ISSN 1995-2732 (Print)
ISSN 2412-9003 (Online)

ВЕСТНИК

Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова

2020. Т.18, №2

Журнал включен в Перечень российских рецензируемых научных журналов, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученых степеней доктора и кандидата наук (Перечень ВАК). Сведения о журнале содержатся в международных и российских базах данных: Ulrich's Periodicals Directory, Crossref, Google Scholar, RSCI на платформе Web of Science, ВИНИТИ и др. Электронные версии журнала размещаются на сетевом ресурсе Научной Электронной Библиотеки в сети Интернет.

Издается с марта 2003 года

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Председатель редакционной коллегии
В.М. Колокольцев (Россия)

Ж.-Б. Вогт (Франция), В.Е. Громов (Россия),
Я. Грум (Словения), М. Дабала (Италия),
Х. Дыя (Польша), Р.О. Дюссан (Индия),
Р. Кавалла (Германия), В.Н. Калмыков (Россия),
Д.Р. Каплунов (Россия), А.Г. Корчунов (Россия),
О.С. Логунова (Россия), Д. Милованович (Сербия),
К. Мори (Япония), И. Мусирин (Малайзия),
А.Б. Найзабеков (Казахстан), М. Пьетшик (Польша),
В.Ф. Рашников (Россия), Г.А. Роджерсон (Великобритания),
В.М. Счастливцев (Россия), О.Н. Тулупов (Россия),
Ю Фенг (Китай), В.Р. Храмшин (Россия),
Р. Цин (Великобритания)

РЕДАКЦИЯ

Главный редактор О.Н. Тулупов

Первый заместитель главного редактора
М.А. Полякова

Заместители главного редактора:
А.Г. Корчунов, О.С. Логунова,
Н.Н. Орехова, В.Р. Храмшин

Ответственный секретарь М.В. Шубина

Редактор Н.В. Кутекина

Технический редактор И.В. Клюнникова

Перевод на английский:
О.Е. Сухих, В.И. Елесина

© ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова», 2020

Подписной индекс издания 48603 в объединенном каталоге «Пресса России», том 1.

Также подписку в оперативном режиме можно оформить и оплатить в удобной для Вас форме на подписной страничке сайта Агентства «Книга-Сервис» по ссылке:
код html: <a href=http://www.akc.ru/itm/vestnik-magnitogorskogo-gosudarstvennogo-tehnicheskogo-universiteta-im-gi-nosova/>

Свидетельство о регистрации ПИ №ФС 77-59632 от 10.10.2014 г.
Выдано Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций.

Учредитель – Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова.
(455000, Челябинская обл., г. Магнитогорск, пр. Ленина, д. 38).

16+, в соответствии с Федеральным законом №436-ФЗ от 29.12.10.

Адрес редакции:
455000, Челябинская обл., г. Магнитогорск,
ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова»
пр. К. Маркса, 45/2, оф. 402
Тел.: (3519) 22-14-93.
URL: http://www.vestnik.magtu.ru
Email: rio_mgtu@mail.ru; vestnik@magtu.ru

Адрес издателя:
455000, Челябинская обл., г. Магнитогорск, пр. К. Маркса, 45/2,
ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова», издательский центр

Адрес типографии:
455000, Челябинская обл., г. Магнитогорск, пр. Ленина, 38,
ФГБОУ ВО «МГТУим. Г.И. Носова», участок оперативной полиграфии

Выход в свет 25.06.2020. Заказ 141. Тираж 500 экз. Цена свободная.

ISSN 1995-2732 (Print)
ISSN 2412-9003 (Online)

VESTNIK

of Nosov Magnitogorsk State Technical University

2020. Vol.18, no.2

The Journal is included in the List of Russian Peer-Reviewed Scientific Journals which are supposed to publish the major results of doctoral and PhD dissertations (the list issued by the Higher Attestation Commission). Information about the journal can be found in international and Russian databases: Ulrich's Periodicals Directory, Crossref, Google Scholar, RSCI on the Web of Science platform, VINITI (the All-Russian Institute of Scientific and Technical Information of the Russian Academy of Sciences), and others. The digital version of the Journal is available at eLIBRARY.RU.

PUBLISHED SINCE MARCH, 2003

EDITORIAL BOARD MEMBERS

Head of the Editorial Board V.M. Kolokoltsev (Russia)

M. Dabala (Italy), R.O. Dusane (India),
H. Dyja (Poland), Ye Feng (China),
V.E. Gromov (Russia), J. Grum (Slovenia),
V.N. Kalmykov (Russia), D.R. Kaplunov (Russia),
R. Kawalla (Germany), V.R. Khramshin (Russia),
A.G. Korchunov (Russia), O.S. Logunova (Russia),
D. Milovanovic (Serbia), K. Mori (Japan),
I. Musirin (Malaysia), A.B. Naizabekov (Kazakhstan),
M. Pietrzyk (Poland), R. Qin (UK), V.F. Rashnikov (Russia),
G.A. Rogerson (UK), V.M. Schastlivtsev (Russia),
O.N. Tulupov (Russia), J.-B. Vogt (France)

EDITORIAL STAFF

Editor-in-Chief O.N. Tulupov

First Deputy Chief Editor M.A. Polyakova

Deputy Chief Editors:
A.G. Korchunov, O.S. Logunova,
V.R. Khramshin, N.N. Orekhova

Executive Secretary M.V. Shubina

Editor N.V. Kutekina

Technical Editor I.V. Klyunnikova

Translated into English: O.E. Sukhikh, V.I. Elesina

**© Federal State Budgetary Institution of Higher Education
Nosov Magnitogorsk State Technical University, 2020**

Registration certificate PI # FS 77-59632 dated October 10, 2014 is issued by the Federal Service for Supervision of Communications, Information Technology, and Mass Media.

Founder – Nosov Magnitogorsk State Technical University
(38, pr. Lenina, Magnitogorsk, Chelyabinsk Region, 455000)

16+ in accordance with Federal Law #436-FZ dated 29.12.10

Editorial office:
402, 45/2 Karla Marksa prospekt,
Magnitogorsk, Chelyabinsk region, 455000, Russia
Nosov Magnitogorsk State Technical University
Phone: +7 (3519) 221 493.
URL: http://www.vestnik.magtu.ru
Email: rio_mgtu@mail.ru; vestnik@magtu.ru

Publisher office:
45/2 Karla Marksa prospekt, Magnitogorsk, Chelyabinsk region, 455000, Russia
Nosov Magnitogorsk State Technical University

Printing office:
38 Lenin prospekt, Magnitogorsk, Chelyabinsk region, 455000, Russia
Nosov Magnitogorsk State Technical University

Publication date: 25.06.2020. Order 141. Circulation: 500. Open price.

СОДЕРЖАНИЕ

Технологии переработки и утилизации техногенных образований и отходов 4

Каряев В.И., Комков А.А., Кузнецов А.В., Плотников И.П.
Извлечение меди и цинка из медеплавильных шлаков при восстановительно-сульфидирующей обработке 4

Металлургия черных, цветных и редких металлов 13

Ерохин Ю.В., Захаров А.В., Леонова Л.В.
Изучение вещественного состава шлаков производства ванадиевого чугуна Алапаевского металлургического завода 13

Литейное производство 22

Рамазанов А.К., Ганеев А.А.
Особенности литья корпусных деталей трубопроводной арматуры из коррозионностойкой стали марки 12Х18Н9ТЛ 22

Технологии обработки материалов 30

Shirvan S.E.
TheoreticaL Studies of the Dynamic Characteristics of the Internal Lapping Process 30

Материаловедение и термическая обработка металлов 38

Карташев М.Ф., Юрченко А.Н., Гребенкин Р.Д., Миндибаев М.Р., Пермяков Г.Л., Трушников Д.Н.
Исследование влияния термообработки на микроструктуру и механические свойства образцов из алюминиевого магнийсодержащего сплава 1580, полученных способом многослойной наплавки 38

Наноматериалы и нанотехнологии 47

Евдокимов С.И., Герасименко Т.Е.
Теория и практика получения и применения магнитной жидкости 47

Новые технологические процессы и оборудование 56

Лехов О.С., Михалев А.В., Билалов Д.Х.
Исследование совмещенного процесса получения сортовых заготовок на установке непрерывного литья и деформации 56

Строительные материалы и строительные технологии в металлургии 62

Шабаев С.Н.
Влияние крупности частиц одноразмерной сыпучей зернистой среды на прочностные характеристики 62

CONTENTS

Recycling of Man-Made Mineral Formations and Waste 4

Karyaev V.I., Komkov A.A., Kuznetsov A.V., Plotnikov I.P.
Recovery of Copper and Zinc from Copper Smelting Slags During Reducing-Sulfidizing Treatment 4

Metallurgy of Ferrous, Non-ferrous and Rare Metals 13

Erokhin Yu.V., Zakharov A.V., Leonova L.V.
Material Composition of Vanadium Slags at the Alapayevsk Metal-lurgical Plant 13

Foundry Engineering 22

Ramazanov A.K., Ganeev A.A.
Features of Casting Pipeline Valve Body Parts Made of Corrosion-Resistant Steel 12KH18N9TL 22

Material Process Engineering 30

Shirvan S.E.
TheoreticaL Studies of the Dynamic Characteristics of the Internal Lapping Process 30

Materials Science and Heat Treatment of Metals 38

Kartashev M.F., Yurchenko A.N., Grebenkin R.D., Mindibaev M.R. Permyakov G.L., Trushnikov D.N.
Studying the Heat Treatment Effect on the Microstructure and Mechanical Properties of Aluminum Magnesium-Containing Alloy 1580 Samples Produced by a Multilayer Surfacing Method 38

Nanomaterials and Nanotechnologies 47

Evdokimov S.I., Gerasimenko T.E.
Theory and Practice of Preparing and Applying Ferrofluid 47

New Technological Processes and Equipment 56

Lekhov O.S., Mikhalev A.V., Bilalov D.Kh.
Studies on a Combined Process of Producing Billets on a Continuous Casting and Deformation Plant 56

Construction Materials and Construction Engineering in Metallurgy 62

Shabaev S.N.
Influence of the Size of Uniformly Graded Bulk Media Particles on Strength Characteristics 62

ТЕХНОЛОГИИ ПЕРЕРАБОТКИ И УТИЛИЗАЦИИ ТЕХНОГЕННЫХ ОБРАЗОВАНИЙ И ОТХОДОВ
RECYCLING OF MAN-MADE MINERAL FORMATIONS AND WASTE

ISSN 1995-2732 (Print), 2412-9003 (Online)
УДК 622.7
DOI: 10.18503/1995-2732-2020-18-2-4-12

ИЗВЛЕЧЕНИЕ МЕДИ И ЦИНКА ИЗ МЕДЕПЛАВИЛЬНЫХ ШЛАКОВ ПРИ ВОССТАНОВИТЕЛЬНО-СУЛЬФИДИРУЮЩЕЙ ОБРАБОТКЕ

Каряев В.И.[1], Комков А.А.[1], Кузнецов А.В.[2], Плотников И.П.[1]

[1] НИТУ «МИСиС», Москва, Россия
[2] ООО «НОРД Инжиниринг», Москва, Россия

Аннотация. В работе представлены результаты лабораторных исследований барботажного восстановительно-сульфидирующего обеднения медеплавильного шлака, содержащего цинк. В исследованиях использовались образцы шлака, которые отбирались на выпуске из шлакового электроотстойника печи Ванюкова (ПВ), содержащие цинк около 3,4% по массе. Основной задачей исследований было установление возможностей и показателей извлечения из шлаков ПВ меди и цинка в самостоятельные продукты. В статье рассмотрена методика проведенных экспериментов. Отличительной особенностью методики является многоэтапная порционная загрузка сульфидной фазы-коллектора, в качестве которой применялся рядовой медный концентрат с содержанием меди около 19%. Такой подход позволяет распределить подачу сульфидизатора на все время обработки шлака и способствовать поддержанию структуры штейновой взвеси в шлаке, приближенной к условиям непрерывной его загрузки. В работе обсуждаются данные по химическому составу получаемых продуктов, распределению меди и цинка. В проводимых экспериментальных исследованиях варьировали расход восстановителя и сульфидизатора. Показано, что наибольшее влияние на извлечение меди в штейн оказывает расход сульфидизатора: при его расходе на уровне 7–10% от массы обедняемого шлака достигается остаточное содержание меди ниже 0,4%. В то же время на извлечение цинка из шлака основное влияние оказывает расход восстановителя: добавление графита в количестве 3–4% от массы обедняемого шлака позволяет снизить остаточное содержание цинка в нем до уровня ниже 0,1%. Проведенные лабораторные исследования по восстановительно-сульфидирующему обеднению демонстрируют высокие показатели извлечения как целевых, так и примесных элементов из образцов обедняемого шлака, что говорит о потенциальной эффективности рассматриваемого способа обеднения шлаков.

Ключевые слова: обеднение шлаков, сульфидизатор, восстановитель, сульфидирование, барботаж, извлечение меди, извлечение цинка, медеплавильные шлаки.

Авторы благодарят ТОО «Kazakhmys Smelting (Казахмыс Смэлтинг)» за поддержку работы.

© Каряев В.И., Комков А.А., Кузнецов А.В., Плотников И.П., 2020

Для цитирования

Извлечение меди и цинка из медеплавильных шлаков при восстановительно-сульфидирующей обработке / Каряев В.И., Комков А.А., Кузнецов А.В., Плотников И.П. // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2020. Т.18. №2. С. 4–12. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-4-12

Контент доступен под лицензией Creative Commons Attribution 4.0 License.
The content is available under Creative Commons Attribution 4.0 License.

RECOVERY OF COPPER AND ZINC FROM COPPER SMELTING SLAGS DURING REDUCING-SULFIDIZING TREATMENT

Karyaev V.I.[1], Komkov A.A.[1], Kuznetsov A.V.[2], Plotnikov I.P.[1]

[1]NUST MISIS, Moscow, Russia
[2]NORD Engineering Company, Moscow, Russia

Abstract. The paper presents the laboratory studies concerned with the bubbling reducing-sulphidizing depletion of copper smelting slags containing zinc. The slag samples used in the present studies were taken at the outlet of the slag electric settling tank of the Vanyukov furnace (VF); the samples contained about 3.4% zinc by mass. The main objective of the research was to establish the capabilities and the degree of the copper and zinc recovery from VF slag into individual products. The paper describes the procedure of the performed experiments. The outstanding feature of the procedure was a multi-stage batch feeding of the sulfide collector phase, applying a run-of-mine copper concentrate with a copper content of about 19%. Such approach allows for distributing a load of sulfidizing agent for the entire slag processing time and maintaining a matte suspension structure in slag close to the continuous feeding conditions. The paper discusses the chemical composition of the final products and the distribution of copper and zinc. The consumption of the reducing and sulphidizing agents varied in the conducted experimental studies. It was shown that the most significant influence on copper recovery into matte was exerted by the consumption of the sulfidizing agent; when a consumption of the sulphidizing agent was about 7–10% of the depleted slag weight, a residual copper content was below 0.4%. At the same time, the consumption of the reducing agent mainly influences the zinc recovery from slag: by adding graphite in the amount of 3–4% of the weight of depleted slag, we decrease the residual zinc content to 0.1% or lower. The conducted laboratory studies on the depletion with reducing and sulphidizing agents show a high recovery degree of both target and impurity elements from the depleted slag samples that indicates the potential efficiency of the considered slag depletion method.

Keywords: slag depletion, sulphidizing agent, reducing agent, sulphurization, bubbling, copper recovery, zinc recovery, copper smelting slags.

Acknowledgements. The authors thank LLC Kazakhmys Smelting for its support of their studies.

For citation

Karyaev V.I., Komkov A.A., Kuznetsov A.V., Plotnikov I.P. Recovery of Copper and Zinc from Copper Smelting Slags During Reducing-Sulfidizing Treatment. *Vestnik Magnitogorskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta im. G.I. Nosova* [Vestnik of Nosov Magnitogorsk State Technical University]. 2020, vol. 18, no. 2, pp. 4–12. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-4-12

Введение

Одной из важнейших задач современного металлургического производства является повышение комплексности использования сырья за счет повышения извлечения основных и сопутствующих ценных компонентов, в том числе за счет переработки шлаков и отходов [1–5].

В пирометаллургии медного сульфидного сырья широкое использование автогенных процессов с производством богатых штейнов привело к резкому росту содержания в шлаках меди и необходимости по этой причине дополнительной обеднительной обработки шлаков, что в большинстве случаев позволяет обеспечить достаточно высокое суммарное извлечение меди в целевой продукт. В то же время извлечению сопутствующих элементов не всегда уделяется должное внимание. Например, одним из частых сопутствующих элементов в медных сульфидных концентратах является цинк, содержание которого в медеплавильных шлаках нередко достигает 4–5%. Учитывая объемы получающихся шлаков, общее количество цинка в шлаках среднего по производительности завода может достигать десятков тысяч тонн в год. В настоящее время практически весь этот цинк теряется со шлаками, в том числе и после их обеднения по меди, поскольку использующиеся в промышленности технологии обеднения медеплавильных шлаков – флотационное или электропечное обеднение (а тем более отстаивание) – не позволяют выделять из шлаков цинк.

Одним из перспективных способов обеднения шлаков, обеспечивающих не только эффективное извлечение меди, но и цинка в целевые продукты, является барботажное восстановительное или восстановительно-сульфидирующее обеднение [6,7], например в печи Ванюкова [8–11]. При этом основное внимание в исследованиях уделялось восстановительному обеднению шлаков без использования сульфидизатора с по-

лучением металлического сплава на основе меди [12–15]. В то же время исследований поведения меди и примесей при барботажном обеднении медеплавильных шлаков с добавкой сульфидизатора и получением штейна довольно мало [16–18], что не позволяет уверенно оценивать параметры распределения основных элементов и примесей и условия этого процесса, обеспечивающие минимальные потери ценных компонентов.

Возможности извлечения меди и цинка из медеплавильных шлаков при восстановительно-сульфидирующей их обработке в условиях барботажа в лабораторных условиях изучались в настоящей работе.

Характеристика исходных материалов и описание методики лабораторных экспериментов

Основным материалом для проведения исследований является шлак из электромиксера печи Ванюкова (ПВ-1) Балхашского медеплавильного завода. После отбора, дробления и усреднения проб образцы шлака анализировались рентгенофлуоресцентным методом. В качестве сульфидизатора при проведении экспериментов использовался сульфидный медный концентрат. Состав исходных материалов приведен в **таблице 1**.

Таблица 1. Химический состав исходных материалов / Table 1. Chemical composition of raw materials

Материал	Содержание, % масс.											
	Cu	Fe	S	Zn	Pb	Sb	SiO_2	CaO	K_2O	Al_2O_3	MgO	Пр+O
Шлак из электромиксера	0,78	42,16	0,77	3,44	0,53	0,16	25,73	1,99	0,79	4,33	2,95	16,37
Медный концентрат	18,57	34,71	36,04	0,15	0,02	–	6,00	0,26	0,21	3,17	0,40	0,46

Для исследований была разработана и отлажена методика, моделирующая (насколько это возможно в лабораторных условиях) условия непрерывного процесса обеднения шлаков в печи Ванюкова – имитировалась «непрерывная» подача сульфидизатора в восстановленный шлак в условиях барботажа шлакового расплава. В качестве твердого восстановителя использовали графит. Все эксперименты проводили при температуре 1325°С, с продувкой шлака аргоном с расходом 5 мл/с при длительности барботажной обработки 25 мин. Удельный расход дутья (и получающихся отходящих газов) на единицу массы шлака составил около 120 мл. на 1 г шлака, или 120 м^3 на 1 т шлака, что сопоставимо с величиной удельного расхода дутья (отходящих газов) на 1 т шлака в печи Ванюкова для обеднения шлаков.

На **рис. 1** приведена схема лабораторной установки.

В работе использовали электропечь с вертикальной шахтой с номинальной рабочей температурой до 1350°С. В печь помещали алундовый реактор, установленный на огнеупорную подложку подины печи. Тигель с загруженными в него материалами помещали в реактор, который на время проведения экспериментов закрывали огнеупорной пластиной-крышкой для предотвращения попадания в реактор воздуха из окружающего пространства. Крышку реактора изготавливали с несколькими отверстиями - для ввода в реактор контролирующей термопары, трубки для подачи аргона, трубки для отвода газов и подачи сульфидизатора.

Дутьевая алундовая трубка гибкими шлангами через ротаметр подсоединена к газовому баллону с аргоном. Для контроля температуры применяли Pt/Pt-Rh термопару, помещенную во внутреннее пространство печи.

Методику проведения экспериментов можно разбить на несколько основных этапов:

1. Подготовка навески. На данном этапе проводили проверку рабочего тигля на предмет брака (трещин и сколов), после чего в него засыпали смесь исходного шлака и твердого восстановителя. Перед загрузкой тигель прогревали в верхней части реактора, а сам реактор промывали аргоном перед загрузкой.

2. Расплавление. Подготовленный и прогретый тигель медленно погружали в реактор, наполненный инертным газом, после чего выдерживали заданное время на расплавление навески (15 мин).

3. Холостая продувка. После расплавления материала проводили холостую продувку шлака. Такой прием необходим для обеспечения гомогенизации шлака, а также для восстановления шлака перед загрузкой сульфидизатора (восстановитель уже присутствует в навеске), поскольку в промышленных условиях непрерывного процесса сульфидизатор будет подаваться в ванну восстановленного шлака.

