 0,1 моль/л). После установления равновесия растворы отделяли от анионитов, измеряли рН, и в пробах с высокими или низкими значениями рН уточняли концентрации Н⁺- или ОН⁻-ионов путем кислотно-основного титрования 0,1 M растворами NaOH или HCl coответственно. Затем строили кривые зависимости количества поглощенного хлорид-иона (емкости анионитов по хлорид-иону) от рН равновесных растворов. Значения логарифмов эффективных констант диссоциации функциональных групп анионитов оценивали из равенства р $K = 14 - pH_{0.5}$, где рН_{0.5} — значение рН раствора, при котором емкость анионита по хлорид-иону достигает 50 % от его полной обменной емкости (ПОЕ) [20].

Эксперименты в динамических условиях осуществляли в стеклянных колонках, снабженных рубашками для подачи горячей воды из проточного термостата, рабочим объемом по 20 мл при отношении высоты слоя сорбента к внутреннему диаметру колонки 10:1. Скорость пропускания растворов при сорбции колебалась от 1 до 1,5 уд. об./ч (удельных объемов, т. е. объемов пропущенного раствора, отнесенных к объему ионита в колонке), при десорбции — от 0,5 до 0,75 уд. об./ч.

Условия проведения опытов по раздельной десорбции Re(VII) и Mo(VI) приведены ниже.

Значения коэффициента разделения Re(VII) и Mo(VI) (K_{Mo}^{Re}) рассчитывали как частное от деле-

ния соотношения их концентраций $C_{\rm Re(VII)}/C_{\rm Mo(VI)}$ в десорбате на соотношение их содержаний в исходном растворе, подаваемом на сорбцию.

Концентрации рения и молибдена в растворах определяли с помощью фотоколориметрических методов [21] на фотоэлектроколориметре КФК-2МП. Измерение значений рН растворов проводили на рН-метре рН-410.

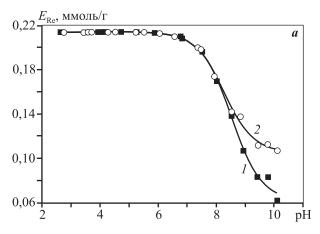
Результаты и их обсуждение

Одним из основных факторов, влияющих на избирательность ионитов к присутствующим в растворах ионам, является кислотность среды. От этого параметра зависят как степень диссоциации (протонирования) функциональных групп ионитов, так и состояние ионов (в рассматриваемом случае — Mo(VI)) в растворах. Поэтому с целью нахождения условий отделения Mo(VI) от Re(VII) на начальном этапе была изучена зависимость поглощения рения и молибдена на анионитах A170 и A172 от значений рН растворов.

Сорбцию Re(VII) и Mo(VI) проводили из их индивидуальных растворов с равной концентрацией сульфата аммония — 1 моль/л. Значения рН растворов изменяли путем добавления дозированного количества раствора аммиака или серной кислоты. Исходная концентрация Re(VII) составляла 0,4 г/л, Mo(VI) — 2 г/л. Экспериментальные результаты представлены на рис. 1.

Из приведенных данных следует, что диапазон значений рН, в котором аниониты сохраняют способность к сорбции Re(VII), распространяется и на слабощелочную область. Наибольших значений емкость обоих анионитов по рению достигает при $pH = 2,5 \div 6,5$, причем в этом интервале она остается практически постоянной (при концентрации Re(VII) в исходном растворе 0,4 г/л). При повышении pH растворов от 6,5 до 7,5 емкость анионитов по рению начинает постепенно уменьшаться, а при pH > 7,5 наблюдается резкое снижение поглощения Re(VII).

Полезным представлялось более детально охарактеризовать свойства анионитов A170 и A172 как макромолекулярных оснований. С этой целью были сняты кривые потенциометрического титрования анионитов соляной кислотой (рис. 2). Из представленных на рисунке данных видно, что, как и следовало ожидать, исходя из того, что аниониты A170 и A172 относятся к классу слабоосновных, их анионообменная емкость зависит от кислотности



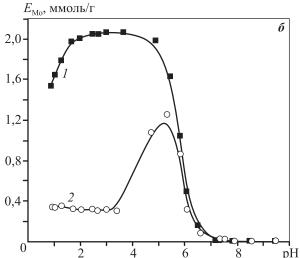


Рис. 1. Зависимости сорбции Re(VII) (*a*) и Mo(VI) (*б*) от рН 1 M раствора (NH₄)₂SO₄ на анионитах A170 (*I*) и A172 (*2*)

Исходная концентрация Re(VII)-0.4 г/л, Mo(VI)-2 г/л

растворов и повышается при снижении рН, достигая максимального значения, равного полной анионообменной емкости, при рН ~ 2. Кривые потенциометрического титрования обоих анионитов практически совпадают, что и естественно, поскольку в их состав входят одни и те же функциональные группы. Логарифмы эффективных констант диссоциации их функциональных групп составили ~ 7,4. Оказались равными и значения их полной анионообменной емкости.

При сравнении рис. 1, a и рис. 2 видно, что ход обеих кривых схож. В то же время зависимости емкости анионитов по Re(VII) от pH раствора сдвинуты относительно кривых потенциометрического титрования в щелочную область. Так, согласно данным потенциометрического титрования аниониты теряют способность к сорбции хлорид-иона при достижении pH \sim 9, в то время как при том же

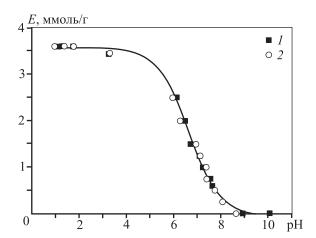


Рис. 2. Кривые потенциометрического титрования анионитов A170 (I) и A172 (I) 0,1 M раствором соляной кислоты на фоне 1 M NaCl

значении рН оба анионита еще сохраняют способность к сорбции рения (перренат-иона) в количестве, составляющем \sim 48÷60 % от их максимальной емкости по Re(VII).

Эти расхождения обусловлены прежде всего большим сродством анионитов к перренат-иону по сравнению с хлорид-ионом. В самом деле степень протонирования функциональных групп и, следовательно, способность слабоосновных анионитов к сорбции анионов при том или ином значении рН раствора, зависят от природы аниона. Реакцию протонирования слабоосновного анионита, например со вторичными аминогруппами, как это имеет место в рассматриваемом случае, можно выразить как

$$nR-NH\acute{R} + nH^{+} + A^{n-} \leftrightarrow (R-NH\acute{R}H)_{n}A.$$

Из этого уравнения следует, что чем выше селективность анионита к противоиону, тем больше равновесие реакции сдвинуто вправо.

Что касается молибдена, то зависимости его сорбции как на гелевом, так и на макропористом анионитах от pH растворов имеют экстремальный характер, однако положение максимума в первом случае сдвинуто в область более высоких значений pH. Так, максимальных значений емкость по молибдену макропористого анионита A170 при сорбции из раствора с исходной концентрацией Mo(VI) 2 г/л достигает в интервале pH = 1,5÷4,5, и область этих значений относительно оси pH размыта (наблюдается практически полное поглощение Mo(VI)), а емкость гелевого анионита A172 по молибдену достигает максимума при pH ~ 5,0. При повышении pH растворов сверх 5,0 емкость обоих

анионитов резко снижается, и уже при достижении рH=7,0 молибден на них перестает сорбироваться. В целом емкость макропористого анионита по Mo(VI) существенно выше по сравнению с гелевым.

Для объяснения полученных результатов на основании значений констант устойчивости анионных форм Mo(VI) [22] и его катионной формы [23] были построены диаграммы состояния молибдена в зависимости от кислотности при его концентрации 2 г/л (рис. 3). Из приведенных на рисунке данных следует, что в интервале $pH = 1,5 \div 5,0$, в котором макропористый анионит наиболее эффективно сорбирует молибден (VI), последний присутствует в форме октамолибдат- $(Mo_8O_{26}^{4-})$ и гептамолибдат- $(Mo_7O_{24}^{6-}, HMo_7O_{24}^{5-}, H_2Mo_7O_{24}^{4-})$ ионов, имеющих наиболее высокое сродство к аниониту. Снижение сорбции Mo(VI) макропористым анионитом из растворов с pH <1,5 может быть обусловлено началом перехода молибдена в катионную форму с одновременным образованием ацидокомплекса $[Mo_2O_5(SO_4)_2]^{2-}$, сродство которого к аниониту значительно ниже, чем октамолибдат- и гептамолибдат-ионов. При рН ~ 5,0, при котором гелевый анионит имеет максимальную емкость по молибдену, последний присутствует частично в форме гептамолибдат-иона, частично в форме мономолибдат-иона.

Снижение сорбции Mo(VI) гелевым анионитом из растворов с pH < 5,0, по-видимому, обусловлено началом перехода гептамолибдат-иона

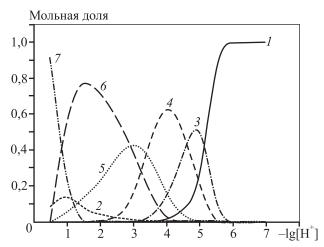


Рис. 3. Кривые распределения мольных долей различных форм существования Mo(VI) в растворе с его концентрацией 2 г/л в зависимости от кислотности

 $I-{
m MoO_4}^{2-}, 2-{
m H_2MoO_4}, 3-{
m Mo_7O_{24}}^{6-}, \ 4-{
m HMo_7O_{24}}^{5-}, 5-{
m H_2Mo_7O_{24}}^{4-}, 6-{
m Mo_8O_{26}}^{4-}, \ 7-{
m Mo_2O_5}^{2+}-$ (в оригинале ${
m H_6(MoO_4)_2}^{2+}$ [23])

в более крупный октамолибдат-ион, который не может проникнуть внутрь зерен гелевого анионита за счет ситового эффекта. При повышении рН сверх 5,0 начинается деполимеризация гептамолибдат-иона и происходит переход Mo(VI) в форму мономолибдат-иона MoO_4^{2-} . При рН = 7,0 молибден полностью находится в форме мономолибдат-иона, имеющего низкое сродство к анионитам

Кроме того, при повышении рН происходит депротонирование функциональных групп анионитов, и они теряют способность к удерживанию анионов. Последнее обуславливает уменьшение сорбции как Mo(VI), так и Re(VII) при сравнительно высоких значениях рН.

С точки зрения разделения рения и молибдена важным является то, что в диапазоне $pH = 7,0 \div 7,5$ емкость анионитов по Re(VII) имеет достаточно высокие значения, в то время как Mo(VI) в этих условиях уже практически не сорбируется. Это позволяет надеяться на то, что при контакте насыщенных обоими металлами анионитов с раствором, имеющим $pH = 7,0 \div 7,5$, будет происходить десорбция Mo(VI), в то время как Re(VII) останется в фазе анионитов.

В связи с вышеизложенным разделение рения и молибдена было решено проводить путем избирательной десорбции последнего из насыщенных анионитов раствором сульфата аммония с $pH = 7,0 \div 7,5$. Вначале предполагалось разделить их на стадии десорбции в динамических условиях: Mo(VI) десорбировать раствором сульфата аммония с pH = $7,0 \div 7,5$, а Re(VII) — раствором аммиака. В этом эксперименте был использован образец анионита А170, насыщенного рением и молибденом до емкости 62 и 66 мг/мл анионита соответственно. Однако попытка реализовать этот способ в динамических условиях оказалось неудачной. Даже после пропускания большого объема раствора сульфата аммония с рН = 7,2 десорбция Mo(VI) оказалась далеко не полной. При пропускании первых ~15 уд. об. раствора содержание в нем молибдена на выходе из колонки не превысило 0,05 г/л. При дальнейшем пропускании раствора концентрация Mo(VI) постепенно повышалась и после пропускания ~60 уд. об. она достигла \sim 0,6 г/л, и при этом десорбировалось не более 40 % сорбированного молибдена.

Причиной неполной десорбции Mo(VI) является подкисление растворов сульфата аммония после контакта с находящимся в колонке анио-

| Результаты раздельной десорбции Re(VII) и Mo(VI | орбции Re(VII) и Mo(VI) |
|---|-------------------------|
|---|-------------------------|

| | Анионит | Сорбировано Re(VII), мг/мл набухшего анионита | | Обработка насыщенного анионита 1 М раствором (NH ₄) ₂ SO ₄ | | | Десорбция 6 М раствором аммиака | | | |
|-----------------------------------|---------|--|--------|--|---|----------------|---|---------------|--|--------------------|
| Способ | | | | рН | Десорбировано, мг/мл набухшего анионита (% десорбции) | | Десорбировано, мг/мл анионита (% десорбции от количества, оставшегося в анионите) | | $\frac{C_{\rm Re(VII)}}{C_{\rm Mo(VI)}}$ | K ^{Re} Mo |
| | | Re(VII) | Mo(VI) | | Re(VII) | Mo(VI) | Re(VII) | Mo(VI) | | |
| Предлагаемый | A170 | 64,0 | 67,3 | 7,4 | 3,3 (5,1) | 61,5 (91,4) | 59,2 (97,5) | 5,84 (100) | 10,1 | 80,8 |
| в наст. работе | A172 | 97,3 | 17,4 | 7,3 | 3,0 (3,1) | 16,3 (93,7) | 87,3 (92,6) | 1,1 (100) | 79,4 | 635 |
| Без обработки раствором | A170 | 64,1 | 68,7 | _ | _ | _ | 63,0 (98,3) | 68,7 (100) | 0,92 | 7,34 |
| $(NH_4)_2SO_4$ и корректировки рН | A172 | 98,9 | 23,5 | _ | - | _ | 94,4 (95,4) | 23,5 (100) | 4,02 | 32,1 |

Примечание. Десорбция рения из анионита A170 проводилась при температуре 22 °C , а из анионита A172 — при 50 °C.

нитом. Действительно, в процессе пропускания раствора через колонку его значение рН на выходе снижалось до 5,1 в первых 28 уд. об. пропушенного раствора и постепенно повышалось, но только до рН = 6,0 в следующих 32 уд. об. раствора, а при такой кислотности растворов анионит A170 еще сохраняет способность к сорбции Mo(VI) (см. рис. $1, \delta$).

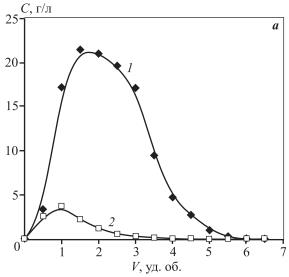
Поэтому было решено проводить десорбцию молибдена в статических условиях путем контактирования насыщенного анионита с раствором сульфата аммония при перемешивании смеси и поддержании постоянных значений рН раствора в пределах 7,0—7,5 путем добавления дозированных количеств раствора аммиака (постоянный контроль рН), после чего отделить анионит от раствора сульфата аммония, содержащего Mo(VI), промыть водой и провести десорбцию Re(VII) раствором аммиака в динамических условиях.

Насыщение анионитов A170 и A172 проводили в динамических условиях из модельного раствора, соответствующего по концентрации основных компонентов промывной серной кислоте систем мокрого пылеулавливания молибденового производства, состава, г/л: 98 $\rm H_2SO_4$, 4 $\rm Mo(VI)$, 0,5 $\rm Re(VII)$ (соотношение $\rm \it C_{Re(VII)}$: $\rm \it C_{Mo(VI)} = 0$,125). После насыщения рением и молибденом аниониты были отмыты дистиллированной водой от

исходного раствора, затем с каждым из них были проведены следующие операции.

Насыщенный анионит выгружали из колонки, переносили в стакан и добавляли 100 мл 1 М раствора $(NH_4)_2SO_4$. В смесь вводили стеклянный и хлорсеребряный электроды, подсоединенные к рН-метру, и начинали ее перемешивание при помощи лопастной мешалки. При этом происходило подкисление раствора. К смеси по каплям добавляли концентрированный (25 %-ный) раствор аммиака. При установлении значений рН раствора, равных 7,4 и 7,3 при десорбции молибдена из анионитов А170 и А172 соответственно, которые не изменялись в течение 1 ч перемешивания, мешалку отключали, анионит отделяли от раствора фильтрованием через бумажный фильтр и промывали на фильтре 100 мл дистиллированной воды. Растворы после фильтрования и после промывки объединяли, их суммарный объем доводили до 250 мл, после чего производили анализ объединенного раствора на Re(VII) и Mo(VI). Затем аниониты переносили в колонки, и через них для десорбции Re(VII) был пропущен 6 М водный раствор аммиака: через анионит А170 при комнатной температуре (22 °C), через A172 при t = 50 °C.

Полученные результаты по десорбции рения и молибдена представлены на рис. 4 и в таблице,



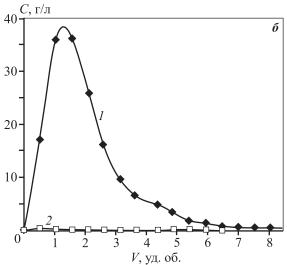


Рис. 4. Выходные кривые десорбции Re(VII) (1) и Mo(VI) (2) 6 М водным раствором аммиака при комнатной температуре (22 °C) из анионита A170 (a) и при 50 °C из анионита A172 (б) после отмывки от основных количеств молибдена

в которой для сравнения приведены данные о десорбции этих металлов раствором аммиака из анионитов, насыщенных из раствора того же состава, но не отмытых от Mo(VI) предлагаемым способом.

Как видно из приведенных данных, разработанный способ последовательной десорбции: вначале основных количеств молибдена раствором сульфата аммония при поддержании $pH = 7,3 \div 7,4$, затем рения раствором аммиака, позволяет многократно повысить соотношение концентраций Re(VII) и Mo(VI) в аммиачных десорбатах, уменьшив в них содержание молибдена при минимальных потерях рения на стадии десорбции Mo(VI), что должно упростить переработку Re-содержа-

щих десорбатов и обеспечить выделение из них чистого по молибдену перрената аммония.

Так, общий коэффициент разделения Re(VII) и Mo(VI), достигаемый при сорбционном извлечении рения на анионитах A170 и A172 с последующей десорбцией раствором аммиака и проведении предварительной отмывки от молибдена, соответственно в 11 и 20 раз выше, чем без отмывки. При этом потери Re(VII) с Мо-содержащим десорбатом не превышают 5,2 % от количества сорбированного рения и являются обратимыми. Рений, перешедший в молибденовый десорбат, может быть возвращен в процесс путем избирательной сорбции Re(VII) из Мо-содержащего десорбата на одном из опробованных анионитов с последующей его десорбцией.

Выводы

- **1.** Показано, что в интервале $pH = 7,0 \div 7,5$ слабоосновные аниониты A170 и A172 имеют высокую емкость по Re(VII), в то время как Mo(VI) в этих условиях уже практически не сорбируется.
- **2.** С целью снижения содержания Mo(VI) в рениевых десорбатах предложено проводить последовательно вначале десорбцию основных количеств молибдена из насыщенного анионита раствором сульфата аммония при поддержании $pH = 7,0 \div 7,5$ и лишь затем рения раствором аммиака.

Литература

- 1. *Палант А.А., Трошкина И.Д., Чекмарев А.М.* Металлургия рения. М.: Наука, 2007.
- Blazy P., Jdid E. A., Floreancig A., Mottet B. Selective recovery of rhenium from gas-scrubbing solutions of molybdenite roasting using direct precipitation and separation on resins // Separat. Sci. Technol. 1993. Vol. 28. No. 11-12. P. 2073—2096.
- 3. *Juneja J.M., Singh S., Bose D.K.* Investigations on the extraction of molybdenum and rhenium values from low grade molybdenite concentrate // Hydrometallurgy. 1996. Vol. 41. No. 2-3. P. 201—209.
- 4. *Shariat M.H., Hassani M.* Rhenium recovery from Sarcheshmeh molybdenite concentrate // J. Mater. Process. Technol. 1998. Vol. 74. No. 1-3. P. 243—250.
- Tarasov A.V., Besser A.D., Gedgagov E.I. Integrated technology for processing rhenium-containing molybdenite concentrates to recover molybdenum and rhenium into commercial products // Miner. Process. Extract. Metall. Rev. 2001. Vol. 22. No. 2. P. 509—517.

- 6. Anderson C.D., Taylor P.R., Anderson C.G. Extractive metallurgy of rhenium: a review // Miner. Metall. Process. 2013. Vol. 30. No. 1. P. 59—73.
- Kim H.S., Parka J.S., Seo S.Y., Trana T., Kima M.J. Recovery of rhenium from a molybdenite roaster fume as high purity ammonium perrhenate // Hydrometallurgy. 2015.
 Vol. 156. P. 158—164.
- 8. *Лебедев К.Б., Розманов В.М., Пономарев В.Д.* О выборе сорбента для извлечения рения из водных растворов // Журн. прикл. химии. 1971. Т. 44. No. 3. C. 296—300.
- 9. *Румянцев В.К., Вольдман С.Г., Кулакова В.В.* Попутное извлечение рения при переработке молибденитовых концентратов // Цвет. металлы. 1991. No. 3. C. 33—39.
- Kholmogorov A.G., Kononova O.N., Kachin S.V., Ilyichev S.N., Kiyuchkov V.V., Kalyakina O.P., Pashkov G.L. Ion exchange recovery and concentration of rhenium from salt solutions // Hydrometallurgy. 1999. Vol. 51. No. 1. P. 19—35.
- 11. *Пеганов В.А., Молчанова Т.В.* Сорбционные процессы в гидрометаллургии тугоплавких металлов // Атомная энергия. 2001. Т. 90. No. 3. C. 192—199.
- 12. *Парецкий В.М., Бессер А.Д., Гедгагов Э.И.* Пути повышения производства рения из рудного и техногенного сырья // Цвет. металлы. 2008. No. 10. C. 17—21.
- Jermakowicz-Bartkowiak D., Kolarz B.N. Poly(4-vinylpyridine) resins towards perrhenate sorption and desorption // React. Funct. Polymer. 2011. Vol. 71. No. 2. P. 95—103.
- Laatikainen M., Virolainen S., Paatero E., Sainio T. Recovery of ReO₄⁻ by weakly basic anion exchangers: Modeling of sorption equilibrium and rate // Separat. Purificat. Technol. 2015. Vol. 153. P. 19—28.
- 15. *Блохин А.А., Мальцева Е.Е., Панчишина Л.Б., Мурашкин Ю.В.* Ионообменное извлечение рения из молибденсодержащих сернокислых растворов // Цвет. металлы. 2009. No. 7. C. 53—56.
- Абишева З.С., Загородняя А.Н., Бектурганов Н.С., Оспанов Е.А., Оспанов Н.А. Исследование сорбции рения из производственных растворов промывной серной кислоты Балхашского медеплавильного завода на анионите А170 // Цвет. металлы. 2012. No. 7. C. 57—61
- 17. *Nebeker N., Hiskey J.B.* Recovery of rhenium from copper leach solution by ion exchange // Hydrometallurgy. 2012. Vol. 125—126. P. 64—68.
- 18. Мальцева Е.Е., Блохин А.А., Плешков М.А. Мурашкин Ю.В., Михайленко М.А. Сорбционное извлечение рения при переработке молибденитовых концентратов по гидрометаллургической технологии

- с помощью слабоосновных анионитов Purolite A170 и Purolite A172 // Цвет. металлы. 2014. No. 6. C. 52—58.
- Virolainen S., Laatikainen M., Sainio T. Ion exchange recovery of rhenium from industrially relevant sulfate solutions: Single column separations and modeling // Hydrometallurgy. 2015. Vol. 158. P. 74—82.
- 20. *Гельферих* Ф. Иониты. Основы ионного обмена. М.: Изд-во иностр. лит., 1962.
- 21. *Бусев А.И., Типцова В.Г., Иванов В.М.* Руководство по аналитической химии редких элементов. М.: Химия, 1978.
- Aveston J., Anacker E.W., Johnson J.S. Hydrolysis of molybdenum (VI). Ultracentrifugation, acidity measurements, and Raman spectra of polymolybdates // Inorg. Chem. 1964. Vol. 3. No. 5. P. 735—746.
- Olazabal M.A., Orive M.M., Fernández L.A., Madariaga J.M. Selective extraction of vanadium (V) from solutions containing molybdenum (VI) by ammonium salts dissolved in toluene // Solvent Extract. Ion Exchang. 1992. Vol. 10. No. 4. P. 623—635.

References

- Palant A.A., Troshkina I.D., Chekmarev A.M. Metallurgiya reniya [Metallurgy of rhenium]. Moscow: Nauka, 2007.
- Blazy P., Jdid E. A., Floreancig A., Mottet B. Selective recovery of rhenium from gas-scrubbing solutions of molybdenite roasting using direct precipitation and separation on resins. Separat. Sci. Technol. 1993. Vol. 28. No. 11-12. P. 2073—2096.
- Juneja J.M., Singh S., Bose D.K. Investigations on the extraction of molybdenum and rhenium values from low grade molybdenite concentrate. Hydrometallurgy. 1996. Vol. 41. No. 2-3. P. 201–209.
- 4. *Shariat M.H., Hassani M.* Rhenium recovery from Sarcheshmeh molybdenite concentrate. *J. Mater. Process. Technol.* 1998. Vol. 74. No. 1-3. P. 243—250.
- Tarasov A.V., Besser A.D., Gedgagov E.I. Integrated technology for processing rhenium-containing molybdenite concentrates to recover molybdenum and rhenium into commercial products. Miner. Process. Extract. Metall. Rev. 2001. Vol. 22. No. 2. P. 509—517.
- Anderson C.D., Taylor P.R., Anderson C.G. Extractive metallurgy of rhenium: a review. Miner. Metall. Process. 2013.
 Vol. 30. No. 1. P. 59—73.
- Kim H.S., Parka J.S., Seo S.Y., Trana T., Kima M.J. Recovery of rhenium from a molybdenite roaster fume as high purity ammonium perrhenate. *Hydrometallurgy*. 2015. Vol. 156. P. 158—164.

