

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«СИБИРСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

На правах рукописи



ПАРТЫКО Евгений Геннадьевич

ИССЛЕДОВАНИЕ И СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ
ПРОЦЕССА ДЕГАЗАЦИИ ПРИ ЗАГОТОВИТЕЛЬНОМ
ЛИТЬЕ АЛЮМИНИЯ И ЕГО СПЛАВОВ

Специальность: 2.6.3 – Литейное производство
(технические науки)

ДИССЕРТАЦИЯ на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
канд. техн. наук, доцент.
Баранов Владимир Николаевич

Красноярск – 2022

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВЕДЕНИЕ.....	5
ГЛАВА 1 СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ВОПРОСА В ОБЛАСТИ ПРОЦЕССА РАФИНИРОВАНИЯ АЛЮМИНИЕВОГО РАСПЛАВА ОТ ВОДОРОДА.....	10
1.1 Развитие заготовительного литья слитков из алюминиевых сплавов	10
1.2 Анализ формирования качества слитков из алюминиевых сплавов	19
1.3 Современные методы и оборудование для рафинирования и дегазации алюминиевого расплава.....	39
1.4 Выводы по главе и постановка цели и задач исследования	53
ГЛАВА 2 МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВОДОРОДА В АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВАХ.....	56
2.1 Пробоотбор жидкого металла для анализа на содержание водорода.....	56
2.2 Аппаратурно-технологическая схема от алюминиевого электролизера до литейной машины.....	64
2.4 Методика определения влияние легирующих, модифицирующих и флюсовых добавок на насыщение алюминия водородом.....	72
2.5 Методика исследования влияния концентрации и формы водород содержащих включений на механические свойства и коррозионные процессы.....	73
2.5 Выводы по главе 2.....	78
ГЛАВА 3 АНАЛИЗ ДИНАМИКИ НАСЫЩЕНИЯ РАСПЛАВА АЛЮМИНИЯ ВОДОРОДОМ ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ СЛИТКОВ МЕТОДОМ ПОЛУНЕПРЕРЫВНОГО ЛИТЬЯ	79
3.1 Обследование аппаратурно-технологической схемы от алюминиевого электролизера до литейной машины.....	79
3.2 Исследование влияния содержания и формы водородных включений на структуру и свойства алюминия и его сплавов.....	101

3.3 Изучение влияния формы и содержания водородсодержащих включений на скорость и характер коррозионных процессов алюминия и его сплавов.....	113
3.4 Выводы по главе 3.....	120
ГЛАВА 4 НОВЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ РЕШЕНИЯ В ОБЛАСТИ ПРОИЗВОДСТВА СЛИТКОВ ИЗ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ С ПОНИЖЕННЫМ СОДЕРЖАНИЕМ ВОДОРОДА	122
4.1 Разработка технологии и оборудования для закрытого перелива расплава из электролизера в вакуум-транспортный ковш с использованием сифона.....	122
4.2 Разработка технологии и оборудования для рафинирования алюминия в вакуум-транспортных ковшах перед заливкой в миксер	128
4.3 Разработка технологии и оборудования для закрытого перелива расплава из вакуум-транспортного ковша в миксер с использованием сифона	130
4.4 Совершенствование технологии производства литейных сплавов в виде малогабаритной чушки на линии «Brochot»	137
4.5 Выводы по главе 4.....	140
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	142
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	144
ПРИЛОЖЕНИЕ А	157
ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....	162
ПРИЛОЖЕНИЕ В	164

СПИСОК УСЛОВНЫХ ОБАЗНАЧЕНИЙ И СОКРАЩЕНИЙ

СФУ - ФГАОУ ВО «Сибирский федеральный университет»

МПЛ - метод полунепрерывного литья;

ВТК - вакуум-транспортный ковш

КС - кристаллизатор скольжения

ЭМП - электромагнитное перемешивание

АТС - аппаратурно-технологическая схема

DI - индекс плотности

ПКФ - пенокерамический фильтр

МТФ - трубчатый металлофильтр

SNIF - установка внепечного рафинирования

МЧ – малогабаритная чушка

ВЕДЕНИЕ

Актуальность работы. Одним из крупнейших мировых производителей алюминия, является Российская компания ОК РУСАЛ, целью которой является увеличение продаж продукции с добавленной стоимостью (ПДС) и в среднесрочной перспективе планирует увеличение данной продукции до 60% и выше от общего объема выпуска. Одним из перспективных проектов РУСАЛ является заготовительное литье плоских слитков для прокатки и цилиндрических слитков для прессования из алюминиевых сплавов, изделия из которых находят широкое применение во многих областях машиностроения. Предъявляемые повышенные требования к качеству слитков, их технологическим и эксплуатационным свойствам в значительной мере зависят от содержания в структуре неметаллических включений (оксида алюминия) и водорода. Существующие технологии литейного производства не обеспечивают стабильного получения содержания водорода в расплаве алюминия менее $0,1 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, что отрицательно сказывается на конкурентоспособности продукции. Поэтому разработка научно-обоснованных технических и технологических решений, направленных на снижение содержания водорода при заготовительном литье алюминия и его сплавов, является актуальной научно-технической проблемой.

Актуальность работы подтверждается тем, что она выполнялась в соответствии Федеральной программой «Стратегия развития цветной металлургии России на 2014-2020 годы и на перспективу до 2030 года», разработанной по поручению Правительства Российской Федерации от 16 июля 2013 г. № ДМ-П9-53пр в рамках проекта 14.578.21.0193 «Разработка теоретических и технологических решений снижения водорода в составе алюминия и низколегированных алюминиевых сплавов». Уникальный идентификатор соглашения RFMEFI57816X0193, а также по договору с ОК «РУСАЛ».

Степень разработанности темы: Благодаря исследованиям таких известных ученых, как В.К. Афанасьев, М.Б. Альтман, Г.Ф. Баландин, А.И. Батышев, К.А. Батышев, А.Ф. Белов, В.Д. Белов, Н.А. Белов, А.И. Беляев, Б.И. Бондарев, С.В. Беляев, А.А. Бочвар, И.Г. Бродова, А.И. Вейник, С.М. Воронов, Б.Б. Гуляев, В.Б. Деев, В.И. Добаткин, В.И. Елагин, В.М. Замятин, Е.Д. Захаров, В.В. Захаров, В.С. Золоторевский, В.А. Кечин, Г.Г. Крушенко, В.А. Ливанов, Д.П. Ловцов, М.В. Мальцев, Р.К. Мысик, В.И. Напалков, В.И. Никитин, К.В. Никитин, И.И. Новиков, М.В. Пикунов, А.Н. Прудников, Ри Хосен, Э.Х. Ри, И.Ф. Селянин, А.Н. Соколов, А.Г. Спасский, И.Н. Фридляндер, Д.Ф. Чернега, Г.И. Эскин, Д.Г. Эскин и др. разработаны научные основы плавки и кристаллизации цветных металлов и сплавов, внесен существенный вклад в дальнейшее развитие теории и технологии литейного производства, что явилось научной базой при проведении исследований в настоящей работе для обоснования и дальнейшего совершенствования технологии плавки и литья слитков из алюминиевых сплавов

Однако задача повышения эффективности рафинирования алюминиевых сплавов от водорода и его соединений остается актуальной и требует проведения дополнительных исследований в данном направлении.

Объектом исследований в настоящей работе являются алюминий и его сплавы, технологические процессы и оборудование, используемое при заготовительном литье.

Целью диссертационной работы является разработка технических и технологических решений для совершенствования процесса дегазации при заготовительном литье алюминия и его сплавов

Для достижения **поставленной цели были сформулированы задачи:**

1) проанализировать современные методы и приборы для рафинирования и дегазации алюминиевого расплава и определения содержания водорода в алюминиевом расплаве и слитках;

2) исследовать условия и динамику насыщения алюминиевого расплава водородом в аппаратно-технологической схеме от алюминиевого электролизера до литейной машины или литейного конвейера в условиях действующего производства на ОК РУСАЛ;

3) провести модернизацию экспериментальных методов и средств для научно-обоснованного отбора проб и последующего достоверного и оперативного определения концентрации водорода в алюминиевом расплаве;

4) с учетом промышленных условий предприятий ОК РУСАЛ разработать и апробировать эффективную технологию производства заготовительного литья алюминия и его сплавов, которая гарантирует содержание водорода менее $0,10 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$.

В работе получены следующие результаты, отличающиеся **научной новизной.**

1. Установлено влияние легирующих добавок и флюсов на насыщение алюминиевых расплавов водородом, заключающееся в увеличении концентрации водорода в расплаве алюминия при вводе Si в количестве 7 % на $0,072 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при вводе лигатуры Al-Ti в количестве 0,1% на $0,038 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при вводе лигатуры Mn-Flux в количестве 0,03% на $0,072 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при вводе лигатуры Fe-Flux в количестве 0,1 % на $0,04 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при вводе Mg в количестве 0,3 % на $0,146 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при вводе лигатуры Al-Sr в количестве 0,02 % на $0,018 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при вводе лигатуры Al-5Ti-1B в количестве 1,5 кг/т на $0,075 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при вводе Cu в количестве 1 % на $0,008 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$.

2. Получены зависимости влияния размера дендритной ячейки на изменение концентрации различных видов водородных включений в алюминиевых сплавах. Так при среднем размере дендритной ячейки в кристаллизованном алюминии более 45 мкм водород выделяется в молекулярном состоянии, а при среднем размере дендритной ячейки менее 30 мкм водород выделяется в атомарном состоянии.

3. Впервые проведены сравнительные исследования концентрации и различных видов водородных включений на коррозионные процессы в алюминии и его сплавах и установлено, что водород выделившийся в молекулярной форме увеличивает глубину распространения коррозии на 200 %, по сравнению с водородом присутствующем в атомарном состоянии.

4. Впервые установлено влияние концентрации и различных видов водородных включений на механические свойства алюминия и его сплавов. Увеличение концентрации водорода с 0,08 до 0,22 см³/100 г Al в образцах с атомарной формой водородных включений практически не оказывает влияние на механические свойства алюминия. Присутствие водорода в молекулярной форме в концентрации от 0,08 до 0,22 см³/100 г Al резко снижает относительное удлинение с 12 % до 6% и временное сопротивление разрыву с 200 МПа до 175 МПа отливок из алюминиевых сплавов.

Практическая значимость работы:

1) Создана методика определения содержания водорода обеспечивающая повышение оперативности и точности пробоотбора, оригинальность которой подтверждена патентом РФ 2651031 «способ отбора пробы жидкого металла».

2) Разработаны и реализованы новые устройства для отбора проб жидкого металла, техническая новизна которых подтверждена патентами РФ:

- устройство для отбора пробы жидкого металла, патент РФ на полезную модель 174042;

- устройство для отбора пробы жидкого металла из металлотракта, патент РФ на полезную модель 175093.

3) Разработаны и реализованы новые технологии:

- технологическое решение для «закрытого» перелива расплава из электролизера в ВТК с использованием сифона, снижающие насыщение алюминия водородом на 40 % (с 0,049 до 0,029 см³/100 г Al), новизна подтверждена патентом РФ № 2659556;

- технологическое решение для рафинирования алюминия в ВТК перед заливкой в миксер, на что получен патент РФ на изобретение № 2668640 «Способ вакуумной обработки алюминия и алюминиевых сплавов».

4) Разработан новый технологический регламент для производства литейных сплавов в виде малогабаритной чушки на линии «Brochot» обеспечивающие концентрацию водорода менее 0,1 см³/100 г Al, что подтверждается соответствующим актом опытно-промышленных испытаний и отражено в разработанном 2ТР 501.02.01.02 (Ред.1) Технология производства малогабаритной чушки из литейного сплава на линии «Brochot» в ЛО-1 с содержанием H₂ до 0,1 см³/100 г Al.

5) Результаты исследований внедрены в учебный процесс и используются при обучении магистров по направлению 22.04.02 «Металлургия» и магистерской программе 22.04.02.07 «Теория и технология литейного производства цветных металлов и сплавов» и аспирантов по специальности 05.16.04 (2.6.3) «Литейное производство».

Методология и методы исследований, используемые в настоящей работе, основаны на основных законах термодинамики, теории литейных процессов и кристаллизации, с применением современных методик и методов исследований: методов планирования эксперимента и статистического анализа данных, оптической микроскопии, рентгенофазовый анализ, термодинамический анализ, методы определения механических свойств путем испытаний на растяжение и др.

На защиту выносятся следующие положения:

1) Результаты экспериментальных исследований интенсивности насыщения алюминия водородом на различных участках аппаратурно-технологической схемы заготовительного литья алюминия и его сплавов;

2) Экспериментальные закономерности влияния концентрации и различных видов водородных включений на коррозионные процессы алюминия;

3) Экспериментальные закономерности влияния концентрации и различных видов водородных включений на механические свойства алюминия;

4) Новые технические и технологические решения производства слитков из алюминия и алюминиевых сплавов, гарантирующих получение продукции с содержанием водорода менее $0,10 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$.

Личный вклад автора заключается в планировании экспериментов, выборе методик исследований, их реализации в лабораторных условиях ФГАОУ ВО «Сибирский федеральный университет» и проведении опытно-промышленных испытаний в производственных условиях на заводах ОК РУСАЛ, в обобщении и научном обосновании результатов и в формулировании выводов, обработки результатов экспериментов, подготовке научных статей и патентов. Настоящая работа является продолжением научно-исследовательских работ, выполняемых на кафедре «Литейное производство» Института цветных металлов и материаловедения СФУ в рамках научно-исследовательских работ с ОК «РУСАЛ». Включенные в диссертацию и выносимые на защиту результаты настоящей работы представляют собой часть общих результатов научно-исследовательских работ по рассматриваемой проблеме, которые были выполнены автором с соавторами за годы совместной работы и были получены непосредственно автором или при его ведущем участии.

Степень достоверности научных положений и полученных результатов обоснована:

- применением современных методов исследований алюминиевых сплавов, математического моделирования и обработки полученных результатов;
- соответствием результатов исследований, полученных автором, с результатами других исследований в этой области;
- практической реализацией полученных результатов.

Текст диссертации и автореферата проверен на отсутствие плагиата с помощью программы «Антиплагиат. РГБ».

Основные результаты диссертационной работы доложены и обсуждены на IX, X Международных конгрессах «Цветные металлы и минералы» (Красноярск, 2018-2020 гг.), Международная научно-техническая конференция «Инновационные технологии в литейном производстве» (Москва, 2019 г.), X Международная научно-техническая конференция «Прогрессивные литейные технологии» (Москва, 2020 года)

Публикации. Результаты диссертационной работы отражены в 23 печатных трудах и тезисах докладов, из них 11 из перечня журналов, рекомендуемых ВАК, 7 в базе данных Scopus, 5 статей в других научных изданиях и 5 в патентах РФ.

Соответствие диссертации паспорту специальности. Диссертационная работа по своим целям, задачам, содержанию, методам исследования и научной новизне соответствует следующим пунктам паспорта специальности 2.6.3 - Литейное производство (технические науки): 4) Исследование литейных технологий для их обоснования и оптимизации; 13) Исследование проблем качества литья;

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы, содержащего 164 источника, и трех приложений. Основной материал изложен на 156 страницах, включая 16 таблиц, 14 формул и 88 рисунков.

Автор работы выражает благодарность за большую помощь при проведении данного исследования докт. техн. наук, профессору кафедры «Литейные технологии и художественная обработка материалов», Дееву Владиславу Борисовичу.

ГЛАВА 1 СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ВОПРОСА В ОБЛАСТИ ПРОЦЕССА РАФИНИРОВАНИЯ АЛЮМИНИЕВОГО РАСПЛАВА ОТ ВОДОРОДА

1.1 Развитие заготовительного литья слитков из алюминиевых сплавов

Алюминий и сплавы на его основе обладают уникальными характеристиками, что позволяет им успешно конкурировать с традиционными конструкционными материалами, и дает возможность использовать алюминий и его сплавы при производстве транспорта, применять в строительстве, использовать для производства упаковки, применять в электротехнических изделиях и машиностроении. (рис. 1.1).

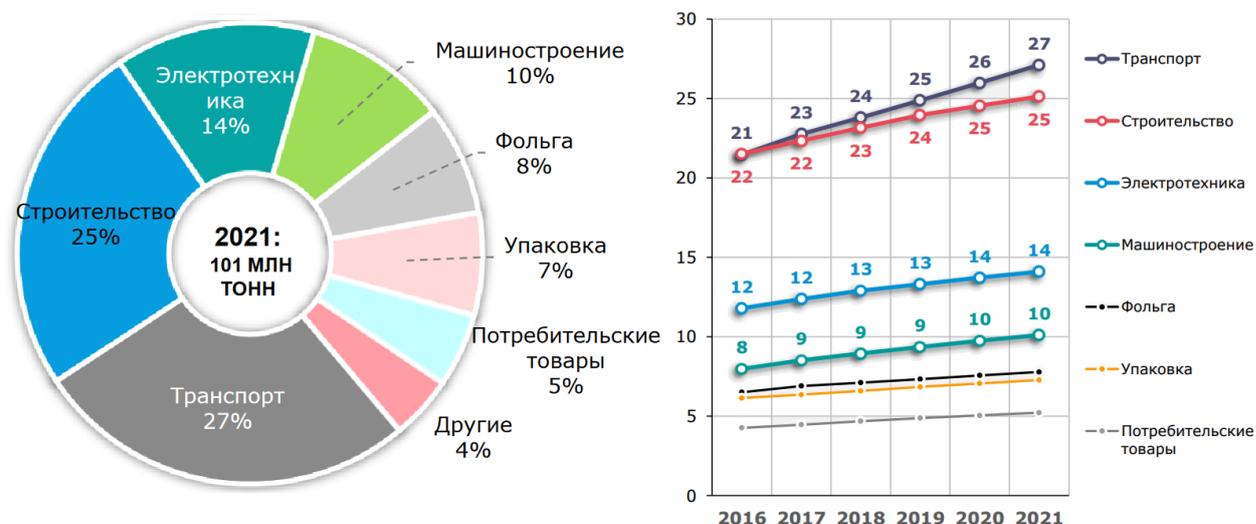


Рисунок 1.1 – Структура конечного потребления алюминия по отраслям в 2016-2021 году (по данным алюминиевой ассоциации) [2]

Как следует из рисунка 1.1 потребление алюминиевой продукции за последние 5 лет показывает устойчивый рост. По состоянию на 2021 год основные отрасли-потребители алюминиевой продукции, это транспорт и машиностроение с совокупной долей 37%, следом идет строительство с долей 25%. За ними следуют электротехническая промышленность с долей 14%, следом идет алюминиевая фольга с долей 8%, производство упаковки 7% и товары народного потребления 5%. На всех прочих потребителей алюминия и его сплавов приходится только 4% мирового потребления.

Одним из крупнейших мировых производителей алюминия, является Российская компания ОК РУСАЛ, целью которой является увеличение продаж продукции с добавленной стоимостью (ПДС) и в среднесрочной перспективе планирует увеличение данной продукции до 60% и выше от общего объема выпуска (рис. 1.2).

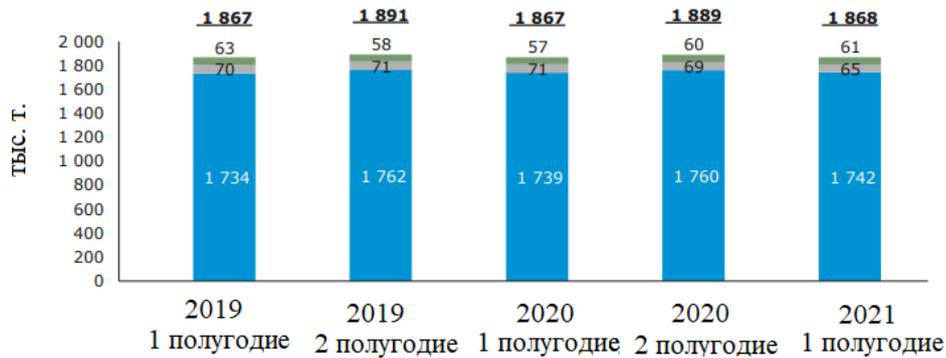


Рисунок 1.2 - Объемы продаж объединённой компании РУСАЛ основных видов продукции за 2019-2021г [1, 141]

Из диаграммы, представленной на рисунке 1.2 можно сделать вывод, что самый востребованный продукт компании производителя алюминия ОК РУСАЛ на рынке потребления алюминиевой продукции являются плоские и цилиндрические слитки, с совокупной долей 57%, что является более половины от всего объема производства ПДС. На литейные сплавы приходится 21% от всего объема производств ПДС, доля катанки составляет 18% и прочее продукты с долей 4% ПДС.

На предприятиях алюминиевой отрасли для производства плоских и цилиндрических слитков преимущественно применяют первичный алюминий, полученный в электролизном цеху, а также алюминиевые сплавы тысячной, трехтысячной и восьмитысячной серии, содержащие в своем составе: Fe, Si и Mn.

Литье слитков из сплавов на основе алюминия производят преимущественно методом полунепрерывного литья (МПЛ), с подачей расплавленного металла из металлотракта в кристаллизатор литейной машины двумя различными способами: уровневой и вертикальной (рис. 1.3) [114, 73].

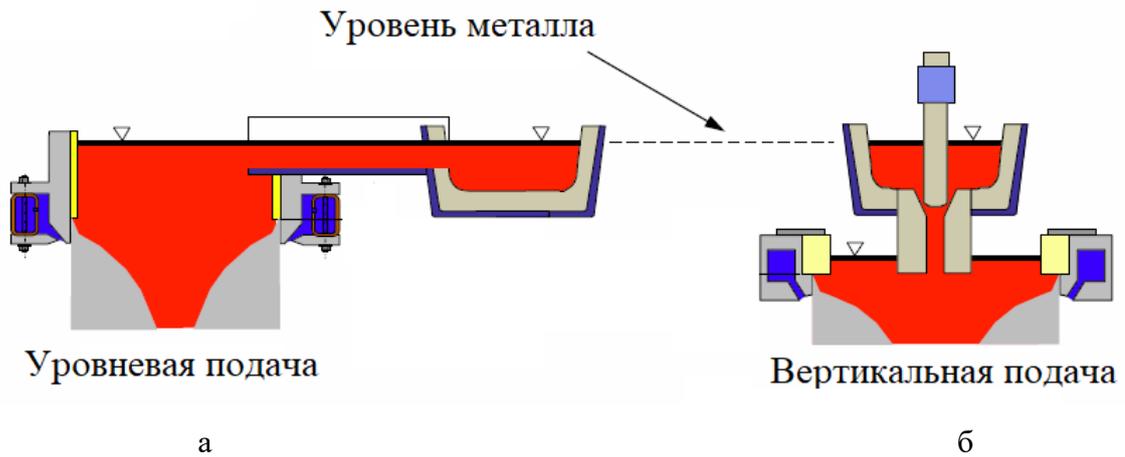


Рисунок 1.3 - Системы подачи (разливки) металла в кристаллизатор из металлотракта [114, 73]:
а - уровневая; б – вертикальная

По характеру силового взаимодействия затвердевающей отливки способы МПЛ подразделяются на две основные группы: Первая группа, характеризуется одновременным движением подвижного кристаллизатора вместе с расплавленным металлом, поступающим из металлотракта и кристаллизующейся отливкой. Движение происходит до момента образования корки кристаллизованного металла. МПЛ в кристаллизаторы данного типа применяют преимущественно для изготовления тонколистового литья, различных лент и проволоки из легкоплавких сплавов. Вторая группа характеризуется литьем в кристаллизаторы скольжения, где основной отличительной чертой является движение кристаллизующейся отливки вместе с кристаллизатором. Кристаллизаторы скольжения бывают, как вертикального, так и горизонтального типа.

Метод полунепрерывного литья обладает рядом достоинств по сравнению с наполнительным литьем, к которым можно отнести:

- а) Сравнительно высокую интенсивность охлаждения расплавленного металла, что позволяет достичь направленной кристаллизации металла, следовательно, ведет к снижению ликвации, неметаллических включений и растворенных в расплаве газов.
- б) Постоянную подачу расплавленного металла в кристаллизатор литейной машины, что позволяет образовываться стационарной лунке жидкого металла, она фактически является прибылью и уменьшает усадочные дефекты (раковины, рыхлоты, пористость);
- в) более высокий выход годного и достаточно высокую точность размеров;
- г) высокая автоматизация и механизация производственного процесса.

Изготовление слитков из сплавов на основе алюминия состоит из следующих технологических операций:

1) Производство первичного алюминия из глинозема путем электролиза в корпусах электролизного цеха;

2) Перелив полученного электролизом алюминия в транспортировочные ковши;

3) Перемещение ковшей специальными транспортными средствами в литейный цех;

4) Выполнение различных мер контроля (химический анализ, взвешивание, отбор пробы на водород) и технологическое отстаивание ковшей в литейном цеху.

5) Перелив алюминия в поворотный миксер, через специальный заливочный карман. Приготовление необходимого сплава. Рафинирование расплавленного металла различными флюсами. Измерение и контроль температуры расплава. Отбор проб на экспресс анализ.

6) Полунепрерывное литье слитков с учетом контроля основных технологических параметров (температура расплава, скорость опускания поддона, расход охлаждающей жидкости, расход масла в кристаллизаторе литейной машины).

7) Визуальный осмотр полученного слитка. Контроль габаритов.

8) Резка литниковой и донной части полученного слитка.

9) Приемка готовой продукции отделом технического контроля

10) Перевозка слитка специальным транспортным средством на склад.

11) Финальный контроль веса и нанесение установленной маркировки на готовый слиток. Оформление требуемых документов [73].

В качестве основы для производства алюминиевых сплавов на предприятиях ОК РУСАЛ, применяется первичный алюминий, полученный путем электролиза. Химический состав данных сплавов соответствует ТУ 1713–098–05785276–01 и дополнительным требованиям, которые предъявляет заказчик.

В процессе производства плоских и цилиндрических слитков из алюминиевых сплавов применяется следующее технологическое оборудование:

- литейный миксер

- гидроопрокидыватель;

- литейные машины для литья МПЛ;

- транспортировочные ковши;

- литейную оснастку для МПЛ, литейный инструмент;

- широкие платформенные весы для статического взвешивания металла ГОСТ 29329-92.

- Печь для дегидратации флюсов.

При литье плоских и цилиндрических слитков из алюминиевых сплавов в большинстве случаев применяется два литейных миксера сопротивления, размещенных на одном уровне:

пока один миксер, находится в процессе подготовки, второй задействован при литье (рис 1.4, 1.5)

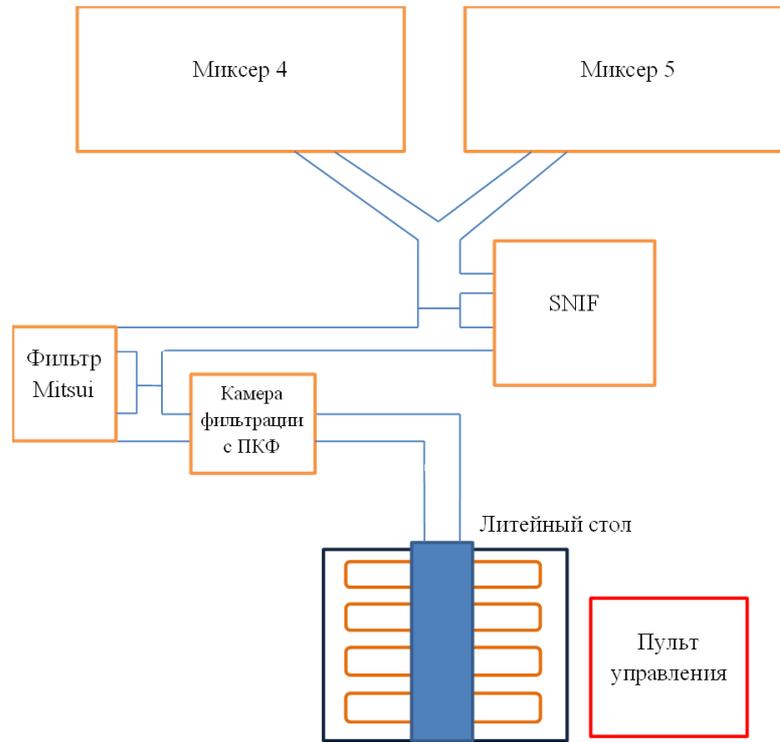


Рисунок 1.4 – Принципиальная схема установки производства плоских слитков с использованием литейной оснастки «Wagstaff»

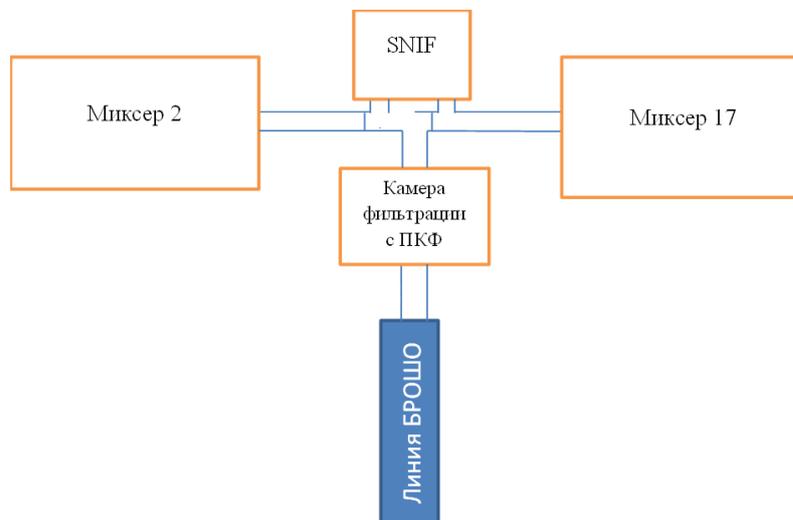


Рисунок 1.5 – Принципиальная схема установки производства плоских слитков с использованием литейной оснастки «Brochot»

Для перелива расплавленного металла из транспортного ковша, поступившего из электролизного цеха, а также удаление образовавшегося шлака от обработки флюсовыми препаратами и операций по отчистки, литейный миксер имеет специальный заливочный карман и

форкамеру. Миксер оснащен необходимой леткой, для перелива расплавленного металла в металлотракт с целью его подачи в литейную машину.

Уровень расплава, проходящего по металлотракту в кристаллизатор литейной машины, регулируют специальным лазерным датчиком, установленным непосредственно на металлотракте. Измерение температуры расплава в миксере с целью её контроля и управления, выполняется с помощью термопары размещенной непосредственно в расплаве алюминия [73].

Для получения равномерного химического состава получаемого сплава, под литейный миксер устанавливается МГД перемешиватель.

Получение слитков методом полунепрерывного литья, осуществляется специальной на литейной машине, состоящий из следующих элементов (рис. 1.6):



Рисунок 1.6 – Литейная машина ПНГ

- специальная литейная платформа с опускающимся с помощью гидравлического, пневматического или тросового привода вниз поддоном;
- кристаллизаторами от 1 до 12 шт. установленными на специальном литейном столе
- система гидравлики для опускания поддона, установленного на литейной платформе;
- направляющие, для равномерного опускания поддона;
- Система управления (компьютер, пульт);
- систему каналов для охлаждающей жидкости(вода);
- Кессон для воды;
- Автоматическая система управления.

На литейной машине установлены различные средства контроля технологических показателей и датчики: термопары для контроля температуры расплавленного металла в процессе литья, датчик, позволяющий контролировать скорость процесса литья (скорость опускания поддона), датчик, позволяющий отслеживать длину получаемых слитков в процессе литья, система различных датчиков для контроля температуру, давления и расхода охлаждающей жидкости(воды).

Кристаллизатор— является ключевым элементом литейной оснастки, его задачей является обеспечение габаритных размеров получаемого слитка. Одно из основных требований к литейному кристаллизатору, это требование к чистоте рабочей поверхности, которая не допускает дефектов, таких как: риски, засечки. С точки зрения технологичности, наиболее хорошо себя зарекомендовали литейные кристаллизаторы с принудительной смазкой внутренней рабочей поверхности, а также с многоуровневым распределением охлаждающей жидкости(воды) и относительно низким уровнем расплавленного металла в процессе самого литья. (рис. 1.7).



Рисунок 1.7 – Кристаллизатор [71,73]

В качестве конструкционного материала для изготовления литейного кристаллизатора используют сплавы системы Al-Mg. Внутреннюю поверхность изготавливаемого кристаллизатора тщательно шлифует. Для сокращения возникновения литейного дефекта(неслитина) верхнюю часть изготавливают конической с углом наклона от 3 до 6 градусов. Для более эффективного охлаждения кристаллизатора в процессе литья на корпусе делают направляющие по винтовой линии и сокращают сечение канала, заполненного водой. Литье слитков диаметром от 80 до 200 мм. производят в кристаллизаторы, произведенные методом штамповки, что позволяет значительно снизить операционные затраты на его изготовление.

Значительное снижение поверхностных дефектов слитка, а именно сокращение неслитин и ликвационных наплывов можно достичь путем использования тепловых насадок, выполненных из огнеупорных материалов.

В данный момент времени очень широкое распространение получил способ полунепрерывного литья слитков в электромагнитные кристаллизаторы (рис. 1.8).

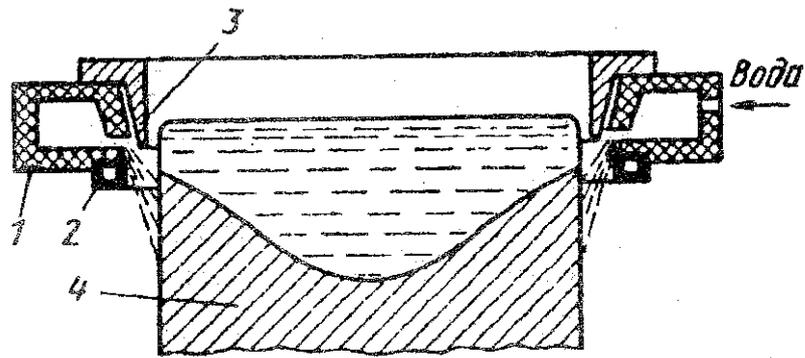


Рисунок 1.8 – Схема электромагнитного кристаллизатора:

1 - корпус; 2 - индуктор; 3 - экран; 4 - слиток [72,73]

Создавшиеся под действие подаваемого электрического тока магнитное поле позволяет удерживать расплавленный металл на небольшой высоте. В данном типе кристаллизатора, установленного на литейной машине отсутствует водяная прослойка и вода подается непосредственно на поверхность отливаемого слитка. С целью дополнительного охлаждения слитка в процессе литья, конструкцию электромагнитного кристаллизатора дополняют каналами вторичного охлаждения, что приводит к дополнительному отводу тепла от стенок слитка.

Способ полунепрерывного литья в электромагнитный кристаллизатор позволяет исключить физическое взаимодействие непосредственно с самим кристаллизатором, что дает возможность создать стационарные условия отвода тепла на различных уровнях в ходе кристаллизации получаемого слитка, а также позволяет достичь нулевого зазора между отливаемым из алюминия слитком и самим кристаллизатором. Данные отличительные черты литья в электромагнитные кристаллизатор, дают возможность значительно улучшить качественные характеристики получаемых литьем слитков из алюминиевых сплавов, в том числе устранить поверхностные дефекты и структурную неоднородность. В процессе полунепрерывного литья для формирования и удержания отливаемого слитка применяют различные по конфигурации поддоны. Конструкционным материалом для изготовления поддонов преимущественно служат алюминиевые сплавы системы Al-Mg. Как правило поддоны в литейной машине устанавливают с небольшим зазором от кристаллизатора, не более 1-2 мм, в зависимости от технологии литья.

Подвод расплавленного металла в кристаллизатор литейной машины осуществляют с помощью специального, заранее прогретого распределительного лотка, который оснащен втулкой, выполненной из огнеупорного материала. По завершению всех технологических операций литья лоток чистят от остатков алюминия и повторно прогревают до необходимой температуры.

Полунепрерывное литье слитков из алюминиевых сплавов производят в текущем порядке:

- В литейной машине устанавливают и делают подгонку поддона в кристаллизатор, оставляя небольшой зазор (не более 2 мм.);
- Производят установку и подгонку распределительного лотка с огнеупорной втулкой с обязательным расположением огнеупорной втулки по центру кристаллизатора литейной машины.
- Проводят запуск насосов, подающих охлаждающую жидкость(воду);
- С помощью пульта управления выполняют поворот печи-миксера
- Расплавленным металлом проводят заполнение кристаллизатора литейной машины на высоту одной трети. Запускают литейную машину.

В процессе технологической операции литья поверхность расплавленного металла в кристаллизаторе литейной машины должна выглядеть чистой, необходимо отсутствие шлаковых включений. Расплавленный металл должен двигаться непрерывно от центра кристаллизатора к его стенкам.

С целью уменьшить смачивания расплавом алюминия и предотвратить остановку движения окисной пленки перед технологической операцией литья, поверхность кристаллизатора литейной машины покрывают специальной смазкой.

Подача расплавленного металла из литейного миксера в систему металлотракта, должна происходить ровной непрерывной струей. Регулировать подачу расплава позволяет установленный непосредственно в металлотракте лазерный датчик. В процессе литья не допускается переливать в миксер новые порции расплава и проводить дошихтовку получаемого сплава, это делается с целью предотвращения потерь температуры расплавленного металла. Перелив свежих порций расплавленного металла в литейный миксер можно производить по завершению всех литейных операций.

По завершению технологической стадии производства литья выполняют следующие операции:

- Литейный миксер приводят в стационарное положение и во избежание дополнительных температурных потерь и закрывают сливное отверстие огнеупорным материалом.
- Расплавленный металл оставшийся по завершению технологической операции литья сливают из системы металлотракта в специальную заранее приготовленную изложницу. После этого производят съем распределительных лотков
- Производят остановку подачи охлаждающей жидкости(воды) и удаляют остаточную влагу из кристаллизатора литейной машины
- Производят подъем литейного стола с целью извлечения полученного слитка
- Используя мостовой кран проводят извлечения слитка из литейной машины

- Проводят визуальный осмотр и проверку извлеченного слитка

Из проведенного обзора различных источников научно-технической литературы в области производства алюминиевой продукции, можно сделать вывод, что потребление алюминиевой продукции за последние 5 лет показывает устойчивый рост, а объединённая компания РУСАЛ в настоящее время является одним из лидеров алюминиевой отрасли и стремится увеличивать в своем производстве объем продукции с добавочной стоимостью.

1.2 Анализ формирования качества слитков из алюминиевых сплавов

К полученному методом полунепрерывного литья слитку, предъявляются определенные показатели качества. Помимо заранее установленных требований к химическому составу в том числе по примесным элементам, к слитку предъявляются требования по плотности кристаллизованного металла. В готовом продукте должна отсутствовать различная пористость в том числе, вызванная растворенным в расплаве алюминия водородом. Данный дефект отрицательно влияет на механические и эксплуатационные характеристики готового изделия и проявляется при дальнейшем деформировании в виде различных трещин и расслоений.

К поверхности полученного методом полунепрерывного литья слитка также предъявляются ряд требований. На готовой поверхности должны отсутствовать неслитины и усадочные раковины, данные требования обусловлены, проведением дальнейших технологических операций. Для устранения данных дефектов поверхность слитка обрабатывают механической обработкой на фрезерном станке.

Отрицательное влияние на эксплуатационные характеристики получаемых методом полунепрерывного литья слитков оказывают различные включения (флюсового характера и различные шлаки). Данные дефекты имеют тенденцию к нарушению металлической сплошности и значительно ухудшают механическую обработку готового изделия.

Готовый слиток обязан обладать беспористой структурой кристаллического зерна и иметь в достаточной степени равномерное рассредоточение вторичных фаз. Данное строение в значительной степени упрощает деформацию да слитка при его обработки давлением.

Отрицательно влияние на различие механических (анизотропия) свойств может оказывать крупная зеренная структура, что потенциально может привести к дополнительному расклевыванию слитка, при его деформации.

Присутствие в слитках разницы по концентрации элементного состава оказывает отрицательное влияние на конечные механические свойства готового продукта. Данная разница имеет тенденцию к возникновению в процессе технологической операции литья и может быть устранена путем изменения скорости и фронта кристаллизации. В процессе полунепрерывного

литья слитков требуется отслеживать возникающие напряжения и сводить таковые к минимуму. Данные напряжения могут негативно сказываться на трещинообразование и деформацию габаритных размеров отливаемого слитка в процессе литья, а также затруднить обработку полученного слитка давлением.

Необходимо отметить, что большинство дефектов (кроме ликвации), возникающих в процессе полунепрерывного литья слитка, можно устранить термической обработкой или деформацией [73].

Дефекты, получаемые в процессе литья, которые возникают по причине растворенного в расплаве водорода предлагается разбить на две отдельные группы: дефекты, вызванные водородной пористостью и неметаллические включения. Неметаллические включения в слитках могут иметь разный размер и находиться в виде шлака, различных окисных плен, приводящих к дополнительному наводороживанию металла. Данные дефекты в значительной мере оказывают отрицательное влияние на механические свойства и микроструктуру получаемого слитка [95].

При полунепрерывном литье слитков из алюминиевых сплавов характерно образование водородных пор. (рис. 1.9, б). Растворенный в алюминии водород способствует значительному снижению технологических свойств слитков из алюминиевых сплавов. Данное обстоятельство обязывает выполнять регулярный анализ концентрации водорода в получаемых слитках. Стоит отметить, что в процессе кристаллизации слитка, кроме пористости вызванной наличием растворенного водорода в расплаве алюминия, имеет место образовываться усадочная пористость (рис. 1.9, а) и природа возникновения различных видов пор (водородной и усадочной) в процессе полунепрерывного литья слитков может быть определена недостоверно. (рис. 1.9, в, г).



Рисунок 1.9 – Типы пористости в алюминии:
усадочная (а), водородная (б), смешанной природы (в, г) [23,24]

Крупные раковины, сосредоточенные в позднее затвердевающих местах отливки, обычно образуются в чистых металлах и эвтектических сплавах, а группы соединенных пор, расположенных в тех же местах, образуются в сплавах, близких к эвтектическим, и в сплавах твердого раствора с низким содержанием газов.

Наиболее распространенные в промышленности алюминиевые сплавы (системы *Al-Si* с легирующими добавками) склонны к образованию мелких пор, выходящих на поверхность. Наличие различного характера раковин и пор в отливках даст основания предполагать, что механизм их образования различен: они могут быть как усадочного, так и газового происхождения.

Раковины и поры усадочного происхождения возникают вследствие усадки металла при кристаллизации, а в дальнейшем они развиваются под совместным действием газов и усадки. Касаясь вопроса образования раковин в отливках, А.А. Бочвар отмечал: «... часто предлагают разграничить виды пористости по внешнему виду. Так, например, сферические пустоты называют газовыми, а пустоты с вогнутыми очертаниями неправильной формы - усадочными. Конечно, только в случае идеально чистого металла можно было бы говорить о чисто усадочных раковинах и порах. В действительности всякий реальный металл содержит газ, и когда происходит сжатие в момент кристаллизации, в образующуюся усадочную раковину выделяется из раствора газ. Усадочные раковины никогда не бывают вакуумными» [22].

В слитках, отлитых МПЛ, грубая пористость - сравнительно редкое явление. Такая пористость может образоваться в литниковой и донной частях слитка, а также при литье с перерывами или очень глубокой лункой. Эта пористость не попадает в годную заготовку для деформирования, так как литниковая и донная части слитка удаляются при механической обработке.

Редко обнаруживаемая макропористость связана или с насыщением расплава газом, или с захватом атмосферного воздуха струей расплава. При литье расплава, длительное время отстаивающегося в печи, получают слитки с газовой пористостью (рис. 1.10). Пористость, возникающая в связи с захватом воздуха из атмосферы, наблюдается в донники слитка, а при литье без воронки в высокий кристаллизатор с сохранением мениска металла на низком уровне - по всему сечению слитка.



Рис. 1.10 - Структура с пористостью круглого сплошного слитка сплава 2014

Кристаллизация расплавленного остаточного металла в кристаллической ячейке зоны перехода сопровождается слабым обрывистым питанием возникающей усадки. Поскольку

возле границы фазового перехода питание еще происходит, то по окончанию кристаллизации по причине изменения объема в процессе фазового перехода, питание усадки становится невозможным, что приводит к образованию микропор (рис. 1.10).

Величина усадочной пористости зависит от габаритов зоны перехода, через которые получает питание образующаяся усадка.

Огромное значение имеет также структура зоны перехода. При образовании столбчатых кристаллов движение расплавленного металла, питающего усадку, протекает значительно легче, чем по каналам образованных при кристаллизации равноосных зерен. Параметры, влияющие на увеличение переходной зоны, автоматически приводят к укрупнению усадочных дефектов. Усадочная пористость в слитке имеет свойство увеличиваться равномерно с увеличением температурного градиента кристаллизации и сокращаться параллельно с уменьшением температурного интервала в процессе затвердевания слитка. Следовательно, одним из самых действенных способов устранения такого дефекта как усадочная пористость является увеличение скорости охлаждения слитков.

Дополнительно следует отметить:

1. Возникающая в процессе литья дендритная пористость — это следствие отсутствие питания при кристаллизации, также причиной может служить утечка маточного раствора в кристаллическом скелете.

2. Усадочная пористость, возникающая в процессе литья, зависит не сколько от скорости кристаллизации расплавленного металла, сколько от габаритных размеров области перехода из жидкой фазы в твердую. При литье слитков методом полунепрерывного литья, образующаяся в них усадочная пористость зависит от скорости кристаллизации отливки только тогда, когда данная скорость изменяется по причине изменения температурных режимов у поверхности кристаллизации

Пористость обычно увеличивается по направлению к тепловому узлу в получаемой отливки, что объясняется увеличением зоны перехода по мере продвижения фронта кристаллизации, а также отсутствием на последней стадии затвердевания свободного расплава.

Увеличение пористости в слитках связано с повышением в них содержания водорода. Как уже отмечалось, в металле с большим количеством оксидов пористость появляется при небольшом содержании водорода ($0,05 \div 0,06 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$). В таком металле содержание водорода в твердом растворе невелико, он находится в основном в порах. Поэтому изменение свойств слитка с большим содержанием оксидов связано в основном с увеличением пористости. В слитках, очищенных от оксидных плен, пористость появляется при значительно больших содержаниях водорода ($0,3 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$). Поэтому при одном и том же объеме пор

давление водорода в таких слитках будет в десятки раз больше, чем в слитках с большим содержанием оксидов. Большое давление в порах приводит к существенному снижению пластичности при пористости около 0,1%. При дальнейшем увеличении пористости пересыщение раствора водородом уменьшается и пластичность повышается. Затем удлинение начинает снижаться из-за влияния собственно пористости. Разрушение при повышенных температурах развивается путем вакансионного механизма зарождения и развития трещин. Вакансии перемещаются в поле напряжений вдоль линий наибольших градиентов напряжений в области, где зарождаются трещины. Зародышами трещин могут быть также всякого рода дефекты металла (поры, рыхлоты). Атомы водорода, как и вакансии, в поле напряжений диффундируют в области трехосного напряженного состояния. В зародышевой трещине атомарный водород рекомбинирует в молекулы, повышая в ней давление водорода. Поэтому давление водорода в трещине значительно превышает равновесное, соответствующее концентрации растворенного водорода. Таким образом, водород в пересыщенном растворе при определенных условиях испытаний может оказывать более вредное влияние, чем молекулярный. Чем больше водорода содержится в пересыщенном растворе, тем сильнее должно сказываться влияние этого фактора.

Характер и степень пористости изменяется в зависимости от насыщения расплава газами, поскольку усадочные поры служат местами выделения растворенных газов в том числе водорода. Вследствие увеличения давления поры становятся округлой формы и проникновение в них расплавленного металла сильно затрудняется (рис. 1.9, б). Увеличение давления при кристаллизации расплава уменьшает пористость слитка, а в сплавах, очищенных от растворенных газов, усадка подпитывается настолько эффективно, что приводит к отсутствию пористости.

При больших размерах переходной области и повышенном содержании растворенного водорода сосредоточение микропористости приводит к образованию рыхлот и макропористости, обнаруживаемой металлографически на макрошлифах и видна невооруженным глазом.

Усадочные явления зависят не только от величины переходной зоны, но и от ее перемещения в слитке. В процессе полунепрерывного литья слитков последовательное перемещение фронта кристаллизации исключает возникновение усадочных раковин. При литье отливок устранению усадочных раковин уделяется большое внимание.

В алюминиевых слитках, преимущественно пористостью поражены центральные зоны. Пористость в слитках приводит к снижению эксплуатационных характеристик, ухудшает технологичность в процессе горячего деформирования литого слитка, а также может оказывать значительное влияние на структуру и механические свойства готового полуфабриката. Осо-

бый интерес представляет так называемая подкорковая пористость, особенно в плоских слитках. Данная пористость образуется при литье с высоким уровнем (120-150 мм) расплавленного металла в кристаллизаторе литейной машины и может располагаться на глубину до 15 мм от поверхности расплава. Применение в процессе литья недостаточно сухой литейной остратки приводит к дополнительному увеличению пористости (рис. 1.11).



Рис. 1.11 - Подкорковая пористость в слитке

Подкорковая пористость в слитках из алюминиевых сплавов может приводить к образованию пузырей на листах после термической обработки. Наличие подкорковой пористости в слитках из дуралюмина приводит к дополнительному образованию подплакировочных пузырей. Подкорковая пористость увеличивается прямо пропорционально при увеличении растворенных в расплаве газов. Места дислокации подкорковой пористости в алюминиевых слитках повышенной чистоты (А95, А99, АВЧ), имеет ряд отличий. Пористость в данных слитках дислоцирована исключительно в корке, кристаллизация которой происходит путем отвода тепла через стенки кристаллизатор литейной машины и частично расплавляется благодаря вторичному разогреву.

Значительное воздействие на возникновение подкорковой пористости оказывают различные условия, влияющие на кристаллизацию слитка. В процессе полунепрерывного литья цилиндрических и плоских слитков с относительно невысоким уровнем расплава в кристаллизаторе литейной машины (50-70 мм) и в процессе технологической операции литья в электромагнитный кристаллизатор по причине резкого охлаждения периферийной зоны получаемого слитка фактически отсутствует так называемая подкорковая пористость, не смотря на высокую концентрацию растворенного в расплаве газа.