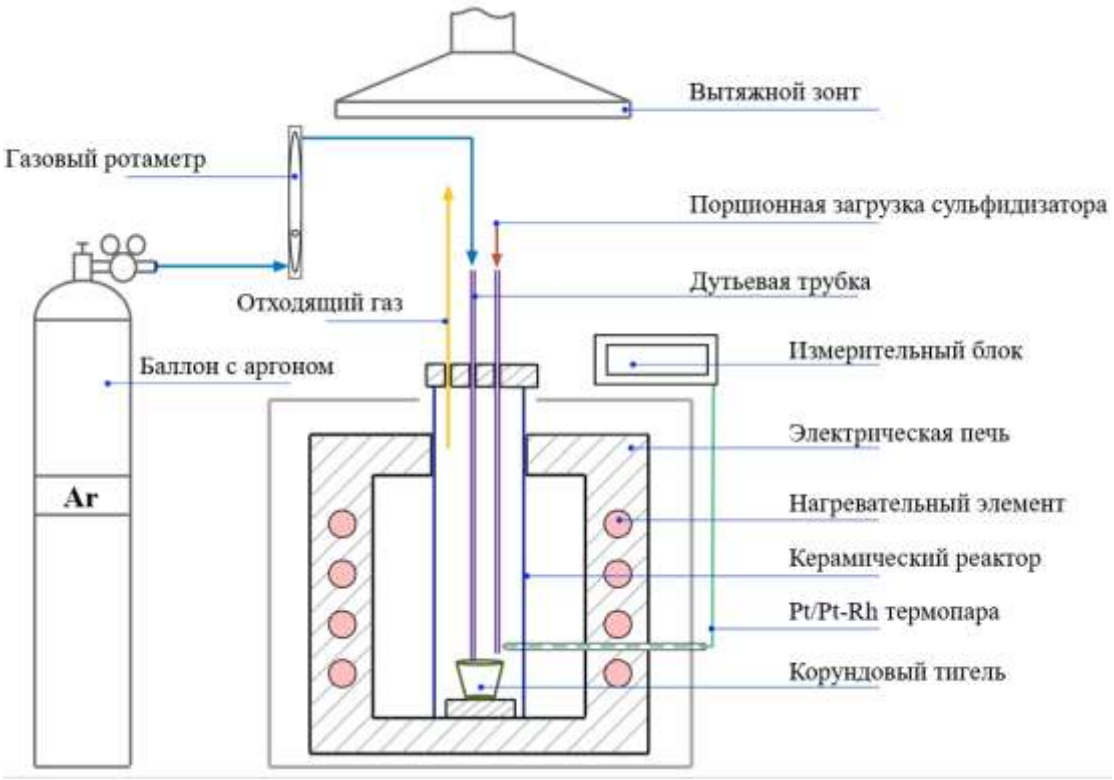


Рис. 1. Схема лабораторной установки для проведения экспериментов по восстановительно-сульфидирующему обеднению
Fig. 1. A diagram of the laboratory unit used to carry out the experiments on the depletion with reducing and sulphidizing agents

4. Загрузка сульфидизатора. В процессе отладки методики был отработан порционный способ загрузки концентрата в шлак, качественно имитирующий непрерывную подачу сульфидизатора в шлак в промышленном процессе. Сразу после холостой продувки производили загрузку первой порции сульфидного материала, после чего тигель выдерживали без барботажа в течение трех минут для расплавления частиц сульфидизатора (на стадии отладки методики было выявлено, что без выдержки для расплавления концентрата при подаче дутья в шлак неусвоенные шлаком твердые частицы концентрата в значительной степени выносились с поверхности шлака и оседали на стенках тигля и реактора). Затем проводили продувку в течение заданного времени и повторяли процедуру загрузки. Таким образом, загрузку проводили в 5 приемов.

5. Отстаивание, выгрузка и закалка. После завершения загрузки всех порций сульфидизатора тигель отстаивали в печи в течение 25 мин в атмосфере аргона, но без барботажа. За время отстаивания основная часть сульфидной взвеси, образовавшейся из извлекающей фазы и капель штейна механических потерь исходных шлаков, успевает осесть и образовать сплошной слой штейна на дне тигля. После отстаивания тигель извлекали из печи и закаливали быстрым охлаждением в воде.

Для барботажа расплава использовали аргон марки ВЧ (99,998% Ar).

В **таблице 2** приведены основные условия проведенных экспериментов по восстановительно-сульфидирующей обработке образцов медеплавильного шлака.

Продукты, получаемые в результате восстановительно-сульфидирующей обработки – шлаки и штейны, извлекали из охлажденного тигля с последующим измельчением и передачей на рентгенофлуоресцентный анализ.

Основные результаты экспериментов и их обсуждение

Основные результаты экспериментов представлены на **рис. 2 и 3** и в **табл. 3**.

Влияние расхода восстановителя при постоянном расходе сульфидизатора (10% от массы исходного шлака) на остаточное содержание меди и инка в шлаке показано на **рис. 2.**

Таблица 2. Основные условия проведения экспериментов / Table 2. Main conditions of the experiments

Загрузка, г			Стадия эксперимента, мин		
Исходный шлак	Концентрат, % от массы шлака	Графит, % от массы шлака	Расплавление	Барботаж	Отстаивание
50	10	1	15	25	25
50	10	2	15	25	25
50	10	3	15	25	25
50	10	4	15	25	25
50	2	3	15	25	25
50	4	3	15	25	25
50	7	3	15	25	25
50	10	3	15	25	25

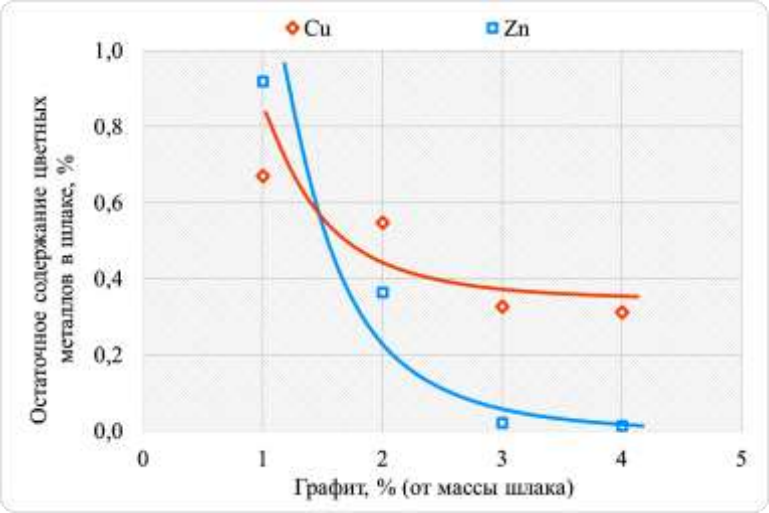


Рис. 2. Остаточное содержание меди и цинка в отвальных шлаках в зависимости от расхода восстановителя, %)
Fig. 2. Residual content of copper and zinc in dump slags depending on the consumption of the reducing agent, %

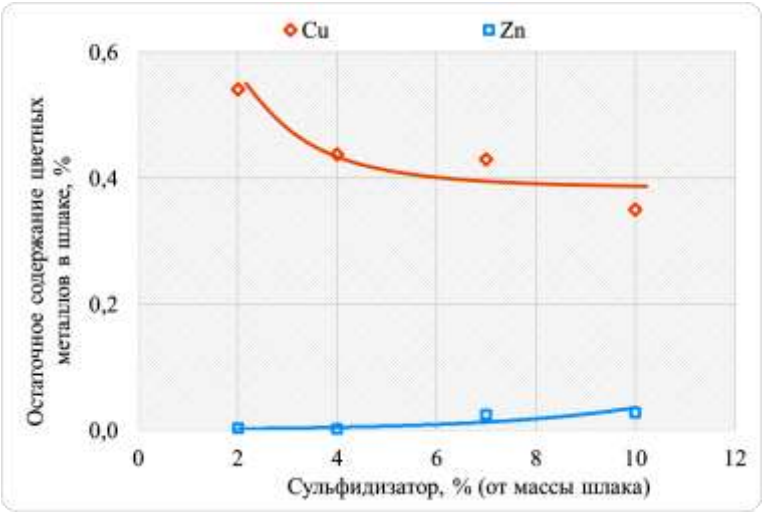


Рис. 3. Остаточное содержание меди и цинка в шлаках при изменении расхода концентрата
Fig. 3. Residual content of copper and zinc in slags, when changing the concentrate consumption

При изменении расхода восстановителя (при прочих равный условиях) закономерно наблюдается рост извлечения цинка, достигающее значений выше 90% уже при расходе восстановителя 3% от массы загружаемого шлака, что обеспечивает снижение содержания цинка в шлаке до уровня 0,1% и ниже. Учитывая, что цинк в шлаке содержится в форме ZnO, процесс его удаления в газовую фазу можно представить в виде суммарной реакции

$$2(ZnO) + C = 2Zn_г + CO_2. \quad (1)$$

Заметное снижение содержания меди в шлаке по мере увеличения загрузки восстановителя наблюдается до расхода графита около 3% от массы шлака. Дальнейшее увеличение расхода графита несущественно влияет на извлечение меди из шлака. Растворенная медь в шлаке присутствует как в сульфидной (Cu_2S), так и в оксидной (Cu_2O) формах. Восстановитель влияет, прежде всего, на уровень оксидной растворимости меди за счет протекания суммарной реакции

$$2(Cu_2O) + C = 2Cu + CO_2. \quad (2)$$

Основные результаты экспериментов с варьированием расхода сульфидизатора при постоянном расходе твердого восстановителя (3% от массы обедняемого шлака) приводятся на **рис. 3**.

При повышении расхода сульфидизатора (при постоянном расходе графита 3% от массы шлака) содержание меди в шлаке снижается. Содержание цинка в шлаке при этом находится на очень низком уровне (менее 0,03%) и практически не зависит от расхода концентрата.

В **табл. 3** приведены обобщенные данные по содержанию меди и цинка в исходном шлаке и в каплях штейна в нем (по данным микроанализа сульфидной и оксидной фаз) и в продуктах обеднения в проведенных исследованиях, а также данные по извлечению меди в штейн и цинка в газ.

Высокое извлечение меди при высоких расходах сульфидизатора обеспечивается как за счет снижения растворенного содержания меди в шлаке при контакте с бедным штейном в восстановительных условиях, так и, видимо, за счет снижения механических потерь из-за более благоприятных условий коалесценции мелких капель в присутствии большего объема сульфидной извлекающей фазы.

При увеличении массы загружаемого сульфидного медного концентрата происходит снижение концентрации меди в штейне из-за разубоживания капель штейна исходного шлака наплавляемым из концентрата бедным штейном и сульфидирования железа шлака элементарной серы от диссоциации высших сульфидов концентрата:

$$2FeS_2 = 2FeS + S_2. \quad (3)$$

$$4CuS = 2Cu_2S + S_2. \quad (4)$$

$$4CuFeS_2 = 2Cu_2S + 4FeS + S_2. \quad (5)$$

$$FeO + 1/2S_2 + C = FeS + CO. \quad (6)$$

Возможно также частичное сульфидирование металлической меди элементарной серой от диссоциации высокосернистых минералов, осуществляющееся по реакции:

$$2Cu + 1/2S_2 = Cu_2S. \quad (7)$$

Коэффициент распределения цинка между продуктами восстановительно-сульфидирующего обеднения в среднем снижается в 1,5–2 раза по сравнению с L_{Zn}, рассчитанным для исходного шлака по составу сульфидной и оксидной фаз, что обусловлено снижением окислительного потенциала системы в условиях экспериментов.

Таблица 3. Содержания меди и цинка в продуктах восстановительно-сульфидирующего обеднения
Table 3. Copper and zinc content in the products of the depletion with reducing and sulphidizing agents

Состав шлака, %		Состав штейна, %		Извлечение из шлака, %		$L_{(Zn)}$
Cu	Zn	Cu	Zn	Cu	Zn	
0,78	3,44	45,34	3,02	-	-	1,07
0,67	0,92	20,60	1,19	18,66	74,70	0,77
0,55	0,36	15,71	0,43	37,35	90,56	0,85
0,33	0,02	13,94	0,03	65,48	99,49	0,66
0,31	0,01	13,15	0,01	66,54	99,67	0,96
0,54	0,003	18,33	0,01	38,87	99,92	0,27
0,44	0,003	17,18	0,01	50,16	99,94	0,20
0,43	0,025	15,34	0,05	51,76	99,39	0,55
0,35	0,028	13,89	0,05	61,50	99,32	0,57

**Состав исходного штейна приводится в виде данных по микроанализу сульфидных включений в шлаке.*

Снижение концентрации меди в штейне при увеличении расхода может быть связано как с развитием реакции (5), так и с практически полным восстановлением магнетита шлака и металлизаций капель штейна исходного шлака по реакции

$$FeO + C = Fe + CO. \quad (8)$$

Подача сульфидизатора в сильно восстановленный шлак практически исключает окисление серы и сульфидов концентрата магнетитом с образованием SO_2 и способствует большей степени фиксации серы в штейновой фазе, в том числе за счет протекания реакции (6) и процессов сульфидирования металлического железа, образующегося по реакции (8):

$$Fe + 1/2S_2 = FeS. \quad (9)$$

Заключение

Проведенные исследования показали, что восстановительно-сульфидирующая обработка шлака позволяет достичь достаточно высоких показателей по извлечению не только меди из шлаков, но и сопутствующих ценных компонентов, например цинка, который полностью теряется при использовании таких известных способов обеднения шлаков, как флотационное и электропечное. Это может послужить весомым аргументом при выборе технологи обеднения шлаков с учетом объема и стоимости извлекаемого цинка.

По сравнению с барботажным обеднением без сульфидирования шлака с получением медного сплава предлагаемый подход выгодно выделяется получением донной фазы в виде штейна, более привычного для переработки в медеплавильном производстве. Кроме того, низкое содержание меди в получаемом штейне потенциально может способствовать более низкой концентрации меди в шлаке при прочих равных условиях. Для понимания условий, возможностей и перспектив промышленной реализации предложенного подхода необходимо продолжение экспериментальных и теоретических исследований по изучению влияния термодинамических условий, режимов обработки, использования различных типов сульфидирующих и восстановительных материалов на показатели извлечения меди из шлаков и распределения примесей, таких как цинк, свинец, мышьяк и др.

Список литературы

1. Sanchez M., Parada F., Parra R., Marquez F., Jara R., Carrasco J.C., and Palacios J. Management of copper pyrometallurgical slags: giving additional value to copper mining industry // VII International Conference on Molten Slags Fluxes and Salts. The South African Institute of Mining and Metallurgy. 2004. P.543–550.
2. Sanchez M., Sudbury M., Reutilisation of Primary Metallurgical Wastes: Copper Slag as a Source of Copper, Molybdenum, and Iron – Brief Review of Test Work and the Proposed Way Forward // 3rd International Slag Valorisation Symposium, Leuven, 2013, pp.135–146.
3. Peng Z., Gregurek D., Wenzl C., and White J. F. Slag Metallurgy and Metallurgical Waste Recycling //JOM. 2016. Vol. 68. Iss. 9. P. 2313–2315.
4. Steinacker S. R. and Antrekowitsch J. Treatment of Residues from the Copper Industry with an Alternative Approach for Electric Furnace Slag // BHM. 2017. Vol. 162. Iss. 7. P. 252–257.
5. Sarfo P., Das A., Wyss G., Young C. Recovery of metals values from copper slag and reuse of residual secondary slag. // Waste Management. December 2017. Vol. 70. P. 272–281.
6. Yang, X., Zhang, J., Zhang, J. et al. Efficient Recovery of Copper and Cobalt from the Matte–Slag Mixture of ISA Furnace by Injection of Coke and Pyrite. Metall and Materi Trans B 49, 3118–3126 (2018).
7. Cui Z., Wang Z., Bian R., Wei C., Zhao B. (2018) Application Study on Technology of Reducing Copper Content in Discarded Slag. In: Davis B. et al. (eds) Extraction 2018. The Minerals, Metals & Materials Series. Springer, Cham.
8. Комков А.А., Баранова Н.В., Быстров В.П. Исследование восстановительного обеднения высокоокисленных шлаков в условиях барботажа // Цветные металлы. 1994. № 12. С. 26–30.
9. Исследование возможности обедненния шлаков в печи Ванюкова / Комков А.А., Васкевич А.Д., Панфилов В.П., Гершман Л.С. // Цветные металлы. 1991. № 2. С. 18–20.
10. Исследование процесса обеднения шлаков продувкой газовыми смесями с различным парциальным давлением кислорода / Фомичев В.Б., Князев М.В., Рюмин А.А. и др. // Цветные металлы. 2002. № 9. С. 32–36.
11. Обеднение медеплавильных шлаков в печи Ванюкова Медного завода ЗФ ГМК «Норильский никель» / В.М. Тозик, М.П. Данилов, В.А. Потанцев, А.Л. Кожанов // Цветные металлы. 2006. № 11.
12. Комков А.А., Быстров В.П., Ладыго Е.А. Прогнозирующая модель восстановительного обеднения шлаков в печи Ванюкова // Цветные металлы. 2008. №10. С. 44–49.
13. Ладыго Е.А. Закономерности распределения меди и никеля между продуктами обеднительной плавки в восстановительных условиях: дис. … канд. техн. наук. М., 2003. 149 с.

14. Alexey Komkov and Rostislav Kamkin. Reducing Treatment of Copper-smelting Slag: Thermodynamic Analysis of Impurities Behavior//JOM. 2011. Vol.63. No. 1. P. 73–76.
15. Особенности извлечения меди из шлаков при восстановлении в условиях барботажа / Комков А.А., Камкин Р.И., Кузнецов А.В., Каряев В.И. // Цветные металлы. 2018. № 11. С. 21–26.
16. Tang C., Li Y., Chen Y., Yang S., Ye L., Xue H. (2015) Distribution Behaviours of Cu, Co and Fe during Cu Smelter Slag Cleaning Process. In: Jiang T. et al. (eds) 6th International Symposium on High-Temperature Metallurgical Processing. Springer, Cham.
17. Li, Y.Chen, C. Tang, S. Yang, Jing He, Co-treatment of waste smelting slags and gypsum wastes via reductive-sulfurizing smelting for valuable metals recovery,Article in Journal of hazardous materials 322(Pt B) (2016).
18. Dosmukhamedov, N., Egizekov, M., Zholdasbay, E. et al. Metal Recovery from Converter Slags Using a Sulfiding Agent. JOM 70, 2400–2406 (2018).

References

1. Sanchez M., Parada F., Parra R., Marquez F., Jara R., Carrasco J.C., and Palacios J. Management of copper pyrometallurgical slags: giving additional value to copper mining industry. VII International Conference on Molten Slags Fluxes and Salts. The South African Institute of Mining and Metallurgy, 2004, pp.543–550.
2. Sanchez M., Sudbury M. Reutilisation of primary metallurgical wastes: copper slag as a source of copper, molybdenum, and iron – brief review of test work and the proposed way forward. 3rd International Slag Valorisation Symposium, Leuven, 2013, pp.135-146.
3. Peng Z., Gregurek D., Wenzl C., and White J. F. Slag metallurgy and metallurgical waste recycling. JOM, 2016, vol. 68, iss. 9, pp. 2313–2315.
4. Steinacker S. R. and Antrekowitsch J. Treatment of residues from the copper industry with an alternative approach for electric furnace slag. BHM, 2017, vol. 162, iss. 7, pp. 252–257.
5. Sarfo P., Das A., Wyss G., Young C. Recovery of metals values from copper slag and reuse of residual secondary slag. Waste Management, December 2017, vol. 70, pp. 272–281.
6. Yang, X., Zhang, J., Zhang, J. et al. Efficient recovery of copper and cobalt from the matte–slag mixture of ISA furnace by injection of coke and pyrite. Metallurgical and Materials Transactions B 49, 3118–3126 (2018).
7. Cui Z., Wang Z., Bian R., Wei C., Zhao B. (2018) Application study on technology of reducing copper content in discarded slag. In: Davis B. et al. (eds) Extraction 2018. The Minerals, Metals & Materials Series. Springer, Cham
8. Komkov A.A., Baranova N.V., Bystrov V.P. Studies on reducing depletion of highly oxidized slags under bubbling conditions. *Tsvetnye metally* [Ferrous metals], 1994, no. 12, pp. 26–30. (In Russ.)
9. Komkov A.A., Vaskevich A.D., Panfilov V.P., Gershman L.S. Studies on the possible depletion of slags in the Vanyukov furnace. *Tsvetnye metally* [Ferrous metals], 1991, no. 2, pp. 18-20. (In Russ.)
10. Fomichev V.B., Knyazev M.V., Ryumin A.A. et al. Studies on the process of depletion of slags by purging gas mixtures with different partial pressure of oxygen. *Tsvetnye metally* [Ferrous metals], 2002, no. 9, pp. 32–36. (In Russ.)
11. Tozik V.M., Danilov M.P., Potantsev V.A., Kozhanov A.L. The depletion of copper smelting slags in the Vanyukov furnace at the Copper Plant of the Polar Division of MMC Norilsk Nickel. *Tsvetnye metally* [Ferrous metals], 2006, no. 11. (In Russ.)
12. Komkov A.A., Bystrov V.P., Ladygo E.A. A predictive model of reducing depletion of slags in the Vanyukov furnace. *Tsvetnye metally* [Ferrous metals], 2008, no. 10, pp. 44–49. (In Russ.)
13. Ladygo E.A. *Zakonomernosti raspredeleniya medi i nikelya mezhdu produktami obednitelnoy plavki v vosstanovitelnykh usloviyakh. Dis. kand. tekhn. nauk.* [Regularities of distribution of copper and nickel between products of depletion melting in reducing conditions. PhD (Eng.) thesis]. Moscow, 2003, 149 p.
14. Alexey Komkov and Rostislav Kamkin. Reducing treatment of copper-smelting slag: thermodynamic analysis of impurities behavior. JOM, 2011, vol. 63, no. 1, pp. 73–76.
15. Komkov A.A., Kamkin R.I., Kuznetsov A.V., Karyaev V.I. Features of copper extraction from slags during recovery under bubbling conditions. *Tsvetnye metally* [Ferrous metals], 2018, no. 11, pp. 21–26. (In Russ.)
16. Tang C., Li Y., Chen Y., Yang S., Ye L., Xue H. Distribution behaviours of Cu, Co and Fe during Cu smelter slag cleaning process. Jiang T. et al. (eds) 6th International Symposium on High-Temperature Metallurgical Processing. Springer, Cham (2015).
17. Li, Y. Chen, C. Tang, S. Yang, Jing He. Co-treatment of waste smelting slags and gypsum wastes via reductive-sulfurizing smelting for valuable metals recovery. Journal of Hazardous Materials 322, Pt B (2016).
18. Dosmukhamedov N., Egizekov M., Zholdasbay E. et al. Metal recovery from converter slags using a sulfiding agent. JOM 70, 2400–2406 (2018).