- Lebedev K.B., Rozmanov V.M., Ponamarev V.P. O vybore sorbenta dlya izvlecheniya reniya iz vodnykh rastvorov [On the choice of sorbent to recovery rhenium from aqueous solutions]. Zhurnal prikladnoi khimii. 1971. Vol. 44. No. 3. P. 296—300.
- Rumyantsev V.K., Vol'dman S.G., Kulakova V.V. Poputnoe izvlechenie reniya pri pererabotke molibdenitovykh kontsentratov [Passing recovery of rhenium in the processing of molybdenum concentrates]. Tsvet. metally. 1991. No. 3. P. 33—39.
- Kholmogorov A.G., Kononova O.N., Kachin S.V., Ilyichev S.N., Kiyuchkov V.V., Kalyakina O.P., Pashkov G.L. Ion exchange recovery and concentration of rhenium from salt solutions. Hydrometallurgy. 1999. Vol. 51. No. 1. P. 19—35.
- Peganov V.A., Molchanova T.V. Sorbtsionnye protsessy v gidrometallurgii tugoplavkikh metallov [Sorption processes in hydrometallurgy of refractory metals]. Atomnaya energiya. 2001. Vol. 90. No. 3. P. 192—199.
- Paretskii V.M., Besser A.D., Gedgagov E.I. Puti povysheniya proizvodstva reniya iz rudnogo i tekhnogennogo syr'ya [Ways to improve the production of rhenium from ore and technogenic raw materials]. Tsvet. metally. 2008. No. 10. P. 17—21.
- 13. *Jermakowicz-Bartkowiak D., Kolarz B.N.* Poly(4-vinylpyridine) resins towards perrhenate sorption and desorption. *React. Funct. Polymer.* 2011. Vol. 71. No. 2. P. 95—103.
- Laatikainen M., Virolainen S., Paatero E., Sainio T. Recovery of ReO₄⁻ by weakly basic anion exchangers: Modeling of sorption equilibrium and rate. Separat. Purificat. Technol. 2015. Vol. 153. P. 19—28.
- Blokhin A.A., Mal'tseva E.E., Panchishina L.B., Murashkin Yu.V. Ionoobmennoe izvlechenie reniya iz molibdensoderzhashchikh sernokislykh rastvorov [Ion exchange recovery of rhenium from molybdenum containing sulfuric acid solutions]. Tsvet. metally. 2009. No. 7. P. 53—56.
- 16. Abisheva Z.S., Zagorodnyaya A.N., Bekturganov N.S., Ospanov E.A., Ospanov N.A. Issledovanie sorbtsii reniya iz

- proizvodstvennykh rastvorov promyvnoi sernoi kisloty Balkhashskogo medeplavil'nogo zavoda na anionite A170 [Study of sorption of rhenium from industrial solutions of wash sulfuric acid of Balkhash copper-smelting plant on the anion exchanger A170]. *Tsvet. metally.* 2012. No. 7. P. 57—61.
- 17. *Nebeker N., Hiskey J.B.* Recovery of rhenium from copper leach solution by ion exchange. *Hydrometallurgy*. 2012. Vol. 125—126. P. 64—68.
- 18. *Mal'tseva E.E., Blokhin A.A., Pleshkov M.A., Murashkin Yu.V., Mikhaylenko M.A.* Sorbtsionnoe izvlechenie reniya pri pererabotke molibdenitovykh kontsentratov po gidrometallurgicheskoi tekhnologii s pomoshch'yu slaboosnovnykh anionitov Purolite A170 i Purolite A172 [Sorption recovery of rhenium in the hydrometallurgical processing of molybdenite concentrates by weakly basic anion exchange resins Purolite A170 and Purolite A172]. *Tsvet. metally.* 2014. No. 6. P. 52—58.
- Virolainen S., Laatikainen M., Sainio T. Ion exchange recovery of rhenium from industrially relevant sulfate solutions: Single column separations and modeling. Hydrometallurgy. 2015. Vol. 158. P. 74—82.
- Helferich F. Ionenaustauscher. Band I. Grundlagen Struktur Herstellung-Theorie. Weinheim: Verlag Chemie GMBH, 1959.
- 21. Busev A.I., Tiptsova V.G., Ivanov V.M. Rukovodstvo po analiticheskoi khimii redkikh elementov [Manual of analytical chemistry of rare elements]. Moscow: Khimiya, 1978
- 22. Aveston J., Anacker E.W., Johnson J.S. Hydrolysis of molybdenum (VI). Ultracentrifugation, acidity measurements, and Raman spectra of polymolybdates. *Inorg. Chem.* 1964. Vol. 3. No. 5. P. 735—746.
- Olazabal M.A., Orive M.M., Fernández L.A., Madariaga J.M. Selective extraction of vanadium (V) from solutions containing molybdenum (VI) by ammonium salts dissolved in toluene. Solvent Extract. Ion Exchang. 1992. Vol. 10. No. 4. P. 623—635.

ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ПЛАВКИ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ НА СВОЙСТВА И КАЧЕСТВО ОТЛИВОК, ПОЛУЧЕННЫХ ПО ГАЗИФИЦИРУЕМЫМ МОДЕЛЯМ

© 2017 г. В.Б. Деев, К.В. Пономарева, А.И. Куценко, О.Г. Приходько, С.В. Сметанюк

Национальный исследовательский технологический университет (НИТУ) «МИСиС», г. Москва Сибирский государственный индустриальный университет (СибГИУ), г. Новокузнецк ООО «Металл-НВК», г. Новокузнецк

Статья поступила в редакцию 03.10.16 г., доработана 31.10.16 г., подписана в печать 14.11.16 г.

Развитие современного литейного производства характеризуется постоянным повышением требований к качеству выпускаемого литья и рациональному использованию материальных ресурсов, что обуславливает поиск новых технических и технологических решений, позволяющих обеспечить наряду с ресурсосбережением получение требуемых свойств литых изделий. При этом вопросы выявления и исследования закономерностей влияния температурно-временных параметров плавки и заливки в литейную форму алюминиевых сплавов при литье по газифицируемым моделям на герметичность, механические и качественные показатели тонкостенных отливок остаются малоизученными и сложными для реализации, особенно с учетом проведения ресурсосберегающих мероприятий. В данной работе рассмотрено влияние технологических параметров плавки на прочность, герметичность и содержание неметаллических включений в отливках крышки корпуса газоанализатора из сплава АК7 при литье по газифицируемым моделям. Полученный на основе экспериментальных исследований массив данных был подвергнут статистической обработке. Использование статистических моделей позволило получить результаты влияния времени выдержки расплава и содержания вторичных материалов в шихте на прочность и герметичность указанных отливок. Результаты изучения влияния длительности выдержки расплава АК7 при температуре перегрева 880–890 °С на содержание неметаллических включений в отливках показали, что его можно регулировать, варьируя время выдержки. Это уменьшает микронеоднородность расплава и обеспечивает получение большего количества отливок с минимальным содержанием неметаллических включений.

Ключевые слова: отливка, алюминиевый сплав, перегрев расплава, газифицируемые модели, прочность, герметичность, расплав, время выдержки, вторичные материалы, неметаллические включения.

Деев В.Б. — докт. техн. наук, профессор кафедры литейных технологий и художественной обработки материалов, гл. науч. сотрудник Инжинирингового центра «Литейные технологии и материалы» НИТУ«МИСиС» (119049, г. Москва, Ленинский пр-т, 4). E-mail: deev.vb@mail.ru.

Пономарева К.В. — канд. техн. наук, доцент кафедры материаловедения, литейного и сварочного производства СибГИУ (654007, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42). E-mail: kiraponomareva525@mail.ru.

Куценко А.И. – канд. техн. наук, доцент кафедры экономической теории и предпринимательской деятельности СибГИУ. E-mail: aik mail@mail.ru.

Приходько О.Г. – канд. техн. наук, доцент кафедры менеджмента качества СибГИУ. E-mail: prihodko_og@rambler.ru.

Сметанюк С.В. — вед. инженер ООО «Металл-НВК» (654063, г. Новокузнецк, ул. Рудокопровая, 4). E-mail: smetanyuk.sv@mail.ru.

Для цитирования: Деев В.Б., Пономарева К.В., Куценко А.И., Приходько О.Г., Сметанюк С.В. Влияние условий плавки алюминиевых сплавов на свойства и качество отливок, полученных по газифицируемым моделям // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2017. No. 4. C. 39—45. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-39-45.

Deev V.B., Ponomareva K.V., Kutsenko A.I., Prikhodko O.G., Smetanyuk S.V.

Influence of melting conditions of aluminum alloys on the properties and quality of castings obtained by lost foam casting

The development of modern foundry is characterized by a constant increase of requirements to the quality of the casting, the rational use of material resources, the search for new technical and technological solutions to ensure resource conservation along with obtaining the desired properties of castings. At the same time questions to identify and study the impact of the laws of temperature and time parameters of melting and pouring into the mold of aluminum alloys during lost foam casting on integrity, mechanical and quality parameters of thin-walled castings are poorly understood and difficult to implement, especially in view of resource saving measures. This article examines the influence of casting process parameters on strength, integrity and content of nonmetallic inclusions in AK7

alloy castings of the gas analyzer housing cover obtained by lost-foam casting. The dataset obtained on the basis of experimental research was subjected to statistical analysis. Statistical models allowed us to obtain the effect of time of melt holding and the content of recycled materials in the charge on strength and integrity of the specified castings. The effect of the time of AK7 melt holding at 880–890 °C on the content of nonmetallic inclusions in the castings was studied, and it was shown that the holding time variation allows controlling the nonmetallic content. This reduces melt microinhomogeneity and provides more castings with the minimum content of nonmetallic inclusions.

Keywords: casting, aluminum alloy, melt overheating, lost patterns, strength, integrity, melt, holding time, recycled materials, non-metallic inclusions.

Deev V.B. – Dr. Sci. (Tech), Prof., Department of foundry technologies and art processing materials, Chief scientific officer, Engineering Centre «Foundry technologies and materials», National University of Science and Technology «MISIS» (119049, Russia, Moscow, Leninskii pr., 4). E-mail: deev.vb@mail.ru.

Ponomareva K.V. – Cand. Sci. (Tech.), Lecturer, Department of material science, foundry and welding production, Siberian State Industrial University (SibSIU) (654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov str., 42). E-mail: kiraponomareva525@mail.ru.

Kutsenko A.I. – Cand. Sci. (Tech.), Lecturer, Department of economics and business activities, SibSIU. E-mail: aik_mail@mail.ru.

Prikhodko O.G. - Cand. Sci. (Tech.), Lecturer, Department of quality management, SibSIU. E-mail: prihodko_og@rambler.ru.

Smetanyuk S.V. – Leading engineer, LLC «Metal NVK» (654063, Russia, Novokuznetsk, Rudokoprovaya str., 4). E-mail: smetanyuk.sv@mail.ru.

Citation: *Deev V.B., Ponomareva K.V., Kutsenko A.I., Prikhodko O.G., Smetanyuk S.V.* Vliyanie uslovii plavki alyuminievykh splavov na svoistva i kachestvo otlivok, poluchennykh po gazifitsiruemym modelyam. *Izv. vuzov. Tsvet. metallurgiya*. 2017. No. 4. P. 39–45. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-39-45.

Введение

Литье по газифицируемым моделям (ЛГМ) в настоящее время является одним из эффективных и перспективных способов получения высококачественных тонкостенных отливок, обладающих заданной размерной точностью, требуемой чистотой поверхности и другими полезными свойствами [1—7]. Все более широкое распространение данная технология находит при изготовлении алюминиевых изделий [8—23].

Снижение себестоимости производства литых изделий возможно только при использовании ресурсосберегающих технологий. Так, для алюминиевого литья способом ЛГМ используется повышенное количество вторичных материалов в шихте. Между тем их преобладание в шихте даже при стабильном течении технологического процесса ЛГМ может приводить к пористости, спаям и другим видам литейных дефектов и брака, что значительно снижает механические и эксплуатационные свойства отливок.

Технология плавки в этом случае должна включать эффективные приемы обработки расплава, например такие, как термовременная обработка по оптимальным температурным режимам и рафинирование [24—28], а также возможность обеспечения оптимальной температуры заливки в литейные формы. К сожалению, эти мероприятия и факторы определяются индивидуально в каждом конкретном случае и зависят от типа производства,

плавильного агрегата, марки получаемого сплава, габаритов и массы будущей отливки, «сложности» литейной формы и др. Следует признать, что в результате всего перечисленного процесс получения изделий требуемого качества усложняется с инженерной точки зрения. Тем не менее, разработка эффективной технологии плавки алюминиевых сплавов при ЛГМ является целесообразной.

Следует отметить, что перспективу имеют и другие способы обработки расплава при плавке и кристаллизации, которые могут использоваться с учетом возможностей производства и применяемого способа литья [29—34].

Ранее [4, 35] было показано влияние температур перегрева ($t_{\text{пер}}$) и заливки ($t_{\text{зал}}$) расплава на качественные показатели отливок, в том числе из сплава АК7, изготовленных по технологии ЛГМ, и были рекомендованы оптимальные значения величины перегрева. Существенное влияние на качество отливок может оказывать не только величина $t_{\text{пер}}$ расплава, но и время выдержки (t) при этой температуре.

В данной работе приведены результаты исследования влияния продолжительности выдержки расплава состава AK7 (при оптимальных значениях $t_{\rm nep} = 880 \div 890$ °C и $t_{\rm 3an} = 820 \div 830$ °C) на прочность, герметичность и содержание неметаллических включений (γ -Al₂O₃) в отливках, полученных способом ЛГМ в условиях ООО «НПП Вектор Ма-

шиностроения» (г. Новокузнецк). При этом состав шихты включал повышенное количество вторичных материалов.

Методика проведения эксперимента

Объектом исследования был промышленный алюминиевый сплав АК7 состава, мас.%: 6—8 Si; 0,2—0,6 Mn; 0,2—0,5 Mg; до 1,5 Cu; до 0,3 Ni; до 0,5 Zn; до 1,3 Fe; ост. — AI (ГОСТ 1583-93). Для его приготовления использовали чушковый сплав АК7 и вторичное сырье из этого же сплава — лом деталей, отходы литейного и механического цехов. Вторичные материалы во всех экспериментах содержали 50—55 об.% мелкого лома и отходов сплавов и 45—50 об.% брикетированной стружки. Все отходы были предварительно очищены и обработаны в соответствии со стандартными требованиями.

Экспериментальные плавки проводили в производственных условиях в печи ИСТ-0,06. В ходе процесса варьировали время выдержки расплава при температуре перегрева $t_{\text{пер}} = 880 \div 890 \,^{\circ}\text{C}$. Заливку в литейные формы осуществляли при $t_{3ал} = 820 \div 830 \,^{\circ}\text{C}$ через фильтровальную стеклосетку ССФ-0,6.

Для формовки применяли кварцевый песок 2К₁О₃02, для изготовления газифицируемых моделей — полистирол фирмы «Styrochem» (Канада). Для вспенивания полистирола и получения моделей использовали автоклав ГК-100-3М. Готовые пенополистироловые модели обрабатывали покрытием Polytop AL2. Модельные блоки помещали вертикально в подвешенном состоянии в опоку размером 700×700×700 мм. Засыпку песка в опоку проводили одновременно с ее вибрацией $(f \sim 36 \, \Gamma_{\rm H})$, которую осуществляли посредством закрепленных на ней 2 электрических вибраторов (у = 3000 об/мин). Затем опоку накрывали пленкой, размещали заливочное устройство, вакуумировали литейную форму и производили заливку расплава. После охлаждения осуществляли выбивку отливок, опиловку и пескоструйную зачистку. Исследования в работе проводили на тонкостенных отливках крышки корпуса газоанализатора [4], входящих в номенклатуру ООО «НПП Вектор Машиностроения».

Контроль химического состава сплавов и содержания неметаллических включений осуществляли на рентгенофлуоресцентном волнодисперсионном спектрометре последовательного действия XRF-1800 («Shimadzu», Япония).

Механические свойства и пористость опреде-

ляли на стандартных образцах, полученных ЛГМ, согласно ГОСТ 1583-93. Герметичность исследовали по критерию пневмопрочности на специальной установке [24] на пробах-стаканчиках с толщиной стенки 4 мм, изготовленных способом ЛГМ.

Полученные результаты обрабатывались с использованием пакетов прикладных программ Microsoft Excel и STATISTICA 6.0 и SPSS 13.0, а также с помощью специально разработанного в среде визуального программирования Delphi 2007 for Win32 incl UPDATE 1 программного приложения.

Результаты и их обсуждение

На основе полученных экспериментальных данных о влиянии времени выдержки расплава (τ) и содержания вторичных материалов в составе шихты ($C_{\rm BT}$, %) на прочность ($\sigma_{\rm B}$) и герметичность (Γ) (по критерию пневмопрочности) отливок крышки корпуса газоанализатора, изготовленных способом ЛГМ, была проведена статистическая обработка выявленных зависимостей с целью математического описания наблюдаемых явлений.

Адекватность полученных регрессионных моделей оценивалась по критерию Фишера (F_p — ошибка 5 %, $F_{\text{таб}} = 3,49$). Для каждого регрессионного уравнения дополнительно приведены: уровень значимости (p), величина достоверности аппроксимации R^2 , интервалы изменения зависимых переменных, для которых получено данное выражение.

Изменения прочности ($\sigma_{\rm B}$) и герметичности (Γ) сплава в зависимости от времени выдержки расплава в печи (τ) и состава шихты ($C_{\rm BT}$) описываются регрессионными уравнением в виде полинома 2-й степени:

$$\begin{split} \sigma_{\rm B} &= 192,99484 + 3,55098\tau - 0,20094\tau^2 - \\ &- 0,42970C_{\rm BT} - 0,00250C_{\rm BT}^2 \end{split} \tag{1} \\ (F_{\rm p} &= 45,3; \, p = 0,01; \, R^2 = 0,941; \\ 0 &\leq \tau \leq 15; \, 0 \leq C_{\rm BT} \leq 80), \end{split}$$

$$\Gamma = 11,90527 + 0,42071\tau - 0,02466\tau^{2} - 0,03007C_{BT} - 0,00011C_{BT}^{2}$$

$$(F_{p} = 75,8; p = 0,01; R^{2} = 0,903;$$

$$0 \le \tau \le 15; 0 \le C_{BT} \le 80).$$
(2)

На рис. 1 приведены расчетные по уравнениям (1) и (2) и экспериментальные данные по определению свойств отливок при различном времени

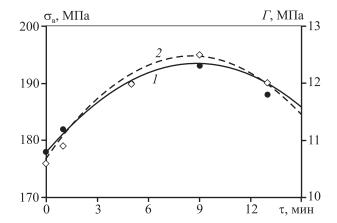


Рис. 1. Влияние времени выдержки расплава на прочность (1) и герметичность (2) отливок крышки корпуса газоанализатора при содержании в шихте 50 % чушковых и 50 % вторичных материалов Точки — эксперимент, кривые — расчет по формулам (1) и (2)

выдержки расплава в печи, полученных при содержании в шихте 50 % чушковых и 50 % вторичных материалов, температурах перегрева 880—890 °С и заливки расплава в литейную форму 820-830 °C. Видно, что при времени выдержки расплава в печи около 8—10 мин прочность и герметичность отливок имеют точку перегиба регрессионной кривой — точку максимума изучаемых параметров, что может быть объяснено равномерной мелкозернистой структурой отливок и связано с более однородным состоянием расплава перед кристаллизацией. Величина τ < 5 мин не оказывает значительного влияния на уровень прочности и герметичности отливок, а $\tau > 12$ мин — приводит к повышенному содержанию газов в расплаве, что способствует образованию пористости при кристаллизации и снижению прочности и герметичности отливок.

На рис. 2 приведены расчетные и экспериментальные данные при различном содержании чушковых и вторичных материалов в шихте, полученные при $\tau = 8 \div 10$ мин, $t_{\rm пер} = 880 \div 890$ °C и $t_{\rm зал} = 820 \div 830$ °C. Увеличение содержания вторичных материалов в шихте обуславливает нелинейное снижение прочности и герметичности сплава в отливке. Причем повышение $C_{\rm BT}$ от 0 до 50 % приводит к падению величины $\sigma_{\rm B}$ на 15—16 МПа, а при дальнейшем увеличении их доли от 50 до 80 % прочность возрастает лишь на 2—3 МПа. Аналогичная картина наблюдается и для герметичности: 1—2 и 0,5—1,0 МПа соответственно.

Таким образом, при технологическом режиме, обеспечивающем длительность выдержки распла-

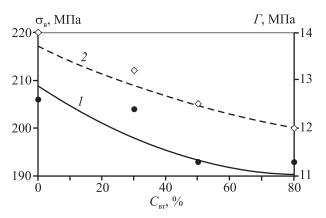


Рис. 2. Влияние содержания вторичных материалов в шихте на прочность (*I*) и герметичность (*2*) отливок крышки корпуса газоанализатора при времени выдержки расплава в печи 8—10 мин Точки — эксперимент, кривые — расчет по формулам (1) и (2)

ва в печи около 8-10 мин, увеличение содержания вторичных материалов в шихте с 50 до 80 % не приводит к резкому снижению прочности и герметичности отливок и повышению доли брака по вине металла.

На рис. 3 представлены результаты исследования содержания неметаллических включений в отливках крышки корпуса газоанализатора (всего 192 шт.: 6 серий по 32 отливки в каждом варианте) в зависимости от времени выдержки при температуре перегрева $t_{\text{пер}} = 880 \div 890 \, ^{\circ}\text{C}$ и содержании в шихте 50-55 % вторичных материалов. Анализ приведенных данных показывает, что изменение продолжительности выдержки при перегреве позволяет регулировать содержание неметаллических включений в отливках. Оптимальным временем выдержки расплава является длительность перегрева 5-10 мин, в течение которого уменьшается микронеоднородность расплава и получается большее количество отливок с минимальным содержанием неметаллических включений $(\gamma-Al_2O_3)$.

Из рис. 3, a следует, что время выдержки 0-1 мин является недостаточным для уменьшения доли неметаллических включений в отливках: получено весьма высокое количество отливок с γ -Al $_2$ O $_3 \ge 0,40 \%$. Данные результаты объясняются тем, что содержание вторичных материалов в шихте более 50 % требует достаточной выдержки расплава при температуре перегрева $t_{\rm nep} = 880 \div 890 \, ^{\circ}{\rm C}$ с целью уменьшения уровня микронеоднородности расплава.

Также следует обратить внимание, что длитель-

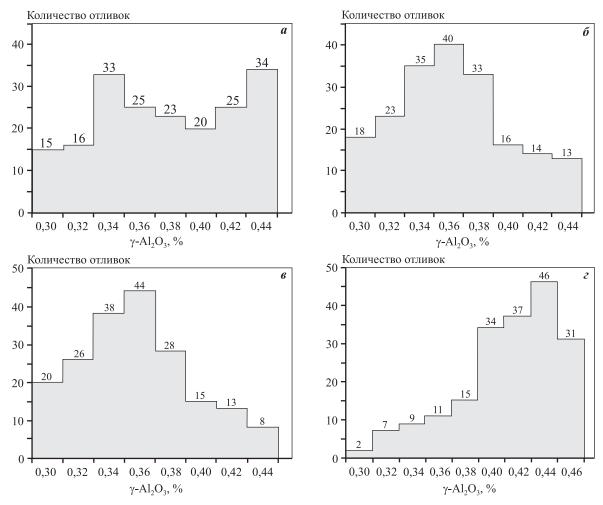


Рис. 3. Содержание неметаллических включений (γ -Al₂O₃) в отливках крышки корпуса газоанализатора, полученных способом ЛГМ при $t_{\rm nep} = 880 \div 890$ °C и различном времени выдержки расплава $a - \tau = 0 \div 1$ мин; $b - 4 \div 5$ мин; b -

ность 12-13 мин (см. рис. 3, ϵ) является чрезмерной и приводит к существенному газопоглощению расплава и повышенному содержанию неметаллических и газовых включений как в жидком, так и в твердом состояниях сплава.

Заключение

Показано, что при использовании в шихте повышенного количества вторичных материалов ($\sim 50 \div 80~\%$) температурно-временные параметры плавки алюминиевых сплавов ($t_{\rm nep} = 880 \div 890~{\rm C}$ при $\tau = 8 \div 10~{\rm Muh}$) и заливки ($t_{\rm зал} = 820 \div 830~{\rm C}$) в литейную форму обеспечивают минимальное содержание неметаллических включений (γ -Al₂O₃) и требуемые показатели прочности и герметичности у тонкостенных отливок из сплава АК7, полученных способом ЛГМ. Выведены аналитические зависимости, связывающие прочность и герметич-

ность отливок с выдержкой расплава в плавильном агрегате и количеством вторичных материалов в шихте.

Работа выполнена в рамках государственной работы «Организация проведения научных исследований» государственного задания Минобрнауки России в сфере научной деятельности на 2017—2019 гг. (задание No 11.5684.2017/BУ).