Растворенный в расплаве алюминия водород, концентрация которого составляет 80 % и более от всего объема растворенного в металле газа, является самой значимой газовой примесью, которая оказывает отрицательно влияние на свойства готовой продукции из алюминия и его сплавов [3,21,22,37,113,114].

В процессе снижения температуры расплавленного алюминия и его последующей кристаллизации концентрация растворенного в металле водорода может снижаться в 14 раз, по сравнению с другими металлами (рисунок 1.12) [107].

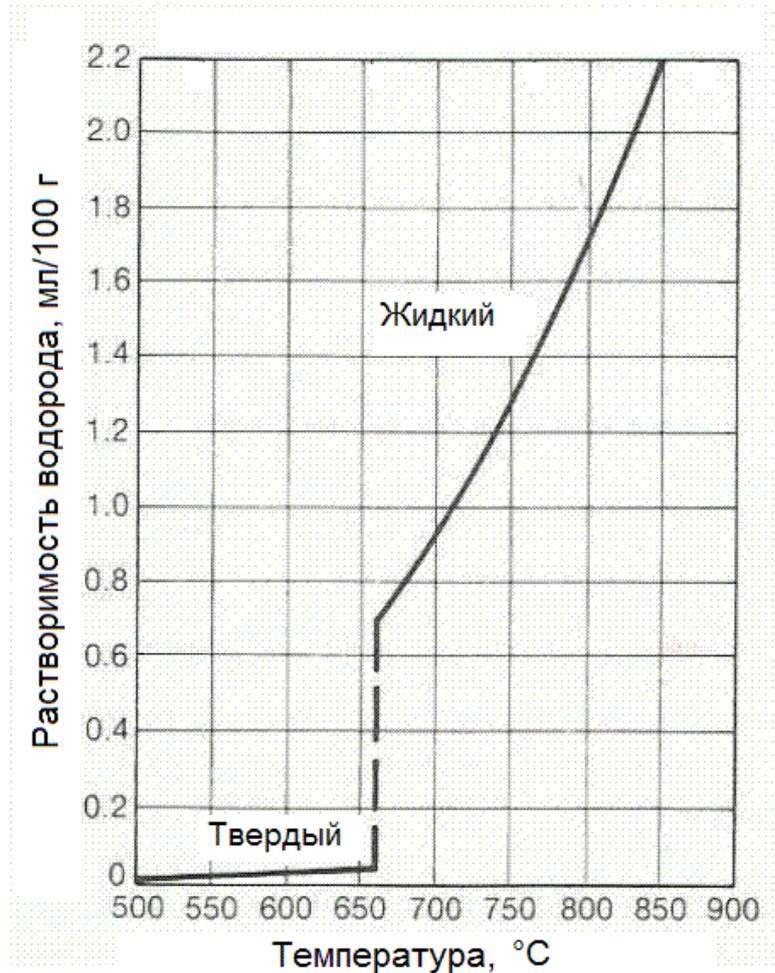


Рисунок 1.12 - Изменение растворимости водорода в алюминии в зависимости от температуры [22].

Исходя из этого можно сделать вывод, что растворенный в алюминии и его сплавах водород способствует образованию пор или приводит к расслоению, тем самым значительно ухудшает пластичность готового слитка.

Концентрация газообразного водорода в атмосфере воздуха очень невелика, всего менее $5 \cdot 10^{-5}\%$. В следствии этого, главным источником загрязнения алюминия и его сплавов водородом являются пары воды, источником которых может служить: влага присутствующая в атмосфере воздуха, гигроскопическая и кристаллизационная влага материалов шихты и флюсовых препаратов, литейном инструменте, взаимодействие с которыми является неизбежным на всех технологических переделах литейного производства [22]:



К условиям, значительно влияющим на приведенные выше реакциям и увеличивающим содержание растворенного водорода в расплаве, можно отнести:

- высокое давление водяного пара в атмосфере воздуха - высокая влажность;
- турбулентность металла, которая разрушает оксидную пленку и дает возможность реакциям протекать;
- гигроскопическая и кристаллизационная влага, которая вносит водяные пары непосредственно в расплав;
- пары воды, которые присутствуют в продуктах сгорания ископаемых видов топлива, также являются источниками водорода.

Содержание растворенного водорода в расплаве алюминия обычно составляет:

- в первичном алюминии полученного путем электролиза: $0,1-0,3 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$;
- во вторичном алюминии(переплав): $0,4-0,6 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$.

В процессе кристаллизации алюминия растворенный в нем водород начинает выделяться в молекулярной форме по границам зарождающихся кристаллических фаз, которые способствуют возникновению газовых пузырей, обладающих гораздо лучшей смачиваемостью алюминием. Выделившийся в процессе контакта с расплавленным металлом водород замедляет процесс кристаллизации, тем самым создает препятствия для роста дендритных кристаллов. Данное обстоятельство может привести к достаточно значительному снижению скорости кристаллизации, что влечет за собой увеличение размера металлического зерна. Авторы в работах [25-30] с помощью термодинамики объяснили процесс влияния, растворенного в жидком металле водорода на структуру получаемых алюминиевых слитков в процессе их кристаллизации [29]. Поглощение и удаление растворенного водорода из алюминия и его сплавов может оказывать значительное влияние на процесс кристаллизации слитка и его структуру [29].

Отчистка расплавленного металла от водородных включений, находящихся на границах фазового раздела дает возможность интенсифицировать процесс затвердевания слитка, в процессе литья, а также позволяет проводить его полноценное модифицирование тем самым повышая качество готового изделия. Следовательно, для постоянного получения высоких технологических свойств готовой продукции, необходимо снижать концентрацию водорода в расплаве алюминия до $0,1 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$ и меньше, выполнение данного мероприятия позволит улучшить конкурентоспособность готовых изделий из алюминиевых сплавов.

Алюминиевые сплавы достаточно эффективно вступают в взаимодействие с атмосферными газами, в главную очередь с H_2 и O_2 , N_2 , парами атмосферной влаги, углекислым газом. Следует отметить, что только H_2 и различные металлические окислы могут перейти в расплав

алюминия в достаточном количестве и могут оказывать отрицательное влияние на свойства получаемого слитка [25-30].

В процессе взаимодействия расплава алюминия с кислородом воздуха могут образовываться такие соединения как субоксиды алюминия AlO , Al_2O , и Al_2O_3 . Данные субоксиды возможно получить лишь при крайне высоких температурных условиях и наличии нулевой атмосфере [25-30].

Взаимодействие алюминия с кислородом воздуха имеет ряд различных форм. Образование данных полиморфных модификация зависит непосредственно от воздействия различных температур и различного времени выдержки. Оксид алюминия модификации $\alpha-Al_2O_3$ является самой устойчивой модификацией. Данный оксид встречается в окружающем мире в качестве минерала (Корунд). Полиморфная модификация алюминия $\alpha-Al_2O_3$ также самая высокотемпературная модификация, в которую с значительным увеличением температуры совершают переход остальные модификации оксида алюминия [25-30].

Следующую модификацию оксида алюминия $\gamma-Al_2O_3$ получают искусственно, поскольку она отсутствует в природе. Данный оксид получают путем нагрева бокситов выше температуры $550^\circ C$, поскольку при низких температурных режимах присутствующая в виде ионов влага оказывает стабилизирующий эффект на решетку данного оксида. Существуют различные варианты оксида алюминия модификации $\gamma-Al_2O_3$ в том числе с кубической и некубической структурой кристаллов. Измельченная форма оксида алюминия (5 н.м.) модификации $\gamma-Al_2O_3$ с кристаллической решеткой в форме куба и способна существовать при пониженных температурных условиях называется $\eta-Al_2O_3$ [25-30].

Следующую модификацию оксида алюминия $\chi-Al_2O_3$ её кристаллическая решетка по параметрам очень похожа на структуру решетки $\eta-Al_2O_3$. Существующие модификации оксидов алюминия δ , κ , θ являются переходными [25-30].

Различные формы Al_2O_3 отличаются не только кристаллической решеткой, но и различной плотностью. Самой высокой плотностью обладает оксид алюминия модификации $\alpha-Al_2O_3$, его плотность варьируется в диапазонах от 3900 до 4200 $кг/м^3$. Плотность оксида алюминия модификации $\gamma-Al_2O_3$ находится в диапазонах от 3220 до 3700 $кг/м^3$. Плотность оксида алюминия модификации $\eta-Al_2O_3$ имеет диапазоны от 2500 до 3400 $кг/м^3$. Плотность оксида алюминия модификации $\kappa-Al_2O_3$ имеет диапазоны от 3100 до 3260 $кг/м^3$. Плотность оксида алюминия модификации $\theta-Al_2O_3$ имеет диапазоны от 3420 до 3880 $кг/м^3$ [25-30].

В процессе взаимодействия различных модификация оксидов алюминия или металлического алюминия могут образовывать различные гидроксиды, а именно: гидраргиллит ($\gamma-Al(OH)_3$), байерит ($\alpha-Al(OH)_3$), бемит ($\gamma-AlO(OH)$) и диаспор ($\alpha-AlO(OH)$) [25-30].

Наиболее стабильный гидроксид $\gamma\text{-Al}(\text{OH})_3$ может находиться в алюминиевой руде (боксит). Крайне неустойчивое соединение $\alpha\text{-Al}(\text{OH})_3$ отсутствует в природе в чистом виде. Гидроксиды алюминия $\gamma\text{-AlO}(\text{OH})$ и $\alpha\text{-AlO}(\text{OH})$ являются модификацией метагидроксида $\text{AlO}(\text{OH})$ и находятся в природе в качестве минералов [25-30].

Общеизвестно, что поврежденная поверхность металлического алюминия даже при температуре окружающей среды быстро окисляется и на ней образуется оксидная пленка с толщиной до 2 нм. Длительная выдержка металлического алюминия на открытом воздухе приводит к тому, что развитие оксидной пленки может достигать 3 нм, затем рост окисной пленки тормозится или полностью прекращается. Образованная естественным путем оксидная пленка состоит преимущественно из аморфной смеси с включением модификации $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Изменение температурных условий в сторону повышения непосредственно влияет на рост оксидной пленки и при достижении температур близких к температуре ликвидуса сплава, она может достигать толщины до 100 нм.

В процессе выполнения технологических операций плавления и литья, на зеркале расплавленного металла образуется оксидная пленка способная растворять следующие элементы: Cu, Zn, Ti, Cr, Mn и Fe. В алюминиевых сплавах системы Al-Mg основную роль в процессе окисления играет уже растворенный в расплаве Mg, по причине его высокому сродству с кислородом [3].

Концентрация растворенного в алюминиевом сплаве магния от 0,01 до 0,02% способствует созданию окисной пленки из твердого раствора оксида магния в модификации оксида алюминия $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Сплавы алюминия, с содержанием растворенного металлического магния до 1% способны образовывать оксидную пленку, которая состоит из смеси MgO и Al_2O_3 . Увеличение оксида MgO в расплаве алюминия происходит с увеличением его концентрации в расплаве и при концентрации свыше 1 %, оксидная пленка будет состоять исключительно из MgO, которая в свою очередь значительно хуже противостоит окислению жидкого металла кислородом.

Такие элементы как Na и Ca будучи растворенным в расплаве алюминия не препятствуют его окислению, поскольку образуют рыхлоты в окисные пленки металла.

Единственным элементом, препятствующим окислению расплава алюминия, является Be, все прочие элементы, используемые в качестве легирующих и модифицирующих, лишь усиливают окисление алюминия.

Элементы по степени увеличения влияния на окисление расплава алюминия можно представить в следующем порядке: Fe, Mn, Cu, Zn, Ca, Na, Mg.

В атмосферной влаге воздуха протекает гидратация оксидной пленки расплавленного металла. Образовавшийся гидратированный слой имеет свойства сцепляться с Al_2O_3 и его удаление возможно только при значительном повышении температуры. Влага воздуха позволяет дополнительно разрыхлить образовавшийся на расплавленном металле оксидной пленки, что способствует её разрушению и попаданию в расплав водородных включений.

Диаграмма состояния $Al-H$ относится к эвтектическому типу, согласно которой и полученным практическим данным алюминий вступает во взаимодействие с H_2 при сравнительно невысоких температурах, а температура газозвтектики равна $658,9^\circ C$ (рисунок 1.13).

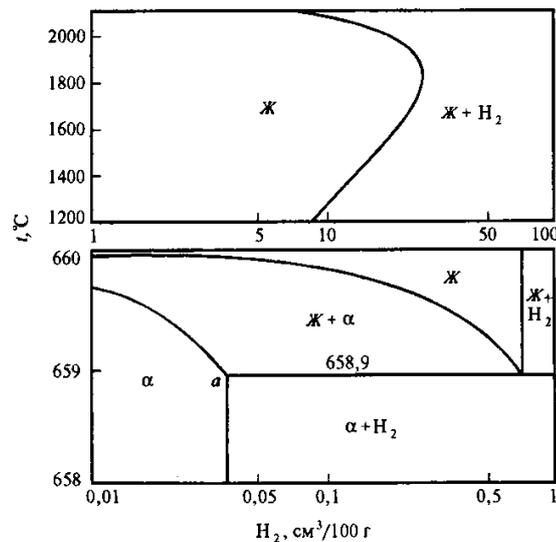


Рисунок 1.13 - Диаграмма состояния системы алюминий – водород [22]

Следует отметить, что полностью отчистить расплав металла от водорода технически невозможно, но значительно сократить его концентрацию снизив до сравнительно небольших значений возможно различными технологическими методами: обработка расплава алюминия вакуумом (контакт расплава с нулевой атмосферой); продувка расплава различными газовыми смесями. Стандартная фильтрация расплава алюминия через ПКФ и т.п., позволяет избавить расплавленный металл не только от неметаллических включений, но и от растворенного в нем водорода в том числе водорода находящегося в оксидах.

Термин растворение так же, как и понятие - твердый раствор, к системе водород-металл неприемлем. В этом случае следует говорить не о растворении, а о сорбции или окклюзии, понимая под этим поглощение и удержание водорода в объеме металла. Основанием для этого утверждения служит то обстоятельство, что состояние водорода в металле, нельзя отнести ни к растворам замещения, поскольку атомы водорода не находятся в узлах решетки металла (растворителя), ни к растворам внедрения.

Коэффициент распределения, равный отношению растворимостей компонента в твердой и жидкой фазах, является константой при любом диапазоне температур кристаллизации расплавленного металла и составляет 0,053.

Граница фазового перехода Жидкость ↔ Жидкость+Газ протекающая при воздействии температуры менее 1600°C может быть описана уравнением Бореллиуса, а при температурах свыше 1600°C используется данное уравнение [3]:

$$S = K_0^* \sqrt{p - p_{\text{пар}}} \exp\left(-\frac{\Delta H_H^*}{2RT}\right), \quad (1.2)$$

где K_0^* - постоянная уравнения Бореллиуса для жидкой фазы [3];

p и $p_{\text{пар}}$ - внешнее давление, равное 1 Атм $\approx 10^5$ Па и давление пара металла при температуре T [3];

ΔH_H^* - теплота растворения водорода в жидкой фазе [3];

R – универсальная газовая постоянная [3];

T - температура металла [3].

Если температура расплавленного металла достигает 1850°C, согласно диаграмме состояния (рис 1.13) кривая растворимости водорода в жидкой фазе находится в максимально возможной концентрации. При температурах свыше 1850°C кривая растворимости водорода начинает снижаться и достигает нулевых значений по достижению температуры кипения [3].

При взаимодействии Al и H₂ могут образовываться два гидрида: AlH и AlH₃, с различной теплотой образования: для гидрида AlH она составляет от -90 да 47 кДж/моль и для гидрида AlH₃ теплота образования может варьироваться от 11,5 до 12,5 кДж/моль. Данные гидриды появляются в процессе взаимодействия водорода, находящегося в атомарной форме с парами алюминия, водород находящейся в молекулярном состоянии не может образовывать гидриды с алюминием. Быстрота взаимодействия водорода, находящегося в атомарном состоянии с алюминием, растет прямо пропорционально росту температурного воздействия. Находясь в расплавленном состоянии алюминий приобретает способность очень эффективно растворять водород, что можно объяснить высокой диффузией. Растворение водорода в алюминии можно описать уравнением [3]:



Константа равновесия этой реакции будет равна:

$$K = [H]^2 / p, \quad (1.4)$$

где $[H]$ - концентрация растворенного в металле водорода [3];

p - давление водорода [3].

Из теории химических реакций известно, что [3]:

$$\frac{d \ln K}{dT} = \frac{\Delta H_H^*}{RT^2}. \quad (1.5)$$

Решением данного выражения является уравнение Бореллиуса, которое часто представляют в логарифмической форме [3]:

$$\lg S = (A/T) + B + 0,5 \lg(p), \quad (1.6)$$

где $S = [H]$ - концентрация растворенного в металле водорода [3];

$$A = -\Delta H_H^*/4,6R \text{ и } B = \lg(K_0). \quad (1.7)$$

Параметр A может быть определен тепловыделением при растворении водорода в металле, а величина B зависит от размерности растворимости S и давления p . Для водорода в алюминии растворимость S обычно задают в $\text{см}^3/100 \text{ г Al}$, а давление выражают в атмосферах. Для практического применения уравнения (1.8) Рэнслей и Ньюфельд предложили следующее выражение [3]:

$$\lg S = (2760/T) + 2,796 + 0,5 \lg(p_{H_2}), \quad (1.8)$$

где p_{H_2} - давление водорода в атмосферах [3].

Равновесное состояние в системе алюминий-водород устанавливается достаточно медленно и для получения конечных результатов необходимо довольно длительное её насыщение. Совокупность захваченного системой водорода движется к определенному неизменному значению и прямо пропорционально увеличивается с возрастанием времени насыщения системы. В таблице 1.1 приведены данные растворимости водорода в жидком и твердом Al протекающие при стандартном давлении $1 \text{ Атм} \approx 10^5 \text{ Па} = 0,1 \text{ Мпа}$ [3].

Таблица 1.1 – Растворимость водорода в алюминии при давлении 1 Атм в $\text{см}^3/100 \text{ г Al}$

Температура, К	300	600	700	800	900	933	933	1000	1100	1200	1300	1400
Растворимость	$1,2 \cdot 10^{-10}$	$4,4 \cdot 10^{-4}$	$4,1 \cdot 10^{-3}$	$1,6 \cdot 10^{-2}$	0,04	0,05	0,4	0,6	1,5	2,5	4,2	23,0

Из таблицы 1.1 видно, что минимально-возможное содержания водорода в расплаве алюминия при стандартной атмосфере может быть не менее $0,05 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$.

Влияние температурных условий на растворимость водорода при кристаллизации алюминия представлена на рисунке 1.14.

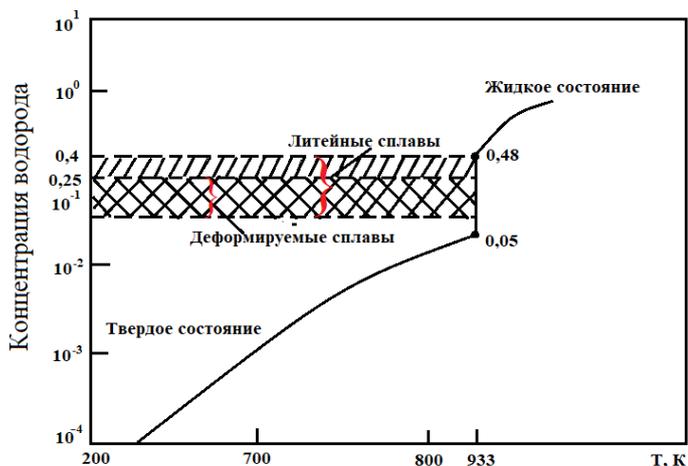


Рисунок 1.14 - Влияние температуры на растворимость водорода в алюминии

В процессе снижения температуры расплава алюминия концентрация растворенного водорода начинает снижаться прямо пропорционально температуре жидкого металла. При изменении агрегатного состояния металла, прямо пропорциональное снижение концентрации водорода изменяется на скачкообразное. В процессе уменьшения температуры растворенный в алюминии водород начинает выделяться в виде пузырьков, что способствует появлению газовой пористости. Форма (линейная, шарообразная, рыхлая) данной пористости определяется параметрами кристаллизации. Значительное влияние на увеличение концентрации растворенного в расплаве алюминия водорода оказывают легирующие элементы, вводимые в жидкий металл в процессе приготовления сплавов. Заметно увеличивает растворимость водорода в алюминии добавленный в него металлический магний. Металлический магний, как легирующая добавка применяется в сплавах серии АМГ. Максимальная растворимость водорода в алюминиевых сплавах при их легировании металлическим магнием наблюдается в образующемся в процессе растворения соединении - алюминате магния (Mg_2Al_3). Растворимость водорода в данном соединении может достигать $5,9 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при его плавлении. Ввод металлического магния в расплав алюминия прямо пропорционально увеличивает растворенный в металле водород. Ввод в расплав алюминий присадки кремния, позволяет снизить концентрацию водорода в металле (рисунок 1.15).

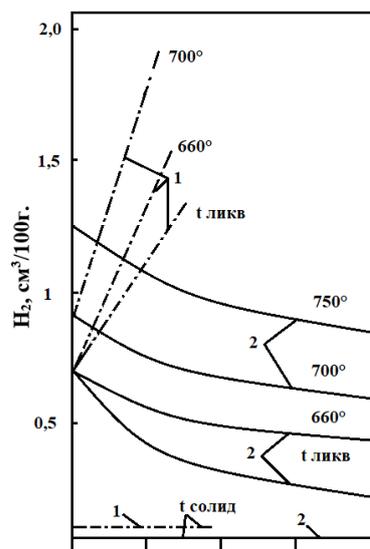


Рисунок 1.15 – Влияние концентрации Магния (1) и Кремния (2) на растворимость водорода в алюминии

Влияние остальных элементов, которые используются в процессе приготовления алюминиевых сплавов на концентрацию растворенного в жидком металле водорода, не всегда однозначно. При температуре расплава алюминия от 700 до 1000 °С добавление легирующей присадки Si позволяет понизить способность растворения водорода более значительно, чем введение Mg.

Присадка легирующего элемента Ni в концентрациях более 0,7% позволяет снизить способность водорода к растворению в расплаве, но при вводе легирующего элемента Mn в таких же количествах, растворимость водорода снижается, но затем происходит её рост. Введение легирующей присадки Ni в концентрации более чем 0,7% позволяет снизить способность водорода растворяться в алюминиевых сплавах. Ввод Fe в расплав алюминия до значений 0,6% и Ti в значениях менее 0,9% способствуют улучшению растворимости газообразного водорода в расплаве. Ввод такой легирующей присадки как Cr на растворимость водорода оказывает достаточно неоднозначное влияние. В диапазонах температур от 700 до 800 °С и концентрациях введённого Cr от 0,3 до 1% растворимость водорода имеет свойства возрастать, но затем происходит снижение. В интервале температур от 900 до 1000 °С и значениях хрома до 0,3% в сплаве алюминия растворимость водорода значительно возрастает [142]. Следует отметить, что в реальных условиях алюминиевые сплавы многокомпонентны и однозначно определить в них растворимость водорода не просто, поскольку она также зависит от различных образующихся фаз.

Способность водорода к растворению в кристаллизованном алюминии незначительна и может варьироваться от 0,15 см³/100 г Al в абсолютно чистом металле до 0,7 см³/100 г Al

для сплавов с 6% содержанием Mg. Способность водорода к растворению в кристаллизованном алюминиевом сплаве легированного Mn практически не изменяется и соответствует данным растворения для алюминия высокой чистоты. Кристаллизованный алюминиевый сплав содержащий в своем составе Ti и Zr даже в очень небольших количествах увеличивают способность водорода к растворению и при увеличении температуры растворимость увеличивается прямо пропорционально и может достигать значения до 1,6 см³/100 г Al. Способность водорода растворяться в расплаве алюминия процесс аддитивный, следовательно ввод в алюминий различных легирующих элементов, потенциально способствующих к увеличению растворимости водорода, могут продуцировать его увеличение [142].

При технологических процессах производства плоских и цилиндрических слитков из алюминия и его сплавов, растворенный в расплаве алюминия водород в большинстве случаев будет образовывать твёрдые пересыщенные растворы, а при крайне высокой скорости кристаллизации алюминиевого сплава, абсолютно весь водород переходит в твердый пересыщенный раствор.

Советским ученым А.А. Бочваром «был предложен параметр, позволяющий оценить пересыщение твердого раствора алюминия водородом.»:

$$\eta = \frac{C_p - S_{me}}{S_{me}}, \quad (1.9)$$

где C_p - концентрация водорода в расплаве;

S_{me} - растворимость водорода в твердом металле при температуре солидуса.

Концентрация водорода в кристаллизованном металле имеет более меньшие значения, чем предполагает теория, в следствии того, что водород частично покидает расплав алюминия в процессе его кристаллизации, а также учувствует в образовании различных пор. Однако необходимо уточнить, что концентрация растворенного в металле водорода может быть крайне высока [142].

Можно сделать вывод, что в алюминии и его сплавах в кристаллизованном состоянии растворенный водород может присутствовать в различных состояниях. Самое распространённое состояние растворенного водорода в алюминии и его сплавах это нахождение его в твёрдом растворе, далее идет его сильно пересыщенное состояние, следом растворение водорода в фазах интерметаллидов и водород также может присутствовать на границах межфазного раздела, а находясь в молекулярном состоянии водород способен образовывать поры [142].

Способность водорода растворяться в расплаве алюминий, напрямую зависит от его давления и, следовательно, подчиняется закону Сивертса, который дает возможность определить эффективность растворения водорода, при различном его давлении [142]:

$$S = K_s \sqrt{p_H}, \quad (1.10)$$

где K_s - константа Сивертса;

p_H - давление водорода в газовой фазе.

Давление отдельно взятого компонента, а именно парообразной воды в процессе проведения технологической операции плавки изменяется в очень широком диапазоне. В лабораторной небольшой печи, давление может составить до 0,002 МПа, а в печи, где в качестве топлива используется газ, данное давление может достигнуть значений 0,016 МПа [142].

Исходя из термодинамических расчетов, можно сделать вывод, что парам влаги ставится в соответствие высокое давление водорода. Свободная энергия реакции (1.11) равна:

$$\Delta F = -20700 + 63,8 T. \quad (1.11)$$

Согласно закону действующих масс, при температуре 500°C, можно получить:

$$\ln(K_p) = -\frac{\Delta F}{RT} = 102,5 = \ln\left(\frac{p_{H_2}}{p_{H_2O}}\right)^3, \quad (1.12)$$

где K_p - константа равновесия реакции (1.14), равная отношению кубов парциальных давлений водорода и паров воды.

Следовательно, давление отдельно взятого компонента (H_2) может достигать больших значений, даже при крайне низких давлениях водяного пара. Исходя из этого делается вывод, что наводороживание расплава алюминия может протекать даже при очень невысоких концентрациях водяного пара в атмосфере.

Давление отдельно взятого компонента (H_2) в процессе реакции водяного пара с расплавом алюминия значительно выше, чем при распаде водорода в молекулярном состоянии, благодаря этому водород, образовавшийся из паров воды эффективно попадает в расплавленный металл.

Процесс насыщения расплава алюминия водородом протекает до момента, когда концентрация растворенного водорода будет выше, чем концентрация равновесия алюминия с водородом, находящимся в молекулярной форме, после этого водород будет переходить в молекулы и уходить из расплавленного металла в атмосферу.

Достоверно известно, что концентрация водорода возрастает с ростом температуры при контакте расплавленного металла с парами влаги и может быть выражено уравнением Бореллиуса:

$$\lg S = (5800/T) + 4,58 + 0,5 \lg(p_{H_2O}), \quad (1.13)$$

где $p_{H_2,0}$ - давление водорода в атмосферах.

Поверхность алюминиевого расплава, в равной степени, как и кристаллизованного металла обладает оксидной пленкой (Al_2O_3), также на поверхности может присутствовать оксидная пленка, образованная вводимыми в расплав алюминия легирующими элементами. Данная пленка препятствует загрязнению алюминиевого сплава водородом, и чистота металла по газовым включениям напрямую зависит от характеристик данной пленки. Согласно данным литературы, можно сделать вывод, что Al_2O_3 взаимодействует (адсорбирует) непосредственно с H_2 и оксид алюминия является одним из основных источников загрязнения расплава водородом [142].

Энергия активации реакции адсорбции водорода (H_2) оксидом алюминия (Al_2O_3) равна 142 кДж/моль, а теплота данного процесса будет равна 50 кДж/моль. Теплота физической адсорбции водорода обычно составляет 12,5÷16,7 кДж/моль, а хемосорбции 83,7÷104,7 кДж/моль и выше [142].

Можно сделать вывод, что при взаимодействии (адсорбции) оксидом алюминия (Al_2O_3) водорода (H_2) из паров влаги воздуха присутствуют химические связи. Данная адсорбция протекает на определенных точках оксида алюминия (Al_2O_3), данные особые участки образуются в процессе обезвоживания.

Концентрация водорода захваченного оксидом алюминия (Al_2O_3), возрастает пропорционально с подъемом температуры и увеличением давления. Эффект значительно проявляется при температурах свыше 450 °С (рисунок 1.16).

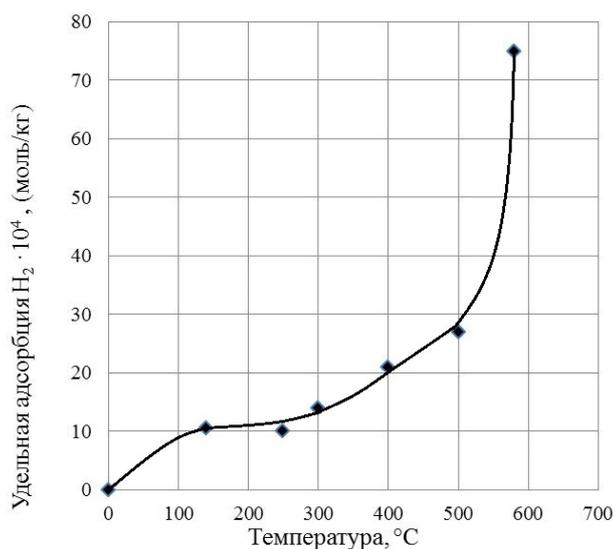


Рисунок 1.16 – Изменение количество водорода, адсорбированного оксидом алюминия в зависимости от температуры при давлении 200 Па [142]

Равновесие в данной системе достигается крайне долго, даже при температурном воздействии в 600°C и протекании процесса в течении 40 ч., равновесие достичь не удаётся, а при температуре 450°C, водород занимает менее 1% всей площади.

Находящейся в объеме расплавленного металла оксид алюминия (Al_2O_3) в равной степени может быть источником загрязнения расплава водородом. Из этого можно сделать вывод, что рафинирование расплава алюминия от различных оксидов, путем прохождения расплава через ПКФ или продувкой такового различными газовыми смесями (активными и нейтральными) удаляют из расплавленного металла, не только загрязняющие его оксиды, но и газовые включения.

Влияние различных методов фильтрации и дегазации для марочного сплава алюминия (А7), на содержание в нем оксида алюминия (Al_2O_3) и растворенного водорода показано на рисунке 1.17 [142].

Эффективность очистки расплавленного металла от оксида алюминия (Al_2O_3) прямо пропорциональна эффективности дегазации алюминия, чем выше степень очистки, тем меньше в алюминии водорода. Отступлением от данного правила может служить лишь дегазации расплава алюминия азотом, либо контакт расплавленного металла с нулевой атмосферой. (рисунок 1.17)

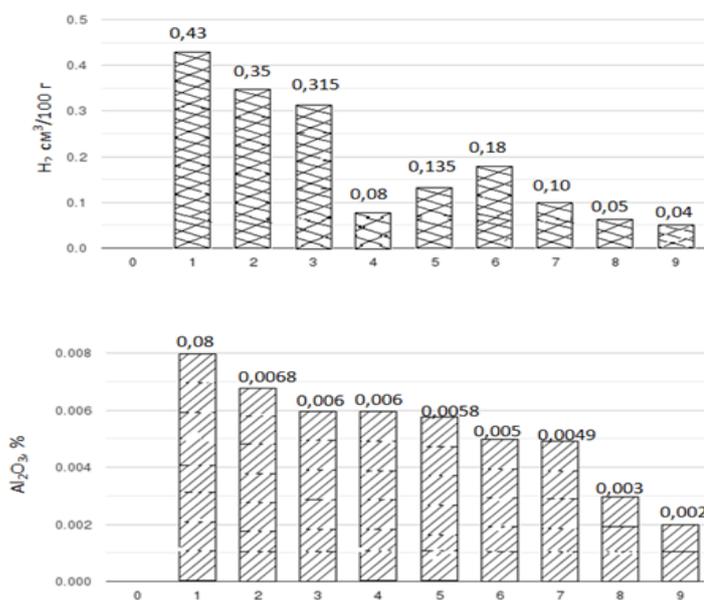


Рисунок 1.17 – Концентрация оксида алюминия и растворенного в металле водорода после различных методов рафинирования [142]: 1 - исходный металл; 2 - выдержка при 700°C в течение 60 мин; 3 – прохождение металла через стеклоткань; 4 - обработка расплавленного металла азотом; 5 – обработка расплава вакуумом; 6 – обработка расплава алюминия флюсовыми препаратами; 7- обработка хлоридом марганца; 8 - обработка гексахлорэтаном; 9 – обработка металла газовой смесью (хлор + аргон)

Важно уточнить, что оксид алюминия (Al_2O_3) имеет сравнительно более высокую плотность, чем расплавленный металл 3900 против 2350 кг/м³ соответственно, в следствии чего он крайне неупорядоченно распределен в объеме расплавленного металла, и основная его часть приходится на дно емкости. Исходя из этого можно сделать вывод, что содержание растворенного в металле водорода на поверхности ниже, чем на дне расплава, хотя основным источником проникновения водорода в металл является его зеркало. Данная особенность учитывается при проектировании литейных агрегатов, в частности миксера, где разлив металла происходит на 70 мм выше его донной части. С повышением концентрации оксида алюминия (Al_2O_3) в расплаве значительно снижает эффективность удаления водорода из алюминиевого расплава, рост концентрации окислов металла до 0,0122% в разы сокращает возможности произвести дегазацию. Непосредственные исследования связи оксидов металла с концентрацией водорода в расплаве, практически невозможно в связи с техническими трудностями, однако имеющихся данных достаточно, для достоверного определения наличия таковой связи.

Из анализа литературных данных, приведенного выше, можно сделать выводы:

1) Алюминиевые сплавы активно контактируют и взаимодействуют с газами окружающей атмосферы, особенно с водяными парами, кислородом и водородом, находящимся в атмосфере воздуха, преимущественно во время плавления и разлива расплава;

2) На зеркале расплава алюминия в процессе его плавления моментально образуется модификация оксида алюминия ($\gamma-Al_2O_3$); которая при достижении температур свыше 1000°C переходит в модификацию оксида алюминия ($\alpha-Al_2O_3$), и данный переход завершается при достижении температуры 1200°C;

3) Переход из одной формы модификации оксида алюминия γ в другую форму модификации α оксидная пленка теряет свою целостность и ее защитные свойства значительно сокращаются, что влечет за собой дальнейшее окисление расплава. По завершению перехода модификации оксида алюминия ($\gamma-Al_2O_3$) в модификацию оксида алюминия ($\alpha-Al_2O_3$) защитные свойства пленки полностью восстанавливаются.

4) Сплавы алюминия содержащие легирующие компоненты: Медь, Цинк, Кремний, Титан, Хром, Марганец и Железо способны образовывать собственную оксидную пленку в оксидной пленке алюминия;

5) В сплавах системы Al-Mg основную роль в окислении расплава начинает играть растворенный магний, в следствии того, что он имеет более высокое сродство к кислороду.

6) Концентрация водорода в расплаве алюминия возрастает с увеличением температуры нагрева металла и повышением концентрации оксида алюминия (Al_2O_3);

7) Способность водорода к растворению в алюминиевом расплаве является суммарным и зависит от многих факторов. В процессе приготовления сплава на этапе ввода легирующих

компонентов (Mg, Ti, Sc), увеличивающих способность водорода к растворению, происходит насыщение расплава алюминия водородом, а при вводе таких компонентов как Si и Be происходит снижение его концентрации;

8) Концентрация водорода в алюминиевом расплаве значительно выше в нижней части емкости с расплавленным металлом, хотя основное насыщение расплава водородом происходит через зеркало металла;

9) Увеличение концентрации оксида алюминия в расплаве металла, значительно сокращает эффективность удаления водорода из расплавленного металла, при концентрации оксида алюминия в 0,0122% скорость дегазации может снизиться в несколько раз;

10) Минимальная концентрация растворенного водорода в алюминиевом сплаве может быть не менее $0,04 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$ при давлении 1 Атм.

1.3 Современные методы и оборудование для рафинирования и дегазации алюминиевого расплава

В настоящий момент самым широко распространённым способом классификации является классификация, разработанная советским ученым Альтманом М.Б., который предложил разделить все методы рафинирования алюминиевых сплавов на абсорбционные и неабсорбционные. Результативность абсорбционного метода рафинирования зависит непосредственно от плотности взаимодействия расплавленного металла с используемым для рафинирования реагентом, такими реагентами могут быть применяемые флюсы, газовые смеси (инертные и активные), фильтрация расплава через различные стационарные фильтры. К неабсорбционным методам он предлагает относить все внешние воздействия, например, обработку расплавленного металла ультразвуком, вакуумирование (контакт металла с нулевой атмосферой), дегазация расплава алюминия воздействием электрического тока, дегазация путем перемешивания металла магнитным полем (МГД), а также применяемые относительно редко различные вибрационные воздействия [143].

Классификацию по свойствам различных сред рафинирования, которые позволяют учитывать отчистку из расплавленного металла различных примесных элементов и зависящей не только от различных технологических методик обработки расплава, но и непосредственно от свойств самой среды, предложил Макаров Г. С. [144].

«В.И. Напалков предложил классифицировать все имеющиеся процессы рафинирования алюминиевых расплавов по основным технологическим признакам, которые лежат в основе данных процессов и произвел их разделение на три основные группы» [3,9,24,31]:

а) поверхностное рафинирование [3,9,24,31];

б) рафинирование в струе [3,9,24,31];

в) рафинирование пузырьками. [3,9,24,31].

Согласно предложенной классификация В.И. Напалкова, каждый из технологических процессов имеет в основе физическую составляющую, например, вакуумирование или продувка расплава алюминия различными газовыми смесями.

Некоторые из перечисленных методов являются специальными и могут применяться только к конкретному процессу, например, технологическое отстаивание применимо только к рафинированию в металлургической емкости заполненной расплавленным металлом, фильтрация - только к рафинированию расплава при его переливе или движении расплавленного металла по металлотрактору. Прочие методы, а именно обработка вакуумом, обработка флюсовыми препаратами и различными газовыми смесями, являются универсальными и применимы к любому процессу. Стоит добавить, что в одном технологическом процессе допускается использования последовательно два и более методов рафинирования [3,9,24,31].

В общем случае многочисленные методы рафинирования и дегазации можно свести к следующим основным группам:

- 1) применение газов: нейтральные, активные, газовые смеси;
- 2) вакуумирование;
- 3) использование флюсов;
- 4) обработка расплава в струе;
- 5) фильтрация;
- 6) воздействие различных полей: гравитационных, электрических, электромагнитных, кавитационных;
- 7) обработка плазмой.

Следует отметить, что один и тот же метод по-разному влияет на загрязненность и дегазацию расплава. Так интенсивному уменьшению неметаллическими включениями способствует фильтрация алюминиевого расплава через стеклоткань, а наиболее действенным методом можно назвать использование различных способов фильтрации через активные фильтры, а именно электрофлюсовое рафинирование. Однако стоит уточнить, что данный метод не позволяет значительно понизить концентрацию водорода в расплаве алюминия и в следствии чего не устраняет пористость, образованную растворенным в расплаве водородом.

Анализ литературы позволил выделить следующие современные методы рафинирования алюминиевых сплавов от водорода [22,31]:

- рафинирование постоянным электрическим током;
- электровакуумное рафинирование;
- вакуумирование (в том числе внутреннее вакуумирование);
- обработка расплавов наносекундными электромагнитными импульсами (НЭМИ);

- рафинирования газофлюсовой смесью;
- дегазация флюсами;
- обработка металлом-геттером.»

Для улучшения качеств, путем очистки алюминиевых расплавов от газовых и твердых примесей используется печное и внепечное рафинирование. Достоверно известно, что любая из существующих методик дегазации может приводить не только к снижению содержания растворенных газов в расплаве алюминия, но и к удалению части взвешенных в нем по объему включений. Можно утверждать, что вместе с рафинированием расплава алюминия от неметаллических включений, также происходит и частичная дегазация металла [47].

Существующая взаимосвязь позволяет рассматривать дегазацию и очистку, как разные стороны единого процесса рафинирования.

Рафинирование постоянным электрическим током.

В ионизированном состоянии растворенный в жидком алюминии водород может образовывать комплексы сложных оксидов, чье существование может объяснить теория электростатического взаимодействия.

Учитывая этот фактор, возможно рафинирование алюминиевых сплавов в поле электрического тока (постоянного и переменного) [31, 32, 33, 34].

Сравнительно более лучшие результаты по рафинирование расплавленного металла удается достичь при воздействии на металл именно постоянного тока, поскольку при катодной поляризации потока расплава начинает понижаться его межфазное натяжение между флюсом и зеркалом металла, данное обстоятельство ведет к увеличению эффективности его очистки [31]. Авторами [22, 29] было установлено, что, воздействуя на алюминиевые литейные сплавы электрическим током можно удалить растворенный в расплаве металла водород, а также уменьшить средний размер зерна

Рафинирование алюминиевых расплавов наносекундными электромагнитными импульсами

При обработке расплавов наносекундными электромагнитными импульсами (НЭМИ) [32], вследствие энергетического взаимодействия коротко-импульсных электромагнитных полей напряженностью $10^5 \div 10^7$ В/м с металлическим расплавом происходит локальное разрушение его кластерной структуры, приводящие к изменению физических характеристик расплава и кристаллизационных параметров, механических и эксплуатационных свойств металлов (изучено на примере силуминов). В процессе более длительно воздействия НЭМИ на расплав алюминия, можно достичь эффекта снижения среднего размера зерна.

Рафинирование обработкой металлом-геттером.

Влияние металла-геттера на дегазацию расплава исследовали на алюминий-кремниевом сплаве марки АК8 [32].

Авторами были представлены результаты эксперимента по выявлению зависимости содержания растворенных в расплаве газов, механических свойств исследуемого сплава от времени воздействия обработки данного сплава металлом – геттером при его введении в расплав в количестве 0,2% и времени выдержки до 7 минут. Увеличение выдержки в процессе воздействия металла-геттера на расплав алюминия приводит к значительному снижению растворенных газов в расплаве и повышению такого механического свойства, как относительно удлинение. Следует также отметить, что максимальное значение предела прочности при воздействии металла-геттера на расплав алюминия может быть достигнуто при времени выдержки в 7 минут, далее предел прочности начинает снижаться.

Рафинирование расплава алюминия флюсами.

Один из самых эффективных методов рафинирования алюминиевого расплава является его обработка механически смешанными или сплавленными солевыми смесями (флюсами)

Достаточно обширное распространение получили флюсы, имеющие в своем составе как основу хлориды и фториды металлов. Основным назначением флюсов является их способность к адсорбированной до 10 массовых процентов оксида алюминия (Al_2O_3) и как известно из приведенного выше литературного анализа, вместе с оксидом алюминия расплав также покидает растворенный в нем водород [31].

Новые составы дегазирующих флюсовых композиций, разработанные НПП «Эвтектика» исследованы в работах [29, 32] Высокую эффективность по степени очистки алюминиевых сплавов от газовых включений показали таблетки НПП «Эвтектика» [32]. Данные разработанные таблетки предназначены для удаления растворенных в расплаве газовых примесей из различных литейных и деформируемых сплавов [45].

Механизм работы данных таблеток основан на очистке расплава по известному сорбционно-флотационному механизму и захвата водорода путем его преобразования в гидриды. Данные препарат в расплаве алюминия подвергается распаду под действием температурного воздействия с образованием различных карбонатных и азотосодержащих компонентов, а также продуктов, содержащих хлористые газы [37].

Рафинирование вакуумной обработкой расплава.

Вакуумирование алюминиевых сплавов, как метод рафинирования получил широкое распространение в начале 70-х годов. Процесс представляет собой эффективный, простой, недорогой и экологически чистый способ удаления водорода из расплава алюминия. Понижение давления над расплавом вызывает десорбцию газа с поверхности сплава и диффузию нового

количества газа к поверхности зеркала расплава и уже имеющимся в расплаве газовым пузырькам. Метод позволяет получать низкий стабильный уровень содержания газа в расплаве, так проведение вакуумирования в миксере позволяет снизить содержание водорода в металле примерно в 2 раза. Для роста производительности оборудования с установленными вакуумными миксерами, применяют методику контакта расплавленного металла с нулевой атмосферой при его переливе в литейный миксер, с заранее созданным в нём вакуумом. Данный технологический процесс позволяет получить крайне высокую скорость очистки расплава от газовых примесей, это достигается благодаря отсутствию металлостатического давления в следствии чего переход растворенного в расплаве водорода к образующимся пузырькам ускоряется [31].

Дегазация может осуществляться непрерывно без остановки операции заливки, сохраняя низкий уровень концентрации водорода в течение всех рабочих операций непрерывного литья, схема такого устройства представлена на рисунке 1.18.

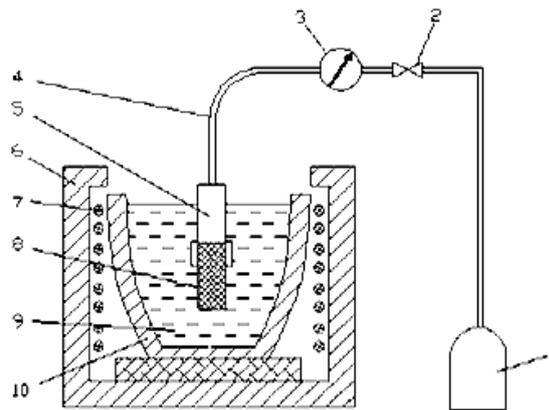


Рисунок 1.18– Схема вакуумной дегазации расплава с пористым абсорбером [5]:
1-вакуумный насос; 2- контрольный клапан; 3- вакуумный измерительный прибор; 4 – труба, соединяющая абсорбер и вакуумную систему; 5 - соединение; 6 - корпус печи; 7 - нагревающий элемент; 8 - пористый абсорбер; 9 - расплав алюминия; 10 - тигель

В нормальных условиях, содержание водорода в расплаве алюминия может поддерживаться около $0,1 \text{ см}^3/100\text{г Al}$. Вакуумирование не вызывает образования зародышей газовых пузырьков. Новые принципы вакуумной дегазации предложены в работе [5]. При дегазации большого объема металла требуется совмещать вакуумирование (контакт расплава с нулевой атмосферой) с каким-либо другим способом рафинирования, позволяющем стимулировать образование зародышей газовых пузырьков. Такими способами может быть ультразвуковое воздействие или введение флюсов [38].

Рафинирование ультразвуковой обработкой расплава.

Метод ультразвуковой очистки расплавов обладает рядом преимуществ над другими методами дегазации, он не требует больших затрат энергии, экологичный и имеет невысокую стоимость. Ультразвуковая очистка расплавов (УЗО) или Ultrasonic melt treatment (UST) практикуется с 1950 года и известно, что обработка расплавов ультразвуком оказывает значительное влияние на процесс кристаллизации [39,40,6].

Изучение закономерностей ультразвуковой дегазации жидкостей (обычно в качестве модельного раствора используется вода) позволяет судить о возможности и перспективности использования этого метода в металлургии, где проблема дегазации металла стоит весьма остро.

Ультразвуковые колебания ведут к дегазации и, как следствие, к уменьшению пористости [6, 41]; измельчению частиц первичной фазы и зерен [6, 42]; фрагментации дендритов [7, 13]; уменьшению сегрегации и агломерации из-за больших акустических давлений, оказываемое при схлопывании кавитационных пузырьков [6].

Широкий круг исследований по ультразвуковой дегазации металлических расплавов описан в работах Г. И. Эскина и Д. Г. Эскина [38 6, 41, 42, 8, 43, 44]. В исследованиях были выявлены закономерности ультразвуковой дегазации легких сплавов на основе алюминия и магния, создано ультразвуковое уникальное оборудование, пригодное для обработки расплава в процессах фасонного и непрерывного литья, разработана технология ультразвуковой обработки расплавов. Несмотря на специфические особенности процесса ультразвуковой дегазации различных металлических жидкостей, кинетика дегазации при ультразвуковой обработке подчиняется общим закономерностям. В частности, чем выше интенсивность ультразвука, тем эффективнее удаляется газ из расплава. Ультразвуковая дегазация базируется на кавитации и динамике пузырьков газа.

Кавитация – это образование, рост, колебание, коллапс и взрыв пузырька, направленный внутрь жидкости. Зависимость эффективности процесса от вводимой акустической мощности характеризуется тремя областями. Формирование этих областей можно истолковать с позиций возникновения и развития в жидком металле акустической кавитации. Так в области I докавитационных режимов обработки эффект дегазации практически отсутствует. В области начала развития кавитации II эффективность дегазации сначала резко возрастает, а затем постепенно стабилизируется. Область III - область развитой кавитации.

На рисунке 1.19 показана диаграмма перехода от дендритной к недендритной кристаллизации за счет повышения интенсивности ультразвуковой обработки расплава и развитию кавитации при непрерывном литье цилиндрических слитков диаметром 70 мм из высокопрочного алюминиевого сплава системы Al-Zn-Mg-Cu-Zr [8].