Поступила 17.03.2020; принята к публикации 20.04.2020; опубликована 25.06.2020
Submitted 17/03/2020; revised 20/04/2020; published 25/06/2020

Каряев Владимир Иванович – аспирант кафедры ЦМиЗ,
НИТУ «МИСиС», Москва, Россия. Email: vlkaryaev@gmail.com

Комков Алексей Александрович – канд. техн. наук, доцент кафедры ЦМиЗ,
НИТУ «МИСиС», Москва, Россия. Email: akomkov@yandex.ru

Кузнецов Александр Владимирович – директор по инжинирингу,
ООО «НОРД Инжиниринг», Москва, Россия. Email: kuznetsov@mailnord.ru

Плотников Илья Павлович – аспирант кафедры ЦМиЗ,
НИТУ «МИСиС», Москва, Россия. Email: ilja.plotnikov11@gmail.com

Vladimir I. Karyaev – Postgraduate student,
NUST MISIS, Moscow, Russia. Email: vlkaryaev@gmail.com

Alexey A. Komkov – PhD (Eng.), Associate Professor,
NUST MISIS, Moscow, Russia. Email: akomkov@yandex.ru

Alexander V. Kuznetsov – Director for Engineering
NORD Engineering Company, Moscow, Russia. Email: kuznetsov@mailnord.ru

Ilya P. Plotnikov – Postgraduate student,
NUST MISIS, Moscow, Russia. Email: ilja.plotnikov11@gmail.com

МЕТАЛЛУРГИЯ ЧЕРНЫХ, ЦВЕТНЫХ И РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ
METALLURGY OF FERROUS, NON-FERROUS AND RARE METALS

ISSN 1995-2732 (Print), 2412-9003 (Online)
УДК 549:54.055
DOI: 10.18503/1995-2732-2020-18-2-13-21

ИЗУЧЕНИЕ ВЕЩЕСТВЕННОГО СОСТАВА ШЛАКОВ ПРОИЗВОДСТВА ВАНАДИЕВОГО ЧУГУНА АЛАПАЕВСКОГО МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО ЗАВОДА

Ерохин Ю.В., Захаров А.В., Леонова Л.В.

Институт геологии и геохимии им. акад. А.Н. Заварицкого УрО РАН, Екатеринбург, Россия

Аннотация. **Постановка задачи (актуальность работы):** Уральский регион уже более 300 лет является металлургическим центром России, и за столь продолжительный временной период здесь накопилось большое количество техногенных отходов (шлаков). Изучение вещественного состава шлаков является актуальной задачей, т.к. прежде чем их утилизировать, надо понять с каким минеральным составом мы имеем дело. Многие шлаки представляют собой потенциальную руду, которую можно дополнительно переработать, некоторые из них являются техногенными огнеупорами и т.д. Нами исследованы шлаки первой стадии получения феррованадия, когда в результате доменной плавки ванадийсодержащего титаномагнетитового концентрата образуется ванадиевый чугун, из которого уже потом по сложной цепочке и производят феррованадий. **Цель работы:** изучение вещественного (минерального) состава шлаков Алапаевского металлургического завода, полученных при производстве феррованадия. **Используемые методы:** химический состав породообразующих и рудных минералов установлен с помощью сканирующего электронного микроскопа JSM-6390LV фирмы Jeol с энергодисперсионной приставкой INCA Energy 450 X-Max 80 фирмы Oxford Instruments (ИГГ УрО РАН, г. Екатеринбург). Для анализа использовались полированные петрографические шлифы, вырезанные из кусочков шлака. **Новизна:** изучение вещественного состава шлаков проводилось с точки зрения классической минералогии и с использованием современной обязательной номенклатуры Международной минералогической ассоциации. **Результат:** впервые изучена минералогия шлаков феррованадиевого производства Алапаевского металлургического завода. Установлено, что они сложены акерманит-мервинитовым агрегатом с значительным содержанием шпинели и перовскита, а также постоянным присутствием шариков чугуна и хамрабаевита. Данные шлаки являются отходами ферросплавного производства, а точнее, первичной стадией получения феррованадия, когда в результате доменной плавки ванадийсодержащего титаномагнетитового концентрата образуется ванадиевый чугун, из которого уже потом по сложной цепочке и производят феррованадий. Температура образования данных шлаков определена по содержанию глиноземистой молекулы геленита в матрице акерманита, она оценивается в пределах 1400–1390°С. **Практическая значимость:** Изученные нами шлаки можно пускать в дополнительную переработку, т.к. они содержат ванадиевый чугун и перовскит. Кроме того, шпинель и хамрабаевит, как твердые минералы, могут быть выделены на абразивы.

Ключевые слова: акерманит, мервинит, шпинель, перовскит, минералогия, шлаки, Алапаевский металлургический завод.

© Ерохин Ю.В., Захаров А.В., Леонова Л.В., 2020

Для цитирования

Ерохин Ю.В., Захаров А.В., Леонова Л.В. Изучение вещественного состава шлаков производства ванадиевого чугуна Алапаевского металлургического завода // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2020. Т.18. №2. С. 13–21. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-13-21

Контент доступен под лицензией Creative Commons Attribution 4.0 License.
The content is available under Creative Commons Attribution 4.0 License.

MATERIAL COMPOSITION OF VANADIUM SLAGS AT THE ALAPAYEVSK METALLURGICAL PLANT

Yury V. Erokhin, Anatoly V. Zakharov, Lyubov V. Leonova

Zavaritsky Institute of Geology and Geochemistry, the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg, Russia

Abstract. **Problem Statement (Relevance):** The Ural region has been a metallurgical center of Russia for over 300 years, and for such a long period a large amount of man-made waste (slag) has accumulated in this region. The study of the material composition of slags is currently important, since you need to understand what kind of a mineral composition we are dealing with before disposing them. Many slags are potential ores that can be further processed; some of them are technology-related refractories, etc. **Objectives:** The study of the material (mineral) composition of slags formed when producing ferrovanadium at the Alapayevsk Metallurgical Plant. **Methods Applied**: The chemical composition of rock-forming and ore minerals is identified using a JSM-6390LV Scanning Electron Microscope by Jeol, including INCA Energy 450 X-Max 80, the energy dispersive attachment by Oxford Instruments (the Institute of Geology and Geochemistry, the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg). To analyze the composition, the authors used polished petrographic thin sections cut from pieces of slag. **Originality**: A material composition of the slags was studied from a point of view of classical mineralogy and using the modern mandatory nomenclature of the International Mineralogical Association. **Findings:** For the first time, mineralogy of ferrovanadium slags from the Alapayevsk Metallurgical Plant was studied. It has been established that they are composed of an akermanite-merwinite aggregate with a significant content of spinel and perovskite, as well as the constant presence of balls of cast iron and khamrabaevite. These slags are wastes of ferroalloy production, or rather, the primary stage of producing ferrovanadium, when vanadium cast iron is formed as a result of blast furnace smelting of vanadium-containing titanomagnetite concentrate; vanadium cast iron is used to produce ferrovanadium through a complex chain. The slag formation temperature is determined by the content of the aluminous gehlenite molecule in the akermanite matrix and estimated at 1400-1390°C. **Practical Relevance:** The slags under our study can be recycled, as they contain vanadium cast iron and perovskite. In addition, spinel and khamrabaevite, like solid minerals, can be extracted by abrasives.

Keywords: akermanite, mervinite, spinel, perovskite, mineralogy, slags, the Alapayevsk Metallurgical Plant.

For citation

Erokhin Yu.V., Zakharov A.V., Leonova L.V. Material Composition of Vanadium Slags at the Alapayevsk Metallurgical Plant. *Vestnik Magnitogorskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta im. G.I. Nosova* [Vestnik of Nosov Magnitogorsk State Technical University]. 2020, vol. 18, no. 2, pp. 13–21. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-13-21

Введение

Алапаевский металлургический завод является одним из старейших предприятий Среднего Урала. В 1696 г. в районе деревни Алапаиха, основанной в 1639 г. на одноименной реке близ места её впадения в реку Нейва, были найдены богатые железные руды. В 1702 г. по указу царя Петра I на берегу реки Алапаиха началось строительство казенного железоделательного завода, который уже в 1704 г. выдал первую продукцию. В 1725 г. завод производил 820 т чугуна и 167 т железа в год. При этом заводской пруд на р. Алапаиха был мелким, и завод полноценно работал только весной, поэтому в 1825 г. завод был перенесен на 1 км южнее, на более полноводную реку Нейва. Алапаевский завод активно развивался весь XIX век, превратившись в металлургического гиганта, и хорошо работал до революционных волнений, когда в период 1905–1907 гг. предприятие понесло крупные убытки. Вплоть до 1917 года завод был убыточным. После Октябрьской революции предприятие было национализировано и в годы Гражданской войны работало с перебоями. На нормальный график производства оно вышло только с 1925 года. В годы Великой Отечественной войны Алапаевский завод был модернизирован за счет эвакуированных предприятий с запада страны. В послевоенный период завод активно работал и в основном занимался выплавкой чугуна и ферромарганца. С развалом СССР он стал приходить в упадок, со временем предприятие уменьшило производство чугуна и всё больше занималось ферросплавами (в основном ферромарганцем). В 1999 г. завод был преобразован в «Алапаевскую ферросплавную компанию», но с каждым годом выплавка ферромарганца уменьшалась, т.к. ос-

новные поставщики марганцевой руды находились за границей. С 2004 г. завод восстановил производство чугуна как основной продукции, но вошел в бесконечную череду банкротств. К сожалению, в 2018 г. Алапаевский завод окончательно прекратил работу и сейчас происходит разборка строений [1, 2].

Удивительно, но за более чем 300-летнюю историю завода никаких детальных исследований по вещественному составу шлаков так и не проводилось.

Отбор образцов шлака и методы исследования

Шлаки Алапаевского завода являются основным техногенным мусором в окрестностях города, практически вся западная и восточная окраины, а также центральная часть населенного пункта заняты отвальными массами предприятия. Кроме того, шлаками завода отсыпаны почти все дороги в районе самого г. Алапаевска, а также всех окружающих деревень и садовых территорий.

Отбор проб осуществлен из отвала с западной окраины города (привязка с GPS-навигатора – N 57°85´99.3”, E 061°66´70.6”), куда идет узкоколейка со стороны металлургического завода, т.е. здесь отваливали шлаки современного ферросплавного производства. Площадь отвала составляет около 2 км^2, высота достигает 30 м. На данный момент отвал охраняется и потихоньку разбирается с применением техники. Нами были собраны образцы шлака темно-серого цвета с синеватым оттенком, тонко-мелкозернистые, с содержанием пор до 20–30% и редкими шариками белого металла. Эти шлаки и были нами изучены на предмет минерального состава.

Химический состав породообразующих и рудных минералов определен с помощью сканирующего электронного микроскопа JSM-6390LV фирмы Jeol с энергодисперсионной приставкой INCA Energy 450 X-Max 80 фирмы Oxford Instruments (ИГГ УрО РАН, г. Екатеринбург, аналитик Л.В. Леонова). Для анализа использовались полированные петрографические шлифы, вырезанные из кусочков шлаков.

Полученные результаты и их обсуждение

В результате исследований оказалось, что отобранные нами шлаки сложены акерманит-мервинитовым агрегатом со значительным содержанием шпинели и перовскита, а также постоянным присутствием шариков чугуна и Ti-V-карбида. Химический состав шлака следующий (в мас.%): SO_3 – 0,08; V_2O_3 – 0,25; SiO_2 – 25,68; TiO_2 – 4,48; Al_2O_3 – 20,29; $FeO_{общ}$ – 1,14; MgO – 12,03; MnO – 0,79; CaO – 35,26 (получен методом сканирования с поверхности всего полированного шлифа).

Акерманит ($Ca_2Mg[Si_2O_7]$) является одним из главных породообразующих минералов шлака, и его содержание варьирует в пределах 40-50 об.% породы (**рис. 1, 2**).

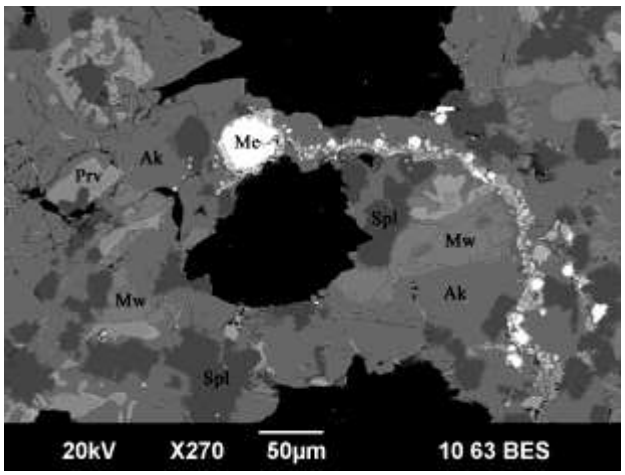


Рис. 1. Общий вид шлака Алапаевского завода; акерманит (Ak), мервинит (Mw), шпинель (Spl), перовскит (Prv) и чугун (Me). BSE-изображение, СЭМ JSM-6390LV

Fig.1. General form of slag from the Alapayevsk Metallurgical Plant; akermanite (Ak), merwinite (Mw), spinel (Spl), perovskite (Prv) and cast iron (Me). BSE image, SEM JSM-6390LV

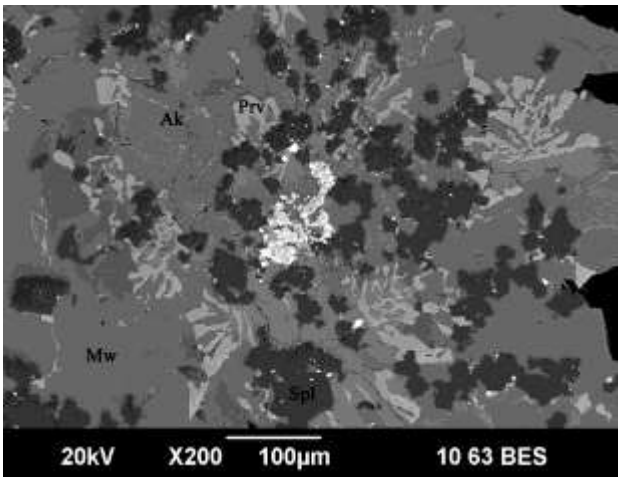


Рис. 2. Агрегат акерманита (Ak), мервинита (Mw), шпинели (Spl) и перовскита (Prv) в матрице шлака. BSE-изображение, СЭМ JSM-6390LV

Fig. 2. Aggregate of akermanite (Ak), merwinite (Mw), spinel (Spl) and perovskite (Prv) in a slag matrix. BSE image, SEM JSM-6390LV

Он слагает сплошной агрегат короткопризматических индивидов, с размером отдельных

кристаллов до 0,3 мм. Минерал имеет устойчивый химический состав и вполне уверенно определяется как глиноземистый акерманит (**табл. 1**). Из примесей устанавливаются Al_2O_3 (в пределах 9–11 мас.%) и TiO_2 (до 0,6 мас.%). Интересно, что минерал абсолютно не содержит железо, хотя природные соединения всегда ощутимо железистые. В природе акерманит встречается относительно часто в высокотемпературных известковистых скарнах [3], пирометаморфических комплексах [4] и углистых хондритах [5]. Является важным минералом доменных шлаков различного производства [6 и др.].

Мервинит ($Ca_3Mg[SiO_4]_2$) является вторым по значимости породообразующим минералом в шлаке, его содержание оценивается в пределах 25 об.% породы (см. **рис. 1, 2**). Он слагает отдельные короткопризматические индивиды, размером до 0,3–0,4 мм по удлинению, в агрегате зерен акерманита. По данным микрозондового анализа эти индивиды определяются как мервинит (**табл. 2**). Химический состав минерала очень близок к теоретическому и содержит небольшую примесь TiO_2 (до 0,8 мас.%). В природе мервинит вместе с акерманитом встречается в высокотемпературных известковистых скарнах [3], был обнаружен в виде включений в алмазах [7], а также является частым минералом в мартеновских, доменных и плавильных шлаках [8, 9].

Шпинель ($MgAl_2O_4$) является второстепенным минералом в шлаке с содержанием до 15 об.%. Она образует кубовидные кристаллы и их скопления, размером до 100–150 мкм (**рис. 2, 3**). В режиме обратно-рассеянных электронов (BSE) минерал выглядит самым темным из окружающих веществ. Интересно, что именно к скоплениям шпинели тяготеют выделения металла, образуя как включения, так и обрастания с периферии. Изучение химического состава шпинели показало, что она относится к титансодержащей разновидности (**табл. 3**). Из примесей в минерале отмечаются TiO_2 (до 2,7 мас.%), V_2O_3 (до 0,8 мас.%), CaO (до 0,4 мас.%) и MnO (до 0,3 мас.%). Интересно, что шпинель из алюминотермических шлаков ферротитанового производства Ключевского завода имеет более высокие примеси TiO_2 (в пределах 5,2–5,6 мас.%) и CaO (до 0,8 мас.%) при полном отсутствии марганца и ванадия [10]. Окраска алапаевской шпинели синяя, за счет чего у самой породы присутствует синеватый оттенок. По всей видимости, такая окраска вызвана присутствием титана, хотя природные и синтетические синие шпинели окрашены примесями кобальта или железа [11]. В природе благородная синяя шпинель встречается достаточно часто, в основном в связи с магнезиальными скарнами, как акцессорный минерал в магнезитовых и доломитовых мраморах [12]. При этом высокие содержания титана для природной шпинели нехарактерны и только в некоторых углистых хондритах отмечаются повышенные примеси TiO_2 (до 0,9 мас.%) [13].

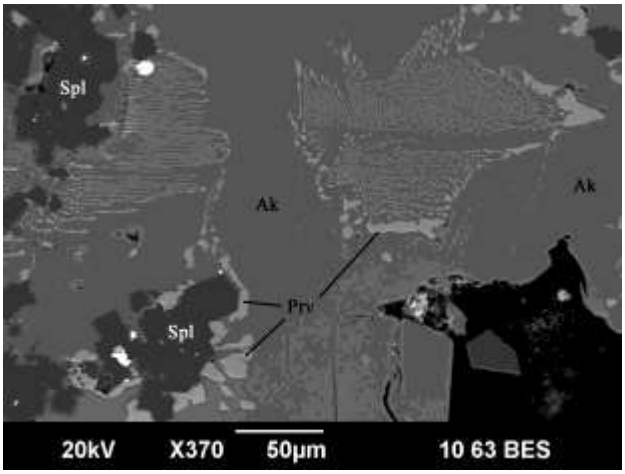


Рис. 3. Структуры распада перовскита (Prv) в акермaните (Ak) и обрастание кристаллов шпинели (Spl) в матрице шлака. BSE-изображение, СЭМ JSM-6390LV

Fig. 3. Structures of the decomposition of perovskite (Prv) in akermanite (Ak) and the growth of crystals of spinel (Spl) in a slag matrix. BSE image, SEM JSM-6390LV

Перовскит ($CaTiO_3$) так же, как и шпинель, является второстепенным минералом в шлаке с содержанием до 10 об.%. Перовскит образует два типа выделений: 1 – скелетные дендритовидные кристаллы, размером до 200 мкм; 2 – каплевидные ориентированные структуры распада в породообразующих силикатах, с размером индивидов в доли 1 мкм (см. **рис. 2, 3**). В режиме обратно-рассеянных электронов он выглядит самым светлым на фоне окружающих минералов, за исключением шариков металла. И, как более поздний по времени кристаллизации минерал, обрастает скоплением шпинели и металла. Он имеет устойчивый химический состав и вполне уверенно определяется как перовскит (**табл. 4**). Из примесей в минерале отмечаются Al_2O_3 (до 1,5 мас.%), SiO_2 (до 0,9 мас.%) и V_2O_3 (до 0,6 мас.%). Причем примесь ванадия присутствует только в тех зернах перовскита, которые ассоциируют с шариками металла. В шлаках перовскит встречается достаточно часто, к примеру, при ферротитановом и феррованадиевом производстве [10], а также в доменных шлаках [6 и др.]. В природе перовскит кристаллизуется в широком диапазоне температур и давлений, установлен и в скарнах, и в кимберлитах, а также в углистых хондритах [14].