Литература/References

- 1. *Jiang W., Li G., Fan Z., Wang L., Liu F.* Investigation on the interface characteristics of al/mg bimetallic castings processed by lost foam casting. *Metall. Mater. Trans. A.* 2016. Vol. 47. No. 5. P. 2462—2470.
- Тихомирова И.М., Клименок Е.В. Разработка технологии изготовления отливки литьем по газифицируемым моделям // Литье и металлургия. 2013.
 No. 3S (72). C. 132—137; Tikhomirova M.I., Klimenok E.V.

- Razrabotka texnologii izgotovleniya otlivki litem po gazificiruemym modelyam [The development of manufacturing technology of castings by casting on gasified models]. *Litye i metallurgiya*. 2013. No. 3S (72). P. 132—137.
- Guler K.A., Kisasoz A., Karaaslan A. A study of expanded polyethylene (EPE) pattern application in aluminium lost foam casting. Russ. J. Non-Ferr. Met. 2015. Vol. 56. No. 2. P. 171—176.
- 4. Деев В.Б., Пономарева К.В., Юдин А.С. Исследование плотности пенополистироловых моделей при реализации ресурсосберегающей технологии получения тонкостенного алюминиевого литья // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2015. No. 2. C. 48—51; Deev V.B., Ponomareva K.V., Yudin A.S. Investigation into the density of polystyrene foam models when implementing the resource saving fabrication technology. Russ. J. Non-Ferr. Met. 2015. Vol. 56. No. 3. P. 283—286.
- Нестеров Н.В., Ермилов А.Г. Низкочастотные пульсации расплава при литье по газифицируемым моделям. Ч. 1 // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2011. No. 6. С. 43—47; Nesterov N.V., Ermilov A.G. Low-frequency pulsation of melt during lost foam casting process. Pt. 1. Russ. J. Non-Ferr. Met. 2011. Vol. 52. No. 6. P. 499—503.
- Нестеров Н.В., Ермилов А.Г. Низкочастотные пульсации расплава при литье по газифицируемым моделям. Ч. 2 // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2012. No. 2. C. 42—46; Nesterov N.V., Ermilov A.G. Low-frequency pulsation of melt during lost foam casting process. Pt. 2. Russ. J. Non-Ferr. Met. 2012. Vol. 53. No. 2. P. 150—154.
- Исагулов А.З., Куликов В.Ю., Laurent С., Твердохлебов Н.И., Щербакова Е.П. Совершенствование литья по газифицируемым моделям // Литейное пр-во. 2014. No. 4. C. 16—18; Isagulov A.Z., Kulikov V.Y., Laurent C., Tverdokhlebov N.I., Shcherbakova E.P. Sovershenstvovanie litya po gazificiruemym modelyam [The improvement of casting on gasified models]. Liteynoe proizvodstvo. 2014. No. 4. P. 16—18.
- 8. *Griffiths W.D., Ainsworth M.J.* Hydrogen pick-up during mould filling in the lost foam casting of Al alloys. *J. Mater. Sci.* 2012. Vol. 47. No. 1. P. 145—150.
- Karimian M., Ourdjini A., Idris M.H., Jafari H. Effects of casting parameters on shape replication and surface roughness of LM6 aluminium alloy cast using lost foam process. Trans. Indian Inst. of Metals. 2015. Vol. 68. No. 2. P. 211—217.
- Griffiths W.D., Ainsworth M.J. Instability of the liquid metal—pattern interface in the lost foam casting of aluminum alloys. Metal. Mater. Trans. A. 2016. Vol. 47. No. 6. P. 3137—3149.
- 11. Zhang L., Tan W., Hu H. Determination of the heat

- transfer coefficient at the metal-sand mold interface of lost foam casting process. *Heat and Mass Transfer.* 2016. Vol. 52. No. 6. P. 1131—1138.
- 12. *Barone M., Caulk D.* Analysis of mold filling in lost foam casting of aluminum: method. *Int. J. Metalcasting.* 2008. Vol. 2. No. 3. P. 29—45.
- Wali K.F., Bhavnani S.H., Overfelt R.A., Sheldon D.S., Williams K. Investigation of the performance of an expandable polystyrene injector for use in the lost-foam casting process. Metall. Mater. Trans. B. 2003. Vol. 34. No. 6. P. 843—851.
- Guler K.A., Kisasoz A., Karaaslan A. Effects of pattern coating and vacuum assistance on porosity of aluminium lost foam castings. Russ. J. Non-Ferr. Met. 2014. Vol. 55. No. 5. P. 424—428.
- 15. *Pacyniak T.* Effect of refractory coating in the Lost Foam Process. *Arch. Foundry Eng.* 2009. No. 9(3). P. 255—260.
- 16. Sharifi A., Mansouri Hasan Abadi M., Ashiri R. Direct observation of effects of foam density, gating design and pouring temperature on mold filling process in lost foam casting of A356 alloy. In: Proceedings of the TMS middle east mediterranean materials congress on energy and infrastructure systems. MEMA. 2015. P. 109—118.
- 17. Селянин И.Ф., Деев В.Б., Кухаренко А.В. Ресурсо- и экологосберегающие технологии производства вторичных алюминиевых сплавов // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2015. No. 2. C. 20—25; Selyanin I.F., Deev V.B., Kukharenko A.V. Resource-saving and environment-saving production technologies of secondary aluminum alloys. Russ. J. Non-Ferr. Met. 2015. Vol. 56. No. 3. P. 272—276.
- 18. *Dispinar D., Campbell J.* Porosity, hydrogen and bifilm content in Al alloy castings. *Mater. Sci. Eng.* 2011. No. 528(10). P. 3860—3865.
- Griffiths W.D., Ainsworth M.J. Instability of the liquid metal—pattern interface in the lost foam casting of aluminum alloys. Metal. Mater. Trans. A. 2016. Vol. 47A. P. 3137—3149.
- Sands M., Shivkumar S. EPS bead fusion effects on fold defect formation in lost foam casting of aluminum alloys. J. Mater. Sci. 2006. No. 41(8). P. 2373—2379.
- Tabibian S., Charkaluk E., Constantinescu A., Szmytka F.
 Behavior, damage and fatigue life assessment of lost foam casting aluminum alloys under thermo-mechanical fatigue conditions. *Proc. Eng.* 2010. No. 2(1). P. 1145—1154.
- 22. *Pacyniak T*. The effect of refractory coating permeability on the Lost Foam process. *Archiv. Foundry Eng.* 2008. No. 8(3). P. 199—204.
- 23. *Griffiths W.D., Davies P.J.* The permeability of Lost Foam pattern coatings for Al alloy castings. *J. Mater. Sci.* 2008. No. 43(16). P. 5441—5447.

- Deev V.B., Selyanin I.F., Ponomareva K.V., Yudin A.S., Tsetsorina S.A. Fast cooling of aluminum alloys in casting with a gasifying core. Steel in Trans. 2014. Vol. 44. No. 4. P. 253—254.
- Deev V.B., Selyanin I.F., Kutsenko A.I., Belov N.A., Ponomareva K.V. Promising resource saving technology for processing melts during production of cast aluminum alloys. Metallurgist. 2015. Vol. 58. No. 11-12. P. 1123— 1127.
- 26. Тен Э.Б., Рахуба Е.М., Киманов Б.М., Жолдубаева Ж.Д. Ресурсы повышения рафинирующего потенциала фильтров для жидких металлов // Литейщик России. 2013. No. 11. C. 38—42; Ten E.B., Raxuba E.M., Kimanov B.M., Zholdubaeva Zh.D. Resursy povysheniya rafiniruyushhego potenciala filtrov dlya zhidkix metallov [Resources increase refining capacity of filters for liquid metal]. Litejshhik Rossii. 2013. No. 11. P. 38—42.
- 27. Селянин И.Ф., Деев В.Б., Белов Н.А., Приходько О.Г., Пономарева К.В. Физические модифицирующие воздействия и их влияние на кристаллизацию литейных сплавов // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2015. No. 3. C. 56—59; Selyanin I.F., Deev V.B., Belov N.A., Prikhodko O.G., Ponomareva K.V. Physical modifying effects and their influence on the crystallization of casting alloys. Russ. J. Non-Ferr. Met. 2015. Vol. 56. No. 4. P. 434—436.
- 28. *Никитин В.И., Никитин К.В.* Наследственность в литых сплавах. М: Машиностроение-1, 2005; *Nikitin V.I., Nikitin K.V.* Nasledstvennost v lityx splavax [Heredity in cast alloys]. Moscow: Mashinostroenie-1, 2005
- 29. Никитин К.В., Никитин В.И., Тимошкин И.Ю., Глущенков В.А., Черников Д.Г. Обработка расплавов магнитно-импульсными полями с целью управления структурой и свойствами промышленных силуминов // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2016. No. 2. C. 34—42; Nikitin K.V., Nikitin V.I., Timoshkin, I.Yu., Glushchenkov V.A., Chernikov D.G. Melt treatment by pulsed magnetic fields aimed at controlling the structure

- and properties of industrial silumins. *Russ. J. Non-Ferr. Met.* 2016. Vol. 57. No. 3. P. 202—210.
- 30. Никитин К.В., Амосов Е.А., Никитин В.И., Глущенков В.А., Черников Д.Г. Теоретическое и экспериментальное обоснование обработки расплавов на основе алюминия импульсными магнитными полями силуминов // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2015. No. 5. C. 11—19; Nikitin K.V., Amosov E.A., Nikitin V.I., Glushchenkov V.A., Chernikov D.G. Theoretical and experimental substantiation of treatment of aluminum-based melts by pulsed magnetic fields. Russ. J. Non-Ferr. Met. 2015. Vol. 56. No. 6. P. 599—605.
- 31. *Ivanov Y.F., Alsaraeva K.V., Gromov V.E., Popova N.A., Konovalov S.V.* Fatigue life of silumin treated with a high-intensity pulsed electron beam. *J. Surf. Invest. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques.* 2015. Vol. 9. No. 5. P. 1056—1059.
- 32. Ivanov Y.F., Alsaraeva K.V., Gromov V.E., Konovalov S.V, Semina O.A. Evolution of Al—19.4Si alloy surface structure after electron beam treatment and high cycle fatigue. Mater. Sci. Technol. 2015. Vol. 31. No. 13. P. 1523—1529.
- Prusov E.S., Panfilov A.A. Properties of cast aluminumbased composite alloys reinforced by endogenous and exogenous phases. Russ. Metall. 2011. No. 7. P. 670—674.
- 34. Prusov E.S., Panfilov A.A. Influence of repeated remeltings on formation of structure of castings from aluminium matrix composite alloys. In: Metal 2013: Proc. of 22-nd Int. Conf. on metallurgy and materials. 2013. No. 1. P. 1152—
- 35. Деев В.Б., Пономарева К.В., Приходько О.Г., Сметанью С.В. Влияние температуры перегрева и заливки расплава на качество отливок из алюминиевых сплавов при литье по газифицируемым моделям // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2017. No. 3. C. 65—71; Deev V.B., Ponomareva K.V., Prikhodko O.G., Smetanyuk S.V. The effect of overheating temperature and melt pouring temperature on the aluminum alloy casting quality in lost foam casting. Russ. J. Non-Ferr. Met. 2017. Vol. 58. No. 4.

УДК: 621.74/621.77

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-46-52

ВЛИЯНИЕ РАЗЛИЧНЫХ ВИДОВ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ, ПЛОТНОСТЬ И ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТЬ ДЕФОРМИРУЕМЫХ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Al—Mg

© 2017 г. К.В. Никитин, В.И. Никитин, Д.С. Кривопалов, В.А. Глущенков, Д.Г. Черников

Самарский государственный технический университет (СамГТУ)

Самарский национальный исследовательский университет им. акад. С.П. Королева (СНИУ)

Статья поступила в редакцию 28.11.16 г., доработана 05.02.17 г., подписана в печать 17.02.17 г.

Выполнено сравнительное исследование по влиянию модифицирующих лигатур AlZr4, AlZr10 и AlSc2, а также магнитно-импульсной обработки (МИО) на плотность (в жидком и твердом состояниях), электропроводность (в твердом состоянии) и макроструктуру сплавов АМг5 и АМг6. Лигатурные расплавы заливались в специальные устройства, обеспечивающие скорости охлаждения при кристаллизации $\sim 10^2$, $\sim 10^3$ и $\sim 10^6$ °C/c. Лигатуры вводились в расплавы из расчета 0,01% по элементу-модификатору. Показано, что модифицирующая обработка расплавов добавками зародышеобразующих лигатур способствует повышению плотности сплавов в жидком и твердом состояниях. Электропроводность сплавов с добавками лигатур AlZr4 и AlZr10 снижается. Введение лигатуры AlSc2 вызывает повышение электропроводности сплавов АМг5 и АМг6. Данный эффект установлен впервые и требует дополнительных исследований. Установлено, что по сравнению с лигатурами AlZr1 и AlZr10 наибольшее влияние на физические свойства сплавов оказывает лигатура AlSc2, полученная кристаллизацией в водоохлаждаемом валковом кристаллизаторе. Также она обеспечивает максимальное измельчение макрозерна. Магнитно-импульсная обработка расплавов по осевой схеме воздействия, как и введение модифицирующих лигатур, способствуют увеличению плотности сплавов в жидком и твердом состояниях. Электропроводность после МИО повышается, как и после добавки в расплавы лигатуры AlSc2. Измельчение макрозерна сплавов при МИО сопоставимо с модифицированием лигатурой AlZr4. На основании сравнительных исследований сделан вывод о том, что МИО можно отнести к физическим способам модифицирования. Методики определения плотности и электропроводности предлагается использовать для экспрессной оценки модифицирующей эффективности исследованных воздействий.

Ключевые слова: сплавы системы Al–Mg, слитки, плотность, электропроводность, модифицирующие лигатуры, магнитно-импульсная обработка, макроструктура.

Никитин К.В. – докт. техн. наук, доцент, декан факультета машиностроения, металлургии и транспорта Самарского государственного технического университета (СамГТУ) (443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244). E-mail: kvn-6411@mail.ru.

Никитин В.И. – докт. техн. наук, проф., зав. кафедрой «Литейные и высокоэффективные технологии» СамГТУ. E-mail: tlp@samgtu.ru.

Кривопалов Д.С. — канд. техн. наук, ассистент той же кафедры. E-mail: tlp@samgtu.ru.

Глушенков В.А. — канд. техн. наук, профессор кафедры обработки металлов давлением (ОМД), науч. руководитель лаборатории «Прогрессивные технологические процессы пластического деформирования» (НИЛ-41) Самарского национального исследовательского университета (СНИУ) (443086, г. Самара, Московское ш., 34). E-mail: imp@ssau.ru.

Черников Д.Г. – канд. техн. наук, ст. науч. сотрудник НИЛ-41, ассистент кафедры ОМД СНИУ. E-mail: omd@ssau.ru.

Для цитирования: *Никитин К.В., Никитин В.И., Кривопалов Д.С., Глущенков В.А., Черников Д.Г.* Влияние различных видов обработки на структуру, плотность и электропроводность деформируемых сплавов системы Al-Mg // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2017. No. 4. C. 46-52. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-46-52.

Nikitin K.V., Nikitin V.I., Krivopalov D.S., Glushchenkov V.A., Chernikov D.G.

Influence of various treatment types on the structure, density, and electrical conductivity of Al-Mg system wrought alloys

A comparative study was carried out to determine the effect of AlZr4, AlZr10 and AlSc2 modifying master-alloys and magnetic-pulse treatment (MPT) on the density (in liquid and solid state), electrical conductivity (in solid state) and macrostructure of AMg5 and AMg6 alloys. Molten master alloys were poured into special devices to ensure a cooling rate of $\sim 10^2$, $\sim 10^3$ and $\sim 10^6$ °C/s during crystallization. Master alloys were introduced into the melts at the rate of 0.01% per modifier element. It is shown that melt modification with nucleating additives contributes to higher alloy density in liquid and solid states. The electrical conductivity of the alloys with AlZr4 and AlZr10 master alloys added is lower. The AlSc2 master alloy introduction causes an increase in the electrical conductivity of

AMg5 and AMg6 alloys. This effect is observed for the first time and requires additional research. It is found that the AlSc2 master alloy obtained by crystallization in a water-cooled roller mold has the greatest influence on the physical properties of alloys in comparison with AlZr4 and AlZr10 master alloys. It also provides maximum macrograin refinement. Magnetic-pulse treatment (MPT) of melts following the axial scheme of impact contributes to higher density of alloys in liquid and solid states similar to the introduction of modifying master alloys. Electrical conductivity increases after MPT as with the AlSc2 master alloy added to melts. Alloy macrograin refinement at magnetic-pulse treatment is comparable with the addition of the AlZr4 modifying master alloy. The comparative studies allow for the conclusion that magnetic-pulse treatment can be attributed to physical modification methods. The methods of density and electrical conductivity determination can be used for express evaluation of the studied effects for their modifying effectiveness.

Keywords: Al-Mg system alloys, ingots, density, electrical conductivity, modifying master alloys, magnetic-pulse treatment, macrostructure.

Nikitin K.V. – Dr. Sci. (Eng.), Associate prof., Dean of the Faculty of mechanical engineering, metallurgy and transport, Samara State Technical University (SSTU) (443100, Russia, Samara, Molodogvardeyskaya str., 244). E-mail: kvn-6411@mail.ru.

Nikitin V.I. – Dr. Sci. (Eng.), Prof., Head of the Department of foundry and high-efficiency technologies, SSTU. E-mail: tlp@samgtu.ru.

Krivopalov D.S. – Cand. Sci. (Eng.), Assistant, Department of foundry and high-efficiency technologies, SSTU. E-mail: tlp@samgtu.ru.

Glushchenkov V.A. — Cand. Sci. (Eng.), Prof., Department of metal forming, scientific, Director of the Laboratory «Advanced technological processes of plastic deformation» (SRL-41), Samara National Research University (SNRU) (443086, Russia, Samara, Moskovskoe shosse, 34). E-mail: imp@ssau.ru.

Chernikov D.G. — Cand. Sci. (Eng.), Senior researcher, SRL-41, Assistant, Department of metal forming, SNRU. E-mail: omd@ssau.ru.

Citation: *Nikitin K.V., Nikitin V.I., Krivopalov D.S., Glushchenkov V.A., Chernikov D.G.* Vliyanie razlichnykh vidov obrabotki na strukturu, plotnost' i elektroprovodnost' deformiruemykh splavov sistemy Al–Mg. *Izv. vuzov. Tsvet. metallurgiya.* 2017. No. 4. P. 46–52. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-46-52.

Введение

Магний широко применяется в качестве легирующего элемента в алюминиевых сплавах [1]. Деформируемые сплавы на основе алюминия, легированные магнием (магналии), используются для получения деформированных полуфабрикатов различной конфигурации — листов, прутков, профилей и т.д.

С целью обеспечения требуемого уровня механических и эксплуатационных свойств используются различные способы модифицирования структуры магналиев. Наибольшее распространение в качестве модификаторов получили добавки зародышеобразующих лигатур с цирконием, титаном и скандием [2-5]. В работе [6] отмечается, что модифицирование магналиев небольшими добавками скандия и/или циркония способствует не только измельчению структуры и повышению механических свойств, но и улучшению деформационной обработки и обработки резанием. Проводятся сравнительные исследования по влиянию добавок ниобия на структуру и свойства сплавов системы Al-Mg [7]. Однако при этом оценивается только химическое влияние добавок зародышеобразующих элементов и не уделяется внимание влиянию структуры модифицирующих лигатур.

В последние годы интенсифицировались исследования по влиянию различных видов физических воздействий на сплавы системы Al—Mg в жидком [8, 9] и твердом [10] состояниях. Отмечается, что жидкофазная обработка ультразвуком металлических расплавов способствует их комплексной обработке: дегазации, рафинированию и модифицированию [9, 11]. Следует отметить, что наибольшее количество исследований посвящено физическим способам обработки расплавов системы Al—Si [12—15].

Известно, что структура литых слитков из алюминиевых деформируемых сплавов оказывает существенное влияние на процессы деформации и свойства деформированных полуфабрикатов [16]. В связи с этим научный и практический интерес представляют сравнительные исследования эффективности модификаторов зародышевого типа действия и физических способов обработки расплавов системы Al—Mg.

Материалы и методика экспериментов

В Центре литейных технологий (ЦЛТ) СамГТУ исследовали влияние модифицирования лигатурами AlZr, AlSc, полученными с различными ско-

| Таблица 1 | |
|-------------------|------------------------|
| Способы получения | модифицирующих лигатур |

| Состав лигатуры | Способ кристаллизации | Вид лигатуры | v _{охл} , °C/с | Ср. размер алюминидов, мкм |
|--------------------|---|--|-------------------------|-------------------------------|
| AlZr4 | Чугунная изложница, в поле центробежных сил | Кольцевая заготовка с толщиной стенки 4 мм | ~10 ² | 25–30 |
| AlZr10 | Водоохлаждаемый медный барабан | Лента толщиной 0,1—0,3 мм | ~10 ⁶ | 1,5–2,0 |
| AlSc2 | Водоохлаждаемый валковый кристаллизатор | Лента толщиной 1,5—2,0 мм | ~10 ³ | 20-25 |

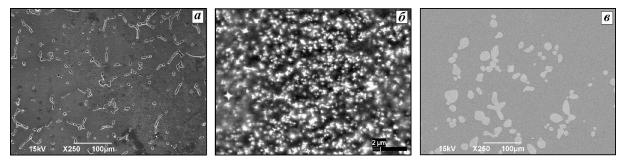


Рис. 1. Микроструктура лигатур AlZr4 (*a*), AlZr10 (*б*) и AlSc2 (*в*)

ростями охлаждения, а также магнитно-импульсной обработки на свойства сплавов АМг5 и АМг6 (ГОСТ 4784-97).

Для приготовления сплавов в качестве шихты использовали отходы электротехнического алюминия марки А7, чушковый магний марки Мг90, чушковые лигатуры AlMn10 (ООО «ИнтермиксМет», г. Химки, Московская обл.) и AlTi10 (LSM, Великобритания). Для защиты зеркала расплава от окисления применяли карналлитовый флюс (35%КС1—44%МgС12, ТУ 1714-470-05785388-2011). Модифицирующие лигатуры AlZr4, AlZr10 и AlSc2 получали переплавом чушковых лигатур в ЦЛТ, обеспечивая различные скорости охлаждения при кристаллизации (табл. 1). Химический состав лигатур AlSc2(B), AlZr10(B) соответствовал ГОСТ Р 53777-2010, а AlZr4 по содержанию примесей отвечал лигатуре AlZr5. Методика определения скорости охлаждения ($v_{\text{охл}}$) подробно описана в работе [16].

На рис. 1 представлены характерные микроструктуры лигатур. Видно, что минимальными размерами алюминидов циркония характеризуется образец AlZr10, полученный кристаллизацией на водоохлаждаемом медном барабане с $v_{\rm oxn} \sim 10^6$ °C/c. Лигатуры вводили в расплав из расчета введения элемента-модификатора в количестве 0,01 мас.%.

Анализ макроструктуры выполняли с применением программно-аппаратного комплекса

SIAMS-700. Образцы перед исследованием подвергали шлифованию и полированию, а также травлению реактивом Таккера.

Магнитно-импульсную обработку (МИО) сплава АМг6 проводили в печи сопротивления с графитовым тиглем. Ее осуществляли по осевой схеме воздействия на опытной магнитно-импульсной установке МИУ-5, разработанной и изготовленной специалистами НИЛ-41 СНИУ [17, 18]. Параметры обработки следующие:

- масса расплава 4 кг;
- температура расплава 720±10 °C;
- мощность импульса 1 кДж;
- количество импульсов 10 шт.

После МИО получали литьем опытные слитки размерами $150 \times 50 \times 6$ мм путем погружения кокиля в расплав при температуре 720 ± 10 °C [19]. Для реализации данного способа был изготовлен полуавтоматический манипулятор специальной конструкции (рис. 2). Он предназначен для получения литых изделий из сплавов цветных металлов и обеспечивает поворот горизонтальной траверсы относительно вертикальной оси, погружение литейной формы в расплав, выдержку в течение заданного времени, подъем формы с отливкой и вывод ее из рабочего пространства печи. При литье погружением предусмотрены дополнительные операции: раскрытие формы, извлечение слитка и закрытие кокиля. Температура кокиля перед погружением

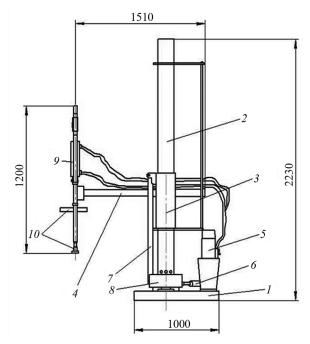


Рис. 2. Схема манипулятора

I — основание; 2 — поворотная колонна; 3 — подъемная колонна; 4 — поворотная траверса; 5 — гидростанция; 6 — горизонтальный гидроцилиндр; 7 — вертикальный гидроцилиндр; 8 — распределительная коробка; 9 — гидроцилиндр

для раскрытия кокиля; 10 - узел крепления кокиля

поддерживалась в интервале 250—300 °C и контролировалась с помощью бесконтактного инфракрасного пирометра модели Greenlee TG-600.

Плотность в жидком состоянии определяли по усовершенствованному экспресс-методу [20], а в твердом — путем гидростатического взвешивания.

Электропроводность в твердом состоянии измеряли с помощью вихретокового структуроскопа ВЭ-26НП. Указанные свойства являются наиболее структурно-чувствительными и позволяют экспрессно оценивать влияние воздействий, оказываемых на сплавы [16, 20].

