

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

 Ψ



Известия вузов. Цветная металлургия. 2021. Т. 27. № 3

4

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

Izvestiya **Non-Ferrous Metallurgy Scientific and Technical Journal**

2021 Vol. 27 № 3 -(

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

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

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.

Избранные 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: 119991, Москва, Ленинский пр-т, 4, НИТУ «МИСиС» (корп. 4г, оф. 203)

Почтовый адрес: 119991, Москва, Ленинский пр-т, 4, НИТУ «МИСиС», редакция журнала «Известия вузов. Цветная металлургия» (яч. 164)

Тел.: (495) 638-45-35

E-mail: izv.vuz@misis.ru

Интернет: http://cvmet.misis.ru

Ведущий редактор: Кудинова А.А.

Выпускающий редактор: Соснина О.В.

Дизайн и верстка: Легкая Е.А.

Подписка

Агентство «Урал-пресс»

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. 10,5 Подписано в печать 11.06.2021 г.

Свидетельство о регистрации № 015842 от 13.03.1997 г. Перерегистрация 25.09.2020 г. ПИ № ФС77-79229



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

© «Известия вузов. Цветная металлургия», 2021 г.

Учредители

ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС"»

Адрес: 119991, Москва, Ленинский пр-т, 4 http://www.misis.ru

ООО «Калвис» (издательство)

Фактический адрес: 119991, Москва, Ленинский пр-т, 4 (корп. 4г, оф. 405) Почтовый адрес: 119991, Москва, а/я 28 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

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. – локт. техн. наук. акал. 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 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., АО «Аркминерал-Ресурс», 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 Рычков В.Н. – докт. хим. наук, проф., УрФУ, Екатеринбург Салищев Г.А. – докт. техн. наук, проф., НИУ «БелГУ», Белгород Сизяков В.М. – докт. техн. наук, проф., СПГУ, Санкт-Петербург Страумал Б.Б. – докт. физ.-мат. наук, проф., 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 Штанский Д.В. – докт. физ.-мат. наук, НИТУ «МИСиС», Москва Abhilash - Dr., Ph.D., CSIR - National Metallurgical Laboratory, Jamshedpur, India Louzguine D.V. - Prof., Dr., Tohoku University, Japan 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 Yücel Onuralp - Prof., Dr., Istanbul Technical University, Maslak, Istanbul, Turkey Zinigrad M. - Prof., Dr., Ariel University, Ariel, Israel

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

IZVESTIYA VUZOV SSN 0021-3438 (Print) ISN 2412-8783 (Online) **TSVETNAYA Vol. 27, Nº 3 Outer 10 and 10 and**

Scientific and Technical Journal Founded in 1958 6 numbers per year

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 selected 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, NUST «MISIS», Leninskii pr., 4g, Moscow, 119991 Russia

Address for correspondence: «Izvestiya vuzov. Tsvetnaya metallurgiya (box 164), NUST «MISIS», Leninskii pr., 4, Moscow, 119991 Russia

Phone: (495) 638-45-35

E-mail: izv.vuz@misis.ru

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

Leading editor: Kudinova A.A.

Executive editor: Sosnina O.V.

Layout designer: Legkaya E.A.

Subscription

Ural-Press Agency

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 10,5 Signed print 11.06.2021

Certificate of registration No. 015842 (13.03.1997) Re-registration PI No. FS77-79229 (25.09.2020)



© «Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya», NUST «MISIS», LLC «Kalvis», 2000

© «Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya», 2021

Founders

National University of Science and Technology «MISIS» Address: NUST «MISIS», Leninskii pr. 4, Moscow, 119991 Russia

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

LLC «Kalvis» (Publisher)

Actual address: off. 405, Leninskii pr., 4g, Moscow, 119991 Russia Address for correspondence: p/o box 28, LLC «Kalvis», Moscow, 119991 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

Abhilash - Dr., Ph.D., CSIR - National Metallurgical Laboratory, Jamshedpur, India Ananyey M.V. - Prof., Dr. Sci., Institute of High Temperature Electrochemistry of the Ural Branch of the RAS. Ekaterinburg, Russia Belov N.A. - Prof., Dr. Sci., National University of Science and Technology «MISIS», Moscow, Russia Deev V.B. - Prof., Dr. Sci., National University of Science and Technology «MISIS», Moscow, Russia 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 Khina B.B. - Dr. Sci., The Physical-Techical Institute of NAS of Belarus, Minsk, Belarus Louzguine D.V. - Prof., Dr. Sci., Tohoku University, Japan Mamvachenkov S.V. - Prof., Dr. Sci., Ural Federal University, Ekaterinburg, Russia Mansurov Z.A. - Dr. Sci., Prof., Institute of Combustion Problems, Almaty, Kazakhstan Medvedev A.S. - Prof., Dr. Sci., JSC «Arcmineral-Resource», Moscow, Russia Naboichenko S.S. – Prof., Dr. Sci., Corresponding Member of RAS, Ural Federal University, Ekaterinburg, 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 Richkov V.N. - Prof., Dr. Sci., Ural Federal University, Ekaterinburg, Russia Rudolph Martin – Dr.-Ing., Helmholtz Institute Freiberg for Resource Technology, Freiberg, Germany Sadoway D. - Prof., Dr., Massachusetts Institute of Technology, Boston, USA Salishchev G.A. - Prof., Dr. Sci., Belgorod National Research University, Belgorod, Russia Shtansky D.V. - 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. - Prof., 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, Ekaterinburg, 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 Yücel Onuralp - Prof., Dr., Istanbul Technical University, Maslak, Istanbul, Turkey Zaikov Yu.P. - Prof., Dr. Sci. Institute of High Temperature Electrochemistry of the Ural Branch of the RAS, Ekaterinburg, Russia Zalavutdinov R.Kh. - Cand. Sci., A.N. Frumkin Institute of Physical Chemistry and Electrochemistry of the RAS, Moscow, Russia Zinigrad M. - Prof., Dr., Ariel University, Ariel, Israel Zouboulis A.I. - Prof., Dr., Aristotle University of Thessaloniki, Greece

СОДЕРЖАНИЕ

Обогащение руд цветных металлов

4 Александрова Т.Н., Орлова А.В., Таранов В.А. Современное состояние переработки медных руд (обзор)

Металлургия цветных металлов

15 Булатов К.В., Жуков В.П., Братыгин Е.В., Томилов Н.А., Меньшиков В.А. Исследование физических явлений в барботажной зоне плавильного агрегата «Победа» методом холодного моделирования Сообщение 1. Исследование гидрогазодинамических закономерностей продувки жидкости газом с помощью боковой фурмы в защитной газовой оболочке

Литейное производство

24 Баженов В.Е., Титов А.Ю., Шкалей И.В., Санников А.В., Таволжанский С.А., Мезрин А.М., Колтыгин А.В., Никитина А.А., Плисецкая И.В., Белов В.Д., Юдин В.А. Исследование свойств бронзы БрО10С2Н3,

полученной наполнительным литьем, непрерывным литьем вверх и горячей экструзией

37 Деев В.Б., Прусов Е.С., Шуркин П.К., Ри Э.Х., Сметанюк С.В. Влияние церия на фазовый состав и характер кристаллизации литейных алюминиевых сплавов системы Al-Mg-Si

Металловедение и термическая обработка

 Карпова Ж.А., Шуркин П.К., Сивцов К.И., Лаптев И.Н.
 Формирование структуры и технологичность

сплава Al–Zn–Mg–Ca–Fe–Zr–Sc при получении горячекатаного листа и сварного соединения

- 57 Баранов Д.А., Жаткин С.С., Никитин В.И., Деев В.Б., Никитин К.В., Баринов А.Ю., Юдин Д.М. Обеспечение прочности сварных соединений при лазерной сварке жаропрочного дисперсионнотвердеющего никелевого сплава ЭП693
- 66 Серов М.М., Патрушев А.Ю., Фарафонов Д.П., Валеев Р.А., Сафарян А.И. Структура и свойства сплавов системы Ta-Zr,

полученных методом высокоскоростной закалки из жидкого состояния

Энерго- и ресурсосбережение

73 Бурдонов А.Е., Барахтенко В.В., Зелинская Е.В., Гавриленко Л.В. Очистка глиноземсодержащих сметов методами сухой воздушной классификации

CONTENTS

Mineral Processing of Nonferrous Metals

4 Aleksandrova T.N., Orlova A.V., Taranov V.A. Current status in the copper ore processing (review)

Metallurgy of Nonferrous Metals

15 Bulatov K.V., Zhukov V.P., Bratygin E.V., Tomilov N.A., Menshikov V.A. Investigation of Pobeda furnace bubbling zone physics using cold modeling method Message 1. Investigation of fluid and gas dynamics of bubbling using a side-blowing gas-protected lance

Foundry

- Bazhenov V.E., Titov A.Yu., Shkalei I.V., Sannikov A.V., Tavolzhanskii S.A., Mezrin A.M., Koltygin A.V., Nikitina A.A., Plisetskaya I.V., Belov V.D., Yudin V.A. Investigation of C92900 bronze properties obtained by permanent mold casting, continuous upcasting and hot extrusion
- 37 Deev V.B., Prusov E.S., Shurkin P.K., Ri E.H., Smetanyuk S.V.
 Influence of cerium on the phase composition and crystallization behavior of cast aluminum alloys based on the Al–Mg–Si system

Physical Metallurgy and Heat Treatment

- Karpova Zh.A., Shurkin P.K., Sivtsov K.I., Laptev I.N.
 Structure formation and processability of the Al–Zn–Mg–Ca–Fe–Zr–Sc alloy at hot rolling and TIG welding
- 57 Baranov D.A., Zhatkin S.S., Nikitin V.I., Deev V.B., Nikitin K.V., Barinov A.Yu., Yudin D.M. Ensuring the strength of welded joints in laser welding of EP693 heat-resistant dispersion-hardening nickel alloy
- 66 Serov M.M., Patrushev A.Yu., Farafonov D.P., Valeev R.A., Safaryan A.I. Structure and properties of Ta–Zr alloy obtained by high-speed melt quenching from liquid state

Energy Saving and Resource Saving

73 Burdonov A.E., Barakhtenko V.V., Zelinskaya E.V., Gavrilenko L.V. Cleaning alumina-containing sweepings by dry air classification methods УДК: 622.7:553.43

СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ПЕРЕРАБОТКИ МЕДНЫХ РУД (ОБЗОР)

© 2021 г. Т.Н. Александрова¹, А.В. Орлова¹, В.А. Таранов²

¹ Санкт-Петербургский горный университет, г. Санкт-Петербург, Россия

² АО «Механобр Инжиниринг», г. Санкт-Петербург, Россия

Статья поступила в редакцию 10.09.20 г., доработана 25.01.21 г., подписана в печать 28.01.21 г.

Аннотация: Проведен анализ технологических схем переработки сульфидных и окисленных медных руд, реагентных режимов, технологического оборудования, показателей флотационного обогащения на ряде отечественных и зарубежных обогатительных фабрик и производств. На рудоподготовительном переделе в первой стадии измельчения широко применяются мельницы само- и полусамоизмельчения, что позволяет исключить среднее и мелкое дробление. Альтернативным вариантом является использование измельчающих валков высокого давления, позволяющих сократить электроэнергию по сравнению с само- и полусамоизмельчением. Отмечен рост применения большеобъемного и высокопроизводительного рудоподготовительного, флотационного оборудования для поддержания качества и количества производимого продукта. На стадии доизмельчения концентрата основной флотации широкое распространение, помимо шаровых мельниц, получили мельницы тонкого и сверхтонкого доизмельчения различных конфигураций. Проведен анализ используемых флотационных реагентов для повышения, показан отечественный и зарубежный подход к выбору флотационных реагентов. Отмечено, что на зарубежных обогатительных фабриках часто применяют комбинацию, состоящую из основного и дополнительного собирателей. Приведены сведения о флотационных реагентах, используемых при обогащении медных сульфидных и окисленных руд, и их расходах. Рассмотрена комбинированная схема флотационно-гидрометаллургической переработки смешанной медной руды месторождения Удокан. Сделаны выводы о современных тенденциях в переработке медных руд, в том числе выборе оборудования.

Ключевые слова: медные руды, переработка, технологическая схема, оборудование, рудоподготовка, измельчение, флотация, реагентный режим, обогатительная фабрика, медный концентрат.

Александрова Т.Н. – докт. техн. наук, проф., зав. кафедрой обогащения полезных ископаемых Санкт-Петербургского горного университета (199106, г. Санкт-Петербург, Васильевский остров, 21 линия, 2). E-mail: Aleksandrova TN@pers.spmi.ru.

E-man. Aleksandrova_riv@pers.spin.ru.

Орлова А.В. – аспирант кафедры обогащения полезных ископаемых Санкт-Петербургского горного университета. E-mail: orlova-anna2007@yandex.ru.

Таранов В.А. – канд. техн. наук, гл. специалист проект.-констр. отдела АО «Механобр Инжиниринг» (199106, г. Санкт-Петербург, Васильевский остров, 22 линия, 3, корп. 7). E-mail: taranov.vadim@gmail.com.

Для цитирования: Александрова Т.Н., Орлова А.В., Таранов В.А. Современное состояние переработки медных руд (обзор). Известия вузов. Цветная металлургия. 2021. Т. 27. No. 3. С. 4–14. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-4-14.

Current status in the copper ore processing (review)

T.N. Aleksandrova¹, A.V. Orlova¹, V.A. Taranov²

¹Saint Petersburg Mining University, St. Petersburg, Russia

² «Mekhanobr Engineering» JSC, St. Petersburg, Russia

Received 10.09.2020, revised 25.01.2021, accepted for publication 28.01.2021

Abstract: The article provides the analysis of process flows used for sulfide and oxidized copper ore treatment, reagent schemes, process equipment, indicators of flotation concentration at a number of domestic and foreign concentrating mills and plants. Autogenous and semiautogenous grinding mills are widely used at the ore preparatory processing at the first stage of grinding to eliminate medium and fine crushing stages. An alternative is the use of high pressure grinding rolls that can reduce electricity consumption as compared to autogenous and semiautogenous grinding. There is an increase in the use of large-volume and high-performance ore-preparation and flotation equipment for maintaining the quality and quantity of the product. In addition to ball mills, fine and ultrafine regrinding mills of various configurations are widely used at the stage of rougher flotation concentrate regrinding. The analysis of flotation reagents used to improve separation process efficiency was conducted with domestic and foreign approaches to flotation reagent selection shown. It is noted that foreign concentrating mills often use a combination of main and additional collectors. The paper provides the data on flotation reagents used in the copper sulfide and oxidized ore concentration, and their consumption. A combined diagram of flotation-hydrometallurgical processing of mixed copper ore from the Udokan deposit is considered. Conclusions are drawn about current trends in the processing of copper ores including the choice of equipment.

Keywords: copper ores, mineral processing, process flow, equipment, ore preparation, flotation, reagent regime, processing plant, copper concentrate.

Aleksandrova T.N. – Dr. Sci. (Eng.), prof., head of the Department of mineral processing, Saint Petersburg Mining University (199106, Russia, St. Petersburg, Vasilievskii Ostrov, 21st Liniya, 2). E-mail: Aleksandrova_TN@pers.spmi.ru.

Orlova A.V. – postgraduate student at the Department of mineral processing, Saint Petersburg Mining University. E-mail: orlova-anna2007@yandex.ru.

Taranov V.A. - Cand. Sci. (Eng.), chief specialist at the «Mekhanobr Engineering» JSC

(199106, Russia, St. Petersburg, Vasilievskii Ostrov, 22nd Liniya, 3, build. 7). E-mail: taranov.vadim@gmail.com.

For citation: Aleksandrova T.N., Orlova A.V., Taranov V.A. Current status in the copper ore processing (review). Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya (Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy). 2021. Vol. 27. No. 3. P. 4–14 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-4-14.

Введение

Согласно данным «International Wrought Copper Council», больше всего меди используется в строительстве зданий, производстве оборудования, инфраструктуре. Мировое потребление меди за 2019 г. составило 29440 тыс. т, что на 0,5 % больше по сравнению с 2018 г. По данным «London Metal Exchanges», стоимость 1 т меди в период от начала 2018 г. до конца 2019 г. варьировалась в среднем от 5800 до 7200 долл. [1, 2]. Постоянно растущий спрос на медь способствует появлению новых отраслевых предприятий, реконструкции и расширению существующих производств как в России, так и за рубежом.

Выбор технологии переработки медной руды зависит от ее вещественного состава, т.е. от содержания сульфидов, оксидов, карбонатов, силикатов меди.

Страны-лидеры по переработке медной руды — Чили, Перу, США, Австралия, Китай, Россия, Мексика, Казахстан, Замбия, Конго и др. В 2018 г. на Чили приходилась почти треть мирового производства меди.

В настоящее время в России наибольший объем переработки связан с рудами медно-порфировых, медистых песчаников и сланцев, медно-колчеданных месторождений. За рубежом перерабатываются в основном руды сульфидных медно-никелевых, медно-колчеданных месторождений, а также руды медистых песчаников и сланцев. Содержание меди в медистых песчаников и сланцах варьируется от 1 до 6 %, в сульфидных медно-никелевых рудах от 1,1 до 4,9 %, медно-колчеданных — от 0,1 до 3 %, медно-порфировых — от 0,4 до 1,2 %. Вследствие постепенного снижения содержания меди в руде требуется применение современных технологических решений, эффективных реагентных режимов флотации, высокопроизводительного оборудования, комплексных подходов при выборе схемы переработки руды. В данной работе проведен анализ современных тенденций в переработке медных руд на отечественных и зарубежных обогатительных фабриках.

Совершенствование процессов рудоподготовки

В настоящее время на обогатительных фабриках преобладают схемы, в которых на 1-й стадии измельчения используются мельницы само- и полусамоизмельчения (ПСИ), при этом для руд крупностью 80 % более 200 мм предусматривается дробление в одну стадию. Как правило, первичное дробление организовано в возможной близости к руднику или карьеру. Дробленую руду на обогатительную фабрику доставляют в основном с помощью системы ленточных конвейеров и все реже автотранспортом.

Конкурирующим вариантом технологии само-полусамоизмельчения остается применение измельчающих валков высокого давления (ИВВД). Обычно ИВВД устанавливаются на 3-й стадии дробления вместо мелкого дробления либо при высокой крепости руд на 4-й стадии дробления, что позволяет осуществить разупрочнение руды перед шаровым измельчением. Схема рудоподготовки на фабрике «Metcalf» (США) включает две стадии дробления: крупное в гирационной дробилке и среднее в конусной дробилке фирмы «Metso» (Финляндия) в замкнутом цикле с грохотом до крупности 80 % класса —41 мм. Тонкое дробление проводится в валковом прессе в замкнутом цикле с грохотами, затем выполняется измельчение в шаровой мельнице, работающей в замкнутом цикле с гидроциклонами, до 80 % класса 250 мкм [3].

Процесс полусамоизмельчения является весьма чувствительным к изменению гранулометрического состава и прочностных свойств поступающей руды, что может снижать производительность рудоподготовительного передела. Для решения этой проблемы к общеизвестным операциям, оптимизирующим работу мельниц ПСИ (догрузка шаров и додрабливание гали с последующим возвращением дробленого материала в питание мельницы), применяются современные решения например, использование отдельной операции дезинтеграции для дробленой гали в шаровой мельнице или ИВВД. На Михеевском горно-обогатительном комбинате (ГОК) образующаяся рудная галя на разгрузке мельницы ПСИ крупностью -65+12 мм после додрабливания в конусной дробилке до 80 % класса -15 мм идет в питание отдельно работающей шаровой мельницы измельчения гали. На обогатительной фабрике Бозшаколь в Казахстане дробленая рудная галя направляется в ИВВД, работающие в замкнутом цикле с грохотом, подрешетный продукт которого поступает в зумпф шаровой мельницы.

Преимущество само-полусамоизмельчения заключается в простоте и надежности схемы при эксплуатации по сравнению с ИВВД. Однако в случае ИВВД снижаются затраты на электроэнергию на 15—30 %.

Основные тенденции в технологии обогащения медных руд

В последнее время отмечается невысокое содержание меди в руде (в Канаде и США в переработку вовлекают руды, содержащие 0,2—0,3 % меди, в России — не менее 0,4 % [4]), что вызвано исчерпанием богатых медных ресурсов. Технологическая схема переработки медной руды разрабатывается для каждой конкретной руды, но имеются общие тенденции в выборе операций, схем, реагентного режима и оборудования. Подходы к переработке медных руд и выбору реагентов изложены в работах [5—7]. Для сульфидных медных руд чаще всего применяют флотационное обогащение по причине хорошей флотируемости большинства сульфидов. Технологическая схема флотации обычно включает основную и несколько перечистных стадий флотации. Для медно-порфировых сульфидных руд на обогатительной фабрике «Palabora» (ЮАР) производительностью 150 тыс. т руды в сутки используют схему, включающую основную и контрольную флотации с доизмельчением концентрата основной флотации и последующей перечисткой и получением медного концентрата, содержащего 33 % меди при извлечении 80 %.

Похожая схема применяется на фабрике «Josemaria» (Аргентина) с производительностью 50 тыс. т руды в сутки, за исключением операции контрольной флотации хвостов основной флотации. Содержание меди в исходной руде составляет 0,29 %, в получаемом конечном медном концентрате — 25,1 % при извлечении 86 %.

На Михеевском ГОК производительностью 18 млн т медно-порфировой руды в год (содержание меди 0,4 %) реализована коллективно-селективная схема с получением медного и молибденового концентратов. Питанием флотации является слив гидроциклона 3-й стадии измельчения 80 % класса —65 мкм. Цикл медной флотации включает основную и контрольную флотации, а также несколько перечистных стадий с доизмельчением концентратов основной и контрольной флотаций и 1 перечистной. В концентрате основной коллективной флотации содержится 4 % меди при ее извлечении 75 %. В получаемом конечном медном концентрате после перечисток содержится не менее 20 % меди при извлечении 85 %.

На фабрике в составе Томинского ГОК (производительность 28 млн т медно-порфировой руды в год) исходное содержание меди в руде составляет 0,4 %. Питанием основной флотации является слив гидроциклона 3-й стадии измельчения 80 % класса –63 мкм. Цикл флотации включает основную и контрольную флотации, доизмельчение и классификацию концентрата до крупности слива 80 % класса –35 мкм, а также две перечистные операции и перечистную контрольную операцию. Содержание меди в конечном концентрате составляет 20 % при извлечении 85 %.

Минеральный состав медной руды, поступающей на обогатительную фабрику производительностью 65 тыс. т/день проекта «Santo Domingo» (Чили) [8], включает: пирит, халькопирит, борнит, ковеллин, халькозин, кварц, карбонаты, плагиоклазы, алюмосиликатные глины. Исходное содержание меди в руде — 0,3 %, а в концентрате планируется получать 30 % меди при извлечении 94 %. Проектируемая схема переработки медной руды будет состоять из основной флотации с доизмельчением концентрата основной, 1 перечистной флотации до крупности 80 % класса — 34 мкм и последующих перечисток.

Для окисленной медной руды и некоторых сульфидных руд применяют комбинированную флотационно-гидрометаллургическую технологию с получением медного концентрата и медных катодов. Переработка такой руды включает рудоподготовку, флотацию, выщелачивание концентрата, жидкостную экстракцию и электролиз (SX/EW-Solvent Extraction/Electrowinning). В России подобную технологию с флотационным извлечением сульфидов меди из кека выщелачивания планируют использовать на строящемся горно-металлургическом комбинате (ГМК) месторождения Удокан.

Для извлечения медных минералов из забалансовых руд с низким содержанием меди в руде (окисленных, смешанных руд и вторичных сульфидных руд) применяют выщелачивание измельченной руды с последующей переработкой растворов экстракцией и электроэкстракцией. Данная технология используется на ряде крупных медных производств, в том числе: «Escondida» (Чили), «Collahuasi» (Чили), «Buenavista del Cobre» (Мексика), «Morenci» (США) [9].

На горном комбинате «Minera Tres Valles» (Чили) [10] медная руда с карьера и подземного рудника после усреднения на складе дробится в 4 стадии до крупности менее 6 мм, затем смешивается в агломерационной машине с серной кислотой и водой и направляется на кучное выщелачивание, которое проводится в течение 3-х месяцев. Раствор выщелачивания подается на экстракцию с использованием экстрагента, затем проводится электролиз раствора электролита с получением медных катодов.

Направления по совершенствованию режимов флотации

На отечественных обогатительных фабриках в качестве собирателя сульфидных медных минералов чаще всего применяют ксантогенаты и аэрофлоты. Окисленные медные руды обогащаются хуже сульфидных, и в зависимости от степени окисления на фабриках используют раздельную флотацию сульфидных и окисленных минералов меди. Для повышения эффективности флотации последних их поверхность предварительно сульфидизируют, а затем проводят флотацию с применением сульфгидрильных собирателей (бутиловый и амиловый ксантогенаты). Для флотации окисленных минералов меди также используют оксигидрильные собиратели: жирные кислоты, мыло жирных кислот.

На зарубежных обогатительных фабриках в качестве собирателей наиболее часто применяют дитиофосфаты, РАХ (ксантогенат калия амиловый), топливное масло, SIPX (ксантогенат натрия изопропиловый), тионокарбаматы. Так, на канадской фабрике «Higland Valley» и американской «Bagdad» используют реагент РАХ в сочетании с топливным маслом, на обогатительной фабрике «El Salvador» в Чили — сочетание РАХ и тионокарбамата. На обогатительной фабрике «Minera Candelaria» в Чили основным собирателем служит AP3894 (Solvay), 6-8 г/т, вторичным – Hostaflot-Lib K (Sansil-Clariant), 3-4 г/т. На проектируемой обогатительной фабрике месторождения «Josemaría» (Аргентина) будут применяться сразу три собирателя: PAX, Sascol 95 и Matcol TC-123.

Для повышения эффективности флотации медно-порфировой руды в работе [11] предложены дополнительные собиратели из третичных ацетиленовых спиртов ДК-80 (2-метил-3-бутин-2-ол) в сочетании с AeroMX5152 (15—40 % аллилового эфира амилксантогеновой кислоты) и ВК-901В (диалкилдитиофосфат-диалкилтионокарбамат). Дополнительные собиратели на основе третичных ацетиленовых спиртов ДК-80 и ДМИПЭК эффективно взаимодействуют с поверхностью сульфидных минералов в комплексе с основными собирателями, содержащими в структуре функциональной группы двухвалентную серу.

Исследование [12] показало, что назначением активных по отношению к границе раздела «газ жидкость» десорбируемых форм ксантогенатов осуществляется снятие ограничений к формированию флотационного контакта. Воздействие десорбируемых форм реагентов на прослойку воды, разделяющую минеральную частицу и пузырек воздуха, усиливается с увеличением длины углеводородного фрагмента ксантогената. В работе [13] дана оценка соотношений активностей физической и химической сорбции реагента на сульфидных минералах. На селективность флотационного разделения сульфидов оказывает влияние объем жидкости, который удаляется десорбируемой физической и недесорбируемой химической формами сорбции реагента.

Согласно лабораторным исследованиям в ИПКОН РАН (г. Москва), новые собиратели класса дитиокарбаматов, дитиазинов и дитиофосфинатов (ОПДТК, ДЭДТКм, МТХ и ДИФ) повышают качество концентратов по содержанию золота более чем в 1,5 раза и увеличивают извлечение золота более чем на 1,5—5,0 % при обогащении труднообогатимого сырья [14]. Эти собиратели могут быть также использованы при флотации золотосодержащей медистой руды.

Апробация в лаборатории «Норильского никеля» нового вида флотационных реагентов — термоморфных полимеров — с функциональными группами дитиофосфината, тиоамина и тиосемикарбазида показала прирост извлечения платины на 12—15 %, палладия — на 3—4 %, меди и никеля — на 4—6 % из богатой данными элементами руды [14].

Для создания флотационной пены применяют терпиниол, ОПСБ (окись пропилена — спирт бутиловый), МИБК (метилизобутилкарбинол), Т-80, Dow 250, сосновое масло и др. Часто пенообразователь оказывается слабым для извлечения грубого промежуточного продукта и недостаточно селективным по отношению к тонким флотируемым частицам. Поэтому на обогатительных фабриках используют комплекс пенообразователей.

Для сульфидизации поверхности окисленных медных минералов на отечественных фабриках обычно применяют сернистый натрий (от 100 до 200 г/т руды), реже — гидросульфид натрия. На зарубежных фабриках в качестве сульфидизатора используют соли сероводородной кислоты (от 10 до 150 г/т руды).

Роль депрессора при флотации медных минералов наиболее часто выполняют жидкое стекло (80—150 г/т), NaHS, известь, Акремон Д-13, КМЦ (карбоксиметилцеллюлоза) (50—200 г/т), NaHSO₃. Применение в качестве депрессора пустой породы медно-никелевой руды на мономинеральных фракциях сфалерита гуматного реагента показывает высокую депрессирующую активность. В операциях коллективной флотации и в перечистной операции коллективного концентрата при использовании гуматного реагента повышается извлечение никеля и меди в концентрат с сохранением качества последнего [15].

Одной из важных задач при обогащении мед-

ных руд является удаление пирита, содержащегося в пределах от 10 до 90 % в сульфидных медных рудах. На депрессирование пирита оказывает влияние pH пульпы [16].

Важным фактором, влияющим на селективность процесса флотации медных руд, является водородный показатель (pH). Для регулирования водородного показателя пульпы применяют известь, кальцинированную соду, сернистый натрий, жидкое стекло, серную кислоту, цианид и др. На фабрике «Utah Copper» (США) основную флотацию проводят при pH = 8,5, перечистную при pH = 9,5, в то время как на фабриках «Pinto Valley», «Mineral Park» и «Bagdad» (США) на основной и перечистной флотациях pH = 11,5 [17].

На строящейся обогатительной фабрике по переработке медных руд месторождения Удокан коллективную флотацию планируют проводить при pH = $9,0\div10,5$, а сульфидную флотацию меди из кека атмосферного выщелачивания — при pH = $= 5\div6$. Для создания и поддержания pH среды будут использовать известковое молоко.

Одной из проблем при флотационном обогащении является присутствие шламов. Тонкие частицы, покрывающие минералы, препятствуют закреплению частиц минералов на воздушных пузырьках. Селективность процесса снижается из-за высокой адсорбционной способности шламов по отношению к реагентам и ионам, содержащимся в пульпе. Одним из путей решения проблем, вызванных шламами, является предварительное обесшламливание с применением флотации в «голодном» режиме, т.е. при очень малых дозах собирателя. Предварительная классификация и дальнейшая раздельная подготовка грубой и тонкой частей измельченной рудной массы также оказывают положительный эффект. Известен способ флокуляции шламов сульфидных минералов гидрофобным полимером бутадион-стирольным полимером СК-300Х. Одним из вариантов повышения эффективности переработки руд с большим содержанием тонких частиц является применение колонных флотомашин с крупными частицами в пульпе для селективного абсорбирования на них шламов [18].

Направления развития обогатительного оборудования

В связи с вовлечением в переработку более бедных и труднообогатимых руд происходит увеличение производительности обогатительных фабрик, вследствие чего широкое применение находит высокопроизводительное оборудование.

На обогатительных фабриках большой производительности первичное дробление осуществляется в гирационных дробилках. На многих фабриках установлена гирационная дробилка «Superior MKII» компании «Metso (Финляндия). Недавно эта компания выпустила новую линейку дробилок «Superior MKIII», производительность которых составляет от 5250 до 17000 т/ч. На фабриках небольшой производительности в первой стадии дробления используют щековые дробилки — например, «Nordberg C» фирмы «Metso» (Финляндия) производительностью от 335 до 1435 т/ч.

На фабрике «Metcalf» (США) был успешно внедрен крупнейший в мировой практике роллерпресс «HRC3000» производительностью 4928 т/ч для тонкого дробления в замкнутом цикле с грохотами фирмы «Schenck» (Германия) 4×10 м [3].

В операциях полусамоизмельчения хорошо зарекомендовали себя мельницы SAG (Outotec, Финляндия). На Томинском ГОК установлены мельницы SAG 11,6×8,2 м с кольцевыми приводами мощностью 23 МВт, на фабрике «Copper Mountain» (Канада) производительностью 40000 т/сут эксплуатируются мельницы SAG 10,4×5,2 м с мощностью двигателя 13,5 МВт.

В настоящее время на обогатительных фабриках чаще используют большеобъемные камеры для основной и контрольной операций флотации. Флотомашины «TankCell» (Outotec, Финляндия) имеют модельный ряд с номинальным объемом камер до 630 м³, у флотомашин «Super Cell» (FLSmidth, Дания) объем камер составляет до 600 м³. Применение флотомашин с объемом камер 630 м³ на стадии основной флотации позволило повысить извлечение на фабрике «Buenavista del Cobre» (BVC) в Северной Мексике более чем на 3 % и увеличить содержание меди в концентрате до 24 %. Во флотомашинах с механизмом перемешивания «Float Force» (Outotec, Финляндия) контакт между пузырьками и частицами в зоне сдвига между ротором и статором максимизирован. Контакт крупных частиц с воздушными пузырьками происходит за счет интенсивного и спокойного перемешивания, что позволяет достигнуть максимального извлечения благодаря уменьшению количества «отрывов» частиц от воздушных пузырьков [19]. Флотационный передел на фабрике состоит из двух параллельных секций производительностью соответственно 90 тыс. и 100 тыс. т/сут.

На каждой секции было установлено по одной флотомашине «TankCell e630» (Outotec, Финляндия), и объем основной флотации увеличился с 3043 до 4303 м³.

На проектируемой фабрике в Аргентине производительностью около 25 млн руды в год на операции основной флотации в двух параллельных линиях будет установлено по одной флотационной машине с объемом 630 м³. На перечистнойконтрольной флотации также планируется разместить 7 флотомашин с объемом 630 м³. На проектируемой фабрике в Чили производительностью 100 тыс т/сут на стадии основной коллективной флотации будут работать 14 флотомашин (2 ряда по 7 флотомашин) с объемом камеры 600 м³ каждая.

На современных отечественных обогатительных фабриках на стадиях основной и контрольной флотации установлены флотомашины с объемом камер 300 м³ (Михеевский, Томинский ГОК). Флотомашины такого типоразмера обеспечивают извлечение медных минералов около 75 %.

Широкое применение на стадии перечистных операций флотации нашли колонные флотомашины, работающие как в сочетании с механическими флотомашинами, так и самостоятельно. Их использование позволяет достичь высокого содержания металла в концентрате для частиц размером < 150 мкм [20]. На фабрике «Minera Candelaria» (Чили), на стадии перечистной флотации которой работают колонные флотомашины, содержание меди в концентрате составляет около 30 %.

Для доизмельчения концентрата основной флотации все чаще вместо барабанных мельниц стали применяться мельницы тонкого и сверхтонкого измельчения «Vertimill», «Stirred Media Detritor» (Metso, Финляндия), «VXPmill» (FLSmidth, Дания), «HIGmill» (Outotec, Финляндия), имеющие вертикальную компоновку, и горизонтальная мельница «Isamill» (Glencore Technology, Австралия) [21]. Эти мельницы доизмельчения имеют ряд преимуществ по сравнению с барабанными мельницами: сокращение времени измельчения, отсутствие в продукте мельницы засорения железным скрапом, снижение энергоемкости процесса, уменьшение расхода измельчающей среды (в среднем на 30 %), достижение необходимой тонины помола, удобство в обслуживании и др.

Измельчение в мельнице «Isamill», по сравнению с традиционным измельчением в стальной среде, помимо высвобождения минералов, заключенных в тонкой фракции, также оказывает положительное влияние на извлечение минералов при флотации, способствуя ее ускорению при меньшем расходе реагентов, а также исключая воздействие стальной среды на поверхность минералов. Данное воздействие при измельчении в мельницах со стальной средой можно частично ослабить за счет повышения pH среды, а также путем увеличения подачи реагентов в операциях при флотационном обогащении, но при этом селективность процесса снижается [22].

На фабрике «Josemaria» (Аргентина) на стадии доизмельчения концентрата основной флотации планируют установить вертикальную мельницу с мощностью двигателя 11220 кВт для достижения крупности продукта 80 % –25 мкм. На доизмельчении концентрата основной флотации от 80 до 40 мкм в Грузии работает мельница HIG1100 с мощностью двигателя 1100 кВт. На фабрике «Sossego» (Бразилия) продукт мельницы «Vertimill» имеет крупность 80 % –44 мкм [23]. На Талнахской обогатительной фабрике (г. Норильск) введены в эксплуатацию три вертикальные мельницы «VTM3000» (Metso, Финляндия) с установленной мощностью двигателя 2237 кВт [24].

На многих фабриках на этапах обезвоживания для достижения требуемой влажности получаемого концентрата используют фильтр-прессы. Фильтры такого типа, по сравнению с дисковым керамическим фильтром, наиболее эффективны для фильтрации тонкоизмельченного медного концентрата [25].

Комбинированная схема переработки медной руды

В настоящее время наряду с классическими схемами переработки смешанной медной руды находят применение и комбинированные решения. Так, например, на строящемся ГМК месторождения «Удокан» в Забайкальском крае предполагается использование технологии с получением флотационного коллективного концентрата, который будет поступать на атмосферное выщелачивание и последующую переработку раствора по технологии SX-EW. Отмытый кек атмосферного выщелачивания после нейтрализации планируется направлять на сульфидную флотацию. На рисунке представлены основные операции и потоки материала.

Результатом переработки на ГМК будет получение медных катодов и медного концентрата марки

КМ-0 (содержание меди > 45 %). Одной из главных причин при выборе комбинированной переработки медной руды месторождения Удокан стал ее вещественный состав. Основными носителями меди в руде являются халькозин, борнит и сульфат меди брошантит. Второстепенные рудные минералы представлены сульфидами ковеллином и халькопиритом, сульфатом меди антлеритом, карбонатами малахитом и азуритом. Руда имеет исходное содержание меди 1-2 % и степень окисленности ~60 % [26]. После проведения многочисленных испытаний было принято решение применить комбинированную технологию переработки руды с максимальным извлечением меди в коллективный концентрат (~90 %) при низком ее в нем содержании (~5÷6 % меди) и снижением потери меди с хвостами.

Схема переработки руды включает в себя: дробление, измельчение до крупности 80 % класса -180 мкм, 1-ю коллективную флотацию с доизмельчением хвостов флотации до крупности 80 % класса -74 мкм, 2-ю коллективную флотацию, сгущение и фильтрацию коллективного концентрата, атмосферное сернокислотное выщелачивание сгущенного концентрата коллективной флотации, фильтрацию раствора выщелачивания, экстракцию и реэкстракцию продуктивного раствора выщелачивания с целью подготовки чистого электролита (без примесей), электролиз меди из реэкстракта, нейтрализацию кека атмосферного выщелачивания, его доизмельчение до 80 % класса -25 мкм, основную сульфидную флотацию с двумя перечистками, обезвоживание концентрата сульфидной флотации.

В операции коллективной флотации будут использоваться: в качестве собирателя меди — бутиловый ксантогенат (40—100 г/т), сульфидизатора — сернистый натрий (50—200 г/т), вспенивателя — МИБК (10 г/т). Реагентный режим сульфидной флотации включает: депрессор — жидкое стекло (15—35 г/т), собиратель — бутиловый ксантогенат (5—15 г/т), вспениватель — МИБК (5— 10 г/т). В медный концентрат сульфидной флотации планируется извлекать около 88 % меди при ее содержании более 45 %.

Что касается аппаратурного оформления обогатительной фабрики ГМК «Удокан», то можно отметить применение большеобъемных камер «TankCell» (Outotec, Финляндия) с объемом камеры 300 м³. На стадии доизмельчения кека атмосферного выщелачивания будут использоваться



Блок-схема переработки медной руды месторождения Удокан Flow chart of Udokan deposit copper ore processing

бисерные мельницы «HIGmill» (Outotec, Финляндия). Фильтрация коллективного концентрата крупностью 60—100 мкм будет проводиться на пресс-фильтрах «Larox» (Outotec, Финляндия) с площадью фильтрования 1314 м² до влажности 20 %, медного концентрата крупностью 25 мкм с площадью фильтрования 198 м² — до влажности 17 %. Относительно высокие значения влажности вызваны свойствами минералов пустой породы, входящих в состав концентрата.

Заключение

При выборе и оптимизации схемы рудоподготовки медной руды большое внимание отводится технологии измельчения (полусамоизмельчению/ ИВВД). В технологии само-полусамоизмельчения особый интерес представляет оптимизация работы узла додрабливания гали за счет отдельного измельчения.

На выбор технологической схемы переработки медной руды большое влияние оказывают промышленный тип месторождения и степень окисленности руды. Для сульфидных руд обычно применяют флотационное обогащение, для окисленных и смешанных — флотационное обогащение совместно с гидрометаллургической переработкой.