Таблица 1. Химический состав акерманита из шлака Алапаевского завода, % (масс)
Table 1. Chemical composition of akermanite from slag from the Alapayevsk Metallurgical Plant, wt. %

№	SiO_2	TiO_2	Al_2O_3	MgO	CaO	Сумма
1	39,42	0,58	9,10	10,62	40,28	100
2	38,89	0,51	9,13	10,25	41,23	100
3	38,74	0,57	10,07	10,23	40,39	100
4	38,30	0,61	10,74	10,03	40,32	100
5	38,26	0,38	11,04	10,05	40,27	100
6	38,68	0,45	10,16	10,43	40,28	100

Примечание. Здесь и далее, анализы сделаны на сканирующем электронном микроскопе JSM-6390LV с ЭДС-приставкой INCA Energy 450 X-Max 80 (ИГГ УрО РАН, аналитик Л.В. Леонова).

Таблица 2. Химический состав мервинита из шлака Алапаевского завода, % (масс)
Table 2. Chemical composition of merwinite from slag from the Alapayevsk Metallurgical Plant, wt. %

№	SiO_2	TiO_2	MgO	CaO	Сумма
1	36,57	0,69	11,75	50,99	100
2	36,88	0,66	12,23	50,23	100
3	37,17	0,60	12,57	49,67	100
4	36,51	0,80	11,98	50,72	100
5	36,29	0,76	11,89	51,06	100
6	37,21	0,76	12,04	49,99	100

Таблица 3. Химический состав шпинели из шлака Алапаевского завода, % (масс)
Table 3. Chemical composition of spinel from slag from the Alapayevsk Metallurgical Plant, wt. %

№	TiO_2	V_2O_3	Al_2O_3	MnO	MgO	CaO	Сумма
1	1,99	0,59	68,61	-	28,52	0,28	100
2	2,06	0,65	68,21	0,16	28,70	0,22	100
3	2,65	0,68	67,55	0,21	28,68	0,24	100
4	2,05	0,52	68,39	0,20	28,49	0,35	100
5	2,10	0,49	68,61	-	28,55	0,25	100
6	2,14	0,74	68,25	0,23	28,45	0,19	100
7	2,47	0,79	67,50	0,26	28,62	0,37	100

Таблица 4. Химический состав перовскита из шлака Алапаевского завода, % (масс)
Table 4. Chemical composition of perovskite from slag from the Alapayevsk Metallurgical Plant, wt. %

№	SiO_2	TiO_2	V_2O_3	Al_2O_3	CaO	Сумма
1	0,77	55,81	0,55	1,42	41,45	100
2	0,64	56,55	-	1,21	41,60	100
3	0,92	56,11	-	1,49	41,49	100
4	0,60	56,58	-	1,31	41,52	100
5	0,66	55,93	0,63	1,34	41,43	100

Металл (ванадиевый чугун) слагает в шлаках мелкие шарики или частично округлые выделения, обычно размером до 20–30 мкм, редко до 50–100 мкм. Содержание металла в породе не более 1–2 об.%. Шарики металла в режиме обратно-рассеянных электронов отчетливо видны и состоят из двух фаз: более яркой в центре и более тусклой по краям или секущим прожилкам (**рис. 4**). По химическому составу эти фазы достаточно сильно отличаются содержанием ванадия (**табл. 5**, ан. 1–4). Центральные части чугуна, т.е. основная его масса, содержат около 0,6

мас.% ванадия, а каймы и прожилки обогащены ванадием до 3,2 мас.%. Кроме того, с резким ростом ванадия отмечается и повышение концентрации марганца и хрома.

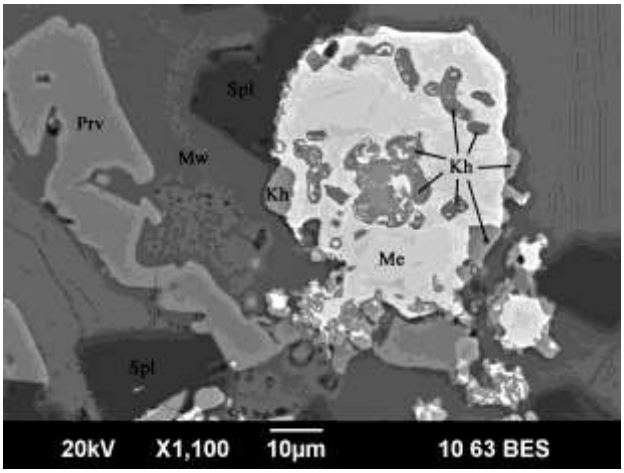


Рис. 4. Зональный шарик чугуна (Me) с включениями хамрабаевита (Kh) в агрегате мервинита (Mw), шпинели (Spl) и перовскита (Prv). BSE-изображение, СЭМ JSM-6390LV

Fig. 4. A zone ball of cast iron (Me) with the inclusions of khamrabaevite (Kh) in the aggregate of merwinite (Mw), spinel (Spl) and perovskite (Prv). BSE image, SEM JSM-6390LV

Хамрабаевит (Ti,V,Fe)C. Шарики чугуна всегда содержат изометричные и удлиненные включения Ti-V-карбида, а также частично обрастают (в виде оболочек или скорлупок) этим же веществом или срастаются с ним. Размер зерен карбида титана и ванадия не превышает 10 мкм. По составу он отличается более высоким содержанием углерода (до 20 мас.%) по сравнению с чугуном, за счет чего и имеет серую окраску в режиме BSE. По соотношению таких элементов, как титан, ванадий и железо минерал вполне уверенно определяется как хамрабаевит (**табл. 5**, ан. 5–8). Причем интересно, что включения карбида в чугуне более ванадиевые, чем зерна с периферии. В шлаках хамрабаевит встречается достаточно часто и упоминается просто как карбид титана, причем в основном при описании доменной плавки титаномагнетитовых руд [15 и др.]. В природе хамрабаевит был установлен в ассоциации с силицидом железа (зюсситом) в базальтах и гранитоидах Средней Азии [16], в океанических базальтах Восточно-Тихоокеанского поднятия [17], а также в парагенезисе с тистаритом, хибонитом и корундом в углистом хондрите Альенде, найденном в Мексике [18].

Температуру кристаллизации изученного шлака можно оценить по минералу-индикатору – акерманиту. Так, по результатам моделирования в системе геленит-акерманит [18], по содержанию глиноземистой молекулы геленита в матрице акерманита, температура кристаллизации шлака оценивается в пределах 1400–1390°С.

Установленная минеральная ассоциация изученных шлаков позволяет говорить о том, что мы имеем дело с отходами ферросплавного производства. А точнее, с первой стадией получения феррованадия, когда в результате доменной плавки ванадийсодержащего титаномагнетитового концентрата образуется ванадиевый чугун, из которого уже потом по сложной цепочке и производят феррованадий. Интересно, что информации об изготовлении данного вида продукции Алапаевским металлургическим заводом практически нет, на слуху был только ферромарганец. Есть только один источник информации (устаревший сайт самого завода), где было написано, что предприятие предлагает широкий спектр производства ферросплавов, в том числе и феррованадия.

Таблица 5. Химический состав чугуна и хамрабаевита из шлака Алапаевского завода, % (масс)
Table 5. Chemical composition of cast iron and khamrabaevite from slag from the Alapayevsk Metallurgical Plant, wt. %

№	C	P	Si	Ti	V	Cr	Fe	Mn	Ca	Сумма
Ванадиевый чугун										
1	3,42	0,54	0,34	0,47	0,64	0,31	93,16	0,95	0,17	100
2	4,17	0,54	0,38	0,51	0,63	0,29	92,38	0,88	0,22	100
3	3,84	-	0,30	0,64	3,10	0,48	89,55	1,60	0,49	100
4	3,96	-	0,26	0,48	3,21	0,43	89,78	1,61	0,27	100
Хамрабаевит										
5	19,55	-	0,17	49,60	28,59	-	1,93	-	0,16	100
6	19,11	-	0,19	47,11	28,00	-	5,31	-	0,28	100
7	18,76	-	0,18	58,20	19,43	-	3,21	-	0,22	100
8	20,01	-	0,32	66,28	11,58	-	0,94	-	0,87	100

Изученные нами шлаки можно пускать в дополнительную переработку, т.к. они содержат легко выделяемые ванадиевый чугун и перовскит. Содержание последнего достигает 10 об.%, и он является рудой на титан. Кроме того, шпинель и хамрабаевит, как очень твердые минералы (8 и 9–9,5 по шкале Мооса соответственно), могут быть выделены из шлака на абразивы.

Заключение

Таким образом, впервые изучена минералогия шлаков феррованадиевого производства Алапаевского металлургического завода. Установлено, что они сложены акерманит-мервинитовым агрегатом с значительным содержанием шпинели и перовскита, а также постоянным присутствием шариков чугуна и хамрабаевита. Данные шлаки являются отходами ферросплавного производства, а точнее, первичной стадией получения феррованадия, когда в результате доменной плавки ванадийсодержащего титаномагнетитового концентрата образуется ванадиевый чугун, из которого уже потом по сложной цепочке и производят феррованадий. Температура образования данных шлаков определена по содержанию глиноземистой молекулы геленита в матрице акерманита, она оценивается в пределах 1400–1390°С.

Список литературы

1. Займогов А.И. Синячихинские железоделательные заводы. Екатеринбург: ООО «Грачев и Партнеры», 2011. 118 с.
2. Металлургические заводы Урала XVII – XX вв. Энциклопедия / под ред. В.В. Алексеева. Екатеринбург: Академкнига, 2001. 536 с.
3. Магнезиальные скарны мервинитовой фации из ксенолитов в дунитах Довыренского расслоенного массива / Перцев Н.Н., Конников Э.Г., Кислов Е.В., Орсоев Д.А., Некрасов А.Н. // Петрология. 2003. Т. 11. № 5. С. 512–523.
4. Уникальные клинкеры и паралавы нового Нилгинского пирометаморфического комплекса в Центральной Монголии: минералого-геохимические особенности, условия формирования / Перетяжко И.С., Савина Е.А., Хромова Е.А., Карманов Н.С., Иванов А.В. // Петрология. 2018. Т. 26. № 2. С. 178–210. doi:10.7868/S086959031802005X
5. Иванова М.А. Ca,Al-включения в углистых хондритах – самые древние образования Солнечной системы // Геохимия. 2016. № 5. С. 409–426. doi:10.7868/S0016752516050034
6. Минералогия доменных шлаков / Горбатова Е.А., Харченко С.А., Ожогина Е.Г., Якушина О.А. // Вестник ИГ Коми НЦ УрО РАН. 2017. № 4. С. 24–28. doi:10.19110/2221-1381-2017-4-24-28
7. Zedgenizov D.A., Shatskiy A., Ragozin A.L., Kagi H., Shatsky V.S. Merwinite in diamond from São Luiz, Brazil: A new mineral of the Ca-rich mantle environment // American Mineralogist. 2014. V. 99. P. 547-550. doi:10.2138/am.2014.4767
8. Технологические особенности переработки сталеплавильных шлаков в строительные материалы и изделия / Леонтьев Л.И., Шешуков О.Ю., Цепелев В.С., Михеенков М.А., Некрасов И.В., Егиазарьян Д.К. // Строительные материалы. 2014. № 10. С. 70–73.
9. Пономарев В.С., Ерохин Ю.В., Михеева А.В. Геленитовый шлак с восточного борта Меднорудянского месторождения // Минералогия техногенеза – 2018. Миасс: ИМин УрО РАН, 2018. С. 81–94.
10. Техногенное минеральное сырье Урала / Перепелицын В.А., Рытвин В.М., Коротеев В.А., Макаров А.Б., Григорьев В.Г., Гильварг С.И., Абызов В.А., Абызов А.Н., Табулович Ф.А. Екатеринбург: РИО УрО РАН, 2013. 332 с.
11. D'Ippolito V., Andreozzi G.B., Bosi F., Hålenius U. Blue spinel crystals in the MgAl2O4-CoAl2O4 series: Part I. Flux growth and chemical characterization // American Mineralogist. 2012. V. 97. P. 1828-1833. doi:10.2138/am.2012.4138
12. Chauviré B., Rondeau B., Fritsch E., Ressigeac P., Devidal J.-L. Blue spinel from the Luc Yen district of Vietnam // Gems & Gemology. 2015. V. 51. № 1. P. 2-17. doi:10.5741/GEMS.51.1.2
13. Bjärnborg K., Schmitz B. Large spinel grains in a CM chondrite (Acfer 331): Implications for reconstructions of ancient meteorite fluxes // Meteoritics and Planetary Science. 2013. V. 48. No. 2. P. 180-194. doi:10.1111/maps.12050
14. Russell S.S., Huss G.R., Fahey A.J., Greenwood R.C., Hutchison R., Wasserburg G.J. An isotopic and petrologic study of calcium-aluminum-rich inclusions from CO3 meteorites // Geochimica et Cosmochimica Acta, 1998. V. 62. No. 4. P. 689–714. doi:10.1016/S0016-7037(97)00374-8
15. Собянина О.Н., Филатов С.В., Загайнов С.А. Анализ особенностей восстановления титана в доменной печи // Сталь. 2012. № 3. С. 9–11.
16. Хамрабаевит (Ti,V,Fe)C – новый минерал / Новгородова М.И., Юсупов Р.Г., Дмитриева М.Т., Цепин А.И., Сивцов А.В., Горшков А.И. // Записки ВМО. 1981. Ч. 113. Вып. 6. С. 697–703.
17. Jedwab J., Boulegue J. A vanadium-titanium carbide inclusion in graphite from hydrothermal ejecta at 13oN, East

Pacific Rise // Canadian Mineralogist. 1989. V. 27. P. 617–623.
18. Ma C., Rossman G.R. Tistarite, Ti2O3, a new refractory mineral from the Allende meteorite // American Mineralogist. 2009. V. 94. P. 841-844. doi:10.2138/am.2009.3203
19. Mendybaev R.A., Richter F.M., Davis A.M. Reevaluation of the akermanite-gehlenite binary system // XXXVII Lunar and Planetary Science Conf. Abstr. № 2268. Woodlands (TX), 2006.

References

1. Zaymogov A.I. *Sinyachikhinskie zhelezodelatelnye zavody* [Sinyachikha ironworks]. Yekaterinburg: LLC Grachev and Partners, 2011, 118 p. (In Russ.)
2. Alekseev V.V. (ed.) *Metallurgicheskie zavody Urala XVII–XX vv. Entsiklopediya.* [Metallurgical plants of the Urals in the 17th–20th centuries. Encyclopedia]. Yekaterinburg: Academic Book Publishing House, 2001, 536 p. (In Russ.)
3. Pertsev N.N., Konnikov E.G., Kislov E.V., Orsoev D.A., Nekrasov A.N. Merwinite-facies magnesian skarns in xenoliths from dunite of the Dovyren layered intrusion. Petrology, 11, 5, 464-475 (2003).
4. Peretyazhko I.S., Savina E.A., Khromova E.A., Karmanov N.S., Ivanov A.V. Unique clinkers and paralavas from a new Nilga combustion metamorphic complex in Central Mongolia: mineralogy, geochemistry and genesis. Petrology, 26, 2, 181–211 (2018). doi:10.1134/S0869591118020054
5. Ivanova M.A. Ca-Al-rich inclusions in carbonaceous chondrites: the oldest solar system objects. Geochemistry, 54, 5, 387–402 (2016). doi:10.1134/S0016702916050037
6. Gorbatova E.A., Kharchenko S.A., Ozhogina E.G., Yakushina O.A. Mineralogy of blast furnace slags. *Vestnik IG Komi NTs UrO RAN* [Vestnik of the Komi Institute of Geology, the Scientific Center of the Ural Branch of RAS], 2017, no. 4, pp. 24–28. doi:10.19110/2221-1381-2017-4-24-28.
7. Zedgenizov D.A., Shatskiy A., Ragozin A.L., Kagi H., Shatsky V.S. Merwinite in diamond from São Luiz, Brazil: A new mineral of the Ca-rich mantle environment. Amer. Miner. 99, 547-550 (2014). doi:10.2138/am.2014.4767
8. Leontev L.I., Sheshukov O.Yu., Tsepelev V.S., Mikheenkov M.A., Nekrasov I.V., Egiazaryan D.K. Technological features of steelmaking slag processing into building materials and products. *Stroitelnye materialy* [Construction Materials], 2014, no. 10, pp. 70–73. (In Russ.)
9. Ponomarev V.S., Erokhin Yu.V., Mikheeva A.V. Gehlenite slag from the eastern side of the Mednorudyansky deposit. *Mineralogiya tekhnogeneza – 2018* [Mineralogy of Technogenesis – 2018]. Miass: Mineralogy Institute, the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 2018, pp. 81–94. (In Russ.)
10. Perepelitsyn V.A., Rytvin V.M., Koroteev V.A., Makarov A.B., Grigoryev V.G., Gilvarg S.I., Abyzov V.A., Abyzov A.N., Tabulovich F.A. *Tekhnogennoe mineralnoe syrie Urala* [Man-made mineral raw materials of the Urals]. Yekaterinburg: Publishing Department of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 2013, 332 p. (In Russ.)
11. D'Ippolito V., Andreozzi G.B., Bosi F., Hålenius U. Blue spinel crystals in the $MgAl_2O_4$-$CoAl_2O_4$ series: Part I. Flux growth and chemical characterization. Amer. Miner. 97, 1828–1833 (2012). doi:10.2138/am.2012.4138
12. Chauviré B., Rondeau B., Fritsch E., Ressigeac P., Devidal J.-L. Blue spinel from the Luc Yen district of Vietnam. Gems & Gemology. 51, 1, 2–17 (2015). doi:10.5741/GEMS.51.1.2
13. Bjärnborg K., Schmitz B. Large spinel grains in a CM chondrite (Acfer 331): Implications for reconstructions of ancient meteorite fluxes. Meteor. Planet. Sci. 48, 2, 180–194 (2013). doi:10.1111/maps.12050
14. Russell S.S., Huss G.R., Fahey A.J., Greenwood R.C., Hutchison R., Wasserburg G.J. An isotopic and petrologic study of calcium-aluminum-rich inclusions from CO3 meteorites. Geochim. Cosmoch. Acta. 62, 4, 689–714 (1998). doi:10.1016/S0016-7037(97)00374-8
15. Sobyanina O.N., Filatov S.V., Zagaynov S.A. Analysis of the features of titanium reduction in a blast furnace. *Stal* [Steel], 2012, no. 3, pp. 9–11. (In Russ.)
16. Novgorodova M.I., Yusupov R.G., Dmitrieva M.T., Tsepin A.I., Sivtsov A.V., Gorshkov A.I. Khamrabaevite (Ti,V,Fe)C is a new mineral. *Zapiski Vsesoyuznogo mineralogicheskogo obshchestva* [Proceedings of the All-Union Mineralogical Society], 1981, vol. 113, no. 6, pp. 697–703. (In Russ.)
17. Jedwab J., Boulegue J. A vanadium-titanium carbide inclusion in graphite from hydrothermal ejecta at 13°N, East Pacific Rise. Canad. Miner. 27, 617–623 (1989).
18. Ma C., Rossman G.R. Tistarite, Ti_2O_3, a new refractory mineral from the Allende meteorite. Amer. Miner. 94, 841–844 (2009). doi:10.2138/am.2009.3203
19. Mendybaev R.A., Richter F.M., Davis A.M. Reevaluation of the akermanite-gehlenite binary system. XXXVII Lunar and Planetary Science Conf. Abstr. No. 2268. Woodlands (TX), 2006.

Поступила 06.02.2020; принята к публикации 10.03.2020; опубликована 25.06.2020
Submitted 06/02/2020; revised 10/03/2020; published 25/06/2020

Ерохин Юрий Викторович – канд. геол.-мин. наук, вед. науч. сотрудник,
Институт геологии и геохимии УрО РАН, Екатеринбург, Россия.
E-mail: erokhin-yu@yandex.ru. ORCID 0000-0002-0577-5898

Захаров Анатолий Владимирович – науч. сотрудник,
Институт геологии и геохимии УрО РАН, Екатеринбург, Россия.
Email: zakharov-zav@yandex.ru. ORCID 0000-0001-8790-7892

Леонова Любовь Владимировна – канд. геол.-мин. наук, ст. науч. сотрудник,
Институт геологии и геохимии УрО РАН, Екатеринбург, Россия.
E-mail: lvleonova@yandex.ru. ORCID 0000-0002-7713-8994

Yury V. Erokhin – PhD (Geology and Mineralogy), Lead Researcher,
Institute of Geology and Geochemistry, the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
Yekaterinburg, Russia. Email: erokhin-yu@yandex.ru. ORCID 0000-0002-0577-5898

Anatoly V. Zakharov – Researcher,
Institute of Geology and Geochemistry, the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
Yekaterinburg, Russia. Email: zakharov-zav@yandex.ru. ORCID 0000-0001-8790-7892

Lyubov V. Leonova – PhD (Geology and Mineralogy), Senior Researcher,
Institute of Geology and Geochemistry, the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
Yekaterinburg, Russia. Email: lvleonova@yandex.ru. ORCID 0000-0002-7713-8994

ЛИТЕЙНОЕ ПРОИЗВОДСТВО
FOUNDRY ENGINEERING

ISSN 1995-2732 (Print), 2412-9003 (Online)
УДК 621.74
DOI: 10.18503/1995-2732-2020-18-2-22-29

ОСОБЕННОСТИ ЛИТЬЯ КОРПУСНЫХ ДЕТАЛЕЙ ТРУБОПРОВОДНОЙ АРМАТУРЫ ИЗ КОРРОЗИОННОСТОЙКОЙ СТАЛИ МАРКИ 12Х18Н9ТЛ

Рамазанов А.К.[1], Ганеев А.А.[2]

[1]АО «Благовещенский арматурный завод», Благовещенск, Россия
[2]Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа, Россия

Аннотация. **Постановка задачи (актуальность работы)**: в статье рассматриваются особенности литья корпусных деталей трубопроводной арматуры из коррозионностойкой стали марки 12Х18Н9ТЛ. Перечислены основные недостатки литейной стали и часто образуемые на отливках корпусных деталей дефекты. Отмечено, что высокий уровень дефектности приходится на отливки из нержавеющей стали. **Цель работы** – показать основные проблемы литья корпусных деталей из стали 12Х18Н9ТЛ и определить пути повышения их качества. **Новизна**: рассмотрено влияние химического состава и технологических параметров производства стали на качество и свойства отливок корпусных деталей трубопроводной арматуры. Отмечено, что важную роль в формировании качества и свойств стальных отливок оказывает химический состав. Рассмотрены факторы, влияющие на жидкотекучесть стали. **Результат**: построена графическая диаграмма зависимости усвоения титана в сталеразливочном ковше от температуры стали. Построены графические диаграммы зависимости влияния титана и алюминия на пластические характеристики стали. Представлены результаты влияния температуры перегрева стали на качество отливок. **Практическая значимость:** полученные результаты могут быть рекомендованы предприятиям, занятым производством фасонного литья из аустенитной коррозионностойкой стали марки 12Х18Н9ТЛ.