Таблица 2 Химические составы исследуемых сплавов

Содержание, мас.% Марка Лигатура сплава Mg Mn Ti Zr Sc Si Fe Cu Zn AlZr4 0,011 АМг5 5,2 0,4 0,03 0,03 0,03 0,02 0,01 AlZr10 0,011 AlSc2 0,01 AlZr4 0,01 АМг6 0,03 6,3 0,7 0,03 0,03 0,02 0,01 0,01 AlZr10 AlSc2 0,01

Результаты экспериментов и их обсуждение

В табл. 2 приведены химические составы опытных сплавов до и после введения в них модифицирующих лигатур. Анализ представленных данных показывает, что в целом увеличение концентрации элементов-модификаторов соответствовало расчету.

На рис. 3 и 4 показано влияние способов модифицирования на физические свойства сплавов АМг5 и АМг6. Образец АМг5 без добавок характеризуется повышенной плотностью в жидком и твердом состояниях по сравнению со сплавом АМг6, что обусловлено пониженным содержанием в нем магния. После введения лигатур плотность всех образцов повышается, при этом указанное различие в ее значениях сохраняется. Однако лигатура AlZr10 оказывает более существенное влияние на плотность сплавов по сравнению с AlZr4 при одинаковом количестве введенного циркония. Это, вероятно, связано с тем, что лигатура AlZr10 кристаллизовалась при скоростях охлаждения $\sim 10^6$ °C/c (AlZr4 — при $v_{\rm охл} = 10^2 \, {\rm °C/c}$), которые обусловили формирование в ее структуре более дисперсных алюминидов циркония, характеризующихся высокой зародышеобразующей способностью. Наибольшее увеличение плотности исследуемых образцов установлено при модифицировании лигатурой AlSc2, которая кристаллизовалась с $v_{\text{охл}} \sim 10^3 \, ^{\circ}\text{C/c}$.

Магнитно-импульсная обработка оказывает такое же влияние на плотность сплавов, что и модифицирование добавками лигатур. Это свидетельствует о том, что в результате МИО происходит изменение строения расплава, которое далее наследуется твердым состоянием.

Сплав АМг5, имеющий в составе меньшее количество легирующих элементов, характеризуется

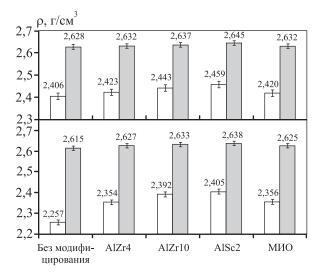


Рис. 3. Влияние способа модифицирования на плотность сплавов АМг5 (*a*) и АМг6 (*б*) в жидком (светлый фон) и твердом (темный) состояниях

повышенной электропроводностью по сравнению с АМг6 (см. рис. 4). Добавки циркониевых лигатур несколько снижают электропроводность исследуемых магналиев. Это, вероятно, обусловлено увеличением доли границ микрозерен и β -фазы (Al $_3$ Mg $_2$), которые препятствуют движению свободных электронов. Модифицирование магналиев лигатурой AlSc2 способствовало повышению электропроводности (γ). Данный эффект установлен впервые и требует дополнительных исследований.

На рис. 5 и 6 представлены результаты металлографического анализа макроструктуры широких граней опытных слитков в литом состоянии.

Анализ макроструктуры показывает следующее. Наибольшее измельчение макрозерна сплавов вызывает добавка лигатуры AlSc2. Это может быть объяснено с позиции электронной теории [21], согласно которой эффективность модифицирования зависит от акцептирующей способности d-оболочки переходных металлов. При добавлении к алюминию и сплавам на его основе ряда переходных металлов, обладающих наибольшей дефектностью электронного d-уровня их строения, достигается максимальный эффект модифицирования. Одним из критериев, характеризующих модифицирующую способность переходных металлов, является так называемая акцепторная способность d-оболочки:

$$\xi = 1/(Nn)$$
,

где N — главное квантовое число недостроенной d-оболочки; n — число электронов на d-оболочке.

В электронной структуре скандий имеет наи-

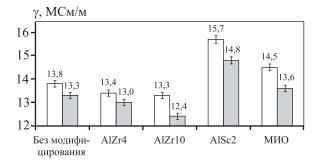


Рис. 4. Влияние способа модифицирования на электропроводность сплавов АМг5 (светлый фон) и АМг6 (темный) в твердом состоянии

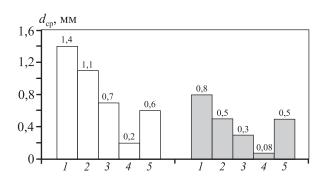


Рис. 5. Влияние модифицирования на средний размер макрозерна сплавов АМг5 (светлый фон) и АМг6 (темный)

1 — без модифицирования; 2 — добавка AlZr4;

3 – добавка AlZr10; 4 – добавка AlSc2;

5 – магнитно-импульсная обработка (МИО)

высшее значение $\xi=0,333$, у титана оно равно 0,167, у циркония — 0,125. Сопоставление результатов, полученных с использованием лигатур AlZr4 и AlZr10, позволяет сделать заключение о том, что в данном случае решающее значение имеют параметры интерметаллидов Al₃Zr. Лигатура AlZr10, полученная со скоростью охлаждения порядка 10^6 °C/c, характеризуется размерами алюминидов циркония, практически на порядок меньшими ($d=1,5\div2,0$ мкм) по сравнению с AlZr4 (25—30 мкм), которая кристаллизовалась с $v_{\rm охл} \sim 10^2$ °C/c.

Магнитно-импульсная обработка также оказала модифицирующее влияние на макрозерно сплавов. Эффективность МИО сопоставима с модифицирующим воздействием лигатуры AlZr4. Влияние МИО на структуру и свойства алюминиевых сплавов теоретически обосновано и экспериментально доказано в работах [14—17]. Силовые факторы в виде ударных волн и интенсивных металлопотоков, возникающих в расплаве в ре-

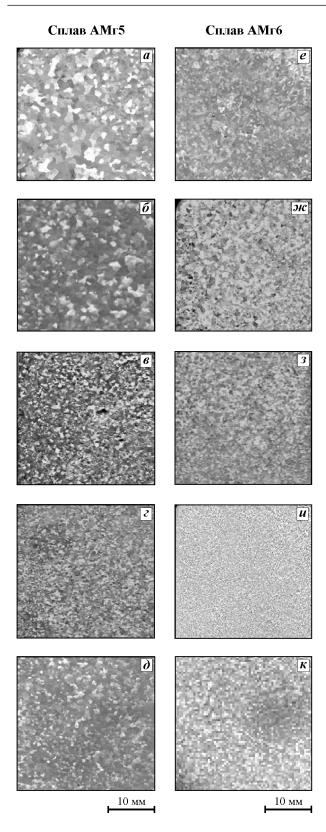


Рис. 6. Влияние модифицирования на макрозерно сплавов АМг5 (слева) и АМг6 (справа)

a, e — без модифицирования; $\delta, \varkappa c$ — добавка AlZr4;

в, *з* – добавка AlZr10; *г*, *и* – добавка AlSc2;

 $\boldsymbol{\partial}$, κ — магнитно-импульсная обработка

зультате магнитно-импульсной обработки, способствуют перемешиванию всего объема обрабатываемого расплава и диспергированию основных элементов его структуры.

Характер влияния различных модифицирующих воздействий на макроструктуру сплавов АМг5 и АМг6 сопоставим с особенностями изменения их физических свойств — плотности и электропроводности. Следовательно, методики определения этих показателей можно использовать для экспрессной оценки модифицирующей эффективности исследованных воздействий.

Заключение

На основании выполненных экспериментов установлено, что модифицирующие лигатуры оказывают устойчивое наследственное влияние на физические свойства (плотность в жидком и твердом состояниях, электропроводность в твердом состоянии) и макроструктуру сплавов АМг5 и АМг6. Наибольшим влиянием на физические свойства и размер макрозерна сплавов обладает лигатура AlSc2, полученная кристаллизацией в водоохлаждаемом валковом кристаллизаторе, по сравнению с AlZr4 и AlZr10. Эффективность лигатуры AlSc2 обусловлена максимальным значением критерия акцепторной способности $\xi = 0,333$.

Повышенная модифицирующая способность лигатуры AlZrl0 по сравнению с AlZr4 объясняется, прежде всего, минимальными размерами интерметаллидов Al_3Zr .

Обработка расплавов магнитными импульсами вызывает увеличение плотности и электропроводности сплавов, а также измельчение макрозерна, сопоставимое с использованием лигатуры AlZr4. Модифицирующее действие МИО обусловлено давлением магнитных импульсных полей на расплавы, которые в упругой среде преобразуются в ударные волны, вызывающие интенсивные металлопотоки. Наличие указанных силовых факторов вызывает изменения в строении расплавов, которые наследуются структурой литых изделий в процессе затвердевания. Следовательно, МИО можно использовать в качестве жидкофазной модифицирующей обработки сплавов на основе алюминия непосредственно в плавильной печи.

Методики определения плотности и электропроводности можно использовать для экспрессной оценки модифицирующей эффективности исследованных воздействий. Работа выполнена при финансовой поддержке из средств Министерства образования и науки РФ, выделяемых на программу развития СамГТУ в качестве опорного вуза.

Литература/References

- Mordike B.L., Ebert T. Magnesium. Properties applications potential. Mater. Sci. Eng. 2001. Vol. 302. P. 37—45.
- Mil'man Yu.V., Neikov O.D., Sirko A.I., Danilenko N.I., Samelyuk A.V., Zakharova N.P., Sharovskii A.I., Ivashchenko R.K., Goncharuk V.A., Chaikina N.G. Structure and properties of Al—Mg alloys depending on scandium and zirconium additions and production methods. Powder Metallurgy and Metal Ceram. 2010. Vol. 49. No. 7-8. P. 430—437.
- 3. Wang Xu, Chen Guoqin, Li Bing, Wu Lianmei, Jiang Daming. Effects of Sc, Zr and Ti on the microstructure and properties of Al alloys with high Mg content. Rare Metals. 2010. Vol. 29. No. 1. P. 66—71.
- Shi'ang Zhou, Zhen Zhang, Ming Li, Dejiang Pan, Hailin Su, Xiaodong Du, Ping Li, Yucheng Wu. Effect of Sc on microstructure and mechanical properties of as-cast Al—Mg alloys. Mater. and Design. 2016. Vol. 90. P. 1077— 1084.
- Kaiser M.S., Datta S., Roychowdhury A., Banerjee M.K. Effect of scandium on the microstructure and ageing behaviour of cast Al—6Mg alloy. Mater. Characteriz. 2008. Vol. 59. No 11. P. 1661—1666.
- Kaiser M. S., Datta S., Bandyopadhyay P. P., Guha A., Roychowdhury A., Banerjee M.K. Effect of grain refinement through minor additions of scandium and zirconium on the machinability of Al—Mg Alloys. J. Inst. Eng. (India): Ser. D. 2013. Vol. 94. No. 1. P. 17—24.
- 7. Huizhong Li, Haijun Wang, Xiaopeng Liang, Yan Wang, Hongting Liu. Effect of Sc and Nd on the microstructure and mechanical properties of Al—Mg—Mn alloy. J. Mater. Eng. Perf. 2012. Vol. 21. No. 1. P. 83—88.
- 8. *Kumar S., Hari Babu N., Scamans G.M., Fan Z.* Influence of intensive melt shearing on the microstructure and mechanical properties of an Al—Mg alloy with high added impurity content. *Metal. Mater. Trans. A.* 2011. Vol. 42A. P. 3141—3149.
- Eskin G.I. Improvement of the structure and properties of ingots and worked Aluminum alloy semifinished products by melt ultrasonic treatment in a cavitation regime. Metallurgist. 2010. Vol. 54. No. 7-8. P. 505—513.
- 10. Murashkin M.Yu., Kil'mametov A.R., Valiev R.Z. Structure and mechanical properties of an aluminum alloy 1570 subjected to severe plastic deformation by high-pressure torsion. *Phys. Met. and Metallograph*. 2008. Vol. 106. No. 1. P. 90—96.
- Hanbing Xu, Thomas T. Meek, Qingyou Han. Effects of ultrasonic field and vacuum on degassing of molten aluminum alloy. Mater. Let. 2007. Vol. 61. No. 4-5. P. 1246—1250.
- Deev V.B., Selyanin I.F., Kutsenko A.I., Belov N.A., Ponomareva K.V. Promising resource saving technology for processing melts during production of cast aluminum alloys. Metallurgist. 2015. Vol. 58. No. 11-12. P. 1123— 1127.

- 13. Селянин И.Ф., Деев В.Б., Белов Н.А., Приходько О.Г., Пономарева К.В. Физические модифицирующие воздействия и их влияние на кристаллизацию литейных сплавов // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2015. No. 3. C. 56—59; Selyanin I. F., Deev V.B., Belov N.A., Prikhodko O.G., Ponomareva K.V. Physical modifying effects and their influence on the crystallization of casting alloys. Russ. J. Non-Ferr. Met. 2015. Vol. 56. No. 4. P. 434—436.
- Li Q.L., Xia T.D., Lan Y.F., Li P.F. Effects of melt superheat treatment on microstructure and wear behaviours of hypereutectic Al—20Si alloy. *Mater. Sci. Technol.* 2014. Vol. 30. No. 7. P. 835—841.
- 15. *Jian X., Xu H., Meek T. T., Han Q.* Effect of power ultrasound on solidification of aluminium A356 alloy. *Mater. Let.* 2005. No. 59. P. 190—193.
- 16. Nikitin K.V., Nikitin V.I., Timoshkin I.Yu. Upravlenie kachestvom litykh izdelii iz alyuminievykh splavov na osnove yavleniya strukturnoi nasledstvennosti [Quality control of cast products from aluminium alloys based on the phenomenon of structural heredity]. Moscow: Radynitsa, 2015.
- 17. Никитин К.В., Амосов Е.А., Никитин В.И., Глущенков В.А., Черников Д.Г. Теоретическое и экспериментальное обоснование обработки расплавов на основе алюминия импульсными магнитными полями // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2015. No. 5. C. 11—19; Nikitin K.V., Amosov E.A., Nikitin V.I., Glushchenkov V.A., Chernikov D.G. Theoretical and experimental substantiation of treatment of aluminum based melts by pulsed magnetic fields. Russ. J. Non Ferr. Met. 2015. Vol. 56. No. 6. P. 599—605.
- 18. Никитин К.В., Никитин В.И., Тимошкин И.Ю., Глущенков В.А., Черников Д.Г. Обработка расплавов магнитно-импульсными полями с целью управления структурой и свойствами промышленных силуминов // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2016. No. 2. C. 34—42; Nikitin K.V., Nikitin V.I., Glushchenkov V.A., Timoshkin I.Yu., Chernikov D.G. Melt treatment by pulsed magnetic fields aimed at controlling the structure and properties of industrial silumins. Russ. J. Non Ferr. Met. 2016. Vol. 57. No. 3. P. 207—210.
- Nikitin K.V., Nikitin V.I., Chernikov D.G. Application of structural in heritance phenomenon at producing the Al-Mg system alloys. Key Eng. Mater. 2016. Vol. 684. P. 269-272.
- 20. Никитин К.В., Никитин В.И., Тимошкин И.Ю., Кривопалов Д.С., Черников Д.Г. Наследственное влияние
 структуры шихтовых металлов на плотность алюминиевых расплавов системы Al—Si // Изв. вузов.
 Цвет. металлургия. 2014. No. 6. C. 22—27; Nikitin K.V.,
 Nikitin V.I., Timoshkin I.Yu., Krivopalov D.S., Chernikov D.G. Hereditary influence of the structure of charge
 materials on the density of aluminum alloys of the Al—
 Si system. Russ. J. Non Ferr. Met. 2015. Vol. 56. No. 1.
 P. 20—25.
- 21. *Lamikhov L.K., Samsonov G.V.* O modifitsirovanii alyuminiya i splava AL7 perekhodnymi metallami [About the modification of aluminium and alloy AL7 transition metals]. *Tsvet. metally.* 1964. No. 1. P. 24.

УДК: 669.245 : 621.746.6

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-53-61

КОМПЬЮТЕРНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ НА ПОВЕРХНОСТИ ФОРМЫ И ВНУТРИ ОТЛИВКИ ПРИ ВЫСОКОГРАДИЕНТНОЙ НАПРАВЛЕННОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ

© 2017 г. Ю.А Бондаренко, А.Б. Ечин, В.Е. Баженов, А.В. Колтыгин

Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов (ВИАМ), г. Москва Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва

Статья поступила в редакцию 13.03.17 г., доработана 28.03.17 г., подписана в печать 03.04.17 г.

С целью определения температурного градиента в заготовках, получаемых методом направленной кристаллизации (НК) на установке УВНС-6 (производства ВИАМ, г. Москва), были получены монокристаллические заготовки из никелевого жаропрочного сплава ВЖМ3. При этом использовались технологии НК с жидкометаллическим охладителем (ЖМО) и без него (метод Бриджмена-Стокбаргера). В качестве жидкометаллического охладителя применялся расплав олова. В процессе получения заготовок велась запись показаний термопар, установленных на поверхности керамической формы. Моделирование процесса направленной кристаллизации заготовок из жаропрочного никелевого сплава ВЖМ3 на установке УВНС-6 проводилось в программе ProCast с использованием найденных в литературе теплофизических свойств исследуемого сплава, керамической формы и частей установки НК, а также граничных условий между ними (коэффициенты теплопередачи и теплоотдачи). Показано хорошее совпадение расчетных и экспериментальных значений распределения температуры в форме при кристаллизации с помощью ЖМО и методом Бриджмена-Стокбаргера, что позволяет использовать моделирование процесса получения заготовок в программе ProCast для прогнозирования значений температурного градиента на фронте кристаллизации, положения фронта кристаллизации, размера двухфазной области, где происходит формирование дендритной структуры сплава. Значение температурного градиента, достигаемого в заготовке в случае использования метода Бриджмена-Стокбаргера, по результатам моделирования составило 36 °С/см. В случае применения ЖМО температурный градиент составил 204 °С/см, т.е. оказался в 6 раз выше, чем достигаемый при использовании метода Бриджмена - Стокбаргера. Найденные теплофизические свойства и граничные условия могут быть востребованы при проведении компьютерного моделирования литья лопаток из жаропрочных никелевых сплавов.

Ключевые слова: направленная кристаллизация, моделирование литейных процессов, ProCast, жидкометаллическое охлаждение, кристаллизация по методу Бриджмена-Стокбаргера, жаропрочные никелевые сплавы, монокристаллические отливки.

Бондаренко Ю.А. — докт. техн. наук, гл. науч. сотрудник лаборатории «Технологии литейных процессов жаропрочных сплавов и сталей» ВИАМ (105005, г. Москва, ул. Радио, 17). E-mail: viamlab1@mail.ru.

Ечин А.Б. – канд. техн. наук, начальник той же лаборатории. E-mail: aechin@mail.ru.

Баженов В.Е. — канд. техн. наук, доцент кафедры литейных технологий и художественной обработки материалов НИТУ «МИСиС» (119049, г. Москва, Ленинский пр-т, 4). E-mail: V.E.Bagenov@gmail.com.

Колтыгин А.В. – канд. техн. наук, доцент той же кафедры. E-mail: misistlp@mail.ru.

Для цитирования: *Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Баженов В.Е., Колтыгин А.В.* Компьютерное моделирование распределения температуры на поверхности формы и внутри отливки при высокоградиентной направленной кристаллизации // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2017. No. 4. C. 53-61. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-53-61.

Bondarenko Yu.A., Echin A.B., Bazhenov V.E., Koltygin A.V.

Simulation of temperature field at the mold surface and inside the casting at high-gradient directional solidification process

In order to determine the thermal gradient in a single crystal ingots obtained using the directional solidification method on the UVNS-6 apparatus (Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials, Moscow), the single crystal ingots of nickel-based superalloy VJM3 were made. The ingots were made using the liquid metal cooling (LMC) directional solidification method (DS) and without it (Bridgman—Stockbarger technique). The liquid Sn was used for a liquid metal cooling technique. To record the temperature during the ingots obtaining process we use a thermocouple placed on the ceramic mold surface. The directional solidification process of the nickel-based superalloy VJM3 ingots on the UVNS-6 apparatus was simulated using the ProCast software. The thermal properties of the VJM3 alloy, ceramic mold and the DS apparatus parts and the boundary conditions (interface heat transfer coefficient) were

found in the literature. There is a good agreement between the calculated and experimental values of the temperature distribution in a mold using the LMC and the Bridgman—Stockbarger technique. A simulation of the directional solidification in the ProCast software is suitable for predicting the thermal gradient on a solidification profile location, and the mushy zone width (a site of the dendritic structure formation). The calculated thermal gradient value in the ingot obtained using the Bridgman—Stockbarger technique is 36 °C/cm. The thermal gradient using the LMC method is 204 °C/cm, is six time higher, than if using the Bridgman—Stockbarger technique. Used thermal properties and boundary conditions can be applied for simulation of Ni-based superalloys blades casting process.

Keywords: directional solidification, casting process simulation, ProCast, liquid metal cooling, Bridgman—Stockbarger technique, nickel-based superalloy, single crystal casting.

Bondarenko Yu.A. – Dr. Sci. (Tech.), Chief research scientist, Superalloys and steels casting technologies laboratory, Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials (105005, Russia, Moscow, Radio str., 17). E-mail: viamlabl@mail.ru.

Echin A.B. - Cand. Sci. (Tech.), Head of the same Laboratory. E-mail: aechin@mail.ru.

Bazhenov V.E. – Cand. Sci. (Tech.), Associate prof., Department of foundry technologies and material art working (FT&MAW), National University of Science and Technology (NUST) «MISIS» (119049, Russia, Moscow, Leninskii pr., 4). E-mail: V.E.Bagenov@gmail.com.

Koltygin A.V. - Cand. Sci. (Tech.), Associate prof., Department of FT&MAW, NUST «MISIS». E-mail: misistlp@mail.com.

Citation: *Bondarenko Yu.A., Echin A.B., Bazhenov V.E., Koltygin A.V.* Komp'yuternoe modelirovanie raspredeleniya temperatury na poverkhnosti formy i vnutri otlivki pri vysokogradientnoi napravlennoi kristallizatsii. *Izv. vuzov. Tsvet. metallurgiya.* 2017. No. 4. P. 53–61. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-53-61.

Введение

Модернизация конструкции газотурбинных двигателей (ГТД) идет путем повышения рабочей температуры газа на входе в турбину и неразрывно связана с разработкой и внедрением более совершенных жаропрочных сплавов (ЖС) для деталей горячего тракта ГТД. Высокий уровень жаропрочных свойств рабочих лопаток современных ГТД обычно реализуют за счет использования технологии направленной кристаллизации (НК), обеспечивающей получение отливок, обладающих монокристаллической структурой с заданной кристаллографической ориентацией (КГО).

Процесс НК лопаток ГТД базируется на методе Бриджмена—Стокбаргера [1, 2] и осуществляется в керамических формах путем их перемещения из зоны нагрева в зону охлаждения. Отвод тепла происходит за счет радиационного охлаждения, что обеспечивает невысокие температурные градиенты на фронте роста и формирование крупной дендритной структуры с междендритным расстоянием $\lambda = 350 \div 500$ мкм, грубыми выделениями частиц упрочняющей фазы размером ~1,0 мкм и значительной пористостью, составляющей до $V_{\Pi} \sim 0.8\%$ [3, 4].

Структура ЖС определяется градиентом температуры в области кристаллизации, а также скоростью кристаллизации [4, 5]. Необходимость в более эффективном отборе тепла привела к созданию метода НК, при котором керамическую форму с расплавом после ее перемещения из зоны нагрева

в зону охлаждения погружают в ванну с расплавом охлаждающего металла (LMC — liquid metal cooling). При этом отливка охлаждается в 3—4 раза эффективнее, чем при охлаждении радиационным излучением с поверхности формы [4, 6, 7].

Исследования влияния различных методов направленной кристаллизации на структуру ЖС, в которых в основном изучали характер дендритной структуры и междендритное расстояние, ведутся давно [4, 8, 9]. Условия НК обычно определялись путем моделирования процессов теплообмена с помощью термопар. С развитием компьютерного моделирования литейных процессов [10] этим же методом оценивают размер и ориентацию столбчатых зерен в отливке [11].

Например, программа ProCast использовалась авторами [12] при моделировании процесса НК на отливках из никелевых ЖС на установке с водоохлаждаемым кристаллизатором. Была предложена модель формирования усадочной пористости в указанных сплавах [13], на установке УВНК-8П определены градиент температуры, параметры дендритной структуры и пористость при НК в жидком алюминии [14].

Во ФГУП «ВИАМ» была разработана и изготовлена промышленная установка УВНС-6 [15], обеспечивающая НК с высоким температурным градиентом на фронте роста ($G = 150 \div 200$ °C/см), что позволяет достичь формирования в отливках деталей ГТД дисперсной структуры ($\lambda \le 200$ мкм)

с размером частиц упрочняющей γ' -фазы $\sim 0.2 \div 0.4$ мкм и небольших по размеру выделений γ/γ' -эвтектики (≤ 10 мкм). При этом также уменьшаются дендритная ликвация (в 1,5 раза) и пористость (до ~ 0.01 %), что особенно важно для современных Re—Ru-содержащих монокристаллических сплавов [16]. За счет существенного улучшения структуры уровень свойств ЖС в литом состоянии практически соответствует свойствам сплавов, полученных после длительной высокотемпературной гомогенизации и отжига (длительность процесса $\tau \sim 100$ ч) [17].