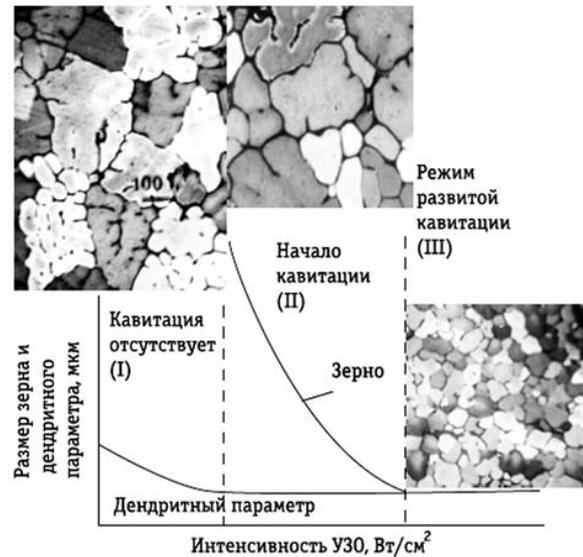


Рисунок 1.19 – Зависимость интенсивности ультразвуковой обработки расплава и эффективности развития кавитационных процессов при кристаллизации слитков диаметром 70 мм из сплава 1960 со скоростью охлаждения 60 К/с на переход от дендритной к недендритной кристаллизации [8]: I – кавитация отсутствует; II– начало кавитации; III– режим развитой кавитации

Комбинирование обработки расплавленного алюминия ультразвуком и одновременным введением модифицирующей присадки первого рода способствует формированию структуры субдендритного типа (недендритная структура), а фактором, однозначно определяющим размер субдендритного зерна и обеспечивающим предельное его измельчение, становится скорость охлаждения (рисунок 1.19), экспериментально установлено в работе [8] (таблица 1.2).

Таблица 1.2 – Влияние кавитационной обработки расплава на параметры структуры сплава 1960 [8].

Диаметр слитка, мм	Тип структуры, размер зерна	Параметры структуры, мкм.		
		Размер зерна	Размер дендритного параметра	Толщина пластин эвтектики
285	Недендритная, литье с УЗО	50÷60	–	0,3
	Дендритная, литье без УЗО	≤ 1000	50÷70	3÷5
70	Недендритная, литье с УЗО	20÷30	–	0,1
	Дендритная, литье без УЗО	400÷500	20÷40	1÷3

В жидкости, окружающей пузырьки, создаются экстремальные условия, при этом температура достигает значений более 10000 К [47], давление более 400 МПа [47, 48] и скорость охлаждения более 1011 К/с [49]. Возникновение и развитие в расплаве кавитации меняет соотношение между мощностью колебаний, подводимых к расплаву и вводимых в него, что связано с энергетическими затратами на развитие кавитации и падением волнового сопротивления кавитирующей жидкости (в $8 \div 10$ раз) вследствие изменения ее состояния, т. к. наличие пузырьков изменяет плотность среды и скорость распространения колебаний. Указанные зависимости были подтверждены многочисленными экспериментами, проведенными с алюминиевыми и магниевыми сплавами [38, 6, 41, 42, 8, 43, 44, 46, 48, 49, 67, 10, 50-59].

В работе [60] была разработана методика для оценки интенсивности акустической кавитации при дегазации алюминиевых расплавов, которая может быть применена для выбора оптимального времени обработки расплава. Было установлено, что эффективность дегазации находится в экспоненциальной зависимости от субгармоники с амплитудой ($f/2$) (рисунок 1.20).

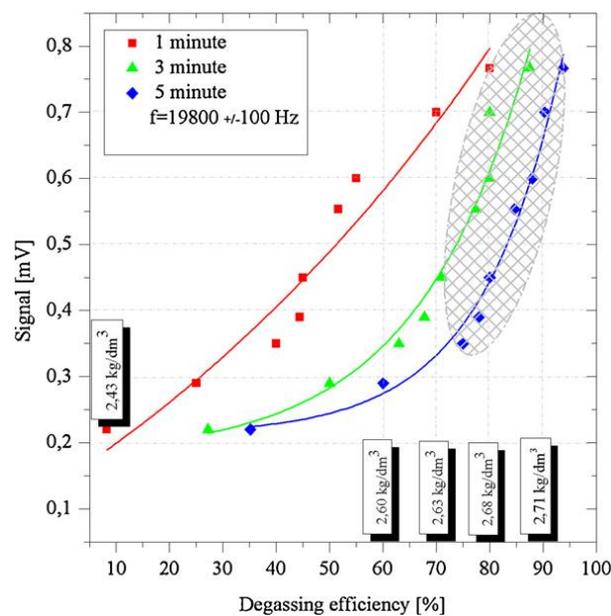


Рисунок 1.20 – Эффективность дегазации в зависимости от амплитуды колебаний для сплава (AlSi9Cu3) при различной длительности дегазации [60]

Амплитуда ($f/2$) зависит от нескольких факторов, а именно от мощности воздействия и температуры расплава. Субгармоническая амплитуда ($f/2$) менее $0,33 \text{ mV}$ не дает возможность убрать пористость образца. Минимальное время дегазации составило 5 минут.

В процессе технологической операции литья, зачастую протекает гетерогенная кристаллизация с возможностью использования квантиционной обработки расплавленного металла. При стремительном затвердевании расплава используется механизм гомогенной кристаллизации с переохлаждением расплавленного металла [8].

Эффективность дегазации ультразвуком можно повысить за счет повышения скорости дегазации и повышения плотности расплава в интервале температур $700 \div 750$ °С при использовании технологии МММ (Multifrequency Multimode Modulated) [39].

В работах Эскина Г. И. [38] показана оценка эффективности дегазации расплавленного металла ультразвуком в сравнении с другими распространёнными способами дегазации - очистка расплавленного металла различными флюсами и вакуумированием. Приведены кинетические кривые выделения водорода в сплаве АЛ9 при пониженном давлении, рафинировании хлористыми солями и ультразвуковой обработке (рисунок 1.21) [38].

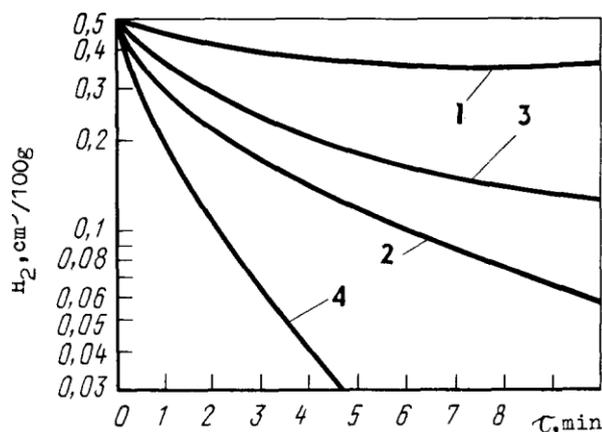


Рисунок 1.21 – Кинетика выделения водорода из расплава (Al-Mg-Si) [38]

- 1 - действие хлоридов; 2- обработка ультразвуком; 3 - вакуумная дегазации;
4 - комбинированная дегазация

Дегазирующий эффект рафинирования солями незначителен. Вакуумирование повышает эффективность дегазации в сравнении с флюсами, а ультразвук - еще больше. Совместное действие ультразвука и обработкой расплава вакуумом (контакт металла с нулевой атмосферой) ведет к дополнительному ускорению процесса и снижению предела насыщения газом расплава алюминия. Поэтому комбинированная обработка расплава алюминия ультразвуком и вакуумирование представляет собой один из наиболее действенных способов получения слитков с высокими эксплуатационными характеристиками алюминиевых сплавов. Проведен-

ные эксперименты в работе [38] показали возможность эффективного ультразвукового рафинирования алюминия при непрерывном литье больших объемов металла в промышленных условиях.

Кинетика ультразвуковой кавитации дегазации и повторного выделения газов из расплава после окончания процесса дегазации было изучено на примере сплавов А380 и А356 [61]. Показано, что дегазация с эффективностью около 50% может быть достигнута в течение 1÷2 минуты обработки. Повторное выделение газов происходит только в том случае, когда содержание водорода при ультразвуковой дегазации снижается ниже предела квазиравновесной концентрации. Дальнейшие исследования этого явления требуют учета влияния различной интенсивности ультразвука, температуры расплава, давления над расплавом [61].

Авторами работы [62] предлагается новая усовершенствованная система ультразвуковой дегазации, состоящая из блока управления, системы питания ультразвука и, специально разработанного преобразователя, ультразвукового стека. Система, погруженная в расплав алюминия, позволяет обрабатывать алюминий непрерывно. Отличием является то, что система способна работать непрерывно в жестких условиях расплавленного металла.

М. Hasanu, A.R. Naji-Meidani в своей работе [63] предложили математическую модель, которая позволяет предсказывать динамическое поведение сферического пузырька водорода в расплаве алюминия, содержащем 3÷4% меди под действием ультразвукового поля. Радиальное движение пузырька описывается уравнением Рэля-Плессе. Двухфазная зона, окружающая пузырь, моделируется на основе уравнений переноса для пористой среды. В модели учитывается теплообмен между пузырьком и окружающим расплавом. Рассчитанное динамическое давление в расплаве, окружающем пузырек водорода показывает, что даже далеко от поверхности пузырька давление расплава достаточно высоко и может привести к разрушению дендрита на фрагменты (рисунок 1.22).

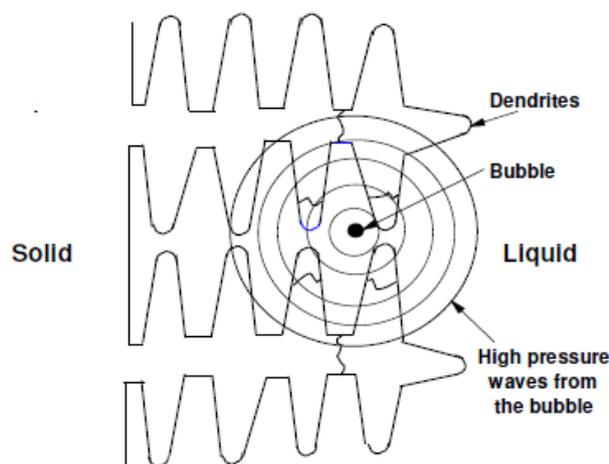


Рисунок 1.22 – Схема волн высокого давления, генерируемых в затвердевающий расплав из-за взрыва захваченного пузырька водорода [63]

Высокое давление волн является также источником локального разрушения термодинамического равновесия в расплаве и может вызвать сдвиг точки плавления в сторону повышения.

Современные исследования направлены в основном на выявление условий более управляемой и эффективной ультразвуковой обработки расплавов различных систем и применение ультразвуковой обработки в больших объемах расплавов [55-59]. Под руководством D. Eskin, I. Tzanakisa в научном центре «Brunel Centre for Advanced Solidification Technology» (г. Лондон) разработан промышленный образец источника УЗК для обработки больших объемов расплава. Результаты исследований представлены в таблице 1.3.

Таблица 1.3 – Влияние расстояния от источника УЗК, амплитуды колебаний и температуры расплава на интенсивность кавитации в жидком алюминии [58].

Параметры установки	Экспериментальные условия	Эффективность, %
Акустическая энергия от 2 до 3.5 кВт	Температура: 750 °С Расположение ниже источника УЗК	12%
Эффективное расстояние R мм	Мощность: 3.5 кВт Температура: 750 °С	74%
Температура расплава от 720 до 750 °С	Мощность: 3.5 кВт Расположение ниже источника УЗК	14%

Ультразвуковая обработка является эффективным средством дегазации жидких алюминиевых сплавов, которые могут быть применены для обработки относительно больших объемов. По эффективности, как отмечается в работе [56], этот метод сопоставим с роторной дегазацией алюминия и его сплавов аргоном, широко используемым в настоящее время. Использование ультразвуковой дегазации приводит к меньшим потерям металла во время дегазации по сравнению с роторной дегазацией.

Рафинирование расплава алюминия путем его продувки газами.

Дегазация расплава алюминия и удаление НМВ путем его продувки активными (Сl) или нейтральными (Ar, He, N) газами является одним из часто применяемых технологических способов повышения качественных характеристик получаемой продукции [31].

Процесс дегазации расплава алюминия является только одной из многих операций по рафинированию жидкого металла, данная операция системно связана с предшествующими и последующими стадиями рафинирования металла

Рафинирование расплава алюминия путем его продувки нейтральными газами, такими как аргон, протекает при реализации нескольких одновременных процессах:

- Дегазация расплава алюминия от растворенного в нем водорода, который диффундирует в пузырьки применяемого для рафинирования газа;
- удаление различных НМВ путем действия на них флотирующих пузырьков применяемого газа.

Эффективность рафинирования расплава алюминия прямо пропорционально зависит от размера пузырьков используемого при продувке газа и его равномерного распределения в объеме расплава. Принцип работы установки дегазации заключается в подачи в емкость с металлом с помощью одного или нескольких импеллеров для подачи инертного или активного газа. Инжектор применяемый в установке разбивает газ на отдельные пузыри, которые подаются непосредственно в расплав алюминия. В момент подъема образовавшихся пузырьков к зеркалу расплавленного металла, растворенный в алюминии водород удаляется из расплава. [31].

Обработку расплавленного металла инертными или активными газами с применением вращающегося с относительно высокой скоростью ротора, установленного в машине дегазации можно считать одной из самых эффективных технологических методик в области расщепления в расплаве алюминия фазы рафинирования. Данная методика позволяет значительно улучшить процесс удаления растворенного водорода и НМВ из расплава.

Используемые в машине дегазации роторы, как правило выполнены из спрессованного графита, и представляют собой открытые трубки с небольшим внутренним диаметром, работающие при повышенном газовом давлении до 1 МПа. В сам расплавленный металл подается лишь небольшая газовая струя, которая в дальнейшем разбивается на множество небольших отдельных пузырьков. (рисунок 1.23) [37].

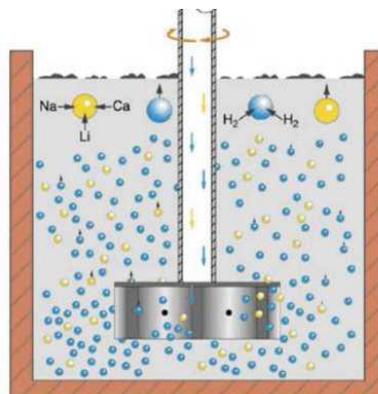


Рисунок 1.23 – Принципиальная схема установки для продувки алюминиевых расплавов «ALPURS 1000» [37]

Использование различных конструкций роторов в процессе дегазации дает возможность получить сравнительно большое количество мелких газовых пузырьков, а также позволяет добиться их максимального распределения в расплаве алюминия при одновременно высокой конвекции во всем объеме металла. Дегазация расплавленного алюминия инертными или активными газами с помощью трубок и различных пористых диафрагм и при одновременном использовании вращающихся роторов, которые установлены в машине дегазации дает следующие преимущества:

- разбитие нейтрально или активного газа на мелкие пузырьки;
- равномерное распределение газа в объеме расплавленного металла;
- равномерное перемешивание расплава.

Ротаторы необходимо использовать таким образом, чтобы избежать турбулентности и не допустить замешивания оксидов в ванну с металлом и повторного ввода газов в расплав. Водород и другие неметаллические загрязнения удаляются значительно быстрее и с большей эффективностью из алюминия путем использования хлор содержащих газов вращающимися роторами, чем при применении трубок или пенокерамических фильтров. Ротаторы можно использовать в том числе для замешивания твердых веществ, например, образующие газы соли (гексахлорэтан) [3].

Ротаторы имеют диаметр от 200 до 350 мм и работают от 200 до 700 оборотов в минуту, при этом устанавливается поток газа от 2 до 10 $\text{нм}^3/\text{ч}$ в форсунку в соответствии с удельным использованием газа от 0,2 до 0,7 $\text{м}^3/\text{т}$ расплава.

Наиболее технологичным решением считается установка SNIF (Spinning Nozzle Inert Flotation), разработанная в 1975 г. компанией «Union Carbide». Форсунки вставляются в отдельные секции устройства (рисунок 1.24).

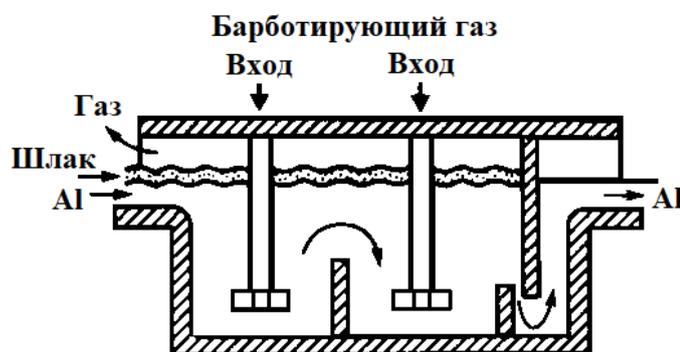


Рисунок 1.24 – Схема промышленной установки обработки расплава продуваемым газом SNIF

В установке могут быть установлены от одного до четырех роторов. Устройство удаляет из расплавленного металла водород, кислород и неметаллические включения, в результате чего на поверхности образуется слой шлака. Для более эффективного удаления растворенного водорода из расплава алюминия в настоящее время используют обработку металла аргоновыми струями высокой температуры. Достаточно высокая эффективность данной методики рафинирования расплава алюминия, объясняет высокий спрос на данную установку, а также её постоянное технологическое обновления, в том числе это дает возможность исследователям активно работать в направлении разработке новых рафинирующих расплав алюминия газовых смесей.

С.П. Серебряковым и Б.Ю. Яковлевым предложен «ресурсосберегающий метод рафинирования алюминиевых сплавов атмосферным воздухом, в котором содержится около 75% азота, 23% кислорода, 1,3% аргона 0,05% углекислого газа и до 1,7% паров воды. При обработке расплава происходит окисление алюминия кислородом воздуха. Образовавшийся оксид алюминия сорбирует на себе неметаллические включения, содержащие также газовую фазу, и выносит их на поверхность ванны расплава. Реакция окисления является экзотермической, что компенсирует снижение температуры расплава в процессе рафинирования» [53].

Метод был опробован на литейном сплаве АК12, в результате чего получены положительные результаты: плотность образцов была увеличена до $1 \div 2\%$; уменьшение газовой пористости на $2 \div 3$ балла, увеличение твердости на $0,5 \div 1\%$.

Представленная выше методика в текущее время не получила широкого распространения по причине слабого изучения процесса влияния атмосферных газов на алюминиевые сплавы

Авторами [65] предлагается новая конструкция импеллера (рисунок 1.25), повышающая эффективность удаления водорода на 10% (с 40% с использованием конструкции FDU или FDU-XSR до 50%) за счет повышения качества перемешивания расплава, путем изменения поведения газового пузырька, уменьшения его размера и области распространения.

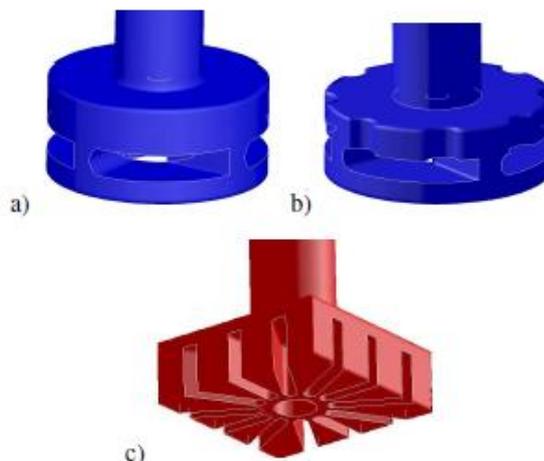


Рисунок 1.25 – Конструкции импеллеров: а – FDU; б – FDU-XSR; в – Star-Burst [43, 54]

Приготовление сплавов с применением электромагнитного перемешивания (ЭМП). Приготовление алюминиевых сплавов с применением ЭМП дает возможность снизить растворимость водорода в алюминиевом расплаве. Снижение температуры поверхности расплава при применении ЭМП по всей металлургической емкости приводит к уменьшению концентрации растворенного водорода в расплаве. Наиболее распространены в России ЭМП с бегущим магнитным полем производства НПЦ Магнитной гидродинамики [66]. В качестве примера можно рассмотреть установку внепечного рафинирования с МГД-устройством ЭМП, которое прошло успешные испытания на одном из предприятий ОК РУСАЛ [66].

Следует отметить, что наиболее перспективным и эффективным способом дегазации алюминиевого расплава является комбинированная обработка с применением электромагнитного перемешивания, воздействия ультразвуком и вакуумирование в литейном металлотракте непосредственно перед подачей расплава в кристаллизатор.

1.4 Выводы по главе и постановка цели и задач исследования

Анализ научно-технической литературы позволил сделать следующие выводы:

1. За последние 5 лет с 2016 по 2021 годы потребление алюминия и продукции на его основе показывает устойчивый рост, а одним из мировых лидеров в алюминиевой отрасли является Российское предприятие ОК РУСАЛ которое, не смотря на геополитическую обстановку наращивает объемы производства алюминия и продуктов с добавочной стоимостью.
2. В процессе металлургического производства алюминия и сплавов на его основе во время реализации операций плавления и литья расплавленный металл активно поглощает водород из окружающей среды - до $0,6 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, что является причиной образования газовой пористости, значительно снижающей механические и эксплуатационные свойства алюминиевых полуфабрикатов.

3. Основными факторами, увеличивающими концентрацию растворенного водорода в расплаве алюминия, являются:

- высокие температуры и давление водяного пара (высокая влажность) в окружающей среде на производстве;
- турбулентность металла в ковшах, в миксерах и в металлотрактах, разрушающая оксидную пленку на поверхности расплава;
- влага в шихте и во флюсах, используемых в алюминиевом производстве;
- водяные пары, присутствующие в продуктах сгорания топлива.

4. Дальнейшее повышение качество продукции из алюминиевых сплавов требует снижения содержания водорода в расплаве менее $0,1 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, однако до настоящего времени отсутствуют эффективные технические и технологические решения данной проблемы.

5. Современными методами рафинирования алюминия и его сплавов от водорода являются:

- воздействие ультразвука на расплав;
- рафинирование металла постоянным электрическим током;
- электровакуумное рафинирование;
- вакуумирование (контакт расплава с нулевой атмосферой);
- рафинирования инертными и активными газами;
- дегазация флюсами;
- рафинирования газофлюсовой смесью;

6. Одним из наиболее перспективных и эффективных способов дегазации алюминиевого расплава является комбинированная обработка газофлюсовой смесью с применением электромагнитного перемешивания, вакуумирование, воздействия ультразвуком и в литейном металлотракте непосредственно перед подачей расплава в кристаллизатор.

Данные выводы позволили сформулировать цель работы: является разработка технических и технологических решений для совершенствования процесса дегазации при заготовительном литье алюминия и его сплавов.

Для достижения поставленной цели были сформулированы задачи:

1) проанализировать современные методы и приборы для рафинирования и дегазации алюминиевого расплава и определения содержания водорода в алюминиевом расплаве и слитках;

2) исследовать условия и динамику насыщения алюминиевого расплава водородом в аппаратно-технологической схеме от алюминиевого электролизера до литейной машины или литейного конвейера в условиях действующего производства на ОК РУСАЛ;

3) провести модернизацию экспериментальных методов и средств для научно-обоснованного отбора проб и последующего достоверного и оперативного определения концентрации водорода в алюминиевом расплаве;

4) с учетом промышленных условий предприятий ОК РУСАЛ разработать и апробировать эффективную технологию производства заготовительного литья алюминия и его сплавов, которая гарантирует содержание водорода менее $0,10 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$.

- с учетом промышленных условий предприятий ОК РУСАЛ разработать и апробировать эффективную технологию производства заготовительного литья алюминия и его сплавов, которая гарантирует содержание водорода менее $0,10 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$.

ГЛАВА 2 МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВОДОРОДА В АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВАХ

Отличительной чертой данной работы являлось то, что основные исследования по выполнению на аппаратно технологической схеме предприятия АО "РУСАЛ Саяногорский алюминиевый завод". В лаборатории литья СФУ проводили металлографические исследования отобранных образцов, определяли химический состав алюминиевых сплавов, наличие пористости, концентрацию неметаллических включений и растворенного в металле водорода, а также оценивали уровень механических свойств. Основные положения главы опубликованы в работах [74, 77, 78, 104, 105, 106, 107, 117, 152].

2.1 Пробоотбор жидкого металла для анализа на содержание водорода

Применяемая в настоящий момент методика пробоотбора предполагает заливку расплавленного металла в изложницу с помощью специального инструмента - металлургической ложки. Использование металлургической ложки, с помощью которой отбирают расплав из металлургических емкостей, дает погрешность определения концентрации водорода в алюминии и его сплавах. Данная погрешность обоснована остыванием металла в металлургической ложке и «открытому» переливу расплавленного металла из-за контакта его струи с атмосферой. В независимости от предварительного нагрева металлургической ложки, её температура всегда остается значительно ниже температуры расплава.

Для устранения указанных недостатков применяемой в настоящий момент методики пробоотбора, была создана новая методика определения содержания водорода обеспечивающая повышение оперативности и точности пробоотбора. Оперативность и точность разработанной методики обеспечивается сокращением времени отбора проб и кристаллизации расплава непосредственно в самом пробоотборнике без использования промежуточного звена в виде металлургической ложки [74].

В соответствии с разработанной методикой для пробоотбора применяют неразъемную коническую изложницу. Разработанную изложницу опускают в перевернутом состоянии в расплав алюминия таким образом, чтобы внутри пробоотборника сохранялся атмосферный воздух, следующим этапом новой методики изложницу под углом погружают под зеркало расплава алюминия для удаления из нее воздуха и заполняют расплавленным металлом, после чего извлекают и охлаждают до полной кристаллизации металла. Дополнительно, перед погружением изложницы в жидкий металл, углубление для пробы можно заполнять инертным газом рисунок 2.1. К изложнице прикреплена металлическая рукоятка, длина которой может регулироваться, в зависимости от места отбора пробы [74].

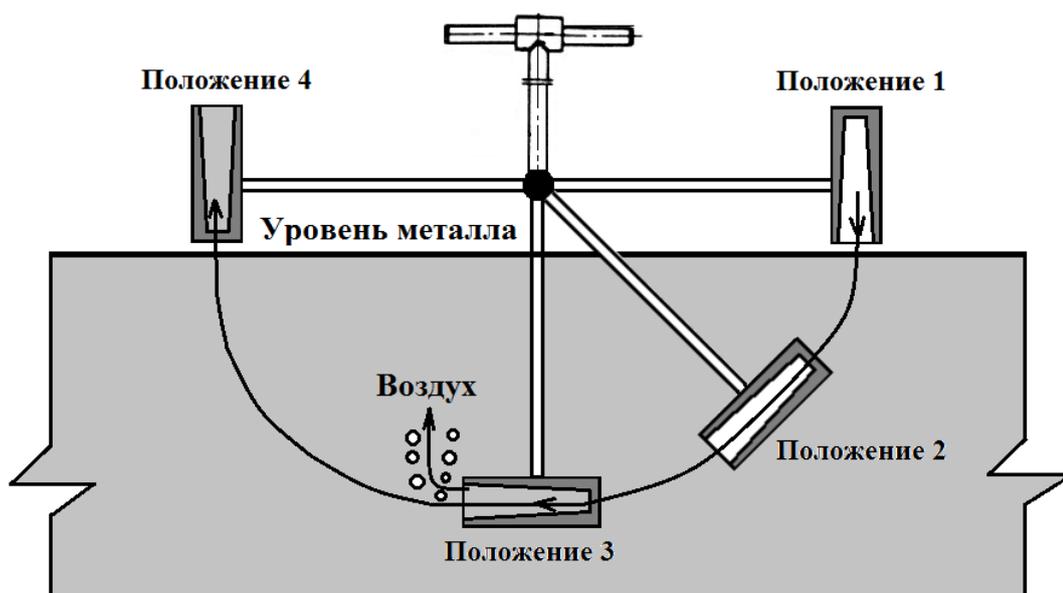


Рисунок 2.1 Схема отбора пробы жидкого металла погружением изложницы в расплав [74]

Для металлургических ковшей с уровнем расплавленного металла 800-1300 мм длина рукоятки пробоотборника, может достигать 500-800 мм. Для безопасного отбора проб на содержание растворенного в алюминии водорода в металлургическом миксере, через открытые форкамеры длина рукоятки должна составлять несколько метров [74]. Анализ полученных проб на содержание растворенного в алюминии водорода проводят в заводской лаборатории на газоанализаторе G8 Galileo [89].



Рисунок 2.2 – Анализатор газов «G8 Galileo» [89]

Техническая характеристика газоанализатора дана в таблице 2.1 [152].

Таблица 2.1 – Характеристика анализатора водорода «G8 Galileo» [89]

Характеристики устройства	Значение, размерность
Диапазон концентрации водорода (H ₂)	0,01-1000 ppm
Время выполнения анализа	От 50 с до 60 мин.
Разрешение	0,01 ppm
Погрешность	±0,05 ppm или ±1 % отн.
Электропитание	Анализатор 400 В, периферийные устройства 230 В
Газ-носитель	Аргон чистота 99,999 %, давление 2 бар
Сжатый воздух	Давление 5 бар
Водяное охлаждение	4 дм ³ /мин.

На предприятии ОК «РУСАЛ» были выполнены сравнительные исследования по анализу концентрации растворенного в алюминии водорода, пробы которого отобраны на различных участках аппаратурно технологической схемы: выливки, транспортировки, подготовки и литья. Отбор проб осуществлялся по действующей на предприятии технологии в кокиль Ренсли и с использованием разработанной изложницы-пробоотборника.

На рисунке 2.3 приведены сравнительные результаты анализа проб на водород алюминиевого сплава в изложницу Ренсли с использованием металлической ложки и разработанной конической изложнице-пробоотборника.

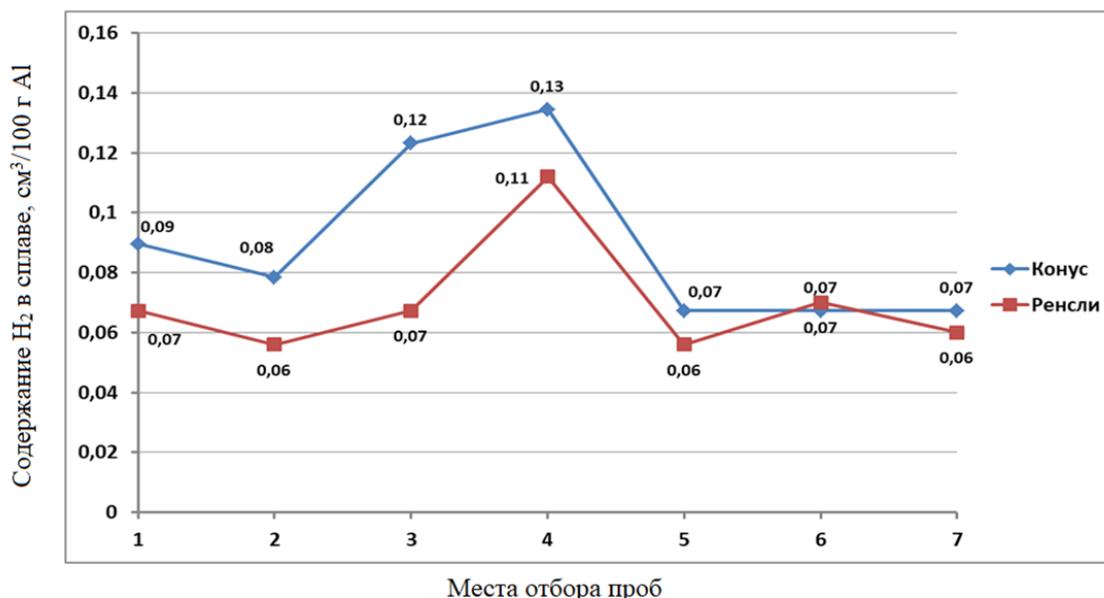


Рисунок 2.3 Содержание водорода в пробах, отобранных в кокиль Ренсли и коническую изложницу-пробоотборник. 1 — в ковшах до отстоя металла; 2 — в ковшах после отстоя металла; 3 — в миксере после заливки металла; 4 — в миксере перед разливкой металла; 5 — до установки «SNIF» рафинирования аргоном; 6 — после установки «SNIF»; 7 — после металлофильтра «Mitsui».

Из представленных на рисунке 2.3 результатов анализа концентрации водорода в алюминии следует, что содержание растворенного в алюминии водорода в пробах, отобранных с помощью металлургической ложки в изложницу Ренсли, меньше, чем в пробах, полученных с использованием новой созданной изложницы-пробоотборника, в среднем на 0,019 см³/100 г Al. Проведенные сравнительные исследования подтверждают факт погрешности измерения концентрации растворенного водорода в пробе при существующей схеме отбора проб с переливом металла из металлической ложки в изложницу. На данную методику получен Патент РФ 2651031 [103].

Методика отбора проб в зависимости от вида проб для приборов определения химического состава и газосодержания представлена в следующих стандартах:

- ГОСТ Р ИСО14284-2009 «Отбор и подготовка образцов для определения химического состава, ISO 14284:1996»;
- ГОСТ 1583-93 «Сплавы алюминиевые литейные. Технические условия»;
- ГОСТ 21132.1-98 «Алюминий и сплавы алюминиевые. Методы определения водорода в твердом металле вакуум-нагревом»;
- ГОСТ 21132.0-75 «Алюминий и сплавы алюминиевые. Метод определения содержания водорода в жидком металле»;

Стационарное устройство для отбора пробы жидкого металла из металлотракта состоит из металлической штанги (рисунок 2.4, позиция № 1), на которую крепится, путем специального фиксатора (рисунок 2.4, позиция № 3) поворотная ручка (рисунок 2.4, позиция № 2), опорной плиты (рисунок 2.4, позиция № 1), с расположенным на нем отверстием (рисунок 2.4, позиция № 5), специальной штанги для крепления устройства (рисунок 2.4, позиция № 7), которая крепится непосредственно к металлотракту (рисунок 2.4, позиция № 6), камеры пробоотборника (рисунок 2.4, позиция № 8) с поперечными пазами (рисунок 2.4, позиция № 9,10), по мимо этого в камере пробозабора имеется сквозное отверстие на дне металлотракта (рисунок 2.4, позиция № 11), также камера пробоотборника снабжена специальным вентиляем (рисунок 2.4, позиция № 12) и контактной термопарой (рисунок 2.4, позиция № 13), а также устройством нагрева (рисунок 2.4, позиция № 14), и блоком управления (рисунок 2.4, позиция № 15),

Стационарное устройство для отбора пробы жидкого металла из металлотракта применяется следующим образом. Поворотную ручку (рисунок 2.4, позиция № 1) устанавливают в положение «закрыто» (рисунок 2.4, б) и специальный вентиль (рисунок 2.4, позиция № 12) закрывают до упора. После этого запускают нагревательное устройство (рисунок 2.4, позиция № 14) до температуры не менее 100 °С. Установленная в нагревателе температура будет регулироваться автоматически в течении всего времени работы устройства с помощью блока управления (рисунок 2.4, позиция № 15) и контактной термопары (рисунок 2.4, позиция № 13). Для выполнения отбора пробы расплавленного алюминия поворотную ручку (рисунок 2.4, позиция № 2) переводят в положении «открыто» (рисунок 2.4, в) на 8÷10 секунд, а затем вновь закрывают. После выполнения данных процедур производят открытия специального вентиля (рисунок 2.4, позиция № 12) и набранный алюминиевый расплав переливается в тигель (рисунок 2.4, позиция № 16). По окончанию перелива специальный вентиль (рисунок 2.4, позиция № 12) перекрывают.

На рисунке 2.5 показана схема мобильного устройства, а на рисунке 2.6 вид сверху мобильного устройства. На данное устройство получен патент на полезную модель RU 174042 «Устройство для отбора пробы жидкого металла» [164].

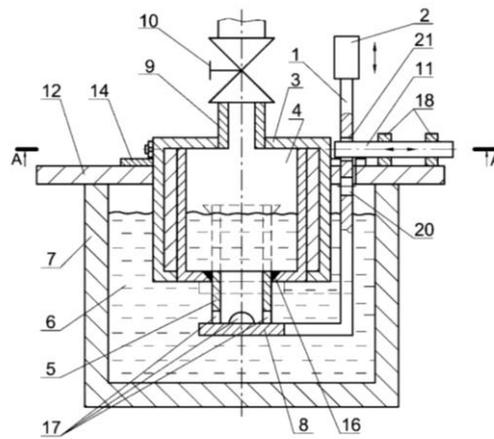


Рисунок 2.5– Мобильное устройство для отбора пробы жидкого металла из металлотракта (патент РФ на полезную модель RU 174042)

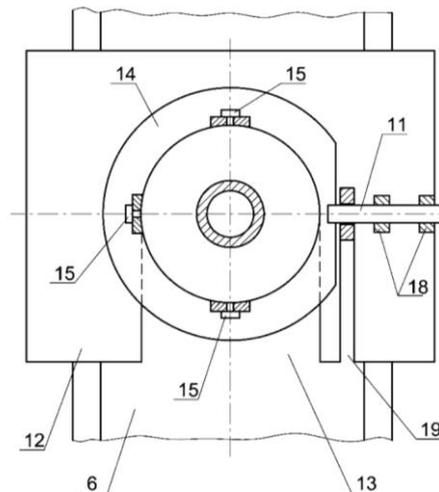


Рисунок 2.6 – Вид сверху мобильного устройства для отбора пробы жидкого металла из металлотракта (патент РФ на полезную модель RU 174042)

Мобильное устройство для отбора пробы жидкого металла включает штангу 1 с ручкой 2, теплоизолированный разборный корпус 3 пробозаборной камеры 4; металлоприемная трубка 5 в верхнем и нижнем положениях для забора жидкого металла 6 из металлотракта 7 к пробозаборной камере 4 с защитной крышкой 8; трубопровод для отвода воздуха 9 с вентилем 10; фиксатор 11 положения штанги 1; опорную плиту 12 с пазом 13 для установки корпуса 3 пробозаборной камеры 4, закрепленной с помощью фланца 14 и регулировочных болтов 15. Металлоприемная трубка 5 для прохождения жидкого металла 6 из металлотракта 7 к пробозаборной камере 4 в верхней части снабжена уплотнительным кольцом 16, а в нижней части имеет отверстия 17 для ввода расплава 6. Для крепления фиксатора 11 положения штанги 1 на опорной плите 12 расположены проушины 18.

Мобильное устройство для отбора пробы жидкого металла работает следующим образом. Перед началом работы штангу 1 с ручкой 2 устанавливают в верхнем положении (на рисунке 36 показано пунктиром) и удерживают с помощью фиксатора 11, который задвигается в нижнее отверстие 20 в штанге 1 и удерживается в проушинах 18. При этом защитная крышка 8 плотно закрывает дно пробозаборной камеры 4, обеспечивая ее герметичность. Затем открывают вентиль 10 на трубопроводе 9 и подают инертный газ в пробозаборную камеру 4. Создав там избыточное давление до 1,5 атм., вентиль 10 перекрывают. Далее предлагаемое устройство нагревают до температуры более 300 °С и устанавливают на опорной плите 12, используя паз 13 для установки корпуса 3 и паз 19 для размещения штанги 1. Корпус 3 устанавливают на опорной плите 12 на необходимую высоту относительно зеркала расплава с помощью фланца 14 и регулировочных болтов 15. Теперь после этих операций устройство готово к работе. В требуемый момент времени (начало и конец плавки или заливки расплава в литейную форму), когда необходимо отобрать пробы расплава 6, вытаскивают фиксатор 11 из отверстия 20 и плавно опускают штангу 1 в расплав 6. В нижнем положении штангу 1 удерживают с помощью фиксатора 11, который задвигается в верхнее отверстие 21 в штанге 1. Открывают вентиль 10 на 6÷8 секунд. В это время расплав 6 под действием гидростатического давления через отверстия 17 в металлоприемной трубке 5 попадает в пробозаборную камеру 4. Поднимают штангу 1, освобождая ее из отверстия 21 и плавно поднимают из расплава 6. После чего штангу 1 опять закрепляют фиксатором 11, который задвигается в нижнее отверстие 20 в штанге 1. В это время излишки расплава 6 выливаются из пробозаборной камеры 4 через отверстия 17 в металлоприемной трубке 5 в верхнем положении штанги 1. При этом защитная крышка 8 плотно закрывает дно пробозаборной камеры 4, обеспечивая ее герметичность. Вентиль 10 к этому времени также перекрывают. Затем ослабляют регулировочные винты 15, и вытаскивают фиксатор 11 из нижнего отверстия 20 в штанге 1. Теперь устройство готово к безопасной транспортировке расплава к стационарным исследовательским комплексам. Устройство снимают с пазов 13 и 19 с опорной плиты 12 и относят к стационарным исследовательским комплексам. Следует отметить, что уровень расплава в пробозаборной камере 4 будет немного ниже, чем высота металлоприемной трубки 5, что также повышает герметичность и безопасность при транспортировке расплава, а также точность дозировки пробы. Во время перелива расплава 6 из предлагаемого устройства штангу 1 опускают вниз, и верхнее положение металлоприемной трубки 5 с уплотнительным кольцом 16 вместе с дном пробозаборной камеры 4 находятся на одном уровне, что обеспечивает полный слив расплава из рабочей полости предлагаемого устройства без образования настилей на поверхностях контакта с устройством. Затем данные операции с использованием предлагаемого устройства по мере необходимости многократно повторяются.

2.2 Аппаратурно-технологическая схема от алюминиевого электролизера до литейной машины

Аппаратурно-технологическая схема (АТС) движение расплава алюминия от электролизера до кристаллизатора литейной машины на действующем предприятии ОК РУСАЛ, включает в себя следующие операции:

1. Технологическая операция по выливке расплавленного металла из электролизера с помощью ВТК;
2. Перемещение ВТК с расплавленным алюминием из электролизного корпуса специальным транспортным средством на специальный участок удаления шлака;
3. Отбор пробы расплавленного металла на химический анализ и удаление шлака;
4. Перемещение ВТК в литейный участок, для выполнения технологической операции отстаивание (20-40 мин);
5. Технологическая операция выливки расплавленного алюминия в литейный миксер.
6. Приготовление в металлургическом миксере необходимого сплава, путем ввода в расплавленный алюминий легирующих добавок;
7. Рафинирование расплавленного металла в металлургическом миксере с помощью ввода флюсовых препаратов;
8. Удаление шлака с поверхности жидкого металла в металлургическом миксере;
9. Технологическая выдержка расплавленного металла в металлургическом миксере до нужной температуры и отбор проб на химический анализ;
10. Технологическая операция литья расплавленного алюминия в слитки или мелкую чушку. Данный процесс сопровождается прохождением расплавленного алюминия через устройства дегазации SNIF и пенокерамические фильтры.

Принципиальная АТС представлена на рисунках 2.7 -2.9 с указанием мест отбора проб металла [152].

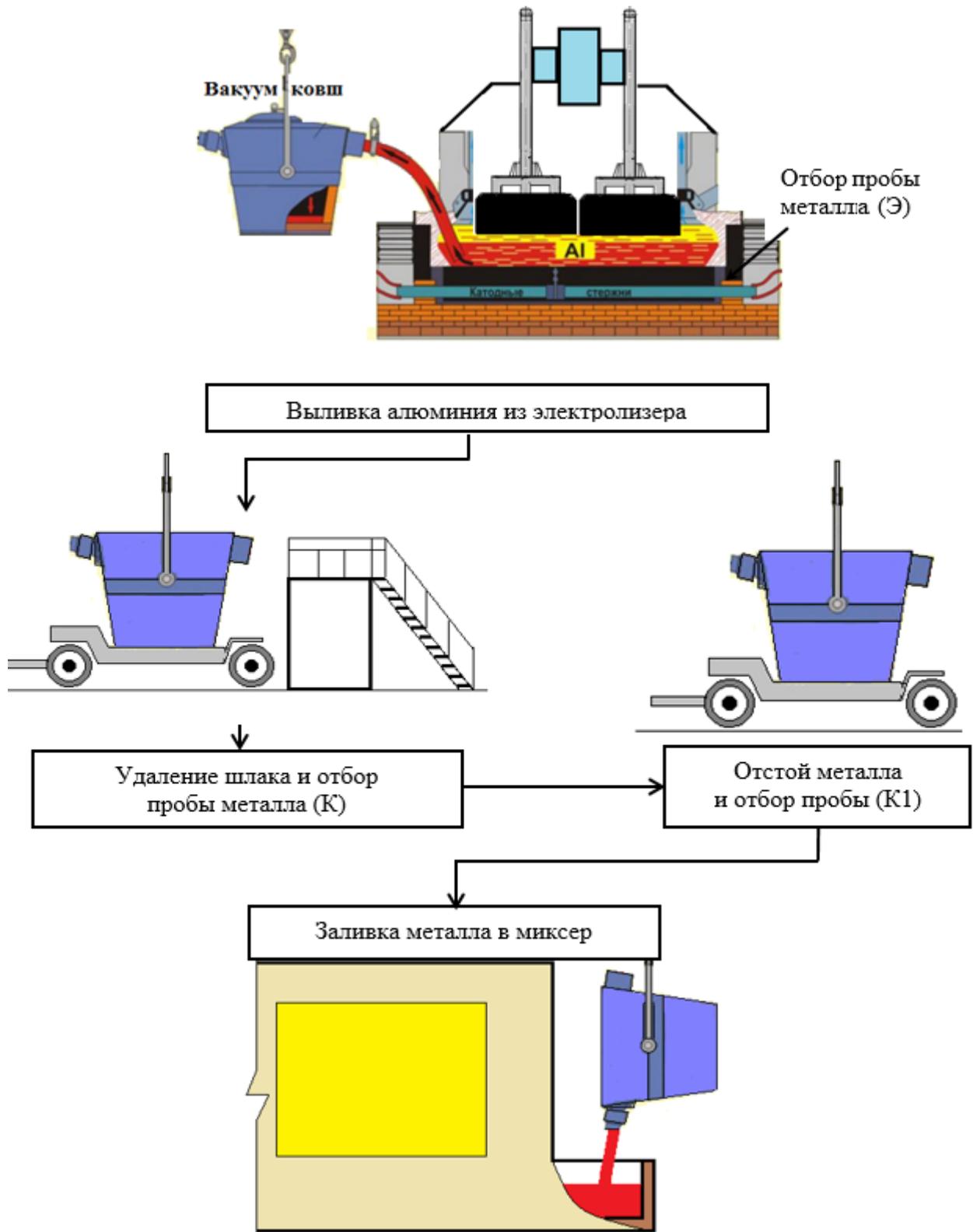


Рисунок 2.7 – Схема выливки, транспортировки, заливки алюминия в миксер и отбора проб металла для анализа на содержание водорода

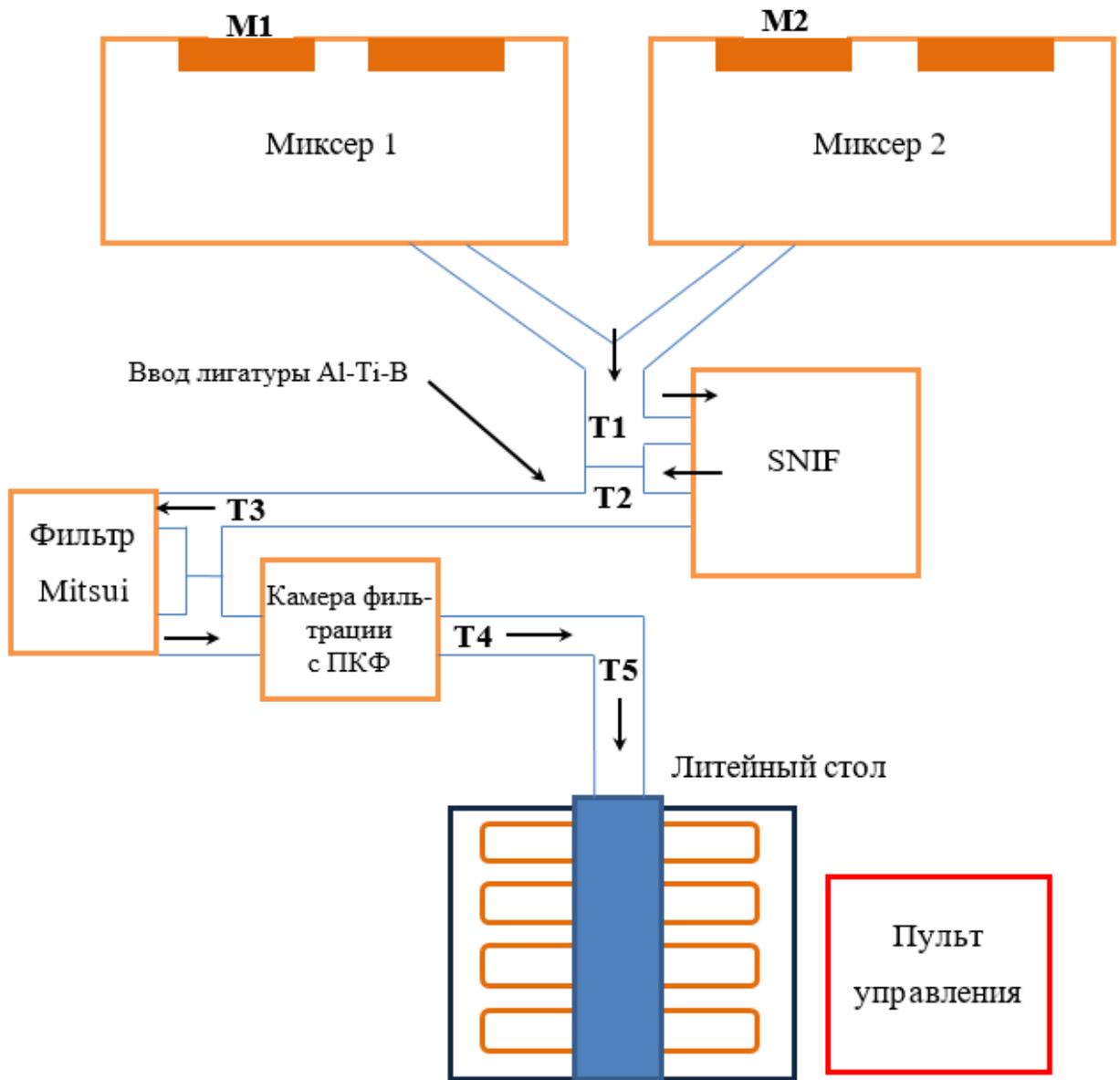


Рисунок 2.8 – Схема установки производства плоских слитков с использованием литейной оснастки «Wagstaff»:

буквами и цифрами на схеме указаны места отбора проб металла, стрелками - направление движения металла; М – миксер; Т – металлотракт.