При флотации сульфидных руд в большинстве случаев используют бутиловый ксантогенат — как отдельно, так и в сочетании с дитиофосфатами или тионокарбаматами, который в течение продолжительного периода времени применяется в России в качестве основного собирателя медных руд. На зарубежных фабриках получили распространение этиловый ксантогенат и аэрофлоты, которые в России имеют ограниченное использование из-за более высокой стоимости.

В качестве вспенивателя при флотации сульфидных минералов меди прменяются сосновое масло, МИБК и крезиловая кислота.

В настоящее время разработка новых флотационных реагентов направлена на селективность их действия, экологическую безопасность и экономичность. В связи с тем, что процесс создания и испытания нового реагента требует больших затрат времени и ресурсов, от создания до внедрения реагента в технологический процесс фабрики необходим продолжительный период времени. При разработке реагентных режимов на новых обогатительных фабриках предпочтение отдают проверенным временем реагентам.

На обогатительных фабриках все чаще устанавливают высокопроизводительное рудоподготовительное оборудование. Отмечен рост использования большеобъемных флотационных машин с объемом камер от 300 до 630 м³. Предпочтение их малого количества вместо большого числа флотомашин с меньшим объемом камер позволяет снизить капитальные и эксплуатационные расходы. На зарубежных обогатительных фабриках на перечистных операциях флотации широкое применение нашли колонные флотомашины, которые помимо эффективного разделения частиц крупностью менее 150 мкм позволяют сократить площадь установки оборудования за счет своего конструктивного исполнения.

Для раскрытия минералов на стадии доизмельчения используются мельницы «VertiMill» (Metso, Финляндия), для тонкого измельчения — «IsaMill» (Glencore Technology, Австралия), а также «HIGmill» (Outotec, Финляндия). Данные мельницы имеют разную конфигурацию, что делает возможным размещать их на малых площадях, затрачивать меньше энергии для измельчения до необходимого размера зерна по сравнению с барабанными мельницами.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 20-55-12002).

Acknowledgments: This work was supported by the Russian Foundation for Basic Research (project N_{2} 20-55-12002).

Литература/References

- The IWCC Statistical Bulletin. URL: http://www. coppercouncil.org/iwcc-statistics-and-data (accessed: 03.11.2020).
- LME Copper. URL: https://www.lme.com/en-GB/ Metals/Non-ferrous/Copper#tabIndex=0 (accessed: 03.11.2020).
- Баранов В.Ф. Использование зарубежного опыта при разработке варианта реконструкции Жезказганского обогатительного комплекса. Обогащение руд. 2020. No. 1. C. 54—59.

Baranov V.F. Using foreign experience in developing

a variant of reconstruction of the Zhezkazgan complex. *Obogashchenie Rud.* 2020. No. 1. P. 54–59 (In Russ.).

 Авдохин В.М. Основы обогащения полезных ископаемых: Учеб. для вузов. 4-е изд., стер. В 2 т. Т. 2: Технологии обогащения полезных ископаемых. М.: Горная книга, 2017.

Avdokhin V.M. Fundamentals of mineral processing. 4th ed. 2017. Vol. 2. Mineral processing technologies. Moscow: Gornaya kniga, 2017 (In Russ).

- Курчуков А.М. Алгоритм управления реагентным режимом флотации медно-никелевых руд на основе оптимизации параметров ионного состава пульпы. Записки Горн. ин-та. 2011. Т. 189. С. 292—294. Киrchukov А.М. The control algorithm reagent conditions of flotation copper-nicel ores on the basis of optimizing the ionic parameters. Zapiski Gornogo Instituta (J. Mining Inst.). 2011. Vol. 189. Р. 292—294 (In Russ.).
- Boduen A.Ya., Ivanov B.S., Ukraintsev I.V. Copper concentration from sulfide ore: State-of-the art and prospects. Non-Ferr. Met. 2015. No. 1. P. 17–20.
- Иванов Б.С., Бодуэн А.Я., Петров Г.В. Отечественные медно-цинковые колчеданные руды: Проблемы переработки и технологические перспективы. Обогащение руд. 2014. No. 3. C. 7—13.

Ivanov B.S., Boduen A.Ya., Petrov G.V. Russian pyrite copper-zinc ores: Processing problems and technological prospects. *Obogashchenie Rud.* 2014. No. 3. P. 7–13 (In Russ.).

- Santo Domingo Technical Report (January 2019). URL: https://capstonemining.com/operations/santodomingo/default.aspx (accessed: 02.11.2020).
- ICSG Releases the 2019 Directory of Copper and Copper Alloy Fabricators. The International Copper Study Group (ICSG). URL: http://www.icsg.org/index.php/116-icsgreleases-the-2019-directory-of-copper-and-copperalloy-fabricators (accessed: 10.01.2020).
- Minera Tres Valles. URL: https://mineratresvalles.com/ (accessed: 28.10.2020).
- Юшина Т.И., Пурэв Б., Д'Элия Янес К.С., Намуунгэрэл Б. Повышение эффективности флотации медно-порфировых руд с применением дополнительных собирателей на основе ацетиленовых спиртов. В сб.: Проблемы и перспективы эффективной переработки минерального сырья в 21 веке (Плаксинские чтения-2019): Матер. Междунар. совещ. (Иркутск, 9—14 сент. 2019 г.). Иркутск: Репроцентр А1, 2019. С. 140—144.

Yushina T.I., Purev B., D'Eliya Yanes K.S., Namuungerel B. Increasing the efficiency of flotation of porphyry copper ores using additional collectors based on acetylene alcohols. In: Problems and prospects of effective processing of mineral raw materials in the 21st century (Plaksin Readings-2019): Proc. Intern. conf. (Irkutsk, 9–14 Sept. 2019). Irkutsk: Reprocentr A1, 2019. P. 140–144 (In Russ.).

 Кондратьев С.А., Мошкин Н.П., Коновалов И.А. Оценка собирательной способности легко десорбируемых форм ксантогенатов. Физ.-техн. пробл. разраб. полез. ископаемых. 2015. No. 4. С. 164—173. Kondrat'ev S.A., Moshkin N.P., Konovalov I.A. Collecting

ability of easily desorbed xanthates. J. Min. Sci. 2015. Vol. 51. No. 4. P. 830–838.

 Кондратьев С.А., Мошкин Н.П., Бурдакова Е.А. Определение оптимального соотношения активностей разных форм сорбции реагента на сульфидных минералах. Физ.-техн. пробл. разраб. полез. ископаемых. 2015. No. 5. C. 146—154.

Kondrat'ev S.A., Moshkin N.P., Burdakova E.A. Optimized activity ratio for different types of reagent attachment at sulfide minerals. *J. Min. Sci.* 2015. Vol. 51. No. 5. P. 1021–1028.

 Пост-релиз конференции «Флотационные реагенты 2017» URL: https://chem.ru/nauka-i-tehnologiya/425post-reliz-konferencii-flotacionnye-reagenty-2017.html (дата обращения: 10.01.2021).

Post-release of the conference «Flotation reagents 2017». URL: https://chem.ru/nauka-i-tehnologiya/425-post-reliz-konferencii-flotacionnye-reagenty-2017.html (accessed: 10.01.2021) (In Russ.).

 Усманова Н.Ф., Маркосян С.М., Тимошенко Л.И., Пасюга Д.В. Применение гуматного реагента в качестве депрессора при флотации медно-никелевых руд. В сб.: Проблемы и перспективы эффективной переработки минерального сырья в 21 веке (Плаксинские чтения-2019). Матер. Междунар. совещ. (Иркутск, 9—14 сент. 2019 г.). Иркутск: Репроцентр А1, 2019. С. 164—166.

Usmanova N.F., Markosyan S.M., Timoshenko L.I., Pasyuga D.V. The use of a humate reagent as a depressant in the flotation of copper-nickel ores. In: Problems and prospects of effective processing of mineral raw materials in the 21st century (Plaksin Readings-2019): Proc. Intern. conf. (Irkutsk, 9–14 Sept. 2019). Irkutsk: Reprocentr A1, 2019. P. 164–166 (In Russ.).

16. Костович М., Лазич П., Вучинич Д., Деушич С., Томанец Р. Факторный план эксперимента селективной флотации халькопирита из сульфидных медных руд. Физ.-техн. пробл. разраб. полезн. ископаемых. 2015. No. 2. C. 167—176.

Kostovic M., Lazic P., Vucinic D., Deusic S., Tomanec R. Factorial design of selective flotation of chalcopyrite from copper sulfides. *J. Min. Sci.* 2015. Vol. 51. No. 2. P. 380–388.

- Zanin M., Lambertc H., Du Plessisc C.A. Lime use and functionality in sulphide mineral flotation: A review. *Miner. Eng.* 2019. No. 143. P. 1–14.
- Киенко Л.А., Воронова О.В. Селективная флотация тонковкрапленных карбонатно-флюоритовых руд в условиях повышения дисперсной однородности пульпы. Физ.-техн. пробл. разраб. полезн. ископаемых. 2014. No. 1. C. 176—182.

Kienko L.A., Voronova O.V. Selective flotation of fineingrained carbonate-fluorite ore in pulp of increased dispersion uniformity. *J. Min. Sci.* 2014. Vol. 50. No. 1. P. 176–181.

 Самые большие флотомашины в мире позволили увеличить извлечение меди и молибдена в Мексике. OUTOTEC. URL: https://www.outotec.ru/productsand-services/newsletters/minerva/minervavypusk-1-2019/samye-bolshie-flotomashiny-v-mirepozvolili-uvelichit-izvlechenie-medi-i-molibdena-vmeksike-/ (дата обращения: 10.01.2020).

World's largest flotation machines increase copper and molybdenum recovery in Mexico. OUTOTEC. URL: https://www.outotec.ru/products-and-services/ newsletters/minerva/minerva-vypusk-1-2019/samyebolshie-flotomashiny-v-mire-pozvolili-uvelichitizvlechenie-medi-i-molibdena-v-meksike-/ (accessed: 10.01.2020) (In Russ.).

 Колонные флотомашины — максимальное извлечение из тонкоизмельченных минералов. OUTOTEC. URL: https://www.outotec.ru/products-and-services/ newsletters/minerva/minerva-3-2017/flotationcolumns-getting-the-most-from-fine-ores/ (дата обращения: 10.01.2020).

Column flotation machines — maximize extraction from fine minerals. OUTOTEC. URL: https://www. outotec.ru/products-and-services/newsletters/minerva/ minerva-3-2017/flotation-columns-getting-the-mostfrom-fine-ores/ (accessed: 09.01.2020) (In Russ.).

 Николаева Н.В., Ромашев А.О., Александрова Т.Н., Фадина А.В. Интенсификация технологий разупрочнения и дезинтеграции полидисперсных минеральных комплексов различного генезиса с использованием мельниц Isamil. Горн. инф.-анал. бюл. 2013. No. 10. P. 97—101.

Nikolaeva N.V., Romashev A.O., Aleksandrova T.N., Fadina A.V. Intensification of technologies for weakening and disintegration of polydisperse mineral complexes of different genesis with using mills Isamill. *Gornyi Informatsionno-Analiticheskii Bylleten*'. 2013. No. 10. P. 97– 101 (In Russ.). Повышение извлечения при флотации. URL: https://www.isamill.com/ru/isamill-advantages/Pages/ Improved-Flotation-Recovery.aspx (дата обращения: 10.01.2021).

Increase flotation recovery. URL: https://www.isamill. com/ru/isamill-advantages/Pages/Improved-Flotation-Recovery.aspx (accessed: 10.01.2021) (In Russ.).

- Bergerman M.G., De RennoMachado L.C., Kronemberger V., Delboni Jr.H. Copper concentrate regrind at Sossego Plant using vertical mill—An evaluation on the first years of operation: Proc. XXVI Intern. Miner. Processing Congress (IMPC) (New Delhi, India, 24–28 Sept. 2012). Paper No. 298. P. 00432–00441.
- 24. На ТОФ вводятся в эксплуатацию новые вертикальные мельницы. Норникель. URL: https://www. nornickel.ru/news-and-media/press-releases-and-news/ na-tof-vvodyatsya-vekspluatatsiyu-novye-vertikalnyemelnitsy-/?dateStart=1467320400&dateEnd=146999879 9&type=news (дата обращения: 17.04.2020).

New vertical mills are being commissioned at the TOF. NorilskNickel. URL: https://www.nornickel.ru/newsand-media/press-releases-and-news/na-tof-vvodyatsyavekspluatatsiyu-novye-vertikalnye-melnitsy-/?dateSt art=1467320400&dateEnd=1469998799&type=news (accessed: 09.01.2020) (In Russ.).

- 25. Кожонов А.К., Молмакова М.С., Дуйшонбаев Н.П. Выявление возможных причин проблем при обезвоживании продуктов флотационного обогащения. Вестн. МГТУ им. Г.И. Носова. 2018. Т. 16. No. 3. С. 17—24. Kozhonov A.K., Molmakova M.S., Duishonbaev N.P. Identifying possible causes of problems in the dewatering of flotation products. Vestnik MGTU im. G.I. Nosova. 2018. Vol. 16. No. 3. P. 17—24 (In Russ.).
- 26. Денисов М.Э., Руднев Б.П., Крылова Л.Н., Кучмина Ю.С. Технология переработки медной руды Удоканского месторождения с предварительным сернокислотным выщелачиванием. Горн. инф.-анал. бюл. 2015. No. 10. С. 100—104.

Denisov M.E., Rudnev B.P., Krylova L.N., Kuchmina Yu.S. Processing technology for Udokan copper ore with sulfuric-acid pre-leaching. *Gornyi Informatsionno-Analiticheskii Bylleten*'. 2015. No. 10. P. 100–104 (In Russ.). УДК: 621.365.2:669.2/8

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-15-23

ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ ЯВЛЕНИЙ В БАРБОТАЖНОЙ ЗОНЕ ПЛАВИЛЬНОГО АГРЕГАТА «ПОБЕДА» МЕТОДОМ ХОЛОДНОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ

Сообщение 1. Исследование гидрогазодинамических закономерностей продувки жидкости газом с помощью боковой фурмы в защитной газовой оболочке

© 2021 г. К.В. Булатов¹, В.П. Жуков¹, Е.В. Братыгин¹, Н.А. Томилов¹, В.А. Меньшиков²

¹ ОАО «Уральский научно-исследовательский и проектный институт горного дела, обогащения, металлургии, химии, стандартизации» (ОАО «Уралмеханообр»), г. Екатеринбург, Россия

² Уральский федеральный университет (УрФУ) им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия

Статья поступила в редакцию 28.10.20 г., доработана 03.02.21 г., подписана в печать 08.02.21 г.

Аннотация: В интервале значений критерия Архимеда 5-60 применительно к условиям работы барботажного агрегата «Победа» методом холодного моделирования исследованы гидрогазодинамические закономерности продувки жидкости газом с помощью боковой фурмы в защитной газовой оболочке. Прозрачный реактор лабораторной установки изготовлен в масштабе 1:10. Диаметр цилиндрического сопла фурмы составил 5 мм, толщина кольцевого зазора – 1 мм, угол наклона к горизонту в рабочем положении реактора -12° . Показано, что взаимодействие воздуха с водой при его избыточном давлении 10^{5} H/m² протекает в режиме пульсирующей струи и носит циклический характер с разной амплитудой максимального размера факела и разным временем его достижения. На участке прямолинейного развития струи *l*_{min} ≤ *l* ≥ *l*_{max}, в зависимости от значений критерия Архимеда для раздельного и совместного течения газа в оболочке и центральном канале, выявлены динамические границы первичной зоны вблизи сопел. Динамический напор пульсации факела в точках экстремума изменяется в интервале 6,00·10⁻⁵+8,26·10⁻⁴ Па. Получены эмпирические уравнения длин прямолинейного и полного участков развития струи и высоты выбросов жидкости в зависимости от величин критерия Архимеда. Обнаружен промежуточный между кольцевой и цилиндрической погруженными струями слой эжектированной жидкости. При равенстве критериев Архимеда подачи воздуха в оболочку и центральный канал для величин Ar_{o5} = Ar_ц = 25 на расстоянии 0,0094-0,0116 м от среза сопел сохраняется совместное осевое течение газов. В результате выполненных исследований следует предполагать, что на участке 9-11 см от кладки плавильного агрегата «Победа» взаимодействие кислорода дутья центрального канала двухпроводной фурмы с окружающим расплавом не происходит.

Ключевые слова: защитная оболочка, кольцевой зазор, боковая фурма, критерий Архемеда, критерий Рейнольдса, плавильный агрегат «Победа», цилиндрическое сопло, кольцевое сопло, длина струи, брызгообразование.

Булатов К.В. – канд. техн. наук, ген. директор ОАО «Уралмеханобр» (620063, г. Екатеринбург, ул. Хохрякова, 87). E-mail: Bulatov_KV@umbr.ru.

Жуков В.П. – докт. техн. наук, проф., вед. науч. сотр. лаборатории окускования и физико-механических испытаний (ОиФМИ), ОАО «Уралмеханобр». E-mail: zhukov.v.p@mail.ru.

Братыгин Е.В. – канд. техн. наук, зав. лабораторией ОиФМИ, ОАО «Уралмеханобр». E-mail: bev@umbr.ru.

Томилов Н.А. – инженер лаборатории ОиФМИ, ОАО «Уралмеханобр». E-mail: tomilov.n@yahoo.com.

Меньшиков В.А. – канд. техн. наук, инженер кафедры металлургии цветных металлов $Ур\Phi Y$

(620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19). E-mail: kvadron@yandex.ru.

Для цитирования: Булатов К.В., Жуков В.П., Братыгин Е.В., Томилов Н.А., Меньшиков В.А. Исследование физических явлений в барботажной зоне плавильного агрегата «Победа» методом холодного моделирования. Сообщение 1. Исследование гидрогазодинамических закономерностей продувки жидкости газом с помощью боковой фурмы в защитной газовой оболочке. Известия вузов. Цветная металлургия. 2021. Т. 27. No. 3. C. 15–23. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-15-23.

Investigation of Pobeda furnace bubbling zone physics using cold modeling method Message 1. Investigation of fluid and gas dynamics of bubbling using a side-blowing gas-protected lance

K.V. Bulatov¹, V.P. Zhukov¹, E.V. Bratygin¹, N.A. Tomilov¹, V.A. Menshikov²

¹ JSC «Ural Research and Design Institute of Mining Processing, Metallurgy, Chemistry, Standartization» (JSC «Uralmekhanobr»), Ekaterinburg, Russia

² Ural Federal University n.a. the first president B.N. Eltsin of the Russia, Ekaterinburg, Russia

Received 28.10.2020, revised 03.02.2021, accepted for publication 08.02.2021

Abstract: Pobeda furnace operation was studied in the Archimedes criteria range from 5 to 60 using the cold modeling method to determine fluid and gas dynamics of bubbling using a side-blowing gas-protected lance. A transparent reactor of the laboratory setup was made on a scale of 1 : 10. Cylindrical lance nozzle diameter was 5 mm, annular space was 1 mm and angle to the horizontal in the reactor working position was 12°. It is shown that air interaction with water at its excessive pressure of 10^5 N/m^2 occurs in the form of a pulsating stream in a cyclical pattern with the different maximum torch size amplitude and the time required to achieve it. Dynamic borders of the primary near-nozzle zone were determined depending on the Archimedes criterion value for separate and cooperative gas flow through the lance shell and central channel in the stream straight-line development area ($l_{min} \le l \ge l_{max}$). Dynamic head of torch pulsation at extremum points varies in the range of $6.00 \cdot 10^{-5} \div 8.26 \cdot 10^{-4}$ Pa. Empirical equations for stream length in straight-line and full stream development areas and liquid release height were obtained depending on the Archimedes criterion value. An intermediate layer of ejected liquid was found between circular and cylindrical submerged streams. Cooperative axial gas flow is maintained at identical Archimedes criteria of air supply to the shell and central channel for the values $Ar_{sh} = Ar_c = 25$ at a distance of 0.0094 - 0.0116 m from the nozzle edge. As a result of research conducted it should be assumed that there is no interaction of blast oxygen from the central channel of the double-flow lance with surrounding melt at a distance of 9 - 11 cm from the Pobeda furnace lining.

Keywords: protective shell, annular space, side-blowing lance, Archimedes criterion, Reynolds criterion, Pobeda furnace, cylindrical nozzle, annular nozzle, stream length, splash formation.

Bulatov K.V. – Cand. Sci. (Eng.), general director of the JSC «Ural Research and Design Institute of Mining Processing, Metallurgy, Chemistry, Standartization» (JSC «Uralmekhanobr») (620063, Russia, Ekaterinburg, Khokhryakova str., 87). E-mail: Bulatov_KV@umbr.ru.

Zhukov V.P. – Dr. Sci. (Eng.), prof., leading researcher of the Laboratory of sintering and physical and mechanical tests (LSPMT), JSC «Uralmekhanobr». E-mail: zhukov.v.p@mail.ru.

Bratygin E.V. - Cand. Sci. (Eng.), chief of Laboratory LSPMT, JSC «Uralmekhanobr». E-mail: bev@umbr.ru.

 $\textbf{Tomilov N.A.} - engineer of Laboratory LSPMT, JSC \\ {}^{\circ} Uralmekhanobr \\ {}^{\circ} . E-mail: tomilov.n@yahoo.com.$

Menshikov V.A. – Cand. Sci. (Eng.), engineer of the Department of non-ferrous metallurgy, Ural Federal University n.a. the first president B.N. Eltsin of the Russia (620002, Russia, Ekaterinburg, Mira str., 19). E-mail: kvadron@yandex.ru.

For citation: *Bulatov K.V., Zhukov V.P., Bratygin E.V., Tomilov N.A., Menshikov V.A.* Investigation of Pobeda furnace bubbling zone physics using cold modeling method. Message 1. Investigation of fluid and gas dynamics of bubbling using a side-blowing gas-protected lance. *Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya (Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy).* 2021. Vol. 27. No. 3. P. 15–23 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-15-23.

Введение

В мировой практике медеплавильного производства достаточно широкую известность приобрела технология автогенной плавки сульфидных концентратов с донной продувкой расплава — BBF (Copper Bottom-blown Smelting Furnace), внедренная в Китае на предприятии «Dongying Fangyuan Nonferrous Metals» (Fangyuan) [1—7]. Для исследования гидрогазодинамических особенностей барботируемой ванны BBF был использован метод холодного моделирования с применением прозрачной жидкости, имитирующей физические свойства штейна (вода), шлака (масло) и газа (воздух) [8—11]. Автогенная плавка сульфидного медного и полиметаллического сырья при комбинированной продувке расплава с помощью донных и боковых фурм осуществляется в ООО «Медногорский медно-серный комбинат» в плавильном агрегате «Победа» (ПАП) [12—14]. Технологический прием одновременной обработки жидкой ванны различно ориентированными газовыми струями предопределил целесообразность исследований гидродинамики реакционной зоны методом физического моделирования.

Целью настоящей работы является оценка интегрального воздействия на ванну ПАП через боковую фурму конструкции «труба в трубе», моделирующей дутьевые устройства с защитной газовой оболочкой [15, 16]. В зависимости от способа ввода и интенсивности дутья определяли дальнобойность боковой струи, истекающей из кольцевого зазора и центрального сопла, условия совместного течения газов в жидкости из кольцевого и круглого сопел, а также исследовали процесс брызгообразования.

Методика экспериментов

Схема экспериментальной установки, состоящей из лабораторного стенда, воздуходувной системы и измерительной аппаратуры, показана на рис. 1. Основным элементом лабораторного стенда является рабочая камера цилиндрической формы диаметром 270 мм и длиной 270 мм, выполненная из плексиглаза в масштабе 1:10 поперечного сечения промышленного агрегата ПАП (образца). Фурма (рис. 2) представляет собой коаксиально расположенные цилиндрические трубки из пластмассы, оборудованные съемными штуцерами для подключения к воздухопроводу. Для проведения сравнительного анализа в сопоставимых условиях истечения воздуха из сопел эффективное сечение для кольцевого зазора и центральной трубы предусмотрено одинаковым — $1,9\cdot10^{-5}$ м², толщина



Рис. 1. Схема экспериментальной установки

1 – рабочая камера; *2*, *3* – ротаметры; *4*, *6* – вентили;

5 – компрессоры; 7 – донная фурма; 8 – боковая фурма;
 9 – манометр с шаровым краном

Fig. 1. Experimental setup diagram

I – working chamber; 2, 3 – variable area flow meters; 4, 6 – valves; 5 – compressors; 7 – bottom-blowing lance; ϑ – side-blowing lance; ϑ – pressure gauge with ball valve



Рис. 2. Конструкция модели боковой и донной фурм

I – наружная труба; *2* – внутренняя труба;
 3, *4* – штуцеры для подвода газа в межтрубную полость

и в центральную трубу (основной канал) соответственно

Fig. 2. Model design of side-blowing and bottom-blowing lances

I – outer tube; 2 – inner tube; 3, 4 – nozzles for gas supply to intertubular cavity and central tube (main channel), respectively

щели 10^{-3} м. Расход дутья измеряли с помощью калиброванных ротаметров, давление в фурмоколлекторе — манометром.

Процесс внедрения газа в жидкость снимали на видеокамеру с оценкой скорости движения газа в жидкости при помощи введенных в ее объем твердых индикаторов. Методика измерений сводилась к следующему. Для каждого опыта за время $\tau = 1$ с получали серию снимков из 7 фотографий. Скорость движения индикатора принимали как отношение изменения координат его перемещения к соответствующему интервалу времени. Определение местоположения частиц осуществляли с помощью программы «Paint.net», позволяющей фиксировать координаты точки с точностью до 10^{-2} мм. Для сопоставления с реальными размерами предварительно выбирали масштаб снимка.

Поскольку в зоне продувки происходит интенсивное перемешивание расплавов и усреднение их физических свойств, то в качестве модельных сред преимущественно использовали жидкость (воду) и воздух, а в отдельных опытах — водный раствор хлорида натрия вместо воды. Динамическое подобие обеспечивали из соблюдения условия Ar = = idem, а числовое значение Архимеда рассчитывали по следующей формуле [17]:

$$Ar = \frac{W_r^2 \rho_r}{g \rho_{\pi} d},$$
 (1)

где W_{Γ} — скорость истечения газа, м/с; ρ_{Γ} — плотность газа при истечении, кг/м³; $d = d_{c}$ — диаметр

центрального сопла (для кольцевого зазора принимали значение эффективного диаметра, равное $d = d_9 = (4F/3, 14)^{0,5}$, где F — площадь сопла); $\rho_{\rm ж}$ плотность жидкости, кг/м³; g = 9,8 м/с² — ускорение свободного падения.

При холодном моделировании значения критерия Ar для истечения воздуха из кольцевого зазора и основного канала фурмы изменяли в интервале Ar = 5÷60, что соответствует расходу воздуха 15— 55 дм³/мин, или 200—710 м³/ч в пересчете на образец ПАП. Давление воздуха (абсолютное) перед соплом в среднем составляет 102 кПа, температура принята равной 293 К. Расчет скорости истечения осуществляли без учета сжимаемости газов.

Для расчета числа Аг образца ПАП принимали следующие значения величин: средняя плотность оксидно-сульфидного расплава в барботажной зоне $\rho_{\rm x} = 4000$ кг/м³ (при T = 1573 K) [18]; $d_{\rm c} = 0,032$ м; $d_{\rm s} = 0,026$ м. Расчетная плотность газа в струе при истечении (с учетом гидростатического давления среды на глубине погружения фурм 0,54 м) при температуре газа $T_1 = 373$ К и избыточном давлении 24—62 кПа составляла $\rho_{\rm r} = 1,153 \div 1,375$ кг/м³. Входящие в уравнение (1) величины $W_{\rm r}$ и $\rho_{\rm r}$ определяли без учета гидравлического сопротивления воздухоподводящего тракта по следующим формулам [17]:

$$W_{\rm r} = \sqrt{\frac{2gKP_0T_1}{(K-1)T_0\rho_0}} \left[1 - \left(\frac{H'}{P_1'}\right)^{\frac{K-1}{K}} \right], \tag{2}$$

$$\rho_{\rm r} = \rho_0 \frac{T_0 P_1'}{T_1 P_0} \left(\frac{H'}{P_1'}\right)^{\frac{1}{K}},\tag{3}$$

где K = 1,40 — показатель адиабаты; $\rho_0 = 1,293$ кг/м³ — плотность воздуха (1,428 кг/м³ — кислорода) при нормальных условиях; $T_0 = 273$ К — абсолютная температура; $P_0 = 10332$ кг/м² — атмосферное давление; P'_1 — абсолютное давление истечения, кг/м²; H' — абсолютное значение гидростатического давления слоя расплава, кг/м².

Из кинофрагмента на примере невзаимодействующих погруженных боковой и донной струй (рис. 3) видно, что в модельном реакторе можно выделить 5 характерных областей: боковой (1, 2) и донной (3) струй; область разбрызгивания (4) в газовом объеме реактора; поверхность ванны с газожидкостными формированиями (5). Каждая область, в свою очередь, состоит из сложной, изменяющейся во времени и в пространстве струк-



Рис. 3. Общая картина взаимодействия газовых струй с жидкостью в рабочей камере

1 – область прямолинейного участка боковой струи

2 – жидкостно-газовая вертикальная часть боковой струи

3 – донная струя с расширением потока

4 – область брызгообразования; 5 – газожидкостный слой на поверхности ванны после распада боковой и донной струй 6 – частица-индикатор

Оцифровка шкал дана в условных единицах

Fig. 3. General pattern of interaction between gas streams and liquid in working chamber

I – side stream straight-line area; 2 – vertical gas-liquid portion of side stream; 3 – bottom stream with flow expansion; 4 – splash formation area; 5 – gas-liquid layer on bath surface after side and bottom stream breakup; 6 – indicating particle Scale numbering is given in conventional units

туры. За срезом сопел наблюдается образование дискретных газовых объемов-каверн, представляющих собой двухфазную среду, куда дутьевая струя вносит эжектированную и диспергированную жидкость.

Интенсивность разбрызгивания оценивали по высоте (H) подъема основного массива жидкости над спокойной поверхностью ванны (см. рис. 3). За длину струи (l) принимали прямолинейный участок ее развития до искривления оси потока. Дальнобойность (L) определяли как расстояние от среза сопла до крайней точки вертикального факела или внешней границы барботажной области (рис. 4).



Рис. 4. К определению длин боковой (*a*) и донной (*б*) струй Оцифровка шкал дана в условных единицах

Fig. 4. To side (*a*) and bottom (*b*) stream length determination Scale numbering is given in conventional units

Результаты и их обсуждение

Работа фурм с оболочкой основана на равенстве скоростей движения газов по основному и межтрубному каналам [15]. Защитное действия газа, движущегося в кольцевом канале фурмы после его выхода из сопла, заключается в экранировании внешней поверхности струи газообразного реагента более инертным газом. В этом случае предполагается отсутствие непосредственного контакта кислорода дутья основного канала с массой расплава вблизи центрального сопла.

На данном этапе исследований воспроизводили гидрогазодинамическую обстановку в зоне взаимодействия струй с жидкостью при использовании боковых двухпроводных фурм. Картину внедрения газа в жидкость при продувке воздухом через межкольцевую полость и основной канал визуализировали отдельно для кольцевого и основного каналов фурмы. В рабочем положении реактора боковую фурму устанавливали под углом 12° к горизонтальной оси его поперечного сечения [17]. Первоначально воздух подавали только в оболочку с расходом, соответствующим значениям $Ar_{o6} = 5$, 12 и 25, а последующие опыты проводили с вводом дутья в центральный канал при $Ar_{II} = 25$ и 60.

Анализ кинограмм свидетельствует о том, что во всем исследуемом диапазоне параметров дутья, независимо от вида сопел, наблюдается пульсационный режим развития струи в жидкости с изменяющейся геометрией вида, как на рис. 4, *а*. Движение газожидкостных формирований в окрестности сопла оказывает негативное воздействие на конструкционные элементы фурм и футеровку. Поэтому в условиях образования пульсирующей струи определяли минимальную и максимальную длины прямолинейного участка (l_{\min} , l_{\max}), так как в интервале значений $l_{\min} \le l \ge l_{\max}$ находятся динамические границы первичной реакционной зоны вблизи фурменного пояса.

На рис. 5 показана динамика формирования прямолинейного участка боковой струи (l) в зависимости от величины критерия Архимеда при истечении воздуха из разных сопел по мере распространения струи в жидкости. Можно видеть, что изменение мгновенных величин l носит периодический и экстремальный характер. Так, при подаче воздуха только в кольцевой зазор (см. рис. 5, a) значения l_{\min} , l_{\max} семейства кривых 1-3 изменяются от 1,32 до 27,81 мм, возрастая пропорционально величине Ar_{oб}. При этом время достижения величины l_{\max} , определяемое в соответствующих точках экстремума как $\tau_{\max} - \tau_{\min}$, уменьшается и составляет 0,57, 0,29 и 0,14 с.

Влияние на длину струи *l*, истекающей из кольцевого зазора, ввода дутья в центральную трубу исследовали при наибольшем значении $Ar_{o6} = 25$ в зависимости от величин Ar_{II} . Как видно из данных рис. 5, *б* (кривые 4, 5), добавка воздуха в цилиндрическую трубу увеличивает l_{max} по сравнению с чисто периферийным дутьем до значений 47,83, 33,11 мм (точка «*a*» на кривой 4 соответствует экстремуму корреляционной зависимости). Сохраня-





Рис. 5. Зависимость длины прямолинейного участка развития боковой струи от времени

а – подача дутья в кольцевой зазор

 $\boldsymbol{\delta}$ – совместная продувка через оболочку и центральную трубу (4, 5) и только через центральную трубу (6)

 $Ar_{00} = 25 (1, 4, 5), 12 (2), 5 (3); Ar_{II} = 60 (4), 25 (5, 6)$

Fig. 5. Dependence of side stream straight-line area length on time

a – blast supply to annular space; $\boldsymbol{\delta}$ – cooperative blowing through shell and central tube (4, 5) and through central tube only (6) Ar_{sh} = 25 (1, 4, 5), 12 (2), 5 (3); Ar_c = 60 (4), 25 (5, 6)

ется ранее отмеченная для периферийного дутья (рис. 5, *a*) закономерность возрастания значений l_{max} с увеличением интенсивности продувки, которая выше при совместном истечении газа в жидкость через кольцевое и цилиндрическое сопла. При этом время достижения величины l_{max} уменьшается с 0,43 до 0,28 с (кр. 5, 6 на рис. 5).

Математическая обработка данных рис. 5, a показывает, что величина $l_{\rm max}$ (в м) возрастает с повышением значения ${\rm Ar}_{\rm o6}$ согласно уравнению

$$l_{\rm max} = 7,56 \cdot 10^{-3} \,{\rm Ar_{o6}^{0.57}},\tag{4}$$

что объясняется более высокой силовой характеристикой струи, определяемой ее импульсом (*i*).

Известно [19], что зависимость критерия Архимеда от импульса газа имеет вид:

для центрального канала

$$Ar_{ii} = \frac{4i_{ii}}{\pi \rho_{\pi} g d_{c}^{3}},$$
(5)

для оболочки

$$ar_{o6} = \frac{4i_{o6}}{\pi \rho_{\pi} g(2\delta)^3},$$
 (6)

для совместного течения газа в оболочке и центральной трубе

$$Ar_{o\delta,u} = \frac{4(i_{u} + i_{o\delta})}{\pi \rho_{\star} g(d_{c} + 2\delta)^{3}},$$
(7)

где $i_{\rm u}$, $i_{\rm ob}$ — импульс струи в центральной трубе и кольцевом зазоре соответственно; $\delta = 0,001$ м — толщина зазора.

По условиям эксперимента $i_{\rm II} = i_{\rm o6}$; $d_{\rm c} > 2\delta$, тогда ${\rm Ar}_{\rm o6} > {\rm Ar}_{\rm II}$ и значения *l* для кривой *l* больше, чем у кривой *b* (см. рис. 5, *b*). Характер изменения *l* у кр. 4, 5 также объясняется более высокими значениями общего импульса газа согласно уравнению (7).

В результате математической обработки экспериментальных данных на основании аддитивности импульсов струй по уравнению (7) для $5 < (Ar_{o6} + Ar_{u}) < 85$ получена эмпирическая зависимость полной длины струи (в м) от суммы величин критериев Архимеда при подаче воздуха в оболочку и центральный канал:

$$L = 0.024(Ar_{06} + Ar_{II})^{0.22}.$$
 (8)

Зависимость средней высоты (м) подъема брызг над спокойной поверхностью ванны, полученная в аналогичных условиях, имеет вид

ł

$$H_{\rm cp} = 0.0206({\rm Ar}_{\rm o6} + {\rm Ar}_{\rm II})^{0.13}.$$
 (9)

В пределах динамической границы рассматриваемой зоны взаимодействия динамический напор распространения газовой струи рассчитывается по формуле

$$q = \rho U^2 / (2g).$$
 (10)

Здесь $\rho = 1,29 \, \text{кг/м}^3$ — плотность воздуха (противодавлением слоя воды пренебрегали); U — скорость перемещения внешней границы факела, определяемая по данным рис. 5 *a*, *б* как

$$U = (l_{\max} - l_{\min}) / \Delta \tau, \qquad (11)$$

где $\Delta \tau$ — временной интервал изменения длины струи от l_{\min} до l_{\max} .

Динамический напор пульсации факела, изменяющей продольные границы, рассчитанный по уравнению (10), составляет $6,00\cdot10^{-5}$; $8,26\cdot10^{-4}$ Па и пропорционален величине критерия Архимеда.

Гидродинамическую обстановку в зоне взаимодействия струй с жидкостью иллюстрируют фрагменты кинограмм, показанные на рис. 6, в точках достижения мгновенного значения величины *l*_{max}.

Из рис. 6, а видно, что при истечении воздуха из межкольцевого сопла наблюдается вовлечение жидкости 2 из основного объема ванны в область центрального сопла. Присоединенная жидкость также визуализируется в вертикальной части дутьевого факела после искривления горизонтальной оси потока 4. В сопоставимых динамических условиях продувки, когда $Ar_{ob} = Ar_{II}$ (рис. 6, б), данное явление проявляется в меньшей степени и вблизи среза сопла образуется общая газовая струя 2 с отдельными включениями жидкости 4. К внешней границе факела прилегает газожидкостный слой 5. При максимальной интенсивности ввода дутья в центральную трубу (см. рис. 6, в) слой эжектированной жидкости становится более протяженным, приобретает четко выраженные границы 2, за его пределами появляется однофазная газовая область смешения струй 6.

Наличие эжектированного слоя жидкости между внешней границей кольцевой струи и внутренней цилиндрической в реальных условиях продувки сульфидных расплавов приводит к появлению отдельной реакционной зоны с выделением теплоты за счет протекания экзотермических реакций окисления сульфидов кислородом дутья центрального канала. Дополнительный источник теплоты вблизи сопел может снижать защитные функции работы фурмы с оболочкой и требует дальнейшего исследования. Согласно закономерностям механизма эжекции [20], масса подсасываемой жидкости определяется длиной реакционной зоны, т.е. в нашем случае величиной *l*_{max}.

Для определения характера движения газа в кольцевом зазоре и цилиндрической части фурмы рассчитан критерий Рейнольдса по формуле

$$Re = \omega l_p / v, \qquad (12)$$

где ω — среднемассовая скорость течения газа, м/с; l_p — характерный линейный размер, м; v — коэффициент кинематической вязкости газа, м²/с. В качестве характерного линейного размера для кольцевого зазора принимали величину 26 [21], а для цилиндрического сопла — внутренний диаметр центральной трубы фурмы $D_{\text{внутр}} = 0,005$ м; для воздуха (T = 293 K) v = $15,05\cdot10^{-6}$ м²/c [22]. Полученные значения величин $\text{Re}_{of} = 175 \div 408$ и $\text{Re}_{II} = 437 \div 1019$ свидетельствуют о ламинарном режиме течения воздуха в обоих каналах фурмы [23] при $12 \le \text{Ar} \le 25$.

Из кинофрагментов на рис. 6, a, δ видно, что в области сопел при истечении газа из кольцевого зазора (рис. 6, a), а также совместного его прохождения через цилиндрическое и межкольцевое сопла (рис. 6, δ) индикаторная метка находится на внешней поверхности погруженной струи. Причем отмечено, что индикатор перемещается совместно



Рис. 6. Кинофрагменты распространения струи в жидкости при достижении l_{max} для кривых 1 (*a*), 5 (*б*) и 4 (*в*) на рис. 5, *б*

I – сопло; *З* – индикатор; *2* – область эжектируемой из объема ванны жидкости (*a*), струя (*б*), промежуточный слой жидкости (*в*); *4* – включения жидкости (*a*, *б*), область смешения струй, истекающих из кольцевого и центрального сопел (*в*); *5* – газожидкостный слой

Fig. 6. Filmstrips of stream spread in liquid upon reaching l_{max} for curves 1(a), $5(\delta)$ and $4(\epsilon)$ in Fig. 5, δ 1 – nozzle; 3 – indicator; 2 – area of liquid ejected from bath volume (a), stream (δ), intermediate liquid layer (ϵ); 4 – liquid inclusions (a, δ), mixing area of streams flowing from annular and central nozzles (ϵ); 5 – gas-liquid layer со струей, что означает отсутствие движения газа по ее внешней поверхности. Согласно данным [19], близость профилей скоростей движения газа в затопленных струях дозвукового истечения в жид-кость сохраняется на расстоянии $(1\div 2)d_c$, где d_c — диаметр выходного сечения сопла.