В настоящей работе проведено исследование тепловых условий процесса НК на установке УВНС-6 в сравнении с данными, полученными расчетным методом с помощью компьютерного моделирования в программе ProCast, с целью определения температурных полей в формирующейся отливке.

Материалы и методики исследования Методика проведения плавки и направленной кристаллизации

Экспериментальные плавки проводили на установке УВНС-6. В качестве объекта исследований был выбран никелевый монокристаллический жаропрочный сплав ВЖМ3 [18].

По промышленной технологии точного литья были изготовлены керамические формы из электрокорунда и связующего на основе SiO_2 . Перед плавкой в керамические формы в затравочную полость устанавливались затравки с КГО <001>. Для оценки температурного градиента были использованы вольфрам-рениевые термопары BP5/20, которые в целях тепло- и электроизоляции защищались оболочкой из оксида алюминия. Термопары приклеивались при помощи смеси из электрокорунда и связующего на основе SiO_2 на поверхности формы на расстоянии 100-110 мм от ее дна. Расстояние между ними составляло 10 мм.

На рис. 1 представлен внешний вид керамической формы с двумя термопарами и подвеской для крепления к механизму перемещения, размещенной в печи подогрева форм установки УВНС-6.

Шихтовую заготовку сплава ВЖМ3 загружали в плавильный индукционный тигель. Керамическую форму с термопарами устанавливали в печи подогрева форм. Камеру печи вакуумировали. В зависимости от требуемой величины температурного градиента печь нагревали до опреде-



Рис. 1. Внешний вид керамической формы с двумя термопарами и подвеской для крепления к механизму перемещения

ленной температуры (1580—1630 °C). Шихтовую заготовку плавили в индукционном тигле, затем расплавленный ВЖМЗ, нагретый до 1580—1630 °C, заливали в керамическую форму, после чего включали механизм НК, и керамическая форма (с термопарами) вертикально перемещалась из зоны нагрева в зону охлаждения, где происходил процесс НК. Температура жидкометаллического охладителя (ЖМО) составляла ≈340÷350 °C. В качестве ЖМО использовался расплав олова.

Для реализации условий НК с низким температурным градиентом $G \approx 20$ °C/см, как по методу Бриджмена-Стокбаргера, была проведена доработка теплового узла: удалены ванна с ЖМО и тепловые экраны между зонами нагрева и охлаждения.

Процесс кристаллизации контролировался автоматической системой управления установки УВНС-6. Показания для каждой плавки записывали через каждые 5 мм (1 мин) перемещения формы.

Математическое моделирование процесса направленной кристаллизации

Моделирование процесса направленной кристаллизации отливки проводили в программе ProCast версии 2015 фирмы «ESI Group» (Франция). Параметры моделирования приведены в табл. 1 и 2.

Таблица 1 Значения начальной температуры (T) и степени черноты (ϵ), использованные при моделировании

| Объект | Поз. на рис. 2 | Метод с ЖМО | | Метод Бриджмена-Стокбаргера | |
|-------------------------------|-------------------|-------------|------|-----------------------------|------|
| OOBERT | | T, °C | 3 | T, °C | ε |
| Расплав | 1 | 1630 | 0,8 | 1580 | 0,8 |
| Форма | 2 | 1630 | 0,85 | 1580 | 0,85 |
| Жидкометаллический охладитель | 3 | 350 | 0,8 | _ | _ |
| Нагреватели | 4, 5 | 1630 | 0,8 | 1580 | 0,8 |
| Графитовый экран | 6 | 1630 | 0,8 | 1580 | 0,8 |
| Графитовая теплоизоляция | 7 | 350 | 0,8 | 450 | 0,8 |
| Камера охлаждения | 8 | _ | _ | 450 | 0,6 |
| Теплоизоляция формы | _ | _ | _ | 1580 | 0,9 |
| Печь | _ | _ | 0,8 | _ | 0,8 |

Таблица 2 Значения коэффициентов теплопередачи и теплоотдачи (h), использованные при моделировании

| Границы раздела | Обозначение на рис. 2 | Метод с ЖМО h, Bт/(м ² ·K) | Метод Бриджмена—Стокбаргера $h, \mathrm{Br}/(\mathrm{M}^2 \cdot \mathrm{K})$ |
|---|--------------------------|--|---|
| Расплав — форма | h_{1-2} | 1000 | 1000 |
| Форма — жидкометаллический охладитель | h_{2-3} | 6750 | - |
| Графитовый экран — графитовая теплоизоляция | <i>h</i> ₆₋₇ | 500 | 500 |
| Форма – теплоизоляция формы | _ | _ | 500 |

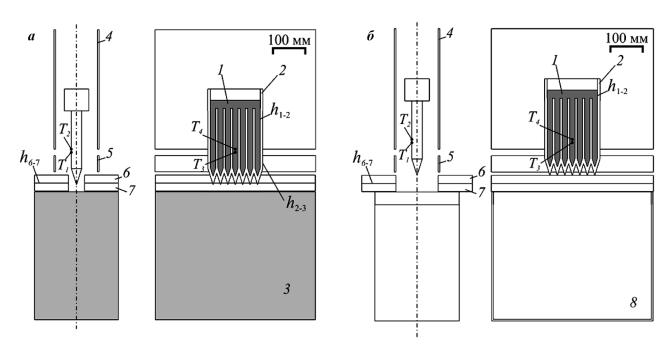


Рис. 2. Схема для моделирования процесса кристаллизации с ЖМО (*a*) и по Бриджмену–Стокбаргеру (*б*)

1 – расплав, 2 – форма, 3 – жидкометаллический охладитель, 4 и 5 – нагреватели, 6 – графитовый экран,

Теплоизоляция формы и печь не показаны

^{7 —} графитовая теплоизоляция, 8 — камера охлаждения

Часть из них взята из работы [19], остальные подбирали для максимального совпадения расчетных и экспериментальных температур в форме. Теплофизические свойства сплава, материала формы и расплава олова приведены в работах [20, 21]. Теплопроводность для олова была увеличена в 10 раз, чтобы учесть конвективный теплоперенос [22]. Свойства графитового экрана взяты из работы [23], а графитовой теплоизоляции — из данных производителя. Характеристики стальной камеры охлаждения и графитовых нагревателей имеются в базе данных программы ProCast. Первые 30 мин форма была неподвижна, чтобы установились равновесные температуры окружающих элементов. После выдержки форма перемещалась вниз со

скоростью 5 мм/мин. Расчетная сетка состояла из ≈2 млн элементов.

Результаты и их обсуждение

На рис. 3, *а* и *в* представлено распределение температуры в установке и доли твердой фазы в заготовке по результатам моделирования при направленной кристаллизации по Бриджмену—Стокбаргеру в момент времени 2017 с и перемещении формы на 168 мм. Можно видеть, что температура плавно меняется по всей высоте заготовки. Достаточно высокая ее величина сохраняется в нижних частях заготовки и формы из-за наличия теплоизоляции на поверхности последней. В заго-

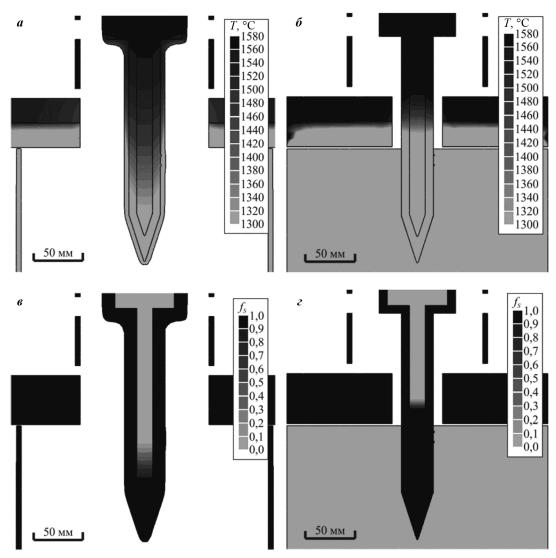


Рис. 3. Распределение температуры в установке (a, δ) и доли твердой фазы в заготовке (s, ϵ) при направленной кристаллизации

а, в – НК по Бриджмену-Стокбаргеру в момент времени 2017 с и перемещении формы на 168 мм

б, г – НК с ЖМО в момент времени 1650 с при перемещении формы на 137 мм

товке в процессе НК имеется достаточно широкая двухфазная область, смещенная значительно ниже уровня экрана.

На рис. 3, δ и ϵ показано распределение температуры в установке и доли твердой фазы в заготовке по результатам моделирования кристаллизации в ванне жидкого олова в момент времени 1650 с при перемещении формы на 137 мм. При получении заготовки по методу Бриджмена-Стокбаргера форма находилась в установке выше, чем при использовании ЖМО, поэтому и подобрали такие время и перемещение, чтобы положение заготовки относительно уровня экрана в двух рассматриваемых случаях было одинаковым. Можно видеть, что градиент в заготовке, охлаждаемой с помощью ЖМО, значительно выше, чем в технологии Бриджмена—Стокбаргера, и область наибольшего градиента сосредоточена на уровне экрана. Двухфазная область в заготовке очень узкая и также располагается на уровне графитового экрана.

На рис. 4, а представлены экспериментальные и расчетные значения температур в форме и заготовке при получении последней по методу Бриджмена—Стокбаргера. Расчетные температуры на поверхности формы T_1^p и T_2^p , полученные в результате моделирования, значительно отличаются от ее экспериментальных значений T_1^3 и T_2^3 . Только при времени больше 1800 с от начала процесса НК показания термопар и расчетные значения T становятся близки. Видно, что экспериментальные температуры меняются немонотонно, что связанно с используемой в опытах методикой, и получить лучшее совпадение расчетных и экспериментальных данных не представляется возможным. В связи с этим добивались максимального совпадения расчетного и экспериментального значений градиента в форме. Точки T_3 и T_4 находятся на расстоянии 5 мм по высоте заготовки, а значит, градиент может быть вычислен как

$$G = (T_3 - T_4)/5.$$

Величина G в случае использования метода Бриджмена—Стокбаргера возрастает по ходу процесса и к его завершению (при опускании заготовки на 180 мм в момент времени 2400 с) достигает 47 °С/см. Среднее значение градиента, вычисленное за время от 1200 до 2400 с, составило 36 °С/см.

На рис. 4, δ представлены экспериментальные и расчетные значения температур в форме и заготовке при НК с ЖМО. Расчетные температуры на

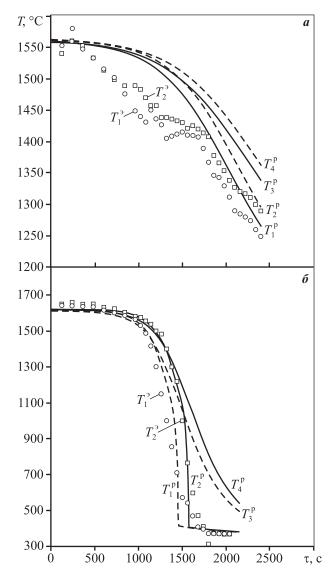
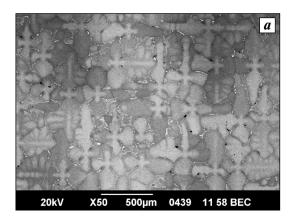


Рис. 4. Экспериментальные (T_1^9, T_2^9) и расчетные (T_1^p, T_2^p) температуры в форме и рассчитанные ее значения в отливке (T_3^p, T_4^p) при кристаллизации заготовки по методам Бриджмена—Стокбаргера (a) и с использованием ЖМО (δ)

поверхности формы T_1^p и T_2^p , полученные в результате моделирования, близки к экспериментальным T_1^9 и T_2^9 . Видно, что в момент времени $\tau \approx 1500$ с точки, находящиеся на поверхности формы, попадают в жидкометаллический охладитель, и температура, показываемая термопарами, резко снижается. Значение градиента в методе с ЖМО проходит через максимум 281 °C/см при опускании заготовки на 131 мм в момент времени 1578 с. Среднее значение G за время $\tau = 1200 \div 2160$ с составляет 204 °C/см.

В работе [18] экспериментально изучены структуры образцов жаропрочного сплава, полученных



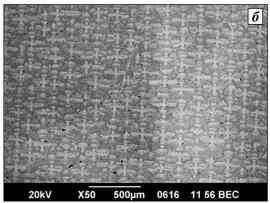
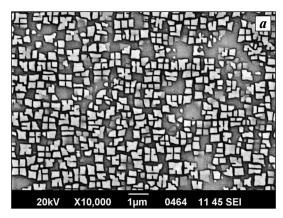


Рис. 5. Дендритная структура монокристаллического жаропрочного сплава с KГO <001> a – HK по методу Бриджмена—Стокбаргера (λ = 310 мкм), δ – HK с использованием ЖМО (λ = 130 мкм)



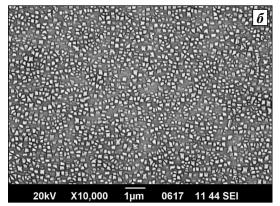


Рис. 6. Морфология упрочняющей γ' -фазы в осях дендритов ЖС при разных температурных градиентах a — НК по методу Бриджмена—Стокбаргера, δ — НК с использованием ЖМО

по методам Бриджмена—Стокбаргера и с применением ЖМО по указанным выше режимам. Полученные в ней данные, а также результаты настоящего исследования показывают, что с увеличением температурного градиента с G = 36 °C/см (НК по методу Бриджмена—Стокбаргера) до G = 204 °C/см (НК с ЖМО — расплавом олова) размер дендритов (λ) уменьшается с 310 до 130 мкм (ср. рис. 5, aи δ), размер частиц упрочняющей γ' -фазы в осях дендритов (рис. 6) — от 0.6 до 0.2 мкм, объемная доля пор — от $\sim 0,124$ до 0,011 %, также снижается дендритная ликвация. Все это обеспечивает повышение уровня кратковременной прочности жаропрочного сплава при 20 °C на 30 %, а также время разрушения при 1100 °С и нагрузке $\sigma = 140 \ \text{М} \Pi \text{а в}$ ~2,5 pasa [18].

Выводы

1. Получено хорошее совпадение расчетных и экспериментальных значений распределения

температуры в форме и отливке, охлаждаемых с помощью ЖМО и по методу Бриджмена—Стокбаргера, что позволяет прогнозировать температурный градиент в области кристаллизации заготовки без проведения натурных экспериментов при ее получении на установке УВНС-6. Найденные теплофизические свойства и граничные условия могут быть использованы при проведении компьютерного моделирования процесса литья лопаток из жаропрочных никелевых сплавов.

2. С помощью компьютерного моделирования определены значения температурного градиента, достигаемого в случае использования методов Бриджмена—Стокбаргера и с ЖМО, составившие 36 и 204 °С/см соответственно. То есть при использовании ЖМО температурный градиент в 6 раз превышает достигаемый в технологии Бриджмена—Стокбаргера, что позволяет уменьшить размеры дендритов более чем в 2 раза и повысить прочность лопаток ГТД на 30 %.

Литература

- Bridgman P.W. Certain physical properties of single crystals of tungsten, antimony, bismuth, tellurium, cadmium, zinc, and tin // Proc. Amer. Acad. Arts Sci. 1925. Vol. 60. P. 305—383.
- 2. *Stockbarger D.C.* The production of large single crystals of lithium fluoride // Rev. Sci. Instr. 1936. Vol. 7. P. 133—136.
- 3. *Gell M., Duhl D.N., Giamei A.F.* The development of single crystal superalloy turbine blades // Superalloys. 1980. Vol. 41. P. 205—214.
- 4. *Бондаренко Ю.А.* Перспективы и технология направленной кристаллизации крупногабаритных рабочих лопаток наземных газовых турбин // Материаловедение. 1998. No. 7. C. 21—25.
- Fan J., Li X., Su Y., Chen R., Guo J., Fu H. Dependency of microstructure parameters and microhardness on the temperature gradient for directionally solidified Ti—49Al alloy // Mater. Chem. Phys. 2011. Vol. 130. P. 1232—1238.
- Elliott A.J., Pollock T.M., Tin S., King W.T., Huang S.-C., Gigliotti M.F.X. Directional solidification of large superalloy castings with radiation and liquid-metal cooling: a comparative assessment // Metal. Mater. Trans. A. 2004. Vol. 35 P. 3221—3231.
- Bingming G., Lin L., Xinbao Z., Taiwen H., Jun Z., Hengzhi F. Effect of directional solidification methods on the cast microstructure and grain orientation of blade shaped DZ125 superalloy // Rare Metal Mater. Eng. 2013 Vol. 42. Is. 11. P. 2222—2227.
- 8. Hugo F., Betz U., Ren J., Huang S.-C., Bondarenko J. Casting of directionally solidified and single crystal components using liquid metal cooling (LMC): Results from experimental trials and computer simulations // Proc. Int. Symp. on Liquid Metal Processing and Casting. Santa Fe: VMD AVS, 1999. P. 16—30.
- 9. Brundidge C.L., Miller J.D., Pollock T.M. Development of dendritic structure in the liquid-metal-cooled, directional-solidification process // Metal. Mater. Trans. A. 2011. Vol. 42A. P. 2723—2732.
- Miller J.D., Pollock T.M. Process Simulation for the directional solidification of a tri-crystal ring segment via the bridgman and liquid-metal-cooling processes // Metal. Mater. Trans. A. 2012. Vol. 43A. P. 2414—2425.
- 11. Kermanpur A., Mehrara M., Varahram N., Davami P. Improvement of grain structure and mechanical properties of a land based gas turbine blade directionally solidified with liquid metal cooling process // Mater. Sci. Technol. 2008. Vol. 24. Iss. 1. P. 100—106.
- 12. *Монастырский В.П., Кондратьева М.С.* Моделирование направленной кристаллизации отливок из никелевых жаропрочных сплавов в установке с водоохлаждаемым кристаллизатором // Литейщик России. 2013. No. 1. C. 23—27.
- 13. *Монастырский В.П.* Моделирование микропористости в отливках, затвердевающих в условиях на-

- правленного теплоотвода // Тепловые процессы в технике. 2011. Т. 3. No. 1. C. 20—27.
- 14. Монастырский В.П., Рожкова М.К. Регрессионная модель процесса направленной кристаллизации отливок из никелевых жаропрочных сплавов в установке УВНК-8П // Литейщик России. 2012. No. 1. С. 22—27.
- 15. *Echin A., Bondarenko Y.* Turbine blades production technique equipment built with a glance of high-gradient directional crystallization process nature // MATEC Web of Conferences. 2014. Vol. 14. P. 13001.
- Caron P. High γ' solvus new generation nickel-based superalloys for single crystal turbine blade applications // Superalloys. 2000. Vol. 2000. P. 737—746.
- 17. *Liu G., Liu L., Ai C., Ge B., Zhang J., Fu H.* Influence of withdrawal rate on the microstructure of Ni-base single-crystal superalloys containing Re and Ru // J. Alloys and Compnd. 2011. Vol. 509. P. 5866—5872.
- 18. *Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б.* Направленная кристаллизация жаропрочного сплава с переменным управляемым градиентом // Вопросы материаловедения. 2016. No. 3. C. 50-58.
- 19. *Мальцева Ю.Ю., Монастырский А.В.* Моделирование процесса направленной кристаллизации отливок из жаропрочных никелевых сплавов // CADmaster. 2010. No. 1. C. 36—40.
- 20. Каблов Е.Н. Литые лопатки газотурбинных двигателей (Сплавы, технология, покрытия). М.: МИСиС, 2001.
- 21. Ечин А.Б. Влияние температурного градиента и скорости кристаллизации на структуру и свойства монокристаллических Re и Ru содержащих жаропрочных сплавов применительно к высокоградиентной технологии литья лопаток ГТД: Дис. ... канд. техн. наук. М.: ВИАМ, 2016.
- 22. Пикунов М.В. Плавка металлов. Кристаллизация сплавов. Затвердевание отливок: Учеб. М.: МИСиС, 2005.
- 23. Жмуриков Е.И., Савченко И.В., Станкус С.В., Тессhio L. Измерения теплофизических свойств графитовых композитов для конвертора нейтронной мишени // Вестник НГУ. Сер. Физика. 2011. Т. 6. No. 2. C. 77—84.

References

- 1. *Bridgman P.W.* Certain physical properties of single crystals of tungsten, antimony, bismuth, tellurium, cadmium, zinc, and tin. *Proc. Amer. Acad. Arts Sci.* 1925. Vol. 60. P. 305—383.
- 2. *Stockbarger D.C.* The production of large single crystals of lithium fluoride. *Rev. Sci. Instr.* 1936. Vol. 7. P. 133—136.
- 3. *Gell M., Duhl D.N., Giamei A.F.* The development of single crystal superalloy turbine blades. *Superalloys*. 1980. Vol. 41. P. 205—214.

- Bondarenko Yu.A. Perspektivy i tekhnologiya napravlennoi kristallizatsii krupnogabaritnykh rabochikh lopatok nazemnykh gazovykh turbin [Perspectives and directional solidification technology of land-based gas turbines rotor blades]. Materialovedenie. 1998. No. 7. P. 21—25.
- Fan J., Li X., Su Y., Chen R., Guo J., Fu H. Dependency of microstructure parameters and microhardness on the temperature gradient for directionally solidified Ti— 49Al alloy. Mater. Chem. Phys. 2011. Vol. 130. P. 1232— 1238.
- Elliott A.J., Pollock T.M., Tin S., King W.T., Huang S.-C., Gigliotti M.F.X. Directional solidification of large superalloy castings with radiation and liquid-metal cooling: a comparative assessment. Metal. Mater. Trans. A. 2004. Vol. 35 P. 3221—3231.
- Bingming G., Lin L., Xinbao Z., Taiwen H., Jun Z., Hengzhi F. Effect of directional solidification methods on the cast microstructure and grain orientation of blade shaped DZ125 superalloy. Rare Metal Mater. Eng. 2013 Vol. 42. Iss. 11. P. 2222—2227.
- 8. Hugo F., Betz U., Ren J., Huang S.-C., Bondarenko J. Casting of directionally solidified and single crystal components using liquid metal cooling (LMC): Results from experimental trials and computer simulations. In: Proc. Int. Symp. on Liquid Metal Processing and Casting. Santa Fe: VMD AVS, 1999. P. 16—30.
- 9. Brundidge C.L., Miller J.D., Pollock T.M. Development of dendritic structure in the liquid-metal-cooled, directional-solidification process. Metal. Mater. Trans. A. 2011. Vol. 42A. P. 2723—2732.
- 10. *Miller J.D., Pollock T.M.* Process Simulation for the directional solidification of a tri-crystal ring segment via the bridgman and liquid-metal-cooling processes. *Metal. Mater. Trans. A.* 2012. Vol. 43A. P. 2414—2425.
- 11. *Kermanpur A., Mehrara M., Varahram N., Davami P.* Improvement of grain structure and mechanical properties of a land based gas turbine blade directionally solidified with liquid metal cooling process. *Mater. Sci. Technol.* 2008. Vol. 24. Iss. 1. P. 100—106.
- 12. Monastyrskii V.P., Kondrat'eva M.S. Modelirovanie napravlennoi kristallizatsii otlivok iz nikelevykh zharoprochnykh splavov v ustanovke s vodookhlazhdaemym kristallizatorom [Simulation of nickel superalloys castings directional solidification in the water-cooled mold unit]. Liteishchik Rossii. 2013. No. 1. P. 23-27.
- 13. *Monastyrskii V.P.* Modelirovanie mikroporistosti v otlivkakh, zatverdevayushchikh v usloviyakh napravlennogo teplootvoda [Simulation of microporosity in the castings obtained by directional solidification]. *Teplovye protsessy v tekhnike*. 2011. Vol. 3. No. 1. P. 20—27.

- 14. Monastyrskii V.P., Rozhkova M.K. Regressionnaya model' protsessa napravlennoi kristallizatsii otlivok ikh nikelevykh zharoprochnykh splavov v ustanovke UVNK-8P [The regression model of nickel superalloys castings directional solidification in the UVNK-8P unit]. Liteishchik Rossii. 2012. No. 1. P. 22—27.
- Echin A., Bondarenko Y. Turbine blades production technique equipment built with a glance of high-gradient directional crystallization process nature. MATEC Web of Conferences. 2014. Vol. 14. P. 13001.
- Caron P. High γ' solvus new generation nickel-based superalloys for single crystal turbine blade applications. Superalloys. 2000. Vol. 2000. P. 737—746.
- 17. Liu G., Liu L., Ai C., Ge B., Zhang J., Fu H. Influence of withdrawal rate on the microstructure of Ni-base single-crystal superalloys containing Re and Ru. J. Alloys and Compnd. 2011. Vol. 509. P. 5866—5872.
- Bondarenko Yu.A., Echin A.B. Napravlennaya kristallizatsiya zharoprochnogo splava s peremennym upravlyaemym gradientom [Directional solidification of superalloy with controlled variable gradient]. Voprosy materialovedeniya. 2016. No. 3. P. 50—58.
- Mal'tseva Yu.Yu., Monastyrskii A.V. Modelirovanie protsessa napravlennoi kristallizatsii otlivok iz zharoprochnykh nikelevykh splavov [Simulation of nickel superalloy casting directional solidification]. CADmaster. 2010. No. 1. P. 36—40.
- Kablov E.N. Litye lopatki gazoturbinnykh dvigatelei (splavy, tekhnologiya, pokrytiya) [Casting of gas turbine engines blades (alloys, technology, coating)]. Moscow: MISIS, 2001.
- 21. Echin A.B. Vliyanie temperaturnogo gradienta i skorosti kristallizatsii na strukturu i svoistva monokristallicheskikh Re i Ru soderzhashchikh zharoprochnykh splavov primenitel'no k vysokogradientnoi tekhnologii lit'ya lopatok GTD [Influence of temperature gradient and solidification rate on microstructure and properties of single crystal Re and Ru-containing superalloys in relation to high-gradient gas turbine engine blades casting technology]: Abstr. Diss. of PhD. Moscow: MISIS, 2016.
- Pikunov M.V. Plavka metallov. Kristallizatsiya splavov. Zatverdevanie otlivok. Uchebnik. [Smelting of metals. Crystallization of alloys. Solidification of castings: Textbook]. Moscow: MISIS, 2005.
- Zhmurikov E.I., Savchenko I.V., Stankus S.V., Tecchio L. Izmereniya teplofizicheskikh svoistv grafitovykh kompozitov dlya konvertora neitronnoi misheni [Measurements of graphite composites thermal properties used for neutron converter target]. Vestnik NGU. Seriya: Fizika. 2011. Vol. 6. No. 2. P. 77—84.