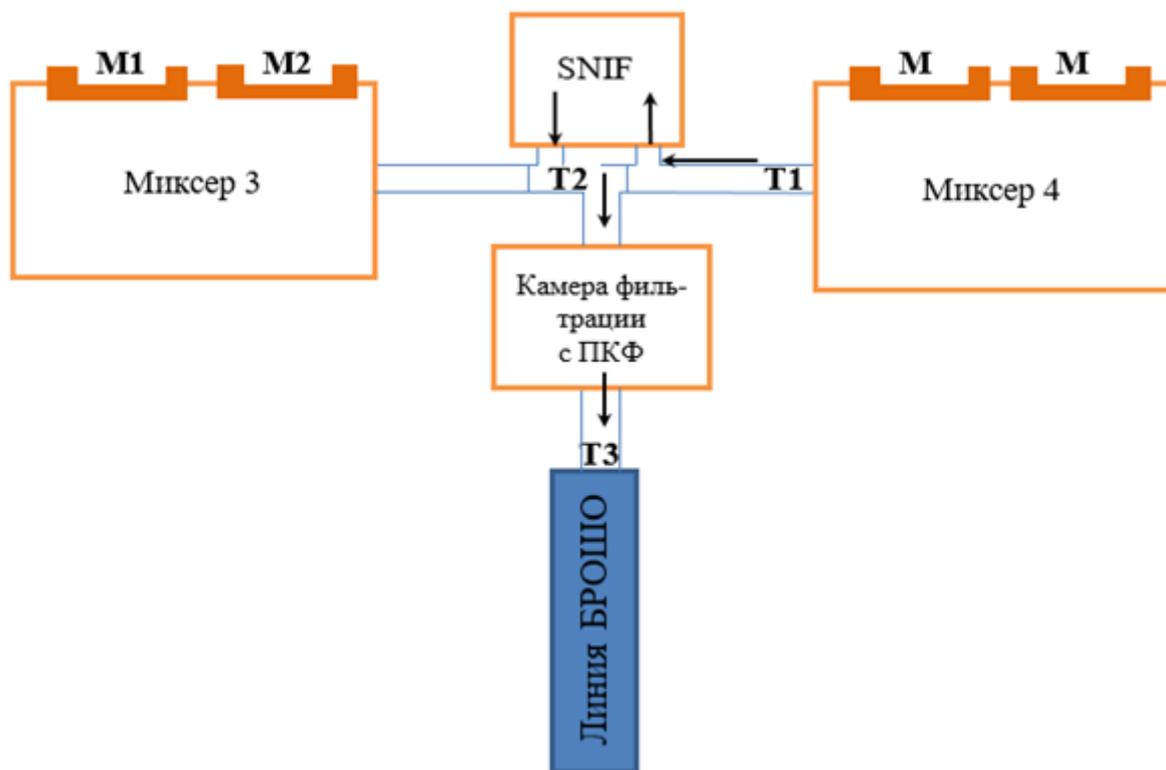


Рисунок 2.9 – Схема установки производства плоских слитков с использованием литейной оснастки «Brochot»:

буквами и цифрами на схеме указаны места отбора проб металла, стрелками - направление движения металла; М – миксер; Т – металлотракт.

Для маркировки проб использовали буквенное и цифровое обозначение: пробы металла из электролизеров обозначались буквой «Э» с добавлением номера электролизера; из ВТК – буквой «К» с номером ковша; из миксеров - буквой «М» с номером миксера; из литейных металлотракт – буквой «Т» с номером, соответствующим точке отбора металла на рисунках 2.7, 2.8. Пробы металла для анализа на водород отбирали по методики [152] в соответствии с действующими на заводе инструкциями. В процессе пробоотбора расплавленного металла производили контроль и фиксацию следующих параметров: температуры расплавленного алюминия, температуры окружающей среды, а также технологические параметры, касающиеся приготовления сплавов в металлургических миксерах, а также модифицирования и рафинирования сплавов при литье слитков или МЧ [151].

На рисунке 2.10 приведены фотографии отбора проб алюминия из электролизеров в корпусах электролиза, на рисунке 2.11 – отбор проб на участке удаления шлака с поверхности металла в соединительном коридоре между корпусами электролиза и литейным цехом [151].



Рисунок 2.10 – Отбор проб алюминия из электролизеров [151]

Для обследования АТС подготовки и разливки металла из миксеров выбраны два наиболее массово производимых вида сплавов: деформируемые сплавы группы 1XXX и литейные алюминиево-кремниевые сплавы. В электрических отражательных металлургических миксерах емкостью 80 т производили приготовление деформируемых сплавов. В электрических отражательных металлургических миксерах емкостью 30 т производили приготовление литейных сплавов. Пробоотбор (рисунки 2.5, 2.6) расплавленного металла на водород производили из каждой форкамеры миксеров (М1 и М2) после заполнения металлургического миксера расплавом алюминия и после приготовления в нем сплава.



Рисунок 2.11 – Отбор проб алюминия на участке удаления шлака из ковшей

Расплав в миксере обрабатывали галогенидсодержащими рафинирующими и покровными флюсами: «RI-FLUX» из расчета 0,5 кг/т сплава или «Экораф-Ф5В» из расчета 1,5 кг/т

сплава. После рафинирования флюсами с поверхности сплава удаляли шлак и проводили технологическую выдержку металла перед разливкой для дополнительной очистки от шлаковых и газовых примесей и доведения температуры металла до регламентированных значений.

В процессе проведения эксперимента плоские крупногабаритные слитки отливали из сплавов 1XXX серии с использованием литейной оснастки производства компании «Wagstaff». Мелкую чушку (МЧ) разливали с применением оснастки компании «Brochot» Фотографии плоских слитков и мелкой чушки представлены на рисунке 2.12 [107].



а



б

Рисунок 2.12 – Плоские крупногабаритные слитки и мелкая чушка [107]

а – плоские слитки, б – мелка чушка.

Расплавленный алюминий в процессе технологической операции литья подвергали рафинированию путем продувки расплава аргоном в специальной установке внепечного рафинирования SNIF P-140UHV, прохождением расплавленного металла через специальный трубчатый металлофильтр фирмы «Mitsui» [107]. Завершающим этапом рафинирования расплавленного алюминия по мере его прохождения по металлотракту было его прохождение через ПКФ, с пористостью 40 ppi с размерами пор 1250-1500 мкм. В качестве модификатора для измельчения зерна непосредственно в металлотракт подавали лигатуру Al5%Ti1%B, из расчета 1,5 кг/т металла.

Технические характеристики установки внепечного рафинирования SNIF P-140UHV и трубчатого металлофильтра «Mitsui» приведены в таблицах 2.2, 2.3.

Таблица 2.2 – Техническая характеристика установки SNIF P-140УНВ [152]

Характеристика, размерность	Значение
Рабочее количество металла в камере, т	1,76
Номинальная мощность, кВт	45
Напряжение сети, В	380
Нагревательные элементы, шт	6
Максимальная температура расплава алюминия, °С	760
Количество одновременно работающих роторов, шт.	2
Скорость вращения роторов: - режим холостого хода, об/мин. - рабочий режим, об/мин.	200±5 450-500
Расход аргона на ротор, нм ³ /ч	4,5-5,0

Таблица 2.3 – Техническая характеристика металлофильтра «Mitsui» [152]

Наименование показателя, размерность	Значение	
	«Mitsui 2802»	«Mitsui 2803»
Вместимость установки, т жидкого металла	3,20	6,50
Напряжение сети, В	380	380
Нагревательные элементы, шт	6	12
Максимальная температура нагревателей °С	900	900
Температура расплава алюминия, °С	710 - 750	710 - 750
Максимальный расход расплава алюминия, кг/мин.	1000	1340

На рисунке 2.13 показаны фотографии участка металлотректа с установкой рафинирования SNIF P-140УНВ и ванночки с ПКФ.



Рисунок 2.13 – Установка SNIF P-140UHB (а) и ванночка с ПКФ (б);
Стрелками показано направление движения металла.

Отбор проб металла из литейного металлотракта при литье плоских слитков проводили в 5-ти точках (рисунок 2.8):

- на входе в установку SNIF;
- на выходе из установки SNIF;
- перед МТФ4
- после МТФ;
- после ПКФ.

При отсутствии в схеме металлофильтра «Mitsui» пробы на водород отбирали в следующих 5-ти точках:

- на входе в установку SNIF;
- на выходе из установки SNIF;
- перед ПКФ;
- после ПКФ;
- перед входом расплава в кристаллизатор.

Отбор проб металла из литейного металлотракта при литье мелкой чушки на линии «Brochot» проводили в 3-х точках (рисунок 2.9):

- на входе в установку SNIF;
- на выходе из установки SNIF;
- после ПКФ;

Полученные в процессе проведения экспериментов пробы подготавливали в соответствии ГОСТ Р 50965 [115], а концентрацию растворенного водорода определяли на газоанализаторе «G8 Galileo» (рисунок 2.2) [152].

2.4 Методика определения влияния легирующих, модифицирующих и флюсовых добавок на насыщение алюминия водородом.

Составы флюсов, которые применяются на заводах ОК РУСАЛ, исследовали методами рентгенофазового анализа и дифференциально-термического анализа. Фазовый состав флюса определяли на рентгеновском дифрактометре Shimadzu XRD-7000 [160] в $\text{Cu K}\alpha$ излучении. Анализ осуществляли на измельченных в порошок пробах в диапазоне углов 2θ от 5° до 70° с шагом $0,03$ град., скорость сканирования $1,5$ град/мин. [117].

Дифференциально-термический анализ выполняли на синхронном термическом анализаторе SDT Q 600 [161], совмещенном с ИК-Фурье спектрометром Nicolet 380 (приставка для анализа газов, выделяющихся при термическом анализе). Съемку термограмм осуществляли при нагревании образца со скоростью 10 град/мин. в атмосфере воздуха до температуры $300\text{--}350^\circ\text{C}$, скорость продувки воздуха 50 мл/мин. Навески образцов исследуемых флюсов и легирующих добавок, содержащих флюсы, составляли 20 мг [117].

Для количественной оценки влияния легирующих добавок и флюсовых композиций на изменение концентрации водорода в расплаве алюминия провели серию лабораторных опытов.

Для определения концентрации растворенного в расплаве алюминия водорода при вводе легирующих добавок и флюсовых композиций использовали прибор ALU COMPACT II [91], работающий по принципу выделения «первого пузырька» из расплавленного металла при его охлаждении. Методика эксперимента показана на рисунке 2.14.



Рисунок 2.14 – Методика эксперимента по определению концентрации водорода в расплаве алюминия при вводе в него лигатур, модификаторов, флюсов [117].

Методика оценки насыщения расплава алюминия водородом при вводе в него порошковых флюсов, легирующих и модифицирующих добавок, состояла в следующем:

1) расплавление в индукционной печи алюминия технической чистоты марки А8 и весом 5000 г;

- 2) достижении расплавом температуры в 720°C;
- 3) отбор и анализ пробы жидкого металла на приборе ALU COMPACT II;
- 4) Присадка в расплавленный металл расчетное количество добавки. количество применяемых лигатур, модификаторов и флюсовых препаратов соответствовало действующим на алюминиевых заводах АО «РУСАЛ» нормами расхода;
- 5) достижении расплавом температуры в 720°C;
- 6) выдержка 15 минут, необходимая для растворения введенных добавок;
- 7) отбор и анализ пробы жидкого металла на приборе ALU COMPACT II.

На протяжении всего эксперимента параллельно определению концентрации растворенного в алюминии водорода методом «первого пузырька», отбирали пробы для анализа концентрации по твердой пробе, на приборе АВ-1. [117].

2.5 Методика исследования влияния концентрации и формы водород содержащих включений на механические свойства и коррозионные процессы

Исследования проводились в научно-исследовательских лабораториях Института цветных металлов и материаловедения ФГАОУ ВО «Сибирский федеральный университет» и в промышленных условиях на предприятиях ОК «РУСАЛ».

Исследование влияния содержания и формы водородных включений на структуру и свойства алюминия и его сплавов проводили на гетерофазном сплаве системы *Al-Si*, исключая дополнительное легирование элементами, влияющими на растворимость водорода в алюминии. Сплав готовился с использованием следующих шихтовых материалов: алюминий первичный марки А85 (ГОСТ 11069), кремний технический марки КР00 (ГОСТ 2169-69). Приготовление сплава проходило при температуре не выше 780°C для исключения неуправляемого процесса насыщения сплава водородом. Рафинирование осуществляли методом продувки расплава инертным газом (аргоном) с расходом 14 л/минуту.

Заготовки под исследуемые образцы изготавливали методом литья под низким давлением на литейной машине GIMA TEC 800 (таблица 2.4).

Таблица 2.4 – Характеристика литейной машины GIMA TEC 800 [130]

Общий вид	Техническая характеристика	
	Потребляемая мощность, кВт	70
	Вместимость печи подогрева, кг	800
	Рабочие давление печи, МПа	0,1
	Усилие смыкания полуформ, кН	130
	Цикл литья, с	150
	Вместимость гидравлической системы, л	170
	Рабочие гидравлической системы, МПа	12
	Расход воздуха в каждом контуре охлаждения, м ³ /ч	140
	Давление охлаждающего воздуха, МПа	0,6-0,8
	Давление охлаждающей воды, МПа	0,2-0,4
	Масса установки, кг	21000

Температура литья образцов составляла 780 ± 10 °С. Вырезку образцов для исследования проводили из идентичных мест отливки с учетом условий кристаллизации.

Для получения образцов с различной формой водородных включений, был выбран способ литья ЛНД, поскольку он позволяет регулировать скорость кристаллизации путем принудительного охлаждения.

На территории России и стран СНГ концентрацию водорода в алюминии определяют методом вакуум-нагрева на таких приборах, как АВ-1 (рисунок 2.15), данный метод обладает существенным недостатком, а именно длительностью проведения анализа.



Рисунок 2.15 – Анализатор содержания водорода АВ-1 [84]



Рисунок 2.16 – Анализатор содержания водорода 3VT [101]

В данной работе с целью оперативного определения концентрации водорода в алюминии, применяли косвенный метод индекса плотности металла на приборе ЗВТ (рисунок 2.16). Суть данного метода заключается в следующем: Выполняют пробоотбор контрольных проб (рисунок 2.17) расплава алюминия и кристаллизуют их в разных условиях. Первая проба кристаллизуется в условиях атмосферного давления, а вторая проба под давлением 80 мБар. Разница плотностей двух закристаллизованных проб, будет являться ориентировочным показателем концентрации водорода в металле.

Наличие определенной формы водородных включений в полученных образцах подтверждалось с помощью растрового электронного микроскопа JEOL JSM-6490 LV (рисунок 2.18), принцип действия которого основан на взаимодействии электронного пучка с поверхностью объекта. Микроскоп обладает возможностью увеличения от $\times 5$ до $\times 300000$ с разрешением 3 нм.

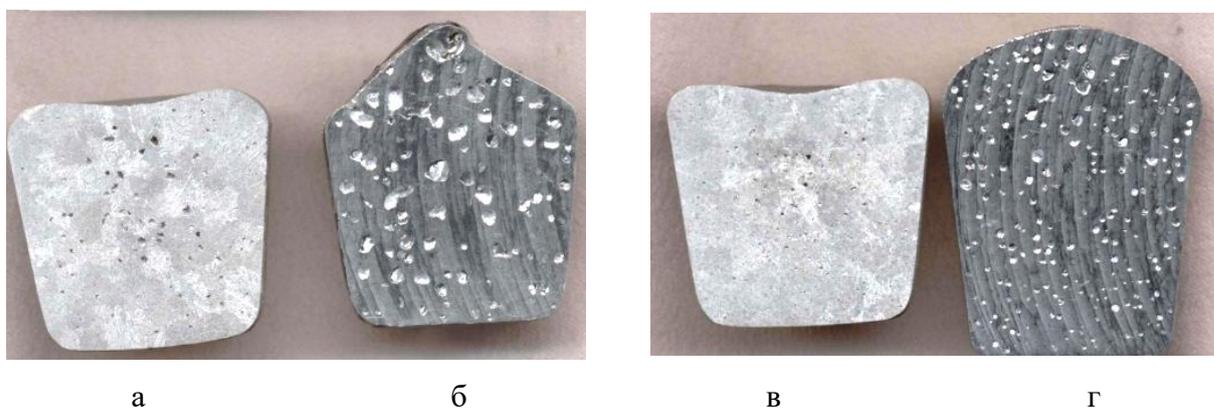


Рисунок 2.17 – Контрольные пробы индекса плотности с результатами плотности, индекса плотности и содержания водорода по ГОСТ 21132.1-98 [101]:

а, б – индекс плотности 14,7%, содержание водорода по твердой пробе $0,38 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$;
 в, г – индекс плотности 12,4%, содержание водорода по твердой пробе $0,30 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$



Рисунок 2.18 – Общий вид растрового электронного микроскопа JEOL JSM-6490 LV [134]

Пробоподготовка для исследования микроструктур образцов проводилась на шлифовально-полировальном станке Tochline P-2ДА (таблица 2.5).

Таблица 2.5 – Характеристика станка Tochline P-2ДА [134]

Общий вид	Технические характеристики	
	Потребляемая мощность, кВт	0,35
	Количество полировальных кругов, шт	2
	Диаметр круга, мм	230
	Скорость вращения круга, об/мин	50-1400

Травление шлифов проводили в 0,5% растворе HF в воде. Макроструктуру изучали на темплатах после травления в 10% растворе NaOH в воде. Для изучения в растровом электронном микроскопе использовали нетравленные образцы. Исследования проводили при увеличениях от 100 до 500 крат. Исследование микроструктуры образцов проводилось на инвертируемом микроскопе OLYMPUS GX-51 [157], позволяющем работать в режимах светлого поля, темного поля, дифференциально-интерференционного контраста Номарского и простом поляризованном свете (рисунок 2.19).



Рисунок 2.19 – Общий вид микроскопа OLYMPUS GX-51 [157]

Для оценки скорости кристаллизации расплава проводили замер дендритного параметра с использованием программы SIAMS[®] [158]. Влияние формы водорода на механические свойства проводили при контроле индекса плотности расплава в процессе его приготовления.

С увеличением скорости кристаллизации происходит уменьшение размеров дендритных ячеек α -твердого раствора и эвтектического кремния, тем самым обеспечивая увеличение уровня механических свойств отливок. Обратная зависимость дендритного параметра от скорости охлаждения является общей тенденцией для всех алюминиевых сплавов различных систем [135]:

$$D_p = K_d / V_c^n, \quad (2.1)$$

где, D_p – дендритный параметр; K_d – коэффициент диффузии легирующего элемента в жидкости; V_c – скорость охлаждения; $n = 0,3 \div 0,5$ – эмпирический показатель.

Статистический анализ данных, полученных при испытании механических свойств цилиндрических образцов (тип 5 по ГОСТ 1497-84) с различной формой водородных включений проводили в программе STATISTICA [159]. Объем выборки составил 350 образцов.

Для проведения коррозионных испытаний согласно ГОСТ 9.021-74 было отобрано и промаркировано по 5 образцов сплава системы Al-Si без защитного покрытия с различной формой водородных включений – атомарной и молекулярной. Содержание растворенного водорода, определенное методом вакуум-нагрева на приборе АВ-1, во всех образцах составляет $0,2 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$. Размер образцов – $20 \times 10 \times 5 \text{ мм}$.

Перед началом испытаний и по их окончанию образцы взвешивались на аналитических весах с точностью до 10^{-5} г . Так же подготовка образцов заключалась в их обезжиривании органическим растворителем (ацетон) с последующим высушиванием фильтровальной бумагой.

Испытания проводились в стандартных емкостях из стекла (ГОСТ 1770-74). Образцы погружались в тщательно перемешанный раствор (коррозионную среду), содержащий 3% раствор хлористого натрия (NaCl) и 1% соляной кислоты (HCl), при температуре 18 ± 25 °С.

Раздельное погружение образцов в индивидуальные емкости позволило избежать их соприкосновения друг с другом и наложения дополнительных эффектов электролитической коррозии. Уровень раствора над верхней кромкой каждого из них – 20 мм.

Продолжительность испытаний составляет 24 часа. Так были выдержаны по три образца из каждой серии, оставшиеся подвергались воздействию раствора еще 48 часов.

По окончании выдержки в растворе образцы промывали проточной и дистиллированной водой, затем высушивали при температуре 100 ± 5 °С в течение 5 мин.

Оценка результатов воздействия межкристаллитной коррозии на образцы силумина производилась металлографическим методом на микроскопе OLYMPUS GX51 менее, чем через 7 суток после проведения испытаний. Фиксировали максимальную глубину межкристаллитной коррозии в микронах и ее распространение по краю образца.

Дополнительно в испытательном растворе в течение 24 часов выдерживались цилиндрические образцы, соответствующие ГОСТ 1497-84, для оценки влияния межкристаллитной коррозии на механические свойства сплава с помощью разрывной машины WDW 10 [162].

2.5 Выводы по главе 2

Представленные в данной главе методики, оборудование и инструменты позволяют гарантировать высокую степень достоверности полученных путем эксперимента данных.

1. Разработанная и представленная в данной главе методика отбора пробы жидкого металла для анализа на содержание водорода с использованием изложницы -пробоотборника исключает субъективные факторы, влияющие на пробоотбор, обеспечивает получение представительных проб металла, сокращает время пробоотбора и позволяет отбирать пробы металла из металлургических емкостей с различной глубины и на расстоянии до точки отбора пробы в несколько метров. На данную методику получен Патент РФ 2651031 [103].

2. Разработано устройство для отбора пробы жидкого металла, патент РФ на полезную модель 174042.

3. Разработано устройство для отбора пробы жидкого металла из металлотракта, патент РФ на полезную модель 175093.

ГЛАВА 3 АНАЛИЗ ДИНАМИКИ НАСЫЩЕНИЯ РАСПЛАВА АЛЮМИНИЯ ВОДОРОДОМ ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ СЛИТКОВ МЕТОДОМ ПОЛУНЕПРЕРЫВНОГО ЛИТЬЯ

Стратегия производства продукции с высокой добавленной стоимостью на алюминиевых заводах ОК «РУСАЛ» заключается в расширении номенклатуры и повышении качества выпускаемого металла. Одним из приоритетов в этом направлении является снижение содержания в алюминии и его сплавах неметаллических включений, в т.ч. газовых примесей, которые негативно влияют на физико-механические характеристики алюминия и его сплавов при их дальнейшей переработке. Необходимость снижения содержания водорода в товарной продукции из алюминия и его сплавах не выше $0,10 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$ продиктована все возрастающими требованиями к качеству товарной продукции и повышению ее конкурентоспособности [107,151].

В настоящей главе представлены результаты исследований насыщения расплава алюминия водородом при производстве слитков методом полунепрерывного литья, исследование влияния содержания и формы водородных включений на структуру и свойства алюминия и его сплавов, а также влияния формы и содержания водородсодержащих включений на скорость и характер коррозионных процессов. Содержание главы опубликовано в работах [74, 75, 76, 77, 78, 104, 105, 106, 107, 108, 109, 110, 111,112,151, 152].

3.1 Обследование аппаратурно-технологической схемы от алюминиевого электролизера до литейной машины

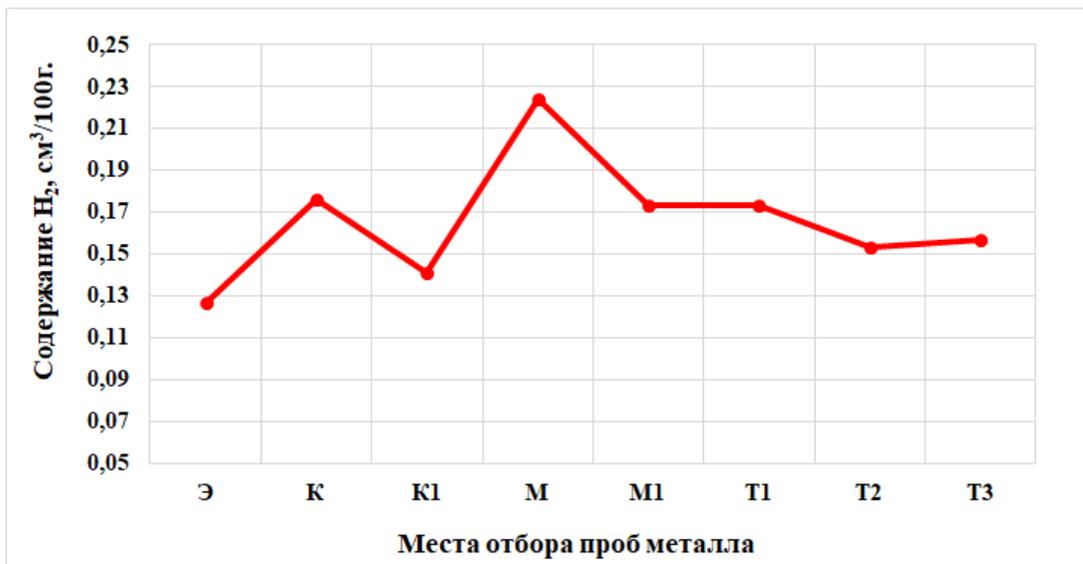
Исходя из актуальной проблемы, связанной с минимизацией насыщения расплава алюминия водородом в процессе выполнения диссертационных исследований была проведена количественная оценка наводораживания жидкого металла при его движении по АТС от электролизера до литейной машины

Проведенные исследования позволили выявить «узкие» места в аппаратурно-технологической схеме (АТС) переработки алюминия-сырца, связанные с насыщением алюминия водородом, и в дальнейшем разработать технические решения, направленные на снижение водородной экспансии в расплав [152].

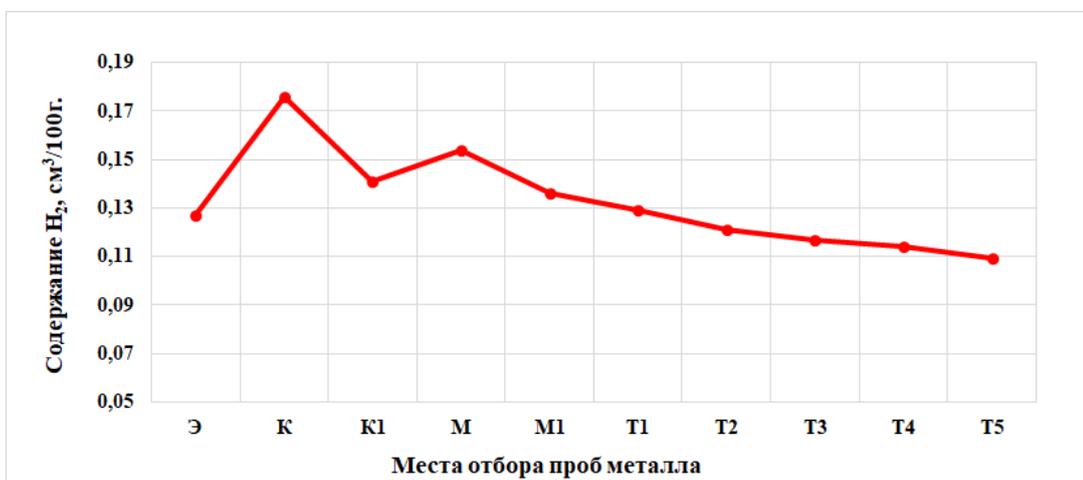
В таблице 3.1 и на графиках (рисунки 3.1 а и б) представлены усредненные результаты анализов по содержанию водорода в расплаве на различных участках АТС [152].

Таблица 3.1 – Содержание водорода в алюминии и его сплавах [152]

Места отбора проб	Среднее содержание водорода, см ³ /100 г Al
Электролизеры (Э)	0,127
ВТК до отстоя металла (К)	0,176
ВТК после отстоя (К1)	0,141
Миксеры: сплав 1XXX	
после заливки металла (М)	0,154
перед разливкой металла (М1)	0,136
Миксеры литейный сплав AlSi7Mg	
после заливки металла (М)	0,224
перед разливкой металла (М1)	0,173
Металлотракты: сплав 1XXX	
T1	0,129
T2	0,121
T3	0,117
T4	0,114
T5	0,109
Металлотракты: литейный сплав AlSi7Mg	
T1	0,173
T2	0,153
T3	0,157



а



б

Рисунок 3.1 - Динамика изменения концентрации водорода в жидком металле на основных этапах литейного передела изготовления слитков из алюминиевых сплавов [152]:

а - изготовления мелкой чушки из литейного сплава *AlSi7Mg*:

б - изготовления плоских слитков из низколегированных алюминиевых сплавов;

Э – электролизеры; К – ковши до отстоя металла; К1 – ковши после отстоя металла; М – миксеры после заливки металла; М1 – миксеры перед разливкой металла;

Т1 - Т5, Т1 - Т3 – точки отбора проб из литейных металлотрафтов.

Основные технологические операции по снижению концентрации растворенного в алюминии водорода, предусмотренные действующими на заводе нормами, включают [152]:

- технологическое отстаивание металла в ковшах перед его заливкой в металлургические миксеры [152];
- обработку расплава флюсовыми препаратами
- продувка расплава алюминия аргоном в установке SNIF [152];

- прохождение расплава алюминия через различные ПКФ и МТФ [152].

1) Средняя концентрация водорода в пробах алюминия, отобранных из электролизёра (точка Э, рисунок 3.1) составила $0,127 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при средней температуре металла в электролизёрах $961 \text{ }^\circ\text{C}$.

2) При технологической операции выливки алюминия из электролизера в ВТК (точка К, рисунок 3.1), средняя концентрация водорода в металле возросла с $0,127$ до $0,176 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при падении температуры в среднем на 100°C с 961°C до 859°C . В данном случае рост концентрации водорода обусловлен:

1. взаимодействием «открытой» струи расплава с влагой воздуха;

2. эжекцией пузырьков влажного воздуха в объем расплава струей заливаемого металла

3) При технологическом отстаивании алюминия в ковшах (точка К1, рисунок 3.1) перед его заливкой в металлургической миксер происходит снижение концентрации водорода с $0,176$ до $0,141 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, что объясняется снижением температуры расплава с 859°C до 789°C .

4) В следствии «открытого» перелива алюминия из ВТК в металлургические миксеры (рисунок 3.2) несмотря на снижение температуры металла с 789°C до 734°C происходит увеличение концентрации водорода в расплаве алюминия вследствие контакта струи расплавленного металла с влагой воздуха с $0,141$ до $0,154 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, (точка М, рисунок 3.1)

5) При последующей технологической операции, а именно обработки расплава флюсовыми препаратами «RI-FLUX» из расчета $0,5 \text{ кг/т}$ расплава или флюсом «Экораф-Ф5В» из расчета $1,5 \text{ кг/т}$ сплава и технологическая выдержка металла, происходит снижение концентрации водорода до $0,136 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$ (точка М1, рисунок 3.1)



Рисунок 3.2 – Заливка расплава алюминия в миксер [151]

В процессе литья деформируемых сплавов 1XXX группы, производили отбор пяти проб (рисунок 3.5, 1):

1. до установки рафинирования аргоном SNIF (рисунок 3.1, а, точка Т1)
2. после установки рафинирования аргоном SNIF (рисунок 3.1, а, точка Т2)
3. после трубчатого фильтра МТФ (рисунок 3.1, а, точка Т3)
4. после прохождения расплава через пенокерамический фильтр (рисунок 3.1, а, точка Т4)
5. в кристаллизаторе литейной машины (рисунок 3.1, а, точка Т5):

Проведенный анализ концентрации водорода в расплаве при его движении по металлотракту показал динамику на снижение. Концентрация водорода последовательно уменьшилась с $0,136 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$ на выходе из миксера в литейный желоб до $0,109 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$ на входе в кристаллизатор литейной машины (рисунок 3.1).

При приготовлении литейных алюминиево-кремниевых сплавов $AlSi7Mg$, динамика изменения концентрации водорода в металле от электролизера до заливки в миксер аналогична приготовлению деформируемых сплавов.

После перелива расплава алюминия в литейный миксер и присадки шихтовых материалов (Si, Mg, Ti), концентрация водорода в алюминии возросла с $0,141$ до $0,224 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при снижении температуры до 738°C .

В результате добавления флюсовых препаратов и технологической выдержки расплава алюминия в литейном миксере, концентрация растворенного в расплаве алюминия водорода сократилась с $0,224$ до $0,173 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$

В пробах, полученных из металлотракта при литье мелкой чушки на линии «Brochot» (точки Т1 - Т3), концентрация водорода дополнительно снижается до $0,153 \pm 0,157 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$ в следствии его продувки аргоном в рафинирующей установке SNIF P-140УНВ [152]. (рисунок 3.1, б).

В ходе обследования выполнен анализ флюсов «RI-FLUX», «Экораф-Ф5В», «Экораф-Ф1», «ФПР-23», «Биомаг» используемых для рафинирования алюминия в миксерах, и оценено содержание кристаллизационной и гигроскопической влаги во флюсах.

На рисунках 3.3, 3.4, 3.5, 3.6, 3.7 приведены результаты фазового анализа флюсов, выполненного на рентгеновском флуоресцентном спектрометре XRF1800 Shimadzu. В состав флюса «RI-FLUX» входят следующие соединения: карналлит $KMgCl_3 \cdot 6H_2O$, безводная соль $KMgCl_3$, хлорид натрия $NaCl$, хлорид калия KCl , фторид алюминия AlF_3 . Фазовый состав флюса «Экораф-Ф5В» представлен бишофитом $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, безводным хлоридом магния $MgCl_2$ и хлоридом калия KCl . Фазовый состав флюса «ФПР-23» представлен: хлоридом натрия $NaCl$, хлоридом калия KCl , гексафторсиликатом натрия Na_2SiF_6 , гексафторсиликатом

калия K_2SiF_6 и сульфатом кальция $CaSO_4$. Фазовый состав флюса «Эвтектика» представлен: хлоридом натрия $NaCl$, хлоридом калия KCl , гексафторсиликатом натрия Na_2SiF_6 , гексафторсиликатом калия K_2SiF_6 , Доломитом $CaMg(CO_3)_2$ и сульфатом кальция $CaSO_4$. Фазовый состав флюса «Биомаг» представлен: хлоридом натрия $NaCl$, хлоридом калия KCl , тетрафторалюминатом калия $KAlF_4$, криолитом K_3AlF_6 , Карнолитом $KMgCl_3 \cdot 6H_2O$ и сульфатом кальция $CaSO_4$.

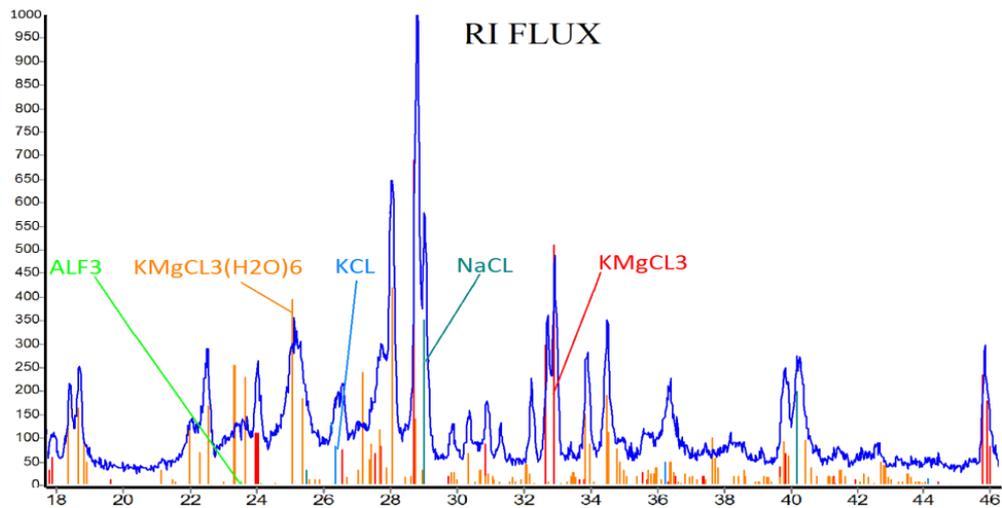


Рисунок 3.3 – Рентгенограммы флюса «RI-FLUX»

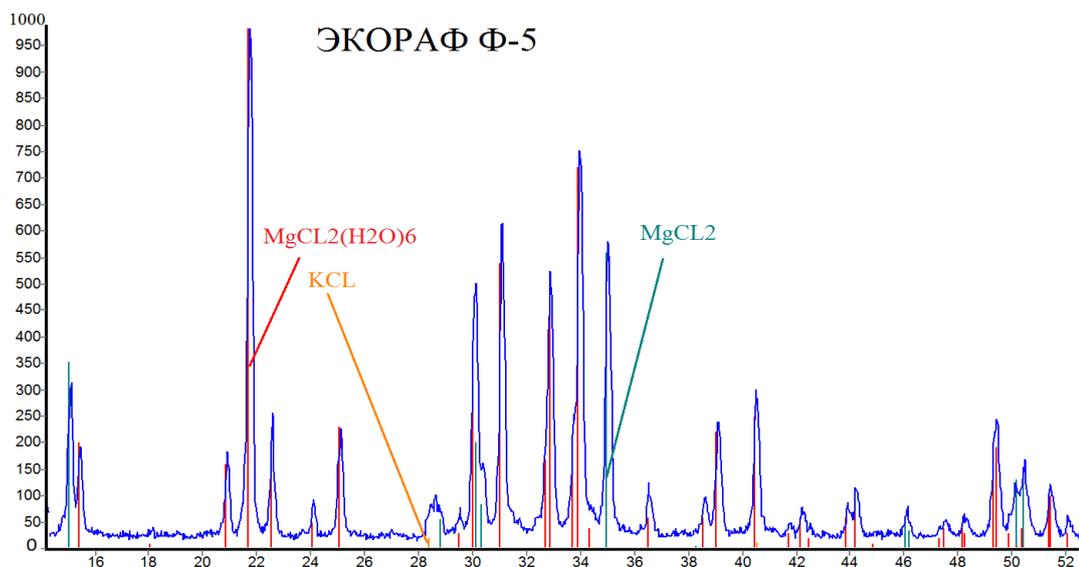


Рисунок 3.4 – Рентгенограммы флюса «Экораф-Ф5В»

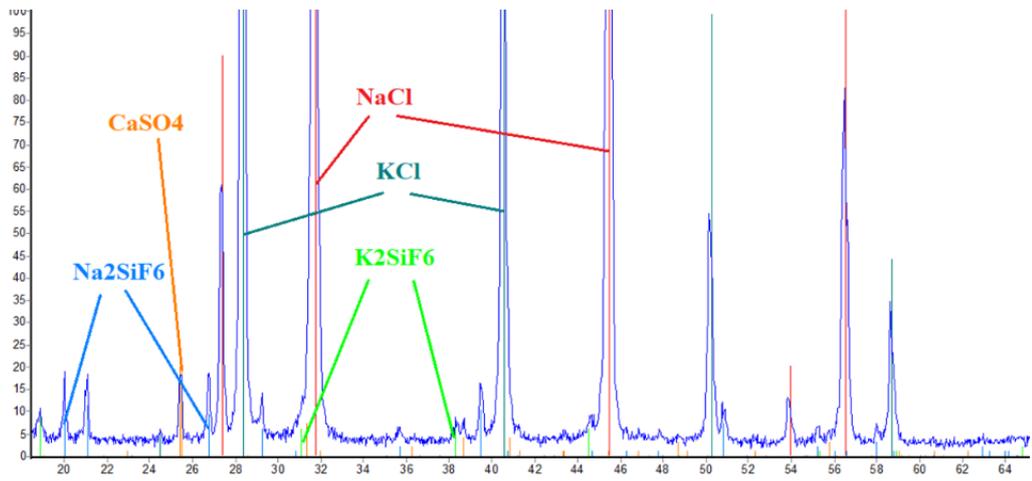


Рисунок 3.5 – Рентгенограммы флюса «ФПР-23»

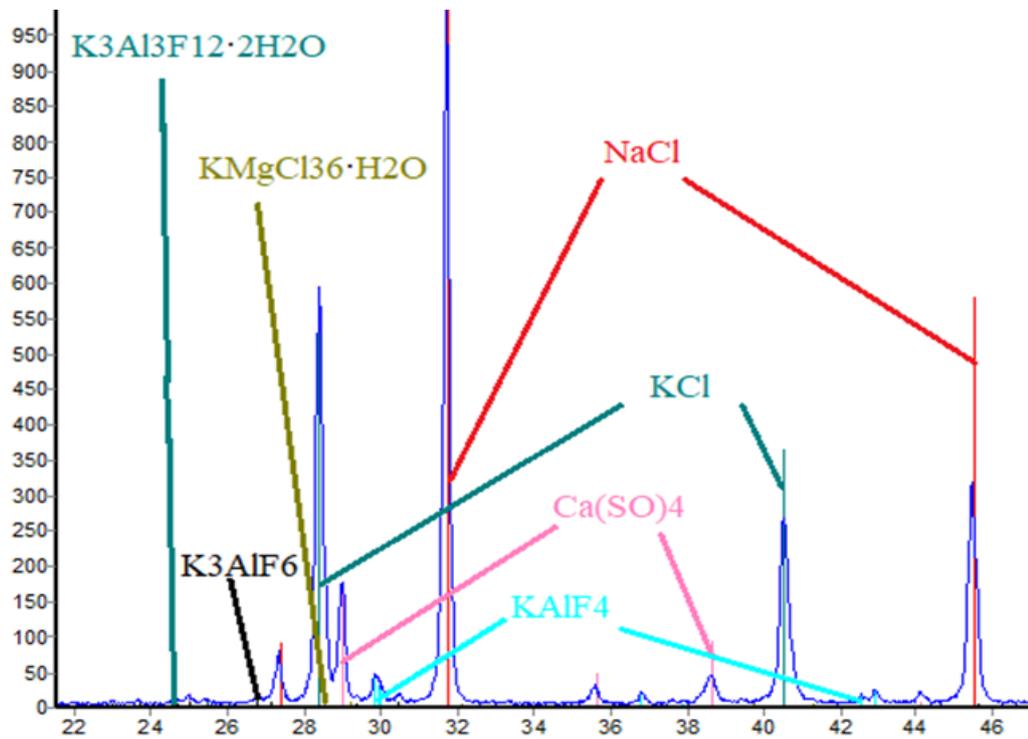


Рисунок 3.6 – Рентгенограммы флюса «Биомаг»

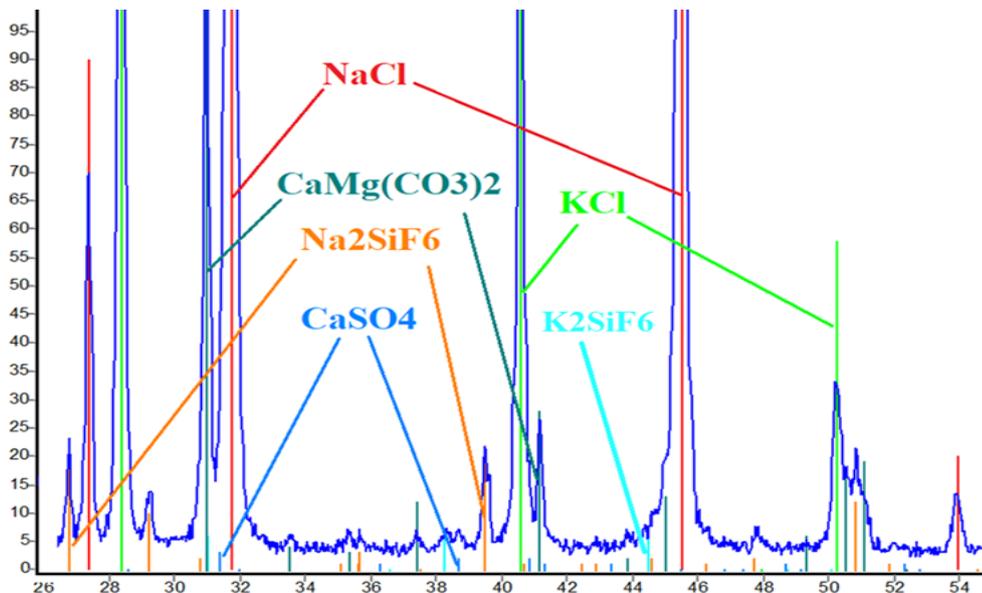


Рисунок 3.7 – Рентгенограммы флюса «Эвтектика»

Присутствие во флюсе «RI-FLUX», наряду с безводной солью $KMgCl_3$ карналлита $KMgCl_3 \cdot 6H_2O$, а во флюсе «Экораф-Ф5В» - бишофита $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, во флюсе «Бимога» - карнолита $KMgCl_3 \cdot 6H_2O$, может быть следствием нарушений технологии изготовления флюсов у поставщиков. Использование флюсов, содержащих гигроскопическую и кристаллизационную влагу, недопустимо т.к. способствует дополнительному насыщению алюминия водородом, повышает расход флюса, увеличивает выбросы галогеносодержащих газов в рабочую зону.

Таким образом, водород переходит в расплав алюминий из нескольких источников, включая атмосферу миксеров, флюсы, шихтовые материалы, плавильные инструменты и реакции между расплавленным алюминием и литейной оснасткой.

Литейные сплавы готовят, используя более количество лигатурных присадок, в сравнение с деформируемыми сплавами. Следовательно, они в большей степени насыщаются газами, в т.ч. водородом, что подтверждается результатами представленных ниже исследований. В частности, содержание водорода в товарном литейном сплаве $AlSi7Mg$ составило в среднем $0,15 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, что в 2 раза выше содержания водорода в товарной продукции из сплава 1XXX группы.

Для количественной оценки влияния легирующих добавок (согласно методики представленной в главе № 2) на изменение концентрации растворенного в алюминии водорода провели серию лабораторных опытов.

Таблица 3.2 – Сравнительные результаты определения содержания водорода в алюминии различными методами [117].

Добавка	До введения добавки		Метод вакуум нагрева (АВ-1), см ³ /100г.	После введения добавки		Разница концентрации водорода, см ³ /100 г Al.
	Экспресс метод (Alu Compact), см ³ /100 г Al.			Экспресс метод (Alu Compact), см ³ /100 г Al.	Метод вакуум нагрева (АВ-1), см ³ /100 г Al.	
Si (7%)	0,190	0,200±0,01 0	0,154	0,240	0,250±0,021	0,226
	0,200			0,270		
	0,210			0,230		
Al-Ti (0,1%)	0,230	0,210±0,02 1	0,159	0,260	0,240±0,020	0,197
	0,200			0,240		
	0,190			0,220		
Mn (0,03%)	0,170	0,150±0,02 1	0,126	0,210	0,210±0,010	0,175
	0,160			0,200		
	0,130			0,220		
Fe (0,1%)	0,250	0,200±0,06 2	0,190	0,280	0,270±0,010	0,23
	0,130			0,260		
	0,220			0,270		
Mg (0,3%)	0,160	0,150±0,01 0	0,128	0,340	0,320±0,021	0,274
	0,140			0,300		
	0,150			0,330		
Al-Sr (0,02%)	0,180	0,190±0,01 0	0,191	0,240	0,230±0,012	0,209
	0,200			0,220		
	0,190			0,220		
Al-5Ti-1B	0,170	0,180±0,01 0	0,156	0,200	0,200±0,007	0,231
	0,190			0,190		
	0,180			0,200		
Cu (1%)	0,190	0,190±0,00 7	0,164	0,200	0,200±0,007	0,172
	0,190			0,210		
	0,200			0,200		

Влияние лигатуры Ti+флюс на насыщение алюминия водородом

В процессе выполнения эксперимента использовали лигатуру Ti+флюс в форме таблеток (Ti 80 % и галогеносодержащего флюса 20 %). По результатам дифференциально термического анализа лигатуры Ti+флюс (рисунок 3.8) обнаружено два эндотермических пика с температурами 117,04 °C и 168,95 °C, которые вызваны испарением гигроскопической влаги в количестве 1,2% вес. Дальнейший нагрев образца показал практическое отсутствие в лигатуре кристаллизационной влаги. Суммарная потеря веса образцом в интервале температур до 350 °C составила 1,8 % [117].

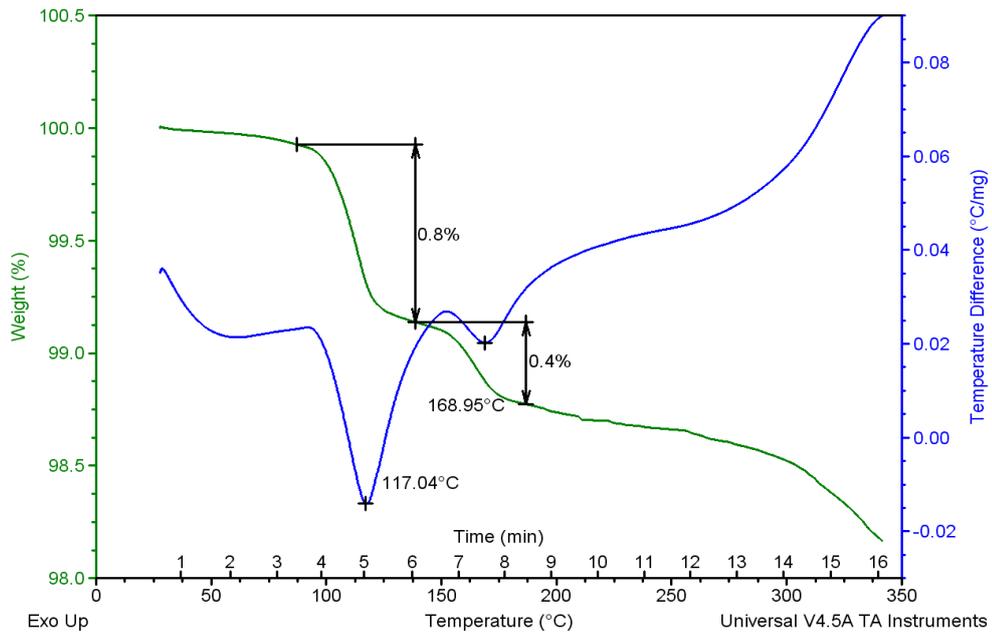


Рисунок 3.8 – Дериватограмма лигатуры Al-Ti.