При истечении воздуха только из кольцевого зазора при $d_c = d_3 = 0,005$ м следует ожидать ламинарного характера течения газа на осевом прямолинейном участке струи на расстоянии $y = 0,005\div0,010$ м от среза сопла. На этом участке диаметр струи (см. рис. 6, *a*) составляет (15,7÷25,5)·10⁻³ м. Для осесимметричной струи профиль скоростей в этом случае может описываться [19] уравнением Шлихтинга:

$$U/U_{\rm max} = (1 - \xi^{1,5})^2,$$
 (13)

где U — скорость в поперечном сечении струи на расстоянии y; $U_{\text{max}} = 29,76 \cdot 10^{-3} \text{ м/c}$; $\xi = y/r$; r — границы осесимметричной струи в рассматриваемом сечении.

Скорость воздуха в струе истечения, рассчитанная по выражению (13) для продувки через оболочку, уменьшается до $U = (7,19 \div 2,77) \cdot 10^{-3}$ м/с.

Решая уравнение (13) относительно величины у и ранее полученных значений U в условиях совместного течения кольцевой и круглой струй (см. рис. 6, δ), можно определить расстояние от сопла, на котором сохраняется осевое совместное движение струй. В расчете принимали, что диаметр поперечного сечения на прямолинейном участке развития струи практически постоянен и составляет 16,33·10⁻³ м. Полученные данные свидетельствуют, что при U = const совместное движение струй протекает на расстоянии от сопел, равном 0,0052—0,0064 м.

Продувка через центральное сопло при более высоком значении критерия Архимеда (см. рис. 6, e) для r = 0,0147 м (точка начала искривления оси потока) приводит к изменению величины y в более широком интервале: $y = 0,0094 \div 0,0116$ м. Последнее обстоятельство может объясняться образованием промежуточного слоя жидкости и другим условием течения газа в струях, что предполагает отдельное исследование механизма взаимодействия.

Таким образом, с учетом геометрического масштаба моделирования следует ожидать, что использование боковой фурмы в защитной газовой оболочке (воздух) при $Ar_{ob} = Ar_{u} = 25$ и $Ar_{ob} = 25$ и $Ar_{u} = 60$ позволяет экранировать взаимодействие кислорода дутья центрального канала с основной массой ванны на расстоянии ~9÷11 см от сопел в зоне фурменного пояса ПАП.

Заключение

На холодной модели исследована гидродинамика барботируемой ванны плавильного агрегата ПАП с помощью боковых фурм в защитной газовой оболочке. Показано, что в интервале значений критерия Ar = 5÷60 взаимодействие воздуха с водой имеет пульсационный характер и сопровождается образованием факела различной максимальной длины и разным временем ее достижения. Определены динамические границы первичной реакционной зоны вблизи сопел и получены эмпирические уравнения размеров наиболее характерных участков факела, высоты выбросов жидкости в зависимости от условий продувки. Сформулировано предположение, что при работе плавильного агрегата ПАП защитный эффект боковой фурмы с оболочкой может проявляться на расстоянии 9— 11 см от зоны фурменного пояса по оси струи.

Литература

- Jiang X., Cui Z., Chen M., Zhao B. Mixing behaviors in the horizontal bath smelting furnaces. *Metall. Mater. Trans. B*. 2019. Vol. 50 (1). P. 173–180.
- Chen L., Hao Z.D., Yang T.Z., Liu W.F., Zhang D.C., Zhang L., Bin S., Bin W.D. A comparison study of the oxygen-rich side blow furnace and the oxygen-rich bottom blow furnace for liquid high lead slag reduction. JOM. 2015. Vol. 67. P. 1123–1129.
- Cui Z., Shen D., Wang Z. New process of copper smelting with oxygen enriched bottom blowing technology. Youse Jinshu, 2010.
- Wang Q.M., Guo X.Y., Wang S.S., Liao L.L., Tian Q.H. Multiphase equilibrium modeling of oxygen bottomblown copper smelting process. *Trans. Nonferr. Met. Soc. China.* 2017 Vol. 27. P. 2503–2511.
- Zhao B., Cui. Z., Wang Z.A. New copper smelting technology bottom blown oxygen furnace developed at dongying fangyuan nonferrous metals. In: *Mater. 4-th Intern. Symp. on high temperature*. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons. Inc., 2013. P. 1–10.
- Yan H.J., Liu F.K., Zhang Z.Y., Gao Q., Liu L., Cui Z.X., Shen D.B. Influence of lance arrangement on bottomblowing bath smelting process. Chin. J. Nonferr. Met. 2012. Vol. 22. P. 2393–2400.
- 7. Jiang X., Cui Z., Chen M., Zhao B. Study of plume eye in

the copper bottom-blown smelting furnace. *Metall. Mater. Trans. B.* 2019. P. 765–778.

- Shui L., Cui Z.X., Ma X.D., Rhamdhani M.A., Nguyen A.V., Zhao B.J. Mixing phenomena in a bottom blown copper smelter: A Water Model Study. *Metall. Mater. Trans. B.* 2015. Vol. 46 B. P. 1218–1225.
- Shui L., Cui Z.X., Ma X.D., Rhamdhani M.A., Nguyen A.V., Zhao, B.J. Understanding of bath surface wave in bottom blown copper smelting furnace. *Metall. Mater. Trans. B.* 2016. Vol. 47B. P. 135–143.
- Shao P., Jiang L. Flow and mixing behavior in a new bottom blown copper smelting furnace. URL: www.mdpi. com/1422-0067/20/22/5757/ (accessed: 11.11. 2019).
- Shui L., Cui Z., Ma X., Jiang X., Chen M., Xiang Y., Zhao B. A water model study on mixing behavior of the two-layered bath in bottom-blown copper smelting furnace. *JOM*. 2018. Vol. 70 (10). P. 2065–2070.
- Булатов К.В., Скопов Г.В., Скопин Д.Ю., Якорнов С.А. Переработка полиметаллических концентратов в плавильном arperate «Победа» ООО «Медногорский медно-серный комбинат». Цветные металлы. 2014. No. 10. C. 39—45.

Bulatov K.V., Skopov G.V., Skopin D.Yu., Yakornov S.A. Processing of polymetallic concentrates in melting facility «Pobeda» (LLC Mednogorsk copper-sulfur combine). *Tsvetnye Metally.* 2014. No. 10. P. 39–45 (In Russ.).

- 13. Булатов К.В., Якорнов С.А., Ибрагимов А.Ф., Исхаков И.И. Промышленные испытания технологии плавки сульфидного медного концентрата в плавильном агрегате «Победа» на кислородном дутье с использованием донных фурм. Металлург. 2020. No. 8. С. 36—40. Bulatov K.V., Yakornov S.A., Ibragimov A.F., Iskhakov I.I. Industrial tests of sulphide copper concentrate melting in smelter «Pobeda» on oxygen blow using botton tuyeres. Metallurg. 2020. No. 8. P. 36—40 (In Russ.).
- 14. Булатов К.В., Харитиди Г.П., Закирничный В.Н., Скопов Г.В. Технологические возможности металлурической переработки промпродуктов обогащения полиметаллических руд. Цветные металлы. 2019. No. 8. C. 85—90.

Bulatov K.V., Kharitidi G.P., Zakirnichnyi V.N., Skopov G.V. Capability metallurgical processing of intermediate products for the processing of polymetallic ores. *Tsvetnye Metally.* 2019. No. 8. P. 85–90 (In Russ.).

 Король Ю.А., Набойченко С.С. Расчет фурм в защитной оболочке для конвертирования никелевых и медных штейнов: рекомендации по ее применению. Цветные металлы. 2018. No. 5. C. 31—40. *Korol Yu.A., Naboichenko S.S.* Calculation of tuyeres in a protective shell for converting Nickel and copper matte: recommendations for its use. *Tsvetnye Metally.* 2014. No. 5. P. 31–40 (In Russ.).

 Король Ю.А., Набойченко С.С., Гуляев С.В. Практика применения фурмы в защитной оболочке при конвертировании. Цветные металлы. 2018. No. 7. C. 46—50.

Korol Yu.A., Naboichenko S.S., Gulyaev S.V. Practice of using the form in a protective shell when converting. *Tsvetnye Metally.* 2018. No. 7. P. 46–50 (In Russ.).

- Шалыгин Л.М. Конвертерный передел в цветной металлургии. М.: Металлургия, 1965. *Chalygin L.M.* Converter conversion in non-ferrous metallurgy. Moscow: Metallyrgiya, 1965 (In Russ.).
- Жуков В.П., Скопов Г.В., Холод С.И. Пирометаллургия меди. Екатеринбург: АХУ УрО РАН, 2016. Zhukov V.P., Skopov G.V., Kholod S.I. Pyrometallurgy of copper. Ekaterinburg: AKhU UrO RAN, 2016 (In Russ.).
- Сурин В.А., Назаров Ю.Н. Массо- и теплообмен, гидрогазодинамика металлургической ванны. М.: Металлургия, 1993.

Surin V.A., Nazarov Y.N. Mass and heat transfer, hydrogas dynamics of a metallurgical bath. Moscow: Metallyrgiya, 1993 (In Russ.).

- Давидсон В.Е. Элементы технологической гидрогазодинамики. Днепропетровск: ДГУ, 1987. Davidson V.E. Elements of technological hydro-gas dynamics. Dnepropetrovsk: DGU, 1987 (In Russ.).
- Григулецкий В.Г., Савельев Ю.П. Коэффициенты сопротивления при течении турбулентного потока вязкой жидкости в кольцевом зазоре двух соосных цилиндрических труб. Науч.-техн. ведомости СПбГПУ. 2017. Т. 23. No. 1. С. 82—89. DOI: 10.18721. Griguletskii V.G., Savel'ev Yu.P. Resistance coefficients for the flow of a turbulent flow of a viscous liquid in the ring gap of two coaxial cylindrical pipes. Nauchnotekhnicheskie vedomosti SPbGPU. 2017. Vol. 23. No. 1. P. 82—89 (In Russ.).
- Свойства веществ: Справочник. Под. ред. С.Н. Богданова. 4-е изд., перераб. и доп. СПб: ГАХТ, 1999.
 Property of substance: Handbook. Ed. S.N. Bogdanov. Saint-Petersburg: GAKhT, 1999 (In Russ.).
- Берд Р., Стыоарт В., Лайтфут Е. Явления переноса. М.: Химия, 1974.
 Berd R., St'yuart E., Laitfoot E. Transfer phenomenon. Moscow: Khimiya, 1974 (In Russ.).

УДК: 669.35.018.24 : 620.178.162

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-24-36

ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ БРОНЗЫ БрО10С2НЗ, ПОЛУЧЕННОЙ НАПОЛНИТЕЛЬНЫМ ЛИТЬЕМ, НЕПРЕРЫВНЫМ ЛИТЬЕМ ВВЕРХ И ГОРЯЧЕЙ ЭКСТРУЗИЕЙ

© 2021 г. В.Е. Баженов¹, А.Ю. Титов¹, И.В. Шкалей², А.В. Санников¹, С.А. Таволжанский¹, А.М. Мезрин², А.В. Колтыгин¹, А.А. Никитина¹, И.В. Плисецкая¹, В.Д. Белов¹, В.А. Юдин³

¹ Национальный исследовательский технологический университет (НИТУ) «МИСиС», г. Москва, Россия

² Институт проблем механики (ИПМех) им. А.Ю. Ишлинского РАН, г. Москва, Россия

³ ПАО «Авиационная корпорация «Рубин», г. Балашиха, Россия

Статья поступила в редакцию 14.10.20 г., доработана 04.12.20 г., подписана в печать 07.12.20 г.

Аннотация: Для деталей, работающих на трение в машиностроении, применяются антифрикционные оловянные бронзы и, в частности, бронза БрО10С2Н3. Обычно для получения изделий из этой бронзы используется метод наполнительного литья в металлические формы. В настоящей работе исследовали возможность получения заготовок из бронзы БрО10C2H3 методами горячей экструзии и непрерывного литья вверх. Были установлены температура и скорость горячей экструзии, а также скорость вытягивания при непрерывном литье, позволяющие избежать возникновения дефектов. Показано, что горячая экструзия очень сильно измельчает зерно до 1,7 мкм, а при литье вверх, наоборот, размер зерна увеличивается в сравнении с методом наполнительного литья. Что же касается микроструктуры, то при горячей экструзии и непрерывном литье вверх происходит измельчение кристаллов интерметаллидной фазы γ-Cu₃Sn. При этом в структуре бронзы после горячей экструзии можно наблюдать крупные скопления частиц (Pb), что, по всей видимости, приводит к снижению коэффициента трения. Максимальная твердость и прочностные свойства при растяжении характерны для прутков, полученных методом горячей экструзии при 600 °C, а наибольшее относительное удлинение было обнаружено в прутках, полученных методом непрерывного литья вверх. Трибологические исследования, проведенные по схеме «вал – частичный вкладыш» в среде керосина со стальным контртелом, показали, что применение горячей экструзии для получения прутков приводит к 10-кратному увеличению износостойкости и 3-кратному снижению коэффициента трения в сравнении со слитками, изготовленными наполнительным литьем. При этом для прутков, полученных методом непрерывного литья вверх, наоборот, наблюдается уменьшение износостойкости. В связи с вышесказанным можно рекомендовать метод горячей экструзии для получения заготовок из бронзы БрО10С2Н3 наравне с литьем.

Ключевые слова: антифрикционная бронза, БрО10С2Н3, горячая экструзия, литье вверх, интенсивность износа, механические свойства.

Баженов В.Е. – канд. техн. наук, доцент кафедры литейных технологий и художественной обработки материалов (ЛТиХОМ) НИТУ «МИСиС» (119991, г. Москва, Ленинский пр., 4). E-mail: V.E.Bagenov@gmail.com.

Титов А.Ю. – канд. техн. наук, ст. препод. кафедры ЛТиХОМ, НИТУ «МИСиС». E-mail: titov.andrey90@gmail.com.

Шкалей И.В. – инженер лаборатории трибологии Института проблем механики им. А.Ю. Ишлинского (ИПМех) РАН (119526, г. Москва, пр. Вернадского, 101-1). E-mail: ioann_shiva@list.ru.

Санников А.В. – канд. техн. наук, мл. науч. сотр. Инжинирингового центра «Литейные технологии и материалы» НИТУ «МИСиС». E-mail: sannikov@ic-ltm.ru.

Таволжанский С.А. – канд. техн. наук, доцент кафедры ЛТиХОМ, НИТУ «МИСиС». E-mail: Stavolj@gmail.com.

Мезрин А.М. – канд. физ.-мат. наук, науч. сотр. лаборатории трибологии, ИПМех РАН. E-mail: amezrin@rambler.ru.

Колтыгин А.В. – канд. техн. наук, доцент кафедры ЛТиХОМ, НИТУ «МИСиС». E-mail: misistlp@mail.ru.

Никитина А.А. – учеб. мастер кафедры ЛТиХОМ, НИТУ «МИСиС». E-mail: echinus@valar.ru.

Белов В.Д. – докт. техн. наук, зав. кафедрой ЛТиХОМ, НИТУ «МИСиС». E-mail: vdbelov@mail.ru.

Юдин В.А. – канд. техн. наук, гл. металлург ПАО «Авиационная корпорация «Рубин»

(143912, Московская обл., г. Балашиха, шоссе Энтузиастов, 5). E-mail: yudinva78@mail.ru.

Для цитирования: Баженов В.Е., Титов А.Ю., Шкалей И.В., Санников А.В., Таволжанский С.А., Мезрин А.М., Колтыгин А.В., Никитина А.А., Плисецкая И.В., Белов В.Д., Юдин В.А. Исследование свойств бронзы БрО10С2H3, полученной наполнительным литьем, непрерывным литьем вверх и горячей экструзией. Известия вузов. Цветная металлургия. 2021. Т. 27. No. 3. C. 24–36. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-24-36.

Investigation of C92900 bronze properties obtained by permanent mold casting, continuous upcasting and hot extrusion

V.E. Bazhenov¹, A.Yu. Titov¹, I.V. Shkalei², A.V. Sannikov¹, S.A. Tavolzhanskii¹, A.M. Mezrin², A.V. Koltygin¹, A.A. Nikitina¹, I.V. Plisetskaya¹, V.D. Belov¹, V.A. Yudin³

¹ National University of Science and Technology (NUST) «MISIS», Moscow, Russia

² Ishlinsky Institute for Problems in Mechanics of the Russian Academy of Sciences (IPMech RAS), Moscow, Russia

³ JSC «Rubin Aviation Corporation», Balashikha, Russia

Received 14.10.2020, revised 04.12.2020, accepted for publication 07.12.2020

Abstract: In mechanical engineering, the antifriction tin bronzes, and C92900 bronze for instance are used for parts subjected to wear. The permanent mold casting into steel molds are commonly used to produce parts from C92900 bronze. This work investigates the possibility of C92900 bronze rods production by hot extrusion and upcasting methods. It has been discovered the hot extrusion temperature and ram speed, as well as the casting speed for upcasting that promote no defects in rods. It has been shown that hot extrusion leads to severe grain refinement up to 1.7 μ m, and when casting upwards, on the contrary, an increase in the grain size occurs in comparison with the permanent mold casting. After hot extrusion and upcasting, the crystals of the γ -Cu₃Sn intermetallic phase are refined in the bronze microstructure. At the same time, large agglomerations of (Pb) particles can be observed in the extruded bronze microstructure, which leads to a decrease in the coefficient of friction. The maximum hardness and tensile strength were obtained for rods produced by hot extrusion at 600 °C, and the highest elongation in rods obtained by the upcasting method. Tribological studies were carried out according to the «shaft – partial insert» scheme in a kerosene medium with a steel counter body showed that hot extrusion leads to a tenfold increase in wear resistance and a threefold decrease in the friction coefficient in comparison with rods obtained by permanent mold casting. At the same time, for the rods obtained by the upcast method, on the contrary, a decrease in wear resistance is observed. In connection with the mentioned results, it is possible to recommend the hot extrusion method for producing C92900 bronze rods in addition with casting technique.

Keywords: antifriction bronze, C92900, hot extrusion, upcasting, wear rate, mechanical properties.

Bazhenov V.E. – Cand. Sci. (Eng.), assistant prof., Department of foundry technologies and material art working (FT&MAW), National University of Science and Technology (NUST) «MISIS» (119991, Russia, Moscow, Leninskii pr., 4). E-mail: V.E.Bagenov@gmail.com.

Titov A.Yu. – Cand. Sci. (Eng.), lect., Department of FT&MAW, NUST «MISIS». E-mail: titov.andrey90@gmail.com. **Shkalei I.V.** – engineer of tribology laboratory, Ishlinsky Institute for Problems in Mechanics of the Russian Academy of Sciences

(IPMech RAS) (119526, Russia, Moscow, pr. Vernadskogo, 101-1). E-mail: ioann_shiva@list.ru

Sannikov A.V. – Cand. Sci. (Eng.), junior researcher of the Casting Technology and Material Engineering Center, NUST «MISIS». E-mail: sannikov@ic-ltm.ru.

 $\label{eq:constraint} \textbf{Tavolzhanskii S.A.} - Cand. Sci. (Eng.), assistant prof., Department of FT\&MAW, NUST «MISIS». E-mail: Stavolj@gmail.com. Stavolj@gmail.com.$

Mezrin A.M.-Cand. Sci. (Phys.-Math.), researcher of tribology laboratory, IPMech RAS. E-mail: amezrin@rambler.ru.

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

Nikitina A.A. - laboratory assistant, Department of FT&MAW, NUST «MISIS». E-mail: echinus@valar.ru.

Plisetskaya I.V. - Cand. Sci. (Eng.), assistant lecturer, Department of FT&MAW, NUST «MISIS».

E-mail: inga.plisetskaya@gmail.com.

Belov V.D. - Doc. Sci. (Eng.), head of the Department of FT&MAW, NUST «MISIS». E-mail: vdbelov@mail.ru.

Yudin V.A. – Cand. Sci. (Eng.), head metallurgist of the JSC «Rubin Aviation Corporation»

(143912, Russia, Moscow region, Balashikha, Entuziastov shosse, 5). E-mail: yudinva78@mail.ru.

For citation: Bazhenov V.E., Titov A.Yu., Shkalei I.V., Sannikov A.V., Tavolzhanskii S.A., Mezrin A.M., Koltygin A.V., Nikitina A.A., Plisetskaya I.V., Belov V.D., Yudin V.A. Investigation of C92900 bronze properties obtained by permanent mold casting, continuous upcasting and hot extrusion. Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya (Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy). 2021. Vol. 27. No. 3. P. 24–36 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-24-36.

Введение

Оловянные бронзы нашли широкое применение в машиностроении, в частности при изготовлении деталей, работающих на трение, так как изделия из них обладают высокой прочностью, коррозионной стойкостью и антифрикционными свойствами [1, 2]. В авиации при изготовлении узлов систем торможения используется бронза БрО10С2Н3 (в США имеет обозначение С92900) [3, 4]. Обычно заготовки из бронзы БрО10С2Н3 получают методом наполнительного литья слит-ков [3]. Значительный интерес представляет применение других технологий получения изделий из

бронзы БрО10С2Н3, так как это может способствовать повышению их свойств, а также снижению брака при производстве.

Основной проблемой при получении слитков из высокооловянистых бронз наполнительным литьем (в том числе и БрО10С2Н3) является формирование усадочной пористости по всему объему слитка из-за широкого интервала кристаллизации бронзы [1]. Для снижения пористости стараются увеличить скорость охлаждения при затвердевании, а также обеспечить направленное затвердевание [3, 5—7].

Одним из перспективных способов получения заготовок из оловянистой бронзы является непрерывное литье. К недостаткам этого метода можно отнести формирование усадочной пористости, зональную ликвацию олова, а также образование трещин и газовых пор [8—10].

Еще одним способом литья, который применим для получения заготовок из оловянистых бронз, является центробежное литье [11]. Исследование износостойкости оловянно-свинцовых бронз показало, что для образцов, полученных центробежным методом и методом литья в песчаную форму, износостойкость была выше, чем для образцов, изготовленных непрерывным литьем, что, по мнению авторов, связано с различным распределением свинца в матрице [12, 13].

Для получения заготовок из бронз, в том числе антифрикционных, используются такие методы деформационной обработки, как равноканальное угловое прессование (РКУП), горячая экструзия и ковка [14—18]. Деформационная обработка обеспечивает измельчение зерна и структурных составляющих [18]. С увеличением числа проходов при проведении ковки или РКУП прочность и твердость растут, а относительное удлинение и интенсивность износа снижаются [18—20]. Для достижения высоких значений относительного удлинения нужно повышать температуру деформационной обработки [18, 21, 22]. Высокое содержание олова и значительная доля интерметаллидной фазы в бронзе снижают ее пластичность и обрабатываемость давлением [2]. Свинец также приводит к потере пластичности в интервале температур t == 300÷700 °C из-за жидкометаллического охрупчивания [23]. Так, в работе [24] при РКУП бронзы БрО10С2Н3 при t = 350 °C после первого прохода образовались трещины на поверхности заготовки. Аналогичные результаты были получены в работах [21, 22] — заготовка из сплава Cu—10мас.%Sn выдержала только один проход РКУП. В то же время авторам [17] удалось провести горячую экструзию бронзы Cu—7,5мас.%Sn при t = 620÷720 °C.

Также в литературе описывается получение заготовок из бронзы методом литья с кристаллизацией под давлением, газодинамическим напылением, экструзией порошков и бесслитковой прокаткой, но свойства таких заготовок мало изучены [2, 25—27].

Целью работы являлось исследование макроструктуры, микроструктуры, механических и трибологических свойств заготовок из бронзы БрО10С2Н3, полученных наполнительным литьем, непрерывным литьем вверх и горячей экструзией.

Материалы и методика исследования

В качестве шихты для приготовления бронзы БрО10С2Н3 (ОСТ 190054-72) использовали медь (М1), олово (О1пч), свинец (С1) и никель (Н1). Для удобства введения никеля готовили лигатуру Си—10мас.%Ni. Плавку вели в высокочастотной индукционной печи в графитошамотном тигле под покровом графитового боя. Состав сплавов, определенный с помощью оптического эмиссионного спектрометра «Q4 Tasman» (Bruker Quantson, Германия) представлен в таблице.

При получении слитков наполнительного литья, для изучения свойств как в литом состоянии,

Состав бронзы БрО10С2Н3

C92900 bronze composition

Способ получения сплава	Основные компоненты сплава, мас.%			
	Cu	Sn	Ni	Pb
Наполнительное литье/экструзия	Ост.	9,94	3,39	3,11
Литье вверх	Ост.	9,83	3,42	2,03
БрО10С2Н3 (ОСТ 1 90054-72)	Ост.	9-11	3-4	2,0-3,25

так и при последующем прессовании, расплав при температуре 1100 °С заливали в изложницы из стали. Диаметр и высота заготовок под прессование составляли 50 и 150 мм соответственно. Также сплав разливали в слитки для последующего переплава и получения прутков методом непрерывного литья.

Экструзия проводилась на вертикальном гидравлическом прессе с максимальным усилием 300 тс методом прямого прессования. Слитки нагревались до температуры 600—800 °С, а матрица — до t = 530 °С. Прессование осуществлялось со скоростью 2—10 мм/с через матрицу диаметром 20 мм со степенью обжатия 6.

Литые заготовки получали на экспериментальной установке пошагового вытягивания вверх из расплава [28, 29]. Использовался графитовый кристаллизатор с диаметром отверстия 10 мм, нижняя часть которого была защищена керамическим чехлом. Перед началом литья кристаллизатор погружался в расплав на глубину 100 мм. Заготовка вытягивалась по режиму: шаг — 5 мм, пауза — 0,5—2,0 с, скорость шага — 30 мм/с. Температура расплава составляла 1100—1140 °С.

Структуру сплавов исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) «Vega SBH3» (Tescan, Чехия) с приставкой энергодисперсионного микроанализа «Oxford». Долю фаз в структуре и размеры включений фазовых составляющих определяли в программе анализа изображений «ImageJ 1.52a» (National Institutes of Health, США). Исследование макроструктуры литых сплавов выполняли с использованием оптического микроскопа «Axio Observer.D1m» (Carl Zeiss, Германия). Состав травителя был следующий: 5 г FeCl₃, 15 мл HCl, 50 мл H₂O. Макроструктуру экструдированных сплавов изучали с помощью СЭМ. Выявление границ зерен осуществляли в нагретом до 60 °С травителе состава: 5 г (NH₄)₂S₂O₈, 50 мл Н₂О. Размер зерна определяли методом секущих с помощью программы «Sizer» (каф. МЦМ, НИТУ МИСиС).

Твердость по Бринеллю оценивали с помощью универсального твердомера NEMESIS 9001 (INNOVATEST, Нидерланды). Использовались следующие параметры испытания: диаметр шарика — 2,5 мм, нагрузка — 62,5 кгс (≈613 H), время выдержки под нагрузкой — 10 с.

На образцах бронзы определяли электропроводность с помощью вихревого структуроскопа ВЭ-27НЦ/4-5 (НПП «Сигма», г. Екатеринбург) с пределами измерения 5—37 МСм/м. Далее для вычисления теплопроводности использовали эмпирическое соотношение, связывающее теплопроводность (λ) с электропроводностью (σ), предложенное Смиттом и Палмером [30], которое имеет вид

$$\lambda = AL_0 T \sigma + B, \tag{1}$$

где L_0 — число Лоренца, T — температура, A и B — эмпирические константы.

Для медных сплавов значения коэффициентов составляют: A = 0.967, B = 7.53 Вт/(м·К) [30].

Из слитков наполнительного литья и прессованных прутков вытачивали образцы для испытаний на растяжение с диаметром рабочей части 5 мм (Тип III № 7, ГОСТ 1497-84). Из прутков, полученных методом непрерывного литья вверх, вытачивали образцы с диаметром рабочей части 6 мм (Тип VII № 4, ГОСТ 1497-84). Испытания на растяжение проводили на универсальной испытательной машине «5569» (Instron, США).

Трибологические исследования выполняли по схеме «вал—частичный вкладыш» с помощью трибометра T-05 (The Institute for Sustainable Technologies, Польша). Образец-вкладыш представлял собой параллелепипед из исследуемой бронзы с размерами $15,75 \times 10,00 \times 6,35$ мм, имеющий радиусную проточку под контробразец в форме кольца диаметром 35 мм из стали 30Х3ВА. Поверхность контробразца подвергалась азотированию. Испытания проводили в среде керосина марки TC-1 при комнатной температуре, но в ходе испытаний температура керосина повышалась до 80-90 °C. Скорость скольжения и нагрузка составляли $\upsilon = 2$ м/с и N = 627 Н соответственно, продолжительность испытания — 1 ч.

Линейную интенсивность изнашивания (*I_h*) вычисляли по формуле

$$I_h = h/L = h/(\upsilon \tau), \tag{2}$$

где h — линейный износ, L — путь трения, υ — скорость скольжения, τ — время испытания.

Линейный износ рассчитывали по формуле

$$h = \Delta m / (S \rho), \tag{3}$$

где Δm — изменение массы, возникающее после истирания образца; *S* — площадь его рабочей поверхности; ρ — плотность бронзы.

Измерение массы образцов до и после испытаний проводилось на весах «Kern 770» (Германия) с точностью до 1 мг. Площадь поверхности образца, контактирующая с контртелом, составила 1 см². Плотность бронзовых образцов, установленная с помощью гидростатического взвешивания, была равна 8873 кг/м³.

После испытания на износ сразу же осуществлялось дополнительное испытание по определению коэффициента трения, для чего привод вращения останавливался и при установившейся температуре обнулялись показания датчика силы трения. Далее привод снова включался на 5 мин, и фиксировалась сила трения (F). Коэффициент трения (μ) вычислялся как отношение силы трения (F) в установившемся режиме к нагрузке (F).

Результаты и их обсуждение

На рис. 1 представлен внешний вид прутков, полученных методом непрерывного литья вверх. Вытяжка с постоянной скоростью приводила к разрушению твердой корки при затвердевании прутка, поэтому режим вытягивания был изменен на шаг/пауза. В этом режиме происходила вытяжка прутка на величину шага 5 мм за 0,17 с, после чего делалась пауза длительностью 0,5; 1,2 и 2 с. При величине паузы 0,5 с (см. рис. 1, *a*) пруток содержал дефекты в виде раковин, проникающих практически во весь объем прутков (разрывы). Увеличение



Рис. 1. Внешний вид прутков из бронзы БрО10С2Н3, полученных методом непрерывного литья вверх Режим вытягивания включал паузу 0,5 с (*a*) и 2 с (*б*)

Fig. 1. C92900 bronze rods obtained by upcasting method

Drawing mode with 0.5 s (a) and 2 s (b) pause

паузы до 1,2 с снизило количество дефектов, но прутки по-прежнему имели неудовлетворительное качество. Лишь при паузе в 2 с получался качественный пруток с незначительными поверхностными дефектами (см. рис. 1, δ). Дефекты удалось полностью устранить за счет повышения температуры расплава с 1100 до 1140 °С. С учетом паузы 2 с вытяжка 5 мм-прутка будет производиться за время 2,17 с, и, таким образом, средняя скорость получения заготовки составляет 2,3 мм/с.

На рис. 2 показан внешний вид прутков, полученных методом горячей экструзии. Видно, что при скорости экструзии $v_e = 2$ мм/с высокое качество поверхности может быть получено при $t_e = 600 \div 750$ °C (рис. 2, *a*–*e*). Увеличение температуры экструзии до 800 °C приводит к образованию поверхностных трещин, проникающих на значительную глубину (рис. 2, *d*). В зависимости от состава температура солидуса бронзы БрО10С2H3 находится в



Рис. 2. Внешний вид прутков из бронзы БрО10С2Н3, полученных методом горячей экструзии при различных температурах и скоростях экструзии

Fig. 2. C92900 bronze rods obtained by hot extrusion at different temperatures and extrusion (ram) speed

интервале 787-829 °С [31]. С учетом того, что при прессовании возможен дополнительный разогрев слитка, можно предположить, что причиной формирования трещин в этом случае является оплавление заготовки. Повышение скорости экструзии до 3 мм/с приводит к появлению многочисленных поперечных трещин (см. рис. 2, е, ж) — причиной является недостаточная пластичность сплава при таких скоростях экструзии. Очевидно, что при более высокой скорости экструзии (5 мм/с) также происходит возникновение трещин (рис. 2, 3), а одновременное увеличение скорости экструзии до 10 мм/с и температуры до 800 °С вызывает разрушение прутка. В дальнейшем анализировали свойства прутков, полученных при $v_e = 2$ мм/с и $t_e = 600, 650, 700$ и 750 °C, для которых удалось получить высокое качество поверхности.

Макроструктура слитков из сплава БрО10С2Н3, полученных наполнительным литьем в металлическую форму, и прутков, полученных методами литья вверх и горячей экструзии, представлены на рис. 3. Для удобства представления и расчета размера зерна, границы зерен на изображениях макроструктур выделены наложенными линиями. При наполнительном литье в металлическую форму макроструктура слитка состоит из крупных равноосных зерен (рис. 3, δ) со средним размером 202 ± 9 мкм. На рис. 3, *а* приведена макроструктура прутка, полученного методом литья вверх, в продольном сечении. Можно видеть, что по границам прутка зерна мелкие и вытянуты в направлении теплоотвода. В центре прутка направление роста зерен меняется и часть из них находятся под углом к направлению теплоотвода. Можно отметить, что в осевой части прутка зерна более крупные. Аналогичная макроструктура наблюдалась при литье вверх латуней [32]. Размер зерна в прутке из бронзы, полученном литьем вверх, оказался выше, чем в слитке, полученном наполнительным литьем, и составил 339±10 мкм. Что же касается прутков, полученных методом горячей экструзии, то в них наблюдается бимодальная структура, в которой присутствуют как достаточно крупные зерна, так и совсем мелкие (рис. 3, в). Мелкие зерна, как правило, сосредоточены вокруг кристаллов интерметаллидной фазы ү-Cu₃Sn, причем включения этой фазы располагаются по границам мелких зерен (см. вставку на рис. 3, в). Можно предположить, что частицы интерметаллида снижают скорость роста рекристаллизованных зерен. Что же касается среднего размера зерна для прутков, получен-



Рис. 3. Макроструктура сплава БрО10С2Н3 в образцах, полученных различными методами – литьем вверх (*a*), наполнительным литьем в металлическую форму (*б*) и горячей экструзией (*в*)

Fig. 3. C92900 alloy microstructure in samples obtained by different methods – upcasting (a), permanent mold casting into steel mold (δ) and hot extrusion (e)

ных горячей экструзией, то он практически не зависит от температуры экструзии и во всех случаях составляет 1,7±0,1 мкм.

Микроструктуры исходного литого слитка под прессование и прутков, полученных литьем вверх и горячей экструзией, представлены на рис. 4. Микроструктура всех сплавов состоит из медного твердого раствора (Cu), интерметаллидной фазы γ-Си₃Sn, твердого раствора на основе свинца (Рb). В структуре слитка, полученного наполнительным литьем, также есть твердый раствор на основе меди (Cu)', в котором наблюдается пониженное содержание Ni [31], но его доля мала и составляет <1 об.%. Видно, что размер дендритной ячейки в прутке, полученном методом литья вверх (рис. 4, δ), меньше, чем в слитке, изготовленном наполнительным литьем (рис. 4, а), что свидетельствует о более высокой скорости охлаждения. Микроструктура прутков после экструзии при различных температурах одинакова. На рис. 4, в и г показаны микроструктуры прутка в направлениях, параллельном и перпендикулярном оси экструзии, который получен при температуре экструзии 600 °С. Видно, что фазы ү-Си₃Sn и (Рb) вытянуты в направлении экструзии. Также можно заметить, что фаза γ -Cu₃Sn значительно фрагментировалась при деформации, а кристаллы (Pb), наоборот, образовали крупные скопления (коагулировали).

Доля фазы γ -Cu₃Sn в слитке наполнительного литья и прутке, полученном методом литья вверх, составила 7,8 и 5,5 об.% соответственно. Содержание фазы (Pb) для слитка и прутка оказалось практически одинаковым, а именно ~2 об.%. Наблюдаемое снижение доли фазы γ -Cu₃Sn может быть связано условиями кристаллизации, так как состав бронзы в исходных слитках и прутках, полученных непрерывным литьем, практически не отличается.

На рис. 5 представлена зависимость доли фаз γ -Cu₃Sn и (Pb) в структуре прутков от температуры

экструзии. Видно, что содержание (Pb) не зависит от температуры экструзии и, так же как и в литых образцах, составляет ~2 об.%. Доля фазы γ -Cu₃Sn после экструзии при $t_e = 600$ °C составляет 7,7 об.% и практически не отличается от доли фазы γ -Cu₃Sn в исходном слитке, полученном наполнительным литьем. Повышение температуры экструзии приводит к растворению фазы γ -Cu₃Sn в (Cu), и ее доля после экструзии при $t_e = 750$ °C составляет 5,0 об.%.

Известно, что морфология и размер структурных составляющих в бронзе влияют на ее износостойкость [12, 13, 25, 33]. На рис. 6 представлено распределение частиц фаз по размеру в слитках наполнительного литья и прутках, полученных методами непрерывного литья вверх и горячей экструзии. В данном случае доля площади, зани-



Рис. 4. Микроструктура бронзы БрО10С2Н3, залитой в форму из стали (*a*), полученной непрерывным литьем вверх (*б*) и горячей экструзией (*в*, *г*): в направлении, параллельном (*в*) и перпендикулярном (*г*) оси экструзии

Fig. 4. Microstructure of C92900 bronze casted into steel mold (*a*) obtained by upcasting (δ) and hot extrusion (*e*, *e*): in the direction parallel (*e*) and perpendicular (*e*) to extrusion axis

маемая частицами, бралась не как площадь в микроструктуре всего образца, а как процент от площади, занимаемой фазой, принимаемой за 100 %.



Рис. 5. Влияние температуры экструзии на долю фаз γ-Cu₃Sn (*I*) и (Pb) (*2*) в структуре прутков из бронзы БрО10С2H3

Fig. 5. Effect of extrusion temperature on the fraction of γ -Cu₃Sn (*I*) and (Pb) (*2*) phases in the microstructure of C92900 bronze rods

Были проанализированы образцы после экструзии при $t_e = 600, 650, 700$ и 750 °С, но между ними не было обнаружено заметной разницы, поэтому на рис. 6 приводятся результаты для прутка, полученного при $t_e = 600$ °С. Размер частиц оценивали по диаметру Ферета, который представляет собой максимальное расстояние между двумя касательными к контуру измеряемого объекта [34]. Данный параметр используется в том случае, когда измеряемые объекты (в данном случае фазы в микроструктуре сплава) имеют неправильную форму.

Можно видеть, что размер частиц фазы γ-Сu₃Sn меняется в широких пределах для всех образцов (см. рис. 6, а). Так, в слитках, полученных наполнительным литьем в металлическую форму, более 80 % площади, занятой фазой у-Cu₃Sn, приходится на частицы с размерами 5-100 мкм. При этом мелкие частицы с диаметром Ферета <1 мкм отсутствуют. В прутке, полученном методом литья вверх, основная масса частиц (>90 %) имеет размеры 2-20 мкм. Это объясняется более высокой скоростью охлаждения, реализуемой при непрерывном литье. В прутке, полученном методом экструзии, наибольшая доля частиц имеет размер 0,5-20,0 мкм, т.е. размер частиц в экструдированном прутке минимальный. Также следует отметить, что в отличие от литых образцов в экстру-



Рис. 6. Распределение частиц фаз γ-Cu₃Sn (*a*) и (Pb) (*б*) по размерам в бронзе БрО10С2H3, полученной методами наполнительного литья (*1*), литья вверх (*2*) и горячей экструзии (*3*)

Fig. 6. Particle size distribution of γ -Cu₃Sn (*a*) and (Pb) (*b*) phases in C92900 bronze obtained by permanent mold casting (*I*), upcasting (*2*) and hot extrusion (*3*) methods

дированных имеется значительная доля частиц с размерами < 1 мкм, которые образовались в ходе дробления эвтектики.