УДК: 621.983.001

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-62-68

РАСЧЕТ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССА ВЫТЯЖКИ ДЕТАЛИ «ПОЛУСФЕРА» В ШТАМПЕ С УПРУГИМ ЭЛЕМЕНТОМ

© 2017 г. Е.С. Нестеренко, Ф.В. Гречников

Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева (Самарский университет)

Статья поступила в редакцию 07.04.17 г., доработана 26.04.17 г., подписана в печать 03.05.17 г.

Представлен способ получения деталей типа полусферы в штампе, где образующей поверхностью детали является матрица. Это достигается за счет использования в конструкции штампа упругого стального элемента, расположенного по контуру пуансона. Данная схема процесса позволяет совместить в одном штампе две операции: вытяжку и калибровку. Калибровка при вытяжке сферообразных деталей необходима из-за того, что в заготовке образуется большой участок, свободный от контакта с пуансоном и матрицей, на котором заготовка теряет устойчивость и начинают образовываться гофры. Упругий элемент, изготовленный из пружинной стали и расположенный по контуру жесткого пуансона, калибрует деталь в конечной стадии вытяжки. В работе представлена схема процесса штамповки для полусферических деталей с относительной толщиной $S' = S/D_0 \cdot 100 \% = 1,5 \div 0,15$. Для оценки технологических параметров использована инженерная методика. Проведены расчеты геометрических параметров упругого элемента из стали 60ГС для вытяжки детали в виде полусферы из алюминиевого сплава АМг6 толщиной от 0,5 до 10 мм. Определена величина зазора между пуансоном и упругим элементом. Рассчитаны максимальные напряжения, возникающие в упругом элементе в процессе штамповки, и выявлено, что он пластически не деформируется. Предложено использовать упругий элемент для получения деталей с точными геометрическими размерами и компенсации упругого пружинного эффекта при изготовлении.

Ключевые слова: деформация, гофрообразование, полусфера, вытяжка, упругое пружинение, опасное сечение, пластическая деформация, упругий элемент, сопротивление материала.

Нестеренко Е.С. – канд. техн. наук, доцент кафедры обработки металлов давлением (ОМД) Самарского университета (443086 Россия, г. Самара, Московское шоссе, 34). E-mail: nesterenko77@mail.ru.

Гречников Ф.В. – докт. техн. наук, акад. РАН, проф., зав. кафедрой ОМД Самарского университета. E-mail: gretch@ssau.ru.

Для цитирования: *Нестеренко Е.С., Гречников Ф.В.* Расчет параметров процесса вытяжки детали «полусфера» в штампе с упругим элементом // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2017. No. 4. C. 62—68. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-62-68.

Nesterenko E.S., Grechnikov F.V.

Calculating parameters of hemisphere part drawing in the die with an elastic element

The paper provides a method to obtain hemisphere part in a die where the part surface is formed by the counter die. This is due to the tool design with a steel elastic element placed around the punch. Such process scheme allows for two different processes combined in one tool: drawing and calibration. Drawing sphere-like parts requires calibration since the part has a large area that is not in contact with the punch and die where the part looses stability and starts to buckle. The elastic element made of spring steel and placed around the hard punch calibrates part at the final drawing stage. The paper provides a forming scheme to obtain hemisphere parts with a relative thickness $S' = S/D_0\cdot 100\% = 1,5 \div 0,15$. Process parameters are evaluated using the engineering method. Geometrical parameters are calculated for the Steel 1060 elastic element for hemisphere part drawing of aluminum alloy 5056 with a thickness of 0,5 to 10 mm. The size of a gap between the punch and elastic element is determined. Maximum stresses occurring in the elastic element when forming are calculated. It is found that the elastic element has no plastic deformation. It is proposed to use the elastic element to produce parts with accurate geometrical dimensions and compensate elastic restitution.

Keywords: deformation, buckling, hemisphere, drawing, elastic restitution, weakest section, plastic flow deformation, elastic element, material strength.

Nesterenko E.S. – Cand. Sci. (Tech.), Associate professor, Department of Metal Forming, Samara University (443086, Russia, Samara, Moscovskoe shosse, 34). E-mail: nesterenko77@mail.ru.

Grechnikov F.V. – Dr. Sci. (Tech.), Prof., Acad. of RAS, Head of Department of Metal Forming, Samara University. E-mail: gretch@ssau.ru.

Citation: *Nesterenko E.S., Grechnikov F.V.* Raschet parametrov protsessa vytyazhki detali «polusfera» v shtampe s uprugim elementom. *Izv. vuzov. Tsvet. metallurgiya.* 2017. No. 4. P. 62–68. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-62-68.

Введение

При изготовлении полусфер методами холодной листовой штамповки встречаются трудности, связанные с такими явлениями, как упругая отдача, неравномерность толщины и потеря устойчивости изделия. В общем случае уменьшение упругой отдачи при холодной штамповке сферообразных днищ на прессах достигается вследствие увеличения степени и равномерности пластических деформаций [1—4].

Создавая условия, обеспечивающие минимальную степень пластических деформаций при известной способности штампуемого материала к упрочнению и заданной относительной глубине днища (H/d), можно получить минимальные упругие деформации днища [1-3]. Однако полностью исключить упругую отдачу при изготовлении сферических деталей на прессах вследствие различной интенсивности сил внешнего трения невозможно.

Многочисленные исследования этого явления учеными и производственный опыт показывают, что на величину упругой отдачи оказывают влияние следующие факторы [4]:

- способность штампуемого материала и упрочнению;
- условия внешнего трения в различных зонах очага деформации;
- физико-механическая природа смазочного материала;
- толщина материала и относительная глубина днища (H/d).

Распространенные до недавнего времени приближенные методики корригирования штампов весьма не эффективны и требуют повышенного количества доработок штамповой оснастки [5].

Из-за деформаций, возникающих в заготовке при вытяжке, происходит изменение толщины стенок деталей: наибольшее утонение составляет 10—15%, а утолщение у края достигает 15—20% от исходной толщины материала [6, 7]. На рис. 1 показаны эпюры относительного утонения стенок сферических днищ.

Утонение стенки снижает прочность днища, поэтому эта величина для деталей ответственного назначения строго регламентирована техническими условиями (до 10 %). Часто приходится преодолевать серьезные трудности, чтобы получить днище с допустимым утонением стенки [2].

При штамповке тонкостенных деталей $S_0/D_0 \times 100 < 1,0$ (где S_0 и D_0 — толщина и диаметр исход-

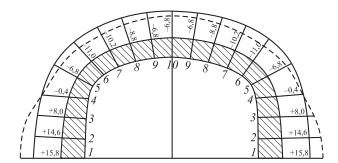


Рис. 1. Изменение толщины стенки штампованного дниша

Указанные значения соответствуют относительной деформации по толщине $\epsilon_{r},\,\%$

ной заготовки) с целью увеличения сил внешнего трения на пуансоне и, вследствие этого, уменьшения величины утонения стенки днища применяют штамповку заготовки с противодавлением эластичной, жидкостной или смешанной средой [8].

При прямой вытяжке эластичным пуансоном в жесткую матрицу может происходить утяжка фланца. Это наиболее характерно для днищ с параметром $S_0/D_0\cdot 100 < 1,5$. В таких случаях применяют жесткий прижим в сочетании с эластичным пуансоном либо специальные жесткие прижимные кольца для исключения неравномерного втягивания заготовки в жесткую кольцевую матрицу эластичным пуансоном [12, 13].

В ходе вытяжки в металле возникают растягивающие и сжимающие напряжения. При определенных геометрических соотношениях заготовка под действием преобладающих напряжений сжатия теряет устойчивость и начинает выпучиваться, образуя на некоторых участках складки (гофры), появление которых нарушает нормальный ход процесса вытяжки и часто приводит к браку [10—13].

Потеря устойчивости может быть различна по внешним признакам и природе ее образования:

- гофрообразование равномерные по всему периметру заготовки гофры или волнистости (при незначительном отношении высоты гофра к его длине);
- выпучины (вспучины) местные всплески на поверхности днища;
- складки гофры или отдельные выпучины (вспучины), у которых высота волны (всплеска) приближается к длине волны [14].

Исследования потери устойчивости заготовки в процессе формообразования оболочковых деталей типа днищ остаются достаточно актуальными,

и прежде всего, с точки зрения поиска критериев оценки возможности протекания процесса в оптимальных условиях без гофрообразования.

Чтобы расширить технологические возможности процесса вытяжки, стараются уменьшить тангенциальные напряжения сжатия на свободном участке заготовки между ее контактными участками с пуансоном и матрицей за счет увеличения меридиональных растягивающих напряжений путем повышения усилия прижима или применения устройства перетяжных порогов, т.е. за счет мероприятий, затрудняющих перемещение фланца заготовки в полость матрицы [15—17]. Однако указанные меры неизбежно ведут к увеличению местных утонений стенки днища, вследствие чего их можно применять только в отдельных случаях и ограниченно [1—6].

В случаях, если выпучины вызываются изгибающими моментами, при вытяжке применяют калибровку [1]. Для этой же цели используют глухой штамп, т.е. штамп с матрицей, конфигурация которой соответствует форме наружной поверхности днища, однако он имеет большую массу и сложен в изготовлении. А с увеличением относительного диаметра заготовки высота складок возрастает, и при калибровке получается зажим металла [1—5].

В исключительных случаях, когда необходимы особотонкостенные днища из специальной стали или сплава, может быть применена вытяжка с прокладками [1]. Заготовку сваривают по кромке с более толстой заготовкой — прокладкой из низкоуглеродистой стали. Сдвоенную заготовку штампуют по обычной технологии, при этом основная заготовка размещается сверху со стороны пуансона. Применяя две прокладки, располагаемые с обеих сторон основной заготовки, можно отштамповать весьма тонкостенные днища [12]. Серьезный недостаток такой технологии заключается в том, что после штамповки каждой детали прокладки выбрасываются, что влечет за собой перерасход металла в 3—12 раз [18].

Формообразование тонкостенных и особотонкостенных днищ сопровождается интенсивным гофрообразованием сжаторастянутой зоны заготовки. Это объясняется тем, что при штамповке сферообразной детали практически большая часть заготовки остается не прижатой к рабочим частям инструмента (это особенно характерно для жестких штампов) [18]. В таком случае штамповка осуществляется за несколько переходов путем пред-

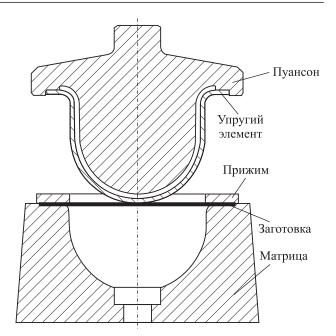


Рис. 2. Схема процесса в начальном положении

варительного набора металла и последующего придания детали окончательной формы [18].

Уменьшения разнотолщинности по образующей полусферы и упругой отдачи можно добиться за счет использования упругих свойств штамповой оснастки, в частности в инструментальных штампах для процессов вытяжки, формовки, обжима, раздачи и гибки [19, 20].

На рис. 2 представлена схема процесса штамповки с учетом упругих свойств штамповой оснастки. При ее использовании повышается точность геометрии детали, уменьшается гофрообразование, равномерно распределяются деформации в заготовке, снижаются разнотолщинность и утонение в опасном сечении и сокращается время технологического процесса в целом.

Таким образом, целью данной работы является разработка схемы процесса вытяжки тонкостенных осесимметричных деталей типа днищ в штампе с упругим элементом на пуансоне.

Методика исследований

В данной работе будем считать относительно тонкостенными детали с толщиной $S' = S_0/D_0 \times 100 \% = 1,5 \div 0,15$, а толстостенными — с $S' = 10,0 \div 5,0$ [2]. Для расчета технологических параметров используем инженерную методику [2].

Для решения данной задачи необходимо сделать ряд допущений:

- материал заготовки изотропен;
- схема напряженного состояния считается плоской;
- трение подчиняется закону Амонтона—Кулона [1—4]:

$$\tau_{\kappa} = f_{\mathrm{Tp}} q_{\mathrm{np}}, \tag{1}$$

где $\tau_{\rm K}$ — касательное напряжение, действующее на контактной поверхности и вызываемое силами трения, МПа; $f_{\rm Tp}$ — коэффициент трения; $q_{\rm np}$ — нормальное давление, действующее на заготовку со стороны прижима, МПа.

Известно, что при деформации вытяжкой внешний край заготовки несколько утолщается. Поэтому зазор между пуансоном и матрицей вытяжных штампов обычно делается равным максимальной толщине детали на кромке [1].

Наибольшее относительное утолщение внешней кромки заготовки после вытяжки под влиянием тангенциальных напряжений сжатия составляет [1]

$$S_{\kappa}/S_0 = \sqrt{D_0/d}, \qquad (2)$$

отсюда

$$S_{\kappa} = S_0 \sqrt{R_0 / r} = S_0 \sqrt{D_0 / d} = S_0 \sqrt{k},$$
 (3)

где $k=D_0/d$ — степень вытяжки, а при вытяжке деталей сферической формы его величина всегда постоянна и для любого диаметра равна k=1,4; D_0 — диаметр заготовки, мм; d — диаметр детали, мм; S_0 — толщина исходной заготовки, мм; $S_{\rm K}$ — толщина кромки фланца, мм.

Тогда зазор между матрицей и пуансоном равен

$$Z = 1,18S_0.$$
 (4)

Для исключения потери устойчивости заготовки на фланце необходимо использовать прижим. В большинстве случаев значения давлений устанавливаются экспериментально при отработке технологии штамповки первых деталей. Предварительный расчет усилий прижима проводится по формуле [1, 2]

$$Q = q_{\Pi p} F_{\Phi \Pi}, \tag{5}$$

где $F_{\Phi^{\Pi}}$ — площадь заготовки, находящейся под прижимом.

Усилие вытяжки определяется по выражению [1]

$$P_{\rm R} = \pi dS_0 \sigma_{\rm R} k_1, \tag{6}$$

где $\sigma_{\!_{B}}$ — предел прочности материала заготов-

ки, МПа; $k_1 = 1.8$ — коэффициент, зависящий от коэффициента вытяжки [1].

Для получения эффекта калибровки на завершающем этапе штамповки, опираясь на производственный опыт, следует увеличить усилие вытяжки в 5 раз [1].

Для заданной работоспособности и износостойкости упругого элемента на протяжении всего процесса вытяжки необходимо определить форму и размеры упругого элемента. Исходные данные следующие:

- вытягиваемая деталь осесимметричная;
- прижим выполнен в виде кольца;
- матрица закрытая, имеет форму изготовляемой детали;
- упругий элемент осесимметричный;
- внутренняя поверхность матрицы повторяет форму наружной поверхности детали;
- наружная поверхность упругого элемента имеет форму внутренней поверхности детали.

Прогиб упругого элемента зависит от изменения разнотолщинности на фланце заготовки и внутренних упругих сил. Под их действием он должен воздействовать на заготовку, уменьшая гофрообразование и утолщение, а после снятия нагрузки — принять начальную форму. Схема нагружения упругого элемента представлена на рис. 3.

В процессе вытяжки под действием усилия $P_{\rm B}$ упругий элемент прогибается, опираясь при этом на центральную часть заготовки. На него действуют поперечная сила $P_{\rm B}$ (усилие пуансона) и сила от опоры P, вследствие чего его радиус R_1 увеличивается до R_2 . Таким образом упругий элемент оказывает давление на заготовку и прижимает ее

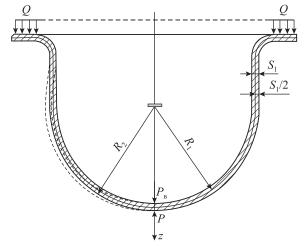


Рис. 3. Схема нагружения упругого элемента Пояснения в тексте

к поверхности матрицы. При этом сам он находится под действием внутренних нормальных сил в окружном (T_{θ}) и меридиональном (T_{ρ}) направлениях и сдвиговой силы (N). Эти силы (в H/м) принято относить к единице длины дуги [21]:

$$\begin{cases} T_{\theta} = \sigma_{\theta} S_{1}, \\ T_{\rho} = \sigma_{\rho} S_{1}, \\ N = \tau_{\kappa} S_{1}, \end{cases}$$
 (7)

где S_1 — толщина упругого элемента, мм; σ_θ и σ_ρ — напряжения внутри упругого элемента в окружном и меридиональном направлениях соответственно, МПа.

Для полусферы внутренние силы, действующие в окружном и меридиональном направлениях, равны

$$T_{\theta} = T_{\rho} = \rho R_1 / 2, \tag{8}$$

где $\rho = P_{\rm B}/F_{\rm c}$ — внутреннее давление со стороны пуансона, МПа; $F_{\rm c}$ = $2\pi R_{\rm l}^2$ — площадь внутренней поверхности упругого элемента, мм²; $R_{\rm l}$ — внутренний радиус упругого элемента, мм.

Чтобы упругий элемент пластически не деформировался, необходимо, чтобы напряжения, возникающие внутри него, не превосходили предела текучести материала σ_s , т.е. должно выполняться условие

$$\sigma_{\rho} = \sigma_{\theta} < \sigma_{s}, \tag{9}$$

где

$$\sigma_{\rho} = \sigma_{\theta} = \frac{\rho R_1}{2S_1}.\tag{10}$$

Из уравнений (7) и (8) следует, что толщина упругого элемента составит

$$S_1 = \frac{P_{\scriptscriptstyle B} R_1}{2F_{coh} \sigma_{\scriptscriptstyle T}},\tag{11}$$

где $\sigma_{\scriptscriptstyle T}$ — предел текучести, МПа.

Зазор между пуансоном и упругим элементом должен быть равен значению максимальной разнотолщинности детали на фланце:

$$Z_1 = S_K - S_0. (12)$$

Результаты и их обсуждение

Для проведения расчетов использовались следующие исходные данные:

— материал заготовки АМг6 ($\sigma_{\rm B} = 340~{\rm M}\Pi a$, $\sigma_{\rm c} = 170~{\rm M}\Pi a$);

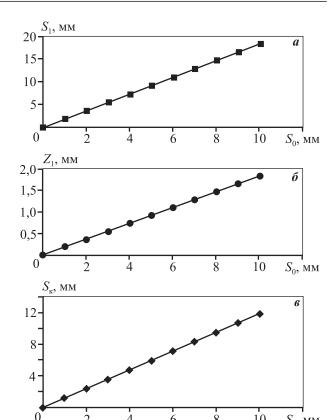


Рис. 4. Зависимости толщины упругого элемента (a), зазора между ним и пуансоном (δ) и максимальной толщины кромки детали (ϵ) от начальной толщины заготовки

- ее диаметр $D_0 = 150$ мм;
- материал упругого элемента $60\Gamma C$ ($\sigma_B = 700 \text{ M}\Pi a$, $\sigma_s = 510 \text{ M}\Pi a$);
- коэффициенты вытяжки k = 1,4 и $k_1 = 1,8$;
- коэффициент трения $f_{\rm TD} = 0.12$.

На рис. 4 представлены результаты расчета толщины упругого элемента, зазора между ним и пуансоном и максимальной толщины кромки детали, определенных по уравнениям (11), (12) и (3) соответственно, в зависимости от начальной толщины заготовки.

Расчеты по формулам (7)—(10) показали, что максимальное напряжение в упругом элементе в процессе штамповки равно $\sigma_{\rho}=225$ МПа, что не превышает предела текучести материала $60\Gamma C$.

Заключение

Установлены технологические параметры процесса штамповки с применением упругого элемента из стали $60\Gamma C$ для деталей типа полусферы ($D_0 = 150\,$ мм) из алюминиевого сплава АМг6 с коэф-

фициентом вытяжки k = 1,4 и различными толщинами заготовки (0,5-10 мм).

Расчеты показали, что минимальная толщина упругого элемента зависит от толщины изделия и составляет $S_1=1,83S_0$, но для удобства его изготовления этот размер можно упростить и принять постоянным: $S_1=2S_0$. Упругий элемент располагается на пуансоне, описывая его контур, и между ними имеется зазор $Z_1=S_{\rm K}-S_0$, величина которого зависит от максимальной разностолщинности детали, которая возникает на кромке фланца.

Эффект калибровки в конечной стадии процесса вытяжки позволяет добиться повышения точности изготавливаемых деталей. Также от воздействия упругого элемента на заготовку за счет возникновения дополнительных растягивающих напряжений уменьшается эффект гофрообразования.

В процессе штамповки упругий элемент пластически не деформируется, так как максимальные напряжения, возникающие внутри него (σ_{ρ} = 225 МПа), для толщин заготовки от 0,5 до 10 мм и соответствующих им толщин упругого элемента не превосходят предела текучести материала 60ГС (σ_{s} = 510 МПа), из которого он изготовлен [22]. После снятия нагрузки остаточные напряжения внутри объема упругого элемента равны нулю.

Таким образом, упругий элемент за счет увеличения трения блокирует опасное сечение, компенсирует упругое пружинение и позволяет получать детали с точными геометрическими размерами [23].

Литература

- 1. *Романовский В.П.* Справочник по холодной штамповке. Л.: Машиностроение, 1979.
- 2. *Сторожев М.В.* Теория обработки металлов давлением. М.: Машиностроение, 1977.
- 3. *Marciniak Z., Duncan J.L. Hu S.J.* Mechanics of sheet metal forming. 2-nd Ed. Chennai, India: Butterworth-Heinemann (Printed and bound in Great Britain, Planta Tree). 2002.
- 4. *Pearson C.E., Parkins R.N.* The extrusion of metals. London: Chapman & Hall, 1961.
- 5. *Dem'yanenko E.G.* A Technique of shaping the barrel-type pats // Russ. Aeronaut. 2014. Vol. 57. No. 2. P. 204—211.
- Демьяненко Е.Г. Формообразование тонкостенных осесимметричных деталей выпуклой и вогнутой формы на основе процесса отбортовки // Заготовит. пр-ва в машиностр. 2014. No. 7. C. 23—28.
- 7. *Ерисов Я.А., Гречников Ф.В.* Влияние параметров текстуры на устойчивость процессов формообразо-

- вания анизотропных заготовок // Изв. СНЦ РАН. 2012. Т. 14. No. 4. C. 293—298.
- Chen Jun, Shi Xiao-xiang, Ruan Xue-yu. Numerical simulation-driven optimization of sheet metal drawing part shape // Trans Nonferr. Met. Soc. China. 2003. Vol. 13. No. 4. P. 845—848.
- En-zhi Gao, Hong-wei Li, Hong-chaoKou, Hui Chang, Jin-shan Li, Lian Zhou. Influences of material parameters on deep drawing of thin-walled hemispheric surface part // Trans. Nonferr. Met. Soc. China. 2009. Vol. 19. P. 433—437.
- Jie Wu, Zengsheng Ma, Yichun Zhou, Chunsheng Lu. Prediction of failure modes during deep drawing of metal sheets with nickel coating // J. Mater. Sci. Technol. 2013. Vol. 29. No. 11. P. 1059—1066.
- 11. *Исаченков Е.И.* Штамповка резиной и жидкостью. 2-е изд. М.: Машиностроение, 1967.
- 12. *Бирюков Н.М.* Формообразование деталей из листового материала гидроэластичной средой по жесткому пуансону: Пат. 2212970 (РФ). 2003.
- 13. *Томилов М.Ф., Шагунов А.В.* Способ вытяжки эластичной средой: Пат. 2162759 (РФ). 2001.
- 14. *Головлев В.Д.* Расчеты процессов листовой штамповки. М.: Машиностроение, 1974.
- 15. *Sannders W.T.* Deep Drawing method and apparatus: Pat. 3494169 (USA). 1970.
- Bor-Tsuen Lin, Kun-Min Huang, Chun-Chih Kuo, Wen-Ting Wang. Improvement of deep drawability by using punch surfaces with microridges // J. Mater. Process. Technol. 2015. Vol. 225. P. 275—285.
- 17. *Walde T., Riedel H.* Simulation of earing during deep drawing of magnesium alloy AZ31 // Acta Mater. 2007. Vol. 55. P. 867—874.
- 18. *Мошнин Е.Н.* Технология штамповки крупногабаритных деталей. М.: Машиностроение, 1973.
- 19. Попов И.П., Зимарёв М.В., Нестеренко Е.С. Усовершенствование процессов штамповки тонкостенных конических деталей // Заготовит. про-ва в машиностр. 2012. No. 7. C. 18—21.
- 20. *Нестеренко Е.С., Попов И.П., Кузин А.О.* Моделирование операции двухугловой гибки в штампе с упругим элементом // Изв. СНЦ РАН. 2016. Т. 18. No. 4. С. 25—30.
- 21. *Бояршинов С.В.* Основы строительной механики машин: Учеб. пос. для вузов. М.: Машиностроение, 1987
- Davis J.R. Heat-resistant materials. ASM International, 1997.
- 23. *Nesterenko. E.* Stamping of hemispheric surface parts in die tool equipped with steel elastic element // Key Eng. Mater. 2016. Vol. 684. P. 234—241.