В процессе проведения эксперимента концентрация водорода в алюминии до введения добавки составила 0,21 см³/100 г Al. После ввода в расплавленный металл лигатуры Ti+флюс в количестве 6,25 г., концентрация водорода в алюминии увеличилась и составила 0,24 см³/100 г Al. Увеличение концентрации водорода на 0,03 см³/100 г Al обусловлено наличием влаги в вводимой лигатуре (рисунок 3.8)

Влияние легирующей добавки Mn+флюс на насыщение алюминия водородом

В процессе выполнения эксперимента использовали лигатуру Mn+флюс в форме таблеток (Mn 80 % и галогеносодержащего флюса 20 %). По результатам дифференциально термического анализа лигатуры Mn+флюс (рисунок 3.9) не зафиксированы значимые эндотермические и экзотермические эффекты. В процессе анализа не было выявлено выделение водяных паров, что свидетельствует об отсутствии гигроскопической и кристаллизационной влаги в составе легирующей добавки. Суммарная потеря веса образцом при нагреве до 300 °C составила 0,2 % вес [117].

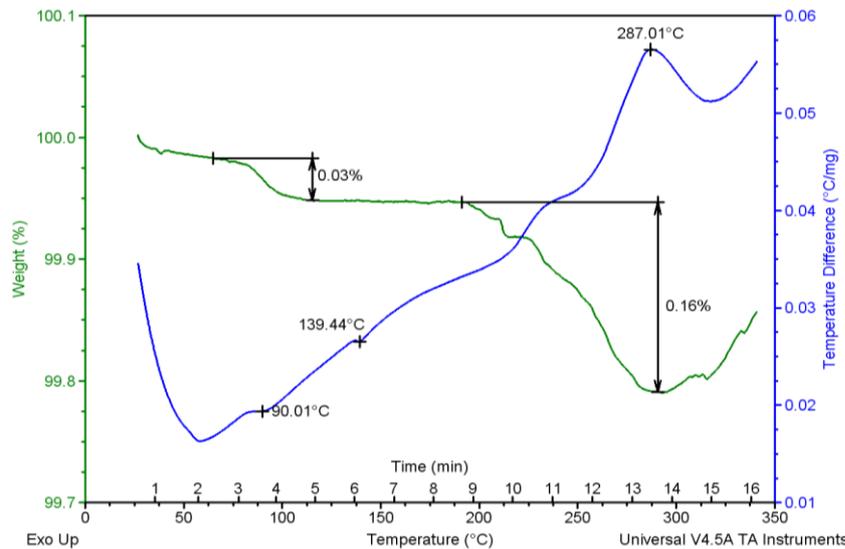


Рисунок 3.9 – Дериватограмма легирующей добавки Mn+флюс.

В процессе проведения эксперимента концентрация водорода в алюминии до введения добавки составила $0,15 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$. После ввода в расплавленный металл лигатуры Mn+флюс в количестве $1,875 \text{ г}$, концентрация водорода в алюминии увеличилась и составила $0,21 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$. Увеличение концентрации водорода на $0,06 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$ обусловлено увеличением растворимости водорода при вводе Mn в расплав алюминия.

Влияние легирующей добавки Cu+флюс на насыщение алюминия водородом

В процессе выполнения эксперимента использовали лигатуру Cu+флюс в форме таблеток (Cu 80 % и галогеносодержащего флюса 20 %). По результатам дифференциально термического анализа лигатуры Cu+флюс (рисунок 3.10) не зафиксированы значимые тепловые эффекты. Суммарная потеря веса образцом в интервале температур до 350°C составила 0,5% вес. В процессе анализа не зафиксировано выделение водяных паров, что свидетельствует об отсутствии гигроскопической и кристаллизационной влаги в составе легирующей добавки Cu+флюс [117].

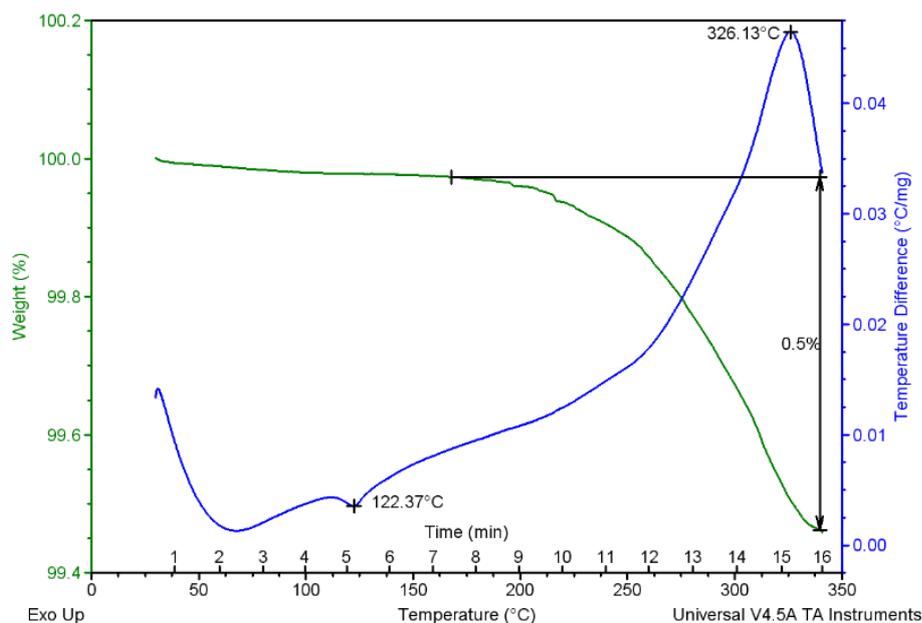


Рисунок 3.10 – Дериватограмма легирующей добавки Cu+флюс.

В процессе проведения эксперимента концентрация водорода в алюминии до введения добавки составила $0,19 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$. После ввода в расплавленный металл лигатуры Cu+флюс в количестве 50 г, концентрация водорода в алюминии увеличилась и составила $0,20 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$. Увеличение концентрации водорода на $0,01 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, что находится в пределах погрешности измерительного оборудования.

Влияние легирующей добавки Fe+флюс на насыщение алюминия водородом

В процессе выполнения эксперимента использовали лигатуру Fe +флюс в форме таблеток (Fe 80 % и галогеносодержащего флюса 20 %).

По результатам дифференциально термического анализа лигатуры Fe+флюс (рисунок 3.11) не зафиксированы значимые эндотермические эффекты. Суммарная потеря веса образцом в интервале температур до 350°C составила 0,65% вес. В процессе анализа не обнаружено выделения водяных паров, что свидетельствует об отсутствии гигроскопической и кристаллизационной влаги в составе легирующей добавки.

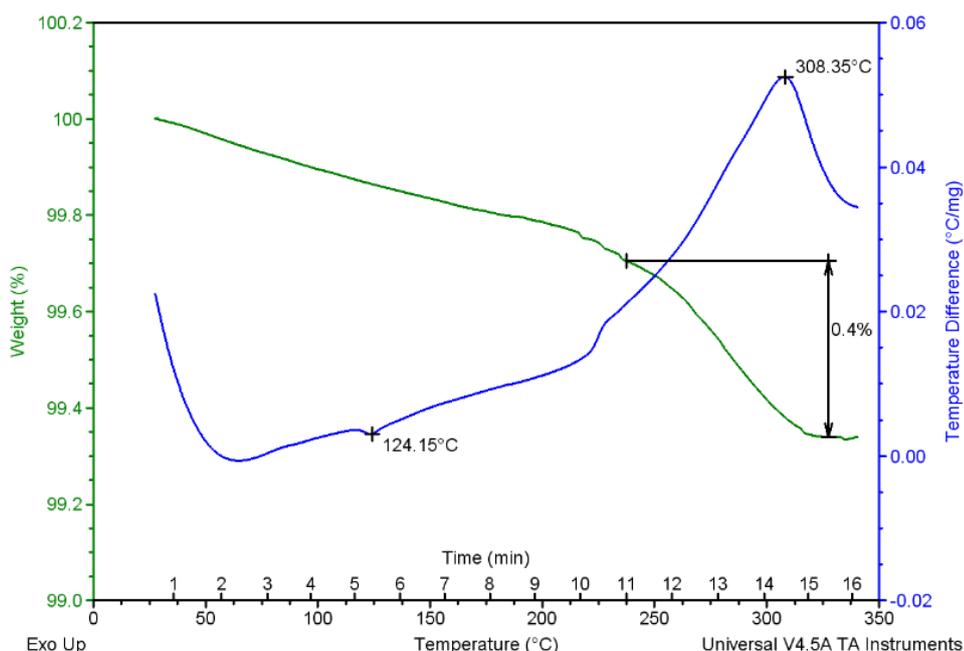


Рисунок 3.11 – Дериватограмма легирующей добавки Fe+флюс.

В процессе проведения эксперимента концентрация водорода в алюминии до введения добавки составила $0,20 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$. После ввода в расплавленный металл лигатуры Fe+флюс в количестве 5 г, концентрация водорода в алюминии увеличилась и составила $0,27 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$.

Влияние легирующей добавки Si на насыщение алюминия водородом

В процессе проведения эксперимента концентрация водорода в алюминии до введения добавки составила $0,20 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$. После присадки в расплавленный металл кремния в количестве 7 весовых процентов, предварительно прогретого при 500°C в течение 20 мин, концентрация водорода в расплаве составила $0,25 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$. Увеличение концентрации водорода на $0,05 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$ обусловлено увеличением растворимости водорода при вводе Si в расплав алюминия.

Влияние добавки Mg металлический на насыщение алюминия водородом

В процессе проведения эксперимента концентрация водорода в алюминии до введения добавки составила $0,15 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$. После присадки в расплавленный алюминий металлического магния в количестве 0,3 весовых процентов, концентрация водорода в расплаве составила $0,32 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$. Увеличение концентрации водорода на $0,17 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$ обусловлено увеличением растворимости водорода при вводе Mg в расплав алюминия.

Влияние лигатуры Al-10%Sr на насыщение алюминия водородом

В процессе проведения эксперимента концентрация водорода в алюминии до введения добавки составила $0,19 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$. После присадки в расплавленный алюминий лигатуры Al-Sr в количестве 0,02 весовых процентов по Sr, концентрация водорода в расплаве составила $0,23 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$. Увеличение концентрации водорода на $0,04 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$ обусловлено увеличением растворимости водорода при вводе лигатуры Al-Sr в расплав алюминия.

Влияние лигатуры Al-5%Ti-1%B на насыщение алюминия водородом

В процессе проведения эксперимента концентрация водорода в алюминии до введения добавки составила $0,18 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$. После присадки в расплавленный алюминий лигатуры Al-5%Ti-1%B в количестве 2,5 г, концентрация водорода в расплаве составила $0,20 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$.

Сравнение результатов концентраций растворенного в алюминии водорода, полученных экспресс-анализом жидкого металла и методом вакуум-нагрева по твердой пробе

Для получения твердых проб параллельно экспресс анализу жидкого металла производили заливку алюминия в специальный медный кокиль «Ренсли» (рисунок 3.12) [117].

Концентрацию растворенного в алюминии водорода по отобранным пробам кокиль «Ренсли», определяли магнитном масс-спектрометре АВ-1.



Рисунок 3.12 – Кокиль Ренсли и отливаемые в него пробы.

Сравнение концентраций растворенного в алюминии водорода экспресс методом «первого пузырька» по жидкой пробе и по твердой пробе, отлитой в кокиль «Ренсли», показали, что во всех случаях содержание водорода в пробах твердого металла меньше, чем в расплаве,

что объясняется снижением растворимости водорода в металле при его охлаждении и кристаллизации. Средняя концентрация растворенного в жидком алюминии водорода, до введения легирующих добавок составляла $0,189 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, а в твердом металле – $0,156 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$ (Таблица 3.2).

Одним из основных мероприятий по снижению содержания водорода и других неметаллических примесей в алюминии и его сплавах является фильтрование металла через ПКФ. Технологии литья через пенокерамический фильтр в мировой практике предлагались к реализации такими крупными компаниями как Pyrotek (США), Selee (США), Drache (Германия) [118-120], но в данный момент нет достоверных данных о количественном влиянии различных режимов работы ПКФ на концентрацию водорода в алюминии. Для количественной оценки влияния различных режимов работы ПКФ на изменение концентрации растворенного в жидком алюминии водорода выполнили серию экспериментов [104].

Исследование содержания водорода в сплаве проводили по аппаратурно технологической схеме УПНЛ (рисунок 3.13) [121]. Эксперименты проведены при идентичных температурных и технологических параметрах при использовании алюминиевого сплава 5XXX группы по химическому составу соответствующего марки сплава 5083 (AlMg4,5) [104].

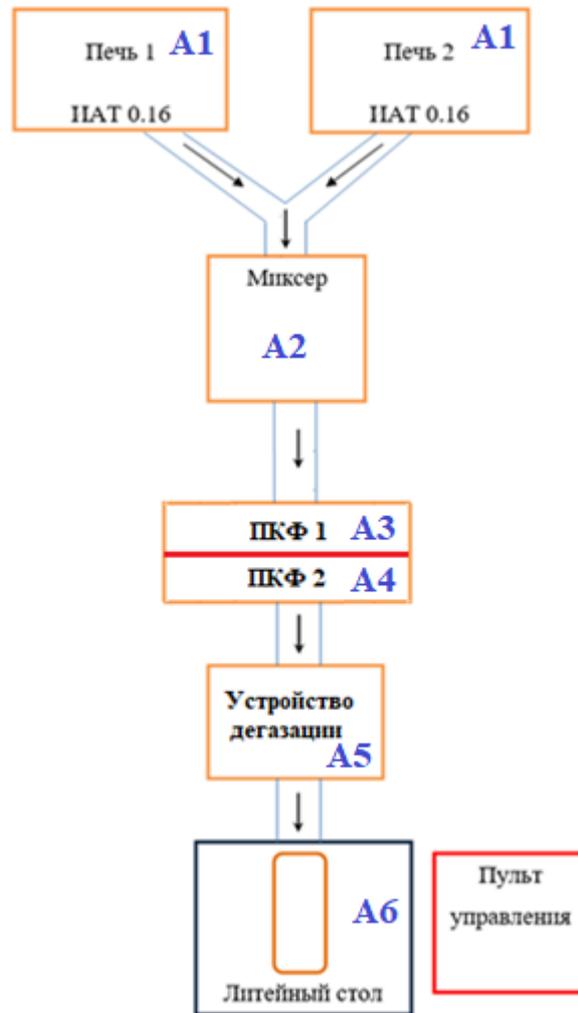


Рисунок 3.13 - Аппаратно-технологическая схема УПНЛ

(буквами и цифрами на схеме указаны места отбора проб расплавленного алюминия, стрелками - направление движения металла)

Приготовление сплавов проводили в индукционной печи ИАТ-0,16 суммарной грузовой шихтовых материалов 50 кг. В качестве основы сплава был

использован алюминий марки А85, а также легирующие и модифицирующие присадки, соответствующие ГОСТ Р 53777- 2010. В процессе проведения эксперимента температура расплава в индукционной печи составляла: 850 оС, в миксере: 750 оС и 700-705 °С на столе литейной машины. По достижению необходимого химического состава сплава 5083 металл переливали в поворотный миксер, где выполняли присадку модифицирующей лигатурой Al-5Ti-1В из расчета 1,5 кг. на 1 т. Расплава. Далее осуществляли выдержку металла в миксере до достижения заданной температуры. Подачу приготовленного сплава в кристаллизатор литейной машины с сечением 60×200 мм. осуществляли из миксера, скорость наклона которого

автоматически варьируется от скорости литья слитка и уровня расплавленного металла в кристаллизаторе. (рисунок 3.14) [104].

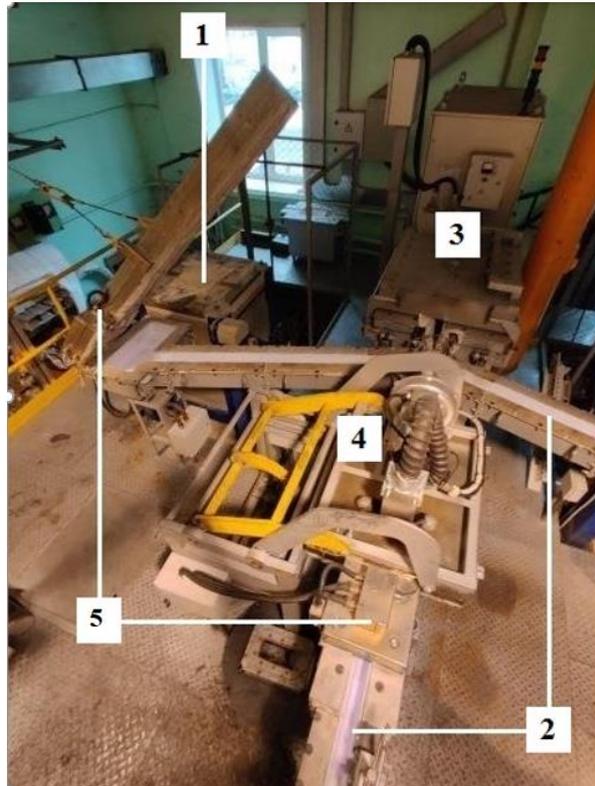


Рисунок 3.14 - Установка полунепрерывного литья(УПНЛ)

1 – индукционная печь ИАТ-0,16; 2 – система лотков (металлотракт); 3 – поворотный миксер; 4 – одно/двухступенчатая установка фильтрации; 5 –нагревательные крышки

В установки фильтрации применялись ПКФ размерами 9x9x2 inch и пористостью 20 ppi изготовленные с использованием алюмосиликатного связующего, связанного боросиликатным стеклом. Температура нагрева ПКФ более 500 оС и менее 500 оС была выбрана с учетом энергозатрат требуемых на прогрев фильтров [104].

Дегазацию расплава алюминия осуществляли аргоном высокой чистоты(ТУ2114-001-99420244-2016), расход газа составлял 0,3 м3 на тонну металла, при давлении не более 0,4 МПа и времени продувки 15 мин [104].

В соответствии с целью работ было определено количество экспериментов с учетом контролируемых параметров. План проведения экспериментов представлен в таблице 3.3 [104].

Таблица 3.3 – План проведения экспериментов на УПНЛ

Контролируемые параметры	Номер эксперимента									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Без фильтрации	+	+								
Одна ступень фильтрации			+	+	+	+				
Вторая ступень фильтрации							+	+	+	+
Температура нагрева филь- тра/фильтров: менее 500 оС			+		+		+		+	
Температура нагрева филь- тра/фильтров: более 500 оС				+		+		+		+
Без использования устройства дегазации	+		+	+			+	+		
С использованием устройства дегазации		+			+	+			+	+

Отбор проб жидкого металла осуществляли с помощью, конической изложницы-пробоотборника которая исключает субъективные факторы, влияющие на пробоотбор, обеспечивает получение представительных проб металла, сокращает время пробоотбора и позволяет отбирать пробы из металлургических емкостей с различной глубины [109, 74].

Для измерения концентрации водорода в сплаве алюминия применяли прибор ALU СОМРАСТ II. Содержание водорода определяли по выделению из охлаждаемого металла «первого пузырька» газа [91].

По результатам эксперимента, проведенного на УПНЛ проведен сравнительный анализ данных в зависимости от температуры нагрева ПКФ и использования дегазации жидкого металла аргоном (Таблица 3.4). [104]

Таблица 3.4 – Результаты эксперимента на УПНЛ, полученные в ходе отбора проб на концентрацию водорода в сплаве алюминия (5083) в зависимости от номера эксперимента (А1, А2, А3, А4, А5, А6 – условное обозначение точек отбора проб, см. Рисунок 3.13) [104].

№	Температура нагрева системы фильтрации, оС	Концентрация водорода, см ³ /100 г Al.						Дегазация
		A1	A2	A3	A4	A5	A6	
1	Без фильтра	0,2	0,18	–	–	–	0,17	-
2	Без фильтра	0,22	0,19	–	–	0,13	0,12	+
3	<500	0,2	0,18	0,19	–	–	0,18	-
4	>500	0,22	0,2	0,2	–	–	0,19	-
5	<500	0,2	0,19	0,19	–	0,14	0,13	+
6	>500	0,23	0,2	0,2	–	0,14	0,13	+
7	<500	0,22	0,2	0,19	0,19	–	0,17	-
8	>500	0,21	0,2	0,2	0,2	–	0,18	-
9	<500	0,22	0,21	0,18	0,17	0,12	0,12	+
10	>500	0,19	0,18	0,17	0,17	0,12	0,11	+

Среднее содержание водорода после приготовления сплава в печи ИАТ-0,16 (точка А1, рисунок 3.13) составило 0,2 см³/100 г Al. Данное содержание водорода обусловлено высокой температурой 850 °С металла в печи на момент взятия пробы. При последующем переливе сплава алюминия из индукционных печей в поворотный миксер, происходит снижение концентрации водорода (точка А2, рисунок 3.13) в среднем до 0,18 см³/100 г Al, что обусловлено падением температуры, в среднем на 100 °С [104].

Среднее содержание водорода в металле без использования ПКФ и дегазации сплава аргоном в отобранной на литейном столе пробе (точка А6, рисунок 3.13) составило в среднем 0,17 см³/100 г Al (Таблица 3.4, эксперимент №1), это обусловлено снижением температуры расплава в процессе его прохождения по металлотрактору [104].

Концентрация водорода в сплаве металла на основных этапах литья без использования ПКФ, но с применением дегазации расплава аргоном в полученных пробах составила: в установке дегазации (точка А5, рисунок 3.13) 0,13 см³/100 г Al, что является эффектом барботажа инертным газом. На литейном столе концентрация водорода составила 0,12 см³/100 г Al

(точка А6, рисунок 3.13), что является результатом снижения температуры расплава в процессе его прохождения по металлотракту (Таблица 3.4, эксперимент №2) [104].

Концентрация водорода в сплаве металла на основных этапах литья с использованием одноступенчатой системы фильтрации (с нагревом ПКФ до 500°C) и без использования дегазации металла аргоном составила: в системе фильтрации ПКФ 0,19 см³/100 г А1 (точка А3, рисунок 3.13), это обусловлено тем, что нагретый менее 500 °С пенокерамический фильтр(ПКФ) не оказывает существенного влияния на содержание водорода в сплаве. На литейном столе содержание водорода (точка А6, рисунок 3.13) в отобранной пробе составило в среднем 0,18 см³/100 г А1, что является результатом снижения температуры расплава в процессе его прохождения по металлотракту (Таблица 3.4, эксперимент №3). [104]

Концентрация водорода в жидком металле на основных этапах литья с использованием одноступенчатой системы фильтрации (с нагревом ПКФ свыше 500 °С) без применения дегазации расплавленного металла аргоном составило: в системе фильтрации ПКФ 0,20 см³/100 г А1 (точка А3, рисунок 3.13), это обусловлено тем, что нагретый более 500 °С ПКФ препятствует остыванию расплава при его фильтрации, и 0,19 см³/100 г А1 на литейном столе (точка А6, рисунок 3.13), что является результатом снижения температуры расплава в процессе его прохождения по металлотракту (Таблица 3.4, эксперимент №4) [104].

Концентрация водорода в сплаве алюминия на основных этапах литья с использованием одноступенчатой системы фильтрации (с нагревом ПКФ менее 500 °С) и с использованием дегазации расплава аргоном на этапе прохождения расплавленного металла через одноступенчатый пенокерамический фильтр составило: в системе фильтрации ПКФ 0,19 см³/100 г А1 (точка А3, рисунок 3.13) это обусловлено тем, что нагретый менее 500 °С ПКФ не оказывает существенного влияния на содержание водорода в сплаве. На этапе дегазации расплава, произошло снижение водорода (точка А5, рисунок 3.13) до 0,14 см³/100 г А1, что является эффектом барботажа расплавленного металла инертным газом. На литейном столе содержание водорода (точка А6, рисунок 3.13) в отобранной пробе составило в среднем 0,13 см³/100 г А1, что является результатом снижения температуры расплава в процессе его прохождения по металлотракту (Таблица 3.4, эксперимент №5) [104].

Концентрация водорода в алюминиевом сплаве на основных этапах литья с использованием одноступенчатой системы фильтрации (с нагревом ПКФ более 500 °С) и с применением дегазации расплавленного металла аргоном составила: в системе фильтрации ПКФ (точка А3, рисунок 3.13) 0,20 см³/100 г А1, это обусловлено тем, что нагретый более 500 °С ПКФ препятствует остыванию расплава при его фильтрации. На этапе дегазации сплава 5083, произошло снижение водорода (точка А5, рисунок 3.13) до 0,14 см³/100 г А1, что является эффектом барботажа расплавленного металла инертным газом. На литейном столе содержание водорода (точка А6,

рисунок 3.13) в отобранной пробе составило в среднем $0,13 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, что объясняется снижением температуры расплава алюминия в процессе его прохождения по металлотрактору. (Таблица 3.4, эксперимент №6) [104].

Концентрация водорода в жидком металле на основных этапах литья с использованием двухступенчатой системы фильтрации (с нагревом ПКФ менее $500 \text{ }^\circ\text{C}$), но без применения дегазации расплава аргоном составила: в системе фильтрации ПКФ (точках А3 и А4, рисунок 3.13) $0,19 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, это является следствием того, что нагретые менее $500 \text{ }^\circ\text{C}$ ПКФ не оказывает существенного влияния на содержание водорода в сплаве. На литейном столе содержание водорода (точка А6, рисунок 3.13) составило в среднем $0,17 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, что является результатом снижения температуры расплавленного металла в процессе его прохождения по металлотрактору. (Таблица 3.4, эксперимент №7) [104].

Концентрация водорода в жидком металле на основных этапах литья с использованием двухступенчатой системы фильтрации (с нагревом ПКФ более $500 \text{ }^\circ\text{C}$), но без применения дегазации расплавленного металла аргоном: в системе фильтрации ПКФ (точках А3 и А4, рисунок 3.13) $0,20 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, это обусловлено тем, что нагретые более $500 \text{ }^\circ\text{C}$ ПКФ препятствует остыванию расплава при его фильтрации. На литейном столе содержание водорода (точка А6, рисунок 3.13) в отобранной пробе составило в среднем $0,18 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, что является результатом снижения температуры расплава в процессе его прохождения по металлотрактору. (Таблица 3.4, эксперимент №8) [104].

Концентрация водорода в расплавленном металле на основных этапах литья с использованием двухступенчатой системы фильтрации (с нагревом ПКФ менее $500 \text{ }^\circ\text{C}$) и применением дегазации расплава аргоном составила: в системе фильтрации ПКФ $0,18$ и $0,17 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$ в точках А3 и А4, (рисунок 3.13) соответственно, это обусловлено тем, что нагретые менее $500 \text{ }^\circ\text{C}$ ПКФ не оказывает существенного влияния на содержание водорода в расплаве. На этапе дегазации расплава алюминия, произошло снижение водорода (точка А5, рисунок 3.13) до $0,12 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, что является эффектом барботажа расплавленного металла инертным газом. На литейном столе содержание водорода (точка А6, рисунок 3.13) в отобранной пробе составило в среднем $0,12 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$. (Таблица 3.4, эксперимент №9) [104]

Концентрация водорода в алюминиевом сплаве на основных этапах литья с использованием двухступенчатой фильтрации (с нагревом ПКФ более 500) $^\circ\text{C}$ и применением дегазации расплава аргоном составило: в системе фильтрации ПКФ $0,17 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$ в точках А3 и А4 (рисунок 3.13) это обусловлено тем, что нагретые более $500 \text{ }^\circ\text{C}$ ПКФ препятствует остыванию расплава при его фильтрации. На этапе дегазации алюминиевого сплава, произошло снижение концентрации водорода (точка А5, рисунок 3.13) до $0,12 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, что является эффектом барботажа металла инертным газом. На литейном столе содержание водорода (точка

Аб, рисунок 3.13) в отобранной пробе составило в среднем $0,11 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, что является результатом снижения температуры расплава в процессе его прохождения по металлотрактору. (Таблица 3.4, эксперимент №10) [104].

В ходе проведения исследования на установке полунепрерывного литья слитков было установлено, что средняя концентрация водорода в сплаве алюминия до прохождения ПКФ составляла $0,19 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, а после прохождения через систему фильтрации ПКФ среднее значение концентрации водорода снижалось до $0,185 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$. Степень нагрева пенокерамических фильтров в значительной мере не влияет на насыщения расплава алюминия водородом.

В Апаратно технологической схеме от алюминиевого электролизера до литейного миксера, в следствии «открытого» перелива происходит контакт расплавленного металла с влагой воздуха, что вызывает основной прирост содержания водорода в расплаве до $0,055 \text{ см}^3/100 \text{ г}$ [152].

Дополнительное обогащение алюминиевого расплава водородом в АТС от алюминиевого электролизера до литейной машины происходит:

- при использовании относительно влажных легирующих и модифицирующих добавок, повышающих растворимость водорода при производстве алюминиевых сплавов.
- при применении галогеносодержащее флюсы, благодаря наличию в них гигроскопической и кристаллизационной влаги;
- несовершенные методы отбора проб из металлотракта и ввода модификаторов в расплав, когда происходит нарушение целостности наружной оксидной пленки над расплавом.

В качестве технических решений по снижению экспансии водорода в расплав алюминия предлагается [152]:

а) применять «закрытые» переливы при технологических операциях выливки из электролизера в вакуум транспортный ковш с сифоном и при технологической операции заливке расплава алюминия из ВТК в литейный миксер. Данные технологические операции позволят сократить концентрацию растворенного водорода в алюминии, что в свою очередь повлечет снижение расходов, применяемых для рафинирования жидкого металла флюсовых препаратов, а также время технологического отстоя жидкого металла в ковшах до его перелива в литейный миксер. Основной экономический эффект от применения данной технологической операции будет выражен в сокращении потерь алюминия в результате снижения его окисления, примерно на $0,9 \text{ кг/т}$ алюминия;

б) применять технологическую операцию дегазации расплава алюминия в ВТК согласно патенту РФ № 2668640. В процессе выполнения технологической операции отстаива-

ния расплава, ковш накрывают специальной крышкой и создают разряжение путем подключения к заводской вакуум линии. Снижения давления над расплавленным алюминием порождает рост газовых пузырей и их обогащением растворенным в металле водородом, всплытие на поверхность расплава данных пузырей приводит к дегазации жидкого металла;

в) с целью исключения применения влажной шихты, лигатуры, модификаторов и флюсов обеспечить их входной контроль, ужесточить правила приема и хранения, при необходимости проводить их сушку, для их навески использовать герметичную упаковку;

г) испытать и внедрить новые высокоэффективные рафинирующие флюсы и технологические приемы обработки ими расплавленного металла;

д) повысить эффективность очистки жидкого металла в установках внепечного рафинирования SNIF за счет увеличения степени диспергирования аргона и подбора режимов дегазации.

3.2 Исследование влияния содержания и формы водородных включений на структуру и свойства алюминия и его сплавов

Исследования проводились в научно-исследовательских лабораториях Института цветных металлов и материаловедения ФГАОУ ВО «Сибирский федеральный университет» и в промышленных условиях на предприятиях ОК «РУСАЛ».

Во время проведения исследований были поставлены и решены следующие задачи:

1) подготовлены образцы из алюминиевого сплава системы $Al-Si$ с определенной концентрацией и формой водородных включений;

2) выполнен анализ полученных образцов на индекс плотности и содержание водорода;

3) подготовлены образцы из алюминиевого сплава системы $Al-Si$ для исследования макро- и микроструктуры, механических свойств сплава.

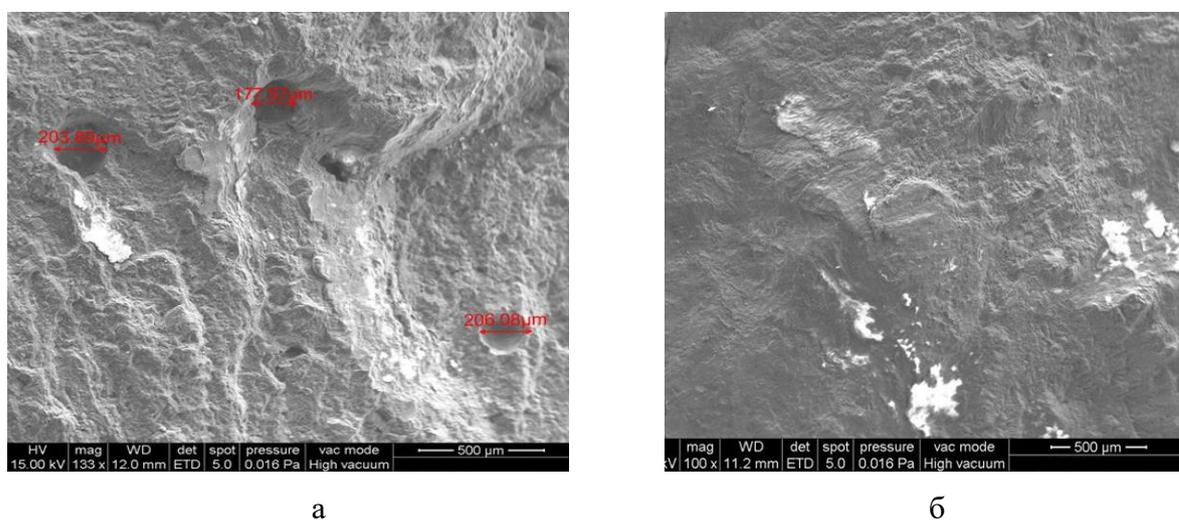
4) установлено влияния атомарной и молекулярной форм водородных включений на относительное удлинение, предел текучести и временное сопротивление разрыву алюминиевого сплава системы $Al-Si$.

Водород в зависимости от формы нахождения по-разному влияет на свойства металлов и изделий из них. В изделиях важно распределение газа по микро и макроструктуре, а также перераспределение их в условиях эксплуатации под влиянием температуры, окружающей среды и механических нагрузок [77].

На растворимость водорода в жидком алюминии существенное влияние оказывают легирующие элементы. Например, М.В. Шаров и А.П. Гудченко «установили, что растворимость

водорода в жидких сплавах системы *Al-Mg* монотонно возрастает от чистого алюминия к чистому магнию. Влияние меди и кремния сводится к снижению растворимости водорода в жидком расплаве. Причем медь оказывает более сильное влияние, чем кремний. Наиболее сильно повышают содержание водорода в алюминии гидридообразующие элементы, такие как титан и цирконий» [124-129].

Механизм выделения молекулярной формы водорода в виде пор (рисунок 3.15) связан с захватом и адсорбцией на рыхлой поверхности неметаллических оксидных включений молекулы водорода, что в свою очередь приводит к образованию пор круглой формы. Размер пор зависит от скорости кристаллизации расплава и его состава, количества водорода в нем. При равном содержании водорода малая скорость кристаллизации приводит к формированию более крупных пор, чем большая [132, 136].



а

б

Рисунок 3.15 – Микрофотографии образцов с молекулярной (а) и атомарной (б) формой водородных включений [77]

По результатам измерений индекса плотности (DI) и концентрации растворенного в алюминии водорода была построена зависимость, представленная на рисунке 3.16 [77,101].

Исходя из предположения, что индекс плотности (DI) напрямую зависит от концентрации растворенного в расплавленном алюминии водорода, то коэффициент детерминации R^2 должен быть близким к 1. Однако проведенные эксперименты показывают, что коэффициент детерминации R^2 между концентрацией водорода и индексом плотности равен 0,69 (рисунок 3.16), что дает основание сделать вывод, что индекс плотности (DI) показывает не только наличие в расплаве растворенного водорода, но также и загрязненность расплава другими неметаллическими включениями [101].

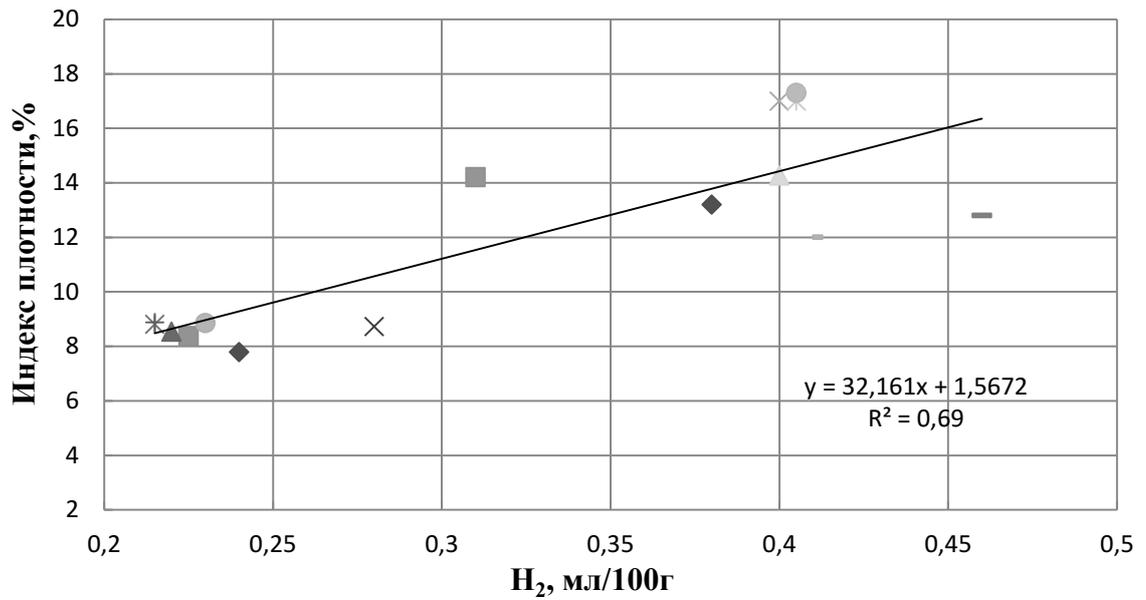
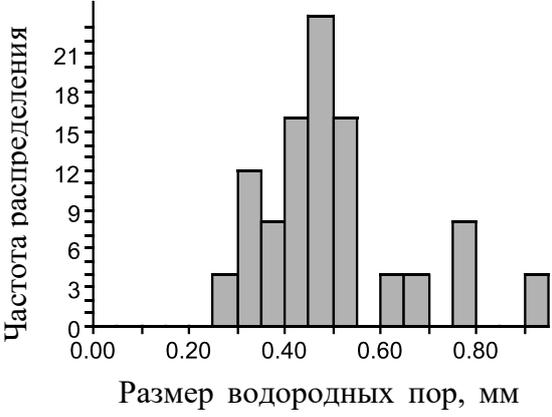
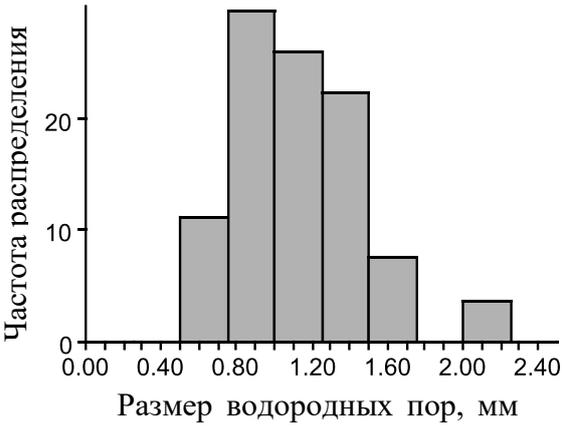


Рисунок 3.16 – Зависимость индекса плотности от содержания водорода [77,101]

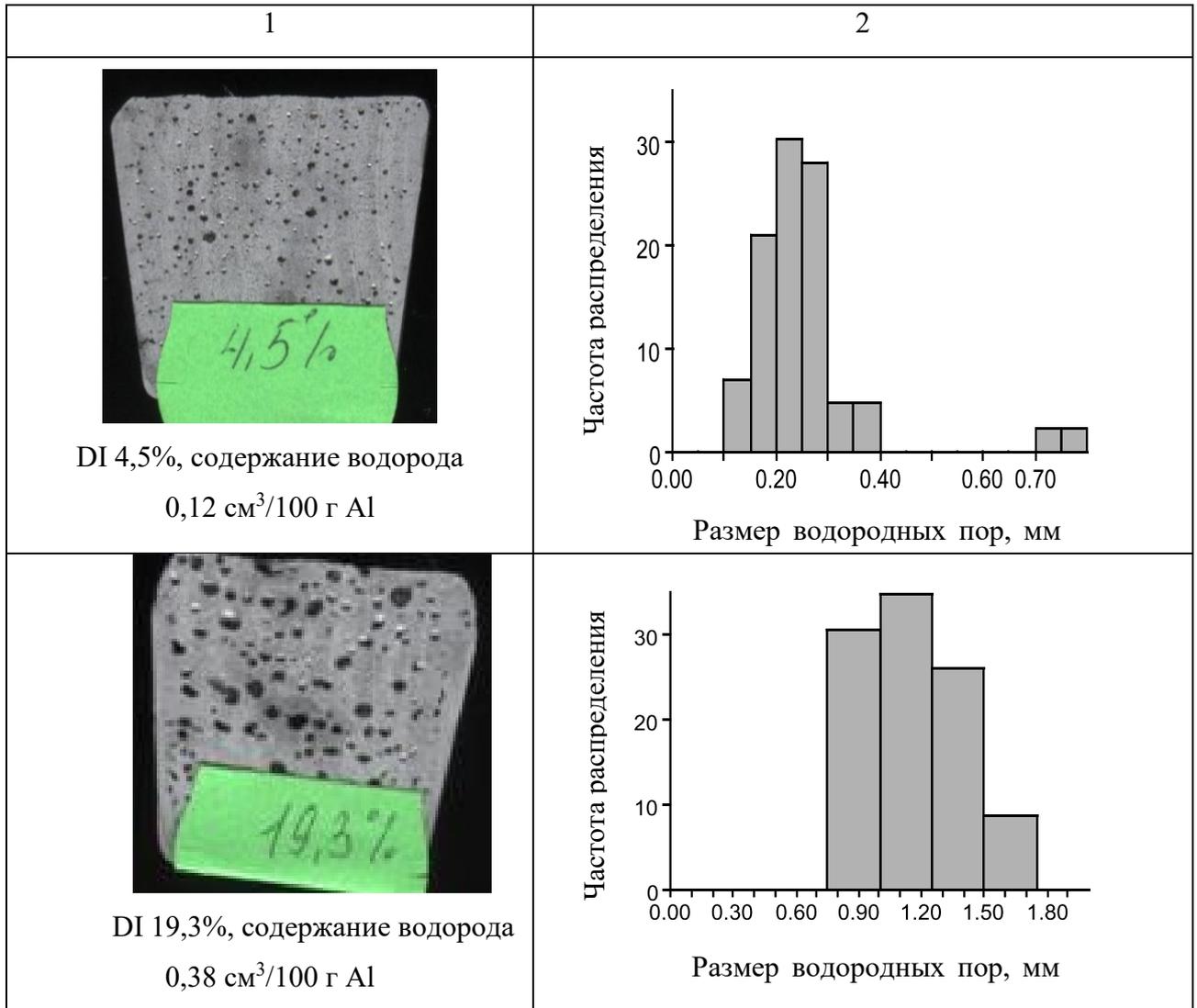
Таким образом, DI является качественным методом оценки загрязненности неметаллическими включениями и водородом.

Водородная пористость в алюминии напрямую зависит от скорости кристаллизации, а также от центров зарождения которые способствуют выделению водорода, данными центрами могут являться неметаллические включения (таблица 3.5).

Таблица 3.5 – Зависимость распределения водородной пористости от DI

Макроструктура проб металла	Распределение пористости в пробе металла
1	2
 <p data-bbox="256 770 699 860">DI 10,4%, содержание водорода 0,26 см³/100 г Al</p>	 <p data-bbox="820 465 852 792">Частота распределения</p> <p data-bbox="938 819 1337 860">Размер водородных пор, мм</p>
 <p data-bbox="252 1256 703 1346">DI 22,7%, содержание водорода 0,49 см³/100 г Al</p>	 <p data-bbox="820 936 852 1263">Частота распределения</p> <p data-bbox="938 1301 1337 1341">Размер водородных пор, мм</p>

Продолжение таблицы 3.5



С увеличением содержания водорода происходит значительное увеличение размеров пор (рисунок 3.17), что негативно влияет на уровень механических свойств и качество отливок в целом.

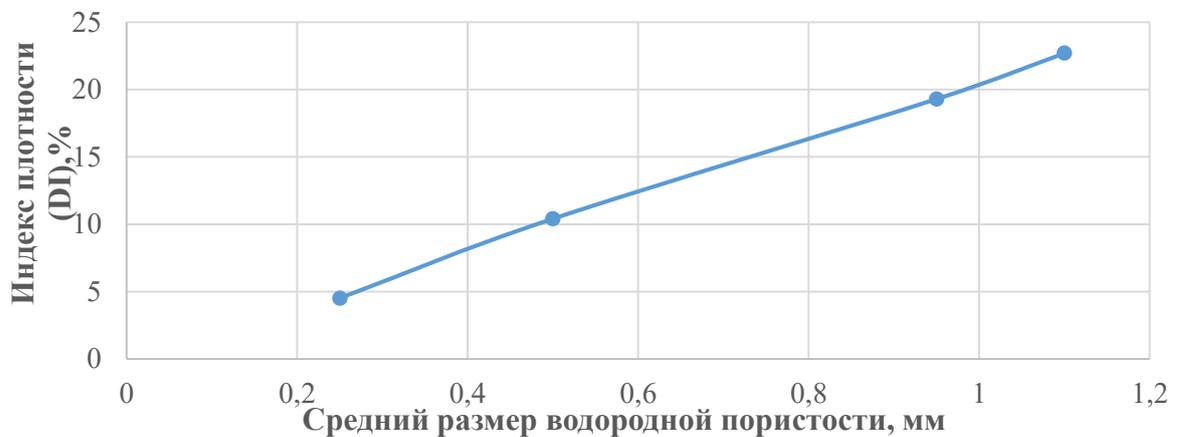


Рисунок 3.17 – Зависимость размера водородной пористости от DI

Исследование макроструктуры образцов с различной скоростью кристаллизации показывает, что образование пористости происходит в условиях замедленной кристаллизации при идентичных исходных условиях содержания водорода (рисунок 3.18). Сравнивали образцы с содержанием водорода $0,2 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$. При увеличении среднего размера дендритной ячейки от 20 мкм до 40 мкм происходит увеличение количества пор и их среднего диаметра.

Микроструктура образцов состоит из первичных дендритов твердого раствора на базе алюминия и колоний разветвлённой модифицированной эвтектики $Al+Si$ (рисунок 3.19). Статистический анализ параметров структуры, в частности размера дендритной ячейки, показал, что с увеличением скорости охлаждения большая часть водорода остается в атомарной форме.

Влияние растворенного в алюминии водорода на механические свойства отливок связано, прежде всего, с пористостью, которая уменьшает сечение отливки. Дополнительно следует отметить, что при проведении экспериментов по влиянию растворенного в алюминии водорода на механические свойства металла, трудно установить влияния водорода в чистом виде, поскольку образующаяся пористость может быть вызвана также усадочными явлениями.

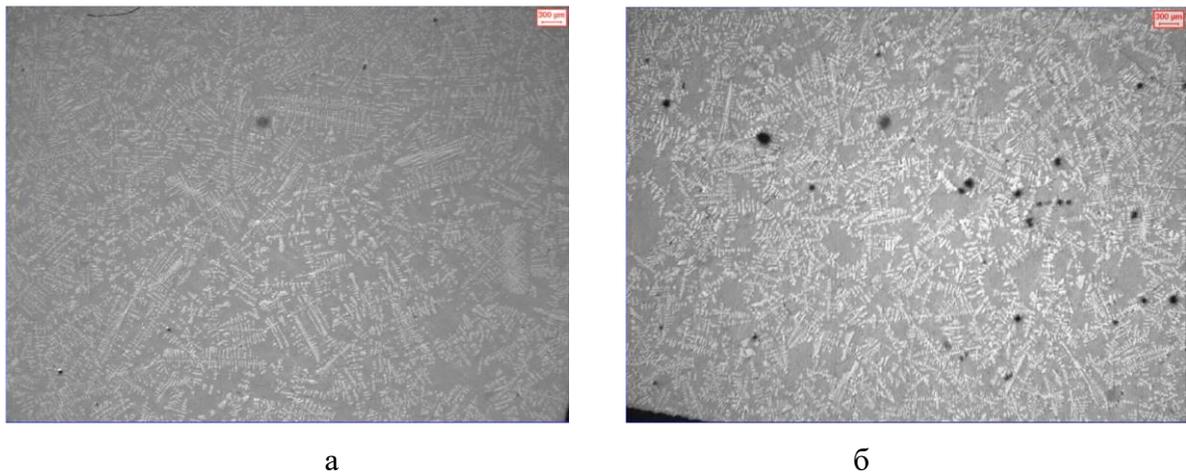


Рисунок 3.18 – Макроструктура отливок, полученных методом литья под низким давлением содержание водорода $0,20 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$:

а - водород в атомарной форме; б - водород в молекулярной форме

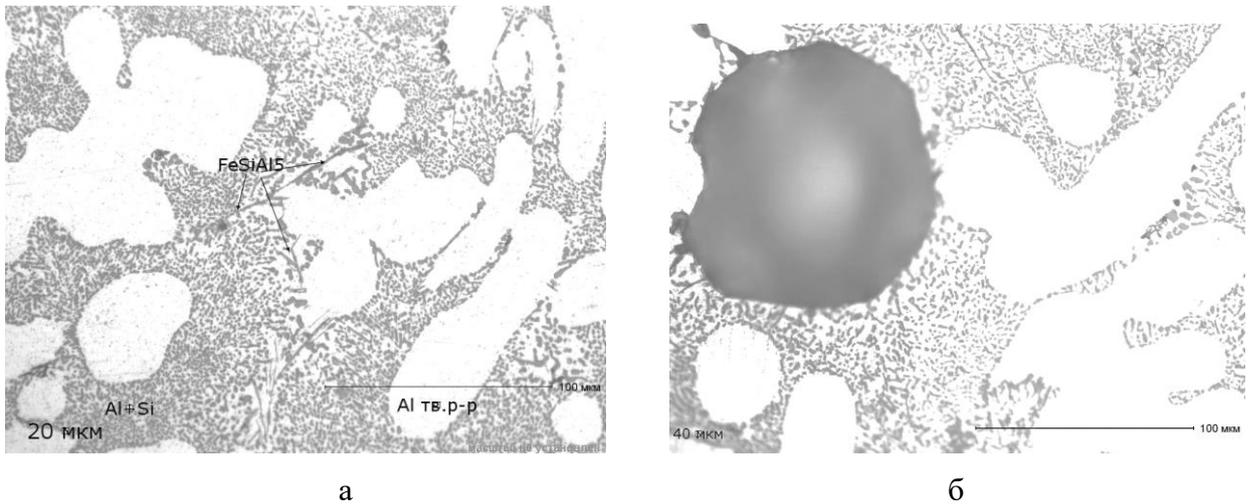


Рисунок 3.19 – Микроструктура отливок, полученных методом литья под низким давлением, содержание водорода $0,20 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$:

а - водород в атомарной форме; б - водород в молекулярной форме

Изломы образцов с молекулярной и атомарной формой водорода после разрыва макрофрактографически практически не отличаются (рисунок 3.20-3.21) [77].