На рис. 6, б показано распределение частиц (Pb) по размерам. Можно видеть, что, как и для γ-Cu₃Sn, при литье вверх размер основной доли частиц свинца составляет 0,5-10,0 мкм, в то время как при наполнительном литье он составлял 1-20 мкм. Наиболее интересным является распределение частиц (Pb) для прутка, полученного методом горячей экструзии. Видно, что доля мелких частиц 0,2-1,0 мкм здесь практически совпадает с полученной в прутке, изготовленном методом литья вверх. В то же время после горячей экструзии не только сохранились частицы свинца крупного размера, но и образовались более крупные (20-50 мкм), чем в исходном слитке, частицы. Это свидетельствует о том, что горячая экструзия способна приводить к коагуляции частиц свинца из-за его плавления при нагреве заготовки под прессование.

Низкая теплопроводность бронзы может способствовать значительному нагреву кромки детали в месте, где образуется пара трения. Это приводит к повышенному окислению и снижению твердости и, как следствие, уменьшению износостойкости [35, 36]. На рис. 7, а представлена теплопроводность (λ) прутков из бронзы БрО10С2Н3 в зависимости от температуры экструзии (t_e). Можно видеть, что с ростом t_e величина λ снижается. Это связано с тем, что при повышении температуры экструзии происходит растворение фазы γ-Cu₃Sn и содержание Sn в (Cu) увеличивается. Теплопроводность слитка, полученного методом наполнительного литья, являющегося исходной заготовкой для горячей экструзии, составляет 55,3 Вт/(м·К). Таким образом, теплопроводность бронзы, экструдированной при $t_e = 600$ °C, практически не отличается от теплопроводности исходной литой заготовки. Что же касается бронзы, полученной методом литья вверх, то у нее $\lambda =$ = 48,2 Вт/(м·К). Такой результат говорит о том, что в (Cu) растворяется значительное количество легирующих элементов. Это также подтверждается результатами исследования микроструктуры, которые показывают, что содержание интерметаллидной фазы в бронзе, полученной методом литья вверх, значительно ниже, чем при наполнительном литье.

Одним из важных свойств, влияющих на износостойкость антифрикционного материала,



Рис. 7. Влияние температуры экструзии на теплопроводность (*a*) и твердость (*б*) бронзы БрО10С2Н3

Fig. 7. Effect of extrusion temperature on C92900 bronze thermal conductivity (a) and hardness (δ)

является твердость. Твердость слитка из бронзы БрО10С2Н3, полученного наполнительным литьем в металлическую форму, составила 130 HB. На рис. 7, δ показано влияние температуры экструзии на твердость бронзы. При температурах экструзии 650—750 °C она равна ~162 HB, а при $t_e =$ = 600 °C — ниже, около 152 HB. Таким образом, деформационная обработка приводит к повышению твердости. В то же время у бронзы, полученной методом непрерывного литья вверх, твердость всего 116 HB, что ниже, чем при наполнительном литье. Как было указано ранее, в микроструктуре прутков из бронзы, полученных литьем вверх, наблюдается низкое количество интерметаллидной фазы γ -Cu₃Sn, и именно с этим может быть связано уменьшение твердости.

Были изучены механические свойства при растяжении образцов из бронзы БрО10С2Н3, полученных наполнительным литьем в металлическую форму, методом непрерывного литья вверх и горячей экструзией. Механические свойства исходного слитка наполнительного литья, использованного для прессования, составили: предел прочности $\sigma_{\rm B} = 298$ МПа, предел текучести $\sigma_{0,2} = 217$ МПа и относительное удлинение $\delta = 5,3$ %.

На рис. 8 показано влияние температуры экструзии на механические свойства. Можно видеть, что максимальный уровень свойств достигается в заготовках, полученных экструзией при темпера-Type 600 °C: $\sigma_{\rm B}$ = 446 MΠa, $\sigma_{0.2}$ = 405 MΠa, δ = 8,4 %. Повышение температуры экструзии приводит к небольшому снижению предела прочности и предела текучести, которые для образцов, экструдированных при $t_e = 650 \div 700$ °C, составляют ~365 и 332 МПа соответственно. При этом относительное удлинение становится менее 1 %. Дальнейшее увеличение температуры экструзии до 750 °С обуславливает уменьшение $\sigma_{\rm B}$ и $\sigma_{0,2}$ ниже 100 МПа. Таким образом, оптимальной температурой экструзии можно считать $t_{\rho} = 600$ °C, при которой предел текучести и относительное удлинение бронзы возрастают примерно в 2 раза по сравнению с литым состоянием. В то же время в прутке, полученном методом непрерывного литья вверх, $\sigma_{\rm B}$, $\sigma_{0,2}$ и δ составили соответственно 379 МПа, 203 МПа и 16,2 %. То есть бронза, полученная непрерывным литьем вверх, по механическим свойствам превосходит бронзу, полученную наполнительным литьем, но уступает в прочности полученной методом горячей экструзии, демонстрируя, однако, наибольшие показатели относительного удлинения среди всех испытанных образцов.

На рис. 9 представлено влияние температуры экструзии на интенсивность изнашивания и коэффициент трения бронзы БрО10С2Н3. Испытания проводили на образцах, вырезанных параллельно и перпендикулярно направлению экструзии, но значимой разницы между ними обнаружено не было. Можно видеть, что при $t_e = 600 \div 700$ °C наблюдаются практически одинаковая интенсивность изнашивания $I_h \sim 0,11 \cdot 10^{-8}$ и коэффициент трения $\mu \sim 0,02$. Увеличение температуры экструзии до 750 °С приводит к повышению I_h до $0,66 \cdot 10^{-8}$, при этом коэффициент μ возрастает незначительно. В то же время значения интенсивности изнашивания для образцов, полученных методами напол-



Рис. 8. Влияние температуры экструзии на механические свойства образцов бронзы БрО10С2Н3 *I* – предел текучести, *2* – предел прочности, *3* – отн. удлинение **Fig. 8.** Effect of extrusion temperature on mechanical

properties of C92900 bronze samples

1 - yield strength, 2 - ultimate tensile strength,

 β – elongation at fracture



Рис. 9. Влияние температуры экструзии на интенсивность изнашивания (I_h) (I) и коэффициент трения (μ) (2) бронзы БрО10С2Н3

Fig. 9. Effect of extrusion temperature on C92900 bronze wear rate (I_h) (1) and coefficient of friction (μ) (2)

нительного литья в металлическую форму и непрерывного литья вверх, оказались равны 1,13·10⁻⁸ и $2,42 \cdot 10^{-8}$ соответственно. То есть в этих случаях износ оказался в 10 и 22 раза выше по сравнению с образцами, полученными методом горячей экструзии. Что же касается коэффициента трения, то для литых образцов µ ~ 0,06, что в 3 раза выше, чем для экструдированных образцов. Полученные результаты свидетельствуют о том, что максимальная износостойкость бронзы БрО10С2Н3 наблюдается при получении заготовок методом горячей экструзии. Это связано с тем, что в экструдированном состоянии, в сравнении с литым, бронза имеет мелкозернистую структуру. Это обеспечивает высокую прочность и твердость, что приводит к снижению выкрашивания твердых частиц интерметаллидной фазы γ-Си₃Sn. Также для структуры после горячей экструзии характерно образование крупных скоплений частиц (Pb), выступающих в качестве твердой смазки, что способствует уменьшению коэффициента трения [33]. Остается не до конца понятным результат, полученный на прутках, отлитых непрерывным литьем вверх. Измельчение структурных составляющих по сравнению с наполнительным литьем (см. рис. 6), достигаемое при более интенсивном охлаждении, должно привести к улучшению трибологических свойств бронзы, как это было показано на примере экструдированных образцов. Тем не менее такого не наблюдалось. Вероятно, это связано с тем, что при высокой скорости охлаждения часть легирующих компонентов сплава остается в твердом растворе на основе меди, что приводит к снижению доли фазы у-Си₃Sn, а также с размером и распределением частиц свинца. Дополнительная термическая обработка прутков, полученных литьем вверх, может улучшить их трибологические свойства за счет распада пересыщенного твердого раствора (Cu), что приведет к повышению прочности за счет образования фазы ү-Си₃Sn.

Выводы

1. Были получены прутки из бронзы БрО10С2H3 методами наполнительного литья, горячей экструзии и литья вверх. При горячей экструзии обеспечивается минимальный размер зерна и интерметаллидной фазы γ -Cu₃Sn, но, в то же время, максимальный размер частиц (Pb), образующих крупные скопления.

2. Твердость и механические свойства при

растяжении оказались выше в прутках, полученных методом горячей экструзии ($\sigma_{\rm B}$ = 446 МПа, $\sigma_{0,2}$ = 405 МПа и δ = 8,4 %) при температуре нагрева заготовки до 600 °С и скорости экструзии не более 2 мм/с.

3. Метод литья вверх позволяет получить заготовки с более высокими механическими свойствами при растяжении, чем метод наполнительного литья, но с более низкой твердостью.

4. Интенсивность изнашивания для образцов, полученных методами горячей экструзии, составила $0,11\cdot10^{-8}$, что на порядок ниже, чем для образцов, полученных методами наполнительного литья и непрерывного литья вверх ($1,13\cdot10^{-8}$ и $2,42\cdot10^{-8}$ соответственно). Коэффициент трения также оказался ниже для образцов, полученных методом горячей экструзии.

Статья подготовлена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ по материалам работ, выполняемых в НИТУ «МИСиС» в рамках комплексного проекта по созданию высокотехнологичного производства: «Разработка технологии производства уникальных литых деталей ИЗ СПЛАВОВ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ ДЛЯ ЛЕТАТЕЛЬНЫХ аппаратов на базе цифровых технологий и применения перспективных импортозамещающих материалов с целью повышения конкурентоспособности отечественного авиастроения» (Соглашение от 22 ноября 2019 г. № 075-11-2019-045, заключенное в целях реализации комплексных проектов по созданию высокотехнологичных производств в рамках подпрограммы «Инфраструктура научной, научно-технической и инновационной деятельности» государственной программы РФ «Научнотехнологическое развитие Российской Федерации», утвержденных постановлением Правительства РФ № 218 от 9 апреля 2010 г.).

Acknowledgments: This research received financial support from the Ministry of Science and Higher Education in the Russian Federation (Agreement № 075-11-2019-045 from 22 November 2019) under the program «Scientific and technological development of the Russian Federation» according to governmental decree № 218 dated 9 April 2010.

Литература/References

 Груздева И.А., Сулицын А.В., Мысик Р.К., Сокунов Б.А. Влияние электромагнитного перемешивания на структуру и свойства оловянных бронз. Литейщик России. 2006. No. 11. C. 27—29.

Gruzdeva I.A., Sulitsyn A.V., Mysik R.K., Sokunov B.A. Influence of electromagnetic stirring on the microstructure

and properties of tin bronze. *Liteishchik Rossii*. 2006. No. 11. P. 27–29 (In Russ.).

- Song K., Zhou Y., Zhao P., Zhang Y., Bai N. Cu–10Sn– 4Ni–3Pb alloy prepared by crystallization under pressure: An experimental study. *Acta Metall. Sin.* 2013. Vol. 26. P. 199–205.
- Белов В.Д., Герасименко Е.А., Гусева В.В., Коновалов А.Н. Влияние условий затвердевания заготовок из оловянистой бронзы БрО10С2Н3 на ее структуру. Литейн. пр-во. 2016. No. 2. С. 26—33. Belov V.D., Gerasimenko E.A., Guseva V.V., Konovalov A.N. Influence of BrO10S2N3 tin bronze solidification conditions on its microstructure. Liteinoe proizvodstvo. 2016. No. 2. P. 26—33 (In Russ.).
- Ozerdem M.S., Kolukisa S. Artificial neural network approach to predict the mechanical properties of Cu–Sn–Pb–Zn–Ni cast alloys. *Mater. Design.* 2009. Vol. 30. P. 764–769.
- Вершинин П.И., Севастьянов В.И., Бакрин Ю.Н. Влияние интенсификации охлаждения на структуру и свойства отливок из оловянной бронзы. Литейн. пр-во. 1986. No. 5. С. 8—9.

Vershinin P.I., Sevast'yanov V.I., Bakrin Yu.N. Influence of cooling intensification on microstructure and properties of tin bronze castings. *Liteinoe proizvodstvo.* 1986. No. 5. P. 8–9 (In Russ.).

 Семенов К.Г., Колосков В.Ф., Чурсин В.М. Разработка технологии производства качественных отливок из чушковых оловянных бронз. Литейн. пр-во. 1994. No. 7. C. 10—12.

Semenov K.G., Koloskov V.F., Chursin V.M. Development of quality castings production technology using tin bronze pigs. *Liteinoe proizvodstvo.* 1994. No. 7. P. 10–12 (In Russ.).

 Бронтвайн Л.Р., Городецкий В.Н. Герметичность литейных медных сплавов. Литейн. пр-во. 1985. No. 10. С. 14—16.

Brontvain L.R., Gorodetskii V.N. Soundness of casting copper alloys. *Liteinoe proizvodstvo.* 1985. No. 10. P. 14–16 (In Russ.).

- Бахтиаров Р.А., Воробьева Л.А., Покровская Г.Н., Краева Т.М. Влияние температуры и скорости литья на структуру и свойства слитков сплавов на медной основе. Цветные металлы. 1974. No. 1. С. 68—71.
 Bakhtiarov R.A., Vorob'eva L.A., Pokrovskaya G.N., Kraeva T.M. Influence of temperature and casting speed on the structure and properties of copper-based alloy ingots. Tsvetnye metally. 1974. No. 1. Р. 68—71 (In Russ.).
- Ludwig A., Gruber-Pretzler M., Wu M., Kuhn A., Riedle J. About the formation of macrosegregations during continuous casting of Sn—Bronze. *Fluid Dynam. Mater. Process.* 2005. Vol. 1. P. 285–300.

- Sergejevs A., Kromanis A., Ozolins J., Gerins E. Influence of casting velocity on mechanical properties and macro-structure of tin bronzes. *Key Eng. Mater.* 2016. Vol. 674. P. 81–87.
- Корчмит А.В., Егоров Ю.П. Влияние температуры заливки на распределение свинцовых включений в многокомпонентной свинцовооловянистой бронзе. Изв. Томского политехн. ун-та. 2004. Т. 307. No. 6. C. 105—108.

Korchmit A.V., Egorov Yu.P. Influence of pouring temperature on the distribution of lead inclusions in multicomponent lead-tin bronze. *Izvestiya Tomskogo politekhnicheskogo universiteta*. 2004. Vol. 307. No. 6. P. 105–108 (In Russ.).

- Nyyssonen T. Leaded tin bronzes: the effects of casting method on dry sliding behavior. *Tribol.-Finnish J. Tribol.* 2012. Vol. 31. P. 4–11.
- Ruusila V., Nyyssonen T., Kallio M., Vuorinen P., Lehtovaara A., Valtonen K., Kuokkala V.-T. The effect of microstructure and lead content on the tribological properties of bearing alloys. Proc. Inst. Mechan. Eng. Part J: J. Eng. Tribol. 2013. Vol. 227. P. 878–887.
- Sadawy M.M., Ghanem M. Grain refinement of bronze alloy by equal-channel angular pressing (ECAP) and its effect on corrosion behaviour. *Defence Technol.* 2016. Vol. 12. P. 316–323.
- Попов В.В., Столбовский А.В., Попова Е.Н., Фалахутдинов Р.М., Шорохов Е.В. Эволюция структуры оловянистой бронзы при динамическом канально-угловом прессовании. Физика металлов и металловедение. 2017. Т. 118. No. 9. С. 909—916. Ророv V.V., Stolbovskii A.V., Ророva E.N., Falakhutdi-

nov R.M., Shorokhov E.V. Evolution of the structure of tin bronze under dynamic channel-angular pressing. *Phys. Met. Metallogr.* 2017. Vol. 118. P. 864–871.

- Gupta R., Srivastava S., Kumar N.K., Panthi S.K. High leaded tin bronze processing during multi-directional forging: Effect on microstructure and mechanical properties. *Mater. Sci. Eng. A.* 2016. Vol. 654. P. 282–291.
- Hui J., Feng Z., Wang P., Fan W., Liu Z. Microstructural evolution analysis of grains and tensile properties of tin bronze in hot extrusion at different temperatures. *Mater. High Temp.* 2019. Vol. 36. P. 68–75.
- Krivtsova O., Ibaov M., Tolkushkin A., Talmazan V., Amanzholov Z. Investigation of ECAP on microstructure and mechanical properties of bronze at different temperatures. J. Civil Eng. Constr. 2016. Vol. 5. P. 83–89.
- Gupta R., Srivastava S., Kumar G.V.P., Panthi S.K. Investigation of mechanical properties, microstructure and wear rate of high leaded tin bronze after multidirectional forging. *Procedia Mater. Sci.* 2014. Vol. 5. P. 1081–1089.
- Gupta R., Panthi S.K., Srivastava S. Study of microstructure, mechanical properties and wear rate of high leaded tin bronze after multidirectional forging. *Mater. Today. Proceed.* 2015. Vol. 2. P. 1136–1142.
- Gadallah E.A., Ghanem M.A., El-Hamid M.A., El-Nikhaily A.E. Effect of tin content and ECAP passes on the mechanical properties of Cu/Sn alloys. Am. J. Sci. Technol. 2014. Vol. 1. P. 60–68.
- Gadallah E.A., Ghanem M.A., El-Hamid M.A., El-Nikhaily A.E. Effect of tin content and ECAP passes on the mechanical properties of Cu/Sn alloys as bearing materials. *Port-Said Eng. Res. J.* 2014. Vol. 18. P. 79–89.
- Empl D., Laporte V., Vincent E., Dewobroto N., Mortensen A. Improvement of elevated temperature mechanical properties of Cu–Ni–Sn–Pb alloys. *Mater. Sci. Eng. A.* 2010. Vol. 527. P. 4326–4333.
- Nejadseyfi O., Shokuhfar A., Moodi V. Segmentation of copper alloys processed by equal-channel angular pressing. *Trans. Nonferr. Met. Soc. China.* 2015. Vol. 25. P. 2571–2580.
- Yan P., Wang D., Yan B., Mo F. Effect of size refinement and distribution of the lubricating lead phases in the spray forming high-leaded tin bronze on wear rates. Mod. Phys. Lett. B. 2013. Vol. 27. P. 1341019.
- Sheppard T., Greasley A. Structure and properties of some tin bronzes produced by extrusion of atomized powders. *Powder Metall.* 1978. Vol. 21. P. 155–162.
- Hwang J.D., Li B.J., Hwang W.S., Hu C.T. Comparison of phosphor bronze metal sheet produced by twin roll casting and horizontal continuous *casting*. J. Mater. Eng. Perform. 1998. Vol. 7. P. 495–503.
- Таволжанский С.А., Колетвинов К.Ф. Разработка и применение способа непрерывного литья вверх заготовок высокотемпературных припоев малого сортамента. Цветные металлы. 2015. No. 11. С. 85—88. Tavolzhanskii S.A., Koletvinov K.F. Development and application of method of continuous upward casting of billets of small assortment high-temperature solders. Tsvetnye Metally. 2015. No. 11. P. 85—89 (In Russ.).
- Колетвинов К.Ф., Таволжанский С.А., Баженов В.Е. Исследование и разработка процесса непрерывно-дискретного вытягивания из расплава вверх заготовок медных сплавов. Состояние и перспективы развития литейных технологий и оборудования в цифровую эпоху: Сб. тр. Всеросс. науч.-практ. конф. М.: Университет машиностроения, 2016. С. 275—284.

Koletvinov K.F., Tavolzhanskii S.A., Bazhenov V.E. Re-

search and development of copper alloys billets continuous-discrete upcast process. In: *State and prospects for the development of foundry technologies and equipment in the digital age*: Proc. All-Russ. Sci.-Pract. Conf. Moscow: Universitet mashinostroeniya, 2016. P. 275–284 (In Russ.).

- Zheng X., Cahill D., Krasnochtchekov P., Averback R., Zhao J. High-throughput thermal conductivity measurements of nickel solid solutions and the applicability of the Wiedemann—Franz law. Acta Mater. 2007. Vol. 55. P. 5177– 5185.
- Баженов В.Е., Титов А.Ю., Шкалей И.В., Санников А.В., Никитина А.А., Плисецкая И.В., Базлов А.И., Мезрин А.М., Колтыгин А.В. Влияние скорости охлаждения на структуру и свойства бронзы БрО10С2Н3. Известия вузов. Цветная металлургия. 2021. No. 2. C. 25—39. Bazhenov V.E., Titov A.Yu., Shkalei I.V., Sannikov A.V., Nikitina A.A., Plisetskaya I.V., Bazlov A.I., Mezrin A.M., Koltygin A.V. Investigation of C92900 bronze properties obtained by permanent mold casting, upcasting and hot extrusion. Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya (Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy). 2021. No. 2. P. 25—39 (In Russ.)
- Harkki K., Miettinen J. Mathematical modeling of copper and brass upcasting. *Metall. Mater. Trans. B.* 1999. Vol. 30. P. 75–98.
- 33. Бронтвайн Л.Р., Горовецкий В.Н. Исследование износостойкости сплавов на медной основе. Литейн. пр-во. 1981. No. 10. С. 8—9. Brontvain L.R., Gorovetskii V.N. Study of wear resistance of

copper-based alloys. *Liteinoe proizvodstvo*. 1981. No. 10. P. 8–9 (In Russ.).

- 34. Image processing and analysis in Java. https://imagej.nih. gov/ij/docs/menus/analyze.html (accessed: 1.09.2020).
- Alpas A.T., Zhang J. Effect of microstructure (particulate size and volume fraction) and counterface material on the sliding wear resistance of particulate-reinforced aluminum matrix composites. *Metall. Mater. Trans. A.* 1994. Vol. 25. P. 969–983.
- 36. Андрусенко О.Е., Матвеев Ю.И. Требование к материалам антифрикционного слоя, используемым при восстановлении подшипников скольжения коленчатых валов. Вестн. АГТУ. Сер. Морская техника и технология. 2009. No. 1. С. 50—55. Andrusenko O.E., Matveev Yu.I. Requirement for the materials of the anti-friction layer used in the restoration of
 - plain bearings of crankshafts. *Vestnik AGTU. Ser. Mor-skaya tekhnika i tekhnologiya.* 2009. No. 1. P. 50–55 (In Russ.).

УДК: 621.74 : 669.018.9

ВЛИЯНИЕ ЦЕРИЯ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И ХАРАКТЕР КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ЛИТЕЙНЫХ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Al-Mg-Si

© 2021 г. В.Б. Деев^{1,2}, Е.С. Прусов³, П.К. Шуркин², Э.Х. Ри⁴, С.В. Сметанюк⁵

¹ Уханьский текстильный университет, г. Ухань, Китай

² Национальный исследовательский технологический университет (НИТУ) «МИСиС», г. Москва, Россия

³ Владимирский государственный университет им. А.Г. и Н.Г. Столетовых, г. Владимир, Россия

⁴ Тихоокеанский государственный университет, г. Хабаровск, Россия

⁵Сибирский федеральный университет, г. Красноярск, Россия

Статья поступила в редакцию 03.12.20 г., доработана 10.12.20 г., подписана в печать 14.12.20 г.

Аннотация: В данной работе с помощью расчетов в программе «Thermo-Calc» (база данных TCAl4.0) раскрываются ранее не изученные данные о фазовом составе и характере кристаллизации сплавов системы Al-Mg-Si-Ce в области литейных алюминиево-магниевых сплавов двухфазного состава (Al) + Mg₂Si. Показано, что в процессе кристаллизации возможно формирование фаз (Al), Al₄Ce, Mg₂Si, Al₈Mg₅. При 4 % Mg и концентрациях (Si + Ce) = 1,5 % одновременное повышение Ce и уменьшение Si c точек 0,2 и 1,3 % способствуют последовательному протеканию реакций $L + (Al) + Al_4Ce + Mg_2Si;$ это позволяет предположить, что фаза Al₄Ce может ограничивать рост эвтектических включений фазы Mg₂Si. Более того, при температуре 20 °C такое изменение концентраций способствует одновременному росту содержаний фаз Al₄Ce и Al₈Mg₅, что также сопровождается снижением количества силицида магния. При добавлении Се в сплав Al-4%Се-0,5%Si доля Mg₂Si практически постоянна во всем интервале кристаллизации (1,34 %), но при этом каждые 0,1 % Се повышают долю интерметаллида с Се на 0,17 %, и при 0,7 % Се доли двух фаз становятся равнозначными. При изучении фазового состава при характерных температурах отжига 400 и 550 °С было выявлено, что вследствие растворения фазы Al₈Mg₅ происходит пересыщение твердого раствора (Al), и каждые 0,1 % Се повышают долю Mg в твердом растворе (Al): в первом случае – на 0,005 %, а во втором – на 0,01 %, что свидетельствует о потенциале положительного влияния Се на упрочнение матрицы. На основании результатов был сделан вывод о целесообразности добавления в сплав Се в количестве до 0,7 %, что незначительно уменьшает температуру ликвидуса (до ~636+638 °C), но на ~30 °С снижает температуру неравновесного солидуса до 421 °С. В то же время при постоянной температуре образования фазы Mg₂Si (581 °C) с добавкой Се расширяется интервал кристаллизации эвтектики (Al) + Al₄Ce, что может компенсировать снижение литейных свойств. Сплав Al-4%Ce-0,5%Si-0,7%Ce имеет следующий фазовый состав: Al₄Ce - 1,19 %, соотношение [Mg₂Si/Al₄Ce] = 0,89, доля Al₈Mg₅ − 7,92 % при 20 °С, концентрации Mg в твердом растворе (Al) − 3,22 и 3,36 % при температурах 400 и 550 °С соответственно. Представленные результаты обосновывают составы и температурные режимы получения литейных алюминиево-магниевых сплавов с церием, оказывающим модифицирующее влияние на эвтектические включения Mg,Si.

Ключевые слова: литейные алюминиевые сплавы, Thermo-Calc, диаграммы состояния, кристаллизация, фазовый состав, эвтектика, фаза Mg₂Si.

Деев В.Б. – докт. техн. наук, проф. факультета машиностроения и автоматизации Уханьского текстильного университета (Textile Road, 1, Hongshan District, Wuhan, 430073, P.R. China), гл. науч. сотр. лаборатории «Ультрамелкозернистые металлические материалы», проф. кафедры «Обработка металлов давлением» НИТУ «МИСиС» (119991, г. Москва, Ленинский пр-т, 4). E-mail: deev.vb@mail.ru.

Прусов Е.С. – канд. техн. наук, доцент кафедры «Технологии функциональных и конструкционных материалов» Владимирского государственного университета им. А.Г. и Н.Г. Столетовых (600000, г. Владимир, ул. Горького, 87). E-mail: eprusov@mail.ru.

Шуркин П.К. – канд. техн. наук, инженер кафедры обработки металлов давлением НИТУ «МИСиС». E-mail: pa.shurkin@yandex.ru.

Ри Э.Х. – докт. техн. наук, проф., гл. науч. сотр., зав. кафедрой литейного производства и технологии металлов Тихоокеанского государственного университета (680035, г. Хабаровск, ул. Тихоокеанская, 136). E-mail: erikri999@mail.ru.

Сметанюк С.В. – магистрант кафедры литейного производства Сибирского федерального университета (660041, г. Красноярск, пр. Свободный, 4). E-mail: smetanyuk.sv@mail.ru.

Для цитирования: Деев В.Б., Прусов Е.С., Шуркин П.К., Ри Э.Х., Сметанюк С.В. Влияние церия на фазовый состав и характер кристаллизации литейных алюминиевых сплавов системы Al–Mg–Si. Известия вузов. Цветная металлургия. 2021. Т. 27. No. 3. C. 37–45. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-37-45.

Influence of cerium on the phase composition and crystallization behavior of cast aluminum alloys based on the Al-Mg-Si system

V.B. Deev^{1,2}, E.S. Prusov³, P.K. Shurkin², E.H. Ri⁴, S.V. Smetanyuk⁵

¹Wuhan Textile University, Wuhan, China

² National University of Science and Technology (NUST) «MISIS», Moscow, Russia

³Vladimir State University n.a. A. and N. Stoletovs, Vladimir, Russia

⁴ Pacific National University, Khabarovsk, Russia

⁵ Siberian Federal University, Krasnoyarsk, Russia

Received 03.12.2020, revised 10.12.2020, accepted for publication 14.12.2020

Abstract: This study was conducted with calculations made in Thermo-Calc software (TCAl4.0 database) to find out the unexplored data on the phase composition, crystallization behavior of Al-Mg-Si-Ce alloys as regards the compositions of two-phase (Al) + Mg₂Si cast aluminum-magnesium alloys. It was shown that (Al), Al_4Ce , Mg_2Si , Al_8Mg_5 phases may form during crystallization. At 4% Mg and (Si + Ce) concentrations of 1.5 %, a simultaneous increase in Ce and decrease in Si contents from 0.2 % and 1.3 % points promote consistent reactions $L + (AI) + AI_4Ce$ and $L + (AI) + AI_4Ce + Mg_2Si$. This suggests that the AI_4Ce phase may hinder the growth of Mg_2Si phase eutectic inclusions. Moreover, at 20 °C such a change in concentrations promotes a simultaneous decrease in the contents of Al₄Ce and Al₈Mg₅ phases, along with a decrease in the amount of magnesium silicide. While adding Ce in the Al-4%Ce-0.5%Si alloy, the fraction of Mg_2Si is approximately constant throughout the entire crystallization range (1.34%), but each 0.1% Ce increases the Ce-bearing intermetallic fraction by 0.17%, and at 0.7 % Ce the proportions of two phases are equal. When studying the phase composition at representative annealing temperatures of 400 μ 550 °C, it was revealed that the (Al) solid solution becomes supersaturated as a result of Al₈Mg₅ phase dissolving. Each 0.1% Ce increases the Mg content in the (Al) solid solution by 0.005 % in the first case and by 0.01 % in the second one. This indicates a potentially positive influence of Ce on matrix strengthening. Based on the results, it was concluded that it is advisable to add Ce in an amount of up to 0.7 %, which slightly reduces the liquidus temperature (to \sim 636÷638 °C), but reduces the non-equilibrium solidus temperature by \sim 30 °C to 421 °C. At the same time, at a constant Mg₂Si phase formation temperature (581 °C), the eutectic crystallization range (Al)+Al₄Ce expands with Ce addition, which can compensate for the decrease in casting properties. The Al-4%Ce-0.5%Si-0.7% Ce alloy has the following phase composition: Al₄Ce 1.19 %, the [Mg₂Si/Al₄Ce] ratio = 0.89, Al₈Mg₅ fraction is 7.92 % at 20 °C, Mg concentrations in the (Al) solid solution are 3.22 % and 3.36 % at temperatures of 400 °C and 550 °C, respectively. The presented results serve as the basis for subsequent experiments and justify compositions and temperature conditions for obtaining cast aluminum-magnesium alloys with cerium having a modifying effect on Mg₂Si eutectic inclusions.

Keywords: casting aluminum alloys, Thermo-Calc, phase diagrams, crystallization, phase composition, eutectic, Mg₂Si phase.

Deev V.B. – Dr. Sci. (Eng.), prof. of the School of Mechanical Engineering and Automation of Wuhan Textile University (Textile Road, 1, Hongshan District, Wuhan, 430073, P.R. China), chief researcher of the Laboratory «Ultrafine-grained metallic materials», prof. of the Department of metal forming of National University of Science and Technology (NUST) «MISIS» (119991, Russia, Moscow, Leninkii pr., 4). E-mail: deev.vb@mail.ru.

Prusov E.S. – Cand. Sci. (Eng.), associate prof. of the Department of functional and constructional materials technology, Vladimir State University n.a. A. and N. Stoletovs (600000, Russia, Vladimir, Gorky str., 87). E-mail: eprusov@mail.ru.

Shurkin P.K. - Cand. Sci. (Eng.), engineer of the Department of metal forming, NUST «MISIS». E-mail: pa.shurkin@yandex.ru.

Ri E.H. – Dr. Sci. (Eng.), prof., chief researcher, head of the Department of foundry and metal technology, Pacific National University (680035, Russia, Khabarovsk, Tikhookeanskaya str., 136). E-mail: erikri999@mail.ru.

Smetanyuk S.V. - master's student, Department of foundry, Siberian Federal University

(660041, Russia, Krasnoyarsk, Svobodnyi pr., 4). E-mail: smetanyuk.sv@mail.ru.

For citation: *Deev V.B., Prusov E.S., Shurkin P.K., Ri E.H., Smetanyuk S.V.* Influence of cerium on the phase composition and crystallization behavior of cast aluminum alloys based on the Al–Mg–Si system. *Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya* (*Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy).* 2021. Vol. 27. No. 3. P. 37–45 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-37-45.

Введение

Литейные Al—Mg-сплавы (магналии) представляют собой важный класс материалов конструкционного назначения, которые обладают требуемой коррозионной стойкостью, низкой плотностью и высокими удельными прочностными характеристиками [1]. Помимо основного легирующего элемента (Mg) магналии часто содержат добавку кремния, который способствует значительному повышению литейных свойств. При этом структура, богатая твердым раствором, становится насышенной эвтектикой (Al) + Mg₂Si. Силицид магния обладает высоким армирующим потенциалом (температура плавления 1085 °C, твердость 4,5·10⁹ H/м², коэффициент термического расши-

рения 7,5 \cdot 10⁻⁶ К⁻¹, модуль Юнга 120 ГПа) [2], что обусловливает его применение в качестве компонента алюмоматричных композиционных сплавов, получаемых по технологиям *in situ* [3]. С другой стороны, влияние силицида магния на свойства литых заготовок зависит от его морфологии, размеров и распределения, которые, в свою очередь, определяются характером кристаллизации сплава.

Среди методов, обеспечивающих модифицирование эвтектической структуры, используют термические, механические и химические воздействия. Несмотря на современные тенденции по разработке и внедрению технологий внешней обработки расплава (таких, как, например, ультразвуковые [4, 5], электрические или электромагнитные воздействия [6-9]), химические методы остаются достаточно востребованными. За последние годы появилось множество работ, посвященных модифицированию первичных кристаллов фазы Mg₂Si в естественных композитах способами искусственного введения зародышеобразующих или поверхностно-активных элементов [10-15]. В то же время крайне мало работ об измельчении эвтектической фазы в литейных магналиях. В работе [16] показана эффективность совместного введения Sr и P, однако их применение может приводить к образованию пористости [17]. Исследования [2] показали, что эффективного модифицирования эвтектических включений Mg₂Si можно достигнуть, используя классические модификаторы типа Al-5Ti-1B, инициирующие образование гетерогенных зародышей кристаллизации. Однако указанные эксперименты были проведены применительно к нестандартному сплаву Al-8Zn-6Si-4Mg-2Cu, а количество введенного модификатора для достижения эффекта являлось нерациональным, так как составляло порядка 1 мас.%.

В отличие от вышеуказанных модификаторов, введение малых добавок редкоземельных металлов (P3M) признано эффективным с точки зрения модифицирования как зерен алюминия, так и эвтектических фаз, например кремния в доэвтектических силуминах [18, 19]. Применительно к силициду магния эффективность модифицирования была показана при введении лантана и одновременном использовании ультразвуковой обработки расплава [20]. В работе [21] на примере композита Mg₂Si/Al—Si—Cu была рассмотрена также эффективность церия — наиболее распространенного P3M, который к настоящему времени применяется не только как малая добавка, но и как основной легирующий элемент в некоторых новых сплавах [22].

Плоскость исследования влияния церия на структуру литейных магналиев лежит в необходимости всестороннего анализа особенностей кристаллизации сплавов системы Al—Mg—Si—Ce. В первоначальном случае такое исследование может быть эффективно проведено посредством фазовых диаграмм и особенно программы «Thermo-Calc», что и являлось предметом данной работы.

Цель настоящей работы — термодинамическое моделирование влияния церия на процессы структурообразования и формирования фазового состава литейных алюминиевых сплавов системы Al—Mg—Si (на примере сплава марки AA511 по номенклатуре Aluminum Association, США).

Методы расчетного анализа и исходные данные

Для осуществления расчетов использовали программное обеспечение «Thermo-Calc v.3.1» и базу данных TCAl₄, содержащую практически все фазы (~520 фаз), образующиеся в области алюминиевого угла. В данной работе применительно к равновесной кристаллизации рассчитывали политермические и изотермические разрезы, поверхности ликвидус, а также зависимости доли фаз от температуры и концентрации элементов (прежде всего Се). Применительно к неравновесной кристаллизации строили кривые по модели Шейля-Гулливера, в которой приняты непрерывная диффузия в жидкой фазе и отсутствие диффузии в твердой фазе ($D_{\rm m} \rightarrow \infty, D_{\rm TB} \rightarrow 0$). При таких условиях кристаллизация сплава любого состава начинается при его температуре равновесного ликвидуса, а заканчивается при температуре плавления самого легкоплавкого компонента.

Важно отметить, что применяемая база данных TCAl4.0 содержит в себе лишь двойные Ce-содержащие фазы. В то же время, учитывая богатый магнием состав, вероятно, формирование фазы Mg_2Si будет неизбежным, как и фазы Al_4Ce ; совместно эти две фазы определенно будут иметь влияние на сдвиг фазовых равновесий и критические температуры. Согласно предварительному расчету, в магналиях с добавкой Ce возможно формирование фаз Al_8Mg_5 , Al_4Ce и Mg_2Si , характеристики которых представлены в таблице.

В ходе термодинамического моделирования исходили из следующих условий и требований:

Характеристики фаз в алюминиевых сплавах системы Al-Mg-Si-Ce [1, 19]

Properties of phases in Al–Mg–Si–Ce aluminum alloys [1, 19]

Фара	Состав		V PHOTO THURSDAY OF POLYOTYO		Thomas IIV	
Φά3ά	мас.%	ат.%	кристаллическая решетка	ПЛОТНОСТЬ, Г/СМ	твердость, п v	
Al ₈ Mg ₅	37,3 Mg, ост. Al	40 Mg, oct. Al	Pm3m, гексагональная, 108 атомов в эл. ячейке	2,23	200-340	
Al ₄ Ce	58,6 Се, ост. Аl	21,4 Се, ост. Al	I4/mmm, тетрагональная, 10 атомов в эл. ячейке, <i>a</i> = 0,436 нм, <i>c</i> = 1,003 нм	4,27	350	
Mg ₂ Si	63,2 Mg, ост. Si	66,7 Mg, ост. Si	Fm3m, кубическая, 12 атомов в эл. ячейке, <i>a</i> = 6,35÷6,40 Å	1,88	450	

 состав базовой композиции принимается как Al—4%Mg—0,5%Si (усредненный состав сплава марки 511 по основным легирующим компонентам), что соответствует двухфазному сплаву, состоящему лишь из твердого раствора (Al) и Mg₂Si;

2) кристаллизация сплава должна начинаться с твердого раствора (Al);

3) концентрации элементов должны обеспечивать отсутствие эвтектического кремния и соотношение [Mg₂Si/Al₄Ce] > 1 (т.е. Al₄Ce выступает как модифицирующий компонент структуры);

4) температура ликвидуса сплава не должна превышать 650 °C.

Результаты и их обсуждение

Базовая система Al-Mg-Si, которая отражает фазовый состав Si-содержащих магналиев, изучена достаточно хорошо [1]. Промышленные сплавы типа AA511 (Al-4Mg-0,5Si) или AMr5K1 (Al-5Mg—1Si) имеют малый интервал кристаллизации благодаря практически полному отсутствию легкоплавкой эвтектики (~450 °C), содержащей фазу Al₈Mg₅ [23]. Таким образом, Mg распределяется между твердым раствором (Al) и Mg₂Si, а температура солидуса составляет порядка 560 °С. Система Al-Mg-Si-Ce к настоящему времени изучена лишь в области, богатой Si [19, 24]. Учитывая, что Се в двойной системе образует эвтектику $L \rightarrow (Al) +$ + Al₄Ce (12,2 мас.% Ce, 621 °C), в тройной системе с кремнием Al-Si-Се в равновесии с твердым раствором (Al) могут находиться эвтектический кремний, Al₄Ce, Al₃CeSi₂ и CeSi₂. В тройной системе Al-Mg-Се возможно также формирование фазы $Ce(Mg,Al)_2$. В то же время применительно к этой тройной системе существует много противоречий — в частности, присутствие фаз Al₄CeMg₄ и Al₂₁CeMg₈, обнаруженных в работе [25], впоследствии не было подтверждено в исследовании [26]. В работе [24] с помощью программы «Thermo-Calc» была изучена диаграмма Al—Si—Mg—Ce и проведен эксперимент на сплаве Al—7Si—0,6Mg—0,4Ce. При этом показана следующая последовательность кристаллизации: $L \rightarrow$ (Al), $L \rightarrow$ (Al) + (Si), $L \rightarrow$ (Al) + (Si) + AlCeSi₂, $L \rightarrow$ (Al) + (Si) + AlCeSi₂ + + Mg₂Si.