References

- Romanovskij V.P. Spravichnic po holodnoy shtampovke [Cold stamping handbook]. Leningrad: Machinistroenie, 1979.
- Storogev M.V. Teoriya obrabotki metallov davleniem [Theory of pressure metal treatment]. Moscow: Machinistroenie, 1977.
- Marciniak, Z. Duncan, J.L. Hu, S.J. Mechanics of sheet metal forming. 2-nd Ed. Chennai, India: Butterworth-Heinemann (Printed and bound in Great Britain, Planta Tree), 2002.
- 4. *Pearson C.E., Parkins R.N.* The extrusion of metals. London: Chapman & Hall, 1961.
- 5. *Dem'yanenko E.G.* A Technique of shaping the barrel-type pats. *Russ. Aeronaut.* 2014.Vol. 57. No. 2. P. 204—211.
- 6. *Dem'yanenko E.G.* Formoobrazovanie tonkostennix osesimmetrichnix detaley vipukloy i vognutoy formi na osnove processa otbortovki [Forming of thin-walled axisimmetric parts with buckled and concave shape based on bead forming process]. *Zagotovitelnie proizvodstva v mashinostroenii.* 2014. No. 7. P. 23—28.
- Erisov Y.A., Grechnikov F.V. Vliynie parametrof tekctury na ustoychivost processof formoobrazovaniy anizotropnix zagotovok [Influence of structure parameters on process stability of anisotropic blanks' forming]. Izvestiya Samarskogo nauchnogo tsentra RAN. 2012. No. 4. P. 293—298.
- 8. *Chen Jun, Shi Xiao-xiang, Ruan Xue-yu*. Numerical simulation-driven optimization of sheet metal drawing part shape. *Trans Nonferr. Met. Soc. China*. 2003. Vol. 13. No. 4. P. 845—848.
- En-zhi Gao, Hong-wei Li, Hong-chaoKou, Hui Chang, Jin-shan Li, Lian Zhou. Influences of material parameters on deep drawing of thin-walled hemispheric surface part. Trans. Nonferr. Met. Soc. China. 2009. Vol. 19. P. 433—477.
- Jie Wu, Zengsheng Ma, Yichun Zhou, Chunsheng Lu. Prediction of failure modes during deep drawing of metal sheets with nickel coating. J. Mater. Sci. Technol. 2013.
 Vol. 29. No. 11. P. 1059—1066.

- 11. *Isachenkov E.I.* Shtampovka rezinoy i gidkostu [Rubber and liquid forming]. Moscow: Mashinostroenie, 1967.
- 12. *Birukov N.M.* Formoobrazovanie detaley iz listovogo materiala gidroelastichnoy sredoy po gostkomu puansonu [Sheet metal forming by hydro-elastic fluid long solid punch]: Pat. 2212970 (RF). 2003.
- 13. *Tomilov M.F., Shagunov A.V.* Sposob vitygki elastichnoy sredoy [Forming method by elastic fluid]: Pat. 2162759 (RF). 2001.
- Golovlev V.D. Rascheti processov listovoy shtampovki [Designing of sheet metal forming processes]. Moscow: Mashinostroenie, 1974.
- 15. *Sannders W.T.* Deep Drawing method and apparatus: Pat. 3494169 (USA). 1970.
- Bor-Tsuen Lin, Kun-Min Huang, Chun-Chih Kuo, Wen-Ting Wang. Improvement of deep drawability by using punch surfaces with microridges. J. Mater. Process. Technol. 2015. Vol. 225. P. 275—285.
- 17. *Walde T., Riedel H.* Simulation of earing during deep drawing of magnesium alloy AZ31. *Acta Mater.* 2007. Vol. 55. P. 867—874.
- 18. *Moshnin E.N.* Tehnologiy shtampovki krupno gabaritnih detaley [Forming technique large machine part]. Moscow: Mashinostroenie, 1973.
- 19. *Popov I.P., Zimarev M.V., Nesterenko E.S.* Usovershenstvovanie processov shtampovki tonkostennih konicheskih detaley [Improvement of thin wall cone shape parts' forming]. *Zagotovitelnie proizvodstva v mashinostroenii.* 2012. No. 7. P. 18—21.
- 20. Nesterenko E.S., Popov I.P., Kuzin A.O. Modelirovanie operatsii dvuhuglovoiy gibki v shtampe s uprugim prigimom [Modeling of operation two-angular are flexible in a stamp with an elastic element]. Izvestiya Samarskogo nauchnogo tsentra RAN. 2016. Vol. 18. No. 4. P. 25—30.
- 21. *Boyarshinov S.V.* Osnovi stroitelnoy mahaniki mashin [Bases of machinery structural analyses]. Moscow: Mashinostroenie, 1987.
- 22. *Davis J.R.* Heat-resistant materials. ASM International, 1997.
- 23. *Nesterenko E.* Stamping of hemispheric surface parts in die tool equipped with steel elastic element. *Key Eng. Mater.* 2016. Vol. 684. P. 234—241.

УДК: 621.777

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-69-75

ПРЕССОВЫЙ УЗЕЛ УСТАНОВКИ CONFORM ДЛЯ НЕПРЕРЫВНОГО ПРЕССОВАНИЯ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ

© 2017 г. Ю.В. Горохов, В.Н. Тимофеев, С.В. Беляев, А.А. Авдулов, И.В. Усков, И.Ю. Губанов, Ю.С. Авдулова, А.Г. Иванов

Сибирский федеральный университет (СФУ), г. Красноярск

Статья поступила в редакцию 25.11.16 г., доработана 18.02.17 г., подписана в печать 28.02.17 г.

Рассмотрены технические особенности схемы получения пресс-изделий из цветных металлов непрерывным прессованием способом Conform. На основании анализа разновидностей конструкции прессового оборудования выявлен характерный для многих установок Conform недостаток — отсутствие связи между системой крепления неподвижной части разъемного контейнера (башмака) с валом приводного колеса. Это не позволяет в процессе работы установки соблюдать контролируемый зазор между башмаком и дном канавки, что, в свою очередь, нарушает стабильность подачи прутковой заготовки к матрице. Цель работы заключалась в создании новой системы крепления башмака, обеспечивающей стабильное протекание процесса непрерывного экструдирования металла. При этом ставилась задача создания жесткой и прочной связи между башмаком и валом рабочего колеса системой рычагов и тяг. Для ее решения предложена модернизированная конструкция прессового узла установки. Проектирование элементов привода и рабочих частей опытной установки Conform проводилось на основании расчетов энергосиловых параметров экструдирования алюминиевых и медных сплавов, значения которых определялись по формулам, приведенным в технической литературе. Полученные результаты использованы при прочностных расчетах деталей прессового узла по известным методикам. Практическое использование предложенной в работе конструкции откроет новые возможности в получении прессованной металлопродукции из цветных металлов со стабильно высоким уровнем свойств.

Ключевые слова: установка Conform, прессование цветных металлов, непрерывная экструзия, кольцевая канавка обода колеса, разъемный контейнер.

Горохов Ю.В. – докт. техн. наук, профессор кафедры обработки металлов давлением СФУ (660025, г. Красноярск, пр-т Красноярский рабочий, 95). E-mail: 160949@list.ru.

Иванов А.Г. — аспирант той же кафедры. E-mail: AGIvanov@krastsvetmet.ru.

Тимофеев В.Н. — докт. техн. наук, зав. кафедрой элекротехнологии и электротехники СФУ. E-mail: Viktortim0807@mail.ru.

Авдулов А.А. – канд. техн. наук, ст. преподаватель той же кафедры. E-mail: Avdulov@mail.ru.

Авдулова Ю.С. – ассистент той же кафедры. E-mail: Avdulova ys@mail.ru.

Беляев С.В. – докт. техн. наук, зав. кафедрой литейного производства СФУ.

Усков И.В. – канд. техн. наук, доцент той же кафедры. E-mail: uskov59@mail.ru.

Губанов И.Ю. – канд. техн. наук, доцент той же кафедры. E-mail: igubanov@sfu-kras.ru.

Для цитирования: *Горохов Ю.В., Тимофеев В.Н., Беляев С.В., Авдулов А.А., Усков И.В., Губанов И.Ю., Авдулова Ю.С., Иванов А.Г.* Прессовый узел установки Conform для непрерывного прессования цветных металлов // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2017. No. 4. C. 69—75. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-69-75.

Gorokhov Yu.V., Timofeev V.N., Belyaev S.V., Avdulov A.A., Uskov I.V., Gubanov I.Yu., Avdulova Yu.S., Ivanov A.G.

Die assembly of the Conform unit for continuous non-ferrous metal forming

The study covers technology features of making pressed items of non-ferrous metals by Conform continuous forming. The analysis of pressing equipment designs identified a disadvantage typical for many Conform units — the lack of connection between the system for securing the fixed part of the split container (shoe) and the impeller shaft. Therefore, it is impossible to ensure a controlled gap between the shoe and the groove bottom during the operation, which results in unstable bar stock feeding to the die. The paper aimed at the development of a new shoe attachment system to ensure a steady flow of continuous metal extrusion process. This provides for forming a rigid and strong connection between the shoe and the impeller shaft using the system of levers and rods. An upgraded die assembly was proposed to solve this problem. The drive components and working parts of the pilot Conform unit were designed based on power calculations made for extrusion of aluminum and copper alloys using the formulas provided in the technical literature. The obtained results were used for strength calculations of die assembly parts following the known methods. The

practical use of the design proposed in the paper will provide new opportunities to make pressed steel items of non-ferrous metals with a consistently high level of properties.

Keywords: Conform unit, non-ferrous metal forming, continuous extrusion, annular rim groove, split container.

Gorokhov Yu.V. – Dr. Sci (Tech.), Prof., Department «Metal forming», Siberian Federal University (SFU) (660025, Russia, Krasnoyarsk, pr-t Krasnoyarsiy rabochiy, 95). E-mail: 160949@list.ru.

Ivanov A.G. - Postgraduate student of the same Department. E-mail: AGIvanov@krastsvetmet.ru.

Timofeev V.H. – Dr. Sci (Tech.), Heat of Department of Electrotechnology and Electrical Engineering, SFU. E-mail: Viktortim0807@mail.ru.

Avdulov A.A. - Cand. Sci. (Tech.), Senior lecturer of the same Department. E-mail: Avdulova ys@mail.ru.

Avdulova Yu.S. – Assistant of the same Department. E-mail: Avdulova_ys@mail.ru.

Belyaev S.V. – Dr. Sci (Tech.), Prof., Heat of Department «Foundry production», SFU.

Uskov I.V. - Cand. Sci. (Tech.), Associate professor of the same Department. E-mail: uskov59@mail.ru.

Gubanov I.Yu. - Cand. Sci. (Tech.), Associate professor of the same Department. E-mail: igubanov@sfu-kras.ru.

Citation: Gorokhov Yu.V., Timofeev V.N., Belyaev S.V., Avdulov A.A., Uskov I.V., Gubanov I.Yu., Avdulova Yu.S., Ivanov A.G. Pressovyi uzel ustanovki Conform dlya nepreryvnogo pressovaniya tsvetnykh metallov. *Izv. vuzov. Tsvet. metallurgiya*. 2017. No. 4. P. 69–75. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2017-4-69-75.

Анализ особенностей непрерывного прессования способом Conform

Повышение конкурентоспособности продукции отечественной металлургической промышленности на мировом рынке возможно главным образом за счет планомерной разработки и реализации инновационных проектов, базирующихся на последних достижениях научно-технического прогресса. Одним из основных направлений инновационного управления металлургическим производством является освоение гибких, компактных, энергосберегающих автоматизированных линий для изготовления металлоизделий методами непрерывного прессования.

Из рассмотренных в работах [1—4] способов непрерывного получения пресс-изделий неограниченной длины наиболее распространенным является непрерывное прессование по методу Conform, отличающееся простотой осуществления, легкостью управления, малой энергоемкостью, высокими производительностью и выходом годного, а также возможностью достижения больших степеней деформации.

Способ Conform основан на применении разъемного контейнера, неподвижная часть которого, называемая «башмаком», сопрягается с канавкой (ручьем) по периферии вращающегося инструмента типа колеса, причем в башмаке установлены матрица и опорная вставка, которая перекрывает ручей колеса [5, 6]. При подаче прутка в зазор между канавкой колеса и прижимным роликом происходит обжатие заготовки, при этом возникает сила контактного трения по поверхности подвиж-

ной части контейнера. Эта сила нарастает по мере продвижения заготовки по контейнеру и достигает величины, необходимой для экструдирования металла в отверстие матрицы.

На рис. 1 приведена одна из схем непрерывного прессования цветных металлов способом Conform с применением форкамеры, позволяющей прессовать профиль большего поперечного сечения относительно сечения контейнера.

В зоне непосредственно перед матрицей заготовка подвергается интенсивному пластическому деформированию (раздавливанию) и заполняет

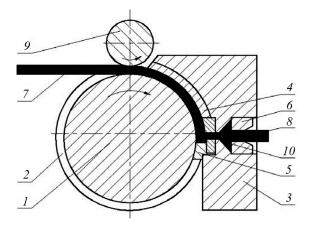


Рис. 1. Схема осуществления способа Conform с форкамерой

1 — рабочее колесо, 2 — ручей колеса, 3 — башмак,

4 — кольцевая вставка, 5 — опорная вставка, 6 — матрица,

7— прутковая заготовка, $\pmb{8}$ — пресс-изделие, $\pmb{9}$ — прижимной ролик,

10 – форкамера

все сечение канавки (зона первичного захвата при выдавливании). По мере поворота колеса сжимающее усилие, приложенное к заготовке, увеличивается и достигает величины, необходимой для заполнения форкамеры и экструдирования материала через отверстие в матрице, т.е. начинается процесс непрерывного прессования. Зона неполного контакта заготовки с поверхностью канавки (зона первичного захвата) служит для развития давления, требуемого для пластического деформирования материала и заполнения контейнера на участке перед форкамерой. В качестве заготовки можно использовать обычную проволоку, причем процесс ее деформирования — втягивание в камеру прессования по мере поворота колеса, предварительное профилирование и заполнение канавки в колесе, создание рабочего усилия и, наконец, прессование — идет непрерывно, т.е. реализуется технология непрерывной экструзии металла [4, 5].

В результате аналитических исследований конструктивных и технологических особенностей непрерывного прессования Conform, проведенных сотрудниками Сибирского федерального университета [1, 2, 6—8], был спроектирован ряд прессовых узлов для опытно-промышленных установок. Одна из последних моделей установки Conform, используемая для переработки некомпактных алюминиевых материалов [7], представлена на рис. 2, а конструктивные элементы прессового узла — на рис. 3.

Установка состоит из рабочего блока, включающего приводное колесо с ручьем прямоугольного сечения, неподвижной части контейнера (башмака) с системой крепления и фиксирования в рабочем положении, передаточного звена и электродвигателя постоянного тока. Мощность двигателя, применяемого для привода рабочего блока установки, составляет 90 кВт, что позволяет проводить процесс непрерывного прессования металла с высокими степенями деформации. Для увеличения крутящего момента на валу рабочего блока в состав привода входит редуктор с передаточным числом 44,01. Ведомый вал редуктора с помощью соединительной муфты связан с валом рабочего узла. На валу шпонкой закреплен бандаж с предусмотренным в нем ручьем. Для прессования заготовки диаметром до 16 мм диаметр бандажа принят равным 300 мм. Вал установлен в двух стойках на подшипниках качения.

Ha puc. 4 приведен общий вид установки Conform фирмы «Dalian Conform Technical Co., Ltd»

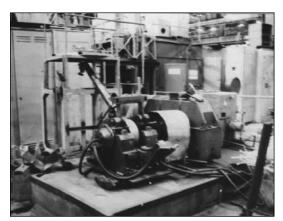


Рис. 2. Установка Conform на участке по изготовлению лигатурных прутков из гранулированных алюминиевых сплавов [7]

(Китай) [6, 9], конструкция которой не имеет принципиальных отличий от вышеописанных.

В процессе промышленного использования этих установок выявлены некоторые недостатки, из которых можно выделить отсутствие связи между системой крепления башмака с валом рабочего колеса, что обусловлено креплением неподвижной части контейнера (башмака) к стойкам станины. Это обстоятельство значительно затрудняет в ходе работы прессового узла установки надежно контролировать величину зазора между кольцевой вставкой башмака и дном ручья колеса, что, в свою очередь, нарушает стабильность подачи прутковой заготовки к матрице и равномернсть скорости истечения металла в отверстие матрицы.

Цель настоящей работы — создание системы крепления башмака и фиксирования его в рабочем положении, обеспечивающей реализацию условий для стабильного протекания процесса непрерывного экструдирования металла в отверстие пресс-матрицы.

Разработка конструктивных элементов установки Conform, обеспечивающих повышение устойчивости процесса непрерывного прессования металлов

Для достижения поставленной цели авторами предложена конструкция прессового узла установки, основные элементы которой представлены на рис. 5.

Проектирование элементов привода и рабочих частей опытной установки Conform проводилось на основании расчетов энергосиловых параметров экструдирования алюминиевых и медных спла-

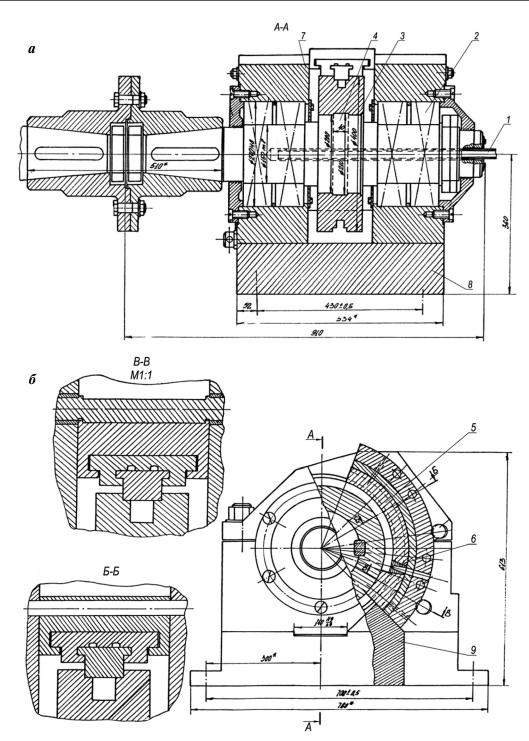


Рис. 3. Элементы прессового узла опытно-промышленной установки Conform

 \boldsymbol{a} — разрез фронтального вида, $\boldsymbol{\delta}$ — вид сбоку

1 — трубка для подачи хладагента, 2 — подшипники, 3 — бандаж, 4 — вал, 5 — вставка, 6 — матрица, 7 — стойка, 8 — основание, 9 — упор

вов, значения которых определялись по формулам, приведенным в технической литературе [2, 8, 13]. Полученные результаты использованы при прочностных расчетах деталей прессового узла по известным методикам.

На рис. 5 видно, что система крепления башмака I выполнена с учетом кинематических особенностей процесса прессования Conform. Для этого предусмотрены:

— фиксация башмака в рабочем положении без



Рис. 4. Общий вид установки Conform фирмы «Dalian Conform Technical Co., Ltd» (Китай) [6]

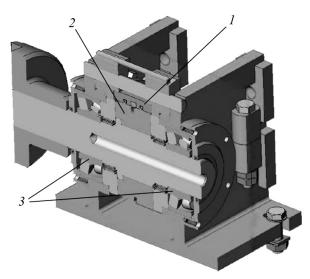


Рис. 5. Прессовый узел установки Conform (разрез) с новой системой крепления башмака

1 – башмак, 2 – рабочее колесо, 3 – подшипники качения

влияния радиального биения вала на размеры сечения камеры прессования;

- обеспечение возможности регулирования положения кольцевой вставки и матрицы в ручье колеса 2;
 - удобство при замене рабочего инструмента;
- регистрация энергосиловых и температурных параметров процесса экструдированя металла.

Башмак имеет форму кольцевого сегмента, внутренний диаметр которого равен диаметру втулок, посаженных на подшипники качения 3, надетые на вал по обе стороны колеса 2. Башмак внутренней поверхностью прилегает к втулкам подшипников и крепится к ним болтами, причем между поверхностями колеса и башмака сохраняется некоторый зазор определенной величины. Таким образом, башмак, связанный с валом посредством

крепежных болтов, подушек и подшипников, поворачивается вокруг оси вала независимо от вращения рабочего колеса. Для размещения вставки и матрицы в башмаке предусмотрен кольцевой фигурный паз. Фиксирование помещенной в паз вставки с матрицей в рабочем положении производится прижимными болтами, расположенными в резьбовых отверстиях башмака. Вставка, являясь четвертой стороной калибра, входит в него на некоторую глубину, обеспечивая герметичность камеры прессования в радиальном направлении.

Фиксация башмака относительно канавки в тангециальном относительно вращения колеса направлении достигается с помощью неподвижного упора, закрепленного в основании станины и обеспечивающего стабильное протекание процесса прессования. Между упором и башмаком предусмотрена площадка, где для измерения силы прессования располагается месдоза.

Подготовка к работе и пуск установки производятся следующим образом. Матрица и вставка (см. рис. 5) соответствующих размеров помещаются в фигурный паз башмака, где их положение фиксируется прижимными болтами. Башмак с установленными в нем матрицей и вставкой крепится к втулкам подшипников болтами. Колесо приводится во вращение запуском электродвигателя. Заготовка определенного профиля подается в калибр, захватывается им и поступает в камеру прессования. Передний конец заготовки достигает матрицы, после чего распрессовывается по поперечному сечению камеры, увеличивая при этом силу контактного трения между стенками ручья колеса и заготовкой до усилия, необходимого для выдавливания изделия в канал матрицы. Процесс подачи заготовки в камеру, ее распрессовка и выдавливание происходят непрерывно по мере вращения колеса.

Заключение

На основании проведенного анализа особенностей существующих конструкций установок Conform авторами предложена новая система крепления башмака, значительно повышающая стабильность осуществления устойчивого процесса непрерывного экструдирования металла в отверстие пресс-матрицы.

На спроектированной установке планируется проведение серии экспериментов с целью усовершенствования технологии и повышения качества

профилей из цветных металлов в свете развития результатов последних достижений в этой области, опубликованных в работах [10—21].

Разработка конструкторской документации на установку Conform выполнена в OOO «НПЦ Магнитной гидродинамики» в рамках проекта «Разработка технологии производства проволоки из специальных алюминиевых сплавов для нужд авиакосмической промышленности», поддержанного Правительством Красноярского края и КГАУ «Красноярский краевой фонд поддержки научной и научно-технической деятельности» по конкурсу научно-технических проектов, направленных на кооперацию учреждений и организаций научно-образовательного комплекса Красноярского края по заказу промышленных предприятий в 2016 г.