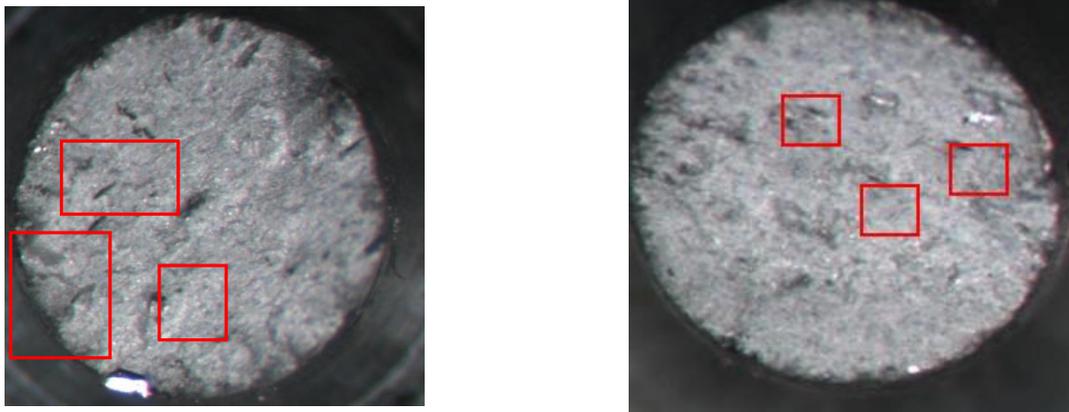


Рисунок 3.20 – Макроструктура образцов с молекулярной формой водорода после испытаний на разрыв

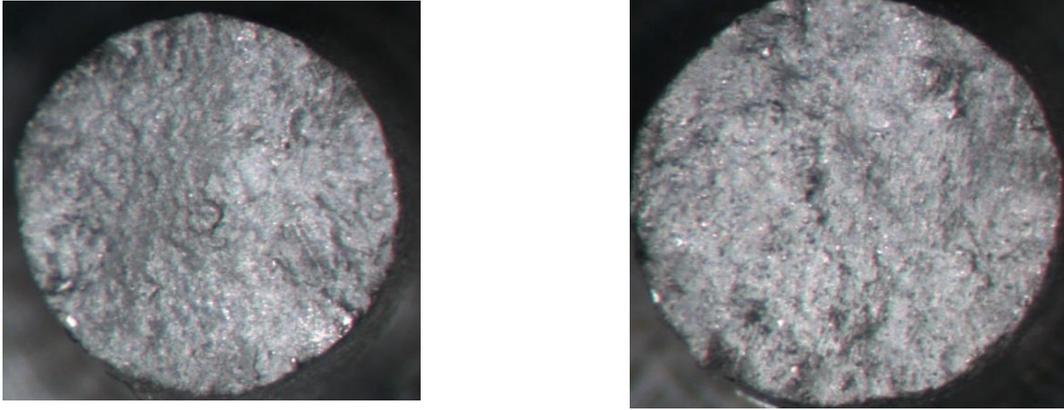
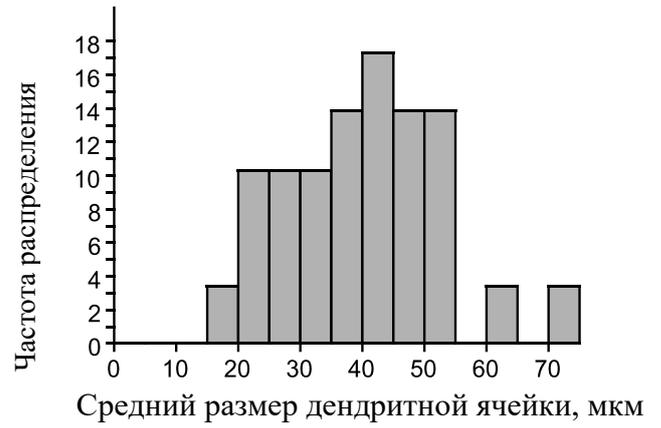
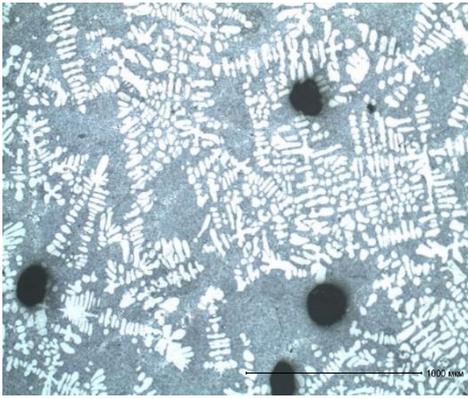


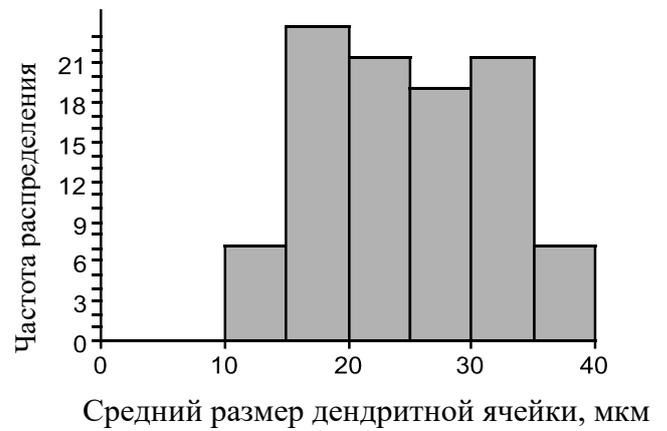
Рисунок 3.21 – Макроструктура образцов с атомарной формой водорода после испытаний на разрыв

Изломы однородные, матовые, светлые. Однако, в центральной части изломов с молекулярной формой водорода имеется локализованная область с порами (рисунок 3.20). Шероховатость поверхности, сужение этих образцов, размер губ среза в этих изломах меньше по сравнению с изломами образцов с атомарной формой водорода (рисунок 3.21). Кроме этого микрорельеф центральной части изломов с молекулярной формой водорода образован менее глубокими равноосными ямками, чем наблюдаемые на поверхности изломов с атомарной формой водорода, что свидетельствует о меньшей энергоёмкости разрушения этих образцов.

Ниже приведены результаты статистической обработки параметров структуры модельных сплавов с содержанием водорода $0,2 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, закристаллизованных в условиях с разной скоростью охлаждения, т.е. с разной формой растворенного водорода (рисунок 3.22).



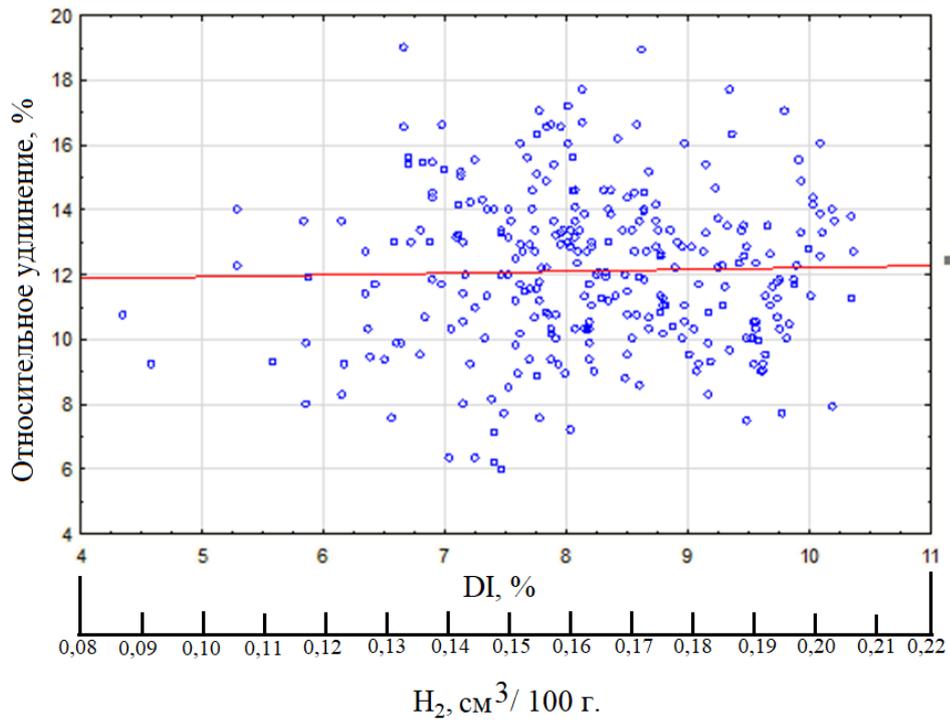
а



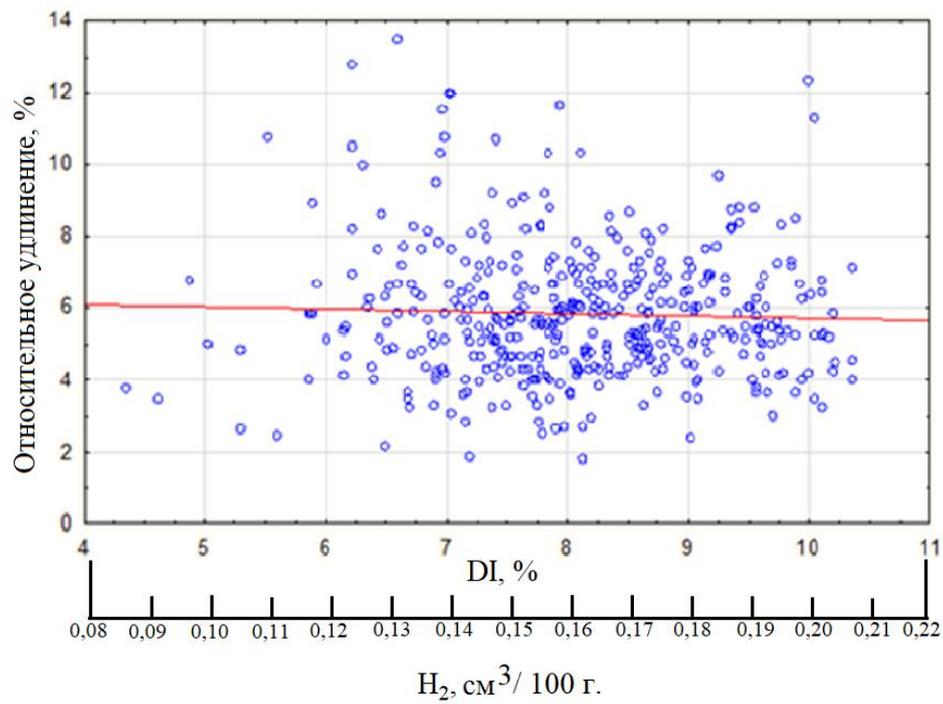
б

Рисунок 3.22 – Результаты статистической обработки параметров структуры образцов с молекулярной (а) и атомарной (б) формой водорода

Результаты статистического анализа, проведенного в программе STATISTICA [159] с объемом выборки 350 образцов представлены на рисунках 3.23-3.25.

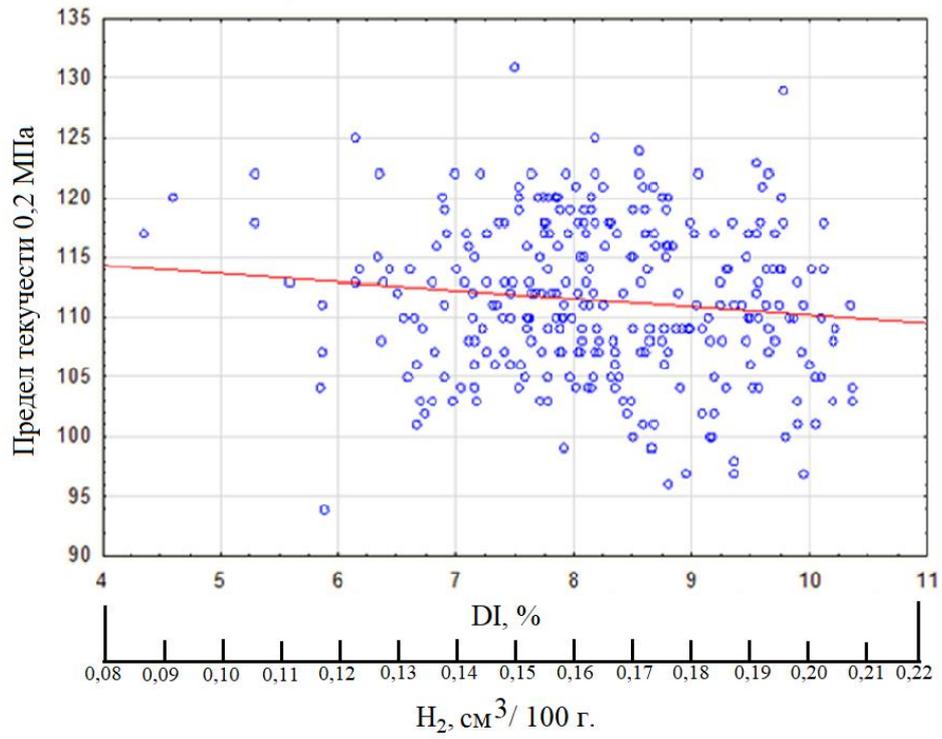


а

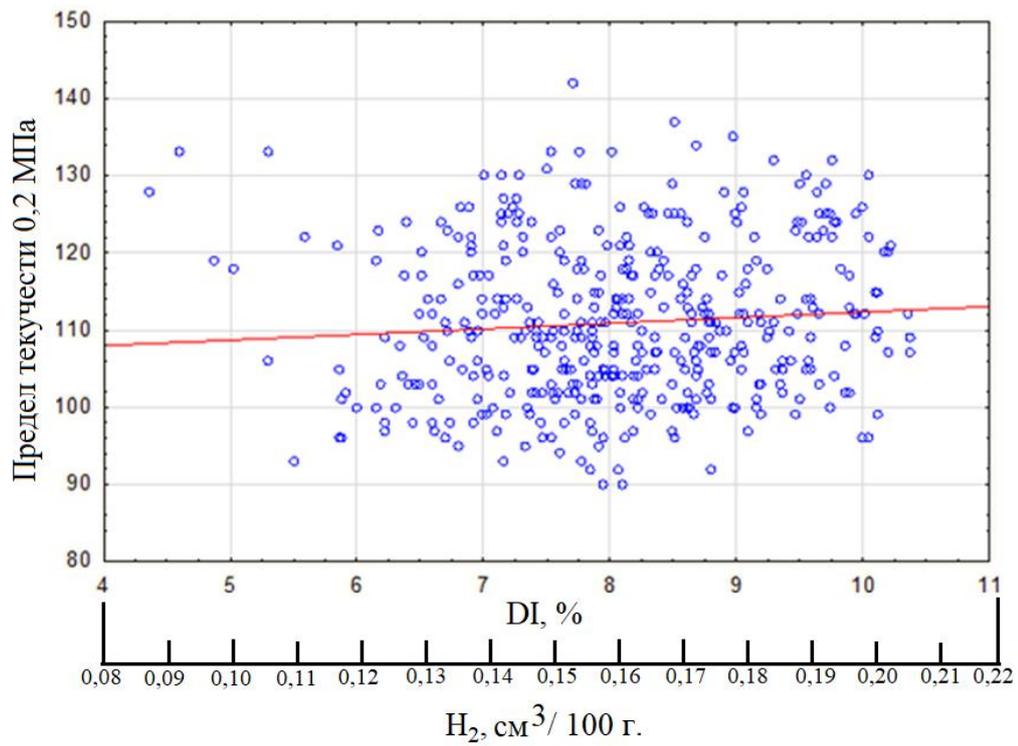


б

Рисунок 3.23 – Диаграмма рассеяния для относительного удлинения образцов с атомарной (а) и молекулярной (б) формой водорода [77]

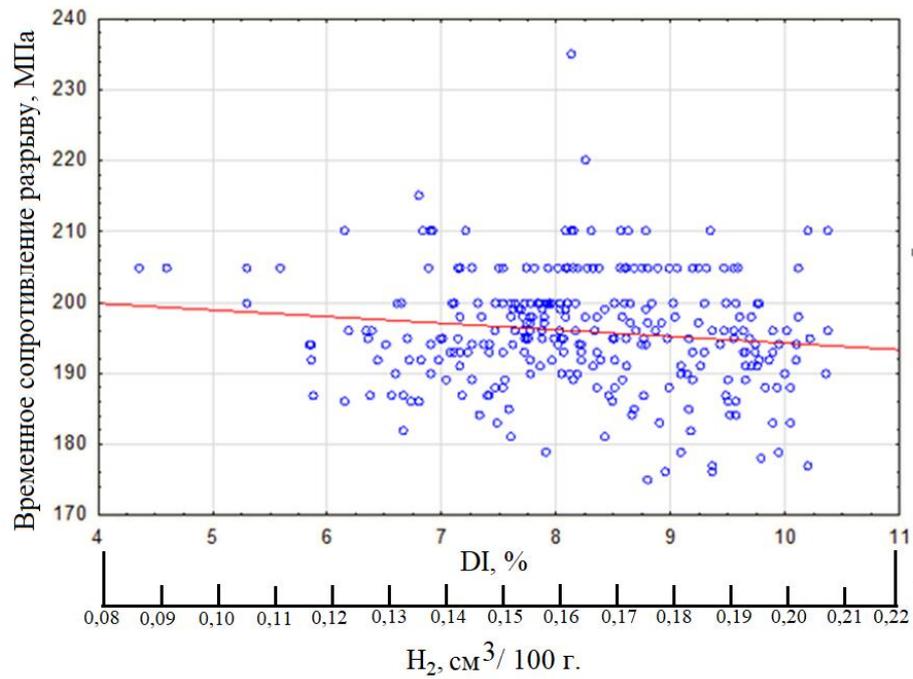


а

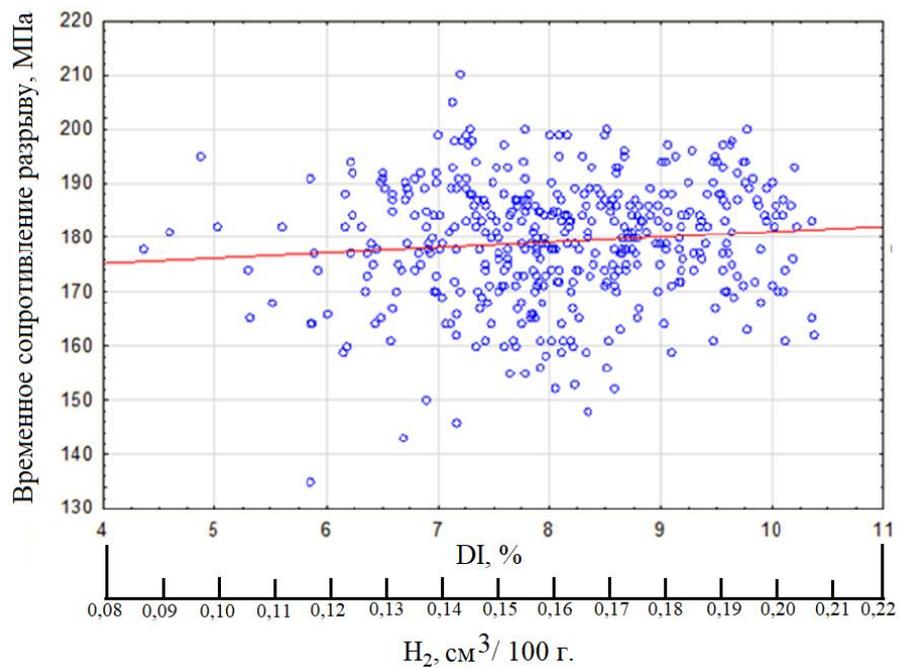


б

Рисунок 3.24 – Диаграмма рассеяния для предела текучести образцов с атомарной (а) и молекулярной (б) формой водорода [77]



а



б

Рисунок 3.25 – Диаграмма рассеяния для временного сопротивления разрыву образцов с атомарной (а) и молекулярной (б) формой водорода [77]

Полученные результаты показали, что присутствие водорода в молекулярной форме в концентрации от 0,08 до 0,22 $\text{cm}^3/100 \text{ г Al}$ резко снижает относительное удлинение с 12 % до 6% и временное сопротивление разрыву с 200 МПа до 175 МПа отливок из алюминиевых спла-

вов. Это можно объяснить, что существенное влияние на уровень механических свойств оказывает лишь очень грубая пористость. Неоднозначный характер зависимости удлинения от пористости можно объяснить влиянием на пластичность [77]:

- а) наличием пор, которые сокращают сечение отливки;
- б) ускорение разрушения за счет значительного давления водорода, выделившегося в молекулярной форме в виде пор;
- в) распадом пересыщенного относительно атомарного водорода твердого раствора.

Таким образом, в результате проведения исследований влияния содержания и формы водородных включений на структуру и свойства алюминия и его сплавов было установлено следующее: Увеличение концентрации водорода с 0,08 до 0,22 см³/100 г Al в образцах с атомарной формой водородных включений практически не оказывает влияние на механические свойства алюминия. Присутствие водорода в молекулярной форме в концентрации от 0,08 до 0,22 см³/100 г Al резко снижает относительное удлинение с 12 % до 6% и временное сопротивление разрыву с 200 МПа до 175 МПа отливок из алюминиевых сплавов.

3.3 Изучение влияния формы и содержания водородсодержащих включений на скорость и характер коррозионных процессов алюминия и его сплавов

Алюминий и его сплавы находят широкое применение в различных отраслях современной промышленности (космической, авиационной, автомобильной, инструментальной и т.д.), предъявляющих особые эксплуатационные требования к используемым конструкционным материалам.

Отливки из алюминиевых сплавов обладают относительно высокой коррозионной устойчивостью за счет наличия на поверхности инертной окисной пленки. В то же время, воздействие различных факторов окружающей среды приводит к утонению верхнего слоя естественной окисной защиты [145].

Поэтому исследования влияния коррозионных процессов на механические и эксплуатационные свойства сплавов на основе алюминия представляет собой актуальную научно-техническую задачу.

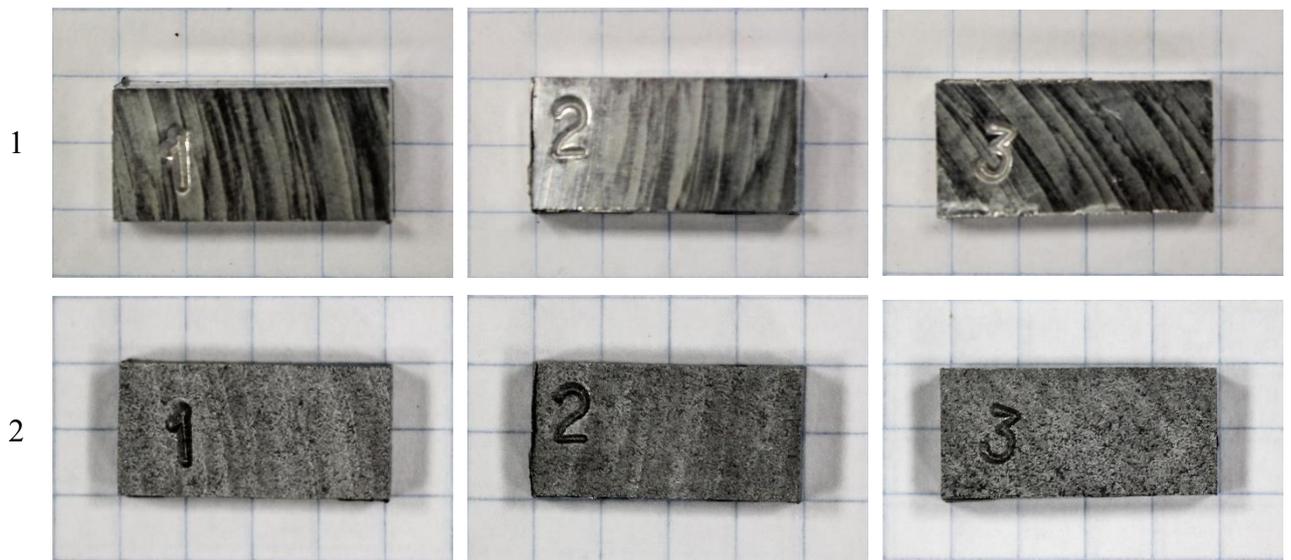
Во время проведения исследований были поставлены и решены следующие задачи:

- 1) подготовлены образцы из алюминиевого сплава системы Al-Si с определенной формой водородных включений.
- 2) проведен анализ полученных образцов на содержание водорода;
- 3) провели испытания на межкристаллитную коррозию;

4) установили влияния формы и содержания водородсодержащих включений на скорость и характер коррозионных процессов алюминия и его сплавов

Для поверхности алюминиевых сплавов характерно образование питтинга (точечного поражения), который в дальнейшем может стать причиной развития межкристаллитной коррозии (МКК). Данное коррозионное разрушение опасно тем, что его практически невозможно обнаружить визуально, так как от поверхности оно распространяется вглубь материала. Отслеживание развития МКК в натуральных климатических условиях требует проведения длительных испытаний – от 2 до 10 лет в зависимости от агрессивности среды [146].

При этом алюминиевые сплавы с высокой концентрацией легирующих элементов более подвержены коррозионному разрушению, чем сплавы с малой степенью пересыщения твердого раствора. Одной из основных предпосылок такого разрушения является наличие водородных включений [15,16,150]. Межкристаллитное коррозионное разрушение опасно тем, что распространяется оно от поверхности вглубь материала. На рисунках 3.26 и 3.27 представлено воздействие межкристаллитной коррозии на отобранные образцы сплава, приведшее к изменению их внешнего вида и массы.



а



б

Рисунок 3.26 – Общий вид образцов с атомарной (а) и молекулярной (б) формой водородных включений: 1 – до испытаний; 2 – после 24 ч в коррозионной среде

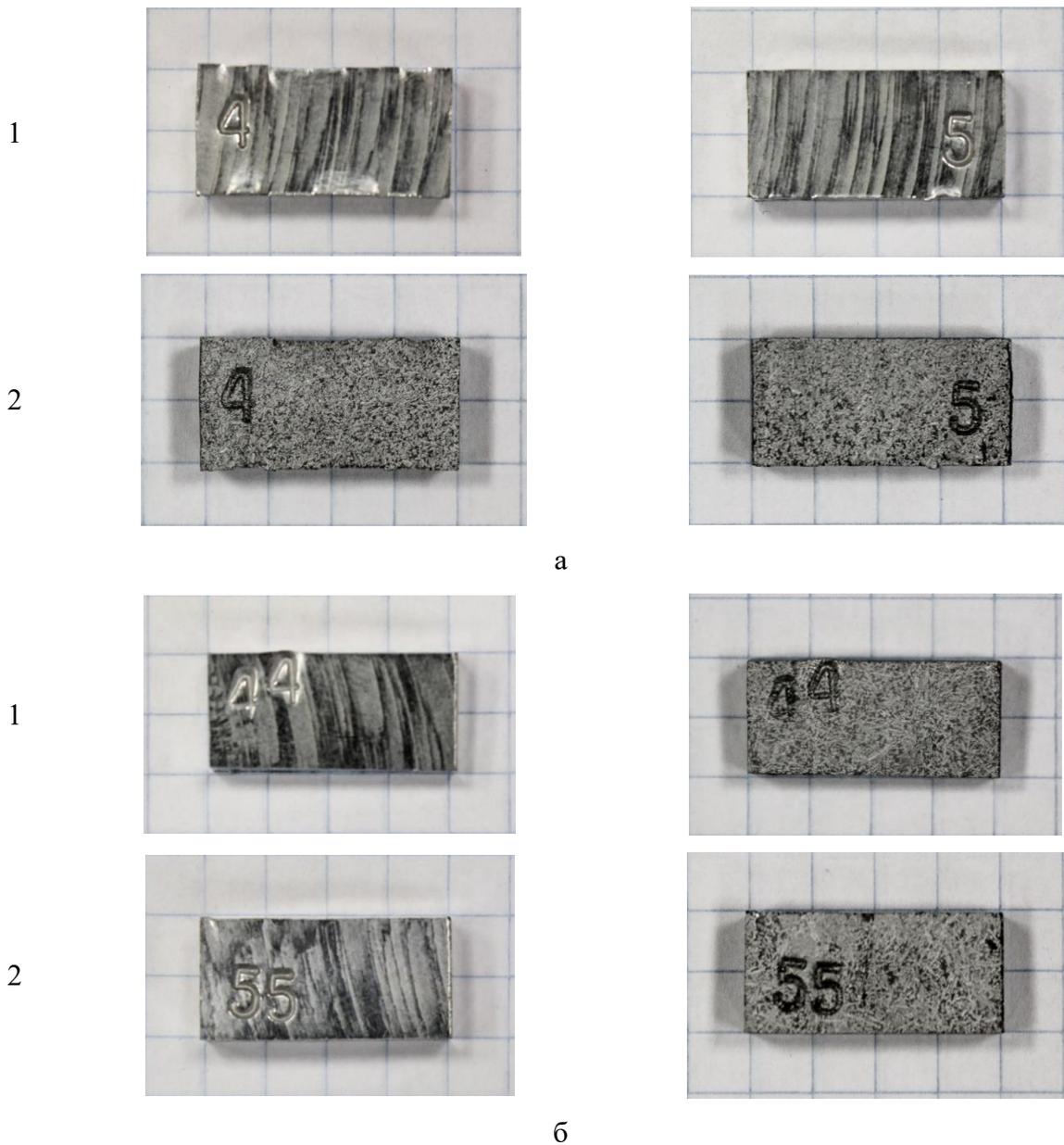
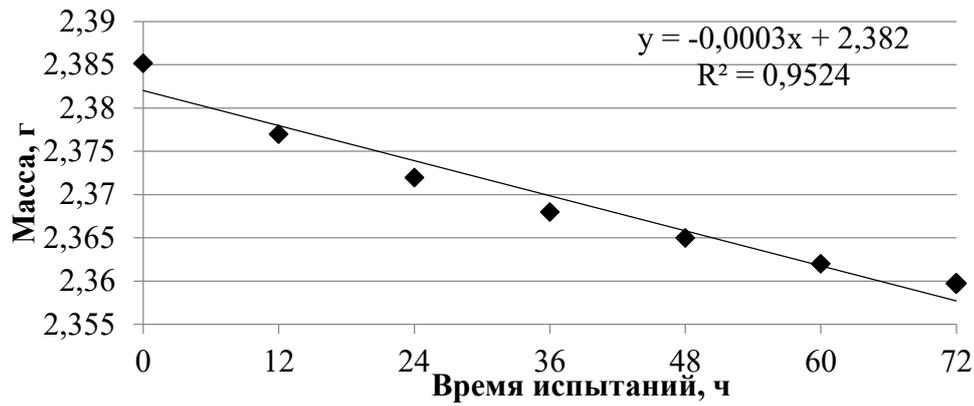
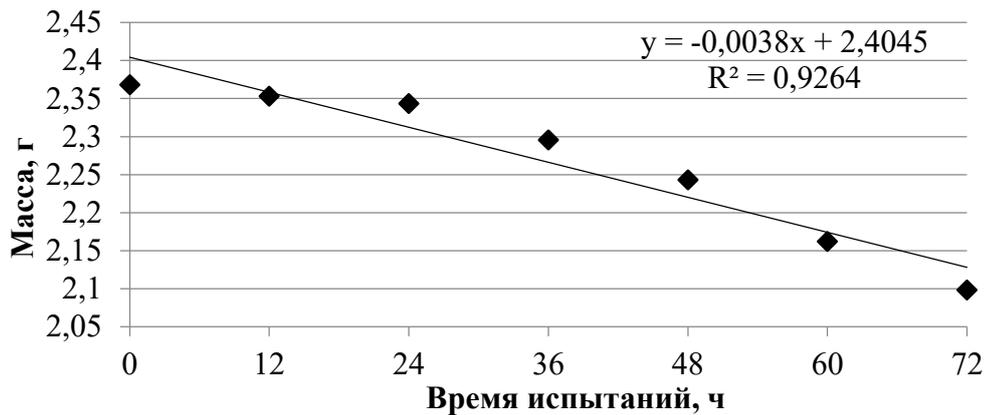


Рисунок 3.27 – Общий вид образцов с атомарной (а) и молекулярной (б) формой водородных включений: 1 – до испытаний; 2 – после 72 ч в коррозионной среде

При этом данные о потере массы за определенный промежуток времени менее достоверны, по сравнению с данными об изменении структуры за то же времени (рисунок 3.28).



а



б

Рисунок 3.28 – Изменения массы образцов с атомарной (а) и молекулярной (б) формой водородных включений во время испытаний

Тем не менее показано, что изменение массы для образцов с атомарной формой водорода за 24 ч составило – 0,0132 г, за 72 ч – 0,025 г. Тогда как для образцов с молекулярной формой водорода за 24 ч – 0,0248 г, за 72 ч – 0,269 г. Это объясняется тем, что в образцах с молекулярной формой водородных включений площадь взаимодействия с раствором больше, за счет имеющейся в структуре водородной пористости.

При межкристаллитной коррозии растравливаются только определенные структурные составляющие. Специфические особенности межкристаллитной коррозии могут различаться только при металлографических исследованиях, поэтому было изучено изменение структурного состояния за фиксированные промежутки времени. Результаты металлографического исследования представлены на рисунке 3.29.

На рисунке 3.29 б видно, что коррозия начинается и распространяется от пор, развиваясь по интерметаллидным включениям, расположенным по границам зерен. Это происходит за счет того, что в процессе контакта коррозионной среды с металлом имеющаяся разница

потенциалов между выделениями по границам дендритных ячеек и краем дендритов повышается. В зависимости от степени инертности этих выделений по отношению к основному металлу они либо оказывают влияние на процесс растворения вдоль границ дендритных ячеек (рисунок 3.29 б), либо растворяются сами (рисунок 3.29 а).

В обоих случаях происходит определенная потеря связи между отдельными кристаллитами. Вследствие чего металл с течением времени теряет прочность и пластичность.

Исследования показали, что в процессе эксперимента развитие межкристаллитной коррозии в большей степени проявляется в образцах с молекулярной формой водорода. Средняя глубина распространения межкристаллитной коррозии во время испытаний для образцов с атомарной и молекулярной формой водородных включений показана на рисунке 3.30. Из данного рисунка следует, что водород выделившийся в молекулярной форме увеличивает глубину распространения коррозии на 200%, по сравнению с водородом присутствующем в атомарном состоянии

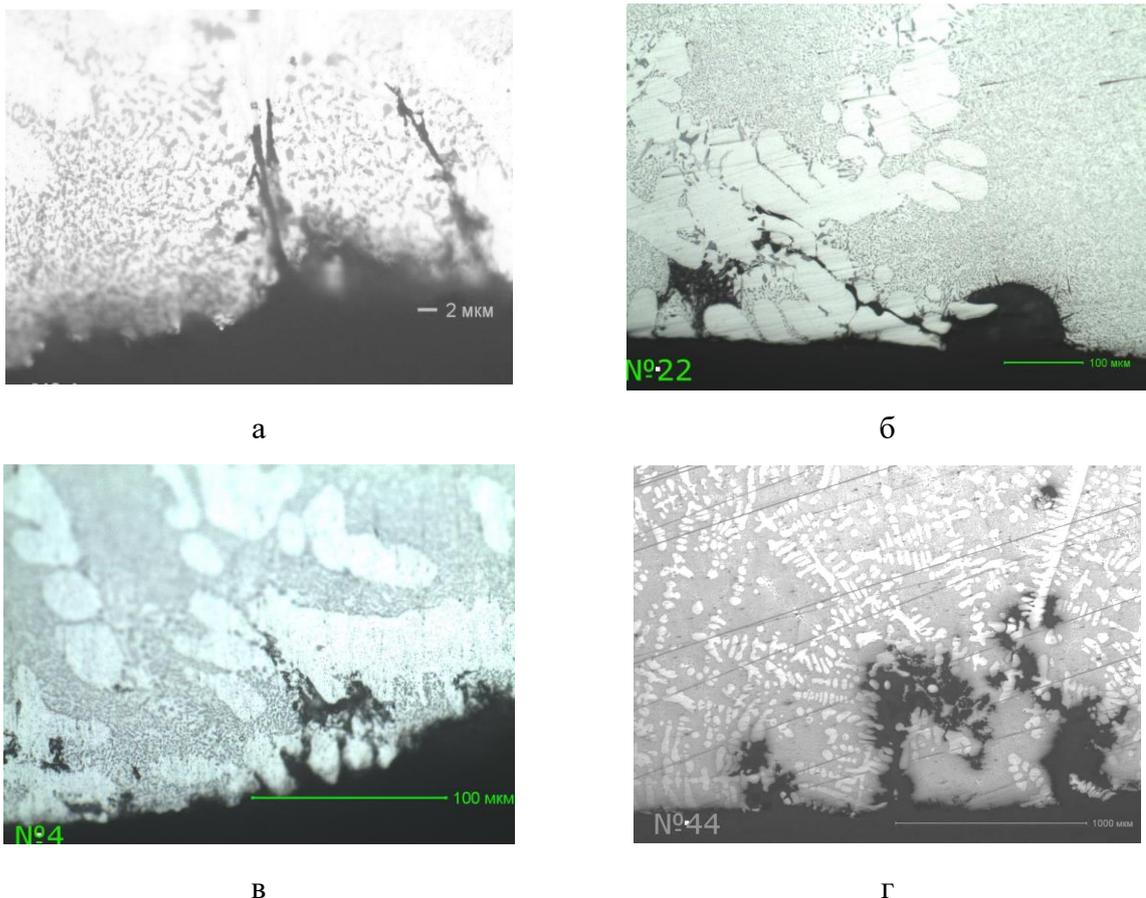
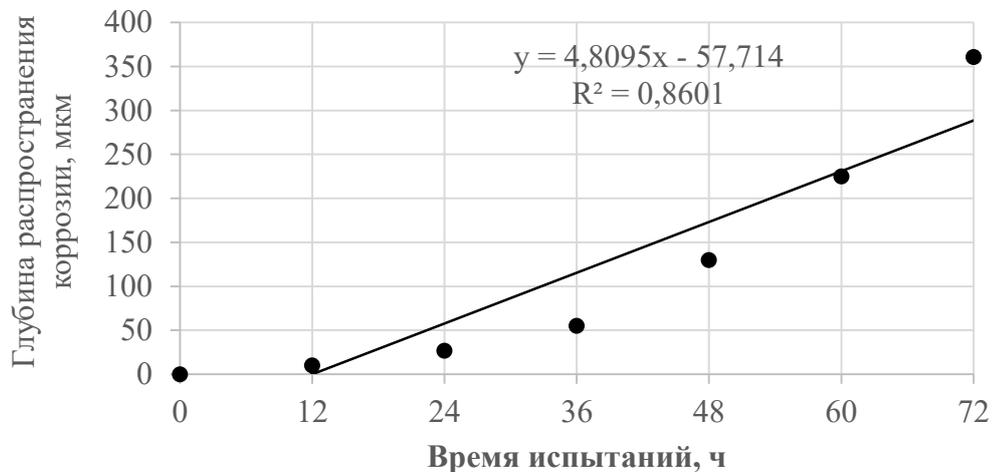


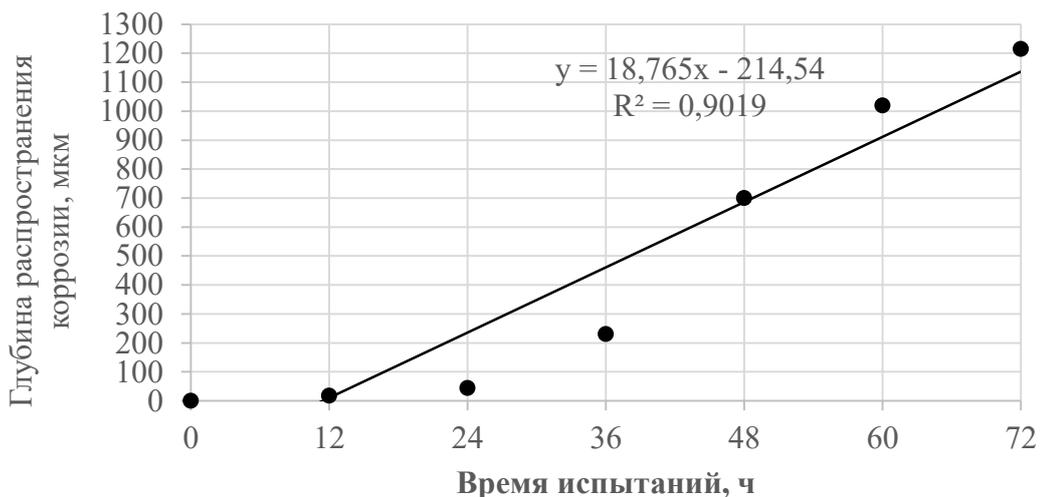
Рисунок 3.29 – Микроструктура образцов сплава после испытаний:
а, в – водород в атомарной форме; б, г – водород в молекулярной форме;
а, б – испытание 24 ч; в, г – испытание 72 ч

Результаты испытаний механических свойств для цилиндрических образцов с атомарной и молекулярной формой водородных включений представлены на рисунке 3.31.

Анализ результатов испытаний уровня механических свойств показал, что в образцах, после испытаний на межкристаллитную коррозию в значительной мере происходит снижение уровня относительного удлинения. Отмечено, что относительное удлинение исходных образцов с молекулярной формой водородных включений на 3.38% ниже в сравнении для образцов с атомарной формой водородных включений. Это объясняется наличием в структуре газовых пор размером 100÷200 мкм. Формирование в структуре дефектов в процессе испытаний привело к дальнейшему снижению относительного удлинения в образцах с молекулярной формой водорода в среднем на 28%.

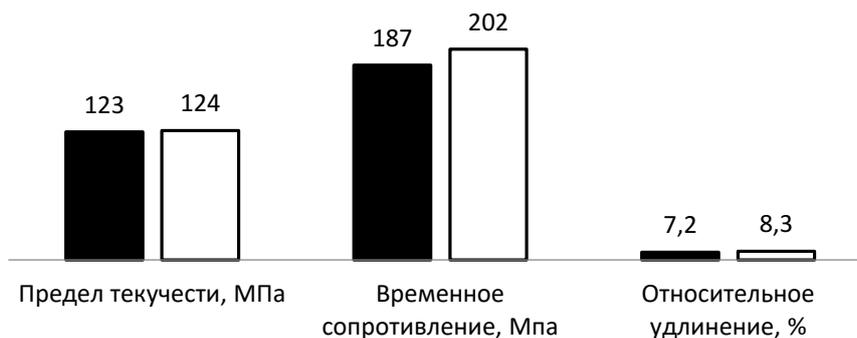


а

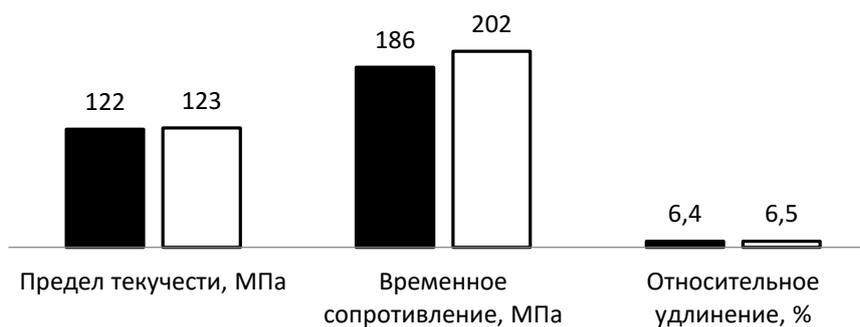


б

Рисунок 3.30 – Глубина распространения межкристаллитной коррозии для образцов с атомарной (а) и молекулярной (б) формой водородных включений



а



б

Рисунок 3.31 – Механические свойства образцов с атомарной (а) и молекулярной (б) формой водородных включений: □ - исходный образец; ■ - после коррозии

3.4 Выводы по главе 3

1. В АТС от алюминиевого электролизера до литейного миксера происходит «открытое» взаимодействие жидкого металла с влагой воздуха при «открытых» переливах металла из электролизера в ВТК и из ВТК в миксер, что вызывает прирост содержания водорода в расплаве до $0,055\text{см}^3/100\text{ г Al}$ [152].

2. Дополнительное обогащение алюминиевого расплава водородом в АТС от алюминиевого электролизера до литейной машины происходит:

- при использовании относительно влажных легирующих и модифицирующих добавок магния и титана, повышающих растворимость водорода при производстве алюминиево-кремниевых сплавов [112];

- при применении галогеносодержащее флюсы, благодаря наличию в них гигроскопической и кристаллизационной влаги [112];

- несовершенные методы отбора проб из металлотракта и ввода модификаторов в расплав, когда происходит нарушение целостности наружной оксидной пленки над расплавом.

3. Для снижения экспансии водорода в расплав алюминий необходимо [152]:

а) применять «закрытые» переливы расплавленного металла при технологической операции выливке из электролизера в вакуум-транспортный ковш и при технологической операции заливке жидкого металла из ВТК в миксер со съемным сифоном [152];

б) для дегазации алюминия в ВТК совместить отстаивание расплава с вакуумной обработкой;

в) исключить использование влажной шихты, лигатуры, модификаторов и флюсов обеспечить их входной контроль, ужесточив правила приема и хранения, при необходимости проводить их сушку, а для их навески использовать герметичную упаковку;

4. Проведены сравнительные исследования концентрации и различных видов водородных включений на коррозионные процессы в алюминии и его сплавах, заключающиеся в том, что водород выделившийся в молекулярной форме увеличивает глубину распространения коррозии на 200%, по сравнению с водородом присутствующем в атомарном состоянии.

5. Проведены сравнительные исследования концентрации и различных видов водородных включений на механические свойства алюминия и его сплавов. Увеличение концентрации водорода с 0,08 до 0,22 см³ /100 г Al в образцах с атомарной формой водородных включений практически не оказывает влияние на механические свойства алюминия. Присутствие водорода в молекулярной форме в концентрации от 0,08 до 0,22 см³/100 г Al резко снижает относительное удлинение с 12 % до 6% и временное сопротивление разрыву с 200 МПа до 175 МПа отливок из алюминиевых сплавов.

ГЛАВА 4 НОВЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ РЕШЕНИЯ В ОБЛАСТИ ПРОИЗВОДСТВА СЛИТКОВ ИЗ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ С ПОНИЖЕННЫМ СОДЕРЖАНИЕМ ВОДОРОДА

В данной главе представлены результаты экспериментов, проведенных в промышленных условиях действующего алюминиевого предприятия ОК РУСАЛ. Представлена новая технология для «закрытого» перелива расплава из электролизера в ВТК с использованием сифона, оригинальность данного решения подтверждается полученным патентом РФ. В данной главе предложено технологическое решение использование «закрытого» перелива металла при выливке из электролизеров и последующей заливки расплава в миксер снижающие насыщение алюминия водородом на 35%. Представлен новый технологический регламент (Приложение А) для производства литейных сплавов в виде малогабаритной чушки на линии «Brochot» обеспечивающие концентрацию водорода менее $0,1\text{см}^3/100\text{ г Al}$, что подтверждается соответствующим актом опытно-промышленных испытаний (Приложение Б). Основное содержание главы опубликовано в работах [107, 122, 151, 152, 156].

4.1 Разработка технологии и оборудования для закрытого перелива расплава из электролизера в вакуум-транспортный ковш с использованием сифона

С целью снижения концентрации растворенного в расплаве алюминия и его сплавах водорода на металлургических заводах ОК РУСАЛ наиболее целесообразным является использование «закрытых» переливов при выливке расплава алюминия из электролизера в вакуум-транспортный ковш со съемным сифоном и при заливке металла из данного ковша в миксер. На рисунке 4.1 показана принципиальная конструкция ВТК со съемным сифоном [151].