Ключевые слова: трубопроводная арматура, коррозионностойкая сталь, аустенитная структура, жидкотекучесть, температура перегрева, отливка.

© Рамазанов А.К., Ганеев А.А., 2020

Для цитирования

Рамазанов А.К., Ганеев А.А. Особенности литья корпусных деталей трубопроводной арматуры из коррозионностойкой стали марки 12Х18Н9ТЛ // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2020. Т.18. №2. С. 22–29. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-22-29

Контент доступен под лицензией Creative Commons Attribution 4.0 License.
The content is available under Creative Commons Attribution 4.0 License.

FEATURES OF CASTING PIPELINE VALVE BODY PARTS MADE OF CORROSION-RESISTANT STEEL 12KH18N9TL

Azat K. Ramazanov[1], Almir A. Ganeev[2]

[1]JSC Blagoveshchensk Valves Plant, Blagoveshchensk, Republic of Bashkortostan, Russia
[2]Ufa State Aviation Technical University, Ufa, Russia

Abstract. **Problem Statement (Relevance):** The paper deals with features of casting pipeline valve body parts made of corrosion-resistant steel 12Kh18N9TL. It lists main disadvantages of mold steel and the defects often detected in body part castings. A high level of defects is stated to be attributed to stainless steel castings. **Objectives**: The objectives of the paper is to show main problems of body part castings made of 12Kh18N9TL steel and determine ways to improve their quality. **Originality:** The authors studied how a chemical composition and the steel production process parameters influenced the quality and the properties of pipeline valve body part castings. The chemical composition is stated to play an important role in forming the quality and the properties of steel castings. The paper describes the factors influencing the fluidity of steel. **Findings:** As a result, the authors plotted the graphical diagrams showing dependencies between the titanium recovery in a ladle and steel temperature, between ductile properties of steel and the concentration of titanium, aluminum and the ferrite phase, and between the quality of castings and steel overheat temperature. **Practical Relevance**: The obtained results may be recommended to the enterprises engaged in the production of shaped castings made of austenitic corrosion-resistant steel 12Kh18N9TL.

Keywords: pipeline valves, corrosion-resistant steel, austenitic structure, fluidity, overheat temperature, casting.

For citation

Ramazanov A.K., Ganeev A.A. Features of Casting Pipeline Valve Body Parts Made of Corrosion-Resistant Steel 12KH18N9TL. *Vestnik Magnitogorskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta im. G.I. Nosova* [Vestnik of Nosov Magnitogorsk State Technical University]. 2020, vol. 18, no. 2, pp. 22–29. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-22-29

Введение

С развитием нефтеперерабатывающей промышленности, обусловленным внедрением новых высокотемпературных технологических процессов и технологий, повышаются и приближаются к критическим значениям технологические параметры (температура, давление и др.), необходимые для увеличения глубины переработки нефти. Вследствие этого повышаются требования к нефтеаппаратуре технологических линий, надежность работы которых во многом зависит от качества и эксплуатационных характеристик промышленной трубопроводной арматуры, внутри которой протекает транспортируемая среда, в частности корпусных деталей. В связи с этим возникла потребность в повышении надежности и долговечности корпусных деталей трубопроводной арматуры.

Материал и методы исследования

Одним из основных материалов для отливок нефтеаппаратуры, работающей при высокой температуре, давлении и агрессивной среды, является коррозионностойкая сталь аустенитного класса марки 12Х18Н9ТЛ.

Данная сталь имеет относительно высокие механические свойства и удовлетворительную стойкость в окислительных средах, высокую стойкость к растворам органических кислот – уксусной, лимонной, муравьиной, азотной (при различной концентрации и температуры), а также в щелочах KOH, NaOH [1].

Однако сталь 12Х18Н9ТЛ характеризуется неоднородностью структуры, склонностью к межкристаллитной коррозии, низкой трещиноустойчивостью. Кроме того, эта сталь склонна к пленообразованию, пористости, усадочным раковинам, содержанию неметаллических включений, что объясняется ее относительно низкими литейными свойствами. Поэтому в процессе производства отливок существуют проблемы, связанные с образованием на них различных литейных дефектов, встречающихся реже в углеродистых сталях (газовая и усадочная раковина, пористость, трещина, пригар, спай, неметаллические включения), нарушающих сплошность стали и существенно снижающих уровень механических и эксплуатационных свойств деталей.

На **рис. 1** приведен сравнительный анализ процента окончательного брака отливок из нержавеющей и углеродистой марки сталей, который показывает, что высокий уровень дефектности приходится на отливки из нержавеющей стали.

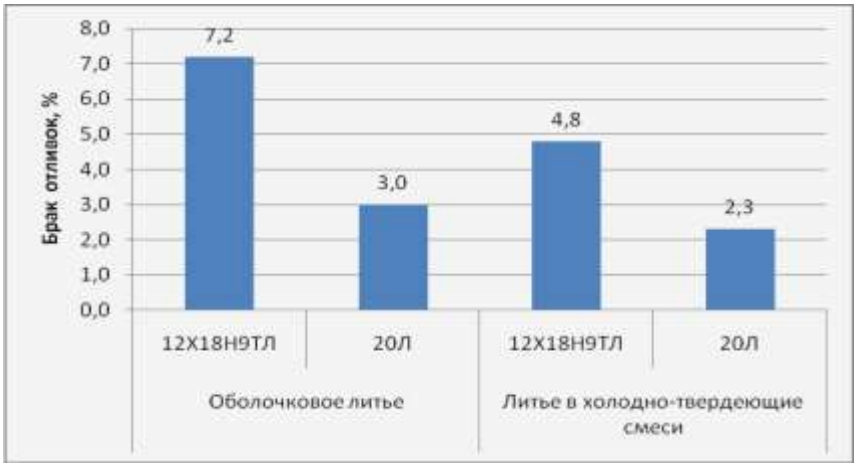


Рис. 1. Процент брака отливок (отливки как из нержавеющей, так и из углеродистой стали, производились одной номенклатуры для литья в оболочковые формы и литья в холодно-твердеющие смеси)

Fig. 1. Rejection rate of castings (both stainless steel and carbon steel castings were produced in a single range of items to be cast in shell molds and cold-hardening mixtures)

Таким образом, проблема получения высококачественных отливок корпусных деталей трубопроводной арматуры из стали 12Х18Н9ТЛ продолжает оставаться актуальной.

Отливки трубопроводной арматуры относятся к группе особо ответственного назначения, основные контролируемые показатели качества которых – это внешний вид, размеры, химический состав, механические свойства (предел текучести или временное сопротивление, относительное удлинение и ударная вязкость, твердость), стойкость против межкристаллитной коррозии и др. [2].

Получение бездефектной, качественной литой детали заданной конфигурации различными способами литья при регламентированных механических и эксплуатационных свойствах, а также чистоте поверхности определяются литейными свойствами стали: жидкотекучесть, усадка, склонность к поглощению газов и образованию неметаллических включений, особенности строения первичной и вторичной кристаллизации, трещиноустойчивость, образование литейных напряжений, склонность к ликвации [3].

Важнейшим литейным свойством стали 12Х18Н9ТЛ является жидкотекучесть, на которое значительное влияние оказывают содержание титана, хрома и алюминия, способствующие к образованию тугоплавких и плотных окисных плен типа TiO, Al_2O_3, Cr_2O_3. Окисные плены понижают герметичность стали, что приводит к снижению эксплуатационных и механических свойств корпусных деталей трубопроводной арматуры, работающих под давлением. Кроме того, плены уменьшают текучесть расплава и являются причиной образования таких дефектов, как «спай» и «недолив».

Помимо окисных плен, наличие в нержавеющей стали повышенной концентрации титана, алюминия и хрома ведет к увеличению загрязненности стали неметаллическими включениями типа TiN, AlN, TiS, TiO, Al_2O_3, Cr_2O_3.

На **рис. 2** представлены результаты металлографического исследования образца на растяжение из стали 12Х18Н9ТЛ, полученные при помощи оптического микроскопа Axio Observer.D1m, оснащенного анализатором изображения Thixomet.

В **таблице** представлен анализ химического состава неметаллических включений в точках 1–5 (**рис. 2,а**), выполненный с использованием растрового электронного микроскопа Ultra 55, оборудованного энергодисперсионным спектрометром INCA Energy 450X–xMAX. Повышенное содержание кислорода, азота, серы, титана и алюминия характерно образованию неметаллических включений типа TiN, AlN, TiS. Неметаллические включения располагаются преимущественно по границам аустенитных зерен в виде цепочек и плен и являются концентраторами напряжений, вызывающих локальное разрушение, снижающее механические свойства: предел прочности, пластические характеристики и ударную вязкость.

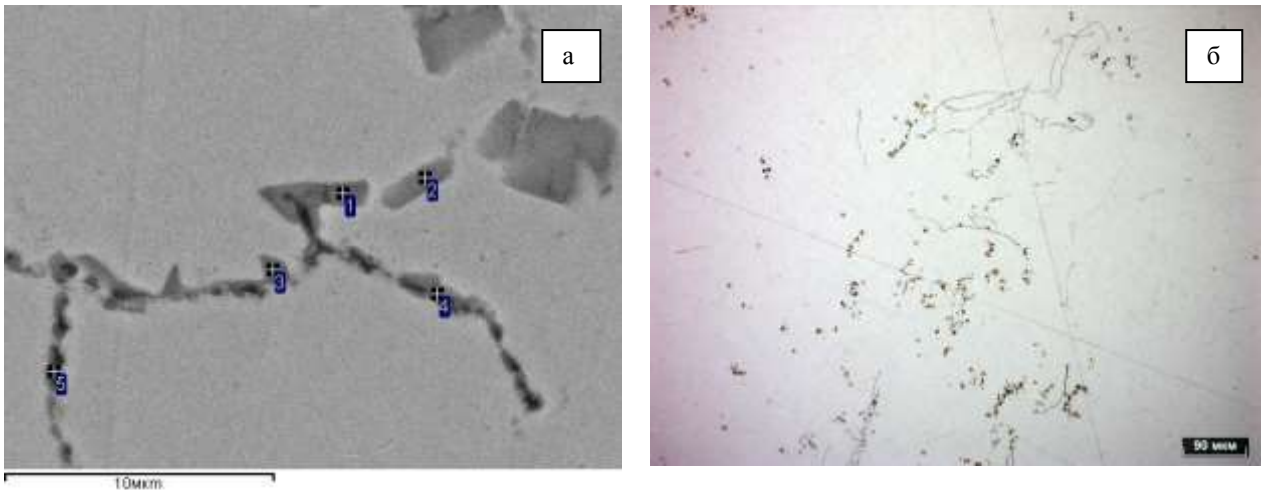


Рис. 2. Металлографическое исследование образца (химический состав: C=0,05%; Si=0,62%; Mn=1,02%; P=0,020%; S=0,006%; Cr=19,1%; Ni=9,16%; Ti=0,50%; Al=0,27%; Cu=0,10%)
Fig. 2. Metallographic test of the sample (chemical composition: C=0.05%; Si=0.62%; Mn=1.02%; P=0.020%; S=0.006%; Cr=19.1%; Ni=9.16%; Ti=0.50%; Al=0.27%; Cu=0.10%)

Химический состав в точках 1–5 образца плавки №1 / Chemical composition in points 1–5 of the sample of heat No.1

Номер спектра	Содержание элементов, масс. %								
	Fe	O	N	Mn	S	Cr	Ni	Ti	Al
1	22,13	-	13,70	-	-	8,09	2,12	53,97	-
2	30,62	-	17,02	0,97	-	10,28	3,57	37,54	-
3	34,98	-	-	-	11,93	14,09	2,64	35,71	0,64
4	28,38	11,54	8,52	0,96	-	8,77	3,26	34,10	4,46
5	35,79	14,77	-	1,16	-	11,44	4,06	14,62	18,17

Решающее влияние на жидкотекучесть нержавеющей стали оказывает перегрев расплава над температурой ликвидуса. Разливка стали с высоким перегревом повышает ее жидкотекучесть и улучшает заполняемость формы путем снижения вязкости расплава, препятствующей процессу образования окисных плен. Согласно [4], рекомендуемый перегрев стали над температурой ликвидуса, с учетом падения температуры металла при выпуске в сталеразливочный ковш емкостью 5 т, должен составлять 110–150°С. Вместе с тем повышенный перегрев создает условия для образования на отливках таких дефектов, как усадочные и газовые раковины, трещины и других, ухудшающих качество отливки.

На **рис. 3**–**4** приведено качество поверхности отливок, залитых в оболочковые формы (по kroning – процессу) и холодно-твердеющие смеси (по α-сет процессу). Формы заливались из стопорного сталеразливочного ковша вместимостью 5 т. Выплавка стали производилась в дуговой сталеплавильной печи с основной футеровкой емкостью 3 т.

Рис. 3. Качество поверхности отливки корпуса клиновой задвижки, залитой в оболочковые формы (химический состав: C=0,04%; Si=1,08%; Mn=1,26%; P=0,015%; S=0,007%; Cr=16,93%; Ni=8,39%; Ti=0,24%; Al=0,08%; Cu=0,12%). Температура расплава в ковше 1598°С, перегрев над температурой ликвидуса 139°С. Масса отливки 26 кг
Fig. 3. Surface quality of the wedge gate valve body cast in shell molds (chemical composition: C=0.04%; Si=1.08%; Mn=1.26%; P=0.015%; S=0.007%; Cr=16.93%; Ni=8.39%; Ti=0.24%; Al=0.08%; Cu=0.12%). Molten steel tempera-ture in the ladle is 1598°C, superheating above liquidus temperature is 139°C. Casting weight is 26 kg

Относительно высокий перегрев над температурой ликвидуса в 139°С, а также низкое содержание титана (0,24%), хрома (16,93%) и алюминия (0,08%) способствовали улучшению жидкотекучести расплава, залитого в оболочковые формы, о чем свидетельствуют образовавшиеся заливы металла по линии разъема формы толщиной 1 мм. Однако такой перегрев способствовал проявлению на поверхности отливки (в местах тепловых узлов) дефекта «газовые раковины» (см. **рис. 3**). Увеличение перегрева расплава сверх 139°С будет способствовать развитию литейных дефектов, что ухудшит качество отливок корпусных деталей. Поэтому оптимальным перегревом расплава для получения отливок, залитых в оболочковые формы, является 110–139°С.

Рис. 4. Качество поверхности отливки корпуса клиновой задвижки, залитой в форму по α-сет процессу (химический состав: C=0,08%; Si=0,84%; Mn=1,38%; P=0,025%; S=0,007%; Cr=18,35%; Ni=8,14%; Ti=0,7%; Al=0,36%; Cu=0,14%). Температура расплава в ковше 1588°С, перегрев над температурой ликвидуса 139°С. Масса отливки 100 кг

Fig. 4. Surface quality of the wedge gate valve body cast in the mold according to the α-set process (chemical composi-tion: C=0.08%; Si=0.84%; Mn=1.38%; P=0.025%; S=0.007%; Cr=18.35%; Ni=8.14%; Ti=0.7%; Al=0.36%; Cu=0.14%). Molten steel temperature in the ladle is 1588°C, superheating above liquidus temperature is 139°C. Cast-ing weight is 100 kg

С ростом содержания в составе стали титана (до 0,7%), хрома (до 18,35%) и алюминия (до 0,36%), при таком же перегреве в 139°С, ухудшаются ее жидкотекучесть и заполняемость формы из холодно-твердеющие смеси, о чем свидетельствует образовавшийся на поверхности отливки дефект «спай» (см. **рис. 4**). Уменьшение перегрева расплава менее 139°С будет способствовать развитию дефекта «спай» и «недолив», что приведет к возникновению неисправимого брака отливок корпусных деталей. Поэтому оптимальным перегревом расплава для получения отливок, залитых в формы из холодно-твердеющие смеси, является 139–150°С.

Таким образом, снижение в составе нержавеющей аустенитной стали содержания титана, хрома и алюминия, до допустимого предела по ГОСТ 977-88, а также контроль перегрева расплава над температурой ликвидуса позволяют значительно повысить жидкотекучесть расплава, уменьшить количество неметаллических включений и получить качественную поверхность отливки.

Необходимо отметить, что получение качественной литой детали по химическому составу и механическим свойствам во многом зависит от способа получения самой стали, свойства которой связаны со структурой и ее составом.

Производство стали 12Х18Н9ТЛ в дуговых печах с основной футеровкой, без электромагнитного перемешивания, не позволяет получить стабильный химический состав. Окончательный химический состав ковшевых проб, взятых в начале, середине и конце разливки, зачастую имеет высокий разброс концентраций химических элементов. Это связано с тем, что у некоторых элементов низкий коэффициент распределения в стали, являющийся одним из важнейших факторов, определяющих развитие ликвации [3].

На **рис. 5** приведены гистограммы значений критерия растворимости элементов в твердой фазе (кристаллизация Fe_{α}) и коэффициента распределения элементов в жидкой фазе (кристаллизация Fe_{δ}) железа. Из всех элементов, вводимых в сталь для придания ей специальных свойств, наименьшие предельную растворимость и коэффициент распределения имеет титан. Данные для построения гистограмм взяты из [5].

На **рис. 6** приведена зависимость усвоения в сталеразливочном ковше титана от температуры стали, из которой следует, что с повышением температуры стали увеличивается процент усвоения титана.

Необходимо также отметить, что титан и алюминий оказывают отрицательное влияние на пластические характеристики стали 12Х18Н9ТЛ.

На **рис. 7** и **8** приведены зависимости относительного удлинения стали от содержания в ней титана и алюминия, из которых следует, что с увеличением содержания в стали титана и алюминия снижается относительное удлинение.

Кроме того, титан и хром, являясь ферритообразующими элементами, способствуют превращению аустенитной структуры стали в аустенитно-ферритную. Исследование, проведенное на образцах-свидетелях различных пла-

вок из стали 12Х18Н9ТЛ (после термообработки) при помощи магнитного ферритометра МФ-51НЦ, показывает, что содержание ферритной фазы в структуре стали может превышать 20%. Образовавшаяся ферритная фаза вызывает незначительное уменьшение пластичности стали и резко понижает предел ползучести путем образования интерметаллида хрома – σ-фазы [6], недопустимой для работы при высоких температурах.