Литература

- 1. Сидельников С.Б., Горохов Ю.В., Беляев С.В. Инновационные совмещенные технологии при обработке металлов // Журн. СФУ. Сер.: Техника и технологии. 2015. Т. 8. No. 2. С. 185—191.
- Горохов Ю.В., Шеркунов В.Г., Довженко Н.Н., Беляев С.В., Довженко И.Н. Основы проектирования процессов непрерывного прессования металлов. Красноярск: СФУ, 2013.
- 3. *Баузер М., Зауер Г., Зигерт К.* Прессование: Справ. рук-во / Пер. с нем. под ред. В.Л. Бережного. М.: Алюмсил МВиТ, 2009.
- Морозов А.А. Непрерывное прессование способом «Конформ» // Инновационная наука. 2015. No. 12-2. C. 104-105.
- 5. *Goodes I.M.* Continuous extrusion by the Conform process // Wire Ind. 1975. Vol. 501. P. 677—685.
- Мочалин И.В., Горохов Ю.В., Беляев С.В., Губанов И.Ю. Экструдирование медных шин на установке Конформ с форкамерой // Цвет. металлы. 2016. No. 5. C. 75—78.
- Шеркунов В.Г., Горохов Ю.В., Константинов И.Л., Катрюк В.П., Иванов Е.В. Использование способа Конформ для переработки стружки из алюминиевых сплавов // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2015. No. 3. C. 60—63.
- 8. Горохов Ю.В., Осипов В.В., Солопко И.В, Катрюк В.П. Расчет температурных полей деформационной зоны при непрерывном прессовании металлов методом Конформ // Вестник МГТУ им. Г.И. Носова. 2012. No. 1. C. 31—34
- 9. *Yun X.-B., Yao M.-L., Wu Y., Song B.-Y.* Numerical simulation of continuous extrusion extending forming under the large expansion ratio for copper strip // Appl. Mech. Mater. 2011. Vol. 80-81. P. 91—95.
- 10. Raab G.I., Raab A.G., Shibakov V.G. Analysis of shear

- deformation scheme efficiency in plastic structure formation processes // Metalurgija. 2015. Vol. 54. No. 2. P. 423—425.
- Semenova I.P., Polyakov A.V., Raab G.I., Lowe T.C., Valiev R.Z. Enhanced fatigue properties of ultrafine-grained ti rods processed by ECAP-Conform // J. Mater. Sci. 2012. Vol. 47. No. 22. P. 7777—7781.
- 12. Zhou T.G., Jiang Z.Y., Wen J.L., Li H., Tieu A.K. Semi-solid continuous casting—extrusion of AA6201 feed rods // Mater. Sci. Eng. 2012. Vol. 8. P. 108—114.
- 13. Аборкин А.В., Елкин А.И., Бабин Д.М. Особенности изменения энергосиловых параметров, температуры и гидростатического давления при непрерывном прессовании некомпактного алюминиевого материала // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2015. No. 6. С. 23—29.
- Fu-rong Cao, Jing-lin Wen, Hua Ding. Force analysis and experimental study of pure aluminum and Al—5%Ti—1%B alloy continuous expansion extrusion forming process // Trans. Nonferr. Met. Soc. China. 2013 Vol. 23 P. 201—207.
- 15. Yun X.-B., Yao M.-L., Zhao Y., Yang J.-Y., Li B., Song B.-Y. Effect of the preventing mould and die structure on continuous extrusion deforming under large expansion ratio // Suxing Gongcheng Xuebao: J. Plasticity Eng. 2011. Vol. 18. No.4. P. 1—5.
- 16. Горохов Ю.В., Беляев С.В., Усков И.В., Константинов И.Л., Губанов И.Ю., Горохова Т.Ю., Храмцов П.А. Применение процесса совмещенного литья прессования при изготовлении алюминиевой проволоки для пайки волноводов // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2016. No. 6. C. 65—70.
- 17. *Mitka M., Gawlik M., Bigaj M., Szymanski W.* Continuous rotary extrusion (CRE) of flat sections from 6063 alloy // Key Eng. Mater. 2015. Vol. 641. P. 183—189.
- Popescu I.N., Bratu V., Rosso M., Popescu C., Stoian E.V.
 Designing and continuous extrusion forming of Al—Mg—Si contact lines for electric railway // J. Optoelectr.
 Adv. Mater. 2013. Vol. 15. P. 712—717.
- 19. Zhao Y., Song B.-Y., Yun X.-B., Pei J.-Y., Jia C.-B., Yan Z.-Y. Effect of process parameters on sheath forming of continuous extrusion sheathing of aluminum // Trans. Nonferr. Met. Soc. China (Eng. Ed.). 2012. Vol. 22 (12). P. 3073—3080.
- 20. *Erdmann M.* Continuous extrusion process // KGK-Kautschuk Gummi Kunststoffe. 2012. Bd. 65. S. 16—19.
- 21. Fan Z.X., Song B.Y., Yun X.B., Mohanraj J., Barton D.C. An analysis of the contact stress distribution at the surface of the tooling during the Conform process: Proc. Institution of Mechanical Engineers. Pt. E // J. Process Mechan. Eng. 2013. Vol. 223 (4). P. 243—250.

References

- Sidel'nikov S.B., Gorokhov Yu.V., Belyaev S.V. Innovatsionnye sovmeshchennye tekhnologii pri obrabotke metallov [Innovative technologies combined in the processing metals]. Zhurnal Sibirskogo federal'nogo universiteta. Ser.: Tekhnika i tekhnologii. 2015. Vol. 8. No. 2. P. 185—191.
- Gorokhov Yu.V., Sherkunov V.G., Dovzhenko N.N., Belyaev S.V., Dovzhenko I.N. Osnovy proektirovaniya protsessov nepreryvnogo pressovaniya metallov [Fundamentals of process of continuous extrusion of metals]. Krasnoyarsk: SFU, 2013.
- 3. *Bauzer M., Zauer G., Zigert K.* Pressovanie [Pressing: Ref. guide]. Moscow: Alyumsil MViT, 2009.
- Morozov A.A. Nepreryvnoe pressovanie sposobom «Conform» [Continuous extrusion method Conform]. Innovatsionnaya nauka. 2015. Vol. 12(2). P. 104—105.
- Goodes I.M. Continuous extrusion by the Conform process. Wire Ind. 1975. Vol. 501. P. 677—685.
- Mochalin I.V., Gorokhov Yu.V., Belyaev S.V., Gubanov I.Yu.
 Ekstrudirovanie mednykh shin na ustanovke Conform s forkameroi [Extruding copper busbars Conform to install prechamber]. Tsvet. metally. 2016. Vol. 5 P. 75—78.
- Sherkunov V.G., Gorokhov Yu.V., Konstantinov I.L., Katryuk V.P., Ivanov E.V. Ispol'zovanie sposoba Conform dlya pererabotki struzhki iz alyuminievykh splavov [Use of a way Konform for processing of shaving from aluminum alloys]. Izv. vuzov. Tsvet. metallurgiya. 2015. No. 3. P. 60—63.
- 8. Gorokhov Yu.V., Osipov V.V., Solopko I.V, Katryuk V.P. Raschet temperaturnykh polei deformatsionnoi zony pri nepreryvnom pressovanii metallov metodom Conform [The calculation of the temperature fields of the deformation zone in a continuous extrusion of metals by Conform]. Vestnik MGTU. 2012. Vol. 1. P. 31—34.
- 9. *Yun X.-B., Yao M.-L., Wu Y., Song B.-Y.* Numerical simulation of continuous extrusion extending forming under the large expansion ratio for copper strip. *Appl. Mech. Mater.* 2011. Vol. 80-81. P. 91—95.
- Raab G.I., Raab A.G., Shibakov V.G. Analysis of shear deformation scheme efficiency in plastic structure formation processes. *Metalurgija*. 2015. Vol. 54. No. 2. P. 423— 425.
- Semenova I.P., Polyakov A.V., Raab G.I., Lowe T.C., Valiev R.Z. Enhanced fatigue properties of ultrafine-grained ti rods processed by ECAP-Conform. J. Mater. Sci. 2012. Vol. 47. No. 22. P. 7777—7781.

- 12. Zhou T.G., Jiang Z.Y., Wen J.L., Li H., Tieu A.K. Semi-solid continuous casting—extrusion of AA6201 feed rods. Mater. Sci. Eng. 2012. Vol. 8. P. 108—114.
- 13. Aborkin A.V., Elkin A.I., Babin D.M. Osobennosti izmeneniya energosilovykh parametrov, temperatury i gidrostaticheskogo davleniya pri nepreryvnom pressovanii nekompaktnogo alyuminievogo materiala [Features of change of power parameters, temperature and hydrostatic pressure in a continuous extrusion of non-compact aluminum material]. Izv. vuzov. Tsvet. metallurgiya. 2015. Vol. 6. P. 23—29.
- 14. Fu-rong Cao, Jing-lin Wen, Hua Ding. Force analysis and experimental study of pure aluminum and Al—5%Ti—1%B alloy continuous expansion extrusion forming process. Trans. Nonferr. Met. Soc. China. 2013 Vol. 23 P. 201—207.
- Yun X.-B., Yao M.-L., Zhao Y., Yang J.-Y., Li B., Song B.-Y.
 Effect of the preventing mould and die structure on continuous extrusion deforming under large expansion ratio.
 Suxing Gongcheng Xuebao: J. Plasticity Eng. 2011. Vol. 18.
 No.4. P. 1—5.
- 16. Gorokhov Yu.V., Belyaev S.V., Uskov I.V., Konstantinov I.L., Gubanov I.Yu., Gorokhova T.Yu., Khramtsov P.A. Primenenie protsessa sovmeshchennogo lit'ya pressovaniya pri izgotovlenii alyuminievoi provoloki dlya paiki volnovodov [The application process of the combined casting pressing in the manufacture of aluminum wire solder waveguides]. Izv. vuzov. Tsvet. metallurgiya. 2016. Vol. 6.P. 65—70.
- 17. *Mitka M., Gawlik M., Bigaj M., Szymanski W.* Continuous rotary extrusion (CRE) of flat sections from 6063 alloy. *Key Eng. Mater.* 2015. Vol. 641. P. 183—189.
- Popescu I.N., Bratu V., Rosso M., Popescu C., Stoian E.V.
 Designing and continuous extrusion forming of Al—Mg—Si contact lines for electric railway. J. Optoelectr. Adv. Mater. 2013. Vol. 15. P. 712—717.
- Zhao Y., Song B.-Y., Yun X.-B., Pei J.-Y., Jia C.-B., Yan Z.-Y.
 Effect of process parameters on sheath forming of continuous extrusion sheathing of aluminum. Trans. Nonferr.
 Met. Soc. China (Eng. Ed.). 2012. Vol. 22 (12). P. 3073—3080.
- 20. *Erdmann M.* Continuous extrusion process. *KGK-Kauts-chuk Gummi Kunststoffe*. 2012. Bd. 65. S. 16—19.
- 21. Fan Z.X., Song B.Y., Yun X.B., Mohanraj J., Barton D.C. An analysis of the contact stress distribution at the surface of the tooling during the Conform process: Proc. Institution of Mechanical Engineers. Pt. E. J. Process Mechan. Eng. 2013. Vol. 223 (4). P. 243—250.

РОЛЬ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ ИНФРАСТРУКТУРЫ В ИННОВАЦИОННОМ РАЗВИТИИ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ РОССИИ

© 2017 г. М.К. Мелконян, Ю.О. Красильникова

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва

Статья поступила в редакцию 04.06.17 г., подписана в печать 09.06.17 г.

Исследовательские инфраструктуры являются не только основой передовых научных исследований, но и важным элементом инновационного развития российской металлургической промышленности. Ее модернизации и повышению конкурентоспособности на мировых рынках может способствовать использование возможностей открытого доступа как к российской, так и европейской инфраструктурам. В статье рассмотрены типы и правила такого доступа. Транснациональный доступ к инфраструктуре возможен только на конкурсной основе: 20 % экспериментального времени предусмотрено для исследовательских групп из России и некоторых других стран. Виртуальный доступ обеспечивает бесплатный доступ к электронной инфраструктуре — мощным компьютерам, сетям и банкам данных в различных тематических областях. Кроме того, описаны информационные ресурсы, помогающие найти необходимые сведения об основных европейских исследовательских инфраструктурах.

Ключевые слова: исследовательская инфраструктура, транснациональный доступ, удаленный доступ, виртуальный доступ, Европейская программа исследований и инноваций «Горизонт 2020», Национальная контактная точка «Исследовательские инфраструктуры».

Мелконян М.К. – канд. физ.-мат. наук, гл. специалист Отдела научно-технической информации и молодежных программ НИТУ «МИСиС» (119049, г. Москва, Ленинский пр-т, 4). E-mail: fp7-infra@misis.ru.

Красильникова Ю.О. – руководитель указанного отдела. E-mail: yulia@misis.ru.

Для цитирования: *Мелконян М.К., Красильникова Ю.О.* Роль исследовательской инфраструктуры в инновационном развитии металлургической промышленности России // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2017. No. 4. C. 76—79.

Melkonyan M.K., Krasilnikova Yu.O.

The role of research infrastructure in innovation of the metallurgical industry of Russia

Research infrastructures play a vital role in advanced scientific research. At the same time they are an important element of innovative development of the Russian metallurgical industry. Its modernization and improved competitiveness on global markets can be facilitated by the opportunities of the open access both to Russian and European research infrastructures. The paper describes the types and rules of access. Transnational access to European research infrastructures is possible only on a competitive basis where up to 20% of the test time is provided to user teams from Russia and some other countries. Virtual access ensures free of charge access to e-Infrastructure, namely to powerful computers, networks and databanks in various fields. In addition, the paper describes information resources providing all necessary data about the main European research infrastructures.

Keywords: research infrastructure, transnational access, remote access, virtual access, European programme for Research and Innovation Horizon 2020, National contact point for research infrastructures.

Melkonyan M.K. – Cand. Sci. (Phys.-Math.), Leading expert, Department of S&T information and youth policy, National University of Science and Technology «MISIS» (119049, Russia, Moscow, Leninskii pr., 4). E-mail: fp7-infra@misis.ru

Krasilnikova Yu.O. - Head of the Department of S&T information and youth policy, NUST «MISIS». E-mail: yulia@misis.ru.

Citation: *Melkonyan M.K., Krasilnikova Yu.O.* Rol' issledovatel'skoi infrastruktury v innovatsionnom razvitii metallurgicheskoi promyshlennosti Rossii. *Izv. vuzov. Tsvet. metallurgiya.* 2017. No. 4. P. 76–79.

Введение

Инновационное развитие металлургии связано с активным внедрением результатов научных исследований и разработок, непосредственным участием промышленности в формировании ак-

туальных для отрасли научных приоритетов, использованием возможностей сложившейся в стране исследовательской инфраструктуры для сертификации промышленных образцов, разра-

ботки единых стандартов, обеспечения метрологической и диагностической поддержки прикладных и фундаментальных исследований.

Современная исследовательская инфраструктура Российской Федерации включает центры коллективного пользования (ЦКП) и уникальные научные установки (УНУ), многие из которых специализируются в области материаловедения [1]. Центры коллективного пользования обслуживают не только исследователей, но и представителей промышленности, играют важную роль в подготовке квалифицированных специалистов для науки и промышленности [2].

Основной задачей ЦКП является обеспечение доступа к современному научно-исследовательскому оборудованию ученым и представителям промышленности. В 2016 г. было принято Постановление Правительства РФ № 429 «О требованиях к центрам коллективного пользования научным оборудованием и уникальным научным установкам, которые созданы и (или) функционирование которых обеспечивается с привлечением бюджетных средств, и правилах их функционирования». Документ создает устойчивую нормативную базу для более эффективного оказания услуг центрами коллективного пользования сторонним организациям [3].

Дополнительным стимулом для развития металлургической отрасли может стать использование возможностей открытого доступа к европейской инфраструктуре научных исследований, которые предлагают уникальные возможности для проведения научных исследований и реализации промышленно-ориентированных проектов на базе передового оборудования в лучших исследовательских центрах [4].

Целью данной статьи является информирование российских пользователей о типах и правилах доступа к европейской инфраструктуре, возможностях проведения исследований на базе европейских научных центров в рамках Европейской программы исследований и инноваций «Горизонт 2020» [5].

Категории доступа к европейской исследовательской инфраструктуре

В Европейской программе исследований и инноваций «Горизонт 2020» различают две категории доступа пользователей к инфраструктуре: виртуальный и транснациональный [6].

Виртуальный доступ — это доступ к электронным инфраструктурам, в частности мощным компьютерам, сетям, банкам данных, а также возможность безопасного хранения большого количества научных данных и участия в виртуальных сообществах исследователей. Предоставляемые провайдерами виртуальные услуги периодически оцениваются специальными внешними экспертными советами, а Еврокомиссия на регулярной основе запрашивает статистику пользователей инфраструктуры по критерию страновой принадлежности и, где это возможно, данные о результатах ее использования (публикации, патенты и т.д.).

Транснациональный доступ — это право бесплатного доступа к европейской инфраструктуре для отдельных исследователей, научных групп и представителей промышленности, в частности малых и средних предприятий, независимо от гражданства.

Различают непосредственный транснациональный доступ к инфраструктуре с возможностью проведения на ней исследований и удаленный транснациональный доступ, когда исследователь получает право использования в удаленном режиме эталонных материалов/образцов и проведения их анализа. Удаленный доступ отличается от виртуального и реализуется на практике в соответствии с правилами транснационального доступа.

Отбор исследователей и научных групп проводится на конкурсной основе по результатам независимой экспертизы проектных заявок с описанием планируемых на базе инфраструктуры экспериментов. В заявке должна содержаться информация о времени доступа и себестоимости «единицы доступа к инфраструктуре», которая рассчитывается по специальной методологии и включается в Соглашение о гранте.

Большинство участников проектной заявки должны работать в странах, отличных от страны, где расположена инфраструктура. Если последняя состоит из нескольких объектов, расположенных в разных странах и управляемых разными юридическими лицами, это условие применяется к каждому объекту. Исключение составляют распределенные инфраструктуры, предлагающие удаленный доступ к тому же набору услуг, инфраструктуры международных организаций, Объединенного исследовательского центра Еврокомиссии и европейских консорциумов по исследовательской инфраструктуре.

Группы пользователей, в которых все или большинство участников работают в неевропейских странах, могут быть также поддержаны, но кумулятивный доступ, предоставляемый им, составляет не более 20 % от общего количества единиц доступа, предоставляемых по гранту. В исключительных и обоснованных случаях более высокой процент доступа для пользователей из третьих стран может быть предусмотрен в Соглашении о гранте.

Преимущественное право на транснациональный доступ имеют те группы пользователей, которые готовы широко информировать о результатах исследований, сгенерированных в рамках проекта. Исключение сделано для малых и средних предприятий.

Продолжительность работы в исследовательской инфраструктуре обычно ограничивается 3 месянами

Затраты на транснациональный доступ должны быть отражены в проектной заявке. Заявителям необходимо заранее рассчитать возможные расходы провайдера на предоставление доступа:

- текущие расходы на установку;
- расходы, связанные с материально-техническим и научно-техническим обеспечением доступа, включая предварительные тренинги, подготовительные и заключительные мероприятия, необходимые для проведения экспериментов.

Самая полная база данных европейских исследовательских инфраструктур в различных тематических областях доступна на сайте специального проекта Седьмой рамочной программы ЕС [7]. Она включает 919 инфраструктур научных исследований (данные на конец мая 2017 г.).

С целью оптимизации вопросов транснационального доступа к европейским инфраструктурам созданы специальные интерактивные карты, которые доступны на сайте Еврокомиссии [8].

В программе «Горизонт 2020» транснациональный доступ обеспечивается в рамках мероприятий по интеграции (INFRAIA — Integrating Activities), конечная цель которых — способствовать открытости ключевых национальных и региональных инфраструктур для научных групп, отдельных исследователей и представителей промышленности.

Актуальная информация об открытых конкурсах транснационального/виртуального досту-

па предлагается на сайте сетевого проекта национальных контактных точек по тематическому направлению «Исследовательские инфраструктуры» [9].

База данных включает все текущие проекты программы «Горизонт 2020» и Седьмой рамочной программы ЕС, которые открыли свои инфраструктуры пользователям.

Для каждого проекта дается краткое описание правил транснационального/виртуального доступа, а также крайние сроки подачи заявок на открытые конкурсы, необходимые ссылки на сайт проекта и страницу доступа к соответствующей инфраструктуре. Поиск возможен по тематическому домену и типу доступа.

Для более активного использования российскими исследователями возможностей транснационального и виртуального доступа к европейской инфраструктуре остаются актуальными:

- своевременное информирование о конкурсах доступа, периодически объявляемых европейскими лабораториями;
- консультирование по вопросам подготовки проектных заявок и обоснования необходимости использования инфраструктуры в исследованиях:
- сбор и структурирование информации об европейских открытых банках данных в разных тематических областях.

Национальная контактная точка по тематическому направлению «Исследовательские инфраструктуры» программы «Горизонт 2020» в России на регулярной основе информирует потенциальных пользователей о возможностях транснационального и виртуального доступа к европейской исследовательской инфраструктуре, оказывает необходимые консультационные услуги и поддерживает специализированный сайт [10].

Заключение

Анализ правил доступа российских исследователей и представителей промышленности к европейской исследовательской инфраструктуре подтверждает возможность проведения исследований только на конкурсной основе. Определена квота на бесплатный транснациональный доступ для пользователей из России и некоторых других стран.

Виртуальный доступ к электронной инфраструктуре является бесплатным.

Статья подготовлена в рамках выполнения соглашения о предоставлении субсидии от 16 октября 2014 г. № 14.572.21.0004 между НИТУ «МИСиС» и Министерством образования и науки РФ в рамках реализации Федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014—2020 годы», утвержденной Постановлением Правительства Российской Федерации от 28 ноября 2013 г. № 1096.

Литература

- 1. Современная исследовательская инфраструктура РФ. URL: http://ckp-rf.ru/ (дата обращения 01.06.2017).
- 2. Научно-исследовательский центр коллективного пользования «Материаловедение и металлургия» (ЦКП Материаловедение и металлургия). URL: http://www.centremisis.ru/info/index/ (дата обращения 01.06.2017).
- Постановление Правительства РФ от 17 мая 2016 года № 429 «О требованиях к центрам коллективного пользования научным оборудованием и уникальным научным установкам». URL: https://fano.gov.ru/ru/documents/card/?id_4=66276 (дата обращения 01.06.2017).

- 4. Европейская исследовательская инфраструктура. URL: https://ec.europa.eu/research/infrastructures/index_en.cfm (дата обращения 01.06.2017).
- Европейская программа исследований и инноваций «Горизонт 2020». URL: https://ec.europa.eu/programmes/horizon2020/ (дата обращения 01.06.2017).
- 6. Access to RI under Horizon 2020. URL: http://www.rich2020.eu/sites/all/themes/rich/files/INFRA-IA_TNA_WP2016-2017_RI_InfoD_20151028.pdf (дата обращения 01.06.2017).
- 7. Проект MERIL Седьмой рамочной программы EC. URL: https://portal.meril.eu/meril/ (дата обращения 01.06.2017).
- Специальные интерактивные карты, которые доступны на сайте Еврокомиссии. URL: http://ec.europa.eu/research/infrastructures/index_en.cfm?pg=maps (дата обращения 01.06.2017).
- Сайт сетевого проекта национальных контактных точек по тематическому направлению «Исследовательские инфраструктуры». URL: http://www. rich2020.eu/tas_calls.php (дата обращения 01.06.2017).
- Сайт Национальной контактной точки по тематическому направлению «Исследовательские инфраструктуры». URL: http://h2020-infra.misis.ru/ru/ (дата обращения 01.06.2017).

АРТЕМИЮ АЛЕКСАНДРОВИЧУ ПОПОВУ – 70 ЛЕТ

28 сентября 2017 г. исполняется 70 лет заслуженному деятелю науки РФ докт. техн. наук, проф., зав. кафедрой термообработки и физики металлов Уральского федерального университета имени первого Президента России Б.Н. Ельцина Артемию Александровичу Попову.

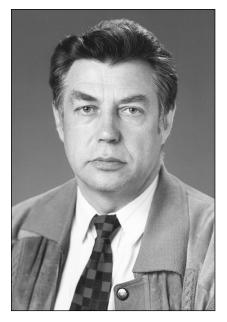
Артемий Александрович — известный ученый в области физического металловедения высокопрочных и жаропрочных титановых сплавов, один из руководителей Уральской школы металловедов, создатель научной школы по изучению фазовых и структурных превращений в титановых сплавах, подвергнутых различным видам воздействия, включая экстремальные. Результаты его исследований

получили широкое признание не только в Российской Федерации, но и за рубежом.

Основные научные интересы и достижения А.А. Попова связаны с созданием теоретических основ и технологий получения, обработки высоколегированных титановых сплавов с повышенным комплексом конструкционных и эксплуатационных характеристик, разработкой и внедрением на промышленных предприятиях технологий термической и термомеханической обработки материалов на основе титана. Он - автор более 300 научных трудов, в том числе 1 монографии, 2 справочников, 10 патентов, 11 учебных пособий. В качестве научного консультанта и руководителя подготовил 4 докторов и более 30 кандидатов технических наук, включая работников крупных промышленных предприятий, таких как ПАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА», Трубная металлургическая компания, Уральская горно-металлургическая компания и др.

Артемий Александрович является руководителем ряда крупных проектов в рамках федеральных целевых программ, международных проектов и договоров. Разработанные под его руководством технологические процессы нашли широкое применение на промышленных предприятиях машиностроительного, металлургического, авиационно-космического, химического комплексов, медицинской техники.

При непосредственном участии и руководстве А.А. Попова были созданы научно-образовательный центр по наноматериалам УрФУ, учебно-научный центр «Аэрокосмическое материаловедение» совместно с ИФМ УрО РАН, две лаборатории Центра коллективного



пользования УрФУ — структурных методов анализа материалов и наноматериалов и электронной микроскопии сверхвысокого разрешения.

Он был инициатором открытия двухуровневой (бакалавр—магистр) подготовки по направлению «Материаловедение и технология новых материалов» в УрФУ, и за период его руководства кафедра термообработки и физики металлов подготовила более 1000 квалифицированных специалистов, бакалавров и магистров, которые успешно работают в науке и промышленности страны.

А.А. Попов — видный организатор научно-образовательной и инновационной деятельности. Он является руководителем секции металловедения в научном совете по

металлургии и металловедению РАН, членом секции «Металлургия» межведомственного совета по присуждению премий Правительства РФ в области науки и техники, членом ряда общественных академий. Кроме того, он — председатель диссертационного совета в УрФУ и член диссертационного совета в Институте физики металлов УрО РАН по присуждению ученых степеней кандидата и доктора наук, член редколлегии ведущих научных журналов в области металловедения черных и цветных металлов, получения и обработки сплавов на основе титана, член программных, организационных комитетов многих российских и международных конференций, регулярно выступает на них в качестве приглашенного докладчика.

За успехи в научно-педагогической и общественной деятельности Артемий Александрович награжден знаком «Почетный работник Высшей школы РФ». удостоен званий «Заслуженный деятель науки РФ» и «Почетный профессор УрФУ», трижды отмечен государственной научной стипендией для выдающихся ученых, за достижения в области инженерных наук, авиационного материаловедения и металлургии награжден медалью им. акад. Н.А. Пилюгина, медальюпремией им. В.Е. Грум-Гржимайло, медалью им. акад. Н.Н. Семенова.

Редакционная коллегия журнала «Известия вузов. Цветная металлургия» и коллектив Института новых материалов и технологий УрФУ от всей души поздравляют Артемия Александровича Попова с круглой датой и желают ему крепкого здоровья, семейного счастья, благополучия и дальнейших творческих успехов.