Таким образом, множество исследований сообщают о формировании различных трехкомпонентных Се-содержащих фаз в алюминиевых сплавах. Применительно к силуминам отражение на микроструктуре нашло формирование тройной фазы CeSiAl, являющейся следствием расширения области гомогенности фазы CeSi₂. Следует отметить, что в литературе встречается множество модификаций тройной фазы: Ce(Al_xSi_{1-x})₂, CeAl_xSi_{2-x}, CeAlSi₂, Ce₃Al₄Si₆ и CeAl₂Si₂. Однако возможность формирования многокомпонентных фаз в магналиях остается малоизученным и дискуссионным вопросом.

Формирование первичных кристаллов интерметаллидной или Si-содержащей фазы может отрицательно сказаться не только на механических, но и на литейных свойствах сплава. По этой причине кристаллизация должна начинаться с твердого раствора (Al), который является матрицей, в значительной степени определяющей технологические и эксплуатационные свойства. Как видно из рис. 1, с увеличением концентрации Si и Ce возрастает вероятность первичной кристаллизации интерметаллида Al₄Ce. Однако при увеличении количества Mg до 6 % (сопровождающемся сужением области твердого раствора (Al)) эти концентрации достаточно высокие (например, >2 % Ce и >3 % Si), и даже незначительное увеличение коли-



Рис. 1. Границы первичной кристаллизации фаз в системе Al–Mg–Si–Ce при 2, 4 и 6 % Mg



чества Се и Si явно будет нецелесообразно. Таким образом, в концентрационных диапазонах рационального легирования Се-содержащие магналии будут всегда начинать кристаллизацию с твердого раствора (Al).

Политермический разрез, представленный на рис. 2, *a*, показывает влияние соотношения Ce : Si на характер равновесной кристаллизации. Видно, что даже при отсутствии Si температура ликвидус не превышает 630 °С и все сплавы в указанном диапазоне относятся к доэвтектическим. С увеличением количества Се расширяются области L + + (Al) + Al₄Ce и L + (Al) + Al₄Ce + Mg₂Si + Al₈Mg₅. Одним из механизмов влияния Се на морфологию фазы Mg₂Si может быть абсорбирование фазы Al₄Ce на границе раздела жидкость-твердая фаза в процессе кристаллизации, что способно ограничить рост эвтектического силицида [27]. В таком случае первоначально должна кристаллизоваться фаза с Се, а затем фаза Mg₂Si. Последовательность этих превращений можно проследить на участке с 570 до 610 °С (рис. 2, б), где при Се : Si = 0,2 : 1,3 (и ниже) первоначально из жидкости формирует-



Рис. 2. Политермический разрез системы Al–Mg–Si–Ce при 94,5 % Al, 4 % Mg и 1,5 % (Si + Ce) (*a*); область, отвечающая за окончание кристаллизации ($\boldsymbol{\delta}$); зависимость доли фаз от соотношения Ce : Si при t = 20 °C (\boldsymbol{s})

Fig. 2. Polythermal section of Al–Mg–Si–Ce system at 94.5 % Al, 4 % Mg and 1.5 % (Si + Ce) (*a*); crystallization ending area (δ); dependence of phase fractions on Ce : Si ratio at t = 20 °C (*b*)

ся силицид магния по реакции $L \rightarrow (Al) + Mg_2Si$, а затем алюминид церия по реакции $L \rightarrow (Al) + Mg_2Si + Al_4Ce$. При концентрации Ce выше этой точки появляется область $L + (Al) + Al_4Ce$, а затем происходит аналогичная реакция $L \rightarrow (Al) + Mg_2Si + Al_4Ce$. Таким образом, можно полагать, что указанный механизм модифицирования фазы Mg_2Si представляется возможным при концентрации выше 0,2 % Ce.

Иным способом снижения отрицательного влияния фазы Mg₂Si является уменьшение ее общего количества. Как видно из политермического разреза и из результатов расчета доли фаз в зависимости от соотношения Ce : Si (см. рис. 2, e), рост этого соотношения от 0,25 : 1,25 до 1,25 : 0,25 приводит к двукратному возрастанию количества фазы Al₈Mg₅ и пятикратному снижению количества фазы Mg₂Si, что также сопровождается увеличением доли фазы Al₄Ce от 0,46 до 2,15 %. Следует отметить, что в этом случае формирование Се-содержащей эвтектики может компенсировать снижение литейных свойств из-за уменьшения количества Si, что, тем не менее, сильно зависит от реального (неравновесного) характера кристаллизации и требует детального экспериментального изучения, так же как и определение оптимального соотношения Ce : Si.

Исходя из анализа политермического разреза, относительно состава принятого базового сплава

Al—4%Mg—0,5%Si, предпочтительная концентрация Ce составляет менее 1 %, что обеспечит соотношение [Mg₂Si/Al₄Ce] > 1. Для уточнения этой концентрации, а также для дополнительного изучения влияния Ce на характер кристаллизации были построены кривые зависимости количества фаз и Mg в твердом растворе (Al) от температуры при 0,1 % Ce (рис. 3, *a*), 0,5 % Ce (рис. 3, *b*), 1 % Ce (рис. 3, *b*) и 3 % Ce (рис. 3, *c*). Видно, что в указанных диапазонах содержания Ce и постоянной концентрации Si при комнатной температуре (20 °C) каждая последующая добавка 0,1 % Ce не влияет на количество фазы Mg₂Si (1,34 %), но приводит к увеличению доли фаз Al₈Mg₅ и Al₄Ce на 0,002 и 0,17 % соответственно.

Следует принять во внимание возможность проведения гомогенизирующего отжига или технологического нагрева отливок до t = 400 °C с целью снятия литейных напряжений или устранения дендритной ликвации. При нагреве до этой температуры происходит растворение фазы Al₈Mg₅, что сопровождается увеличением количества Mg в твердом растворе (во всех сплавах ~1,28 % Mg при t = 100 °C и ~3,2 % Mg при t = 400 °C). При этом повышение количества Се на 0,1 % приводит к росту доли Mg в твердом растворе (Al) на 0,005 %. Более того, достаточно высокая температура равновесного солидуса позволяет проводить высокотемпературную обработку, например, для фраг-



Рис. 3. Зависимости доли фаз и Mg в (Al) от температуры в сплаве Al—4%Mg—0,5%Si—*x*Ce *x* = Ce, %: *a* – 0,1; *б* – 0,5; *в* –1,0; *г* –3,0

Fig. 3. Dependence of phase and Mg fractions in (Al) on temperature in Al-4%Mg-0.5%Si-xCe alloy x =Ce, %: a - 0.1; b - 0.5; s - 1,0; z - 3,0

ментации интерметаллидных фаз. При t = 550 °C доля фазы Mg₂Si снижается на 0,2 % и, соответственно, происходит увеличение количества Mg в твердом растворе (Al). Каждая последующая добавка 0,1 % Се способствует этому приросту на 0,01 %. Резюмируя полученные данные, оптимальная добавка Се в базовый сплав не должна превышать 0,7 мас.%. Эта предельная концентрация обеспечивает долю Al₄Ce, равную 1,19 %, соотношение [Mg₂Si/Al₄Ce] = 0,89, долю Al₈Mg₅, равную 7,92 % при комнатной температуре, и концентрации Mg в твердом растворе (Al), составляющие 3,22 и 3,36 % при температурах 400 и 550 °C соответственно.

Кривые по модели Шейля—Гулливера позволяют достаточно достоверно спрогнозировать характер реальной кристаллизации и литую структуру, что активно используется при разработке составов новых сплавов [1]. На рис. 4 представлено сравнение кривых неравновесной кристаллизации композиций, содержащих Се в пределах оптимальных концентраций (от 0 до 0,7 %). Показано, что с добавкой Се все сплавы заканчивают кристализацию в области (Al) + Al₄Ce + Al₈Mg₅ + Mg₂Si, что соответствует ранее проведенным расчетам равновесной кристаллизации. Однако, в то время

как при равновесной кристаллизации с добавкой Се температура формирования фазы Al₈Mg₅ увеличивалась, при неравновесном варианте эта температура постоянна и отвечает за неравновесный солидус. По сравнению с базовым сплавом, сплавы с Се обладают на ~30 °С меньшей температурой неравновесного солидуса, которая одинакова как при 0,25 % Се, так и при 0,7 % Се. Температура ликвидуса с добавкой 0,1 % Се падает на 1,6 °C, а с каждым последующим повышением на 0,1 % снижается всего на 0,1 °С до 635,7 °С при 0,7 % Се. Следует отметить, что Се в данном случае не влияет на температуру образования фазы Mg₂Si (температуру равновесного солидуса), так же как и на ее долю в общем интервале кристаллизации. Таким образом, сопутствующее увеличение температуры образования Се-содержащей фазы сопровождается сужением участка формирования твердого раствора (Al) — в частности, при 0,7 % Се на твердый раствор (Al) приходится 65 % твердой фазы (против 75 % при 0,25 % Се), а остальная часть кристаллизуется в составе двух-, трех- и четырехфазных эвтектик (Al) + Al₄Ce, (Al) + Al₄Ce + Al₈Mg₅ μ (Al) + Al₄Ce + + Al₈Mg₅ + Mg₂Si. Помимо прочего, результаты свидетельствуют о существенном расширении ин-



Рис. 4. Кривые неравновесной кристаллизации по модели Шейля–Гулливера сплава Al–4%Mg–0,5%Si при содержаниях церия 0; 0,25 и 0,7 %

Штриховая линия – равновесная кристаллизация, сплошная – неравновесная

Fig. 4. Nonequilibrium crystallization curves according to Scheil–Gulliver model for Al–4%Mg–0,5%Si alloy at cerium 0; 0.25 and 0.7 % contents

Dashed line - equilibrium crystallization, solid - nonequilibrium

тервала кристаллизации сплава, что может ухудшить литейные свойства. Более того, более низкая температура неравновесного солидуса ограничивает температуру отжига отливок. Однако следует отметить, что температура равновесного солидуса достаточно высокая, что делает возможным проведение двухступенчатого отжига, например, при температурах 400 и 550 °C, где вторая ступень может быть весьма эффективной для фрагментации и сфероидизации нерастворимых микроструктурных компонентов.

По совокупности полученных данных можно судить о разностороннем влиянии Се на характер кристаллизации литейных алюминиевых сплавов на основе системы Al-Mg-Si. Это влияние заключается не только в образовании дополнительной Се-содержащей фазы и изменении критических температур фазовых превращений, но и в возможности контроля пересыщенности твердого раствора варьированием соотношения Се : Si. Полученные данные являются важной первоначальной точкой для последующего экспериментального исследования сплавов Al-Mg-Si-Ce и могут быть использованы для выбора оптимальных температурных и концентрационных условий разработки новых модифицированных магналиев. В то же время дискуссионным остается вопрос о формировании тройной фазы типа CeAl₂Si₂, решение которого требует прецизионных структурных и калориметрических исследований вариативных композиций и является предметом дальнейшего изучения.

Выводы

1. Показано, что в равновесных условиях при концентрационных диапазонах магналиев, обеспечивающих двухфазный состав (Al) + Mg₂Si, добавка Се способствует формированию дополнительной фазы Al₄Ce и не взаимодействует с Mg и Si.

2. Равновесная кристаллизация ряда сплавов Al—4%Mg—1,5%(Si + Ce) (0,1—1,5 % Ce) заканчивается в трехфазной области (Al) + Al₄Ce + Mg₂Si, после чего происходит выделение фазы Al₈Mg₅. Показано, что модифицирующий эффект Ce на фазу Mg₂Si может проявляться в последовательной кристаллизации $L \rightarrow$ (Al) + Al₄Ce и $L \rightarrow$ (Al) + Al₄Ce + Mg₂Si, где фаза Al₄Ce может абсорбироваться на границе жидкость/твердая фаза. Для обеспечения этой реакции необходимо поддерживать совместные концентрации Ce и Si выше 0,2 и 1,3 % соответственно.

3. Каждая последующая добавка 0,1 % Се в сплав Al—4%Mg—0,5%Si при t = 20 °C не влияет на количество фазы Mg₂Si (1,34 %) и приводит к увеличению доли фаз Al₈Mg₅ и Al₄Ce на 0,002 и 0,17 %. При температуре 400 °C происходит растворение фазы Al₈Mg₅ с последующим увеличением Mg в твердом растворе (Al) (~1,28 % Mg при t = 100 °C и до ~3,2 % Mg при t = 400 °C). С увеличением Ce на 0,1 % растворимость Mg повышается на 0,005 %. При более высокой температуре 550 °C этот прирост составляет 0,01 %.

4. Показано, что рекомендуемая добавка Се в сплав Al—4%Mg—0,5%Si не должна превышать 0,7 %, что обеспечит: долю Al₄Ce, равную 1,19 %; соотношение [Mg₂Si/Al₄Ce] = 0,89; долю Al₈Mg₅, составляющую 7,92 % при комнатной температуре; 3,22 и 3,36 % Mg в твердом растворе (Al) при температурах 400 и 550 °C соответственно. В то же время добавка Се на 30 °C снижает температуру неравновесного солидуса (421 °C) и расширяет область формирования эвтектики $L \rightarrow$ (Al) + Al₄Ce.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 20-19-00687).

Acknowledgments: The research was funded by the Russian Science Foundation grant (Project № 20-19-00687).

Литература/References

- Белов Н.А. Фазовый состав промышленных и перспективных алюминиевых сплавов. М.: МИСиС, 2010. Belov N.A. Phase composition of industrial and promising aluminum alloys. Moscow: MISIS, 2010 (In Russ.).
- Kim B.J., Jung S.S., Hwang J.H., Park Y.H., Lee Y.C. Effect of eutectic Mg₂Si phase modification on the mechanical properties of Al-8Zn-6Si-4Mg-2Cu cast alloy. *Metals.* 2019. Vol. 9. No. 1. Art. 32.
- Prusov E., Deev V., Shunqi M. Thermodynamic assessment of the Al-Mg-Si-Ti phase diagram for metal matrix composites design. *Mater. Today Proc.* 2019. Vol. 19. P. 2005–2008.
- Меркулова С.М., Бочвар С.Г. Влияние комплексного внепечного модифицирования на структуру алюминиевых слитков. Цветные металлы. 2016. No. 8. C. 80—85.

Merkulova S.M., Bochvar S.G. Influence of complex outof-furnace modification on the structure of aluminum ingots. *Tsvetnye Metally.* 2016. No. 8. P. 80–85 (In Russ.).

 Eskin D.G., Tzanakis I., Wang F., Lebon G.S.B., Subroto T., Pericleous K., Mid J. Fundamental studies of ultrasonic melt processing. Ultrason. Sonochem. 2019. Vol. 52. P. 455–467.

- Vdovin K.N., Dubsky G.A., Deev V.B., Egorova L.G., Nefediev A.A., Prusov E.S. Influence of a magnetic field on structure formation during the crystallization and physicomechanical properties of aluminum alloys. Russ. J. Non-Ferr. Met. 2019. Vol. 60. Iss. 3. P. 247–252.
- Konovalov S.V., Danilov V.I., Zuev L.B., Filip'ev R.A., Gromov V.E. On the influence of the electrical potential on the creep rate of aluminum. *Phys. Solid State*. 2007. Vol. 49. No. 8. P. 1457–1459.
- Wang H., Song G., Tang G. Evolution of surface mechanical properties and microstructure of Ti—6A1—4V alloy induced by electropulsing-assisted ultrasonic surface rolling process. J. Alloys Compd. 2016. Vol. 681. P. 146—156.
- Zuev L.B., Danilov V.I., Konovalov S.V., Filip'ev R.A., Gromov V.E. Influence of contact potential difference and electric potential on the microhardness of metals. *Phys. Solid State.* 2009. Vol. 51. No. 6. P. 1137–1141.
- Рохлин Л.Л., Бочвар Н.Р., Тарытина И.Е. Влияние скандия совместно с цирконием на структуру и прочностные свойства сплавов на основе системы Al-Mg₂Si. Металлы. 2015. No. 5. C. 60-66. Rokhlin L.L., Bochvar N.R., Tarytina I.E. Influence of scan-

dium together with zirconium on the structure and strength properties of alloys based on the $Al-Mg_2Si$ system. *Metally.* 2015. No. 5. P. 60–66 (In Russ.).

- Emamy M., Khorshidi R., Raouf A.H. The influence of pure Na on the microstructure and tensile properties of Al-Mg₂Si metal matrix composite. *Mater. Sci. Eng. A.* 2011. No. 13. P. 4337–4342.
- Li C., Wu Y., Li H., Wu Y., Liu X. Effect of Ni on eutectic structural evolution in hypereutectic Al-Mg₂Si cast alloys. *Mater. Sci. Eng. A.* 2010. No. 528. P. 573–577.
- Qin Q.D., Zhao Y.G., Zhou W., Cong P.J. Effect of phosphorus on microstructure and growth manner of primary Mg₂Si crystal in Mg₂Si/Al composite. *Mater. Sci. Eng. A.* 2007. No. 447. P. 186–191.
- Jiang W., Xu X., Zhao Y., Wang Z., Wu C., Pan D., Meng Z. Effect of the addition of Sr modifier in different conditions on microstructure and mechanical properties of T6 treated Al-Mg₂Si in-situ composite. *Mater. Sci. Eng. A.* 2018. No. 721. P. 263–273.
- Li C., Liua X., Zhang G. Heterogeneous nucleating role of TiB₂ or AlP/TiB₂ coupled compounds on primary Mg₂Si in Al-Mg-Si alloys. *Mater. Sci. Eng. A.* 2008. No. 497. P. 432-437.
- 16. *Tebib M., Samuel A.M., Ajersch F., Chen X.G.* Effect of P and Sr additions on the microstructure of hypereutectic

Al—15Si—14Mg—4Cu alloy. *Mater. Charact.* 2014. No. 89. P. 112—123.

- Campbell J., Tiryakioğlu M. Review of effect of P and Sr on modification and porosity development in Al—Si alloys. *Mater. Sci. Technol.* 2010. Vol. 26. Iss. 3. P. 262– 268.
- Wang Y., Liu Q., Yang Z., Qiu C., Tan K. Effect of Ce addition and heat treatment on microstructure evolution and tensile properties of industrial A357 cast alloy. *Metals*. 2020. Vol. 10. No. 8. Art. 1100.
- Czerwinski F. Cerium in aluminum alloys. J. Mater. Sci. 2020. No. 55. P. 24–72.
- Jiang H., Li S., Zheng Q., Zhang L., He J., Song Y., Deng C., Zhao J. Effect of minor lanthanum on the microstructures, tensile and electrical properties of Al—Fe alloys. *Mater. Design.* 2020. Vol. 195. Art. 108991.
- Zhao Y.G., Qin Q.D., Zhou W., Liang Y.H. Microstructure of the Ce-modified in situ Mg₂Si/Al–Si–Cu. J. Alloys Compd. 2005. Vol. 389. Iss. 1–2. P. L1–L4.
- 22. Белов Н.А., Наумова Е.А., Акопян Т.К. Эвтектические сплавы на основе алюминия: новые системы легирования. М.: Изд. дом «Руда и металлы», 2016. Belov N.A., Naumova E.A., Akopyan T.K. Eutectic alloys based on aluminum: new alloying systems. Moscow: Ruda i metally, 2016 (In Russ.).
- Гуреева М.А., Овчинников В.В., Манаков И.Н. Металловедение: макро- и микроструктуры литейных алюминиевых сплавов. 2-е изд., пер. и доп. М.: Юрайт, 2020.

Gureeva M.A., Ovchinnikov V.V., Manakov I.N. Metal science: macro- and microstructures of cast aluminum alloys. 2-e izd. Moscow: Yurait, 2020 (In Russ.).

- Lu Z., Li X., Zhang L. Thermodynamic description of Al– Si–Mg–Ce quaternary system in Al-rich corner and its experimental validation. J. Phase Equilibria Diffus. 2018. No. 39. P. 57–67.
- Cui Z., Wu R. Phase diagram and properties of ternary Al-Mg-Ce alloys. Acta Metall. Sin. 1984. Vol. 20. Iss. 6. P. 323-331.
- Grobner J., Kevorkov D., Schmid-Fetzer R. Thermodynamic modeling of A1–Ce–Mg phase equilibria coupled with key experiments. *Intermetallics*. 2002. Vol. 19. Iss. 5. P. 415–422.
- Zhang J., Fan Z., Wang Y., Zhou B. Microstructural development of Al-15wt.%Mg₂Si in situ composite 352 with mischmetal addition. *Mater. Sci. Eng. A.* 2000. No. 281. P. 104–112.

УДК: 621.771 + 621.791/.792

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-46-56

ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ТЕХНОЛОГИЧНОСТЬ СПЛАВА Al-Zn-Mg-Ca-Fe-Zr-Sc ПРИ ПОЛУЧЕНИИ ГОРЯЧЕКАТАНОГО ЛИСТА И СВАРНОГО СОЕДИНЕНИЯ

© 2021 г. Ж.А. Карпова^{1,2}, П.К. Шуркин¹, К.И. Сивцов², И.Н. Лаптев²

¹ Национальный исследовательский технологический университет (НИТУ) «МИСиС», г. Москва, Россия

² АО ГНЦ «Центр Келдыша», г. Москва, Россия

Статья поступила в редакцию 10.12.20 г., доработана 18.02.21 г., подписана в печать 25.02.21 г.

Аннотация: Предложены технологические режимы получения деформированных полуфабрикатов (листов толщиной 2 и 1 мм) из экспериментального сплава Al-4,5%Zn-2,5%Mg-2,5%Ca-0,5%Fe-0,2%Zr-0,1%Sc, включающие термомеханическую обработку при температурах t = 400 + 450 °C и степенях деформации до 98 %, а также смягчающий отжиг при t = 350 + 400 °C в течение 1–2 ч для листового проката. Установлено, что литая структура состоит из эвтектических фаз (Al, Zn)₄Ca, Al₁₀CaFe₂, размером от 5 до 25 мкм, а также неравновесной Т-фазы Al₂Mg₃Zn₃, расположенных по границам дендритных ячеек (Al). Цирконий и скандий образуют с алюминием твердый раствор в результате кристаллизации. После горячей прокатки структура 2 мм-листов состоит из строчечно направленных изолированных интерметалидных частиц и их конгломератов размером до 40 мкм в матрице из (Al). Структура 1 мм-листов характеризуется большей дисперсностью и равномерностью строения. Анализ тонкой структуры деформированных полуфабрикатов с использованием просвечивающий электронной микроскопии показал, что размер наночастиц фазы Al₃(Zr, Sc) структурного типа Ll₂ не превышает в сечении 20 нм. В деформированных полуфабрикатах достигнут следующий уровень механических свойств: предел прочности $\sigma_{\rm B} \sim 310 \div 330~{\rm M}\Pi a$, предел текучести $\sigma_{0,2} \sim 250 \div 280~{\rm M}\Pi a$ при относительном удлинении δ ~ 4,5+7,0 %. Проведены исследования по возможности применения аргонодуговой сварки с использованием в качестве присадочного материала стандартной проволоки СвАМг5. Показано, что новый сплав не проявил склонности к образованию горячих трещин. По результатам рентгеновской томографии величина пористости в сварном шве составила 1,27 об.%. Преобладающий диаметр пор не превышал 0,2 мм. В целом достигнутые структурные и качественные параметры сварных соединений способствуют получению прочности, составляющей 75 % от показателя прочности исходных деформированных полуфабрикатов (листов), что достигается стабилизирующим отжигом при t = 350 °C в течение 3 ч.

Ключевые слова: деформационная обработка, аргонодуговая сварка, микроструктура, механические свойства, фрактография, компьютерная томография.

Карпова Ж.А. – аспирант кафедры «Обработка металлов давлением» НИТУ «МИСиС» (119991, г. Москва, Ленинский пр-т, 4), науч. сотр. отдела нанотехнологий АО ГНЦ «Центр Келдыша» (125438, г. Москва, Онежская ул., 8). E-mail: zkarpova2012@vandex.ru.

Шуркин П.К. – канд. техн. наук, инженер кафедры «Обработка металлов давлением» НИТУ «МИСиС». E-mail: pa.shurkin@gmail.com.

Сивцов К.И. – инженер отдела нанотехнологий АО ГНЦ «Центр Келдыша». E-mail: sivtsov.kirill@gmail.com.

Лаптев И.Н. – инженер отдела нанотехнологий АО ГНЦ «Центр Келдыша».

Для цитирования: Карпова Ж.А., Шуркин П.К., Сивцов К.И., Лаптев И.Н. Формирование структуры и технологичность сплава Al–Zn–Mg–Ca–Fe–Zr–Sc при получении горячекатаного листа и сварного соединения. Известия вузов. Цветная металлургия. 2021. Т. 27. No. 3. C. 46–56. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-46-56.

Structure formation and processability of the Al–Zn–Mg–Ca–Fe–Zr–Sc alloy at hot rolling and TIG welding

Zh.A. Karpova^{1,2}, P.K. Shurkin¹, K.I. Sivtsov², I.N. Laptev²

¹ National University of Science and Technology (NUST) «MISIS», Moscow, Russia

² Keldysh Research Center, Moscow, Russia

Received 10.12.2020, revised 18.02.2021, accepted for publication 25.02.2021

Abstract: Process conditions are suggested for manufacturing wrought semi-finished products (2 and 1 mm sheets) from the Al-4.5%Zn-2.5%Mg-2.5%Ca-0.5%Fe-0.2%Zr-0.1%Sc experimental alloy including thermomechanical processing at $t = 400 \pm 450$ °C and reduction

ratios up to 98 %, as well as softening annealing of the sheet metal at $t = 350 \pm 400$ °C for 1–2 hours. It was found that the as-cast structure consists of eutectic phases (Al, Zn)₄Ca, Al₁₀CaFe₂ 5 to 25 µm in size, and a Al₂Mg₃Zn₃ nonequilibrium T-phase located along the boundaries of dendritic cells (Al). Zirconium and scandium form a solid solution with aluminum as a result of solidification. After hot rolling, the structure of 2 mm sheets consists of lineage-oriented discrete intermetallic particles and their conglomerates up to 40 µm in size in the (Al) matrix. The structure of 1 mm sheets features by greater fineness and structure uniformity. The fine structure of deformed semi-finished products was analyzed using transmission electron microscopy (TEM), and this analysis showed that nanoparticles in the Al₃(Zr, Sc) phase of the Ll₂ structural type are maximum 20 nm in cross-section. The following level of mechanical properties was achieved in wrought semi-finished products: ultimate strength $\sigma_{\rm B} \sim 310+330$ MPa, yield strength $\sigma_{0,2} \sim 250+280$ MPa with relative elongation $\delta \sim 4.5+7.0$ %. The possibility of TIG welding using standard AMg5 wire as a filler material was studied. It was shown that the new alloy demonstrated no tendency to form hot cracks. According to the results of *X*-ray tomography, the percentage of porosity in the weld was 1.27 vol.%. The prevalent pore diameter did not exceed 0.2 mm. In general, the resulting structural and qualitative parameters of weld joints contribute to obtaining a strength of 75 % of the strength index of the initial wrought semi-finished products (sheets) achieved by stabilizing annealing at *t* = 350 °C for 3 hours.

Keywords: rolling, TIG welding, microstructure, mechanical properties, fractography, computer tomography.

Karpova Zh.A. – postgraduate student of the Department of metal forming of National University of Science and Technology (NUST) «MISIS» (119991, Russia, Moscow, Leninkii pr., 4), researcher of the Department of nanotechnology of Keldysh Research Center (125438, Russia, Moscow, Onezhskaya str., 8). E-mail: zkarpova2012@yandex.ru.

Shurkin P.K. - Cand. Sci. (Eng.), engineer of the Department of metal forming, NUST «MISIS». E-mail: pa.shurkin@gmail.com.

Sivtsov K.I. - engineer of the Department of nanotechnology, Keldysh Research Center. E-mail: sivtsov.kirill@gmail.com.

Laptev I.N. - engineer of the Department of nanotechnology, Keldysh Research Center.

For citation: *Karpova Zh.A., Shurkin P.K., Sivtsov K.I., Laptev I.N.* Structure formation and processability of the Al–Zn–Mg–Ca–Fe–Zr–Sc alloy at hot rolling and TIG welding. *Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya (Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy).* 2021. Vol. 27. No. 3. P. 46–56 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-46-56.

Введение

Львиная доля конструкций из алюминиевых сплавов изготавливается из деформированных полуфабрикатов, впоследствии соединенных сваркой. Несмотря на то, что в последнее время все большее распространение получают методы сварки лазером или трением с перемешиванием, именно аргонодуговая сварка (АрДЭС) остается незаменимой технологией оперативного ремонта и соединения относительно несложных конструкций. Однако из-за сложности контроля процесса формирования шва среди множества алюминиевых сплавов широко используются сплавы систем Al-Mg (магналии, присадочные материалы типа СвАМг5) и Al-Si (силумины, присадочные материалы типа СвАК5).

Вышеуказанные системы представляют собой основу большинства литейных сплавов, которые ввиду относительно малого интервала кристаллизации не склонны к образованию горячих трещин. Что касается деформированных полуфабрикатов, то магналии нашли большее применение благодаря достижению структуры типа твердый раствор после гомогенизации, которая проводится по двухступенчатому режиму при температурах до 530 °C [1—3]. Сварка магналиев проволокой аналогичного состава приводит к равнопрочности с основным металлом, однако предел текучести часто не превышает 200 МПа [1]. Повышение ресурса

прочности удалось реализовать в магналиях типа 1565ч, легированных Mn, Zn, Cu, Cr, Zr. Несмотря на возможность достижения высокой прочности (например, $\sigma_{0,2} > 300$ МПа в нагартованных листах), в них ограничена примесь Fe < 0,3 % [4, 5], что вынуждает использовать высокочистые шихтовые материалы при плавке. Данное ограничение не позволяет в полной мере реализовать важное преимущество алюминиевых сплавов в части рециклинга.

Новым развитием деформируемых свариваемых сплавов может стать разработка принципиально новых сплавов на основе кальцийсодержащих эвтектик [6-10]. Аналогично силуминам на основе эвтектики (Al) + (Si), которые эффективно обрабатываются давлением и получаются в виде сварочной проволоки, сплавы на основе эвтектики (Al) + Al_4Ca способны подвергаться деформации со степенью обжатия до 95 % [6, 7]. Более того, кальций обладает низкой плотностью (1,55 г/см³) и эффективен при повышении стойкости к питтинговой коррозии [11]. Важно отметить, что кальций позволяет связать железо и кремний в тройные соединения (Al₁₀CaFe₂ [12], Al₂CaSi₂ [13, 14]), что обосновывает потенциал разработки новых вторичных сплавов.

В настоящей работе кальций используется как добавка к матричному сплаву Al—Zn—Mg. Указан-

ная система является основой наиболее прочных алюминиевых сплавов, которые, однако, известны крайне низкой технологичностью при сварке (из-за образования горячих трещин). Максимум горячеломкости лежит вблизи концентрационной границы появления неравновесных эвтектик и приходится на 7 % цинка при содержании магния 2,5 % в алюминиевых сплавах. Существуют свариваемые сплавы типа 1915 (Zn + Mg < 6 %), применяющиеся вместо магналиев в относительно нагруженных конструкциях. Присутствие в экспериментальном сплаве 4,5 % Zn и 2,4 % Mg обеспечивает упрочнение твердого раствора аналогично сплаву 1915 (сплав является самозакаливаемым). Отличительной особенностью Al-Zn-Mg-сплавов является возможность получения пересыщенного твердого раствора при кристаллизации сварного шва [1]. Реализация этого эффекта была предусмотрена в кальцийсодержащем сплаве, изученном в данной работе.

До настоящей работы основные исследования были выполнены применительно к сплавам системы Al-Zn-Mg-Ca, упрочняемым закалкой и старением и содержащим Zn + Mg < 10 % [6—10]. В работе [9] сплав A1-9%Zn-2,5%Mg-4%Ca после 80 % деформации имел временное сопротивление выше 580 МПа. Указанные свойства были достигнуты несмотря на то, что цинк растворяется в фазе $(Al, Zn)_4Ca$, снижая эффект упрочнения. Следует отметить, что кальций, по сравнению с кремнием, при аналогичных концентрациях в сплаве, способствует формированию намного большей объемной доли второй фазы, а сама эвтектика в литой структуре гораздо более дисперсная без применения модифицирования [6]. Резюмируя, вклад в упрочнение нового сплава будет вносить не только матрица Al-Zn-Mg, но и дисперсные кальцийсодержащие алюминиды.

Известной проблемой сварки плавлением алюминиевых сплавов является значительное разупрочнение зоны термического влияния (ЗТВ). Для предупреждения данного эффекта в новом сплаве также были использованы добавки скандия и циркония, которые являются известными элементами антирекристаллизаторами и способствуют выделению упрочняющих частиц фазы L12 после стабилизирующего отжига или предполагаемого нагрева ЗТВ. Вдобавок, эти элементы способствуют уменьшению горячеломкости при сварке [15—17], а также применяются в сплавах, упрочняемых без необходимости закалки [18—20]. Таким образом, на основании вышеуказанных данных и определенных соображений было выбрано следующее содержание легирующих компонентов:

 4,5 % Zn и 2,5 % Мg для вклада в прочностные свойства за счет твердорастворного упрочнения;

— 2,5 % Садля обеспечения формирования дисперсной эвтектики, образование которой должно обеспечить высокую свариваемость и связывание железа в фазу компактной морфологии;

-0,2 % Zr и 0,1 % Sc для достижения упрочнения за счет формирования когерентных наночастиц фазы L1₂;

— 0,4 % Fe для возможности использования в качестве шихтовых материалов алюминия технической чистоты.

Настоящая работа направлена на развитие научных знаний в области новых высокотехнологичных алюминиевых сплавов на основе кальцийсодержащих эвтектик. Сплав на основе системы Al—Zn—Mg—Ca—Fe—Zr—Sc был исследован с точки зрения технологичности при деформационной обработке, а также последующей аргонодуговой сварке. Основной акцент был сделан на обоснование формирующейся структуры и механических свойств.

Материал и методика исследований

Методика получения сплава

Сплав Al-4,5%Zn-2,5%Mg-2,5%Ca-0,5%Fe-0,2%Zr-0,1%Sc [21] исследовали с точки зрения технологичности, а именно обрабатываемости давлением и свариваемости дугой в среде аргона. При плавке и литье сплавов, содержащих Zr и Sc, необходимо обеспечить усвоение этих элементов и их устойчивость в жидком алюминиевом растворе. В противном случае возможно образование первичных кристаллов фазы Al₃(Zr, Sc), что может ограничить ожидаемый эффект упрочнения за счет выделений фазы типа L1₂. Плавку проводили в электрической печи сопротивления «Nabertherm К 1/13» (Nabertherm, Германия) при температуре t = 800 °C с использованием в качестве шихтовых материалов чистых металлов и лигатур. В частности, после расплавления первичного алюминия марки А7 (ГОСТ 11069-2019) последовательно вводили лигатуры Al-15%Zr, Al-2%Sc, Al-10%Fe, Al-15%Ca, а затем цинк Ц0А (ГОСТ 3640-94) и магний Мг90 (ГОСТ 804-93). Перед вводом каждого материала снимали шлак.

Металловедение и термическая обработка

После ввода перемешивали титановой палочкой до достижения полного растворения, что контролировалось ощупыванием дна тигля. После расплавления материалов проводили выдержку 15 мин, снимали шлак и заливали графитовую форму $180 \times 140 \times 40$ мм. Температура литья составляла 750 °C, скорость охлаждения при затвердевании слитка — 30 К/с, что было определено расчетным способом [22] согласно зависимости размера дендритной ячейки от скорости охлаждения. Химический состав экспериментального сплава AlZnMgCaFeZrSc, согласно результатам спектрального анализа, представлен ниже, мас.%:

Zn4,5	Sc0,09
Mg2,4	Si0,10
Ca 2,5	Fe0,49
Zr0,20	А1 Осн.

Методика получения деформированных полуфабрикатов

Перед прокаткой слитки подвергали предварительному нагреву до t = 450 °C в электрической печи SNOL 8,2/1100 (АО «UMEGA», департамент SNOL, Литва) с точностью поддержания этой температуры ± 5 °C и ее выдержкой в течение 5 ч. Нагретый слиток подвергали продольной прокатке на двухвалковом стане ДУО-210 (ВНИИМЕТМАШ, СССР). Было проведено 11 проходов по схеме 40—37—33—28—23,5—19—15—12—8,4—6,0—3,9—2,0 мм. Степень обжатия относительно исходного слитка составила 95 %. Полученный 2-миллиметровый листовой прокат после горячей прокатки (ГП) подвергали дополнительной прокатке до толщины 1 мм при t = 400 °C.

Методика получения сварных соединений

Перед сваркой проводили предварительную подготовку поверхности пластин и торцевой поверхности кромок способом их зачистки угловой шлифовальной машиной МАКІТА (Makita, Япония), оборудованной металлической щеткой типа «чашка» диаметром 100 мм с нержавеющей проволокой диаметром 0,5 мм. Толщина снятого слоя составляла ~0,1 мм. Присадочный материал зачищали наждачной бумагой и обезжиривали ацетоном. Сварку выполняли ручным аргонодуговым способом TIG с помощью сварочного аппарата EWM Tetrix 270 AC/DC (EWM, Германия) при токе дуги 100—110 А, примерной скорости сварки 18 см/мин и расходе аргона 6 л/мин. Соединяли по две карточки длиной 200 мм и шириной 100 мм, вырезанные из горячекатаных листов экспериментального сплава. В качестве присадки использовали стандартную проволоку СвАМг5 диаметром 2 мм. Стабилизирующий отжиг проводили при t = 350 °C с выдержкой в течение 3 ч в электрической печи SNOL 8,2/1100.

Методика изучения экспериментальных образцов

Металлографический анализ литой и деформированной структуры, а также фрактографический анализ разрывных образцов осуществляли с помощью сканирующего электронного микроскопа TESCAN VEGA3 (СЭМ, TESCAN, Чехия), который укомплектован системой локального микроанализа (MPCA, Oxford Instruments, Великобритания) и программным обеспечением Aztec. Анализ тонкой структуры проводили посредством просвечивающего электронного микроскопа JEOL JEM 1400 (ПЭМ, JEOL, Япония).

Качество сварных соединений оценивали с использованием визуального анализа поверхности и рентгеновской компьютерной томографии.

Испытания на одноосное растяжение листов выполняли по ГОСТ 1497-84, а сварных соединений — согласно ГОСТ 6996-66. Были подготовлены плоские образцы размером 10×150 мм, вырезанные перпендикулярно направлению сварки (рис. 1). Испытания на растяжение проводили на



Рис. 1. Схема вырезки образцов для механических испытаний

Fig. 1. Diagram of sample cutting for mechanical tests

универсальной испытательной машине Zwick/ Roell Z250 (Zwick GmbH & Co. KG, Германия). Определяли значения предела прочности ($\sigma_{\rm B}$), условного предела текучести ($\sigma_{0,2}$) и относительного удлинения (δ).

Результаты и их обсуждение

Фазовый состав и литая структура

Изучение фазового состава и литой структуры крайне важно с точки зрения оценки технологичности сплава при прокатке и последующей аргонодуговой сварке. Эти параметры определяются прежде всего химическим составом сплава и характером его кристаллизации.

Кальций совместно с железом обеспечивают формирование ряда эвтектических реакций с образованием фаз (Al, Zn)₄Ca, Al₁₀CaFe₂, а цинк с магнием — неравновесной T-фазы (Al₂Mg₃Zn₃) [13, 14]. Наличие эвтектики позволяет избежать появления кристаллизационных трещин при сварке. С одной стороны, присутствие в структуре хрупких кальцийсодержащих алюминидов может привести к низкой технологичности при прокатке. С другой стороны, хорошая деформационная способность может быть достигнута при относительно компактной форме этих алюминидов, как это реализовано, например, в высокопрочных никалинах AZ6NF [23], где компактные частицы фазы Al₉FeNi не препятствуют деформации.