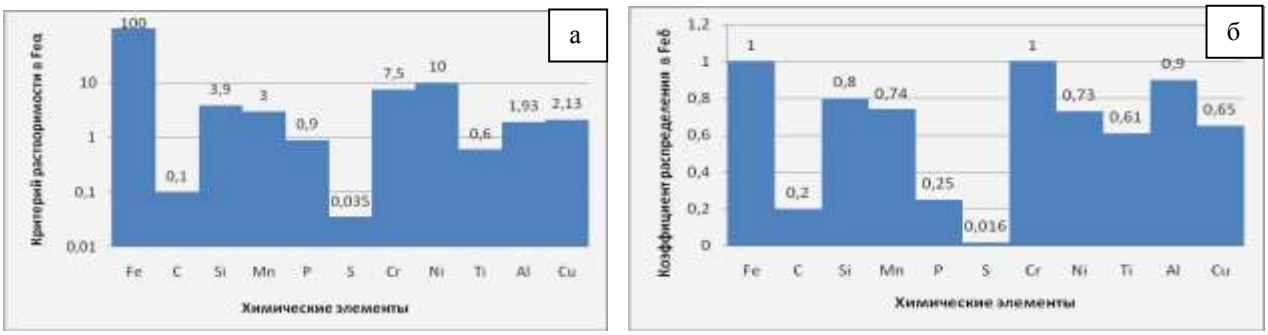


Рис. 5. Гистограммы значений растворимости (а) и распределения (б) элементов в твердой и жидких фазах железа
Fig. 5. Histograms of solubility (a) and distribution (б) values of the elements in solid and liquid phases of iron

Рис. 6. Влияние температуры стали в ковше на усвоение титана (за усвоение принято относительное отклонение между минимальным и максимальным значениями концентрации титана, полученными в ковшевых пробах). Цифры указывают количество плавок
Fig. 6. Influence of temperature of steel in the ladle on the titanium recovery (the recovery is deemed to be a relative deviation between minimum and maximum titanium concentration values obtained in ladle samples). The figures show the number of heats

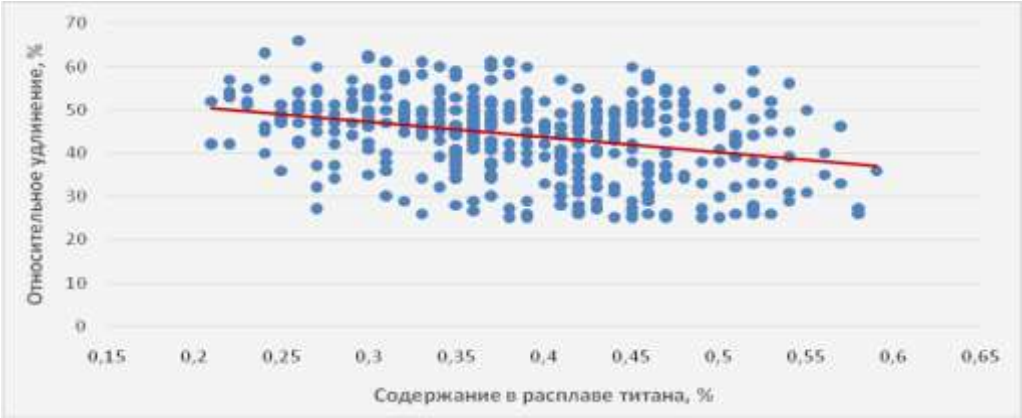


Рис. 7. Зависимость относительного удлинения стали 12Х18Н9ТЛ от титана
Fig. 7. Dependence between relative elongation of steel 12Kh18N9TL and titanium

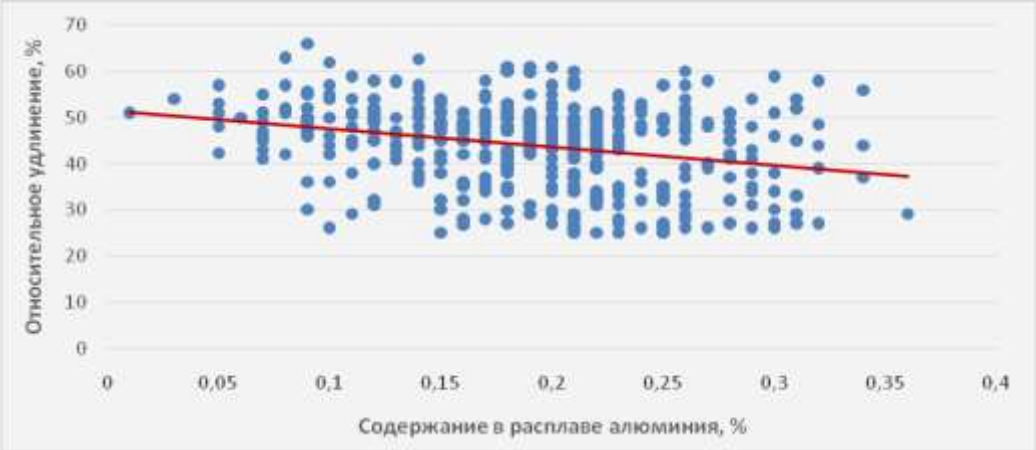


Рис. 8. Зависимость относительного удлинения стали 12Х18Н9ТЛ от алюминия
Fig. 8. Dependence between relative elongation of steel 12Kh18N9TL and aluminum

Известно, что однофазное аустенитное строение стали в отливке желательно во всех случаях. Оно обеспечивает более высокую антикоррозионную стойкость и лучшую пластичность, чем двухфазное строение. Поэтому снижение содержания титана, хрома и алюминия, а также повышение усвоения в расплаве титана, несомненно, позволит повысить стабильность химического состава и свойства стали 12Х18Н9ТЛ, что обеспечит получение отливки высокого качества.

Таким образом, особенностью стали 12Х18Н9ТЛ является то обстоятельство, что изменение содержания элементов в пределах ГОСТ, а также перегрев над температурой ликвидуса оказывают отрицательное влияние на качество отливок и их свойства.

Заключение

Рассмотренные особенности литья отливок корпусных деталей трубопроводной арматуры из стали 12Х18Н9ТЛ подтверждают сложность и дороговизну процесса их производства. Проведение комплекса работ по оптимизации химического состава стали 12Х18Н9ТЛ с целью снижения в ее составе концентрации содержания титана, хрома и алюминия, а также ферритной фазы без существенного изменения механических свойств стали, требуемых по ГОСТ 977-88, позволит получить отливку высокого качества.

Для производства высококачественных отливок корпусных деталей трубопроводной арматуры, отвечающих современным требованиям, необходимо дальнейшее совершенствование состава стали.

Список литературы

1. Ульянин Е.А. Коррозионностойкие стали и сплавы: справ. изд. М.: Металлургия, 1991. 256 с.
2. СТ ЦКБА 014-2004. «Арматура трубопроводная. Отливки стальные. Общие технические условия / ЗАО «НПФ «ЦКБА». 2004. 24 с.
3. Воздвиженский В.М. Литейные сплавы и технология их плавки в машиностроении: учеб. пособие для машиностроительных вузов по специальности «Машины и технология литейного производства». М.: Машиностроение, 1984. 432 с.
4. Козлов Л.Я. Производство стальных отливок: учебник для вузов /Колокольцев В.М., Вдовин К.Н. и др.; под ред. Л.Я. Козлова. М.: МИСиС, 2003. 352 с.
5. Гуляев Б.Б. Синтез сплавов (Основные принципы. Выбор компонентов). М.: Металлургия, 1984. 160 с.
6. Суханов В.П. Переработка нефти: учебник для средних проф.-техн. учеб. заведений. 2-е изд., перераб. и доп. М.: Высш. шк., 1979. 325 с.
7. Оюунцэцэг Ц., Батмунх Б., Мунхтуяа Ц. Исследование свойств литейных нержавеющих сталей // Материалы VI Международной конференции «Проблемы механики современных машин» / М-во образования и науки Российской Федерации, Уханьский текстильный ун-т (КНР). Улан-Удэ: Изд-во ВСГУТУ, 2015. Т.2. С.242–248.
8. Исследование литейных свойств супердуплексной и серийной аустенитной стали, разработка технологии и изготовление опытных отливок корпусов арматуры / Тумакова Н.С. , Тихонов В.П., Смирнов А.С., Самохвалов С.Г., Большаков А.А., Назаров В.Г., Леушин И.О. // Труды Нижегородского государственного технического университета им. Р.Е. Алексеева, 2015. № 2(109). С.242–252.

References

1. Ulyanin E.A. *Korrozionnostoikie stali i splavy: Sprav. izd.* [Corrosion-resistant steels and alloys: Reference book]. Moscow: Metallurgy, 1991, 256 p. (In Russ.)
2. Standard ST TsKBA 014-2004 Pipeline valves. Steel castings. General technical specifications. CJSC NPF TsKBA, 2004, 24 p.
3. Vozdvizhenskiy V.M., Grachev V.A., Spassky V.V. *Liteinye splavy i tekhnologiya ikh plavki v mashinostroenii: Ucheb. posobie dlya mashinostroitelnykh vuzov po spetsialnosti «Mashiny i tekhnologiya liteinogo proizvodstva»* [Foundry alloys and technology of their melting in mechanical engineering: Study guide for mechanical engineering universities majoring in machines and technology of foundry]. Moscow: Mechanical engineering, 1984, 432 p., illus. (In Russ.)
4. Kozlov L.Ya., Kolokoltsev V.M., Vdovin K.N. et al. *Proizvodstvo stalnykh otlivok: Uchebnik dlya vuzov* [Production of steel castings: Textbook for universities]. Moscow: MISIS, 2003, 352 p. (In Russ.)
5. Gulyaev B.B. *Sintez splavov. (Osnovnye printsipy. Vybor komponentov)* [Synthesis of alloys. (Basic principles. Component selection)]. Moscow: Metallurgy, 1984, 160 p. (In Russ.)
6. Sukhanov V.P. *Pererabotka nefti: Uchebnik dlya srednikh prof.-tekhn. ucheb. zavedenii* [Oil refining: Textbook for secondary vocational schools]. 2nd ed., rev. and upd. Moscow: Higher school, 1979, 325 p., illus. (Vocational education. Oil and gas industry.) (In Russ.)
7. Oyuntsetseg C., Batmunkh B., Munkhtuya C. The study of the properties of the casting stainless steels. *Proceedings of the VII International scientific Conference «Issues on Modern Machines Mechanics»*. Ulan-Ude: Publishing Department of East Siberia State University of Technology and Management, 2015, vol. 2, pp.242–228. (In Russ.)
8. Tumakova N., Tikhonov V, Smirnov A., Samokhvalov S., Bolshakov A., Nazarov V., Leushin I. Research casting properties of supre duplex and serial austenitic steel, technology dedelopment and manufacturing of castings, valve bodies. *Proceedings of the Nizhny Novgorod state technical University named after R.E. Alekseev*. 2(109), 2015, pp. 242–250. (In Russ.)

Поступила 23.03.2020; принята к публикации 20.04.2020; опубликована 25.06.2020
Submitted 23/03/2020; revised 20/04/2020; published 25/06/2020

Рамазанов Азат Камилович – ведущий инженер-технолог,
АО «Благовещенский арматурный завод», Благовещенск, Россия.
Email: azat-ramazanov@yandex.ru

Ганеев Альмир Амирович – д-р техн. наук, профессор кафедры машин и технологии литейного производства,
ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет», Уфа, Россия.

Azat K. Ramazanov – Lead Engineer-Technologist,
Blagoveshchensk Valves Plant, Blagoveshchensk, Russia.
Email: azat-ramazanov@yandex.ru

Almir A. Ganeev – DrSc (Eng.), Professor
Ufa State Aviation Technical University, Ufa, Russia

ТЕХНОЛОГИИ ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛОВ
MATERIAL PROCESS ENGINEERING

ISSN 1995-2732 (Print), 2412-9003 (Online)
УДК 621.91
DOI: 10.18503/1995-2732-2020-18-2-30-37

THEORETICAL STUDIES OF THE DYNAMIC CHARACTERISTICS OF THE INTERNAL LAPPING PROCESS

Sarvan Eziz Shirvan

The War College of the Armed Forces, Baku, Republic of Azerbaijan

Abstract. In the article dynamic characteristics of lapping process were analyzed and the main parameters of the process were determined. The influencing degree of technological parameters to the forming of the surface and the processing was determined. It was given construction of the head of the new lubrication projected for the processing of the internal cylindrical surfaces, scheme of the lapping operation and graphic description of the forces influencing the process. The relations between axial, radial and tangential organizers of shear force to provide the pressure to the surface and their joint influencing effect were evaluated. The relevant geometric and mathematical dependences were obtained on the basis of the dynamic analysis.

Keywords: abrasive sand, lapping process, friction coefficient, dynamic characteristics, shear force

© Shirvan S.E., 2020

For citation

Shirvan S.E. TheoreticaL Studies of the Dynamic Characteristics of the Internal Lapping Process. *Vestnik Magnitogorskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta im. G.I. Nosova* [Vestnik of Nosov Magnitogorsk State Technical University]. 2020, vol. 18, no. 2, pp. 30–37. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-30-37

ТЕОРЕТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ДИНАМИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПРОЦЕССА ПРИТИРКИ ПРИ ОБРАБОТКЕ ВНУТРЕННИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ

Ширван С.А.

Военное училище вооруженных сил, Баку, Республика Азербайджан

Аннотация. В статье анализируются характеристики процесса притирки и определяются основные параметры процесса. Установлена степень влияния технологических параметров на формирование поверхности и обработку. Приведена конструкция головки новой системы смазки, предназначенной для обработки внутренних цилиндрических поверхностей, схема процесса притирки и графическое изображение сил, влияющих на процесс. Оценены взаимоотношения между осевыми, радиальными и тангенциальными составляющими усилия сдвига для обеспечения давления на поверхность и их совместного влияния. Соответствующие геометрические и математические зависимости были получены на основе динамического анализа.

Ключевые слова: абразивный песок, процесс притирки, коэффициент трения, динамические характеристики, усилие сдвига.

Для цитирования

Shirvan S.E. TheoreticaL Studies of the Dynamic Characteristics of the Internal Lapping Process // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2020. Т.18. №2. С. 30–37. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-30-37

Контент доступен под лицензией Creative Commons Attribution 4.0 License.
The content is available under Creative Commons Attribution 4.0 License.

Introduction

By increasing the accuracy and quality indicators of the machine details, increasing their reliability and durability is one of the most actual issues of modern mechanical engineering. Multiple studies show that the machines with the completely same construction often have completely different reliability. This is related to the difference in the technological processes in their preparation. The mentioned reason necessitates the management of the exploitation parameters by technological methods. This necessity reflects itself in the processing of the machine details of higher accuracy (Гафаров, 2001).

Thus, learning of the processes and technological legitimacy allows us to describe the general view of the forming process of the final quality indicators of the processed surfaces more completely and exactly, to improve the processing, as well as to provide the required quality for the surface increasing the reliability and durability of the machines and mechanisms (Масловский, 1971).

The application of the new advanced processes of the finish technological operations allows us to provide the surface quality and high accuracy of the processed surfaces of the machine parts. Increasing requirements for the increasing level of the durability, stability, anticorrosion and anti-abrasion resistance, fatigue strength of the parts, as well as improving the accuracy of the machines and mechanisms, their reliability and durability necessitates the use of advanced processing methods. One of such methods is the technological process of lapping (Орлов, 1998).

The difficulty of the process of removing the thin material layer from the surface layer is in the implementation of the process with free abrasive, as well as under the influence of the multiple functional and random factors. One of such factors is the difference of the geometric form of the abrasives-cutting sands and their ability to move freely (Ящерицын 1996). Mutual meeting of the abrasive sands changing their position freely during the processing with the surface becomes complicated, as well as makes difficult to learn the influence of the different parameters of lapping to the quality and accuracy of the processed surface (Попов, 1971).

Depending on the characteristics of the processing method and lapping, the sizes of the lubrication head is determined approximately and it is given rotating and forward-back - combined working movement in respect of the processed surface. These movements influence directly the intensity and removal characteristics of the metal layer, creates spiral crossing lines on the surface so that influence the durability of the detail according to the exploitation condition (**Figure 1**). The particles can slip, roll or slip-roll during the finishing process. The movement characteristics of particles are influenced significantly by the difference of the composition of the sands and the homogeneity of their forms. The authors relate the efficiency of the process with the probability of the loading of the abrasive to the working surface of the lapping tool in the studies of (Ковалев, 1967) and (Крагельский, 1962). The formula of $B = \frac{T_s S_s}{T_{\text{det.}} S_{\text{det.}}} R_s R_{k.k}$ was offered by authors for evaluation of this probability, where T_s and $T_{\text{det.}}$is the consistency of lapping tool and detail material accordingly, S_s and $S_{\text{det.}}$ is the contact area of the sand with lapping tool and detail, R_s relative wetting coefficient with lapping tool and lubrication material of the detail, $R_{k.k}$-relative unevenness coefficient of the lapping tool and detail surface. In case of B<1, the probability of loading of the abrasive particle to the lapping tool, in case of B>1, the probability of loading of the abrasive particle to the detail becomes real.

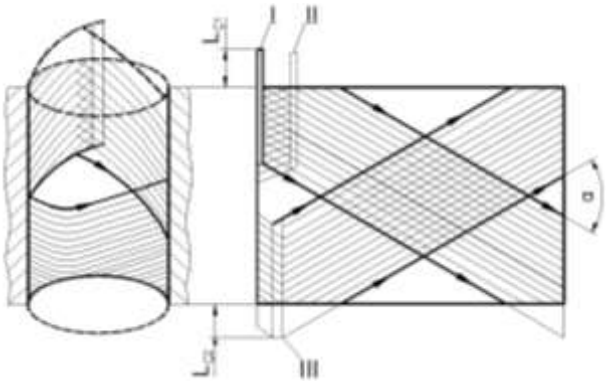


Fig. 1. Movement scheme of abrasive sand and its trace on the surface: I, II. III – consecutive edge positions of lubrication head, Lç1 and Lç2- accordingly exit sizes of the lubrication from the detail

Рис. 1. Схема движения частиц абразивного песка и их след на поверхности: I, II, III – последовательные краевые положения смазки, Lç1 и Lç2 соответственно размеры на выходе после смазки детали

It was determined that h/p ratio can be used to evaluate the interaction of the particle with the detail surface, where h is sinking depth of the particle, p – roundness radius of the particle. It was mentioned in studies of (Маслов, 1992) and (Макаров, 1996) that the ratio of h-sinking depth scratching the metal to its peak p-roundness radius can be accepted as a parameter determining the deformation characteris-

tic of surface layer. The process is elastic deformation in case of h/p<0.02, plastic deformation in case of 0.02<h/p<0.5, cutting of the metal in case of h/p>0.5 (**Figure 2**). The distribution of the random probability (γ=h/ρ) should be found to determine the occurrence probability of plastic and elastic deformation of microvolumes of metal with abrasive particles, as well as the probability of occurrence of micro-cutting. During the exploitation period of an internal cylindrical surface of the machine details working dynamically, the physical-mechanical indicators decrease by losing its quality gradually. For the purpose of increasing the durability of the details working under the complex pressure-temperature condition and having stochastic characteristic of abrasion, it is necessary to conduct the analysis of the production condition, especially dynamic and kinematic analyses. A production process with lapping consists of mutual cutting of the detail and lapping tool loaded with abrasive particles (Орлов, 1971 and Орлов, 1972).

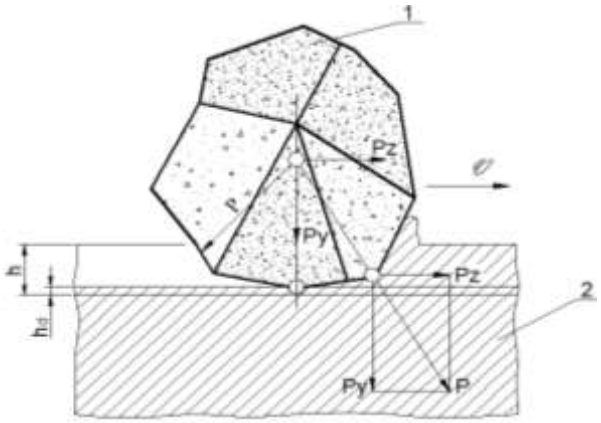


Fig. 2. Entering and movement scheme of sharp part of abrasive sand (1) to detail (2) under the pressure

Рис. 2. Схема поступления и движения острого участка абразивного песка (1) на деталь (2) под давлением

During the processing of the detail, the particle carries out the cutting process by leaning to the lapping tool, but in case the resistance to shear force is not sufficient, the process of the removal of the particle from the said surface can happen. Particle hanging between the lapping tool and detail surfaces cannot carry out the cutting process as particle not touching to other by adhering one of the surfaces. Therefore, the particle being in contact with the surface of the lapping tool and detail influence them with the same force and the cutting process is going on the account of pressure formed in cutting-scratching zone (Ящерицын, Зайцев, 1972) and (Ящерицын 1979).

The results of the experimental studies show that the change of shear force in the lapping process is a non-linear characteristic not depending on the speed of the organizers and value of the pressure. One of the main reasons is movement of the abrasive particles for the acceleration along with the processed surface of the detail. Being related to the microrelief of detail surface and complex movement legitimacy of the detail on the surface of a lapping surface tool, the working of the abrasive particles is going in their irregular movement during the lapping process according to constantly changing cutting and deformation conditions (Swan, 1999). Regardless of such complex progressing of the lapping process, the influence of shear force of granularity of lapping pastes is subject to the certain legitimacy. It was determined that the value of the organizers of shear force decreases monotonously by increasing the granularity of lapping forces. It was known that as a result of increasing of interspace between a detail and a lapping tool in the area of removal of the metal in the lapping process, unevenness in removal of the material along with the axle of the detail decreases. Disruption of the contact of the friction element, decrease of special pressure and decrease of the restoration intensity of the form errors naturally are related to the abrasion of the lapping tool (Matsinada, 1986 and Lishtenberger, 1995).

Abrasion of the lapping tools in the production process causes the change of the characteristic of force influences of their surfaces to the detail from abrasive layer, to change of the real contact areas of the detail and lapping tool and indirectly uneven distribution of intensity of the metal removal in separate points of surface layer of the detail and change of its profile.

It was determined by the experiments that the relation between geometrical parameters as diameter and cone in the detail before and after the lapping is of statistic characteristic, not depending on the form of the lapping tool. Relative high values of the correlation coefficients between geometric parameters of details before and after the lapping show the influence of the relations greatly determined sufficiently, conditioned physically by the technological factors heritage for the mentioned parameters (Pursche 1995).

It was approved that instability of processing of the internal cylindrical surface of the detail and joint influence of the multiple factors during the lapping cause to the occurrence of the form errors. In most cases the form errors of the details during the processing with lapping exceed the limit given to the diameter of the detail. Therefore, substantiated selection of the parameters of the lapping process to

provide the high accuracy of the details is of significant importance in the learning of the occurrence legitimacy of the form errors (Bozina, 2006).

The empirical studies in the influence of the different lapping regimes to the occurrence of the form errors of the detail showed that none of the main parameters of the technological process influence directly the occurrence of these errors. However, the studied limit of the regimes allows us to select the lapping conditions and more purposeful regimes helping to the decrease of the form errors during the processing.

After the lapping the quality of the upper surface layer is dependent on the influencing characteristic of the used abrasive sands in the paste to the lubrication and surface layer material. Depending on the applied working condition, abrasive sands usually work under the micro-cutting or periodic micro-percussive mutual influencing condition during the uninterrupted contact of the detail and lubrication surfaces (www.dislib.net).

As it is known that the exploitation characteristics of the detail are influenced mostly by the preparation accuracy of them, bumpiness of the working surfaces, remaining intensity occurred in the upper surface layer and difference of the certain metal layer. Furthermore, the structure and a chemical composition of an upper surface layer can be different from the structure and a chemical composition of the core part. If there is complex influence of mechanical operations and occurrence of heating at significant degree in the cutting zone, separate chemical elements on the formed surface can be burned and chemical weakening (being stagnant) can be in a very thin layer of the metal surface, so that the exploitation characteristics of the surface decrease (www.dissercart.com and www.dissertation.com).