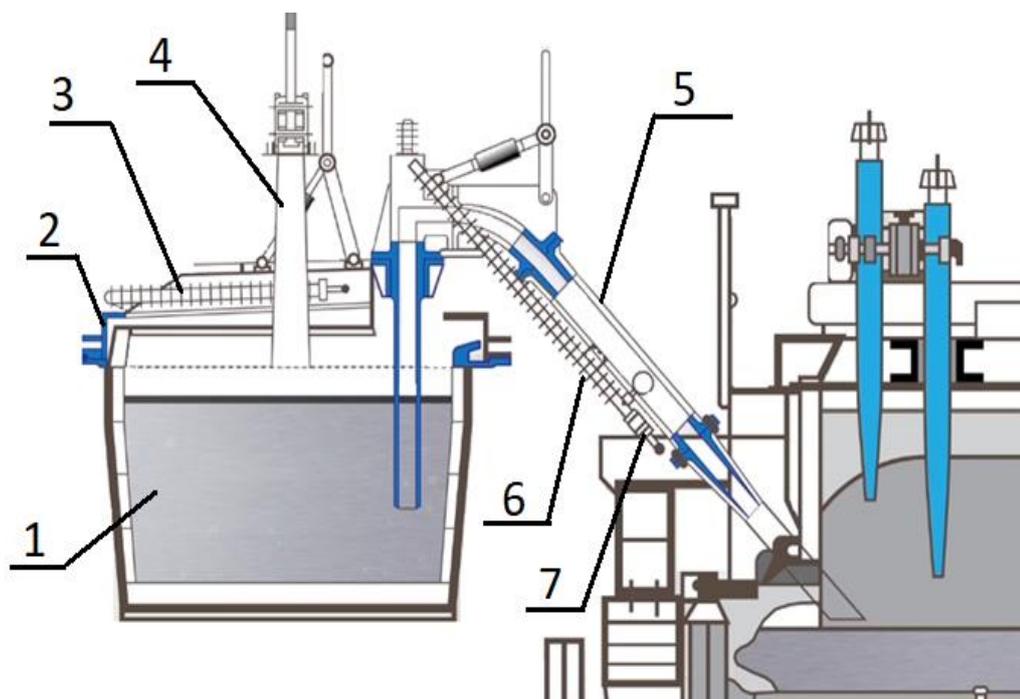


Рисунок 4.1 – Вакуум-транспортный ковш со съёмным сифоном. 1 – Стальной корпус; 2 – футерованная огнеупорным кирпичом крышка с жаровой трубой; 3 – грузоподъемная траверса. 4 – съёмный сифон; 5 сливная труба; 6 вторая жаровая труба, 7 – запирающее устройство. [122]

Вакуум-транспортный ковш состоит из корпуса, выполненного из стали 1 (рисунок 4.1), в качестве футеровки которого использовался кирпич, выполненный из огнеупорного материала; крышки с жаровой трубой представленных позициями под номерами 2 и 3 на рисунке 4.1; быстросъёмного грузозахватного приспособления (траверсы) представленной позицией под номером 4 на рисунке 4.1; съёмного сифона и второй жаровой трубой представленных позициями под номерами 5 и 6 на рисунке 4.1; запирающее устройство представленной позицией под номером 7 на рисунке 4.1.

Представленная конструкция ВТК работает следующим образом. Набор расплава алюминия из ванны электролизёра выполняется по стандартному технологическому регламенту. После погружения сифона вакуум-транспортного ковша в лётку электролизёра, в самом ковше начинает создаваться разрежение за счет подключения жаровой трубы на крышке ВТК к заводскому вакууму при герметично закрытом запирающем устройстве на жаровой трубе, расположенной на сифоне. После окончания заполнения ковша расплавом алюминия, его отсоединяют от вакуум - линии. С целью недопустить обратный перелив расплава из ковша в электролизёр, выполняют принудительный разрыв струи расплава в сифоне путем подачи воздуха через жаровую трубу и запирающее устройство. По завершению набора расплавленного металла сифон поднимают и устанавливают в пустой ковш для продолжения выливки расплава.

Предложенная конструкция вакуум-транспортного ковша позволяет производить «закрытый» перелив расплава без наклона ковша, как при выливке расплавленного металла, так и при его переливе в другую металлургическую ёмкость или агрегат.

Основной деталью в новой конструкции ВТК является сифон, представленный на рисунке 4.2.

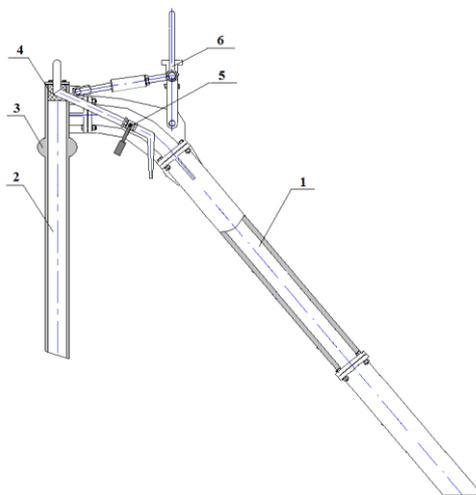


Рисунок 4.2 – Сифон ВТК в сборе [122]

Сифон состоит из всасывающей трубы (носки) 1 и сливной трубы 2, расположенной внутри ковша. Толщина стенок сифона такая же, как у обычного носка от ВТК. Всасывающая труба 1 состоит из трех частей с фланцами. Сливная труба 2 снабжена утолщением сферической формы 3. В верхней части сифона расположен проницаемый для газов, но не проницаемый для металла керамический фильтр 4. Сверху к сифону подсоединена жаровая труба с запирающим устройством 5. Длина жаровой трубы должна обеспечить возможность легкого и безопасного доступа к запирающему устройству 5 для разрыва струи металла в сифоне при завершении выливки. Внутренний диаметр всасывающей трубы 1 принять равным 90 мм. Внутренний диаметр сливной трубы 2 – 80 мм. Длина всасывающей трубы 1 должна обеспечить необходимый уровень погружения в летку электролизера при расстоянии от днища ковша от пола корпуса 200÷400 мм. Низ сливной трубы 2 должен быть расположен на расстоянии 40÷80 мм от футерованного днища ковша. Для транспортировки с помощью крана сифон снабжен грузоподъемной траверсой 6. Для балансировки сифона предусмотреть регулировку траверсы 6, которая обеспечит вертикальное положение сливной трубы 2 при установке сифона в ВТК и извлечении сифона из ВТК.

Съемный сифон устанавливается на съемной крышке посредством пары: «сферическая поверхность - конус», причем сферическая поверхность выполнена в верхней части сливной трубы сифона, а конус – в установочной втулке 7, расположенной на съемной крышке (рисунок 4.3).

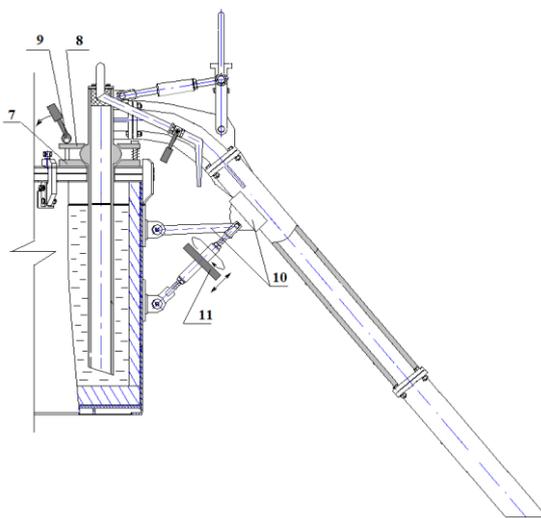


Рисунок 4.3 – Установка сифона на крышке вакуум ВТК [122]

Под сферической поверхностью понимается сфера, полусфера или любая сферическая поверхность от полусферы до полной сферы. Предлагаемая установка сифона на крышке ВТК посредством пары: «сферическая поверхность - конус» независимо от положения сифона относительно корпуса ковша обеспечивает полную герметизацию узла посадки сифона без использования герметизирующих прокладок, так как сфера с конусом в любом положении имеет замкнутую линию контакта.

В этом случае установка сифона в крышку ВТК не требует большой точности в силу свободного положения сферы сифона в конусной установочной втулке и увеличенного отверстия в установочной втулке, по сравнению с диаметром сливной трубы. Минимальный диаметр отверстия в установочной втулке должен быть больше наружного диаметра сливной трубы на $40\div 50$ мм.

Для снижения влияния магнитных полей от алюминиевых электролизеров на установку сифона в ВТК установочная втулка 7 на крышке ВТК может быть выполнена из немагнитного материала, например, из бронзы. Установочная втулка 7 должна располагаться на крышке параллельно днищу ковша и на минимально возможном расстоянии от днища ВТК (или от поверхности металла в ковше). Такое расположение уменьшит высоту подъема металла по всасывающей трубе 1 и длину сливной трубы 2, и, следовательно, время набора металла в ВТК.

Оригинальность данного устройства подтверждается полученным на нее патентом РФ № 2659556 [122], в котором защищен ряд оригинальных технических решений по совершенствованию конструкции ВТК с сифоном для выливки алюминия из электролизеров.

Проведенные опытно-промышленные испытания новой конструкции ВТК показали достаточную ее эффективность. На рисунке 4.4 представлен ВТК со съемным сифоном, подготовленный к испытаниям.



Рисунок 4.4 – ВТК со съемным сифоном.



Рисунок 4.5 - Прогрев носка сифона ВТК над леткой электролизера.

Перед началом испытаний был отобран чистый и прогретый ковш, это объясняется тем, что труба сифона имеет не регулируемую высоту и на дне выбранного ковша недопустимы наросты шлака и электролита [151]. Перед выливкой металла из электролизера носок сифона ВТК прогревали над леткой в течение десяти минут с помощью гасильного шеста, который погружали в электролит (рисунок 4.5). С целью более эффективного прогрева носка, ВТК подключили к заводской вакуум линии. С помощью созданного разрежения в ковше и в сифоне, газы имеющие высокую температуру засасываются в носок сифона и ковш, что позволяет ускорить процесс разогревания.

После необходимого прогрева носка сифона ВТК производилась выливка расплава алюминия из электролизера в ковш (рисунок 4.7). Для этого прогретый носок сифона ВТК (рисунок 4.5) погружали в летку электролизера на глубину 300÷350 мм и подключали к заводской вакуум линии. Время выливки двух тонн расплава алюминия из электролизера в ковш составляет 2 минуты, что сопоставимо со «штатной» технологией. Вес выливаемого алюминия контролировали по электронным крановым весам КGW-20 ЕНР [155], грузоподъемностью 20тонн (рисунок 4.7).



Рисунок 4.6 - Выливка алюминия из электролизера.



Рисунок 4.7 - Установка ковша с металлом на транспортную тележку.

За время испытаний было набрано пять ВТК расплава алюминия. Набор каждого ВТК проводили из двух электролизеров. Общий вес вылитого из электролизеров металла составил около 20 тонн.

Завершающие операции по выливке расплава алюминия включали:

- транспортировку с помощью крана заполненного расплавом алюминия ВТК с сифоном на средний проезд электролизного корпуса,
- установку ВТК на транспортную тележку (рисунок 4.7);
- извлечение сифона из ВТК и снятие крышки с ВТК;
- установка крышки и сифона на специальную подставку;
- отбор проб металла на содержание водорода из ковша и электролизера, из которого вылит алюминий.

При выливке расплавленного металла из электролизера по традиционной технологии содержание водорода в нем увеличивается с $0,127 \pm 0,010$ до $0,176 \pm 0,017$ $\text{см}^3/100$ г Al, в среднем на $0,049$ $\text{см}^3/100$ г Al. Выливка алюминия опытным ковшом с сифоном увеличивает концентрацию водорода в металле с $0,136 \pm 0,006$ до $0,165 \pm 0,022$ $\text{см}^3/100$ г Al в среднем на $0,029$ $\text{см}^3/100$ г Al. Таким образом, использование «закрытого» перелива металла при выливке из электролизеров снижает насыщение алюминия водородом на 40% (с $0,049$ до $0,029$ $\text{см}^3/100$ г Al).

На рисунке 4.8 представлены поверхности расплава в ВТК после снятия крышки. Поверхность расплава алюминия частично покрыта шлаком. Этот шлак образовался в результате окисления алюминия при выливке с использованием сифона, а также частично всплыл с днища ВТК в результате воздействия струи алюминия из сливной трубы сифона на наросты шлака.



Рисунок 4.8 - Шлак на поверхности расплава алюминия в ковшах после набора металла с использованием сифона.

После отбора проб расплава на содержание водорода в корпусе электролиза ВТК направляли в литейное отделение.

4.2 Разработка технологии и оборудования для рафинирования алюминия в вакуум-транспортных ковшах перед заливкой в миксер

В соответствии с существующей АТС, вылитый из электролизеров алюминий отстаивают в ВТК в течение 20÷40 минут. В результате отстаивания алюминия его температура снижается на 50÷80°С (в зависимости от времени года). Охлаждение алюминия сопровождается понижением концентрации водорода в металле. По результатам проведенных замеров среднее снижение концентрации водорода в алюминии в результате отстаивания металла в ВТК составляет всего 0,03 см³/100 г Al. Вследствие низкой эффективности отстаивания алюминия в ВТК, возникает риск, связанный с невозможностью достижения остаточной концентрации водорода в товарном металле менее 0,10 см³/100 г Al.

В рамках совершенствования существующей АТС разработано техническое решение, направленное на снижение концентрации водорода в алюминии при его отстаивании. Для интенсификации дегазации алюминия при отстаивании предложено проводить вакуумную обработку металла в ВТК. По результатам экспертизы заявленного технического решения получен патент на изобретение № 2668640 «Способ вакуумной обработки алюминия и алюминиевых сплавов» [154].

При внедрении данного изобретения достигается следующий технический результат:

- снижению растворенного в алюминии водорода в процессе технологического отстоя расплава перед его заливкой в литейный миксер;
- снижение расхода флюсовых препаратов для очистки жидкого металла в металлургическом миксере

Технический результат достигается тем, что в процессе вакуумной обработки расплавленного металла, обработку расплава алюминия проводят в вакуум транспортном ковше с установленной крышкой в процессе технологической операции отстаивания, перед его заливкой в литейный миксер. В процессе данной операции отношение площади поверхности расплавленного металла в ковше к объему данного металла поддерживают не менее чем 1,10, а само разрежение создают до момента снижения температуры в пределах $780\pm 10^\circ\text{C}$.

Расплав из алюминиевых электролизеров выливают ВТК в корпусах электролиза. После технологической операции выливки алюминия из электролизера в ВТК, температура расплавленного металла составляет $940\div 955^\circ\text{C}$. После перелива расплавленный металл доставляют специальным транспортом в литейное отделение, где размещают на специальной остывочной площадке. Следующим шагом ковш герметично накрывают крышкой и над поверхностью расплава создают разрежение, путем подключения к заводскому вакууму линии. В процессе дегазации температуру расплавленного металла непрерывно контролируют контактной термопарой. Благодаря снижению температуры расплавленного алюминия, а также процессу вакуумирования, происходит медленное перемешивание расплава. Более горячий жидкий металл поднимается вверх ковша, а остывший от стенок ВТК расплавленный алюминий опускается вниз. В процессе этого, постоянно происходит удаление растворенного в алюминии водорода. По мимо этого с выделяющимися пузырьками газа, на поверхность расплава поднимаются и шлаковые включения. Выдержку и дегазацию расплава алюминия выполняют до тех пор, пока температура жидкого металла не опустится до значений $780\pm 10^\circ\text{C}$. По достижению нужной температуры, вакуум транспортный ковш отключаются от заводской вакуум линии и переливают расплавленный металл в литейный миксер. Температурные ограничения объясняются следующим образом, при температуре расплавленного металла ниже, чем $780\pm 10^\circ\text{C}$ появляется потребность дополнительного нагрева жидкого металла в металлургическом миксере, с целью компенсации теплопотерь, в результате чего повышается расход электроэнергии, а также увеличивается время приготовления сплавов и выхода на технологическую операцию литье.

С целью максимального удаления растворенного в расплаве водорода, в предлагаемом техническом решении отношение площади поверхности расплавленного металла в ВТК к объему расплава в ВТК поддерживают не менее 1,10. Выполнение данного условия дает возможность более эффективно провести дегазацию вакуумом и удалить из расплавленного металла максимальное количество растворенного водорода. Необходимо отметить, что ковши на алюминиевых предприятиях, в большинстве случаев выполнены в виде конуса, нижнее основания которых имеет меньший диаметр, чем верхнее. Если отношение площади поверхности расплавленного металла в ковше к объему жидкого металла в ковше меньше, чем 1,10, то за время

выполнения технологической операции дегазации с помощью вакуумирования, в процессе которой температура расплавленного алюминия снижается до 780 ± 10 °С, не удается обеспечить эффективное удаление водорода. На практике для интенсификации вакуумной обработки алюминия желательнее использовать ВТК увеличенного диаметра и небольшой высоты.

Испытания по вакуумной обработке расплава алюминия проводили сначала в литейной лаборатории. В печи сопротивления устанавливали тигель емкостью 50 кг по жидкому алюминию. В тигле расплавляли алюминий технической чистоты марки А5 весом 45 кг, и затем поднимали температуру расплава до 840 ± 5 °С. По достижении заданной температуры, отключали нагрев печи. Затем с зеркала расплавленного металла в тигле удаляли шлак и производили пробоотбор 3 проб с разной глубины ковша для их анализа на водород. После этого. После этого тигель накрывали специальной герметичной крышкой, которую подключали к вакуум насосу. В крышке тигля была установлена контактная термопара с целью контроля температуры расплава. В процессе проведения эксперимента в тигле поддерживали давление в пределах 350-400 Па, одновременно контролируя снижение температуры расплавленного металла. По достижению расплавом алюминия температуры в 780 °С, крышку снимали и отключали от вакуум насоса. Далее производили отбор трех проб на водород. Общее время вакуум обработки составило 32 минуты.

По результатам анализа среднее содержание водорода в расплаве алюминия составило: - до вакуумной обработки расплава алюминия – $0,24\pm 0,011$ см³/100 г Al и после вакуумной обработки и охлаждения расплава алюминия до 780 °С - $0,15\pm 0,009$ см³/100 г Al.

В ходе лабораторных исследований было достигнуто снижение концентрации водорода в алюминии: с $0,24\pm 0,011$ до $0,15\pm 0,009$ см³/100 г Al (на 37,5 %).

Таким образом, разработанное техническое решение по совершенствованию существующей АТС подготовки и разлива металла за счет вакуумной обработки расплава алюминия при отстаивании в ВТК показало высокую эффективность. Снижение содержания водорода в расплаве алюминия при вакуумной обработке составило 37,5 %. Внедрение разработанного технического решения существенно превысит эффективность простого отстаивания металла в ВТК перед заливкой в миксер.

4.3 Разработка технологии и оборудования для закрытого перелива расплава из вакуум-транспортного ковша в миксер с использованием сифона

В настоящий момент на предприятия ОК РУСАЛ применяется технология перелива расплавленного алюминия из ВТК в литейный миксер путем наклона ковша и выливки жид-

кого металла «открытой» струей, в процессе чего струя расплавленного металла падает с высоты 1,5-2 м (рисунок 3.11). В следствии чего, струя жидкого металла контактирует с атмосферной влагой и расплав активно насыщается водородом.

Для устранения указанных выше недостатков штатной технологии, применяемой в настоящий момент на предприятиях ОК РУСАЛ, был предложен и испытан перелив (под зеркало расплава) алюминия из ВТК в миксер с использованием сифона. Для перелива расплава алюминия в литейный миксер использовали тот же самый сифон, что и для выливки металла из электролизеров (рисунок 4.9) [156].



Рисунок 4.9 - Перелив алюминия из ВТК в миксер с использованием сифона.

Технология перелива расплава в миксер включает следующие операции:

1. с целью выбора наименее загрязненных шлаком и электролитом ковшей производится их предварительный подбор на «весовой»;
2. с помощью технологического грузоподъемного крана на вакуум-транспортный ковш устанавливают и монтируют крышку;
3. сливной носок сифона, установленного на ВТК опускают в расплавленный алюминий и выдерживают 10 минут, с целью его прогрева;
4. на крышку вакуум-транспортного ковша устанавливают и фиксируют предварительно прогретый в расплаве алюминия сифон;
5. ВТК с помощью технологического крана перевозят к литейному миксеру;
6. Производят подключение жаровой трубы, расположенной на сифоне вакуум транспортного ковша к заводской вакуум линии;
7. Носок сифона, установленного на ВТК опускают в заливочный карман литейного миксера

С целью создания в сифоне установленного на вакуум-транспортном ковше разряжения используют специальный эжектор, который подключают к заводской сети сжатого воздуха с давлением около 5,4 атм., что позволяет создать разряжение в 0,79 атм. Жаровую трубу, установленную на сифоне, подключали к заводской вакуум линии. Разряжение, которое создавалось в верхней части сифона, позволяло расплавленному металлу без контакта с атмосферой перетекать в литейный миксер.

Перед началом испытаний для герметизации сифона и исключения его «заплавления» металлом, в миксер залили один ковш алюминия по обычной технологии. Залитый расплав алюминия обеспечил подъем уровня и температуры жидкого расплава в кармане миксера. При первой попытке через сифон перелили пол ВТК расплава алюминия (около 2 т), при этом был выявлен следующий недостаток способа - отсутствие контроля начала и окончания процесса. Последующие переливы расплава алюминия проводили, подвешивая ВТК с расплавом алюминия на крановых весах, по которым контролировали скорость выливки металла из ВТК. После этого в миксер перелили расплава алюминия еще из 3-х ковшей (~11,6 т) с использованием сифона.

Всего в миксер во время опытно-промышленных испытаний перелили расплав из 3,5 ковшей (~13,6 т). Для контроля разрежения в сифоне на вакуумную магистраль установили вакуумметр. Окончание перелива расплава алюминия фиксировали по стабилизации веса ВТК на крановых весах. После этого пустой ВТК отключали от вакуумной линии. Из пустого ВТК извлекали сифон, снимали крышку и возвращали ковш на выливку расплава алюминия в корпуса электролиза.

К положительным моментам сифонного перелива расплава алюминия относится отсутствие шлака на поверхности перелитого в миксер металла. Металл через сифон сливается в миксер ламинарным потоком. Заливка расплава алюминия с использованием сифона минимизирует насыщение расплава шлаковыми включениями, снижает потери алюминия за счет окисления и со шлаком.

В ходе испытаний выявлены следующие недостатки перелива расплава из ВТК в миксер с использованием сифона:

1. Дополнительные требования к чистоте ковшей. Даже отобранные по весу ковши не гарантируют возможность установки в них сифона. Если на дне ковша под сливной трубой имеется нарост шлака или электролита, то сливная труба сифона упирается в него. В результате исключается возможность фиксации сифона на крышке ковша.

2. Существующая конструкция заливочных карманов миксеров не позволяет использовать сифонный перелив расплава алюминия в пустой миксер. Дно заливочного кармана воз-

вышается над дном миксера на 150÷200 мм. Поэтому в миксер необходимо доливать некоторое количество расплава алюминия, чтобы в кармане появился слой металла толщиной не менее 50 мм. При отсутствии или низком уровне расплава металла в кармане миксера нет возможности погрузить носок сифона в расплав для герметизации сифона и создания в нем разрежения.

3. Низкая температура расплава в миксере, которая изменяется от 720 до 780°C. Незначительный перегрев металла (60÷120°C) над температурой плавления алюминия (660°C) может привести к кристаллизации расплава в чугунном сифоне. Поэтому для надежного перелива алюминия из ВТК в миксер через чугунный сифон необходимо выполнить как минимум одно из следующих условий:

- предварительно прогревать сифон;
- заливать металл с небольшими перерывами во времени, чтобы сифон не успевал остывать;
- поддерживать в кармане миксера повышенную температуру расплава, не ниже 750°C;
- использовать чугунный сифон, футерованный внутри огнеупорным теплоизоляционным материалом.

При низкой температуре расплава в кармане миксера высока вероятность кристаллизации алюминия сначала в холодной нижней части сифона, погруженной в заливочный карман, а затем и во всем сифоне.

4. Низкая скорость перелива алюминия в миксер с использованием сифона. Продолжительность заливки 4 т расплава металла из ВТК в миксер, по сравнению с традиционной заливкой, увеличивается на ~3 мин. или на ~65÷70%. Скорость перелива расплава алюминия в миксер через сифон составляет около 10 кг/сек. (ВТК выливается за ~6,5 мин.), что связано с небольшим внутренним диаметром сифона, равным 80 мм - сливная труба) и 90 мм - носок. Время заливки 4 т металла из ВТК в миксер по традиционной технологии (наклоном ВТК) составляет в среднем 4 мин. 20 сек.

5. При создании разрежения в сифоне расплав из ВТКа поднимается до огнеупорного фильтра, расположенного в верхней части сифона. Фильтр постепенно забивается затвердевшим алюминием, сопротивление фильтра постепенно растет и процесс может быть прерван из-за недостаточного разрежения. В этом случае требуется замена фильтра.

Расплав в ВТК и в заливочном кармане миксера анализировали на содержание водорода. Результаты экспериментов представлены в таблице 4.1.

Таблица 4.1 - Содержание водорода в расплаве алюминии в ВТК и в заливочном кармане миксера после перелива расплава через сифон.

Температура металла в ковше, °С	Способ перелива металла в миксер	Среднее содержание H ₂ , см ³ /100 г Al
825	Сифон	0,157±0,016
754	Сифон	0,196±0,024
861	Сифон	0,168±0,001
842	Сифон	0,185±0,008
	Среднее	0,185±0,024
830	Через летку ковша	0,224±0,032

Полученные в ходе проведения эксперимента результаты, позволяют сделать вывод, что «закрытый» перелив расплавленного алюминия из вакуум-транспортного ковша в литейный миксер с помощью сифона, не увеличивает концентрацию растворенного в алюминии водорода. Средняя концентрация растворенного в расплаве водорода в вакуумном ковше составляет 0,160 см³/100 г Al, а в заливочном кармане металлургического миксера она равна 0,185±0,024 см³/100 г Al, что объясняется тем, что расплавленный металл проходя по сифону, который подключен к вакуум линии завода рафинируется путем вакуумирования.

В процессе проведения эксперимента были подобраны технологические режимы для создания и поддержания разряжения в сифоне: в процессе перелива расплавленного металла из вакуум ковша в литейный миксер, первую тонну расплава необходимо сливать с разряжением в сифоне -0,25÷-0,30 атм, далее разряжение плавно увеличивают до -0,50÷-0,55 атм. Данный режим позволяет исключить возможность попадания жидкого металла в огнеупорный фильтр служащий для подключения сифона к заводской вакуум линии.

В процессе выполнения технологической операции перелива расплавленного металла в литейный миксер с помощью сифона, на дне ковша остается часть расплавленного алюминия. Количество которого определяется длиной от нижней трубы сифона до дна вакуумного ковша. По мимо электролита и шлака, на дне вакуумного ковша остается порядка 80-100 кг расплавленного металла – рисунок 4.10.



Рисунок 4.10 - Остаток алюминия в ковше после выливки металла в миксер через сифон.

Концентрация растворенного в алюминии водорода, в процессе технологической операции перелива из вакуумного ковша в литейный миксер по стандартной применяемой технологии, представлены в таблице 4.2

Таблица 4.2 - Содержание водорода в ковше и в миксере после заливки алюминия через летку ковша (по существующей технологии).

Место отбора пробы	Температура металла, °С	Способ перелива металла в миксер	Среднее содержание H ₂ , см ³ /100 г Al
ВТК	851	Стандартная технология	0,230±0,008
Миксер	745		0,358±0,008
ВТК	860	Стандартная технология	0,190±0,032
Миксер	733		0,235±0,016
ВТК	885	Стандартная технология	0,241±0,040
Миксер	743		0,297±0,024
Среднее в ковшах			0,220±0,027
Среднее в миксере			0,297±0,016

Результаты проведенного сравнительного эксперимента двух технологий перелива представлены на рисунке 4.11

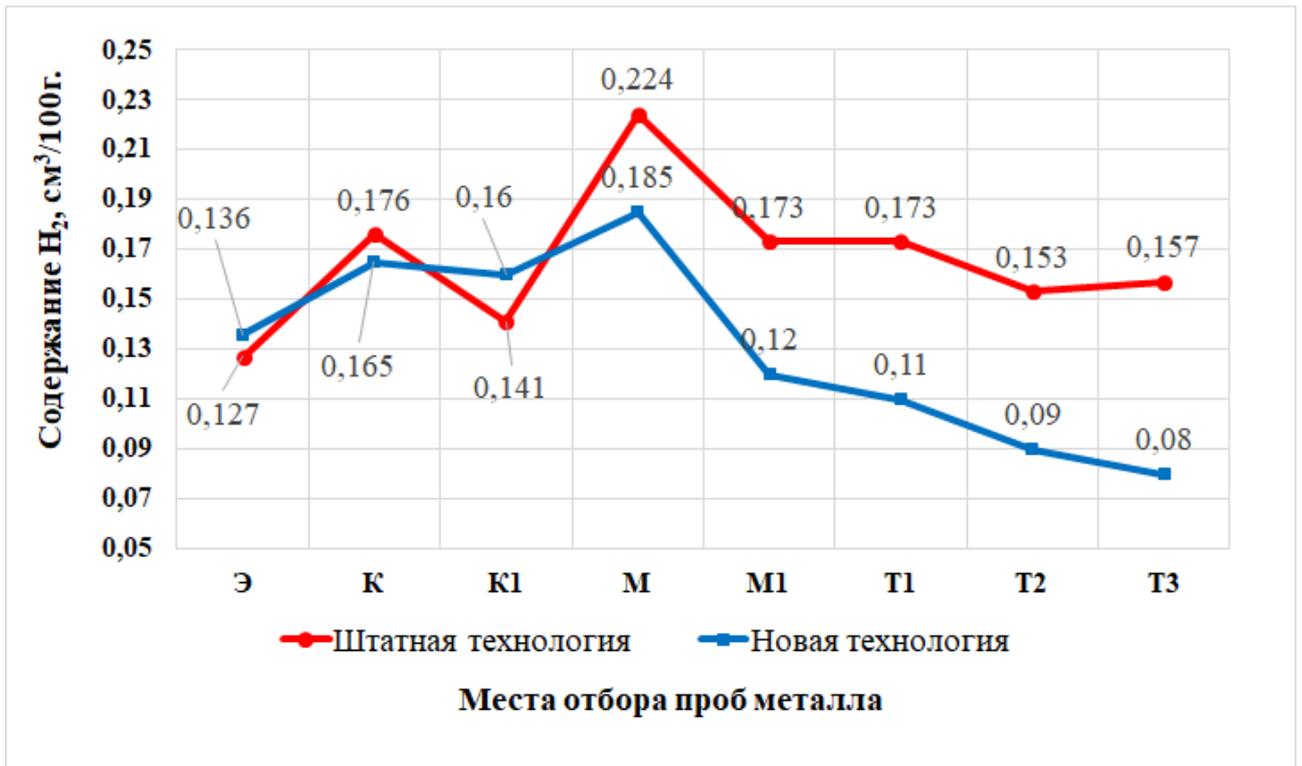


Рисунок 4.11 - Изменение концентрации водорода в жидком металле, находящемся:

Э – в электролизерах; К – в ковшах до отстоя металла; К1 – в ковшах после отстоя металла; М – в миксере после заливки металла; М1 – в миксере перед разливкой металла; Т - до установки «SNIF» рафинирования аргоном; Т2 - после установки «SNIF»; Т3 - после пенокерамического фильтра.

При выливки алюминия из ковша в миксер по традиционной технологии содержание водорода в нем увеличивается с $0,141 \pm 0,010$ до $0,224 \text{ см}^3/100 \text{ г}$, в среднем на $0,083 \text{ см}^3/100 \text{ г}$. Выливка алюминия опытным ковшом с сифоном увеличивает концентрацию водорода в металле с $0,16 \pm 0,006$ до $0,185 \text{ см}^3/100 \text{ г}$, в среднем на $0,025 \text{ см}^3/100 \text{ г}$. Таким образом, использование «закрытого» перелива металла при выливке из ковша в миксер снижает насыщение алюминия водородом на 70% (с $0,083$ до $0,025 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$). Дополнительно следует отметить, что выливка жидкого металла разработанным вакуум ковшом с установленным на него сифоном позволяет уменьшить количество образующегося шлака, за счет снижения окисления расплава алюминия, в следствии его «закрытого» перелива. Образование шлака в стандартной применяемой на предприятии ОК РУСАЛ технологии составляет $1,962 \text{ кг/т}$ алюминия, а при использование разработанной технологии с сифоном, количество образующегося шлака составляет $1,204 \text{ кг/т Al}$.

Следовательно, опытно-промышленные испытания новой конструкции ВТК со съёмным сифоном, как составной части АТС выливки, транспортировки, подготовки и разливки

расплава, подтвердили перспективность разработанной технологии. Внедрение сифона уменьшит потери алюминия за счет окисления и со шлаком, сохранит чистоту алюминия по водороду и шлаковым включениям, достигнутую на предыдущих участках АТС, уменьшит количество образующегося шлака и расход галогенсодержащих флюсов.

4.4 Совершенствование технологии производства литейных сплавов в виде малогабаритной чушки на линии «Brochot»

По действующей технологии заливка металла в миксер происходит при температуре $820\div 850^{\circ}\text{C}$ с отстаиванием в ковшах $20\div 30$ мин. При этом остаточное содержание водорода в алюминии составляет $0,16\div 0,20$ см³/100 г Al. Экспериментально установлено, что оптимальное время отстоя алюминия в ковшах около 60 мин. За это время температура металла снижается до $\sim 800^{\circ}\text{C}$. Охлаждение алюминия позволяет естественным образом снизить концентрацию водорода в металле вследствие уменьшения растворимости водорода при снижении температуры расплава.

На рисунках 4.12, 4.13 показана динамика изменения концентрации водорода в алюминии при отстаивании в ковшах в зимний и летний периоды.

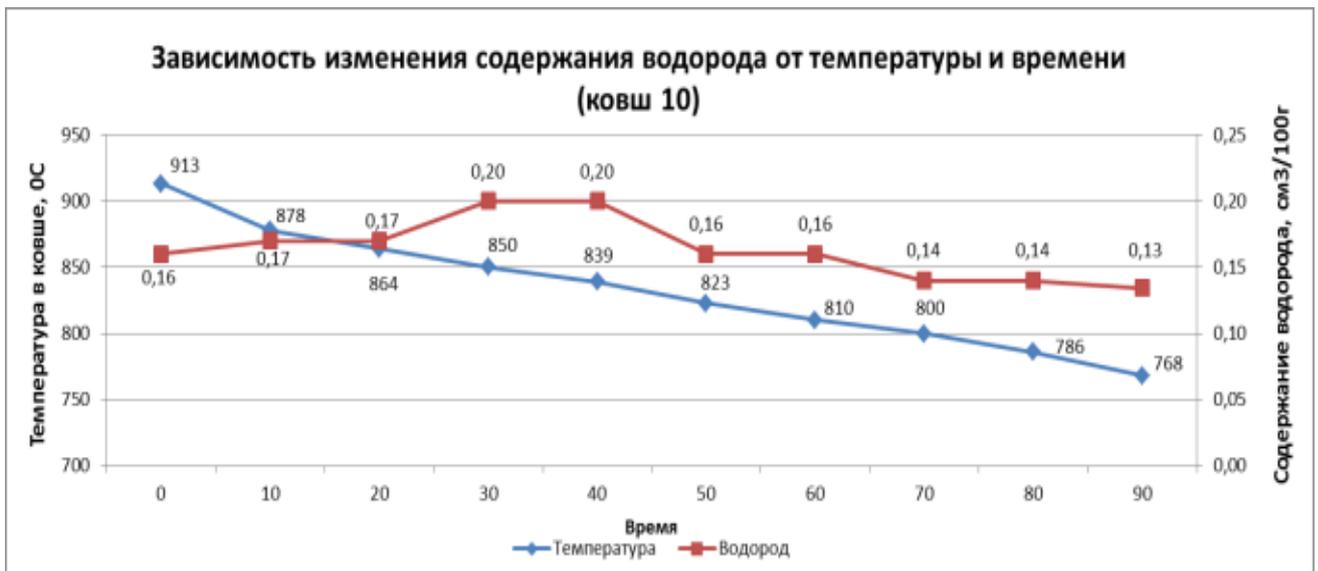


Рисунок 4.12 Изменение содержания водорода при охлаждении металла в ковшах в зимний период.

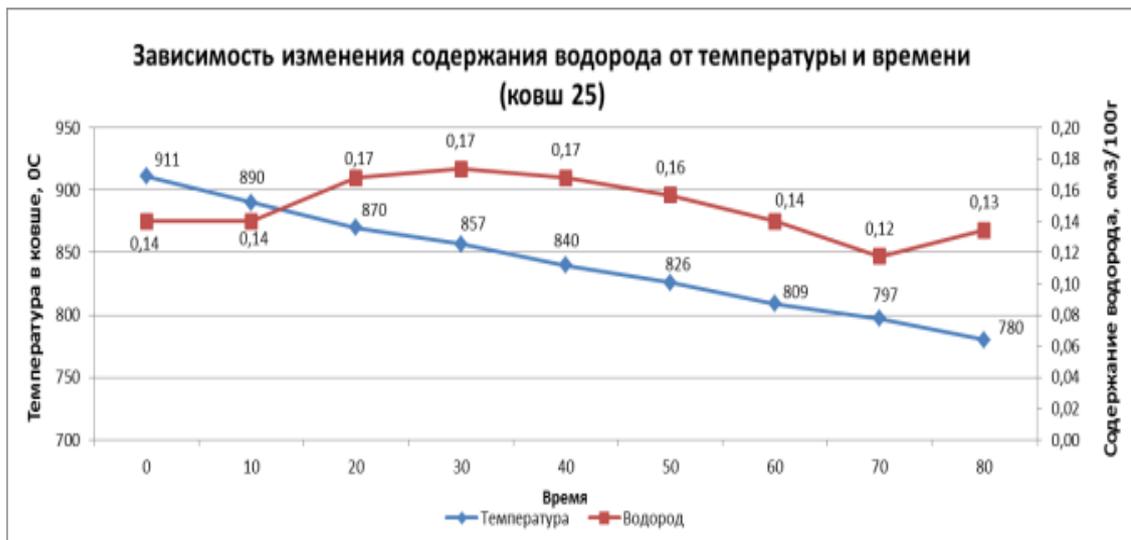


Рисунок 4.13 Изменение содержания водорода при охлаждении металла в ковшах в летний период.

Момент времени «0» на графиках соответствует концентрации водорода в алюминиевом электролизере. Концентрация водорода на момент времени 10 мин., 20 мин. и далее соответствует его содержанию в алюминии, вылитом из электролизера и отстаиваемом в вакуум транспортном ковше.

В процессе проведения исследований удалось установить, что при охлаждении расплавленного алюминия менее 800 °С, концентрация растворенного в расплаве водорода снижается в среднем до $0,13 \div 0,15 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, дополнительно следует отметить, что время за которое происходит снижение температуры до данных значений варьируется от 60-70 мин.

На основании изменений в аппаратурно-технологической схеме и полученных результатов по снижению содержания водорода при охлаждении металла, внесены изменения в технологию производства литейных сплавов, которые предписывают (Приложение А):

- обрабатывать жидкий алюминий в вакуум-транспортных ковшах экспериментальной машиной «ТАС».
- охлаждать металл до температуры не более 800°С за счет увеличения продолжительности отстаивания ковшей;
- поднять температуру кремния на подине миксера перед заливкой алюминия за счет увеличения времени прогрева кремния минимум до 30 мин.;
- повысить подачу аргона до $6,0 \text{ нм}^3/\text{ч}$ (на два ротора) и увеличить скорость вращения роторов до 600 об/мин.

С учетом принятых технологических изменений отлили семь опытных партий литейных алюминиево-кремниевых сплавов.

Для приготовления опытных партий литейных алюминийно-кремниевых сплавов на подину миксера в «болото» загружали расчётное количество кускового технического кремния марки 3001. Кремний в миксере прогревали не менее 30 мин.

Перед заливкой алюминия в миксер каждый ковш отстаивали, чтобы температура металла в нем снизилась до 800°C и ниже. После прогрева кремния в миксер заливали один ковш алюминия (~4,0 т) и через форкамеру присаживали расчётное количество таблетированной лигатуры титан + флюс (Ti 80%+флюс 20%). Далее заливали оставшееся количество алюминия до заполнения миксера. Под заливку каждого ковша металла равномерно загружали флюсовый препарат «Экораф Ф5В» из расчета 1,5 кг/т Al и присаживали расчётное количество чушкового магния марки Mg90.

После полной заливки миксера (~22÷23 т) на поверхность сплава загружали флюсовый препарат «Экораф-Ф5В» из расчета 0,5 кг/т Al, присаживали расчётное количество модификатора – лигатуры алюминий-стронций (Sr) и перемешивали расплав скребком с использованием дизельного погрузчика не менее 5 мин.

После отстаивания сплава в течение 5 мин. отбирали пробы металла для анализа химического состава. Затем с поверхности металла снимали шлак. После подтверждения соответствия химического состава и температуры расплава в миксере регламентируемым показателям, выдавали разрешение на литье продукции.

Литье малогабаритной чушки проводили с обязательным применением установки внепечного рафинирования SNIF P-140УНВ с изменением расхода аргона и фильтрацией сплава. Для фильтрации жидкого металла применяли пенокерамический фильтр (ПКФ) размером 508×508×50 мм, пористостью 40 ppi (размер пор 1250÷1500 мкм) производства компании «Pyrotek».

Литье мелкогабаритной чушки осуществляли с увеличенной подачей аргона с 5,0 до 6,0 м³/ч (на два ротора) и увеличенной скоростью вращения роторов с 500 до 552 об/мин. на 1-й ротор и до 600 об/мин. на 2-й ротор. Разная скорость вращения роторов обусловлена близкой к критической нагрузке на 1-й ротор (57%, при максимальной рабочей нагрузке 60%), нагрузка на 2-м роторе составила 37% от максимально допустимой.

В процессе литья отбирали пробы сплава на содержание водорода в кокиль Ренсли. Отбор и анализ проб сплава на водород проводили в соответствии с ТИ 501.02.04 «Технология производства малогабаритной чушки из литейного сплава» и СТ АД 09.8.2.4 «Порядок отбора, подготовки и испытаний проб готовой продукции из алюминия и сплавов на его основе». Содержание водорода в сплаве определяли в физической лаборатории Испытательно-аналитического центра АО «РУСАЛ Саяногорск».

Полученные результаты по опытным плавкам, усредненные по двум параллельным пробам, представлены в таблице 4.3.

Таблица 4.3 Содержание водорода в готовом литейном сплаве.

Номер плавки	Среднее содержание водорода по замерам с использованием анализатора «AlScan», см ³ /100 г Al
02-0787	0,098±0,002
17-1348	0,097±0,003
02-0788	0,086±0,003
17-1349	0,090±0,004
02-0790	0,088±0,002
17-1351	0,090±0,004
02-0791	0,083±0,002

Полученные результаты подтверждают факт достижения заявленной в работе остаточной концентрации водорода в литейных сплавах, произведенных на линии «Brochot» (менее 0,10 см³/100 г Al).

Результаты проведенных работ на линии «Brochot» приведены в Протоколе испытаний (Приложение Б).

4.5 Выводы по главе 4

Результаты, выполненных в данной работе экспериментальных исследований, послужили основой для создания комплекса технических и технологических решений для уменьшения содержания водорода в расплаве алюминия и успешного внедрения на предприятиях ОК РУСАЛ:

1. Разработаны новые технологии и оборудование:

а) для «закрытого» перелива расплава из электролизера в ВТК с использованием сифона, снижающее насыщение алюминия водородом на 40% (с 0,049 до 0,029 см³/100 г Al), оригинальность оборудования для реализации данной технологии подтверждается полученным патентом РФ № 2659556 [122], в котором защищен ряд оригинальных технических решений по совершенствованию конструкции ВТК с сифоном;

б) для рафинирования алюминия в ВТК перед заливкой в миксер, на что получен патент РФ на изобретение № 2668640 «Способ вакуумной обработки алюминия и алюминиевых сплавов» [154];

в) для «закрытого» перелива расплава из ВТК в миксер с использованием сифона.

Использование «закрытого» перелива металла при выливке из ковша и последующей заливки расплава в миксер снижает насыщение алюминия водородом на 70% (с 0,083 до 0,025 см³/100 г Al).

2. Разработан новый технологический регламент (Приложение А) для производства литейных сплавов в виде малогабаритной чушки с содержанием H₂ до 0,1 см³/100 г Al на линии «Brochot» обеспечивающие концентрацию водорода менее 0,1 см³/100 г Al, что подтверждается соответствующим протоколом опытно-промышленных испытаний (Приложение Б).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведенных диссертационных исследований в настоящей работе решена актуальная научно-техническая проблема, направленная на повышения качества заготовительного литья алюминия и его сплавов за счет снижения содержания водорода менее чем $0,10 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при этом получены следующие основные результаты:

1. На основе обобщения проведенного анализа научно-технической литературы и экспериментального материала, полученного непосредственно в промышленных условиях, установлено, что основными факторами, влияющими на интенсивность процесса насыщения алюминиевого расплава водородом, являются технологические условия литья, химический состав расплава, влажность шихты и окружающей среды.

2. Установлены закономерности влияния размера дендритной ячейки на изменение концентрации различных видов водородных включений в объеме слитков из алюминиевых сплавов. Так при среднем размере дендритной ячейки более 45 мкм водород выделяется в молекулярном состоянии, а при среднем размере дендритной ячейки менее 30 мкм водород выделяется в атомарном состоянии.

3. Создана методика отбора проб на содержание водорода с использованием изложницы-пробоотборника, которая исключает субъективные факторы, влияющие на пробоотбор, существенно сокращает время пробоотбора и позволяет отбирать пробы металла из металлургических емкостей с различной глубины и на расстоянии до точки отбора пробы в несколько метров. На данную методику получен Патент РФ 2651031 «Способ отбора пробы жидкого металла».

4. Разработано технологическое решение для «закрытого» перелива расплава из электролизера в ВТК с использованием сифона, снижающее насыщение алюминия водородом на 40% (с $0,049$ до $0,029 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$), оригинальность оборудования для реализации данной технологии подтверждается полученным патентом РФ № 2659556, в котором защищен ряд оригинальных технических решений по совершенствованию конструкции ВТК с сифоном;

5. Предложено технологическое решение для рафинирования алюминия в ВТК перед заливкой в миксер, на что получен патент РФ на изобретение № 2668640 «Способ вакуумной обработки алюминия и алюминиевых сплавов»;

6. Разработано технологическое решение для «закрытого» перелива расплава из ВТК в миксер с использованием сифона, снижающее насыщение алюминия водородом на 70% (с $0,083$ до $0,025 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$).

7. Разработан новый технологический регламент для производства литейных сплавов в виде малогабаритной чушки на линии «Brochot» обеспечивающие концентрацию водорода ме-

нее $0,1 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, что подтверждается соответствующим актом опытно-промышленных испытаний и отражено в разработанном регламенте (2ТР 501.02.01.02 (Ред.1) Технология производства МЧ из литейного сплава на линии «Brochot» в ЛО-1 с содержанием H_2 до $0,1 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$)

8. Разработано устройство для отбора пробы жидкого металла, патент РФ на полезную модель 174042.

9. Разработано устройство для отбора пробы жидкого металла из металлотракта, патент РФ на полезную модель 175093.

10. Экспериментальным методом установлено влияние легирующих добавок и флюсов на насыщение алюминиевых расплавов водородом, заключающееся в увеличении концентрации водорода в расплаве алюминия при вводе Si в количестве 7% на $0,072 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при вводе лигатуры Al-Ti в количестве 0,1% на $0,038 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при вводе лигатуры Mn-Flux в количестве 0,03% на $0,072 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при вводе лигатуры Fe-Flux в количестве 0,1% на $0,04 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при вводе Mg в количестве 0,3% на $0,146 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при вводе лигатуры Al-Sr в количестве 0,02% на $0,018 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при вводе лигатуры Al-5Ti-1B в количестве 1,5 кг/т на $0,075 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$, при вводе Cu в количестве 1% на $0,008 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$.

11. Исследована закономерность влияния различных видов водородных включений на коррозионные в алюминии и его сплава, заключающиеся в том, что водород выделившийся в молекулярной форме увеличивает глубину распространения коррозии на 200%, по сравнению с водородом присутствующем в атомарном состоянии.

12. Проведены сравнительные исследования концентрации и различных видов водородных включений на механические свойства алюминия и его сплавов. Увеличение концентрации водорода с $0,08$ до $0,22 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$ в образцах с атомарной формой водородных включений практически не оказывает влияние на механические свойства алюминия. Присутствие водорода в молекулярной форме в концентрации от $0,08$ до $0,22 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$ резко снижает относительное удлинение с 12 % до 6% и временное сопротивление разрыву с 200 МПа до 175 МПа отливок из алюминиевых сплавов.

13. Результаты исследований внедрены в учебный процесс и используются при обучении магистров по направлению 22.04.02 «Металлургия» и магистерской программе 22.04.02.07 «Теория и технология литейного производства цветных металлов и сплавов» и аспирантов по специальности 05.16.04 «Литейное производство».

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. ИСС «Металлоснабжение и сбыт» [Электронный ресурс]. – Режим доступа: www.raexpert.ru
2. Алюминий в строительстве: мировой опыт перспективы российского рынка. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: [https://minstroy.tatarstan.ru/file/File/1\(85\).pdf](https://minstroy.tatarstan.ru/file/File/1(85).pdf).
3. Напалков, В. И. Непрерывное литье алюминиевых сплавов / В. И. Напалков, Г. В. Черепок, С. В. Махов, Ю. М. Черновол. – М. : Интермет «Инжиниринг», 2005. – 512 с.
4. Напалков, В. И. Легирование и модифицирование алюминия и магния / В. И. Напалков, С. В. Махов. – М. : МИСиС, 2002. – 376 с.
5. Zeng, Jianmin. New vacuum degassing process for molten Aluminum / Jianmin Zeng, Bolin Wu, Zhiu Hu, Linjiang Wang, Deguang // Light Metall. - 2014. -№3 - P. 1051-1054.
6. Abramov, O.V. Ultrasound in Liquid and Solid Metals. - CRC Press: Boca Raton, 1994. - 234 p.
7. Atamanenko, T.V. Criteria of grain refinement induced by ultrasonic melt treatment of aluminum alloys containing Zr and Ti. / T.V. Atamanenko, D.G. Eskin, L. Zhang, L. Katgerman. // Metall. Mater. Trans. -A 41A (2010). - P. 2056–2066.
8. Эскин, Г.И. Влияние кавитационной обработки расплава на структуру и свойства литых и деформированных легких сплавов // Вестник российской академии естественных наук. - 2010. - №3. -С.82-89.
9. Напалков, В. И. Плавление и литьё алюминиевых сплавов/ В. И. Напалков, В. Н. Баранов. – М. : СФУ, 2020. – 716 с.
10. Эскин, Г.И. К вопросу о формировании недендритной структуры в слитках алюминиевых сплавов / Г.И. Эскин, С.Г. Бочвар, В.И. Ялфимов // Технология легких сплавов. - 2010. - № 1. - С. 38-43.
11. Королев, С. П. Разработка и использование комплексных препаратов для рафинирования и модифицирования алюминиевых сплавов / С.П. Королев, А.М. Галушко, В.М. Михайловский // Литье и металлургия. - 2011. - № 3. - С. 51–57.
12. Belyaev, S.V. Analysis of plain aluminium saturation with hydrogen while adding different components. / S.V. Belyaev, E.G. Partyko, A.A. Kosovich [et. all] // ARPN J. Eng. Appl. Sci. - 2018. - Vol. 13. - № 9. - P. 3251- 3256.
13. Karagadde, S. A comparison of time-scales governing the interaction and growth of hydrogen bubbles with a solidifying front. / S. Karagadde, P Dutta // Int. Communications in Heat and Mass Transfer. - 2016. - Vol. 79. - P. - 16–20.