Сплав в литом состоянии имеет гетерогенную дендритную структуру, в которой конгломераты интерметаллидов светлого цвета различной морфологии (~30 об.%, эвтектические скелеты и компактные частицы) и размером от 5 до 25 мкм расположены по границам дендритных ячеек (Al) размером ~25 мкм (рис. 2). В структуре не обнаружено включений игольчатой фазы Al₃Fe, поэтому кальций и железо, вероятнее всего, связаны в тройную фазу Al₁₀CaFe₂. Выбранная технология плавки и литья позволила обеспечить растворение Zr и Sc в (Al) в результате кристаллизации, о чем свидетельствуют отсутствие первичных интер-



Рис. 2. Микроструктура сплава AlZnMgCaFeZrSc в литом состоянии (СЭМ)

Fig. 2. As-cast AlZnMgCaFeZrSc alloy microstructure (SEM)

металлидов фазы Al₃(Zr, Sc) и результаты MPCA (табл. 1) твердого раствора (Al). Из данных MPCA следует, что Zn распределяется между (Al) и эвтектическими включениями (Al, Zn)₄Ca и T в количестве 2 и 11 мас.% (5,3 ат.%) соответственно. В то же время магний не образует фаз с кальцием и распределяется в одинаковом количестве (~1,7 и ~1,5 мас.%) между (Al) и неравновесной эвтектикой.

Предварительно, по совокупности параметров литой структуры, которая характеризуется малой насыщенностью матрицы и дисперсностью эвтектических включений, можно полагать, что сплав способен иметь высокую деформационную способность при горячей прокатке, что, тем не менее, требует экспериментального подтверждения.

Технологичность сплава при прокатке

В данной работе под технологичностью при прокатке подразумевается возможность получения деформированного полуфабриката при заданных условиях и степенях обжатия без его разрушения. При этом важной характеристикой также являются уровень механических свойств и каче-

Таблица 1. Химический состав структурных составляющих, определенный по результатам MPCA (мас.%) Table 1. Chemical composition of structural components determined based on electron microprobe analysis results (wt.%)

Фаза	Mg	Al	Ca	Sc	Fe	Zn	Zr
Эвтектика	1,69	73,49	11,35	0,00	2,16	11,01	0,00
(Al)	1,51	96,19	0,04	0,16	0,06	1,77	0,30

ство структуры (наличие дефектов, конгломератов частиц). Следует принять во внимание, что предварительный нагрев слитка по режиму 450 °С направлен на снятие литейных напряжений, устранение дендритной ликвации и растворение неравновесной Т-фазы. Таким образом, в процессе горячей прокатки на технологическую пластичность влияют прежде всего нерастворимые Са-содержащие интерметаллиды.

По результатам эксперимента был успешно получен листовой прокат, не содержащий макродефектов (выпуклостей или трещин), что было обусловлено как технологическим режимом прокатки, так и отсутствием в структуре слитка концентраторов напряжений, в частности грубых иглообразных включений. Деформированная структура наследует литую по количеству интерметаллидов, но их форма меняется: исходные эвтектические скелеты в литой структуре (см. рис. 2) разбиваются на отдельные изолированные частицы, которые располагаются строчечно в направлении прокатки (рис. 3). Встречаются также конгломераты частиц с максимальным линейным размером 40 мкм в направлении прокатки. В целом в структуре 2 мм-листов не выявлены дефекты, а сама структура отличается достаточно равномерным распределением включений, что должно положительно сказаться на свойствах. За счет более высокой степени обжатия полученные 1 мм-листы характеризуются более проработанной структурой (рис. 3, б), интерметаллидная фаза здесь еще более дисперсна и равномерна.

Согласно результатам механических испытаний, представленным в табл. 2, в горячедеформированном состоянии (в случае толщин 2 и 1 мм) сплав обладает относительно невысокой пластичностью и повышенной прочностью, что является следствием нагартовки металла. Последующий отжиг листов способствует частичному снятию наклепа, что приводит к снижению прочности (в первую очередь предела текучести) и повышению пластичности.

В частности, после отжига листов толщиной 2 мм по режиму t = 400 °C, $\tau = 1$ ч предел текучести снижается на ~20 %, при этом преимущество в относительном удлинении составляет более 2 раз. Сочетание механических свойств оказалось даже лучше при более низкотемпературном отжиге при t = 350 °C, $\tau = 2$ ч. Как можно видеть, в этом случае уменьшение предела текучести составляет всего 16 %, при этом наблюдается преимущество в удлинении до 3 раз. Полученный результат требует более тщательных исследований и может быть объяснен перераспределением компонент текстур прокатки и рекристаллизации, а также предпочтительным выделением вторичных кристаллов стабильной фазы Al₃(Zr, Sc) по границам зерен после высокотемпературного отжига (400 °C), что было подтверждено данными просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) (рис. 4). Помимо прочего, вклад, вероятно, вносит твердорастворное упрочнение, так как Zn и Mg в процессе нагрева растворяются в (Al), а их относительно малое количество позволяет реализовать эффект са-



Рис. 3. Структура листа экспериментального сплава толщиной 2 мм(a) и 1 мм(b) после горячей прокатки **Fig. 3.** Structure of 2 mm(a) and 1 mm(b) thick experimental alloy sheet after hot rolling

мозакаливания на воздухе, аналогично эффекту, происходящему в сплавах типа 1915.

Как можно видеть из табл. 2, дополнительная горячая прокатка 2 мм-листов до толщины 1 мм приводит к достижению повышенной прочности при относительно невысокой пластичности (предел текучести 1 мм-листов увеличивается на 11 %, а пластичность снижается практически вдвое по сравнению с листами 2 мм). Отжиг 1 мм-листов позволяет получить более сбалансированный уровень механических свойств: предел прочности не менее 320 МПа, предел текучести не менее 260 МПа и относительное удлинение не менее 4,5 %.

Таблица 2. Механические свойства листов экспериментального сплава после различных термомеханических обработок

Table 2. Mechanical properties of experimental alloy sheets after various termomechanical treatments

Толщина листа, мм	Состояние	σ _в , МПа	σ _{0,2} , МПа	δ, %
2	ГП	355	320	2,5
2	ГП + отжиг (400 °С, 1 ч)	310	250	5,8
2	ГП + отжиг (350 °С, 2 ч)	330	270	6,9
1	ГП	365	355	1,3
1	ГП + отжиг (400 °С, 1 ч)	325	265	5,2
1	ГП + отжиг (350 °С, 2 ч)	330	275	4,5



Рис. 4. Тонкая структура исследуемого сплава после прокатки при t = 400 °C (ПЭМ)

Fig. 4. Structure of the studied alloy after rolling at t = 400 °C (TEM)

Следует отметить, что помимо деформационного упрочнения вклад в механические свойства вносят дисперсоиды фазы с цирконием и скандием, которые формируются при нагреве перед прокаткой и достаточно стабильны при последующем маршруте термомеханической обработки. Анализ тонкой структуры сплава с использованием ПЭМ показал, что размер наночастиц фазы $Al_3(Zr, Sc)$ структурного типа $L1_2$, формирование которых происходит в процессе высокотемпературного нагрева и последующей деформационной обработки, не превышает в сечении 20 нм (рис. 4). Сами частицы на фотографиях ПЭМ обладают характерным для когерентных частиц контрастом типа «кофейных зерен».

Технологичность сплава при аргонодуговой сварке

Основными дефектами сварных швов являются непровары, горячие и холодные трещины, оксидные включения, пористость. Под технологичностью сплава понимается возможность применения аргонодуговой сварки. При этом визуальным анализом, механическими испытаниями, методами фрактографии и рентгеновской томографии оценивается качество сварных швов. Понятие «технологичность сплава при сварке» тесно связано с понятием «свариваемость сплава». Известны пробы для оценки свариваемости типа «рыбий скелет» и валиковой пробы МВТУ им. Баумана [1]. Однако данная работа посвящена качественной, а не количественной оценке параметра технологичности.

При испытаниях на одноосное растяжение все образцы разрушились по зоне сплавления (рис. 5). Из табл. 3 видно, что коэффициент прочности сварного шва достигает 72 % в исходном состоянии и 75 % после отжига при t = 350 °C, $\tau = 3$ ч. Средние отклонения пределов прочности и текучести в табл. 2 и 3 не превышают 10 МПа, среднее отклонение относительного удлинения не превышает 1 %.

На изломах нет таких грубых дефектов, как непровары и трещины. Изломы образцов свидетельствуют о прохождении хрупко-вязкого разрушения (см. рис. 5). Ямки среднего размера оконтурены гребнями отрыва и отличаются от более мелких ямок, расположенных на некоторых пологих склонах еще более крупных ямок. Изломы характеризуются сферической рассеянной пористостью, которая образуется в период охлаждения и кристаллизации. Избыточная пористость может быть связана как с существенным перегревом сварочной ванны [24], так и с избытком содержания магния, который снижает плотность защитной пленки на поверхности сварочной ванны.

С помощью компьютерной томографии можно видеть, что сварной шов поражен пористостью (рис. 6). Большая часть пор сосредоточена в верхнем слое шва, что говорит о их кристаллизационном происхождении. Видно, что поры закрытого типа, несквозные. При этом поры распределены равномерно в верхней части шва, что не должно сильно снижать показатели угла загиба сварного соединения, как это было бы при сосредоточении пор по краям шва. Из рис. 6 видно, что преобладающий диаметр пор не превышает 0,2 мм. Пористость в сварном шве составляет 1,27 об.%. Согласно [1], наличие в металле шва пустот объемом до 0,25 % практически не влияет на статическую прочность. Уменьшение прочности наблюдается при пористости свыше 0,5 об.%. Так как поры имеют шаровидную форму, то они как концентраторы напряжений влияют на прочность сварной конструкции меньше, чем трещины. Но повышенная пористость может снижать общую коррозионную стойкость соединения и содействовать развитию питтинговой коррозии, а также уменьшать усталостную прочность соединения. Такие технологические и металлургические приемы, как тщательная очистка свариваемых кромок основного металла и поверхности проволоки, применение проволоки большего диаметра или использование импульсно-дуговой сварки, ускорение движения сварочной ванны либо, наоборот, увеличение продолжительности существования сварочной



Рис. 5. Фрактограммы разрывных образцов при различных увеличениях Fig. 5. Fracture patterns of tensile samples at various magnifications

Таблица 3. Механические свойства сварных соединений

Table 3. Mechanical properties of welded joints

Сплав Присадочный состоян Катериал		Состояние	σ _{0,2} , МПа	σ _в , МПа	δ, %	$[\sigma_{\rm B}^{\rm CB} \cdot 100/\sigma_{\rm B}^{\rm och}], \\ \%$
Al Zn Ma Ca Ea Zn Sa	CpAM ₂ 5	После сварки	150	240	2,7	72,4
AI-ZII-Mg-Ca-Fe-ZI-SC	CBAIMI'S	Отожженное	175	245	2,3	74,8
		Т1 + сварка	_	245	-	68,1
1915 [1]	Св1557	Т + сварка + +искусственное старение	_	280	-	_
AM-6 [1]	CrAMré	Отожженный ОМ после сварки	153	358	18,6	99,1
AMIO[1]	СВАМГ6	Нагартованный ОМ после сварки	_	359	-	78,2
1565 (1565m) [1]	CrAMr5	Отожженный ОМ после сварки	125	330	18,8	98,4
1303 (13034) [1]	СвАМГЭ	Нагартованный ОМ после сварки	_	392	_	87,0

Примечание. $\sigma_{\rm B}^{\rm cB}$ – временное сопротивление сварного соединения; $\sigma_{\rm B}^{\rm och}$ – временное сопротивление деформированного полуфабриката из основного металла; Т – закаленное состояние; Т1 – закаленное и искусственно состаренное состояние; ОМ – основной металл.





Рис. 6. Томограмма (*a*), томографические срезы сварного шва (*б*) и распределение пор в сварном шве (*в*)

Fig. 6. Welded joint tomogram (a), tomographic slices (δ) and pore distribution in welded joint (a)

ванны и др., не всегда удается применить и не всегда достигается необходимый эффект. Поэтому более предпочтительно использование проволоки состава, близкого к основному металлу, что несомненно требует экспериментального подтверждения.

Выводы

1. Исследован сплав Al—4,5%Zn—2,5%Mg— 2,5%Ca—0,5%Fe—0,2%Zr—0,1%Sc, содержащий в литой структуре эвтектические фазы (Al, Zn)₄Ca, Al₁₀CaFe₂, Al₂Mg₃Zn₃ размером от 5 до 25 мкм, расположенные по границам дендритных ячеек (Al).

2. Сплав обладает высокой технологичностью при обработке давлением. Получены листы со степенью деформации до 98 % относительно исходного слитка. Структура листов состоит из строчечно направленных изолированных интерметалидных частиц и их конгломератов размером до 40 мкм в матрице из (Al). После отжига (t = 350 °C, $\tau = 2$ ч) листы имеют предел прочности на растяжение не менее 330 МПа, предел текучести не менее 270 МПа и относительное удлинение не менее 4,5 %.

3. Сплав обладает удовлетворительной свариваемостью плавлением. Предел текучести сварного соединения после отжига увеличивается на 14 % со 150 до 175 МПа, а временное сопротивление — на 3 % с 240 до 245 МПа.

4. По результатам рентгеновской томографии процент пористости в сварном шве составил 1,27 об.%. Для улучшения свойств сварного шва рекомендуется разработка сварочной проволоки оригинального состава, близкого к исследуемому сплаву.

Литература/References

- Дриц А.М., Овчинников В.В. Сварка алюминиевых сплавов. М.: Руда и металлы, 2017. Drits A.M., Ovchinnikov V.V. Aluminium alloys welding. Moscow: Ruda i metally, 2017 (In Russ.).
- Sheppard T. Extrusion of aluminium alloys. Springer US, 1999. DOI: 10.1007/978-1-4757-3001-2.
- Кайгородова Л.И., Замятин В.М., Попов В.И. Влияние условий гомогенизации на структуру и свойства сплава Al-Mg. Физика металлов и металловедение. 2004. No. 4. C. 75-82.

Kaigorodova L.I., Zamyatin V.M., Popov V.I. Influence of homogenization conditions on the structure and proper-

ties of the Al–Mg alloy. *Fizika metallov i metallovedenie*. 2004. No. 4. P. 75–82 (In Russ.).

- Kishchik M.S., Mikhailovskaya A.V., Levchenko V.S., Kotov A.D., Drits A.M., Portnoy V.K. Formation of finegrained structure and superplasticity in commercial aluminum alloy 1565ch. Met. Sci. Heat Treat. 2017. Vol. 58. P. 543—547. DOI: 10.1007/s11041-017-0051-y.
- Дриц А.М., Овчинников В.В. Свойства сварных соединений листов сплава 1565ч в сочетании с другими алюминиевыми сплавами. Цвет. металлы. 2013. No. 11. C. 84—90.

Drits A.M., Ovchinnikov V.V. Properties of welded joints of 1565h alloy sheets in combination with other aluminum alloys. *Tsvetnye metally.* 2013. No. 11. P. 84–90 (In Russ.).

6. *Белов Н.А., Наумова Е.А., Акопян Т.К.* Эвтектические сплавы на основе алюминия: Новые системы легирования. М.: Руда и металлы, 2016.

Belov N.A., Naumova E.A., Akopyan T.K. Eutectic alloys based on aluminum: new alloying systems. Moscow: Ruda i metally, 2016 (In Russ.).

- Belov N.A., Naumova E.A., Akopyan T.K. Eutectic alloys based on the Al—Zn—Mg—Ca system: microstructure, phase composition and hardening. Mater. Sci. Technol. 2017. Vol. 33. Iss. 6. P. 656—666. DOI: 10.1080/02670836.2016.1229847.
- Belov N.A., Naumova E.A., Akopyan T.K. Effect of calcium on structure, phase composition and hardening of Al—Zn—Mg alloys containing up to 12 wt.% Zn. *Mater. Res.* 2015. Vol. 18. Iss. 6. P. 1384–1391. DOI: 10.1590/1516-1439.036415.
- Naumova E.A., Belov N.A., Bazlova T.A. Effect of heat treatment on structure and strengthening of cast eutectic aluminum alloy Al₉Zn₄Ca₃Mg. *Met. Sci. Heat Treat.* 2015. Vol. 57. Iss. 5–6. P. 274–280. DOI: 10.1007/s11041-015-9874-6.
- Naumova E.A. Use of calcium in alloys: From modifying to alloying. *Russ. J. Non-Ferr. Met.* 2018. Vol. 59. No. 3. P. 284–298. DOI: doi.org/10.3103/S1067821218030100.
- Volkova O.V., Dub A.V., Rakoch A.G., Gladkova A.A., Samoshina M.E. Comparison of the tendency to pitting corrosion of casting of Al₆Ca, Al₁Fe, and Al₆Ca₁Fe experimental alloys and AK12M2 industrial alloy. *Russ. J. Non-Ferr. Met.* 2017. Vol. 58. Iss. 6. P. 644–648. DOI: 10.3103/S1067821217060153.
- Белов Н.А., Наумова Е.А., Илюхин В.Д., Дорошенко В.В. Структура и механические свойства отливок сплава Al—6%Ca—%Fe, полученных литьем под давлением. Цвет. металлы. 2017. No. 3. C. 69—75. DOI: 10.17580/tsm.2017.03.11.

Belov N.A., Naumova E.A., Ilyukhin V.D., Doroshenko V.V. Structure and mechanical properties of Al–6%Ca–%Fe alloy castings obtained by injection molding. *Tsvetnye metally*. 2017. No. 3. P. 69–75 (In Russ.).

- Belov N.A., Akopyan T.K., Mishurov S.S., Korotkova N.O. Effect of Fe and Si on the microstructure and phase composition of the aluminium-calcium eutectic alloys. *Non-Ferr. Met.* 2017. No. 2. P. 37–42. DOI: 10.17580/ nfm.2017.02.07.
- Shurkin P.K., Belov N.A., Musin A.F., Samoshina M.E. Effect of calcium and silicon on the character of solidification and strengthening of the Al—8%Zn—3%Mg alloy. *Phys. Met. Metallogr.* 2020. Vol. 121. P. 135—142. DOI: 10.1134/S0031918X20020155.
- Huang X., Pan Q., Li B., Yin Z., Liu Z., Huang Z. Effect of minor Sc on microstructure and mechanical properties of Al—Zn—Mg—Zr alloy metal—inert gas welds. J. Alloys Compd. 2015. Vol. 629. P. 197—207. DOI: 10.1016/ j.jallcom.2014.11.227.
- Deng Y., Peng B., Xu G., Pan Q., Yin Z., Ye R., Wang Y., Lu L. Effects of Sc and Zr on mechanical property and microstructure of tungsten inert gas and friction stir welded aerospace high strength Al—Zn—Mg alloys. *Mater.* Sci. Eng. A. 2015. Vol. 639. P. 500—513. DOI: 10.1016/j. msea.2015.05.052.
- Lei X., Deng Y., Yin Z., Xu G., Peng Y. Microstructure and properties of TIG/FSW welded joints of a new Al—Zn— Mg—Sc—Zr alloy. J. Mater. Eng. Perform. 2013. Vol. 22. Iss. 9. P. 2723–2729. DOI: 10.1007/s11665-013-0577-0.
- Belov N.A., Alabin A.N., Matveeva I.A. Optimization of phase composition of Al—Cu—Mn—Zr—Sc alloys for rolled products without requirement for solution treatment and quenching. JALCOM. 2014. Vol. 583. P. 206— 213. DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.08.202.
- Акопян Т.К., Летягин Н.В., Дорошенко В.В. Алюмоматричные композиционные сплавы на основе системы Al-Ca-Ni-Ce, упрочняемые наночасти-

цами фазы L1₂ без использования закалки. Цвет. металлы. 2018. No. 12. C. 56—62. DOI: 10.17580/ tsm.2018.12.08.

Akopyan T.K., Letyagin N.V., Doroshenko V.V. Aluminummatrix composite alloys based on the Al–Ca–Ni–Ce system, hardened by Ll₂ phase nanoparticles without quenching. *Tsvetnye metally.* 2018. No. 12. P. 56–62 (In Russ.).

- Akopyan T.K., Belov N.A., Naumova E.A., Letyagin N.V., Sviridova T.A. Al-matrix composite based on Al– Ca–Ni–La system additionally reinforced by Ll₂ type nanoparticles. Trans. Nonfer. Met. Soc. China. 2020. Vol. 30. Iss. 4. P. 850–862. DOI: 10.1016/S1003-6326(20)65259-1.
- Акопян Т.К., Белов Н.А., Латыпов Р.А., Шуркин П.К., Карпова Ж.А. Деформируемый свариваемый алюминиево-кальциевый сплав: Пат. 2716568 (РФ). 2020.

Akopyan T.K., Belov N.A., Latypov R.A., Shurkin P.K., Karpova Zh.A. Deformable weldable aluminum-calcium alloy: Pat. 2716568 (RF). 2020 (In Russ.).

- Glazoff M.V., Khvan A.V., Zolotorevsky V.S., Belov N.A., Dinsdale A.T. Casting aluminum alloys. 2nd ed.: Their physical and mechanical metallurgy. Butterworth-Heinemann, 2018. DOI: 10.1016/B978-0-12-811805-4.00003-1.
- ГОСТ 4784-2019. Алюминий и сплавы алюминиевые деформируемые. Марки. GOST 4784-2019. Aluminium and aluminium alloys are deformable. Stamps (In Russ.).
- Samiuddin M., Li J.L., Taimoor M., Siddiqui M.N., Siddiqui S.U., Xiong J.T. Investigation on the process parameters of TIG-welded aluminum alloy through mechanical and microstructural characterization. *Defence Technol.* 2020. DOI: 10.1016/j.dt.2020.06.012.

УДК: 621.791.725; 621.431.75; 669.018.44

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-57-65

ОБЕСПЕЧЕНИЕ ПРОЧНОСТИ СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ПРИ ЛАЗЕРНОЙ СВАРКЕ ЖАРОПРОЧНОГО ДИСПЕРСИОННО-ТВЕРДЕЮЩЕГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА ЭП693

© 2021 г. Д.А. Баранов¹, С.С. Жаткин¹, В.И. Никитин¹, В.Б. Деев^{2,3}, К.В. Никитин¹, А.Ю. Баринов¹, Д.М. Юдин¹

¹ Самарский государственный технический университет (СамГТУ), г. Самара, Россия

² Уханьский текстильный университет, г. Ухань, Китай

³ Национальный исследовательский технологический университет (НИТУ) «МИСиС», г. Москва, Россия

Статья поступила в редакцию 12.01.21 г., доработана 19.01.21 г., подписана в печать 25.01.21 г.

Аннотация: Рассмотрен процесс создания неразъемного соединения из жаропрочного сплава марки ЭПб93 системы Ni-Cr-W-Co-Mo, применяемого в производстве узлов и деталей газотурбинных двигателей, с помощью лазерной сварки на СО2-комплексе «TruLaser Cell 7020» импульсно-периодическим излучением. Для получения сварного шва использована присадочная проволока ЭП367 системы Ni-Mo-Cr-Mn. Изучено влияние термической обработки на структуру и свойства околошовной зоны и сварного шва. По результатам исследований проведен анализ структуры сварного соединения и его изломов, выполненных лазерной сваркой, получены физико-механические свойства сварного шва, определен наибольший предел выносливости для сварных соединений при 2·10⁶ циклах. Определена целесообразность использования лазерной сварки жаропрочного дисперсионно-твердеющего никелевого сплава при изготовлении обечаек опоры и статора турбины газотурбинного двигателя. Установлено, что комплексная термическая обработка (закалка и старение) обеспечивает оптимальные значения пределов прочности при комнатной и повышенной температурах, а также кратковременную прочность сварных соединений. На основании прочностного расчета по обечайкам опоры и статора турбины газотурбинного двигателя и полученным экспериментальным данным прочности сварных соединений, выполненных при помощи лазерной сварки с импульсно-периодическим излучением, коэффициент запаса прочности составил от 1,35 до 3,0. Данная технология предлагается к внедрению в производство при изготовлении деталей и узлов типа обечаек опоры и статора турбины газотурбинных двигателей с целью повышения качества сварных швов при сокращении времени высокотемпературного нагрева за счет снижения погонной энергии.

Ключевые слова: лазерная сварка, жаропрочный сплав, газотурбинный двигатель, сварное соединение, детали сборочных единиц, физико-механические свойства, структура.

Баранов Д.А. – аспирант кафедры «Литейные и высокоэффективные технологии» СамГТУ (443100, Россия, г. Самара, Молодогвардейская ул., 244). E-mail: d.baranov91@mail.ru.

Жаткин С.С. – канд. техн. наук, доцент кафедры «Литейные и высокоэффективные технологии» СамГТУ. E-mail: sergejat@mail.ru.

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

Деев В.Б. – докт. техн. наук, проф. факультета машиностроения и автоматизации Уханьского текстильного университета (430200, China, Hubei Province, Wuhan, Textile Road, 1); проф. кафедры «Обработка металлов давлением» НИТУ «МИСиС» (119991, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4). E-mail: deev.vb@mail.ru.

Никитин К.В. – докт. техн. наук, проф., декан факультета машиностроения, металлургии и транспорта СамГТУ. E-mail: kvn-6411@mail.ru.

Баринов А.Ю. – вед. инженер кафедры «Литейные и высокоэффективные технологии» СамГТУ. E-mail: tlp@samgtu.ru.

Юдин Д.М. – магистрант СамГТУ. E-mail: d.yudin2011@yandex.ru.

Для цитирования: Баранов Д.А., Жаткин С.С., Никитин В.И., Деев В.Б., Никитин К.В., Баринов А.Ю., Юдин Д.М. Обеспечение прочности сварных соединений при лазерной сварке жаропрочного дисперсионно-твердеющего никелевого сплава ЭП693. Известия вузов. Цветная металлургия. 2021. Т. 27. No. 3. C. 57–65. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-57-65.

Ensuring the strength of welded joints in laser welding of EP693 heat-resistant dispersion-hardening nickel alloy

D.A. Baranov¹, S.S. Zhatkin¹, V.I. Nikitin¹, V.B. Deev^{2,3}, K.V. Nikitin¹, A.Yu. Barinov¹, D.M. Yudin¹

¹ Samara State Technical University (SSTU), Samara, Russia

²Wuhan Textile University, Wuhan, China

³ National University of Science and Technology «MISIS», Moscow, Russia

Received 12.01.2021, revised 19.01.2021, accepted for publication 25.01.2021

Abstract: The paper considers the process of creating a permanent connection from the EP693 heat-resistant alloy of the Ni–Cr–W–Co–Mo system used in the manufacture of components and parts of gas turbine engines by welding on the TruLaser Cell 7020 CO_2 complex with pulse-periodic radiation. EP367 filler wire of the Ni–Mo–Cr–Mn system was used to obtain the weld. The influence of heat treatment on the structure and properties of the heat-affected zone and the weld was studied. Based on the research results, the weld structure and kinks obtained by laser welding was studied, weld physical and mechanical properties were identified, the maximum endurance limit for welded joints was determined at $2 \cdot 10^6$ cycles. The expediency of laser welding of the heat-resistant dispersion-hardening nickel alloy in the manufacture of shells for the turbine support and stator of gas turbine engines was determined. It was found that combined heat treatment (quenching and aging) provides optimal values of strength limits at room and elevated temperatures, as well as short-term strength of welded joints. Based on the strength calculation of the turbine support and stator of gas turbine engines and the obtained experimental data on the strength of welded joints made using laser welding with pulse-periodic radiation, the safety factor was 1.35 to 3.0. This technology is proposed to be introduced into production in the manufacture of parts and assemblies such as shells for the turbine support and stator of gas turbine engines used as shells for the turbine support and stator of parts and assemblies such as shells for the turbine support and stator of parts and assemblies such as shells for the turbine support and stator of gas turbine engines in order to improve the quality of welds by reducing the time of high-temperature heating due to lower heat input.

Keywords: laser welding, heat-resistant alloy, gas turbine engine, welded joint, parts of assembly units, physical and mechanical properties, structure.

Baranov D.A. – postgraduate student of the Department of foundry and high-efficiency technologies, Samara State Technical University (SSTU) (443100, Russia, Samara, Molodogvardeiskaya str., 244). E-mail: d.baranov91@mail.ru.

Zhatkin S.S. – Cand. Sci. (Eng.), associate prof. of the Department of foundry and high-efficiency technologies of SSTU. E-mail: sergejat@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.

Deev V.B. – Dr. Sci. (Eng.), prof. of School of mechanical engineering and automation of Wuhan Textile University (430200, China, Hubei Province, Wuhan, Textile Road, 1); prof. of Department of metal forming of National University of Science and Technology «MISIS» (119991, Russia, Moscow, Leninskii pr., 4). E-mail: deev.vb@mail.ru.

Nikitin K.V. – Dr. Sci. (Eng.), prof., dean of the Faculty of mechanical engineering, metallurgy and transport of SSTU. E-mail: kvn-6411@mail.ru.

Barinov A.Yu. – lead engineer of the Department of foundry and high-efficiency technologies of SSTU. E-mail: tlp@samgtu.ru. **Yudin D.M.** – undergraduate student of SSTU. E-mail: d.yudin2011@yandex.ru.

For citation: Baranov D.A., Zhatkin S.S., Nikitin V.I., Deev V.B., Nikitin K.V., Barinov A.Yu., Yudin D.M. Ensuring the strength of welded joints in laser welding of EP693 heat-resistant dispersion-hardening nickel alloy. *Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya (Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy).* 2021. Vol. 27. No. 3. P. 57–65 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-57-65.

Введение

Газотурбинный двигатель (ГТД) на сегодняшний день является одним из самых технически сложных изделий современного машиностроения, детали которого работают длительное время в условиях предельно высоких температур и нагрузок [1]. Тенденцией развития его конструкции является повышение температуры газа и эксплуатационных нагрузок [2].

В настоящее время в машиностроении широко применяются сложнолегированные сплавы, обладающие высокими эксплуатационными свойствами: жаропрочностью и жаростойкостью. Данные сплавы в течение ближайших десяти лет будут занимать заметное место в конструкциях компрессоров, турбин и камер сгорания ГТД [2].

Жаропрочные сплавы имеют пониженную свариваемость, что проявляется в образовании трещин и необратимом снижении жаропрочности [3, 4]. Для обеспечения надежности сварных соединений из никелевых сплавов ограничивают уровень их легирования (Ti + Al — менее 4 %), а после сварки выполняют операции закалки и старения.

Поэтому основным требованием, предъявляемым к жаропрочным гомогенным дисперсионнотвердеющим железохромоникелевым и никелевым сплавам, является обеспечение качественных сварных соединений. Это является сложной задачей, поскольку с повышением жаропрочности сплавов снижаются такие показатели свариваемости, как сопротивляемость образованию трещин при сварке и последующей термообработке (TO) [5].

На свариваемость влияют такие физико-механические свойства, как коэффициент линейного расширения, соотношение пределов прочности и текучести, горячая пластичность, темп восстановления пластичности при охлаждении [6—8].

Повышение качества сварных швов возможно путем сокращения времени высокотемпературного нагрева за счет снижения погонной энергии. Одним из инновационных современных методов получения качественного сварного соединения из жаропрочных сплавов является применение лазерной сварки.

Лазерная сварка обладает рядом существенных преимуществ перед другими традиционными способами: высокая концентрация энергии, небольшой объем сварочной ванны, малая ширина зоны термического влияния, высокие скорости нагрева и охлаждения [9—13]. Эти факторы обеспечивают высокую технологическую прочность сварных соединений и существенное понижение величины деформаций сварных конструкций. Поэтому процесс лазерной сварки с высокой концентрацией энергии и значительным отношением глубины проплавления к ширине шва позволяет получить качественную свариваемость жаропрочных сплавов [14, 15]. Цель работы — исследование влияния параметров сварки на прочность сварных соединений из жаропрочного дисперсионно-твердеющего никелевого сплава марки ЭП693.

Материалы и методика экспериментов

Химический состав жаропрочного дисперсионно-твердеющего никелевого сплава марки ЭП693 представлен в табл. 1 [16]. Образцы размером $200 \times 100 \times 1,8$ мм вырезали из тонколистового материала, прошедшего в состоянии поставки термическую обработку — закалку при температуре 1080 - 1100 °С и последующее охлаждение в воде или под водяным душем.

Сварку проводили на лазерном CO₂-комплексе «TruLaser Cell 7020» (корпорация TRUMPF, Германия) по оптимальному режиму, подобранному в процессе исследования [17]: частота следования импульсов — 90 кГц, мощность — 4 кВт, скорость сварки — 33,3 мм/с, скорость подачи присадочной проволоки марки ЭП367 — 33,3 мм/с, диаметр присадочной проволоки — 0,8 мм, диаметр лазерного луча в фокусе — 0,7 мм, фокусное расстояние — 280 мм, защитный газ — Не.

Использование при сварке присадочной проволоки марки ЭП367 обусловлено тем, что данный материал обладает высокой стойкостью к образованию горячих трещин [18]. Химический состав присадочной проволоки представлен в табл. 2 [19].

Сборка образцов осуществлялась встык без разделки кромок с обеспечением их прижима к медной подложке по всей поверхности листа в стапеле (рис. 1). Это позволяло имитировать про-

Таблица 1. Химический состав (%) жаропрочного сплава ЭП693

Table 1. Chemical composition (%) of EP693 heat-resistant alloy

Основные элементы							При	меси,	не бол	ee				
Ni	Cr	W	Mo	Co	Al	Ti	Mn	S	Р	C	Si	Fe	В	Ce
Основа	17,0-20,0	5,0-7,0	3,0-5,0	5,0-8,0	1,6–2,3	1,1–1,6	0,40	0,15	0,015	0,10	0,50	5,0	0,05	0,05

Таблица 2. Химический состав (%) сварочной проволоки марки ЭПЗ67

Table 2. Chemical composition (%) of EP367 grade filler wire

Основные элементы					Пр	имеси, не бо	олее	
Ni	Мо	Cr	Mn	Si	C	S	Р	Fe
Основа	14,0-6,0	14,0-16,0	1,0-2,0	0,50	0,08	0,015	0,015	4,0

изводственные условия изготовления тонколистовых обечаек.

После сварки часть образцов была подвергнута термической обработке в электрической печи «Naberteherm RHTV» (Naberteherm, Германия): закалка на воздухе при температуре $t = 1000 \pm 50$ °C в течение 4 ч + старение на воздухе при $t = 700 \pm \pm 50$ °C длительностью 16 ч и охлаждение на воздухе [20].

Образцы для механических испытаний на разрыв были выполнены в соответствии с требованиями ГОСТ 6996-66 [21].



Рис 1. Схема сборки образцов для сварки встык в стапеле с медной подложкой

Fig. 1. Sample assembly diagram for bench butt welding with copper substrate

Для определения предела выносливости в условиях ПАО «Кузнецов» (г. Самара) были разработаны образцы для испытаний (рис. 2).

Результаты экспериментов и их обсуждение

Формирование шва при лазерной сварке (ЛС) происходило в виде «песочных часов» при скоростях ЛС более 25 мм/с [22].

Анализ геометрических параметров сварных швов (табл. 3) свидетельствует о том, что в процессе сварки, независимо от источника нагрева, была реализована модель тонкой пластины: ширина сварных швов больше или сопоставима с толщиной свариваемого материала.

Разрушение сваренных образцов в закаленном состоянии поставки, а также в сочетании с закалкой и старением при механических испытаниях на разрыв при комнатной температуре произошло по околошовной зоне сварного соединения со стороны усиления шва (рис. 3). Такой характер разрушения образцов может быть обусловлен большими деформациями, которые приводят к неустраняемым повреждениям границ шва даже за счет применения последующей ТО [22].



Полировать √9(10)

Рис 2. Эскиз образцов для определения предела выносливости Fig. 2. Outline drawing of samples for endurance limit determination

Таблица 3. Геометрические параметры сварного шва

Table 3. Welded joint geometrical parameters

Способ сварки	Присадочный материал	Ширина со сто	шва, мм, роны	Высота шва, мм, со стороны	
		усиления	проплава	усиления	проплава
ЛС	Проволока марки ЭП367 диаметром 0,8 мм	2,0-2,4	1,6–1,8	0,2	0,2

Таблица 4. Физико-механические свойства жаропрочного дисперсионно-твердеющего никелевого сплава марки ЭП693 в зависимости от вида сварки и термической обработки

Table 4. Physical and mechanical properties of EP693 heat-resistant dispersion-hardening nickel alloy depending on welding and heat treatment types

<u></u>	Присадочный	Derror TO	σ _в , МПа				
Спосоо сварки	материал	Режим ТО	20 °C	800 °C			
Лазерная	$2\Pi_{267}(0, 0, 0, \infty)$	3СП + Св.	870-897	735-750			
(эксперимент)	911307 (Ø 0,8 MM)	$3C\Pi + C_{B.} + 3 + C_{T.}$	1084-1132	765-787			
Аргонодуговая (АО «НИАТ» [11])	_	$3C\Pi + C_{B.} + 3 + C_{T.}$	981-1079	589-687			
Аргонодуговая (ФГУП «ВИАМ» [5])	ЭП367 (Ø 0,8 мм)	$3C\Pi + C_{B.} + 3 + C_{T.}$	1030-1060	640-680			
Исходный лист ЭП693	_	ЗСП	980-1060	_			
[11]	_	3 + Ct.	980-1080	588-686			
Примечание. ЗСП – закаленное состояние поставки: Св. – сварка: З – закалка: Ст. – старение.							



Рис 3. Макроструктура излома (×8)

а – лазерная сварка в закаленном состоянии поставки; *б* – лазерная сварка в сочетании с закалкой и старением

Fig. 3. Fracture macrostructure (×8)

a – laser welding in as-quenched delivery condition; δ – laser welding in combination with quenching and aging

В табл. 4 представлены экспериментальные и литературные данные по кратковременной прочности сварных соединений, выполненных аргонодуговой и лазерной сварками в закаленном состоянии поставки, а также в сочетании с закалкой и старением.

Использование гомогенной присадочной проволоки ЭП367 позволяет получать сварные соединения с достаточно высокой прочностью, которая при ЛС составляет ~0,88÷0,92 от прочности основного материала без последующей ТО. Это достигается за счет дополнительного легирования шва титаном и алюминием из основного металла [5, 23].

После термической обработки (закалка + старение) кратковременная прочность сварных соединений, выполненных лазерной сваркой, выше (до 10 %) прочности основного материала, прошедшего аналогичную ТО.

На рис. 3 представлены изломы образцов, соединенных лазерной сваркой, после циклических испытаний.

На рис. 4 приведены макроструктуры сварных соединений с разрушением в околошовной зоне при циклических испытаниях после лазерной сварки с подачей присадочной проволоки до и после TO.

Анализ рис. 3 и 4 показывает, что разрушение образцов после лазерной сварки при циклических испытаниях имеет различный характер:

— без последующей ТО (рис. 3, a) разрушение произошло от корня шва по околошовной зоне (рис. 4, a);

— с последующей ТО (рис. 3, δ) разрушение от-



Рис 4. Макроструктура сварного соединения с разрушением в околошовной сварной зоне при циклических испытаниях (×32)

а – лазерная сварка в закаленном состоянии поставки; *б* – лазерная сварка с последующими закалкой и старением

Fig. 4. Macrostructure of welded joint with heat-affected zone fracture at cyclic tests (×32)

a – laser welding in as-quenched delivery condition; δ – laser welding with subsequent quenching and aging



Рис 5. Микроструктура околошовной зоны сварного соединения, выполненного лазерной сваркой, до и после циклических испытаний (×300)

a – до ТО и циклических испытаний;
b – до ТО и после циклических испытаний;
c – после ТО и циклических испытаний

Fig. 5. Heat-affected zone microstructure for welded joint made by laser welding, before and after cyclic tests (\times 300) *a* – before heat treatment and cyclic tests; $\boldsymbol{\delta}$ – before heat treatment and after cyclic tests; *a* – after heat treatment and before cyclic tests; *e* – after heat treatment and cyclic tests

Таблица 5. Влияние термической обработки на предел выносливости (σ_{-1}) жаропрочного дисперсионно-твердеющего никелевого сплава ЭП693

Table 5. Effect of heat treatment on endurance limit (σ_{-1}) of EP693 heat-resistant dispersion-hardening nickel alloy

Способ сварки	Присадочный материал	Режим ТО	σ ₋₁ , МПа, при долговечности 2·10 ⁶ циклов			
ПС	$\partial \Pi^{2}(7,(\mathcal{O},0,0,\dots,0))$	3СП + Св.	215-228			
ЛС	ЭП367 (∅ 0,8 мм)	$3C\Pi + C_{B.} + 3 + C_{T.}$	215–243			
Примечание. ЗСП – закаленное состояние поставки; Св. – сварка; З – закалка; Ст. – старение.						

мечено со стороны усиления и со стороны проплава по околошовной зоне (рис. 4, δ).

На рис. 5 представлены микроструктуры околошовных зон сварных соединений, выполненных лазерной сваркой, до и после ТО и циклических испытаний.

Согласно [22], место разрушения сварных соединений, полученных в результате ЛС, смещается от околошовной зоны в основной материал. При этом прочность сварного шва объясняется высокой дисперсностью структуры и псевдообъемной схемой кристаллизации в верхних и нижних частях сварочной ванны. По мнению авторов [22], прочность околошовной зоны обеспечивается минимальными значениями деформации в процессе сварки, зоной разупрочнения, не превышающей 0,1-0,3 мм, и разной линией сплавления, которая изменяет ортогональность нагрузки при испытаниях к наименее прочной околошовной зоне. Данный феномен наблюдается в сварных соединениях, выполненных лазерной сваркой (см. рис. 4).