Exploitation characteristics of the detail surfaces are usually carried out by considering an optimal condition of their processing. If in such case it is chosen unsatisfactory regime in the formation of the upper surface layer, then no matter how accurate the detail is processed, they will have lower-degree physical-mechanical characteristics and consecutively decrease of the exploitation period will be observed. Thus, micro-hardness and remaining intensity towards to the internal depth from the upper surface of the processed detail will change significantly; it is possible to get the most different results depending on the processing conditions in clean and final operations of lapping.

As it is shown from the abovementioned, quality parameters of the surface depend on multiple interactive factors such as bumpiness, remaining intensity and beating and they form exploitation qualities of the machine details complexly. It was determined by the study of the influence of different technological factors to lapping process done with new methods that each parameters of the quality of upper surface layer does not allow separately to provide the required exploitation indicators of the surface layer of the machine details (www.globalsecurity.org). In this regard, for the purpose of the provision of the required quality indicators, the necessity of the complex study of the technological opportunities of the lapping process occurs.

The result of the experiments shows that plastic deformation in lower pressure is observed only in cutting of end parts of roughness of the surface. After that the intensity of the process decreases, cutting area grows and the value of the special pressure for subsequent plastic deformation is not sufficient. Consecutively, the opportunities of the lapping process decreases so that it leads to the increase of the value of Ra (www.hydratech-industries.com).

Theoretical modeling

As bumpiness decreases, the contact of abrasive sands with the surface increases significantly and at the end of the process main parts of these sands become tiny. In such condition, higher contact pressure shall be provided for the continuation of the lapping process in the next process.

There is allowed value of the special pressure in each regime of the removal process of the material from the upper surface layer by new method of the lapping operation, its increase leads to the increase of the bumpiness of the surface. The mentioned case can be resulted in increase of lapping strength, increase of the temperature in the cutting area and holding the soft material of the upper surface with abrasive sands strongly.

1. It was determined in the studies that increase of the special pressure from 25 to 100 kPa increases the removal of metal from the surface gradually, in the next increase the cutting intensity of the tool decreases so that causes the decrease of the metal removals (www.mashin.ru/eshop/journals/vestnik-mashinostroeniya). Decrease of the special pressure to the certain limit causes to filling of the lapping surface with paste fully or partially, after that the evenness process for the height of some sands begins.

The kinematic analyses of the processing scheme with the lapping shows that cutting process is characterized by the joint influence of the axial-P_x, radial-P_y and tangential-P_z organizers of shear force and each of these forces is directed into three directions (Ox, Oy and Oz).

Principal scheme of the lubrication head for the processing of eth internal cylindrical surfaces is shown in **figure 3**, here 1-processed detail, 2-lubrication, 3-bow. External bows maintain the completeness of the lapping tool by creating always the force forwards to the centre from the external surface of the lubrication, internal bows press the lapping tool into the internal surface of the detail and are assigned to provide the pressure to the processed surface. The lubrication head does both forward-back and rotating movements.

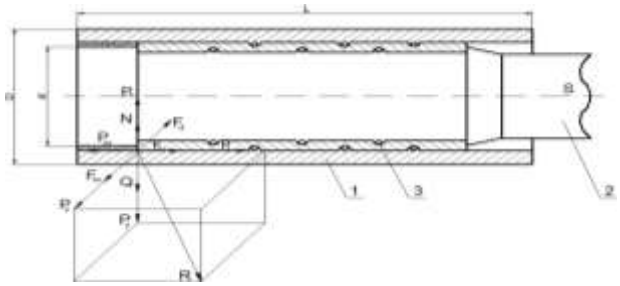


Fig. 3. Schematic description of the forces pressuring to the lapping process: 1 – detail; 2 – lubrication; 3 – bows

Рис. 3. Схематическое изображение действующих сил во время притирки: 1 – деталь; 2 – смазка; 3 – прогибы

Compile up the equations of the balance system of the shear forces occurred during the processing with lapping:

$$\begin{cases} P_x + F_{s1} - P_{ox} = 0 \\ P_y + Q - N - P_n = 0, \\ P_z - F_d + F_{s2} = 0 \end{cases} \quad (1)$$

where P_x– axial cutting force, N;

F_{s1} – friction force occurred in the forward-back movement of the lubrication, N;

P_{ox} – axial force, N;

P_y – radial shear force, N;

Q – sum of the forces occurred by the bows directed from the detail centre, N;

N – sum of the forces occurred by the bows directed to the detail centre, N;

P_n – normal reaction force, N;

P_z – the tangential component of the cutting force, N;

F_d – force characterizing the rotating movement of the detail, N;

F_{s2} – friction force occurred in the rotating movement of the lubrication, N.

Friction force occurred in the forward-back movement of the lubrication (F_{s1}) is determined by the following expression:

$$F_{s1} = \mu \cdot P_{xt} \cdot \chi, \quad (2)$$

where μ – friction coefficient;

P_{xt} – special pressure, N/mm^2;

χ – meeting area of the lubrication and detail, mm^2.

Axial force (P_{ox}) is determined through the following formula:

$$P_{ox} = m_s \frac{dS_{uz}}{dT}, \quad (3)$$

where m_s – mass of the lubrication, kg;

S_{uz} – longitudinal gait, mm/sec;

T – time, sec.

Q – N–forces difference is determined by the following expression:

$$Q - N = (C_1 - C_2)\frac{S_i}{2}, \quad (4)$$

where C_1 and C_2 – accordingly firmness of the internal and external bows, N/mm;

S_i – distance between the ends of the rings in *i*-condition, mm.

It is described the different conditions of the lapping process in **Figure 4**. According to the scheme, radial dislocation of the lubrication elements is $\frac{1}{2}S_i$. Then, it can be expressed as following according to the lapping scheme:

$$\sin\varphi_i = \frac{S_i}{2r_i} \text{ or } S_i = 2r_i \cdot \sin\varphi_i, \quad (5)$$

where r_i – changed radiuses depending on the abrasion of external surface for the lubrication, mm;

φ_i – dislocation angle of the elastic lubrication elements during the abrasion, rad.

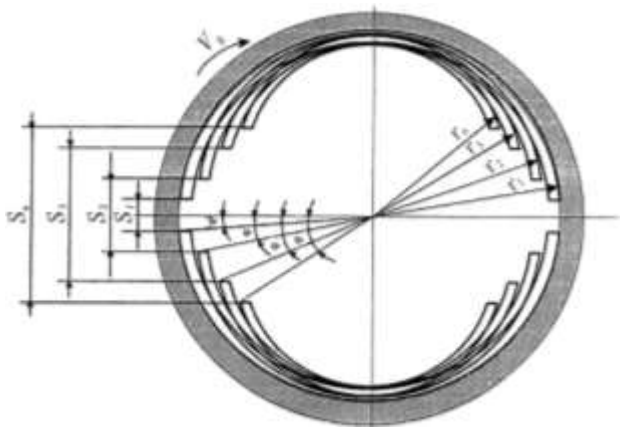


Fig. 4. Different conditions of the lapping process

Рис. 4. Различные условия процесса притирки

Considering expression (5) in expression (4), finally the following expression can be obtained for the forces difference (Q-N):

$$Q - N = (C_1 - C_2) \cdot \frac{2r_i \cdot \sin\varphi_i}{2}$$

or $$Q - N = (C_1 - C_2) \cdot r_i \cdot \sin\varphi_i . \quad (6)$$

Normal reaction force of the lapped surface of the detail is determined by the following formula:

$$P_n = P_{xt} \cdot \chi , \quad (7)$$

where $P_{x.t}$ – special pressure, N/mm^2;

χ – meeting area of the lubrication with detail, mm^2.

F_d force characterizing the rotating movement of the detail is expressed by the following formula:

$$F_d = m_{\det} \cdot \frac{d^2\varphi}{dT^2} , \quad (8)$$

where $m_{\det}$ – mass of the detail, kg;

φ – angle dislocation of the detail, rad.

Friction force occurred in the rotating movement of the lubrication (F_{s2}) is determined by the following formula:

$$F_{s2} = \mu \cdot P_{xt} \cdot l \cdot \frac{\pi r}{180^\circ}\phi , \quad (9)$$

where l – length of lapped surface, mm;

$\frac{\pi r}{180^\circ}\varphi$ – the length of the arc of contact, mm.

Considering expressions (2), (3), (6), (7), (8) and (9) in expression (1), the following system is obtained:

$$\begin{cases} P_x + \mu \cdot P_{xt} \cdot \chi - m_s \frac{dS_{uz}}{dT} = 0; \\ P_y + (C_1 - C_2) \cdot r_i \cdot \sin\phi_i - P_{xt} \cdot \chi = 0; \\ P_z - m_{\det} \cdot \frac{d^2\phi}{dT^2} + \mu \cdot P_{xt} \cdot l \cdot \frac{\pi r}{180^\circ}\phi = 0. \end{cases} \quad (10)$$

In **Figure 5** it is given graphical description of the forces influencing the lapping process normally and axially. As it is shown in the graphic, the sum of the forces occurred by the bows directed to the centre of the detail-N and normal reaction force P_n is in the same direction, the sum of the forces occurred by the bows directed from the centre of the detail-Q is in the opposite direction. As well as friction force occurred in the forward-back movement of lubrication - F_{s1} is directed into the opposite direction in respect of P_{ox} – axial force. Upon Figure 5, it can be written:

$$P_{ox} + Q + F_{s1} - N - P_n = 0 \quad (11)$$

or

$$m_s \frac{dS_{uz}}{dT} + (C_1 - C_2) \cdot r_i \cdot \sin\varphi_i + \mu \cdot P_{xt} \cdot \chi - P_{xt} \cdot \chi = 0 . \quad (12)$$

Fig. 5.Graphical determination of forces influencing lapping process

Рис. 5. Графическое изображение сил, действующих на процесс притирки

If we exclude $P_{x.t}$ – in expression (12) out of the brackets, we will get:

$$m_s \frac{dS_{uz}}{dT} + (C_1 - C_2) \cdot r_i \cdot \sin\varphi_i + P_{xt}(\mu\chi - \chi) = 0 . \quad (13)$$

It can be determined the value of the special pressure from expression (13) by the following formula:

$$P_{xt} = \frac{m_s \frac{dS_{uz}}{dT} + (C_1 - C_2) \cdot r_i \cdot \sin\varphi_i}{\chi(1-\mu)} . \quad (14)$$

If expression (14) in its place in system equation of (10), we can get the following final expressions for axial, radial, tangential shear forces:

$$P_x = m_s \frac{dS_{uz}}{dT} - \frac{m_s \frac{dS_{uz}}{dT} + (C_1 - C_2) \cdot r_i \cdot \sin\phi_i}{(1-\mu)} \cdot \mu; \quad (15)$$

$$P_y = \frac{m_s \frac{dS_{uz}}{dT} + (C_1 - C_2) \cdot r_i \cdot \sin\varphi_i}{(1-\mu)} - \quad (16)$$

$$-(C_1 - C_2) \cdot r_i \cdot \sin\varphi_i;$$

$$P_z = m_{\det} \frac{d^2\phi}{dT^2} -$$

$$-\frac{m_s \frac{dS_{uz}}{dT} + (C_1 - C_2) \cdot r_i \cdot \sin\phi_i}{\chi(1-\mu)} \cdot \mu \cdot l \cdot \frac{\pi r}{180^\circ} \phi. \quad (17)$$

Thus, R (substitute of general shear forces) can be determined as the following through P_x, P_y and P_z organizer forces:

$$R = \sqrt{P_x^2 + P_y^2 + P_z^2}\ . \quad (18)$$

In general, P_x force is directed horizontally and calculated to determine gait movement, P_y force is directed to perpendicularly to the axle of the detail and is calculated to determine the firmness of technological system (DTAP), P_z force is directed to main movement and is calculated to determine the torque moment.

Empirically, it was determined that P_x– axial, P_y– radial and P_z– tangential shear forces are changed in the ratio of $P_z^2 : P_y^2 : P_x^2$ = 1 : 0.40 : 0.25 for the given processing condition.In case of the change of the factors such as cutting regime elements, physical-mechanical indicators of the detail, geometrical parameters of lubrication head, this ratio will be changed at certain level [18, 20]. Considering this dependence in (18):

$$R = \sqrt{P_z^2 + (0{,}40P_z)^2 + (0{,}25P_z)^2} \approx 1{,}12P_z\,. \quad (19)$$

Conclusion

Thus, it is necessary to determine the optimal values of the organizers of shear force to obtain the surface having required accuracy and quality. A cutting process is characterized by the joint influence of axial – P_x, radial – P_y and tangential – P_z in the processing with the lapping. Obtained analytic expressions can be realized in the subsequent experimental research and used in the engineering calculations of the technological process of the processing with lapping.

References

1. Gafarov A.M. *Progressivnye metody mekhanicheskoi obrabotki:* v 2 t. [Advanced methods of mechanical treatment: 2 vol.]. Baku: ELM, 2001, Vol. 1, 286 p.; Vol. 2, 310 p. (In Russ.)
2. Maslovsky V.V. *Dovodochnye i pritirochnye raboty* [Finishing and lapping operations]. Moscow: Higher school, 1971, 278 p. (In Russ.)
3. Orlov P.N. et al. *Dovodka pretsizionnykh detalei mashin* [Finishing of precision parts of machines]. Moscow: Mechanical engineering, 1998, 110 p. (In Russ.)
4. Yashcheritsyn P.I. et al. *Tonkie dovodochnye protsessy obrabotki detalei i priborov* [Fine finishing of parts and devices]. Minsk: Science and technology, 1996, 328 p. (In Russ.)
5. Popov A.N. et al. *Almazno-abrazivnaya obrabotka metallov i tverdykh splavov* [Diamond abrasive machining of metals and cemented carbides]. Moscow: Mechanical engineering, 1971, 264 p. (In Russ.)
6. Kovalev A.A. Finishing of ceramic materials. *Introducing diamonds into the industry*. Moscow: NIIMASh, 1967. (In Russ.)
7. Kragelsky I.V. *Treniya i iznos* [Frictions and wear]. Moscow: Mashgiz, 1962, 462 p. (In Russ.)
8. Maslov E.N. *Osnovy teorii shlifovaniya* [Fundamentals of the theory of grinding]. Moscow: Mashgiz, 1992, 361 p. (In Russ.)
9. Makarov A.D. *Optimizatsiya protsessov rezaniya* [Optimization of cutting processes]. Moscow: Mechanical engineering, 1996, 278 p. (In Russ.)
10. Orlov P.N. et al. Influence of the structure of the tool on the finishing quality of balls. *Stanki i instrument* [Machines and tools], 1971, no. 3, 4 p. (In Russ.)
11. Orlov P.N. *Almazno-abrazivnaya dovodka detalei* [Diamond abrasive finishing of parts]. Moscow: NIIMASh, 1972, 43 p. (In Russ.)
12. Yashcheritsyn P.I., Zaitsev A.G. *Povyshenie kachestva shlifovannykh poverkhnostei i rezhushchikh svoistv abrazivnogo-almaznogo instrumenta* [Increasing the quality of ground surfaces and cutting properties of diamond abrasive tools]. Minsk: Science and technology, 1972, 209 p. (In Russ.)
13. Yashcheritsyn P.I. et al. Theoretical analysis of kinematics of ball movement during finishing. *Vesti AN BSSR, ser. FIZ-TEKh nauk* [Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus, Physical-Technical Series], 1979. (In Russ.)
14. Swan R.J. (1999), Composite Lapping materials and Diamond Compounds. Industrial Diamond Review, 29, 349 p.
15. Matsunga M. (1986), Fundamental Studies of Lapping. Report of the Institute of Industrial Science, the University of Tokyo, 16, 2, 105 p.
16. Lishtenberger H. (1995), Spannungenleistung beim Flachlaeppen. Werkstattstechnik und Maschinenbau, Ir. 45, Heft 4, 8 p.

17. Pursche G. (1995), Einflubgroben des Lapp demisches beim Flarhlappen. Fertigungstechnik und Betrieb, Bd. 15, 1, 4 p.
18. Božina Perović (2006), Handbuch Werkzeugmaschinen: Berechnung, Auslegung und Konstruktion. Hanser-Verlang. München, Wien, 832 p.
19. www.dislib.net
20. www.dissercart.com
21. www.dissertation.com
22. www.globalsecurity.org
23. www.hydratech-industries.com
24. www.mashin.ru/eshop/journals/vestnik-mashinostroeniya

Список литературы

1. Гафаров А.М. Прогрессивные методы механической обработки: в 2 т. Баку: ЭЛМ, 2001. Т.1. 286 с.; Т.3. 310 с.
2. Масловский В.В. Доводочные и притирочные работы. М.: Высш. шк., 1971. 278 с.
3. Орлов П.Н. и др. Доводка прецизионных деталей машин. М.: Машиностроение, 1998.110 с.
4. Ящерицын и др. Тонкие доводочные процессы обработки деталей и приборов. Минск: Наука и техника, 1996. 328 с.
5. Попов А.Н и др. Алмазно-абразивная обработка металлов и твердых сплавов. М.: Машиностроение, 1971. 264 с.
6. Ковалев А.А. О доводке керамических материалов // Внедрение алмазов в промышленность. М.: НИИМАШ, 1967.
7. Крагельский И.В. Трения и износ. М.: Машгиз, 1962. 462 с.
8. Маслов Е.Н. Основы теории шлифования. М.: Машгиз, 1992. 361 с.
9. Макаров А.Д. Оптимизация процессов резания. М.: Машиностроение, 1996. 278 с.
10. Орлов П.Н. и др. Влияние конструкции инструмента на качество доводки шариков // Станки и инструмент. 1971. №3.
11. Орлов П.Н. Алмазно-абразивная доводка деталей. М.: НИИМАШ, 1972. 43 с.
12. Ящерицын П.И., Зайцев А.Г. Повышение качества шлифованных поверхностей и режущих свойств абразивного-алмазного инструмента. Минск: Наука и техника, 1972. 209 с.
13. Ящерицын П.И. и др. Теоретический анализ кинематики движения шариков в процессе доводки // Вести АН БССР, сер. ФИЗ-ТЕХ наук, 1979.
14. Swan R.J. (1999), Composite Lapping materials and Diamond Compounds, “Industrial Diamond Review”, 29, 349 p.
15. Matsunga M. (1986), Fundamental Studies of Lapping. Report of the Institute of Industrial Science, the University of Tokyo, 16, 2, 105 p.
16. Lishtenberger H. (1995), Spannungenleistung beim Flachlappen. "Werkstattstechnik und Maschinenbau", Ir, 45, Heft 4, 8 p.
17. Pursche G. (1995), Einflubgroben des Lapp demischesbeim Flarhlappen. "Fertigungstechnik und Betrieb", Bd. 15, 1, 4 p.
18. Božina Perović (2006), Handbuchwerkzeugmaschinen. Berechnung, Auslegung und Konstruktion. Hanser-Verlang. München Wien, 832 S.
19. www.dislib.net
20. www.dissercart.com
21. www.dissertation.com
22. www.globalsecurity.org
23. www.hydratech-industries.com
24. www.mashin.ru/eshop/journals/vestnik-mashinostroeniya

Поступила 02.03.2020; принята к публикации 27.04.2020; опубликована 25.06.2020
Submitted 02/03/2020; revised 27/04/2020; published 25/06/2020

Shirvan Sarvan Eziz – Postgraduate Student,
The War College of the Armed Forces, Baku, Republic of Azerbaijan.
Email: sarvan_e@hotmail.com

Ширван Сарван Азиз – аспирант,
Военное училище вооруженных сил, Баку, Республика Азербайджан.
Email: sarvan_e@hotmail.com

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ И ТЕРМИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА МЕТАЛЛОВ
MATERIALS SCIENCE AND HEAT TREATMENT OF METALS

ISSN 1995-2732 (Print), 2412-9003 (Online)
УДК 621.791
DOI: 10.18503/1995-2732-2020-18-2-38-46

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕРМООБРАБОТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ОБРАЗЦОВ ИЗ АЛЮМИНИЕВОГО МАГНИЙСОДЕРЖАЩЕГО СПЛАВА 1580, ПОЛУЧЕННЫХ СПОСОБОМ МНОГОСЛОЙНОЙ НАПЛАВКИ

Карташев М.Ф., Юрченко А.Н., Гребенкин Р.Д., Миндибаев М.Р., Пермяков Г.Л., Трушников Д.Н.

Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Пермь, Россия

Аннотация. Технология проволочно-дугового аддитивного производства в международном сообществе известная как Wire Arc Additive Manufacturing (WAAM) – это новый метод непосредственного изготовления компонентов путем плавления и нанесения слоя присадочной проволоки слой за слоем с дугой в качестве источника питания. Алюминиевый сплав 1580, экспериментальный магнийсодержащий сплав с введением 0,1% скандия в качестве легирующего элемента для повышения прочности, имеет широкие перспективы применения в аэрокосмической промышленности благодаря высокому соотношению прочности и веса и хорошим механическим свойствам. Использование технологии WAAM для изготовления изделий из высокопрочных алюминиевых сплавов привлекло внимание аэрокосмической промышленности. Однако металл, полученный с помощью процесса дуговой наплавки, имеет высокие остаточные напряжения, неблагоприятную микроструктуру, приводящие к низким механическим свойствам. Доказано, что такая термообработка, как отжиг повышает свойства многослойно наплавленных изделий из алюминиевого сплава Д16. Алюминиевый сплав 1580 также можно упрочнить путем термообработки, и его свойства варьируются в зависимости от температуры и времени обработки. В этом исследовании с помощью WAAM были изготовлены тонкостенные образцы из алюминиевого сплава 1580. Для термообработки образцов был проведен отжиг с различными температурами и временем. Исследована микроструктура и механические свойства образцов, отожженных в различных условиях. Представлены результаты механических испытаний образцов. Обнаружено влияние термообработки на микроструктуру и механические свойства образцов из сплава 1580.