14. Belyaev, S. V. Analysis of hydrogen content in the main stages of low-alloy aluminum alloy flat ingot manufacture / S.V. Belyaev, B.P. Kulikov, V.B. Deev [etc] // Metallurgist. - 2017. - Vol. 61. - Iss. 3-4. - P. 325–329.
15. Kumar, S. Precipitation hardening and hydrogen embrittlement of aluminum alloy AA7020 / S. Kumar, T. Namboodhiri // Bulletin of Materials Science. - 2011. - Vol. 34. - Iss. 2. - P. 311–321.
16. Lunarska, E. Effect of precipitates on hydrogen transport and hydrogen embrittlement of aluminum alloys / E. Lunarska, O. Chernyaeva // Materials Science. - 2004. - Vol. 40 - Iss. 3. - P. 399–407.
17. Котлярский, Ф. М. Водород в алюминиевых сплавах и отливках. — Киев : Освита Украины, 2011. - 204 с.
18. Liu, Y. Structure of liquid aluminum and hydrogen absorption. / Y. Liu, Y. Dai, J. Wang [etc] // J. of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. - 2011. - Vol. 26. - No. 1. - P. 93–97.
19. Wang, H. Molecular mechanics and dynamics simulation of hydrogen diffusion in aluminum melt / H. Wang, G. Fu, C. Cheng [etc] // China Foundry. - 2017. - Vol. 14. - No. 6. - P. 478–484.
20. Mosisa, E. Review on nano particle reinforced aluminum metal matrix composites / E. Mosisa, V. Yu. Bazhin, S.A. Savchenkov // Research J. of Applied Sciences. - 2016. - Vol. 11. - No. 5. - P. 188–196.
21. Добаткин, В. И. Газы и окислы в алюминиевых деформируемых сплавах / В.И. Добаткин, Р. М. Габидуллин, Б. А. Колачев [и др.]. – М. : Metallurgy, 1976. – 264 с.
22. Чернега, Д. Ф. Газы в цветных металлах и сплавах / Д. Ф. Чернега, О. М. Бялик, Д. Ф. Иванчук [и др.]. – М. : Metallurgy, 1982. – 176 с.
23. Сидоров, А. Ю. Совершенствование технологии производства крупногабаритных плоских слитков из алюминиевых сплавов 5xxx серии для снижения пористости: дис. канд. техн. наук: 05.16.04 / Сидоров Александр Юрьевич. – Красноярск. 2021. – 120 с.
24. Напалков, В. И. Структура и дефекты слитков из алюминия и его сплавов: монография / В. И. Напалков, А. Е. Афанасьев, Б. В. Овсянников [и др.]. – Красноярск : СФУ, 2018. – 170 с.
25. Стеценко, В.Ю. Механизмы процесса кристаллизации металлов и сплавов. / В.Ю. Стеценко // Литье и металлургия. - 2013. - № 1. - С. 48-54.
26. Стеценко, В.Ю. Влияние сорбции и десорбции водорода и кислорода на процессы модифицирования и кристаллизации сплавов. / В.Ю. Стеценко // Литье и металлургия. - 2010. - № 3 - С. 91-96.

27. Стеценко, В.Ю. О зарождении газовых пузырьков в процессе кристаллизации фаз металлов и сплавов / В.Ю. Стеценко // *Металлургия машиностроения*. - 2008. - № 3. - С. 28-30.
28. Стеценко, В.Ю. Влияние водорода на формирование структуры сплавов при затвердевании отливок. / В.Ю. Стеценко // *Литье и металлургия*. - 2010. - № 1, 2. - С. 128-130.
29. Стеценко, В.Ю. Термодинамика процесса выделения водорода при затвердевании металлов и сплавов. / В.Ю. Стеценко // *Литье и металлургия*. - 2013. - № 1. - С. 55-60.
30. Стеценко, В. Ю. Металлические расплавы - наноструктурные системы. / В.Ю. Стеценко // *Литье и металлургия*. - 2014. - № 1 - С. 48-49.
31. Напалков, В.И. Физико-химические процессы рафинирования алюминия и его сплавов: монография / В.И. Напалков, С.В. Махов – М.: Lab Lambert Academic Publishing, 2015. – 576 с.
32. Якимов, В.И. Разработка и внедрение высокоэффективных технологических процессов изготовления отливок из алюминиевых и магниевых сплавов в авиастроении: дис. докт. тех. наук / Комсомольск-на-Амуре государственный технический университет. - Комсомольск-на-Амуре, 2010. - 421 с.
33. Якимов, В.И. Влияния постоянного электрического тока на процесс кристаллизации алюминиевых сплавов. / В.И. Якимов, А.И. Евстигнеев, Е.В. Захарова [и др.] // *Ученые записки Комсомольского-на-Амуре государственного технического университета*. - 2016. - Т. 1. - № 1 (25). - С. 93-96.
34. Якимов, В.И. Сравнительный анализ определения однородности химического состава образцов, отлитых в кокиль «рожковой» и «гребешковой» форм сплава ам4,5кд. / В.И. Якимов, Г.Е. Паниван, В.И. Муравьев [и др.] // *Ученые записки Комсомольского-на-Амуре государственного технического университета*. - 2013. - Т. 1. - № 4 (13). - С. 85-89
35. Якимов, В.И. Влияние высокотемпературной газостатической обработки на структуру, механические свойства и надежность отливок из алюминиевых сплавов. / В.И. Якимов, Г.Е. Паниван, В.И. Муравьев [и др.] // *Ученые записки Комсомольского-на-Амуре государственного технического университета*. - 2013. - Т. 1. - № 4 (16). - С. 67-74.
36. Патент № 2263720 Российская Федерация, МПК С 22 В 9/10, С 22 С 1/06. - № 2003136212/02, Способ обработки алюминиевых сплавов / Якимов В.И., Паниван Г.Е., Косицын В.А. [и др.]; заявл. 15.12.2003; опубл. 27.07.2005 Бюл. 21.
37. Слетова, Н.В. Создание препаратов для рафинирования и модифицирования Al-сплавов, обеспечивающих стабильные показатели качества отливок : дис. канд. техн. наук / Белорусский национальный технический университет - г. Минск, 2014. – 185 с.
38. Eskin, G. I. Cavitation mechanism of ultrasonic melt degassing *Ultrasonics / G.I. Eskin // Sonochemistry*. - 1995. -Vol 2 -№ 2 -P. 137.

39. Hélder, Puga. The influence of processing parameters on the ultrasonic degassing of molten AlSi9Cu3Aluminiumalloy / Hélder Puga, Joaquim Barbosa, E. Seabra, S. Ribeiro, M. Prokic // *Materials Letters*. - 2009. - № 3. - P. 806–808.
40. Campbell, J. Effects of vibration during solidification. / J. Campbell // *Intern. Met. Rev.* -1981. - 26. - P. 71-108.
41. Eskin, G.I. *Ultrasonic Treatment of Light Alloy Melts Second Edition, Series: Advances in Metallic Alloys* / Eskin G.I., Eskin D.G. - CRC Press, 2014. - p. 274.
42. Eskin, D.G. Application of a plate sonotrode to ultrasonic degassing of aluminum melt. / D.G. Eskin, K. Al-Helal, I. Tzanakis. // *J. Mater. Process. Technol.* - 222 (2015). -P. 148–154.
43. Эскин, Г. И. Кристаллизация слитков магниевых сплавов с применением ультразвуковой обработки расплава / Г.И. Эскин // *Металлург*. - 2003. - № 7. - С. 47-50.
44. Swallowe, G. A photographic study of the effect of ultrasound on solidification / G. Swallowe, J. Field, C. Rees, A. Duckworth, // *Acta Mater.* - 37 (1989) - P. 961-967.
45. Задрецкий, С.П. Методы, способы, технологии, материалы для производства сложных качественных отливок из алюминиевых сплавов / С.П. Задрецкий, С.П. Королев; Б.М. Немеценок; А.Г. [и др.]. - г. Минск: ОДО «Эвтектика» БНТУ, 2014. - 276 с.
46. Tzanakis I. In situ observation and analysis of ultrasonic capillary effect in molten / I. Tzanakis, W.W. Xu, D.G. Eskin, P.D. Lee, N. Kotsovinos. // *Ultrason. Sonochem.* - 27 (2015) - P. 72-80.
47. Leighton, T.G. *The Acoustic Bubble*. - London: Academic Press, 1994. - 224 p.
48. Flannigan, D.J. Plasma formation and temperature measurement during single-bubble cavitation / D.J. Flannigan, K.S. Suslick // *Nature*. - 434 (2005). - P. 52-55
49. Tzanakis, I. Incubation pit analysis and calculation of the hydrodynamic impact pressure from the implosion of an acoustic cavitation bubble / I. Tzanakis, D.G. Eskin, A. Georgoulas, D. Fytanidis // *Ultrason. Sonochem.* - 21 (2014) - P. 866-878.
50. Эскин, Г.И. Новая закономерность кристаллизации металлических материалов / Г.И. Эскин // *Технология легких сплавов*. - 2010. - № 1. - С. 7-10.
51. Tamayo-Ariztondo, J. Nanoparticles distribution and mechanical properties of aluminum-matrix nano-composites treated with external fields / Tamayo-Ariztondo J., Vadakke Madam S., Djan E., Eskin D.G., Hari Babu N., Fan Z. // *Light Metals*. - 2014. - С. 1411-1415.
52. Eskin, D.G. Ultrasonic melt processing: achievements and challenges / D.G. Eskin // *Materials Science Forum*. - 2015. -Т. 828-829. - P. 112-118.
53. Tzanakis, I. Comparison of cavitation intensity in water and in molten aluminium using a high-temperature cavitometer / I. Tzanakis, D.G. Eskin, G.S.B. Lebon [etc] // *Journal of Physics: Conference Series*. - 2015. -Т. 656. - № 1. -P. 102-120.

54. Tzanakis, I. In situ observation and analysis of ultrasonic capillary effect in molten Aluminium / I. Tzanakis, D.G. Eskin, W.W. Xu [etc] // *Ultrasonics Sonochemistry*. - 2015. - T. 27. - P. 72-80.
55. Eskin, D.G. Ultrasonic processing of molten and solidifying Aluminium alloys: overview and outlook / D.G. Eskin // *Materials Science and Technology*. - 2016. - P. 1-10.
56. Tzanakis, I. Optimization of the ultrasonic processing in a melt flow / Tzanakis I., Eskin D.G., Lebon G.S.B., Pericleous K. // *Light Metals*. - 2016. - P. 833-836.
57. Tzanakis, I. Characterization of the ultrasonic acoustic spectrum and pressure field in aluminium melt with an advanced cavitometer / I. Tzanakis, D.G. Eskin, G.S.B. Lebon [etc] // *Journal of Materials Processing Technology*. - 2016. - T. 229. - P. 582-586.
58. Tzanakis, I. Investigation of the factors influencing cavitation intensity during the ultrasonic treatment of molten Aluminium / I. Tzanakis, D.G. Eskin, G.S.B. Lebon, Pericleous K. // *Materials and Design*. - 2016. - T. 90. - P. 979-983.
59. Tzanakis, I. Calibration and performance assessment of an innovative high-temperature cavitometer / I. Tzanakis, D.G. Eskin, M. Hodnett, G.S.B. Lebon, N. Dezhkunov // *Sensors and Actuators A: Physical*. - 2016. - T. 240. - P. 57-69.
60. Pugaa, H. Evaluation of ultrasonic aluminium degassing by piezoelectric sensor / H. Pugaa, J. Barbosa, J. Gabriel and et. // *Journal of Materials Processing Technology*. - 211 (2011) - P. 1026-1033.
61. Alba-Baena1, Noé. Kinetics of ultrasonic degassing of aluminum alloys / Noé Alba-Baena1, Dmitry Eskin // *TMS (The Minerals, Metals & Materials Society)*. - 2013. - P. 957-962.
62. Rundquist, V. Ultrasonic Degassing and Processing of Aluminum / V. Rundquist, K. Manchiraju. // *LM 2013*. - P. 949-955.
63. Hasan, M. Ultrasonic Treatment of a Solidifying Al-Cu Melt in the Presence of Micron-sized Hydrogen Bubbles / M. Hasan, A.R.N. Meidani // *LM 2009*. - P. 831-836.
64. Серебряков, С.П. Рафинирование алюминиевых сплавов воздухом / С.П. Серебряков, Б.Ю. Яковлев // *International Journal of applied and fundamental research*. - 2012. - №3. -P.80-81.
65. Prillhofer, B. Development and practical performance characteristics of a new impeller for metal treatment in casting holding furnaces / B. Prillhofer, Holm Böttcher, Helmut Antrekowitsch // *LM2009*. - P. 749-754.
66. Тимофеев, В.Н. Исследование, разработка и внедрение МГД-технологий в плавно-литейное производство алюминиевых сплавов / В.Н. Тимофеев // *Актуальные проблемы энергосберегающих электротехнологий АПЭЭТ-2014*. - Екатеринбург, 2014. - С. 106-110.

67. Gedanken, A. Using sonochemistry for the fabrication of nanomaterials / A. Gedanken // *Ultrason. Sonochem.* - № 11. - 2004 - P. 47-55.
68. Полянский, В.А. Влияние водорода с различными энергиями связи на структуру и прочность материалов: дисс. док. техн. наук. / Учреждение РАН Институт проблем машиноведения. - Санкт-Петербург, 2010. - 350 с.
69. Арчаков, И.Д. Новые возможности современных методов определения газообразующих примесей в металлах / И.Д. Арчаков // *Металловедение и термическая обработка металлов.* -1985. - № 8. - С.237-241.
70. Григорович, К.В. Новые возможности современных методов определения газообразующих примесей в металлах / К.В. Григорович // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов.* – 2007. - №1. -Т.73. - С. 23-29.
71. Руководство Wagstaff по эксплуатации и техническому обслуживанию кристаллизаторов Epsilon™. – Wagstaff, Inc., 2003. – 260 с.
72. Таволжанский, С. А. Производство слитков из цветных металлов и сплавов: непрерывное литье слитков из цветных металлов и сплавов в неподвижные 161 кристаллизаторы : учебное пособие / С. А. Таволжанский. – М. : Изд. дом МИСиС, 2013. – 76 с.
73. Фролов, В. Ф. Исследование и разработка новой технологии производства плоских слитков из алюминиевых сплавов 1XXX серии для фольгопрокатного производства : дис. ... канд. техн. наук : 05.16.04 / Фролов Виктор Федорович. – Красноярск. 2016. – 205 с
74. Куликов, Б.П. Совершенствование методики отбора пробы жидкого металла для анализа на содержание водорода / Б.П. Куликов, В.Н. Баранов, Е.Г. Партыко. [и др.] // *Металлург.* - 2020. - № 12. - С. 56-59
75. Kulikov, B.P. Improved molten metal sampling method for hydrogen content Analysis / B.P. Kulikov, V.N. Baranov, E.G. Partyko. [etc] // *Metallurgist.* - 2021. - № 11-12. - P. 1295-1299
76. Baranov, V.N. Influence of atomic and molecular hydrogen in silumins melts on their mechanical properties. V.N. Baranov, E.G. Partyko, S.V. Belyaev. [etc] // *Metallurgist.* - 2019. - № 5-6. - P. 521-528.
77. Баранов, В.Н. Влияние атомарного и молекулярного водорода в расплаве силуминов на их механические свойства. / В.Н. Баранов, В.Б. Деев, Е.Г. Партыко. [и др.] // *Металлург.* - 2019. - № 5. - С. 81-86.
78. Partyko, E.G. Influence of the shape of hydrogen-containing inclusions on the intergranular corrosion process of the Al. - Si alloy system / Partyko E.G., M.I. Gubanova, D.V. Tolkachyova // *NON-FERROUS METALS.* - 2018. - № 2. - P. 16-21.

79. Петров, П.Н. Определение водорода в кремнии, германии, алюминии и других высококочистых веществах методом высокотемпературной экстракции / П.Н. Петров, Ю.А Карпов, К.В. Кондакова // Журнал Аналитической Химии. - 1988. - Т. 53. - №2. - С.204-213.

80. Карпов, Ю.А. Методы анализа высококочистых веществ/ Ю.А. Карпов, И.П. Алимарин. - М.: Наука, 1987. - С.32-41.

81. Wagatsuma, K. Application of Pulsed Voltage to D.C. Glow Discharge Plasma for Controlling the Sputtering Rate in Glow Discharge Optical Emission Spectrometry/ K. Wagatsuma // ISIJ International. - 2004. - Vol.44. - №1. - P. 108-114.

82. Григорович, К.В. Спектрометры тлеющего разряда - новое перспективное направление в приборостроении / К.В. Григорович, Е.В. Яйцева // Аналитика и контроль. - 2002. - Т.6. - № 2. - С.143 – 150

83. Фрешер, А., Мур Э. Метод контроля содержания водорода в алюминиевых сплавах. [Электронный ресурс]. - Режим доступа:<http://lityo.com.ua/stati/novuj-metod-kontrolya-soderzhaniya-vodoroda-v-alyuminievyykh-splavakh>

84. ГАЗОАНАЛИЗАТОР ВОДОРОДА АВ-1 [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <https://www.spectromass.ru/produktsiya/gazoanalizator-vodoroda-av-1/>

85. ООО «ПОЛИТЕГ-МЕТ» на сайте Российской ассоциации литейщиков [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <http://www.ruscastings.ru/work/168/172/2040/3888>

86. Shendzhen Beya Foundry Manufacturer Co., Ltd: Установки для измерения содержания водорода [Электронный ресурс]. - Режимдоступа: <http://www.wfffoundry.ru/3-hydrogen-tester-5.html>

87. Badowski, M. Hydrogen measurement practices in liquid Aluminium at low hydrogen levels / M. Badowski, W. Droste // LM 2009. - P.701-706.

88. Корпоративный сайт LECO Corporation [Электронный ресурс]. - Режим доступа : <http://ru.leco-europe.com/product/rhen602/>

89. Анализатор диффундирующего водорода G4 PHOENIX DH, Анализатор G8 GALILEO. Корпоративный сайт [Электронный ресурс]. - Режим доступа: www.bruker.com/ru

90. Hydrogen analyzer AlSCAN [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <https://new.abb.com/products/measurement-products/analytical/metallurgical-analyzers/alscan>

91. Анализатор Alu Compact II [Электронный ресурс]. - Режим доступа: http://kemika.ru/list/catalog/express_analisis/standart_analyser/alu-compact/

92. AluSpeedTester [Электронный ресурс]. - Режим доступа<http://kemika.ru/wp-content/uploads/2013/09/AluSpeedTester>

93. Анализатор диффундируемого водорода H 3001 DH [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <http://www.equist.pro/catalog/combustion.html>

94. ГОСТ 4784-97 «Алюминий и сплавы алюминиевые деформируемые».
95. Костин, И. В. Исследование и совершенствование процесса модифицирования плоских слитков из алюминиевых сплавов 5XXX серии : дис. ... канд. техн. наук : 05.16.04 / Костин Игорь Владимирович. – Красноярск. 2017. – 160 с.
96. Zeiss Stemi 2000-C Stereo Microscope 6.5x - 50x [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <https://microscopecentral.com/products/zeiss-stemi-2000-c-stereo-microscope-6-5x-50x>
97. Inverted microscope Axio Observer 3 [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://www.microshop.zeiss.com/en/us/system/inverted+microscopes/axio+observer/axio+observer+3/491915-0001-000>
98. SAPHIR 560 / RUBIN 520 [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://www.qatm.com/products/grinding-polishing-etching/automatic-grinder-polisher/saphir-560-rubin-520/function-features/>
99. AxioVision Program [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://www.microshop.zeiss.com/en/us/system/software+axiovision-axiovision+program-axiovision+software/10221/>
100. ГОСТ 1583-93. Сплавы алюминиевые литейные. Технические условия. – М. : Изд-во стандартов, 2003.
101. Богданова, Т. А. Исследование и разработка новой технологии производства плоских слитков из алюминиевых сплавов 1XXX серии для фольгопрокатного производства : дис. ... канд. техн. наук : 05.16.04 / Богданова Татьяна Александровна. – Красноярск. 2014. – 205 с
102. Патент № 2665585 С1 Российская Федерация, МПК G01N 9/02, G01N 1/10, G01N 33/20 – № 2017115426. Способ определения содержания водорода в алюминиевых сплавах / Беляев С.В., Фролов В.Ф., Деев В.Б., Баранов В.Н., Сидоров А.Ю. [и др.]; заявл. 02.05.2017; опубл.: 31.08.2018. Бюл. № 25.
103. Патент РФ 2651031. Способ отбора пробы жидкого металла / Куликов Б.П., Фролов В.Ф. Беляев С.В., и др.; Заявл. 08.06.2017. Опубл 18.04.2018. Бюл. No 11.
104. Partyko, E.G. Influence of the method of out-of-furnace melt treatment on hydrogen content in 5083 aluminum alloy / Partyko E.G., A.I Bezrukikh, P.O. Yuryev, V.V. Yanov // NON-FERROUS METALS. - 2021. - № 2. - P. 39-43.
105. Беляев, С.В. Влияние водорода в алюминии и его сплавах на скорость и характер коррозионных процессов в изделиях. / С.В. Беляев, В.Ф. Фролов, Т.А. Богданова, Б.П. Куликов, А.И. Безруких, Е.Г. Партыко. [и др.] // Сборник тезисов докладов IX Международного Конгресса «Цветные металлы и минералы» -Красноярск. - 2017.
106. Беляев, С.В. Совершенствование методики и оборудования для экспресс-анализа содержания водорода в расплаве алюминия. / В.Ф. Фролов, В.Н. Баранов, Т.А. Богданова,

И.Ю. Губанов, А.И. Безруких, Б.П. Куликов, Е.М. Лесив, Партыко Е.Г. [и др.] // Сборник тезисов докладов IX Международного Конгресса «Цветные металлы и минералы» – Красноярск, 2017

107. Баранов, В.Н. Модернизация аппаратурно-технологической схемы для снижения содержание водорода на основных этапах литейного передела производства плоских слитков из алюминиевых сплавов / В.Н. Баранов, С.В. Беляев, В.Ф. Фролов, Б.П. Куликов, И.Ю. Губанов, Е.Г. Партыко. // Литейщик России. - 2018. - № 12. - С. 22–27.

108. Kulikov, B.P. Investigation of the Behavior of Hydrogen in the Aluminium Alloy in Manufacture of Small Pigs at Aluminium Plant UC RUSAL / B.P. Kulikov, S.V. Belyaev, V.F. Frolov [etc] // J. of Siberian Federal University Engineering and Technologies. - 2019. - No. 12 (4). - P. 398-408.

109. Партыко, Е.Г. Сравнение методик отбора пробы жидкого металла для анализа на содержание водорода / Е.Г. Партыко, Б.П. Куликов, А.И. Безруких [и др.] // "Прогрессивные литейные технологии". Тр. X Междунар. науч.-техн. конф. М., - 2020. - С. 193-198.

110. Belyaev, S.V. Analysis of plain aluminium saturation with hydrogen while adding different components. / S.V. Belyaev, E.G. Partyko, A.A. Kosovich [et. all] // ARPN J. Eng. Appl. Sci. - 2018. - Vol. 13. - № 9. - P. 3251- 3256.

111. Belyaev, S.V. Influence of flux composition on hydrogen content in aluminum melts. / S.V. Belyaev, V.N. Baranov, I.Y Gubanov, E.G. Partyko [et. all] // ARPN J. Eng. Appl. Sci. - 2019. - Vol. 14. - № 8. - P. 1570- 1573.

112. Баранов, В.Н. Анализ влияния легирующих присадок на уровень наводороживания алюминиевого расплава при приготовлении. / Б.П. Куликов, С.В. Беляев, В.Б. Деев, Е.Г. Партыко. [и др.] // Инновационные технологии в литейном производстве. Сборник трудов Международной научно-технической конференции, посвящённой 150-летию факультета «Машиностроительные технологии» и кафедры «Технологии обработки материалов МГТУ им. Н.Э. Баумана» Под общей редакцией К.А. Батышева, К.Г. Семенова. Москва. - 2019. – С. 19-22.

113. Белов, В.Д. Литейное производство: учебник / В.Д. Белов, М.В. Пикунов, Э.Б. Тэн и др.: под общ.ред. В.Д. Белова. - 3-е изд. перераб. и доп. - М.: Изд. Дом МИСиС, 2015. - 487 с.

114. Курдюмов, А.В. Производство отливок из сплавов цветных металлов: учебник / А.В. Курдюмов, В.Д. Белов, М.В. Пикунов [и др.]: под ред. В.Д. Белова. - 3-е изд. перераб. и доп. - М.: Изд. Дом МИСиС, 2011. - 615 с.

115. ГОСТ Р 50965-96. Алюминий и сплавы алюминиевые. Метод определения водорода в твердом металле. – М. : Изд-во стандартов, 2004.

116. Ветюков, М.М., Цыплаков А.М., Школьников С.Н. Электроталлургия алюминия и магния. Учебник для вузов. — М.: Металлургия, 1987. — 320 с.: ил.
117. Баранов, В. Н. Влияние легирующих, модифицирующих и флюсовых добавок на насыщение алюминия водородом / В. Н. Баранов, Б. П. Куликов, Е.Г. Партыко [и др.] // Цветные металлы. - 2021. - №7. - С. 45-51.
118. Pyropore Ceramic Foam Filters [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://www.pyrotek.com/primary-solutions/aluminium/foundry/show/ProductLine/pyropore-ceramic-foam-filters>
119. Ceralu AL2O3 Ceramic foam filte [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://drache-gmbh.com/products/alu-strangguss/ceralu-al2o3>
120. Cast House Filters [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://selee.com/all-filters>
121. Безруких, А. И. Лабораторная установка полунепрерывного литья слитков из сплавов алюминия. А. И. Безруких, А. Г. Пелевин, Е. А. Головенко, П. О. Юрьев, и др. // Цветные металлы и минералы: сборник докладов одиннадцатого международного конгресса. – Красноярск, 2019. – С. 421-427.
122. Патент РФ 2659556. Вакуумный ковш для забора жидкого металла / Куликов Б. П., Баранов В. Н., Фролов В. Ф. и др. ; заявл. 08.06.2017; опубл. 02.07.2018, Бюл. № 19.
123. Куликов, Б.П. Балансовое обследование выливки алюминия-сырца / Б.П. Куликов, Л.В. Рагозин, Д.Н. Сироткин // Цветные металлы. - 2000. - № 8. - С. 102-105.
124. Шаров, М.В. Изучение взаимодействия водорода с легкими сплавами в процессе плавления. / М.В. Шаров, А.П. Гудченко // Металлургические основы литья легких сплавов: Сб. Оборонгиз, - 1957.
125. Гудченко, А.П. Модифицирование алюминиево-кремневых сплавов стронцием. / А.П. Гудченко, И.М. Залинова // Литейное производство, 1972; - № 12.
126. Шаров, В.В. Рафинирование алюминиевых сплавов продувкой порошкообразными флюсами в струе инертного газа. / В.В. Шаров, З.К. Анчеева, В.М. Чурсин. // Литейное производство, 1979. - № 12. - С. 10-11.
127. Шаров, М.В. Дегазация алюминиево-кремниевых сплавов гексахлорэтаном. / М.В. Шаров, О.И. Никишаева. // Вопросы технологии литейного производства: Сб. тр. МАТИ. - вып. 49. - М: Оборонгиз, 1961.
128. Шаров, М.В. Современные методы борьбы с газовой пористостью в отливках из алюминиево-кремневых сплавах. / М.В. Шаров, О.И. Никишаева. // Исследование сплавов цветных металлов: Сб. вып. 3. - АН СССР. - 1962.

129. Матысина, З.А. Водород и твердофазные превращения в металлах, сплавах и фуллеритах / З.А. Матысина, Д.В. Щур. – Днепропетровск: Наука и образование, - 2002. – 420 с.
130. GIMA Cast GmbH: Установки для литья под низким давлением. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: www.gima-cast.de
131. Hines, J.A. Determination of interfacial heat-transfer boundary conditions in an aluminum low-pressure permanent mold test casting / J.A Hines // Metallurgical and Materials Transactions B. – 2004 – Vol. 35. – № 2. – pp. 299–311.
132. Богданова, Т.А. Структурообразование литейных алюминиевых сплавов при литье под низким давлением: монография / Т. А. Богданова, Н. Н. Довженко, Т. Р. Гильманшина [и др.]. – Красноярск : Сиб. федер. ун-т, 2015. – 164 с.
133. JSM-6510 Series Scanning Electron Microscope [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://www.jeol.co.jp/en/products/detail/JSM-6510series.html>.
134. «Точприбор Северо-Запад»: полировальные станки Tochline [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://tochpribor-nw.ru/production/oborudovanie-dlya-probopodgotovki/polirovalnye-stanki/tochline-p-2da/>.
135. Золоторевский, В.С. Механические свойства металлов / В.С. Золоторевский. - М.: МИСИС, 1998. - 400 с.
136. Mallick, P.K. Materials, Design and Manufacturing for Lightweight Vehicles / P.K. Mallick. – Cambridge: Woodhead Publishing, 2010. – 384 p.
137. Галдин, Н.М. Цветное литье: справочник / Н.М. Галдин, Д.Ф. Чернега, Д.Ф. Иванчук [и др.]; под общ. ред. Н.М. Галдина. – Москва: Машиностроение, 1989. – 528 с.
138. Brown, J.R. Foseco Non-Ferrous Foundrymans Handbook / J.R. Brown. – Oxford: Butterworth Heinemann, 1999. – 296 p.
139. Kaufman, J G. Aluminum Alloy Castings: Properties, Processes, and Applications / J.G. Kaufman, E.L. Rooy. – Ohio MP: ASM International, 2004. – 321 p.
140. ГОСТ 4784-2019. Алюминий и сплавы алюминиевые деформируемые. – М. : Стандартинформ, 2019.
141. Rusal: FINANCIAL RESULTS PRESENTATION [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://rusal.ru/upload/iblock/338/khzz1on31zipj35z93fp2wpb83nosn0e.pdf>.
142. Физико-химические основы плавки и обработки алюминиевых сплавов [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://elib.sfu-kras.ru/handle/2311/61127>.
143. Альтман, М.Б. Применение алюминиевых сплавов: монография / М. Б. Альтман, Ю. П. Арбузов, В. П. Батизат [и др.]. – Москва : Металлургия, 1985. – 344 с.

144. Макаров, Г.С. Рафинирование алюминиевых сплавов газами / Г.С. Макаров – Москва : Металлургия, 1983. – 119 с.
145. Davis, J.R. Corrosion of Aluminum and Aluminum Alloys / J.R. Davis. – Ohio MP: ASM International, 1999. – 313 p.
146. Каблов, Е. Н., Обзор зарубежного опыта исследований коррозии и средств защиты от коррозии / Е.Н. Каблов, О.В. Старцев, И.М. Медведев // Авиационные материалы и технологии. – 2015. – № 2 (35). – С. 76–87.
147. Синявский, В.С. Особенности механизма межкристаллитной коррозии алюминиевых сплавов / В.С. Синявский, В.В. Уланова, В.Д. Калинин // Защита металлов. – 2004. – Т. 40. – № 5. – С. 537-546.
148. Михайловский, Ю.Н. Атмосферная коррозия металлов и методы их защиты / Ю.Н. Михайловский. – М.: Металлургия, 1989. - 103 с.
149. Алюминиевые сплавы (свойства, обработка, применение). Справочник / под ред. М.Е. Дриц, Л.Х. Райтбарг – М.: Металлургия, 1979. - 679 с.
150. Kim, S.J. Electrochemical characteristics of Al-Mg alloy in seawater for leisure ship: Stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement / S.J. Kim, M.S. Han, S.K. Jang // Korean Journal of Chemical Engineering – 2009. - Vol. 26, №1. - P. 250–257.
151. Баранов, В. Н. Технология и оборудование для закрытого перелива расплава из вакуум-транспортного ковша с использованием сифона / В. Н. Баранов, Б. П. Куликов, Е.Г. Партыко, П.О. Юрьев // Цветные металлы. - 2021. - №6. - С. 38-42.
152. Куликов, Б. П. Исследование поведения водорода в алюминиевом сплаве при производстве мелкой чушки на алюминиевом заводе ОК РУСАЛ / Б.П. Куликов, С.В. Беляев, В.Ф. Фролов, И.Ю. Губанов, Е.М. Лесив, П.О. Юрьев, Е.Г. Партыко // Журнал сибирского федерального университета. Серия: техника и технологии. - 2019. - №4. - С. 398-408.
153. Беляев, С.В. Анализ содержания водорода на основных этапах изготовления плоских слитков из низколегированных алюминиевых сплавов / С.В. Беляев, Б.П. Куликов, В.Б. Деев [и др.] // Metallurg. - 2017. - № 5. - С. 78-82.
154. Патент РФ 2668840. Способ вакуумной обработки алюминия и алюминиевых сплавов / Куликов Б. П., Баранов В. Н., Фролов В. Ф. и др. ; заявл. 31.10,2017; опубл. 02.10,2018, Бюл. № 28
155. ENP KGW 20 Manuals [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://manualslib.com/products/Ehp-Kgw-20-10842556.html>
156. Баранов, В.Н., Технология и оборудование для закрытого перелива алюминиевого расплава из вакуум-транспортного ковша в миксер с использованием сифона. / Б.П. Куликов,

С.В. Беляев, В.Б. Деев, Е.Г. Партыко, [и др.] // Инновационные технологии в литейном производстве. Сборник трудов Международной научно-технической конференции, посвящённой 150-летию факультета "Машиностроительные технологии" и кафедры "Технологии обработки материалов! МГТУ им. Н.Э. Баумана. Под общей редакцией К.А. Батышева, К.Г. Семенова. Москва. 2019. 14-18.

157. Inverted Metallurgical Microscope GX51 [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <https://www.olympus-ims.com/ru/microscope/gx51/>

158. Анализаторы микроструктуры SIAMS [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <https://siams.com/>

159. Промышленная статистика: STATISTICA Quality Control, STATISTICA Process Optimizatio [Электронный ресурс]. - Режим доступа: http://statsoft.ru/products/STATISTICA_QC/

160. Рентгеновский дифрактометр XRD-7000 [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <https://www.shimadzu.ru/xrd-7000>

161. Синхронный термоанализатор ТГ/ДСК/ДТА SDT Q600 [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <https://www.intertech-corp.ru/aboutproduct.asp?gr=17&subgr=48&prid=107>

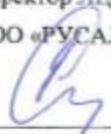
162. Разрывная машина WDW-10 кН [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <https://www.ndt-group.ru/product/wdw-10-kn/>

163. Патент РФ на полезную модель 175093 U1. Устройство для отбора пробы жидкого металла из металлотракта / Беляев С.В., Фролов В.Ф., Деев В.Б., и др.; Заявл. 24.04.2017. Опубл 20,11.2017. Бюл. No 32.

164. Патент РФ на полезную модель 174042 U1. Устройство для отбора пробы жидкого металла / Беляев С.В., Фролов В.Ф., Куликов Б.П., и др.; Заявл. 24.04.2017. Опубл 27.09.2017. Бюл. No 27.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

2ТР 501.02.01.02 (Ред. 1) Технология производства МЧ из литейного сплава на линии «BROCHOT» в ЛО-1 с содержанием H₂ до 0,10 см³/100г

	РУСАЛ ИТЦ	УТВЕРЖДАЮ: Директор ЛЦ ООО «РУСАЛ ИТЦ»  А.Ю. Сидоров 28.06.2018 г.
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ РЕГЛАМЕНТ Литейное производство		
Технологические параметры производства малогабаритной чушки из литейного сплава с содержанием водорода не более 0,10 см ³ /100г Al на линии «BROCHOT» в ЛО № 1 ТР 501.02.01.02 Редакция 01		
Вводится впервые Номер документа в СЭД: РИТЦ-РС-02796/18		
Согласовано:	Фамилия и инициалы	Дата
Директор ДТЛ АЗ АД ООО «РУСАЛ ИТЦ»	В.Ф. Дроздов	23.05.2018
Начальник ОСт ДиТиТРАП ООО «РУСАЛ ИТЦ»	А.Е. Гриднев	23.05.2018
Директор ЛПАО «РУСАЛ Саяногорск»	А.Н. Пушин	28.06.2018
Начальник ОЛ ЛЦ САЗ ООО «РУСАЛ ИТЦ»	И.М. Венгринович	24.05.2018
Разработал:		
Менеджер ОТ ДПП ЛЦ ООО «РУСАЛ ИТЦ»	М.В. Омеляненко	23.05.2018

1 Назначение и область применения

1.1 Настоящий регламент определяет технологические параметры производства малогабаритной чушки с содержанием водорода не более 0,10 см³/100г Al из литейного сплава массой 7 кг или 10 кг на линии «BROCHOT» в ЛО-1.

1.2 Настоящий технологический регламент распространяется на технологию производства малогабаритной чушки из литейного сплава массой 7 кг или 10 кг на линии «BROCHOT» в ЛО-1, в соответствии с требованиями ТИ 501.02.04 «Технология производства малогабаритной чушки из литейного сплава», ПУ 501.02.04.01 «Технология производства малогабаритной чушки из литейного сплава. Производство малогабаритной чушки из литейного сплава», с изменением отдельных технологических параметров.

1.3 Требования настоящего регламента обязательны к применению персоналом литейного отделения № 1 АО «РУСАЛ Саяногорск», выполняющим операции процесса производства малогабаритной чушки с содержанием водорода не более 0,10 см³/100г Al из литейного сплава массой 7 кг или 10 кг на линии «BROCHOT».

2 Приготовление расплава

2.1 Выбрать ковши с необходимой сортностью металла. Ковш с металлом, должен быть взвешен на весовой горячего металла и должен быть произведен отбор пробы металла на экспресс анализ химического состава.

2.2 Оценить болото.

2.3 Загрузить расчетное количество кремния, через форкамеру миксера, равномерно распределить загруженный кремний по подине миксера, произвести нагрев не менее 30 минут при полной включенной мощности миксера и закрытых форкамерах.

2.4 Присадить расчетное количество лигатуры Ti80F, брикетированной флюсом, через форкамеру миксера на «болото», присадка вне расплава не допускается. При отсутствии «болота» в миксере, присадку лигатуры Ti80F проводить после заливки 1 ковша.

2.5 Провести заливку выбранных ковшей с металлом в миксер. Температура заливаемого в миксер металла должна быть 760–820 °С, либо осуществлять заливку ковшей после отстаивания в ЛП не менее 50 минут после набора последней ванны.

Перелив металла из ковша в миксер следует производить с минимально возможной высоты, равномерной, ламинарной струей, исключающей разбрызгивание расплавленного металла.

2.6 В карман миксера загрузить флюсовый препарат «Экораф-Ф5В», исходя из нормы расхода 1,5 кг/т, равномерно под каждый ковш.

2.7 Равномерно, под заливку каждого ковша, присадить расчетное количество магния, загрузку чушек магния производить в заливочный карман миксера.

2.8 Последний ковш металла заливать по весу, определяемому крановыми весами.

2.9 Выполнить перемешивание расплава с помощью МГД (20 мин.) при закрытых форкамерах, либо дизельным погрузчиком по 5 мин. в каждой форкамере.

2.10 Через форкамеру миксера на поверхность расплава загрузить флюсовый препарат «Экораф-Ф5В», исходя из нормы расхода 0,5 кг/т.

2.11 Присадить расчетное количество лигатуры ALSr в виде прутка или чушки, на зеркало металла, через форкамеру миксера (присадку ALSr производить только при требовании спецификации).

2.12 Выполнить перемешивание расплава с помощью МГД (20 мин.) либо дизельным погрузчиком по 3-5 мин. в каждой форкамере.

2.13 Выполнить технологическую выдержку расплава 5 мин. и провести отбор пробы на химический состав.

2.14 Далее выполнить операции согласно ПУ 501.02.04.01 редакция 06 п. 17.

Допускается, при приготовлении расплава вовлечение твердого металла в виде малогабаритной чушки соответствующей сортности в миксере для подшихтовки или снижения температуры расплава, после предварительного прогрева. Объем твердой шихты на одну плавку от расчетного объема заливаемого металла, не должен превышать 10 %.

Запрещается при приготовлении расплава выполнять переплав остатков металла после чистки металлотрафтов, сплесов, образующихся во время литья в миксере.

2.2 Производство малогабаритных чушек на линии разливки «BROCHOT»

2.2.1 Производство малогабаритных чушек на линии разливки «BROCHOT» в ЛО-1 проводить в соответствии с требованиями ТИ 501.02.04, ПУ 501.02.04.01. На установке дегазации SNIF, применять графитовые ротора марки «SHEER NEO» производства компании Pyrotek.

2.2.2 Параметры работы установки дегазации SNIF P-140UHB (с роторами марки SHEER NEO) в рабочем режиме установить следующие: подача Ar 6,5-7,0 нм³/ч., число оборотов роторов на уровне 580-600 об./мин 1 ротор.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б



ПРОТОКОЛ
опытно-промышленных испытаний доработанной аппаратурно-технологической
схемы транспортировки, подготовки и разлива алюминия сырца
по отработке режимов дегазации расплава на линии BROCHOT

от четвертого сентября 2018 г.

Испытания проведены в соответствии с согласованной и утвержденной Программой.

1. Объект испытания:

1.1 Линия Brochot – установка SNIF.

2. Цель испытания:

Подобрать оптимальные режимы работы установки SNIF при производстве литейных сплавов с целью обеспечения содержания водорода в продукции не более 0,10 см³/100 г.

3. Дата начала испытания: 14 июня 2018 г.

4. Дата окончания испытания: 25 июня 2018 г.

5. Место проведения испытания: АО «РУСАЛ Саяногорск», линия Brochot в ЛО-1.

6. Средства проведения испытаний

Ложка, кокиль Ренсли. анализатор водорода Galileo G8 фирмы Bruker.

7. Результаты испытаний

В период с 15.06.2018 г. по 25.06.2018 г. проведены испытания по подбору оптимального режима работы установки SNIF P-140UHB при производстве литейного сплава с содержанием водорода менее 0,10 см³/100 г Al. В процессе испытаний проводили изменение расхода Ar и изменение оборотов вращения продувочных устройств марки SCHEER NEO. Очистку сплава от водорода при литье мелкогогабаритной чушки проводили на установке внепечного рафинирования SNIF P-140UHB с существующим и увеличенным до 6,5 м³/ч (на два ротора) расходом аргона, существующей и увеличенной до 610 об/мин. (на каждый ротор) скоростью вращения роторов.

В таблице 1 представлены полученные результаты по содержанию водорода в литейном сплаве. Дополнительно, на последних 5 плавках проводился параллельный анализ содержания водорода в расплаве во время литья с использованием Анализатора водорода в жидком алюминии «Alscan».

Таблица 1

Дата	№ миксера	Массовая доля водорода				Alscan		Примечания
		ppm		см ³ /100 г		см ³ /100 г		
		X1	X2	Xср	Xср			
14.05.18	02 0769	0,07	0,07	0,07	0,08±0,00	-	Подача Ar 5.0-5.5 м ³ /ч., 550 об/мин.	
18.06.18	17 1335	0,1	0,1	0,1	0,11±0,00	-	Подача Ar 5.0-5.5 м ³ /ч., 550 об/мин.	
18.06.18	17 1337	0,06	0,07	0,07	0,08±0,008	-	Подача Ar 5.0-5.5 м ³ /ч., 550 об/мин.	
18.06.18	17 1340	0,09	0,12	0,11	0,12±0,024	-	Подача Ar 5.0-5.5 м ³ /ч., 550 об/мин.	
21.06.18	17 1348	0,07	0,09	0,08	0,09±0,016	0,09±0,008	Подача Ar 6.0-6.5 м ³ /ч., 610 об/мин.	
22.06.18	02 0788	0,08	0,12	0,1	0,11±0,032	0,08±0,004	Подача Ar 6.0-6.5 м ³ /ч., 610 об/мин.	
22.06.18	17 1349	0,08	0,11	0,1	0,11±0,024	0,08±0,006	Подача Ar 6.0-6.5 м ³ /ч., 610 об/мин.	
25.06.18	17 1351	0,07	0,1	0,09	0,10±0,024	0,09±0,003	Подача Ar 6.0-6.5 м ³ /ч., 610 об/мин.	
25.06.18	02 0791	ниже 0,05	ниже 0,05	ВДИ	-	0,08±0,004	Подача Ar 6.0-6.5 м ³ /ч., 610 об/мин.	

В опытных плавках с увеличенным расходом аргона и скоростью вращения роторов средняя концентрация водорода в сплавах после установки SNIF P-140UHB не превысила $0,11 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$.

С целью подтверждения эффективности разработанных технических решений были расширены масштабы испытаний при промышленном выпуске литейных сплавов. В таблице 2 приведено среднее содержание водорода в литейном сплаве после комплексного технического обслуживания и дооснащения дегазатора SNIF P-140UHB еще трем опытными плавками.

Таблица 2

Номер плавки	Содержание водорода, $\text{см}^3/100 \text{ г Al}$	Место отбора пробы сплава
17 1072	$0,17 \pm 0,032$	Миксер, перед началом литья
	$0,19 \pm 0,016$	Перед установкой SNIF
	$0,06 \pm 0,008$	Перед разливочным колесом
02 0415	$0,17 \pm 0,00$	Миксер, перед началом литья
	$0,19 \pm 0,008$	Перед установкой SNIF
	$0,10 \pm 0,00$	Перед разливочным колесом
02 0417	$0,15 \pm 0,008$	Миксер, перед началом литья
	$0,15 \pm 0,008$	Перед установкой SNIF
	$0,09 \pm 0,024$	Перед разливочным колесом

В таблице 3 представлены результаты испытаний еще по семи опытными плавками, в которых концентрацию водорода в сплаве определяли с помощью анализатора «Alscan».

Таблица 3

Номер плавки	Среднее содержание водорода по замерам с использованием анализатора «Alscan», $\text{см}^3/100 \text{ г Al}$
02-0787	$0,098 \pm 0,002$
17-1348	$0,097 \pm 0,003$
02-0788	$0,086 \pm 0,003$
17-1349	$0,090 \pm 0,004$
02-0790	$0,088 \pm 0,002$
17-1351	$0,090 \pm 0,004$
02-0791	$0,083 \pm 0,002$

8 Выводы

Полученные результаты подтверждают факт достижения заявленной в проекте остаточной концентрации водорода в литейных сплавах (менее $0,10 \text{ см}^3/100 \text{ г Al}$), произведенных на линии «Brochot» при подаче Ar $6,0\text{-}6,5 \text{ нм}^3/\text{ч}$, и скорости вращения роторов 610 об/мин .

Подписи

Менеджер ООО «РУСАЛ ИТЦ»

Ведущий научный сотрудник ИЦМиМ СФУ

Аспирант кафедры ЛП, ИЦМиМ СФУ



М.В. Омеляненко



Б.П. Куликов



Е.Г. Партыко

ПРИЛОЖЕНИЕ В

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«СИБИРСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

SIBIRIAN
FEDERAL
UNIVERSITY



СИБИРСКИЙ
ФЕДЕРАЛЬНЫЙ
УНИВЕРСИТЕТ



УТВЕРЖДАЮ

Врио ректора Университета


М.В. Румянцев

2020 г.

660041, РОССИЯ, Красноярск, проспект Свободный, 79
телефон (391)2-44-62-13, тел./факс (391)2-44-62-25
http://www.sfu-kras.ru, e-mail: office@sfu-kras.ru

№ _____
на № _____ от _____

А К Т

ВНЕДРЕНИЯ В УЧЕБНЫЙ ПРОЦЕСС

Настоящим актом подтверждается, что патент на полезную модель № 174042 U1 Российская Федерация, МПК G01N 1/10 «Устройство для отбора пробы жидкого металла» и патент на полезную модель № 175093 U1 Российская Федерация, МПК G01N 1/10 «Устройство для отбора пробы жидкого металла из металлотракта», разработанные коллективом ученых в составе: Беляев С.В., Фролов В.Ф., Деев В.Б., Баранов В.Н., Партыко Е.Г., Губанова М.И. внедрены в учебный процесс и применяются при обучении магистров по направлению 22.04.02 «Металлургия» и магистерской программы 22.04.02.07 «Теория и технология литейного производства цветных металлов и сплавов» и аспирантов по специальности 05.16.04 «Литейное производство» и используются при проведении лекционных и лабораторных занятий по дисциплинам «Технология литейного производства цветных металлов и сплавов», «Управление качеством литейной продукции», что позволяет повысить эффективность обучения и проведения научно-исследовательских курсовых и диссертационных работ.

Директор Института цветных металлов

и материаловедения

 /В.Н. Баранов/

Заведующий кафедрой

«Литейное производство»

 /С.В. Беляев/

Исполнитель: Лесив Е.М.

Тел. + 7 983 294 09 03

e-mail: elisiv@inbox.ru