Анализ полученной микроструктуры жаропрочного сплава (рис. 5), имеющей средний балл зерна 6—7 по шкале ГОСТа 5639-82, и типов микроструктуры деформируемых жаропрочных сплавов показывает, что сплав ЭП693 обладает характерной мелкозернистой структурой с деформированным упрочнением. Также можно отметить, что циклические испытания не влияют на структуру сварного соединения.

В табл. 5 приведены полученные данные по кратковременной прочности сварных соединений.

Анализ предела выносливости образцов (см. табл. 5) свидетельствует о том, что закалка с последующим старением не влияет на прочность сварных соединений, выполненных лазерной сваркой.

Запас прочности конструкции определяется следующим образом:

$$K_m = \sigma_{\rm gam} / \sigma_{\rm max},$$

где $\sigma_{\rm дл}$ — предел длительной прочности материала в расчетной точке обечайки при соответствующей температуре и времени работы в рассматриваемом режиме, МПа; $\sigma_{\rm max}$ — максимальное главное напряжение, МПа.

Согласно прочностному анализу сварных обечаек опоры и статора турбины ГТД, которые испытывались по режиму с наименьшим запасом прочности и при удвоенном времени работы, максимальные напряжения на сварные соединения варьировались в диапазоне 65—160 МПа. Следовательно, значения коэффициента K_m для сварных обечаек из жаропрочного сплава ЭП693, выполненных лазерной сваркой, находится в интервале 1,35—3,0.

Согласно нормам прочности ГТД для авиации, запас прочности по местным напряжениям для обечаек ГТД составляет 1,8 [24].

На основании вышеизложенного, применение лазерной сварки для жаропрочного сплава ЭП693 в производстве ГТД по исследованным режимам возможно с целью повышения показателей свариваемости, но ее следует рассматривать в зависимости от максимальных напряжений, действующих на конструкцию.

Выводы

1. Установлено, что кратковременная прочность сварных соединений, выполненных лазерной сваркой, из жаропрочного дисперсионнотвердеющего никелевого сплава ЭП693 без последующей термической обработки составляет 0,9 от прочности основного материала. Последующая термическая обработка стабилизирует структуру сварного соединения и увеличивает его прочность до 10 % от прочности основного материала. Повышение прочности обусловлено применением гомогенной присадочной проволоки марки ЭП367 за счет дополнительного легирования шва титаном и алюминием.

2. На основании данных прочностного расчета по обечайкам опоры и статора турбины ГТД и полученных экспериментальных данных о прочности сварных соединений из жаропрочного дисперсионно-твердеющего никелевого сплава ЭП693, выполненных при помощи лазерной сварки с импульсно-периодическим излучением, выявлено, что коэффициент запаса прочности составляет от 1,35 до 3,0.

3. Показано, что использование лазерной сварки по исследованным режимам жаропрочного дисперсионно-твердеющего никелевого сплава ЭП693 целесообразно для сварных конструкций, где максимальные напряжения на сварные соединения составляют до 120 МПа.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки РФ в рамках проектной части государственного задания № 0778-2020-0005.

Acknowledgments: The research was funded by the Ministry of Education and Science of the Russian Federation as part of the project component of Government Task $N \ge 0778-2020-0005$.

Литература/References

 Иноземцев А.А., Нихамкин М.А., Сандрацкий В.Л. Автоматика и регулирование авиационных двигателей и энергетических установок. Системы: Учеб. для вузов. Сер. Газотурбинные двигатели. М.: Машиностроение, 2007.

Inozemtsev A.A., Nikhamkin M.A., Sandratskii V.L. Automation and regulation of aircraft engines and power plants. Systems. Moscow: Mashinostroenie, 2007 (In Russ.).

 Ломбер Б.С., Моисеев С.А. Жаропрочные деформируемые сплавы для современных и перспективных ГТД. Все материалы. Энциклопед. справочник. 2007. No. 6. C. 2–5.

Lomber B.S., Moiseev S.A. Heat-resistant and wrought alloys for modern promising gas turbine engines. *Vse materialy. Entsiklopedicheskii spravochnik.* 2007. No. 6. P. 2–5 (In Russ.).

- Naffakh H., Shamanian M., Ashrafizadeh F. Dissimilar welding of AISI310 austenitic stain less steel to nickelbasedalloy Inconel657. J. Mater. Process. Technol. 2009. No. 209. P. 3628–3939.
- 4. Никоненко Е.Л., Попова Н.А., Сизоненко Н.Р., Демент Т.В., Конева Н.А. Изменение структуры жаропрочного

сплава, легированного рением и лантаном, в зависимости от термической обработки. Известия вузов. Черная металлургия. 2018. Т. 61. No. 4. С. 294—299.

Nikonenko E.L., Popova N.A., Sizonenko N.R., Dement T.V., Koneva N.A. Change of the structure of a heat-resistant alloy doped by rhenium and lanthanum depending on thermal processing. *Izvestiya Vuzov. Chernaya Metallurgiya (Izvestiya. Ferrous Metallurgy).* 2018. Vol. 61. No. 4. P. 294–299 (In Russ.).

Qian M., Lippold J.C. Liquation phenomena in the simulated heat-affected zone of alloy 718 after multiple post weld heat treatment cycles. Weld. J. 2003. Vol. 82. No. 6. P. 145–150.

 Сорокин Л.И. Свариваемость жаропрочных сплавов, применяемых в авиационных газотурбинных двигателях. *Свароч. пр-во.* 1971. No. 4. С. 4—5. *Sorokin L.I.* Weldability of heat resistant alloys used in aircraft gas turbine engines. *Svarochnoe proizvodstvo.* 1971. Vol. 4. P. 4—5 (In Russ.).

- Ma G., Wu D., Niu F., Zou H. Microstructure evolution and mechanical property of pulsed laser welding Ni-based superalloy. Opt. Lasers Eng. 2015. Vol. 72. P. 39–46.
- Муравьев В.И., Бахматов П.В., Плетнев Н.О., Дебеляк А.А. Влияние напряженного состояния на структуру и свойства при сварке конструкций из сталей и сплавов. Известия вузов. Черная металлургия. 2016. Т. 59. No. 4. C. 251–255.

Murav'ev V.I., Bakhmatov P.V., Pletnev N.O., Debelyak A.A. Effect of stress state on the structure and properties of constructions of steels and alloys at welding. *Izvestiya Vuzov. Chernaya Metallurgiya (Izvestiya. Ferrous Metallurgy).* 2016. Vol. 59. No. 4. P. 251–255 (In Russ.).

- Çam G., Koçak M. Progress in joining of advanced materials. Part I: Solid state joining, fusion joining, and joining of intermetallics. *Sci. Technol. Weld. J.* 1998. No. 3. P. 105–126.
- Çam G., Koçak M. Progress in joining of advanced materials. *Int. Mater. Rev.* 1998. No. 43. P. 1–44.
- Çam G., Fischer A., Ratjen R., Dos Santos J.F., Koçak M. Properties of laser beam welded superalloys Inconel 625 and 718. In: Proc. 7-th Eur. Conf. on laser treatment of materials – ECLAT'98 (Hannover, 21–23 Sept. 1998). P. 333–338.
- 12. Corba C., Ferencz P., Mihăilă I. Laser welding. Nonconvent. Technol. Rev. 2018. No. 4. P. 34-37.
- Bratukhin A.G., Maslenkov S.B., Logunov A.V., Prokopinskaya S.G., Solov'ev Yu.V. Heat treatment using high-concentrated energy suppliers. Met. Sci. Heat Treat. 1995. Vol. 37. No. 11–12. P. 479–484.
- 14. Moosavy H.M., Aboutalebi M.R., Seyedein S.H., Goodarzi M., Khodabakhshi M. Modern fiber laser beam weld-

ing of the newly-designed precipitation-strengthened nickel-base superalloys. *Opt. Laser Technol.* 2014. Vol. 57. P. 12–20.

- Hong J.K., Park J.H., Park N.K., Eom I.S., Kim M.B., Kang C.Y. Microstructures and mechanical properties of Inconel 718 welds by CO₂ laser welding. J. Mater. Process. Technol. 2008. Vol. 201. No. 1. P. 515–520.
- TУ 14-1-1960-2004. Прокат тонколистовой холоднокатаный из жаропрочного сплава марки. TU 14-1-1960-2004. Technical conditions. Cold-rolled thin-sheet rolled products of heat-resistant alloy (In Russ.).
- Baranov D.A., Parkin A.A., Zhatkin S.S. HN45VMTYUBR Alloy: Impact beam welding modes on microstructure and distribution of alloying elements in the seam. Solid State Phenomena. 2018. Vol. 284. P. 530–535.
- Сорокин Л.И., Богдасаров Ю.С., Тупикин В.И. Сравнительная оценка присадочных проволок для аргонодуговой сварки жаропрочных сплавов. Свароч. пр-во. 1993. No. 10. C. 31—33.

Sorokin L.I., Bogdasarov U.S., Tupikin V.I. Comparative evaluation of filler wires for argon-arc welding of heat-resistant alloys. *Svarochnoe proizvodstvo.* 1993. Vol. 10. P. 31–33 (In Russ.).

 Международный стандарт. Проволока стальная сварочная. ГОСТ 2246-70. URL: https://standartgost. ru/g/ГОСТ_2246-70 (дата обращения: 27.10.2018). Internationalstandard. Welding steel wire. GOST 2246-70. URL: https://standartgost.ru/g/ГОСТ_2246-70 (accessed: 27.10.2018) (In Russ.). ПИ 1.4.75-2000 Производственная инструкция. Дуговая сварка в среде защитных газов конструкционных, нержавеющих и жаропрочных сталей и сплавов. М.: НИАТ, 2000. С. 65—70.

PI 1.4.75-2000. Arc welding in shielding gases of structural, stainless and heat-resistant steel and alloys. Moscow: NIAT, 2000. P. 65–70 (In Russ.).

 Международный стандарт. Сварные соединения. Методы определения механических свойств. ГОСТ 6996-66. URL: https://standartgost.ru/g/ ГОСТ_6996-66 (дата обращения: 27.10.2018). International standard. Welded joints. Methods for determining mechanical properties. URL: https:// standartgost.ru/g/ГОСТ_6996-66 (accessed: 27.10.2018) (In Russ.).

- Федоров Б.М., Мосюров А.И. Влияние параметров лазерной сварки на прочность никелевых сплавов. *Технол. машиностроения.* 2011. No. 11. C. 44—45. *Fedorov B.M., Mosyurov A.I.* The effect of laser welding parameters on the strength of nickel alloys. *Technologiya mashinostroeniya.* 2011. No. 11. P. 44—45 (In Russ.).
- Hugnes W.P., Berry T.F. A study of the strain-aye cracking characteristics in welded Rene 41. Phase I. Weld. J. 1967. Vol. 46. No. 8. P. 361–370.
- 24. *Ножницкий Ю.А.* Нормы прочности авиационных газотурбинных двигателей военной авиации. М.: ЦИАМ, 2005.

Nozhnicliy U.A. Strength standards of aviation gas turbine engines of military aircraft. Moscow: TsIAM, 2005 (In Russ.).

УДК: 621.775.8

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-66-72

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Та—Zr, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ВЫСОКОСКОРОСТНОЙ ЗАКАЛКИ ИЗ ЖИДКОГО СОСТОЯНИЯ

© 2021 г. М.М. Серов^{1,2}, А.Ю. Патрушев^{1,2}, Д.П. Фарафонов¹, Р.А. Валеев¹, А.И. Сафарян²

¹ Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов (ВИАМ), г. Москва, Россия

² Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет) (МАИ (НИУ)), г. Москва, Россия

Статья поступила в редакцию 29.07.20 г., доработана 14.09.20 г., подписана в печать 17.09.20 г.

Аннотация: Рассмотрено влияние высокоскоростной закалки расплава, реализуемой методом экстракции висящей капли расплава, бинарной системы Ta–Zr. Применяли две смеси элементарных порошков тантала и циркония с содержанием 60 и 6 % тантала соответственно. Композиции после смешивания прессовали при давлении 250 МПа в стальной пресс-форме на гидравлическом прессе. Спекание выполняли в вакуумной печи при температуре 1350 °C и давлении 10^{-3} Па. Высокоскоростную закалку проводили в вакууме при давлении $2 \cdot 10^{-2}$ Па при помощи электронно-лучевого нагрева и вращающегося диска-теплоприемника. Толщина полученных волокон составляла 15–80 мкм. Проведены исследования и сравнение результатов испытаний образцов быстрозакаленных дискретных волокон сплава Ta–Zr и образцов, полученных в результате оплавления заготовки-штабика посредством электронно-лучевого нагрева (в литом состоянии). Установлено, что структура быстрозакаленных волокон сплава с содержанием 6 мас.% Та состоит из зерен игольчатой формы размером 5–10 мкм, а волокна с 60 мас.% Та имеют столбчатую дендритную структуру. Изучение распределения тантала и циркония по поперечному сечению волокна показало, что при снижении скорости охлаждения менее 10^5 К/с в сплаве с долей тантала 60 мас.% развивается монотектоидное превращение. Выявлено, что у сплава с 6 мас.% Та такое же сопоставление дает 2-кратное превосходство.

Ключевые слова: закалка расплава, сплавы Ta-Zr, экстракция висящей капли расплава, волокно.

Серов М.М. – докт. техн. наук, гл. науч. сотр. лаборатории «Специальные металлические материалы и магниты» ВИАМ (105005, г. Москва, ул. Радио, 17), проф. кафедры «Технологии и системы автоматизированного проектирования металлургических процессов» МАИ (НИУ) (125993, г. Москва, Волоколамское ш., 4). Е-mail: serovrmf@yandex.ru.

Патрушев А.Ю. – техник лаборатории «Специальные металлические материалы и магниты» ВИАМ, аспирант кафедры «Технологии и системы автоматизированного производства металлургических процессов» МАИ (НИУ). E-mail: lokotrains@yandex.ru.

Фарафонов Д.П. – нач-к сектора лаборатории «Специальные металлические материалы и магниты» ВИАМ. E-mail: unz@mail.ru.

Валеев Р.А. – канд. техн. наук, нач-к лаборатории «Специальные металлические материалы и магниты» ВИАМ. E-mail: valeev-r-a@mail.ru.

Сафарян А.И. – канд. техн. наук, инженер кафедры «Материаловедение и технология обработки материалов» МАИ (НИУ). E-mail: an.safaryan@gmail.com.

Для цитирования: Серов М.М., Патрушев А.Ю., Фарафонов Д.П., Валеев Р.А., Сафарян А.И. Структура и свойства сплавов системы Та–Zr, полученных методом высокоскоростной закалки из жидкого состояния. Известия вузов. Цветная металлургия. 2021. Т. 27. No. 3. C. 66–72. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-66-72.

Structure and properties of Ta-Zr alloy obtained by high-speed melt quenching from liquid state

M.M. Serov^{1,2}, A.Yu. Patrushev^{1,2}, D.P. Farafonov¹, R.A. Valeev¹, A.I. Safaryan²

¹All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials (ARSRIAM), Moscow, Russia

² Moscow Aviation Institute (National Research University) (MAI (NRU)), Moscow, Russia

Received 29.07.2020, revised 14.09.2020, accepted for publication 17.09.2020

Abstract: The paper considers the effect of Ta-Zr binary system splat quenching implemented by the method of pendant drop melt extraction. The study was conducted using two mixtures of tantalum and zirconium elementary powders with a content of 60 and 6 % of tantalum,

respectively. After mixing, the compositions were pressed at 250 MPa in a steel mold on a hydraulic press. Sintering was carried out in a vacuum furnace at 1350 °C and a pressure of 10^{-3} Pa. Splat quenching was carried out in a vacuum at $2 \cdot 10^{-2}$ Pa using electron-beam heating and a spinning disk absorber. Resulting fiber thickness was 15 to 80 µm. The results of testing splat-quenched Ta–Zr alloy discrete fibers and samples formed as a result of rod stock melting by electron-beam heating (as-cast) were studied and compared. It was found that the structure of splat-quenched fibers of the alloy with a Ta content of 6 wt.% consists of 5–10 µm needle-shaped grains, and the alloy with a Ta content of 60 wt.% has a columnar dendritic structure. A study of tantalum and zirconium distribution across the fiber cross-section showed that cooling rate reduction to less than 10^5 K/s leads to monotectoid transformation in the alloy with a tantalum content of 60 wt.%. It was found that for an alloy with 6 wt.% Ta the fiber microhardness value is 1.5 times higher in comparison with the same alloy without quenching, and for an alloy with Ta 60 wt.% it is higher by a factor of two.

Keywords: melt quenching, Ta-Zr alloys, pendant drop melt extraction, fiber.

Serov M.M. – Dr. Sci. (Eng.), chief researcher of the laboratory «Special metal materials and magnets» of All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials (ARSRIAM) (105005, Russia, Moscow, Radio str., 17), prof. of the Department of technologies and systems for automated production of metallurgical processes of Moscow Aviation Institute (National Research University) (MAI (NRU)) (125993, Russia, Moscow, Volokolamsk highway, 4). E-mail: serovrmf@yandex.ru.

Patrushev A.Yu. – technician of the laboratory «Special metal materials and magnets» of ARSRIAM, postgraduate student of the Department of technologies and systems for automated production of metallurgical processes of MAI (NRU). E-mail: lokotrains@yandex.ru.

Farafonov D.P. - head of sector of the laboratory «Special metal materials and magnets» of ARSRIAM. E-mail: unz@mail.ru.

Valeev R.A. – Cand. Sci. (Eng.), head of the laboratory «Special metal materials and magnets» of ARSRIAM. E-mail: valeev-r-a@mail.ru.

Safaryan A.I. – Cand. Sci. (Eng.), engineer of Department «Materials science and processing technology» of MAI (NRU). E-mail: an.safaryan@gmail.com.

For citation: Serov M.M., Patrushev A.Yu., Farafonov D.P., Valeev R.A., Safaryan A.I. Structure and properties of Ta–Zr alloy obtained by high-speed melt quenching from liquid state. *Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya (Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy).* 2021. Vol. 27. No. 3. P. 66–72 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-66-72.

Введение

Сплавы системы на основе тугоплавких металлов сохраняют прочность под воздействием высоких нагрузок при температурах более 1100 °С, в то время как сплавы на основе никеля, железа и кобальта при этих температурах уже разупрочняются.

Сплавы системы Ta—Zr [1—4] играют важную роль в качестве основного материала для высокотемпературных конструкционных изделий благодаря их высокой температуре плавления, хорошей формуемости и коррозионной стойкости.

Кроме того, сплавы тантала и циркония часто используются в качестве легирующей добавки в некоторые стали и жаропрочные сплавы для улучшения таких их свойств, как коррозионная стойкость, механическая и усталостная прочность [5—12].

Одно из первых успешных применений сплавов на основе Ta—Zr в чистом виде или с добавлением Nb было в производстве оболочек ТВЭЛов и защитных покрытий благодаря их высокой стойкости к парам воды при повышенных температурах, термостабильности и низкому удельному электрическому сопротивлению. Еще одним немаловажным фактором, влияющим на выбор материала для изготовления деталей, являются модуль упругости и твердость.

Для получения требуемых характеристик изделий из этих сплавов, как правило, усложняют исходный состав. Такой подход имеет ряд недостатков, связанных с возникновением структурных дефектов и неоднородностей. Поэтому можно попытаться усовершенствовать структуру путем изменения способов получения заготовок.

Одним из таких методов является высокоскоростная закалка расплава (ВЗР). В настоящей работе исследовалось влияние такой закалки на физические и механические свойства сплава Ta—Zr, содержащего 60 и 6 мас.%. тантала.

Используемые материалы и методы

В работе была исследована структура образцов микрокристаллических волокон сплавов системы Ta—Zr, полученных методом B3P, и образцов, образовавшихся в результате оплавления заготовки-штабика посредством электронно-лучевого нагрева, т.е. не подвергавшихся B3P.

Использовались элементарные порошки Та с чистотой ≥99,5 % и средним размером частиц 10 мкм, а также порошки Zr с чистотой $\ge 98,0 \%$ и средним размером частиц 15 мкм. Были подготовлены образцы, содержащие 60 и 6 мас.% тантала, путем смешивания элементарных порошков Ta и Zr до получения однородной композиции. Полученную смесь формовали в стальной пресс-форме на гидравлическом прессе под давлением 250 МПа в штабики с размерами $5 \times 5 \times 50$ мм. Полученные заготовки спекали в вакууме 10^{-3} Па. Было изготовлено по 3 заготовки каждого из составов.

Волокна для исследований были получены одним из видов бестигельной ВЗР — методом экстракции висящей капли расплава (ЭВКР) с электронно-лучевым нагревом заготовки. Суть данного способа получения микрокристаллических волокон сводится к тому, что нижний торец вертикально расположенной заготовки плавится с образованием висящей капли расплава. С каплей контактирует вершина рабочей кромки вращающегося охлаждаемого теплоприемника, которая заточена в форме равнобедренного треугольника. В зоне контакта происходит затвердевание расплава. Вследствие вращения теплоприемника затвердевший материал выносится из расплава в виде волокна и под действием центробежных сил сбрасывается с вершины рабочей кромки [13]. Главным преимуществом метода ЭВКР перед остальными методами получения волокон [14-17] является использование бестигельной плавки диспергируемого материала, что позволяет получать волокна из большого спектра материалов [18—21]. Внешний вид заготовки-штабика, закрепленного в оснастке для проведения ВЗР, представлен на рис. 1.

Исследования структуры волокон, полученных быстрой закалкой расплава, проводили после механической шлифовки и полировки на сукне с зернистостью от 46 до 5 мкм. Для выявления микроструктуры шлифа применялся травитель, в состав которого входит смесь 20 % HNO₃ + 20 % HF, разбавленная в воде. Продолжительность обработки травителем поверхности образца составляла 2—3 с при комнатной температуре. Микроструктуру образцов волокон и образцов расплава, образовавшегося в результате плавления заготовки-штабика, изучали при помощи электронного микроскопа JMCA-733 (Joel, Япония). Исследование элементного состава проводили методами микрорентгеноспектрального анализа с использованием сканирующего электронного микроскопа SU8010 (Hitachi, Япония).



Рис. 1. Рабочая зона установки ЭВКР-ЭЛУ *I* – заготовка-штабик в оснастке; *2* – рабочая кромка теплоприемника; *3* – область плавления торца заготовки и контакта с кромкой теплоприемника

Fig. 1. Working zone of the unit for pendant drop melt extraction with electron-beam heating

I – rod stock in tooling; 2 – heat absorber working edge; 3 – area of rod end melting and contact with heat absorber edge

Микротвердость образцов определяли по методу Виккерса на приборе «Buehler 5124» (Micromet, Япония) под нагрузкой на индентор 50 г.

Результаты и их обсуждение

Полученные методом ЭВКР волокна имели гладкую непрерывную поверхность. В поперечном сечении их толщина варьировалась от 15 до 80 мкм, достигая у отдельно взятых волокон 115 мкм. Гистограмма распределения волокон по толщине представлена на рис. 2.

На рис. 3 приведены фотографии микроструктуры образцов быстрозакаленных волокон и образцов оплавленной заготовки-штабика, не подвергшихся закалке. У литых образцов, содержащих 60 % тантала, структура дендритная с осями первого и второго порядка, а у быстрозакаленных волокон — столбчатая дендритная. Образцы с долей тантала 6 % имеют игольчатую структуру: в оплавленном состоянии размеры зерна составляют порядка 250 мкм, у быстрозакаленных волокон — в пределах 5—10 мкм.



Рис. 2. Гистограмма распределения волокон по толщине (*b*) для сплава, содержащего 60 мас.% Та

Fig. 2. Histogram of fiber distribution by thickness (*b*) for the alloy containing 60 wt.% Ta

На изображениях структуры волокон, полученных методом микрорентгеноспектрального анализа (рис. 4), светлая область соответствует танталу, более темная — цирконию, серая — сплаву Ta-Zr. Анализ элементного состава образцов быстрозакаленных волокон показал, что в месте контакта расплава с теплоприемником содержание элементов Та и Zr в серых областях микроструктуры примерно такое же, что и в исходной заготовке для экстракции. В светлых областях доля тантала несколько выше (70 мас.%). Для сплава с содержанием тантала 60 % в области, противоположной от зоны контакта расплава с диском-теплоприемником, на микроструктуре наблюдаются включения тантала с малым (3 мас.%) содержанием циркония. Ранее в работе [22] было показано, что в области



Рис. 3. Микроструктура образцов сплава Ta-Zr

а, *в* – литое состояние (без закалки); *б*, *г* – микрокристаллическое (быстрозакаленное) Та, мас.%: *а*, *б* – 60; *в*, *г* – 6

Fig. 3. Microstructure of Ta–Zr alloy samples

a, s – as-cast condition (without quenching); δ, ϵ – microcrystalline (splat-casted) condition Ta, wt.%: a, δ – 60; s, ϵ – 6

Микротвердость порошков Та и Zr и сплава Та-Zr в литом и микрокристаллическом состояниях

	Микротвердость, НV										
Номер Элементарный порошок		Спла	в Zr—6%Ta	Сплав Zr—60%Та							
образца	Та	Zr	Без закалки Быстрозакаленный		Без закалки	Быстрозакаленный					
1	178,2	76,2	215,1	312,3	258,9	591,2					
2	163,5	71,1	211,9	306,3	191,1	539,7					
3	169,8	73,4	202,3	308,4	324,2	543,4					
4	176,6	72,4	210,8	328,5	295,4	521,8					
5	172,4	74,2	210,7	310,1	267,3	553,7					
6	178,0	78,6	220,7	314,3	280,1	505,5					
	Средние значения										
	173,1	74,3	211,9	313,3	269,5	542,5					

Microhardness of Ta and Zr powders and Ta-Zr alloy in as-cast and microcrystalline conditions





контакта расплава с теплоприемником при использовании метода ЭВКР скорость охлаждения достигает $5 \cdot 10^5$ K/c, а на расстоянии ~30 мкм снижается до 10^4 K/c. Из анализа диаграммы состояния системы Ta—Zr можно предположить, что при уменьшении скорости охлаждения ниже 10^5 K/c в сплаве успевает развиться монотектоидное превращение.

Было проведено сравнение микротвердостей исходных порошков тантала и циркония и образцов их сплавов в незакаленном и быстрозакаленном состояниях. Из приведенных в таблице результатов испытаний следует, что образцы быстрозакаленных волокон с микрокристаллической структурой обладают твердостью, в разы превышающей твердость исходных порошков и образцов, не подвергшихся закалке.

Заключение

Методом экстракции висящей капли расплава получены волокна сплавов системы Ta—Zr с содержанием тантала 60 и 6 мас.% толщиной 15— 80 мкм.

Установлено, что структура быстрозакаленных волокон сплава, имеющих 6 мас.% Та, состоит из зерен игольчатой формы размером 5—10 мкм. У сплава с содержанием 60 мас.% Та структура столбчатая дендритная.

Исследование распределения тантала и циркония по поперечному сечению волокна показало, что при снижении скорости охлаждения менее 10^5 K/c в сплаве с содержанием тантала 60 мас.% развивается монотектоидное превращение.

Показано, что для сплава с 6 мас.% Та значение микротвердости волокна в 1,5 раза выше микротвердости того же сплава, не подвергавшегося закалке, а сплав с 60 мас.% Та по микротвердости волокна в 2 раза превосходит аналогичный сплав в литом состоянии, т.е. без закалки.

Литература/References

 Емельянов В.С., Годин Ю.Г., Евстюхин А.И. Исследование системы цирконий—тантал. Атом. энергия. 1957. Vol. 2. No. 1. C. 42—47.

Emel'yanov V.S., Godin Yu.G., Evstyukhin A.I. Research of the zirconium—tantalum system. *Atomnaya energiya*. 1957. Vol. 2 No. 1. P. 42–47 (In Russ.).

2. *Емельянов В.С., Годин Ю.Г., Евстюхин А.И.* Механические свойства двойных и тройных сплавов циркония с танталом и ниобием при комнатной и повышенной температурах. В сб.: *Ядерное горючее и реакторные материалы*: Тр. II Междунар. конф. по мирному использованию атомной энергии (Женева, 1958 г.). 1959. С. 462—473.

Emel'yanov V.S., Godin Yu.G., Evstyukhin A.I. Mechanical properties of double and triple alloys of zirconium with tantalum and niobium at room and elevated temperatures. In: *Nuclear fuel and reactor materials*: Proc. II Int. Conf. on the peaceful uses of atomic energy (Geneva, 1958). 1959. P. 462–473 (In Russ.).

- Williams D.E., Jaskons R.J., Larsen W.L. The tantalum-zirconium alloy system. Trans. Metall. AIME. 1962. Vol. 224. No. 4. P. 751–756.
- Pease L.F., Brophy J.H. Some modifications in the diagram for the tantalum—zirconium system. Trans. Metall. AIME. 1963. Vol. 227. No. 5. P. 1245—1249.
- Smirnov I.V., Tsverova A.S., Grinyaev K.V., Ditenberg I.A. Influence of annealing temperature on microstructure and microhardness of V-Cr-Ta-Zr alloy. In: 16th Int. Conf. of students and young scientists on prospects of fundamental sciences development (Tomsk, 23-26 April 2019). 2019. Vol. 1909. P. 936-941. DOI: 10.1088/ 1757-899X/597/1/012050.
- Peradze T., Stamateli I., Cederstrom J., Berikashvili T., Razov A., Gorgadze K. Shape memory effect in Ti-Ta-Zr alloys. Int. J. Appl. Electromagn. Mech. 2006. Vol. 23 (1-2). P. 39-43. DOI: 10.3233/JAE-2006-730.
- Enayati M.H., Schumacher P., Cantor B. The structure and thermal stability of mechanically alloyed Ni–Nb– Zr amorphous alloys. J. Mater. Sci. 2002. Vol. 37 (24). P. 5255–5259. DOI: 10.1023/A:1021008620711.
- Deo L.P., Kaufman M.J., Wang B., Nikodemski S. Crystalline phases found in rapidly quenched Ni—Nb—Zr alloys. J. Microscopy. 2017. Vol. 267 (1). P. 49—56. DOI: 10.1111/ jmi.12546.
- Paglieri S.N., Pal N.K., Dolan M.D., Kim S.-M., Chien W.-M., Lamb J. Hydrogen permeability, thermal stability and hydrogen embrittlement of Ni–Nb–Zr and Ni–Nb– Ta–Zr amorphous alloy membranes. J. Membr. Sci. 2011. Vol. 378 (1–2). P. 42–50. DOI: 10.1016/j.memsci. 2011.04.049.
- Каблов Е.Н. Материалы нового поколения и цифровые технологии их переработки. Вестн. Рос. академии наук. 2020. Vol. 90. No. 4. С. 331—334. DOI: 10/31857/ S0869587320040052.

Kablov E.N. Materials of the new generation and digital technologies of their processing. *Vestnik Rossiiskoi academii nauk.* 2020. Vol. 90. No. 4. P. 331–334 (In Russ.).

11. Tudoran S., Voiculescu I., Geantă V., Vizureanu P., Mâr-
za Roşca I., Pătraşcu I., Ciocoiu R. Effects of the chemical composition on the microstructural characteristics of Ti–Nb–Ta–Zr alloys. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 2019. Vol. 572. P. 1–5. DOI: 10.1088/1757-899X/572/1/ 012022.

 Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года». Авиац. материалы и технологии. 2015. No. 1 (34). С. 3—33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.

Kablov E.N. Innovative development FGUP «VIAM» SSC RF on implementation of the «Strategic directions of development of materials and technologies of their reprocessing for the period till 2030». *Aviatsionnye materialy i tekhnologii.* 2015. No. 1 (34). P. 3–33 (In Russ.).

Гращенков Д.В., Ефимочкин И.Ю., Большакова А.Н. Высокотемпературные композиционные материалы, армированные частицами и волокнами тугоплавких соединений. Авиац. материалы и технологии. 2017. No. S. C. 318—328. DOI: 10/18577/2071-9240-0-S-318-328.

Grashchenkov D.V., Efimochkin I.Yu., Bol'shakova A.N. High-temperature composite materials reinforced with particles and fibers of refractory compounds. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii.* 2017. No. S. P. 318–328 (In Russ.).

- Tang Z.Z., Hsieh J.H., Zhang S.Y., Li C., Fu Y.Q. Phase transition and microstructure change in Ta—Zr alloy films by co-sputtering. *Surf. Coat. Technol.* 2005. Vol. 198. P. 110—113. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2004.10.019.
- Бабашов В.Г., Варрик Н.М. Высокотемпературный гибкий волокнистый теплоизоляционный материал. *Тр. ВИАМ.* 2015. No. 1. С. 15–19. URL: http:// www.viam-works.ru (дата обращения: 29.06.2020). Babashov V.G., Varrik N.M. High-temperature flexible fiber insulation material. *Trudy VIAM.* 2015. No. 1. P. 15–19. URL: http://www.viam-works.ru (accessed: 29.06.2020) (In Russ.).
- 16. Yang D., Zhou X., Cheng T., Sun K., Huang D. Development of rotary shear equipment for preparing short metal

fibers. In: *IEEE 8th Int. Conf. on CIS & RAM* (Ningbo, 19–21 Nov. 2017). 2017. P. 105–110. DOI: 10.1109/ ICCIS.2017.8274757.

 Ивахненко Ю.А., Баруздин Б.В., Варрик Н.М., Максимов В.Г. Высокотемпературные волокнистые уплотнительные материалы. Авиац. материалы и технологии. 2017. No. S. C. 272—289. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-272-289.

Ivakhnenko Yu.A., Baruzdin B.V., Varrik N.M., Maksimov V.G. High-temperature fiber sealing materials. Aviatsionnye materialy i tekhnologii. 2017. No. S. P. 272– 289 (In Russ.).

 Серов М.М., Борисов Б.В. Получение металлических волокон и пористых материалов из них методом экстракции висящей капли расплава. *Технолог. легких сплавов.* 2007. No. 3. C. 62—65.

Serov M.M., Borisov B.V. Obtaining metal fibers and porous materials from them by extraction of a hanging drop of melt. *Tekhnologiya legkikh splavov.* 2007. No. 3. P. 62–65 (In Russ.).

 Фарафонов Д.П., Деговец М.Л., Алешина Р.Ш. Металлические волокна из жаростойких сплавов, легированных металлами платиновой группы. Авиац. материалы и технологии. 2016. No. 1. C. 44—52. DOI: 10.185.77/2071-9140-2016-0-1-44-52.

Farafonov D.P., Degovets M.L., Aleshina R.Sh. Metal fibers from heat-resistant alloys alloyed with platinum group metals. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii.* 2016. No. 1. P. 44–52 (In Russ.).

- 20. *Li Q., Niinomi M., Hieda J.* Deformation-induced ω phase in modified Ti-29Nb-13Ta-46 Zr alloy by Cr addition. *Acta Biomater.* 2013. Vol. 9. P. 8027-8035.
- Lin Chang, Jue Liu, Hai-Lin Yang. Effects of Zr contents on the microstructure, mechanical properties and biocompatibility of Ta-Zr alloys. *Mater. Sci. Forum.* 2018. Vol. 914. P. 37-44. DOI: 4028 /MSF.914.37.
- 22. Анциферов В.Н., Серов М.М. Получение закалкой из расплава волокон и материалов. LAP LAMBERT Acad. Publ., 2014. Antsiferov V.N., Serov M.M. Obtaining by quenching from a melt of fibers and materials. LAP LAMBERT Acad. Publ., 2014 (In Russ.).

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-73-84

ОЧИСТКА ГЛИНОЗЕМСОДЕРЖАЩИХ СМЕТОВ МЕТОДАМИ СУХОЙ ВОЗДУШНОЙ КЛАССИФИКАЦИИ

© 2021 г. А.Е. Бурдонов¹, В.В. Барахтенко¹, Е.В. Зелинская¹, Л.В. Гавриленко²

¹ Иркутский национальный исследовательский технический университет (ИРНИТУ), г. Иркутск, Россия

² ООО «Объединенная компания «РУСАЛ Инженерно-технологический центр» (ООО «РУСАЛ ИТЦ»), г. Красноярск, Россия

Статья поступила в редакцию 18.08.20 г., доработана 09.10.20 г., подписана в печать 20.10.20 г.

Аннотация: Рассмотрены вопросы образования и переработки отходов на предприятиях алюминиевого производства. На основе анализа литературных источников и практических ланных определены причины образования металлургических отхолов на территории РФ. Проанализированы исследования, ведущиеся в научных организациях. Установлено, что для переработки отходов перспективен глиноземсодержащий смет, образующийся в процессе производства алюминиевого сырца на электролизерах с самообжигающимися анодами при различных технологических операциях. Глиноземсодержащий смет представляет собой отходы сложного переменного состава, сметаемые в цехах электролиза. Выявлено что глиноземсодержащий смет состоит из криолита (Na₃AlF₆), хиолита (Al₃ F_{14} Na₅), корунда (Al₂O₃), сидерита (FeCo₃), пирита (FeS₂), кварца (SiO₂), полевого шпата $((Ca, Na)(Al, Si) AlSi_2O_8)$, углеродистого вещества и техногенной фазы состава (NaF)·1,5CaF₂·AlF₃. Интерес к их переработке состоит в том, что в них содержится значительное количество ценных компонентов (Na_3AIF_6 , Al_2O_3 , AIF_3), извлечение которых и повторное использование в получении алюминия могут способствовать снижению себестоимости единицы продукции. Проблемой является наличие в смете компонентов (SiO₂, Fe₂O₃), которые при попадании в электролит оказывают негативное влияние на процесс электролиза. Результаты изучения химического состава монофракций позволили сделать вывод, что исключение темной (серовато-черной) массы, в которой содержание примесей (SiO₂, Fe₂O₃) максимально, позволит в значительной степени решить поставленную задачу исследования. На основании выдвинутой гипотезы представлены результаты проведения воздушной классификации смета фракций 0–10 и 0–5 мм в каскадно-гравитационном (КГ) и центробежном (КЦ) классификаторах. По результатам выполненных исследований рекомендуется применять в схеме обогащения глиноземсодержащего смета алюминиевого производства воздушную классификацию в КГ смета фракции 0-10 мм.

Ключевые слова: производство алюминия, техногенное сырье, глиноземсодержащий смет, химический состав, примеси, очистка, минералогические исследования, электролиз, воздушная классификация.

Бурдонов А.Е. – канд. техн. наук, доцент кафедры «Обогащение полезных ископаемых и охрана окружающей среды» им. С.Б. Леонова, ИРНИТУ (664074, г. Иркутск, ул. Лермонтова, 83). E-mail: slimbul@inbox.ru.

Барахтенко В.В. – канд. техн. наук, доцент кафедры «Обогащение полезных ископаемых и охрана окружающей среды» им. С.Б. Леонова, ИРНИТУ. E-mail: antivsyo@inbox.ru.

Зелинская Е.В. – докт. техн. наук, проф. кафедры «Обогащение полезных ископаемых и охрана окружающей среды» им. С.Б. Леонова, ИРНИТУ. E-mail: zelinskaelena@mail.ru.

Гавриленко Л.В. – канд. техн. наук, менеджер ООО «РУСАЛ ИТЦ» (660067, г. Красноярск, ул. Пограничников, 37/1). E-mail: Lyudmila.Gavrilenko@rusal.com.

Для цитирования: Бурдонов А.Е., Барахтенко В.В., Зелинская Е.В., Гавриленко Л.В. Очистка глиноземсодержащих сметов методами сухой воздушной классификации. Известия вузов. Цветная металлургия. 2021. Т. 27. No. 3. C. 73–84. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-73-84.

Purification of alumina-containing sweepings by dry air classification methods

A.E. Burdonov¹, V.V. Barakhtenko¹, E.V. Zelinskaya¹, L.V. Gavrilenko²

¹ Irkutsk National Research Technical University (INRTU), Irkutsk, Russia

² LLC «Engineering and Technology Center RUSAL», Krasnoyarsk, Russia

Received 18.08.2020, revised 09.10.2020, accepted for publication 20.10.2020

Abstract: The article deals with the formation and processing of waste at aluminum production plants. Based on the analysis of literary sources and practical data, the reasons for the formation of metallurgical waste in the territory of the Russian Federation are established. The analysis of research conducted in scientific organizations is presented. It was found that one of the most promising for waste processing is alumina-con-

taining sweepings formed during the production of liquid aluminum in Soderberg cells during various process operations. Alumina-containing sweepings are waste of complex variable composition swept away in electrolysis shops. It was found that alumina-containing sweepings consist of cryolite (Na₃AlF₆), chiolite (Al₃F₁₄Na₅), corundum (Al₂O₃), siderite (FeCo₃), pyrite (FeS₂), quartz (SiO₂), feldspar ((Ca, Na)(Al, Si) AlSi₂O₈), carbonaceous matter and (NaF)·1,5CaF₂·AlF₃ technogenic phase. Their processing is of interest due to the fact that they contain a significant amount of valuable components (Na₃AlF₆, Al₂O₃, AlF₃) that can be extracted and reused in aluminum production to reduce the cost per unit. The problem is that sweepings contain components (SiO₂, Fe₂O₃), which have a negative effect on the electrolysis process when in contact with electrolyte. The data obtained when studying the chemical composition of monofractions made it possible to conclude that the exclusion of the dark (grayish-black mass) with the maximum content of impurities (SiO₂, Fe₂O₃) will substantially solve the stated problem of the study. Based on the hypothesis put forward, the paper presents the results of 0–10 mm and 0–5 mm sweepings air classification in the cascade gravity classifier in the processing flow of alumina-containing sweepings of aluminum production.

Keywords: aluminum production, technogenic raw materials, alumina-containing sweepings, chemical composition, impurities, purification, mineralogical research, electrolysis, air classification.

Burdonov A.E. – Cand. Sci. (Eng.), associate prof. of the Department of mineral processing and environmental protection of the Irkutsk National Research Technical University (INRTU) (664074, Russia, Irkutsk, Lermontov str., 83). E-mail: slimbul@inbox.ru.

Barakhtenko V.V. – Cand. Sci. (Eng.), associate prof. of the Department of mineral processing and environmental protection, INRTU. E-mail: antivsyo@inbox.ru.

Zelinskaya E.V. – Dr. Sci. (Eng.), prof. of the Department of mineral processing and environmental protection, INRTU. E-mail: zelinskaelena@mail.ru.

Gavrilenko L.V. – Cand. Sci. (Eng.), manager of the LLC «Engineering and Technology Center RUSAL» (660067, Russia, Krasnoyarsk, Pogranichnikov str., 37/1). E-mail: Lyudmila.Gavrilenko@rusal.com.

For citation: Burdonov A.E., Barakhtenko V.V., Zelinskaya E.V., Gavrilenko L.V. Purification of alumina-containing sweepings by dry air classification methods. Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya (Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy). 2021. Vol. 27. No. 3. P. 73–84 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-3-73-84.

Введение

Практически в любой сфере народного хозяйства неизбежны образование отходов и их воздействие на объекты окружающей среды [1]. Одним из показательных примеров является горно-металлургическая отрасль. В работе [2] наглядно представлено как влияет деятельность предприятия данной сферы на окружающую среду.

Одним из наиболее перспективных с точки зрения вторичного использования источником образования отходов является металлургическая индустрия, в частности алюминиевая промышленность, что подтверждается большим количеством научных исследований в данной области [3, 4]. Отходы производства алюминия содержат как вредные вещества и соединения, которые негативно воздействуют на объекты окружающей среды, так и полезные, которые в последующем можно использовать, например, в производстве бетонов [5], композитных вяжущих [6], силикатных изделий [7] и непосредственно вторичного алюминия [8], что повышает актуальность их рециклинга. Однако из анализа литературы следует заключение о том, что сегодня переработка отходов алюминиевого производства, являясь актуальным научным направлением, развита недостаточно и представлена отдельными разрозненными исследованиями и разработками [9, 10].

Столкнувшись с проблемами и задачами, порождаемыми современной конкурентной средой, предприятия приходят к выводу, что управлять нужно не только производственными процессами, но и тем, что следует за ними. При введении понятия «экологическая репутация» появилась конкуренция среди предприятий в отношении не только качества и количества получаемой продукции, но и результатов деятельности по утилизации и переработке отходов. В этой борьбе выигрывают те из них, которые смогли наряду с достижением высоких производственных показателей организовать эффективную переработку отходов.

Над решением вопроса переработки отходов алюминиевого производства работает огромное количество организаций во всем мире: в Китае [11], России [12], Норвегии [13] и других странах. Однако в настоящее время перерабатывается лишь около 10 % представляющих наибольшую ценность и технологически доступных для переработки отходов. Остальные многотоннажные отходы, будучи опасными для объектов окружающей среды, складируются в шламо- и хвостохранилищах, отвалах и т.д.

Основной причиной образования большого количества техногенных отходов на предприятиях по производству первичного алюминия является применение технологии электролиза криолит-глиноземного расплава с установкой ванн с самообжигающимся анодом — анодом Содерберга. На большинстве предприятий по получению алюминия используются электролизеры с предварительно обожженными анодами [14, 15]. Предприятия оснащены «сухой» системой очистки отходящих технологических газов. Наряду с более высокими технико-экономическими показателями, при такой организации процесс характеризуется большей экологической безопасностью производства ввиду отсутствия выбросов углеводороводов, отходов флотационной переработки снимаемой угольной пены (хвостов флотации) и растворов «мокрой» газоочистки (шламов газоочистки). Значительно снижается и количество такого вида образующихся отходов (благодаря применению автоматической подачи сырья и фторсолей), как механическая смесь глинозема и оборотного (вторичного) электролита, называемая «сметками» или «сметом», которая просыпается на «нулевые» отметки корпусов электролиза при загрузке в ванны.

С 2016 г. в ИРНИТУ [16], СФУ [17] и на предприятиях группы РУСАЛ [16, 17] ведутся исследования по переработке глиноземсодержащего смета. Смет — это отходы сложного переменного состава, сметаемые в цехах электролиза. Смет образуется в процессе производства алюминиевого сырца на электролизерах с самообжигающимися анодами в ходе технологических операций, при поточно-регламентированных обработках и корректировке химического состава электролита, на операциях, производимых дизельной и напольно-рельсовой техникой. В результате происходит просыпание глинозема и фтористых солей сквозь вентиляционные решетки (рифленки) аэрационных каналов корпуса электролиза, неплотности в элементах конструкции оборудования, механизмов и моторизованной техники, а технологическим сырьем засыпается часть ошиновки и отметки ±0 (подвальное помещение с опорными тумбами и колоннами, на которые устанавливаются электролизеры).

В процессе сбора смета мелкодисперсные частицы ценного глинозема оказываются смешанными с различными материалами (кусками асфальта и бетона, песком, застывшими выплесками металла и т.п.), что делает невозможным его возврат в технологический процесс. Интерес к переработке глиноземсодержащих сметов состоит в том, что в них содержится значительное количество ценных компонентов (Na₃AlF₆, Al₂O₃, AlF₃), извлечение которых и повторное использование в получении алюминия могут способствовать снижению себестоимости единицы продукции. Однако в состав смета помимо ценных компонентов входят железо- и кремнийсодержащие соединения, которые при их попадании в электролит оказывают негативное влияние на процесс электролиза.

Влияние кремния на показатели качества алюминиевого сплава можно рассматривать с двух сторон. Так, с увеличением содержания кремния коэффициент термического расширения сплава, как и его плотность, уменьшается. Установлено [18], что регламентированное содержание кремния повышает износостойкость алюминиевого сплава, что часто делает отливки из алюминиево-кремниевых сплавов привлекательной заменой изделиям из других (не алюминиевых) сплавов. С другой стороны, показано [19], что с увеличением содержания кремния время затвердевания возрастает и снижается температура жидкости, что влияет на экономические показатели работы предприятия.

Железо и его оксиды, в принципе, являются главной и наиболее опасной примесью в большинстве промышленных литейных и деформированных алюминиевых сплавов. Подробный обзор о влиянии железа на свойства алюминиевых сплавов и показатели процесса электролиза представлен в работе [20].

Можно сделать вывод, что контроль качества используемого глиноземсодержащего смета, а именно регулирование загрязняющих примесей (Si, Fe), позволит не только повысить экономические показатели производства за счет вовлечения в технологический процесс значительного его количества, но и снизить негативное воздействие на объекты окружающей среды.

Объект исследования

Объектом исследования являлся глиноземсодержащий смет с электролизеров предприятия ПАО «РУСАЛ Братск» (рис. 1). На основании предварительных исследований установлены его гранулометрический и минералогический составы, а также физико-механические и оптические свойства.



Рис. 1. Общий вид глиноземсодержащего смета **Fig. 1.** General view of the alumina-containing sweepings

Определено, что образец глиноземсодержащего смета состоит из криолита (Na₃AlF₆), хиолита (Al₃F₁₄Na₅), корунда (Al₂O₃), сидерита (FeCO₃), пирита (FeS₂), кварца (SiO₂), полевого шпата ((Ca, Na)(Al, Si) AlSi₂O₈), углеродистого вещества и техногенной фазы состава (NaF)·1,5CaF₂·AlF₃. Отличаются пробы только по соотношению минералов. Достоверно выявить количественное соотношение минералов в каждой пробе не представлялось возможным из-за неоднородности материала и наличия во всех фракциях в разном количестве рентгеноаморфной фазы.

Данные, полученные при исследовании химического состава монофракций, позволяют сделать вывод, что исключение темной (серовато-черной) массы, в которой содержание примесей максимально, позволит в значительной степени решить поставленную задачу исследования.

С целью предотвращения образования жидкообразных отходов и повышения экономических показателей переработки материала было принято решение об использовании исключительно сухих методов разделения продуктов. Анализ полученных предварительных результатов проведенных исследований показал, что для возврата максимального количества глиноземсодержащего смета в технологический процесс необходимо применение операций додрабливания продукта, а также сухих гравитационных или специальных методов для удаления примесей.

Цель данной работы — определение возможности возврата в технологию криолит-глиноземного материала, а именно глиноземсодержащих сметов, образующихся при эксплуатации электролизеров алюминиевого производства.

В процессе работы проведены эксперименты по центробежно-ударному дроблению и измельчению, воздушной классификации материала различных фракций в каскадно-гравитационном и центробежном классификаторах. Выполнен анализ полученных продуктов переработки.

Проведены эксперименты по классификации дробленого в центробежно-ударной дробилке и измельченного смета от производства алюминия для оценки возможности снижения содержаний железа и кремния.

Основные задачи исследования:

 определение гранулометрического состава исходного материала;

дробление материала до крупности менее 5 мм;

 воздушная классификация материала в каскадно-гравитационном классификаторе (КГ);

 – анализ гранулометрического и химического составов продуктов КГ;

 воздушная классификация мелкого продукта классификации КГ в центробежном классификаторе (КЦ);

— определение гранулометрического и химического составов продуктов КЦ.

Характеристика исходного материала

Материалом для проведения исследований служила проба смета общей массой 250 кг. Крупность исходного материала составляла 0—70 мм. Смет представлял собой мелкодисперсный порошок серого цвета (основную часть материала, 39,4 %, составлял класс —0,16 мм) с включениями кусков металлического алюминия и шлака крупностью до 70 мм. Влажность исходного материала составляла 1,6 %, насыпная плотность — 1,38 т/м³. Подробные данные по гранулометрическому составу приведены в табл. 1 и 2, химический состав в табл. 3, результаты аналитических исследований — в табл. 4.

Таблица 1. Гранулометрический состав исходного материала крупностью 0-70 мм

Table 1. Granulometric composition of the 0-70 mm initial material

Таблица 2. Гранулометрический состав исходного материала фракции 0–5 мм Table 2. Granulometric composition

of the 0-5 mm fraction initial material

Сито с ячейкой,	Остатки	на ситах %		Сито с ячейкой,	на ситах %		
ММ	Частные	Полные		ММ	Частные	Полные	
40,0	17,0	17,0		2,5	9,0	9,0	
20,0	9,1	26,0	1.25		8.8	17.8	
15,0	4,4	30,5		1,25	0,0	17,0	
12,5	2,8	33,3		0,63	6,2	24,0	
10,0	3,2	36,5		0,315	3,1	27,1	
7,5	2,9	39,4		0.16	2.2	20.4	
5,0	4,0	43,4		0,16	3,3	30,4	
Дно	56,3	100		Дно	69,6	100	

Таблица 3. Химический состав исходного алюминиевого смета по классам крупности

Table 3. Chemical composition of initial aluminum sweepings by size classes

Класс	Выход			Содержание, мас.%							
крупности, мм	металлического алюминия +0,071 мм, %	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	MgO	SiO ₂	S	CaO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	TiO ₂	пмпп
+20	6,3	40,7	35,1	3,72	3,34	0,12	9,90	0,89	0,49	0,09	5,45
10-20	7,8	42,6	35,6	2,10	4,54	0,10	9,49	0,28	0,59	0,03	4,46
5-10	8,2	38,9	31,8	1,93	7,79	0,36	9,27	1,23	0,58	0,12	7,43
2,5-5,0	11,1	39,1	31,0	1,58	7,87	0,38	9,11	1,81	0,54	0,14	7,87
1,25-2,5	9,0	40,4	31,5	1,49	6,23	0,38	8,87	1,85	0,53	0,11	8,10
0,63-1,25	8,0	41,8	32,3	1,50	4,80	0,35	8,86	2,03	0,52	0,09	7,23
0,315-0,63	8,0	40,3	28,2	1,74	6,91	0,50	8,14	3,12	0,53	0,11	9,56
0,16-0,315	0,0	62,9	10,6	1,93	7,00	0,52	3,18	2,23	0,27	0,09	10,4
0-0,16	0,0	86,4	3,1	2,42	0,53	0,25	0,48	0,25	0,06	0,01	6,02
Примечан	Примечание. ПМПП – потеря массы после прокаливания.										

Таблица 4. Результаты аналитических исследований пробы смета

Table 4. Results of sweeping sample analytical studies

Класс крупности,			Содержа	ние элементо	в, мас.%				
MM	Al	Ca	Fe	Mg	K	Na	Si		
+5	15,9	4,13	0,159	0,238	0,352	23,3	0,88		
-5 + 2,5	16,7	4,3	0,104	0,241	0,356	24,2	0,481		
-2,5+1,25	15,8	4,03	0,401	0,28	0,4	23,4	0,1,41		
-1,25+0,63	18,5	3,86	0,474	0,277	0,36	22,5	1,31		
-0,63 + 0,315	16,4	3,95	0,75	0,338	0,373	22,0	1,96		
-0,315 + 0,16	45,3	0,88	0,207	0,095	0,133	2,63	0,52		
-0,16	48,6	0,69	0,133	0,099	0,121	1,62	0,323		
Примечание. Элементы Mn, P, Ti, Cd, Cr, Cu, Pb, Zn имеют следовые концентрации.									

Методика проведения эксперимента

В работе использовались щековая дробилка (ЩД), центробежно-ударная дробилка ДЦ-0,36 (с металлической отбойной плитой), грохот инер-

ционный (ГИЛ), каскадно-гравитационный классификатор (КГ), комплекс измельчительный КИ-0,36 с центробежным классификатором. Схема проведения эксперимента представлена на рис. 2.



Рис. 2. Схема проведения эксперимента

Номера проб 2, 7–9 в дальнейшем не рассматривались ввиду отсутствия выходного продукта, при этом нумерация остальных проб осталась без изменений

Fig. 2. Experiment setup

Sample numbers 2, 7-9 were not considered further due to the absence of an output product, but the numbering of the rest samples remained unchanged

Исходный материал был рассеян на грохоте с размером ячейки сетки 10 мм. Надрешетный продукт грохочения фракции 10—70 мм дробился в щековой дробилке, работающей в цикле с грохотом с размером ячейки сетки 20 мм. После дробления на сетке грохота остались недробимые куски металлического алюминия.

В каскадно-гравитационных классификаторах КГ применен способ разделения сыпучих материалов в воздушном потоке по размеру или плотности. В процессе работы классифицирующих комплексов КГ возможно получение двух («крупный» и «мелкий» + «пыль») или трех («крупный», «мелкий» и «пыль») готовых продуктов.

Подрешетный продукт грохочения фракции 0—10 мм был расклассифицирован в каскадно-гравитационном классификаторе по границе 0,16 мм. «Крупный» продукт классификации объединялся с материалом фракции 0—20 мм, полученной после щековой дробилки. «Мелкий» продукт классификации повторно классифицировался в центробежном классификаторе (операция 9 на схеме). При классификации в комплексе КИ получены также «крупный» и «мелкий» продукты.

Объединенный материал фракции 0-20 мм дробился на центробежно-ударной дробилке в цикле с грохотом с размером ячейки 5 мм. Полученная фракция 0-5 мм была разделена на две идентичные части: одна была расклассифицирована в КГ с получением «крупного», «мелкого» и «пылевого» продуктов классификации, а другая — измельчена и расклассифицирована в комплексе КИ-0,36 с выходом «крупного» и «мелкого» продуктов классификации. Крупные частицы металлического алюминия выпали в камере измельчения и образовали отдельный продукт. Выходы продуктов и маркировка полученных проб приведены на схеме (см. рис. 2).

Исходный продукт поступает в загрузочный бункер классификатора и подается в шахту I, где в восходящем воздушном потоке происходит его первичная классификация — отделение крупных частиц, которые осаждаются и выгружаются через затвор в нижней части шахты. Более мелкие фракции потоком воздуха выносятся в шахту II, где осуществляются два этапа классификации. При этом средний продукт разгружается через затвор шахты II, а мелкий продукт вместе с воздухом выносится через верхний патрубок классификатора в систему осаждения и аспирации.

Режим работы классификатора КГ регулирует-

ся расходом воздуха, подаваемым транспортным вентилятором в шахты I и II, а также расходом вторичного воздуха.

При классификации смета фракции 0—10 мм в каскадно-гравитационном классификаторе КГ (операция 3 на схеме) был подобран такой режим его работы, при котором разделение данного материала осуществляется по границе 0,16 мм. Выделение «мелкого класса» в отдельный поток позволяет повысить эффективность обогащения оставшейся крупнокусковой части смета. Разделение исходного смета по границе 0,16 мм целесообразно проводить путем воздушной классификации, так как эффективность разделения в классификаторе КГ по данной границе будет выше, чем при грохочении.

Результаты химического анализа проб 10 и 11 показали, что при классификации в КГ меньшее количество примесей (в пересчете на SiO₂ и Fe₂O₃) содержится в «мелком» продукте классификации, поэтому при классификации в КГ дробленого материала фракции 0-5 мм (проба 3) режим работы классификатора не менялся.

Основным параметром работы центробежноударной дробилки ДЦ является скорость вращения ускорителя, от которой зависят скорость выброса материала в камеру дробления и, следовательно, его кинетическая энергия. Скорость вращения ускорителя дробилки, в зависимости от поставленной задачи, подбирается таким образом, чтобы обеспечить максимальный выход требуемого класса крупности при однократном прохождении материала через дробилку.

Дробление смета в дробилке ДЦ проводилось при скорости вращения ускорителя 70 м/с. При дроблении смета до фракции 0—5 мм циклическая нагрузка на дробилку составила 1,1.

Измельчительный комплекс КИ с центробежным классификатором предназначен для классификации измельченных тонкодисперсных порошков и материалов по крупности или плотности (при одноразмерности частиц). Процесс классификации обеспечивается исключительно воздушными потоками и ускорением частиц, основанным на принципе воздушно-динамической классификации: разделении частиц согласно их способности к снижению заданной скорости в результате взаимодействия с аэродинамическим потоком.

Исходный продукт через загрузочную воронку подается на разделительный конус и распределяется по каналам ускорителя. Получив необходимую окружную скорость, материал поступает в камеру измельчения, где измельчается за счет удара о футеровочные поверхности и взаимосоударения частиц.

В камере дробления воздушным потоком производится первичная классификация материала — отделение недоизмельченных частиц для возврата в мельницу. Измельченный продукт выносится потоком воздуха во встроенный воздушной классификатор мельницы, где осуществляется процесс тонкого разделения полученного материала: выделенные недоизмельченные частицы возвращаются на доизмельчение в камеру дробления.

Крупность измельчения материала регулируется скоростью вращения ускорителя мельницы и изменением расхода основного и вторичного воздуха.

В улитке классификатора с помощью вращения разгонного ротора и двух входящих потоков воздуха создается двухфазный воздушный поток. Исходный материал поступает в классификатор с основным воздушным потоком через входной патрубок в виде пылевоздушной смеси.

В образованном ротором динамическом потоке крупные частицы под действием центробежной силы выводятся на периферию. Достигнув внутренней поверхности улитки, частицы тормозятся и опускаются под действием силы тяжести в кольцевую полость цилиндрической части корпуса, а затем в сборник КЦ, откуда выгружаются с помощью шлюзового питателя.

Частицы размером меньше граничной крупности увлекаются потоком воздуха вовнутрь ротора. Вторичный воздушный поток, поступающий в классификатор через патрубок, препятствует попаданию мелких частиц материала на стенки улитки и также способствует их выносу вовнутрь ротора.

Мелкие частицы выносятся из классификатора через выходной патрубок в верхней части ротора и направляются на циклонирование для осаждения и разгрузки.

Граничная крупность разделения продуктов регулируется с помощью частоты вращения разгонного ротора и изменения величин основного и вторичного воздушных потоков.

На основании перераспределения примесей кремния и железа в «крупный» продукт классификации (операция 3 на схеме), при классификации материала пробы 1 был выбран режим, позволяющий выделить из материала тонкодисперсные частицы крупностью менее 40 мкм. Классификация материала пробы 1 (операция 9 на схеме) проводилась при частоте вращения разгонного ротора 2000 об/мин, максимальном расходе основного воздуха и 50 %-ном расходе вторичного воздушного потока. При классификации удалось снизить долю SiO₂ в «пылевом» продукте классификации до 0,9 мас.%. Массовая доля Fe₂O₃ при этом осталась на том же уровне.

Измельчение и классификация дробленого смета фракции 0—5 мм (проба 3, операция 8 на схеме) осуществлялись при скорости вращения ускорителя мельницы 70 м/с и частоте вращения разгонного ротора классификатора 2000 об/мин при максимальном расходе основного воздуха и 50 %-ном расходе вторичного воздушного потока.

Результаты эксперимента

При дроблении материала часть металлического алюминия выделилась в виде недробимых кусков фракций +20 мм и +5 мм. Суммарный выход данного продукта составил 1,8 %.

Оставшаяся часть металлического алюминия при классификации материала фракции 0—5 мм в каскадно-гравитационном классификаторе (КГ) перешла в «крупный» продукт (операция 7).

При измельчении и классификации материала фракции 0—5 мм в комплексе КИ пластичные частицы металлического алюминия не разрушались и выделялись в нижней части камеры комплекса КИ в отдельный продукт (операция 8). Фракция металлического алюминия выделялась вручную. Таким образом, при измельчении и классификации данного материала в промышленном комплексе КИ могут быть получены три отдельных продукта.

Гранулометрические составы продуктов переработки, определенные с помощью ситового анализа, представлены в табл. 5.

Пробы полученных продуктов переработки были измельчены в виброистирателе до крупности <0,071 мм для установления химического состава рентгенофлуоресцентным методом. В процессе подготовки проб из них были удалены частицы металлического алюминия, не прошедшие через сито с размером ячейки 0,071 мм. Количество удаленных частиц алюминия при подготовке проб и результаты химического анализа приведены в табл. 6, баланс продуктов переработки — в табл. 7.

Таблица 5. Гранулометрические составы продуктов переработки

Table 5. Granulometric compositions of processing products

				Остатки на ситах с ячейкой, мм, %				
Номер пробы	Описание пробы	Остатки на ситах	2,5	1, 25	0,63	0,315	0,16	Дно
1	Пылевой продукт классификации в КГ	Частные	0,0	0,0	0,0	0,1	1,9	97,9
		Полные	0,0	0,0	0,0	0,1	2,1	100,0
3	Фракция 0-5 мм	Частные	5,7	9,4	17,3	17,7	14,9	35,0
	после ДЦ	Полные	5,7	15,1	32,4	50,1	65,0	100,0
4	Крупный продукт классификации в КГ	Частные	14,5	25,2	34,1	25,5	0,6	0,2
		Полные	14,5	39,7	73,7	99,3	99,8	100,0
5	Мелкий продукт	Частные	0,1	0,0	4,0	43,2	50,2	2,5
	классификации в КГ	Полные	0,1	0,1	4,1	47,3	97,5	100,0
6	Пылевой продукт	Частные	0,0	0,0	0,0	0,3	12,7	87,0
	классификации в КГ	Полные	0,0	0,0	0,0	0,3	13,0	100,0

Таблица 6. Результаты химического анализа продуктов переработки

Table 6. Results of processing products chemical analysis

Harran	Выход				(Содержа	ние, мас.	%						
пробы	металлического- алюминия +0,071 мм, %	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	MgO	SiO ₂	S	CaO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	TiO ₂	ПМПП			
1	0,0	82,8	3,29	2,64	2,48	0,30	0,58	0,30	0,07	0,02	7,00			
3	2,4	42,5	32,3	1,80	5,45	0,22	8,86	1,16	0,52	0,07	6,34			
4	7,0	39,5	34,5	1,69	6,88	0,19	9,0	1,4	0,60	0,10	5,63			
5	1,3	40,2	33,2	1,65	5,93	0,28	9,16	1,29	0,55	0,08	7,16			
6	0,0	46,5	32,4	1,85	3,25	0,20	8,69	0,89	0,46	0,03	5,46			
10	0,0	42,6	30,7	1,69	3,06	0,24	8,97	0,3	0,50	0,12	6,31			
11	0,0	85,6	3,17	2,45	0,92	0,29	0,67	0,24	0,06	0,02	6,11			
12	0,0	41,6	27,02	1,50	8,7	0,28	8,35	1,18	0,49	0,10	9,60			
13	0,0	80,7	4,16	1,76	3,1	0,34	1,73	0,7	0,10	0,07	7,07			
Приме	Примечание. ПМПП – потеря массы после прокаливания.													

Заключение

Проведена воздушная классификация смета производства алюминия фракций 0—10 мм и 0— 5 мм в каскадно-гравитационном и центробежном классификаторах. Анализ полученных результатов показал, что оксиды кремния и железа неравномерно распределены по классам крупности в исходном алюминиевом смете. Так, меньшее содержание примесей (в пересчете на SiO₂ – 2,48 % и Fe₂O₃ – 0,3 %) присутствует в материале крупностью <0,16 мм (пылевой

Harran maafar	Пестит	Deriver an entry of	Доля,	мас.%	Извлечение, %				
помер прооы	продукт	выход продукта, %	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Fe ₂ O ₃			
		Измельчение и кла	ссификаци	ия (КИ)					
1	Фракция 0–10 мм	100,0	2,48	0,3	100,0	100,0			
	Итого:	100,0	2,48	0,3	100,0	100,0			
10	Крупный	86,0	3,06	0,3	95,3	90,2			
11	Пылевой	14,0	0,92	0,24	4,7	9,8			
	Итого:	100,0	2,7	0,3	100,0	100,0			
		Классифик	ация (КГ)						
3	Фракция 0-5 мм	100,0	5,45	1,16	100,0	100,0			
	Итого:	100,0	5,45	1,16	100,0	100,0			
4	Крупный	47,9	6,88	1,4	61,5	56,4			
5	Мелкий	13,7	5,93	1,29	15,2	14,9			
6	Пылевой	38,4	3,25	0,89	23,3	28,7			
	Итого:	100,0	5,5	1,2	100,0	100,0			
		Измельчение и кла	ссификаци	ня (КИ)					
3	Фракция 0-5 мм	100,0	5,45	1,16	100,0	100,0			
	Итого:	100,0	5,45	1,16	100,0	100,0			
12	Крупный	79,9	8,7	1,18	95,4	87,0			
13	Мелкий	20,1	3,1	0,7	4,6	13,0			
	Итого:	100,0	5,7	1,1	100,0	100,0			
Примечание. Итоговой расчет массовой доли рассчитывался по формуле $\omega = (\gamma_1 \beta_1 + \gamma_2 \beta_2)/100$, где γ – выход продукта, β – содержание ценного компонента.									

Таблица 7. Распределение SiO₂ и Fe₂O₃ по продуктам переработки

Table 7. Distribution of SiO_2 and Fe_2O_3 by processing products

продукт, проба *1*), выделенном при классификации в КГ фракции 0—10 мм из исходного смета. Выход данного продукта составил 48,4 %.

При последующей классификации пылевого продукта в центробежно-ударном классификаторе был получен мелкий продукт классификации с массовой долей SiO₂ — 0,92 % и Fe₂O₃ — 0,24 %. Выход данного материала составил только 6,8 %.

При классификации объединенного материала пробы 3, содержащей в пересчете на оксиды 5,45 % SiO₂ и 1,16 % Fe₂O₃, в каскадно-гравитационном классификаторе не удалось существенно снизить содержание примесей. Самый бедный по содержанию кремния и железа пылевой продукт классификации включал 3,25 % SiO₂ и 0,89 % Fe₂O₃. При измельчении и классификации материала пробы 3 в комплексе КИ выделено 9,4 % материала в мелкий продукт, который содержит 1,3 % SiO₂ и 0,7 % Fe₂O₃.

На основании выполненных исследований рекомендуется применять в схеме обогащения смета алюминиевого производства воздушную классификацию в КГ смета фракции 0—10 мм.

Фракцию –0,16 мм рекомендуется вводить в технологический процесс получения алюминия путем разубоживания первичным глиноземом до регламентируемых значений.

По результатам предварительных исследований установлены контрастные характеристики глиноземсодержащего смета, что позволяет направлять крупную фракцию, полученную в процессе гравитационного обогащения, на последующую переработку, а именно фотометрическую сепарацию.

Таким образом, можно утверждать, что применение сухой воздушной классификации не позволяет в полной мере достичь поставленной цели, а может являться одной из стадий переработки глиноземсодержащего смета.

Работа выполнена при поддержке гранта Президента Российской Федерации № МК-1739.2020.5.

Acknowledgments: The research was supported by Grant $N \ge MK1739.2020.5$ of the President of the Russian Federation.

Литература/References

- Barcelos D.A., Pontes F.V.M., Da Silva F.A.N.G., Castro D.C., Dos Anjos N.O.A., Castilhos Z.C. Gold mining tailing: Environmental availability of metals and human health risk assessment. J. Hazard. Mater. 2020. Vol. 397. Art. 122721. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.122721.
- Ling Q., Dong F., Yang G., Han Y., Nie X., Zhang W., Zong M. Spatial distribution and environmental risk assessment of heavy metals identified in soil of a decommissioned uranium mining area. *Hum. Ecolog. Risk Assess.* 2020. Vol. 26. No. 5. P. 1149–1163. https://doi.org/10.1080/10807039. 2019.1630601.
- Huan S., Wang Y., Peng J., Di Y., Li B., Zhang L. Recovery of aluminum from waste aluminum alloy by low-temperature molten salt electrolysis. *Miner. Eng.* 2020. Vol. 154. Art. 154.106386. https://doi.org/10.1016/j.mineng.2020.106386.
- Samara F., Attia N., Khamis M., Ali M.H., Alam I. Is acid treatment of secondary aluminum waste products prior to storage and disposal a viable option? *Environ. Nanotechnol. Monitor. Manag.* 2020. Vol. 14. Art. 100322 https:// doi.org/10.1016/j.enmm.2020.100322.
- Alzubaidi R. Recycling of aluminum byproduct waste in concrete production. Jordan J. Civ. Eng. Irbid: Jordan Univ Sci. Technol., 2017. Vol. 11. No. 1. P. 15–29.
- Bazhirov N.S., Dauletiyarov M.S., Bazhirov T.S., Serikbayev B.E., Bazhirova K.N. Research of waste of aluminum production as the raw components in technology of composite cementing materials. News Nat. Acad. Sci. Rep. Kazakh. Ser. Geol. Techn. Sci. 2018. Vol. 1. No. 427. P. 93–98.
- 7. Mandal A.K., Verma H.R., Sinha O.P. Utilization of alu-

minum plant's waste for production of insulation bricks. *J. Clean. Product.* 2017. Vol. 162. P. 949–957. https://doi. org/10.1016/j.jclepro.2017.06.080.

- Xu S., Yang X.-H., Tang S.-S., Liu J. Liquid metal activated hydrogen production from waste aluminum for power supply and its life cycle assessment. Int. J. Hydrogen Energy. 2019. Vol. 44. No. 33. P. 17505–17514. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.05.176.
- Guo Y., Yu Y., Ren H., Xu L. Scenario-based DEA assessment of energy-saving technological combinations in aluminum industry. J. Clean. Product. 2020. Vol. 260. Art. 260.121010. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.121010.
- Burdonov A.E., Zelinskaya E.V. Complex technology development for processing secondary raw materials of aluminum production for use in the electrolysis process. In: Proc. 29-th Intern. Mineral Processing Congress IMPC-2018 (Moscow, Russia, 17–21 Sept. 2018). Canada: Canad. Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum, 2019. P. 3028–3035.
- Lu T.-T., Li R.-B., Zhao H.-L., Xie M.-Z., Liu F.-Q. Numerical simulation of electro-thermal coupling process for spent cathode carbon block from aluminum electrolysis cell. Gongcheng Kexue Xuebao (Chin. J. Eng.). 2020. Vol. 42. No. 6. P. 731–738. https://doi.org/10.13374/j. issn2095-9389.2019.06.10.002.
- Ржечицкий Э.П., Кондратьев В.В., Карлина А.И., Шахрай С.Г. Получение фтористого алюминия из отходов алюминиевого производства. Цвет. металлы. 2016. No. 4 (880). С. 23—26. https://doi.org/10.17580/tsm.2016.04.04.

Rzhechitskiy E.P., Kondratev V.V., Karlina A.I., Shakhray S.G. Aluminium fluoride obtaining from aluminium production wastes. *Tsvetnye Metally*. 2016. No. 4. P. 23–26 (In Russ.).

- Castelli A.F., Elsido C., Scaccabarozzi R., Nord L.O., Martelli E. Optimization of organic rankine cycles for waste heat recovery from aluminum production plants. Front. Energy Res. 2019. Vol. 7. June. Art. 44. https://doi.org/10.3389/ fenrg.2019.00044.
- Tang Y., Li Y., Shi Y., Wang Q., Yuan X., Zuo J. Environmental and economic impacts assessment of prebaked anode production process: A case study in Shandong Province, China. J. Clean. Product. 2018. Vol. 196. P. 1657–1668. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.06.121.
- 15. *Gao S., Xue J., Lang G., Liu R., Bao C., Wang Z., Zhang F.* Experimental study on preparation of prebake anodes with high sulfur petroleum coke desulfurized at high

temperatures. *Miner. Met. Mater. Ser.* 2019. P. 1301–1309. https://doi.org/10.1007/978-3-030-05864-7 160.

16. Бурдонов А.Е., Зелинская Е.В., Гавриленко Л.В., Гавриленко А.А. Изучение вещественного состава глиноземсодержащего материала алюминиевых электролизеров для использования в технологии первичного алюминия. Цвет. металлы. 2018. No. 3. C. 32—38. https://doi.org/10.17580/tsm.2018.03.05.

Burdonov A.E., Zelinskaya E.V., Gavrilenko L.V., Gavrilenko A.A. Investigation of substantial composition of alumina-bearing material of aluminium electrolysers for usage in primary aluminium technology. *Tsvetnye Metally.* 2018. No. 3. P. 32–38 (In Russ.).

 Васюнина Н.В., Дубова И.В., Белоусов С.В., Шарыпов Н.А. Рециклинг сметок электролизного производства алюминия. Обогащение руд. 2019. No. 2. C. 39— 44. https://doi.org/10.17580/or.2019.02.07. *Vasyunina N.V., Dubova I.V., Belousov S.V., Sharypov N.A.* Recycling of electrolytic aluminum production sweepings. *Obogashchenie Rud.* 2019. No. 2. P. 39–44 (In Russ.).

- Dou Y.-H., Liu Y., Liu Y.-B., Xia Q.-B. Effect of Si content on friction-wear properties of high-silicon aluminum alloys fabricated by mechanical alloying and hot pressing. Fenmo Yejin Cailiao Kexue yu Gongcheng (Mater. Sci. Eng. Powder Metall.). 2013. Vol. 18. No. 5. P. 669–674.
- Mehdi H. Effect of silicon content on the mechanical properties of aluminum alloy. Int. Res. J. Eng. Technol. 2015. Vol. 2. P. 1326–1330.
- Zhang L., Gao J., Damoah L.N.W. Removal of iron from aluminum: A review. *Miner. Process. Extract. Metall. Rev.* 2012. Vol. 33. No. 2. P. 99–157. https://doi.org/10.1080/0 8827508.2010.542211.



ISSN 1997-308X (Print) ISSN 2412-8767 (Online)

Известия вузов ПОРОШКОВАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ПОКРЫТИЯ

Научно-технический журнал

Порошковая

Порошковая

металлургия

Порошковая металлургия

металлург

и функцио покрытия

2017

В журнале публикуются научные и технологические статьи работников вызов, РАН, отраслевых институтов, производственных объединений и компаний России, стран СНГ, а также зарубежных авторов, содержащие новые оригинальные результаты, обзорные статьи проблемного характера по следующим разделам:

- Процессы получения и свойства порошков
- Теория и процессы формования и спекания порошковых материалов •
- Самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС)
- Тугоплавкие, керамические и композиционные материалы
- Пористые материалы и биоматериалы
- Материалы и покрытия, получаемые методами аддитивных технологий
- Модифицирование поверхности, в том числе пучками заряженных частиц, потоками фотонов и плазмы
- Наноструктурированные материалы и функциональные покрытия
- Применение порошковых материалов и функциональных покрытий

Учредителями журнала являются НИТУ «МИСиС» и ООО «Калвис». Издание ориентировано на широкий круг читателей — металлургов, материаловедов, физиков, химиков. В редакционную коллегию входят ведущие отечественные и зарубежные ученые в области порошковой металлургии, инженерии поверхности, наноматериалов и нанотехнологий. Регулярное ознакомление с публикуемыми в журнале материалами позволит Вам быть в курсе новых разработок по этим важнейшим научно-техническим направлениям, полнее использовать на практике достижения и опыт своих коллег.

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, индексируется в РИНЦ, включен в базу данных Russian Science Citation Index (RSCI) на платформе Web of Science и Ulrich's Periodicals Directory.

Адрес: 119991, Москва, Ленинский пр-т, 4, НИТУ «МИСиС», редакция журнала «Известия вузов. ПМиФП»

Тел./факс: (495) 638-45-35, e-mail: izv.vuz@misis.ru http://www.powder.misis.ru/jour

Администрация изд-ва "Калвис" Тел.: (495) 913-80-94 e-mail: info@kalvis.ru

Журнал выходит 1 раз в 3 месяца и распространяется на всей территории России, в странах СНГ, Балтии и за рубежом.

Подписка на журнал в печатной и электронной формах осуществляется через:

- агентство «Урал-Пресс» www.ural-press.ru
- редакцию по заявке на адреса podpiska@kalvis.ru, info@kalvis.ru



Научно-технический журнал

Основан в 1958 г.

Журнал публикует статьи работников вузов, НИИ, РАН и промышленности России, стран СНГ, а также зарубежных авторов, содержащие новые результаты научно-исследовательских работ, обзорные статьи проблемного характера по следующим разделам металлургии:

• Обогащение руд цветных металлов

- Металлургия цветных металлов
- Металлургия редких и благородных металлов
- Литейное производство
- Обработка металлов давлением
- Металловедение и термическая обработка
- Коррозия и защита металлов
- Энерго- и ресурсосбережение

Учредителями журнала являются НИТУ «МИСИС» и ООО «Калвис» В редакционную коллегию входят известные отечественные и зарубежные ученые. Регулярное ознакомление с публикуемыми в журнале материалами позволит Вам быть в курсе новинок металлургии, полнее использовать на практике достижения и опыт своих коллег

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), включенном в глобальные индексы научного цитирования и базы данных Web of Science (Science Citation Index Expanded (SciSearch)). Journal Citation Reports/Science Edition, Scopus и др. Издается американским издательством «Allerton Press, Inc.» – ISSN 1067-8212 (Print), 1934-970X (Online)

Адрес: 119991, Москва, Ленинский пр-т, 4, НИТУ «МИСиС», редакция журнала «Известия вузов. Цветная металлургия»

Тел./факс: (495) 638-45-35, e-mail: izv.vuz@misis.ru http://www.cvmet.misis.ru/jour

Администрация изд-ва "Калвис" Тел.: (495) 913-80-94 e-mail: info@kalvis.ru



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



В журнале мы публикуем цветную рекламу технологических процессов, оборудования, продукции различных направлений науки, техники и бизнеса. По вопросам размещения рекламы обращаться в редакцию

ИЗВЕСТИЯ ВУЗОВ BETHAI

Журнал выходит 1 раз в 2 месяца и распространяется на всей территории России, в странах СНГ, Балтии и за рубежом.

> Подписка на журнал в печатной и электронной формах осуществляется через: • агентство «Урал-Пресс» www.ural-press.ru редакцию по заявке на адреса

podpiska@kalvis.ru, info@kalvis.ru