Ключевые слова: аддитивные технологии, многослойная наплавка, Cold Metal Transfer, алюминий, скандий, термообработка, отжиг, механические свойства, прочность при растяжении, микроструктура, проволочно-дуговая послойная наплавка, Wire Arc Additive Manufacturing, дуговая сварка.

Работа выполнена при финансовой поддержке Правительства Пермского края в рамках соглашения С-26/787 от 21.12.2017 (изучение современного состояния вопроса) и Российского фонда фундаментальных исследований в рамках проекта №18-08-01016 А (проведение экспериментальных исследований).

© Карташев М.Ф., Юрченко А.Н., Гребенкин Р.Д., Миндибаев М.Р., Пермяков Г.Л., Трушников Д.Н., 2020

Для цитирования

Исследование влияния термообработки на микроструктуру и механические свойства образцов из алюминиевого магнийсодержащего сплава 1580, полученных способом многослойной наплавки / Карташев М.Ф., Юрченко А.Н., Гребенкин Р.Д., Миндибаев М.Р., Пермяков Г.Л., Трушников Д.Н. // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2020. Т.18. №2. С. 38–46. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-38-46

Контент доступен под лицензией Creative Commons Attribution 4.0 License.
The content is available under Creative Commons Attribution 4.0 License.

STUDYING THE HEAT TREATMENT EFFECT ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF ALUMINUM MAGNESIUM-CONTAINING ALLOY 1580 SAMPLES PRODUCED BY A MULTILAYER SURFACING METHOD

Maxim F. Kartashev, Alexander N. Yurchenko, Roman D. Grebenkin, Maxim R. Mindibaev, Gleb L. Permyakov, Dmitry N. Trushnikov

Perm National Research Polytechnic University, Perm, Russia

Abstract. The process of wire-arc additive manufacturing (WAAM) is a new method for the direct manufacturing of components by melting and applying a layer of filler wire layer by layer with an arc as a power source. Aluminum alloy 1580, an experimental magnesium-containing alloy, containing 0.1% of scandium introduced as an alloying element to significantly increase strength, has wide prospects for its use in the aerospace industry due to its high strength-to-weight ratio and good mechanical properties. The use of WAAM technology for manufacturing products from high-strength aluminum alloys attracted the attention of the aerospace industry. However, metal produced by the arc welding pro-cess has high residual stresses, an unfavorable microstructure leading to low mechanical properties. It is proved that heat treatment, such as annealing, improves the properties of WAAM Al-6.3Cu components. Aluminum alloy 1580 can also be hardened by heat treatment, and its properties vary depending on the processing temperature and time. In this study, thin-walled aluminum alloy 1580 samples were manufactured using WAAM. To carry out heat treatment of the samples, they were annealed at various temperatures and time. The authors studied a microstructure and mechanical properties of the samples annealed under various conditions. The paper contains the results of mechanical testing of the samples. It is found that heat treatment influences the microstructure and mechanical properties of the alloy 1580 samples.

Keywords: additive technologies, multilayer surfacing, cold metal transfer, aluminum, scandium, heat treatment, annealing, mechanical properties, tensile properties, microstructure, wire arc additive manufacturing, arc welding.

This research was funded by the Government of Perm Krai as part of Agreement C-26/787 dated 21.12.2017 (studying the current state of the issue) and the Russian Foundation for Basic Research as part of Project No. 18-08-01016 A (experimental research).

For citation

Kartashev M.F., Yurchenko A.N., Grebenkin R.D., Mindibaev M.R., Permyakov G.L., Trushnikov D.N. Studying the Heat Treatment Effect on the Microstructure and Mechanical Properties of Aluminum Magnesium-Containing Alloy 1580 Samples Produced by a Multilayer Surfacing Method. *Vestnik Magnitogorskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta im. G.I. Nosova* [Vestnik of Nosov Magnitogorsk State Technical University]. 2020, vol. 18, no. 2, pp. 38–46. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-38-46

Введение

Наплавка габаритных изделий весом более 10 кг из титана, алюминия, стали и других металлов возможна с использованием проволочно-дуговых аддитивных технологий. Эти технологии используют сварочную дугу и металлическую проволоку в качестве присадочного материала для аддитивного производства. Высокие скорости наплавки, низкие затраты на материалы и оборудование, а также хорошая структурная целостность делают эти технологии подходящим кандидатом для замены существующих методов изготовления из цельной заготовки или крупной поковки, особенно в отношении деталей низкой и средней сложности [1–3]. В последние несколько лет представители аэрокосмической промышленности проявили интерес к технологии WAAM для производства деталей из высокопрочных алюминиевых сплавов, таких как воздуховоды, силовые установки, корпуса турбин, кронштейны, криогенные цистерны, фюзеляжи или оболочки для космических аппаратов и т.д. [4,5]. В этом направлении руководство российской объединённой компании «РУСАЛ», одного из крупнейших в мире производителей алюминия, также заинтересовано в производстве инновационных высокопрочных алюминиевых сплавов для аэрокосмической промышленности. Один из таких сплавов, алюминиевый сплав 1580, экспериментальный магний-содержащий сплав с введением 0,1% скандия и 0,15% циркония в качестве легирующих элементов для повышения прочности, имеет широкие перспективы применения в аэрокосмической промышленности благодаря высокому соотношению прочности и веса и хорошим механическим свойствам [6–9]. Однако, для сравнения, аддитивно изготовленные сплавы обладают гораздо более низкими прочностными характе-

ристиками в состоянии непосредственно после наплавки по сравнению с материалами поковки или фрезерования, причиной чего являются высокие остаточные напряжения, неблагоприятная микроструктура. Для большинства промышленных применений прочность наплавленных алюминиевых сплавов необходимо повысить до уровня, аналогичного деформируемым сплавам. Известна возможность повышения механических свойств алюминиевых WAAM изделий с помощью отжига [10,11].

Производителем заявлено, что алюминиевый сплав 1580 также можно упрочнить путем термообработки (ТО), и его свойства варьируются в зависимости от температуры и времени обработки. В этом исследовании была поставлена задача с помощью WAAM изготовить тонкостенные образцы из алюминиевого сплава 1580, провести их отжиг, исследовать микроструктуру и механические свойства образцов, отожженных в различных условиях, определить влияние ТО на микроструктуру и механические свойства образцов из сплава 1580.

Материалы и методы исследования

В качестве исследуемого материала выбран сплав 1580. Химический состав сплава приведён в **табл. 1**.

Таблица 1. Химический состав исследуемого сплава
Table 1. Chemical composition of the alloy under study

Содержание элементов, масс.%										
Al	Mg	Mn	Zn	Fe	Cr	Zr	Cu	S	Si	Sc
Основа	5,78	0,5	0,2	0,19	0,2	0,13	0,03	0,14	0,03	0,06

Многослойная наплавка проводилась с помощью технологии холодного переноса металла, в международном сообществе известного как CMT (Cold Metal Transfer). Процесс CMT позволяет производить наплавку с высокой производительностью при минимальном тепловложении в основной металл [12]. Источник питания Fronius Trans Puls Synergic 5000 CMT. Робот для наплавки Fanuc Arc Mate 100iC.

Режимы наплавки для разных слоев наплавленного образца указаны в **табл. 2.** Остальные, неизменяемые режимы наплавки: скорость наплавки 50 см/мин, защитный газ аргон газообразный, высшего сорта по ГОСТ 10157-79 (99,993%), расход защитного газа 10 л/мин, время наплавки одного слоя 17 с, время наплавки одного образца 135 с.

Таблица. 2. Режимы по слоям
Table 2. Schedules by layers

Слои	Скорость подачи проволоки, м/мин	Ток дуги, А	Напряжение дуги, В	Мощность дуги, Дж
1	6,0	97,0	12,0	1164,0
2,3	3,5	72,0	10,0	720,0
4-8	3,0	59,0	9,5	560,5

Стратегия заполнения, используемая для наплавки образцов, представлена на **рис. 1**: образцы наплавлены в 1 валик в слое, 8 слоев, начало последующего слоя находится в месте окончания предыдущего слоя. Такая стратегия заполнения разработана для получения наплавленного образца требуемых геометрических свойств, указанных на **рис. 2, б**. Из наплавленного образца с заданными габаритами возможно изготовление, посредством фрезерования, образцов под механические испытания на растяжение.

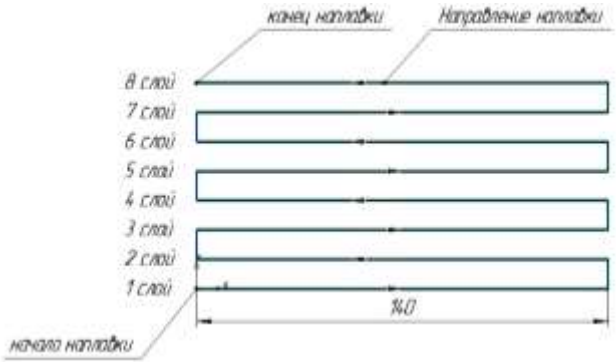


Рис.1. Стратегия заполнения при наплавке образцов, главный вид
Fig. 1. Strategy of filling, when surfacing the samples, main view

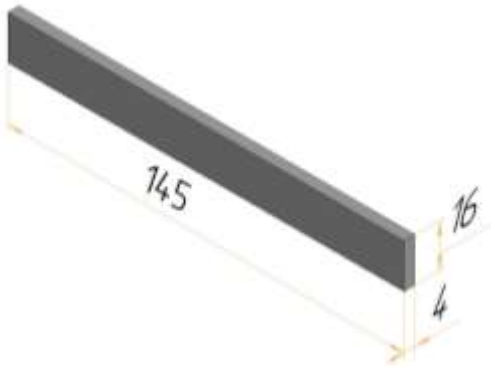
Внешний вид и габариты наплавляемого образца представлены на **рис. 2**.

Так как для сплава 1580, являющегося экспериментальным, а также для изделий, получаемых методом проволочно-дуговой многослойной наплавки, отсутствуют рекомендуемые режимы ТО, была поставлена задача найти оптимальный режим ТО с точки зрения достижения оптимальной микроструктуры и наивысших механических свойств.

С этой целью были подобраны режимы ТО в диапазоне режимов, используемых для классических магнийсодержащих алюминиевых сплавов. Варьировались время и температура отжига. Термическая обработка проводилась в лабораторной печи с окислительной атмосферой типа

«Накал» при температурах 300, 330, 360 и 390°С с выдержками 1, 3 и 6 ч при каждой температуре.

а



б

Рис 2. Внешний вид (а), габариты (б) наплавляемых образцов
Fig. 2. External view (а), dimensions (б) of the samples to be surfaced

После проведения ТО была исследована микроструктура наплавленных образцов, для чего залили в Citopress-10 по 3–4 образца. Изготовление шлифов проведено на шлифовальном оборудовании Struers Tegramin-30. Приготовление микрошлифов проводили по стандартной методике на образцах, изготовленных из наплавленных заготовок. В качестве травителя использовали реактив Keller (1 мл HF +1,6 мл HCl + 2,5 мл HNO3 + 95 мл дистиллированной воды). Микроструктуру образцов изучали до и после травления на световом инвертированном микроскопе Olympus GX 51, оснащенном программным комплексом Olympus Stream Motion 1.8, при увеличениях от 50 до 1000 крат.

Для проведения механических испытаний из наплавленных и прошедших ТО заготовок вырезаны плоские образцы под механические испытание на прочность при растяжении, удовлетворяющие условиям ГОСТ 1497-84 (прил. 3), плоские образцы с головками, тип I. На **рис. 3** представлен эскиз образца под механические испытания.

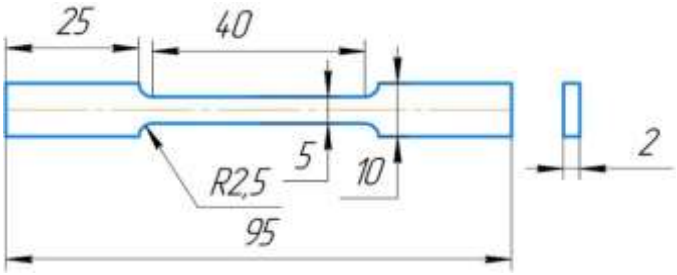


Рис. 3. Эскиз образца под механические испытания на растяжение
Fig. 3. Sketch of the sample for tensile tests

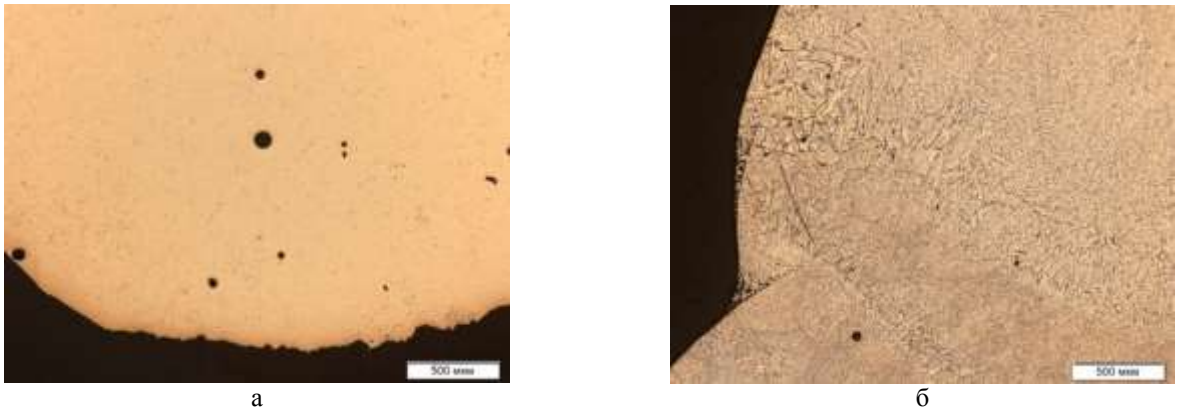
Для испытаний на растяжение использовалась лабораторная разрывная машина Р-0,5, обеспечивающая испытание плоских металлических образцов по ГОСТ 1497, с наибольшей предельной нагрузкой 5 кН.

Результаты исследования и их обсуждение

На **рис. 5** представлена структура образца сплава 1580 в исходном состоянии. На поверхности образцов как в исходном, так и в термически обработанном состоянии присутствуют микропоры. На **рис. 6** для примера приведена структура образца после отжига при температуре 390°С в течение 3 ч. В центральной части (**рис. 6, в-д**) наплавки, в отличие от верхней (**рис. 6, е**) и нижней (**рис. 6, б**) частей, наблюдается повышенная травимость, которая связана с многократным нагревом металла предыдущих слоев [7], что также замечено на всех остальных образцах.

Кроме того, в работе [11] отмечается эффект усиления направленного роста дендритов в тех областях, где травимость выше, что подтверждается настоящими исследованиями. Термическое циклирование в центральной части также приводит к усиленному образованию фаз типа $Al_3(Sc_{1-x},Zr_x)$. Повышение температуры отжига от 300 до 390°С или времени выдержки от 1 до 6 ч сопровождается увеличением доли фаз типа $Al_3(Sc_{1-x},Zr_x)$ и их коагуляцией.

На стыке слоев происходит активное выделение первичной β-фазы (Al_3Mg_2), которая располагается по границам зерен. Кроме того, возможно образование интерметаллидов $Al_3(Sc,Zr)$ или Al_3Sc.



а б

Рис. 5. Структура сплава 1580: а – исходный образец; б – 300°С, 6 ч
Fig. 5. Structure of alloy 1580: a is an original sample; б is 300°C, 6 hours

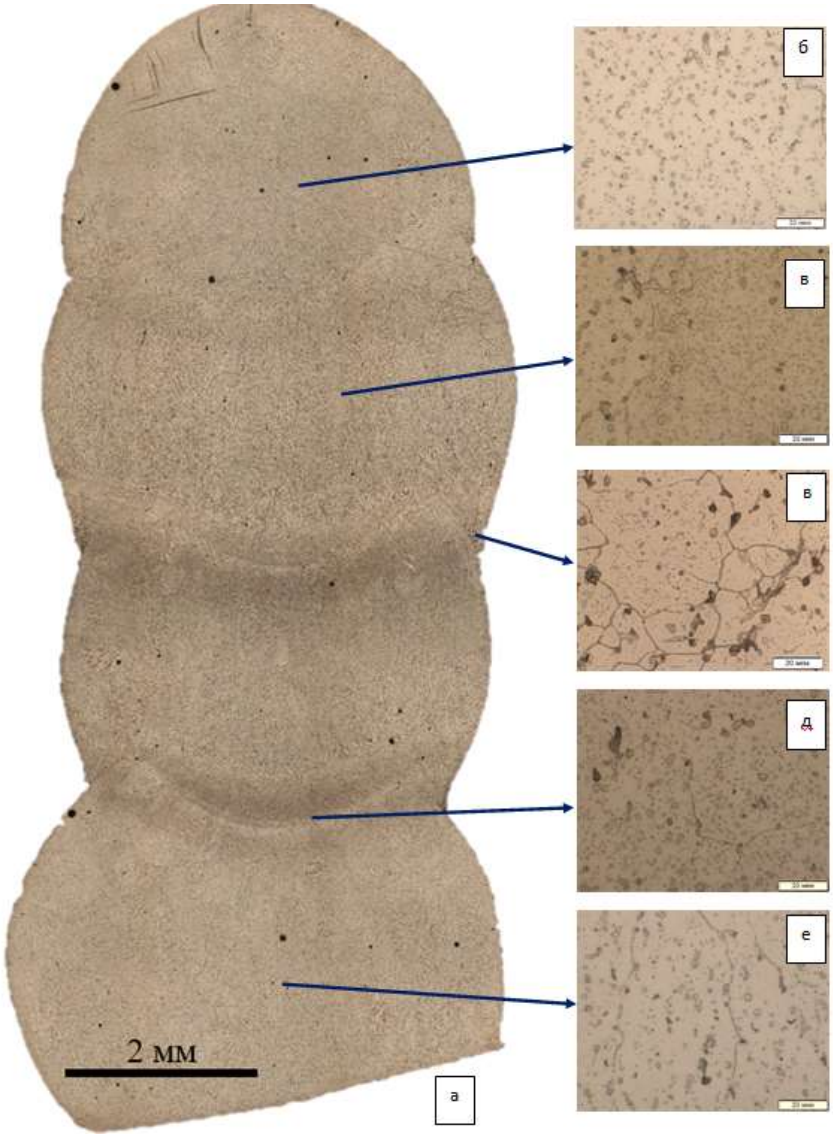
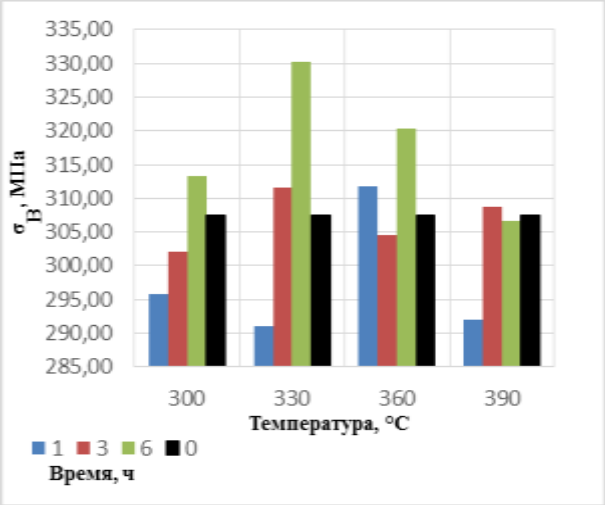
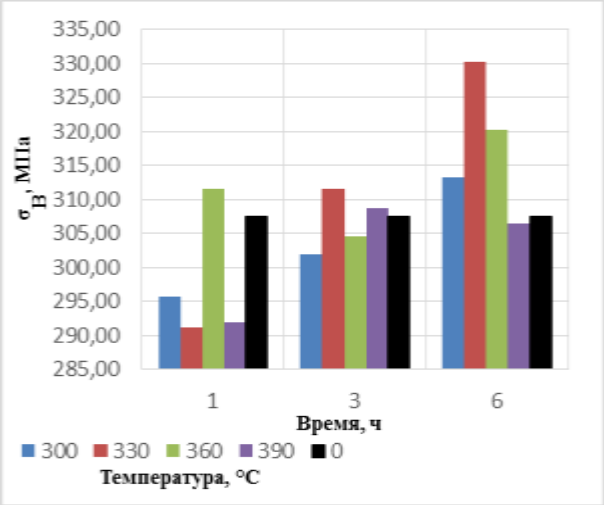


Рис. 6. Структура алюминиевого сплава 1580 после отжига при температуре 390°С в течение 3 ч:
а – макроструктура; б–д – микроструктура в соответствующих местах
Fig. 6. Structure of aluminum alloy 1580 after annealing at 390°C for 3 hours: a is a macrostructure;
б-д is a microstructure in relevant areas

Зависимости механических свойств наплавленных образцов от режимов ТО представлены в виде графиков на **рис. 7 и 8**. Определены такие механические свойства, как относительное удлинение и предел прочности. Относительное удлинение колеблется в пределах от 10 до 20%. Предел прочности испытанных образцов – от 290 до 330 МПа. Наивысшее значение предела прочности наблюдается после отжига при температуре 330°С в течение 6 ч.



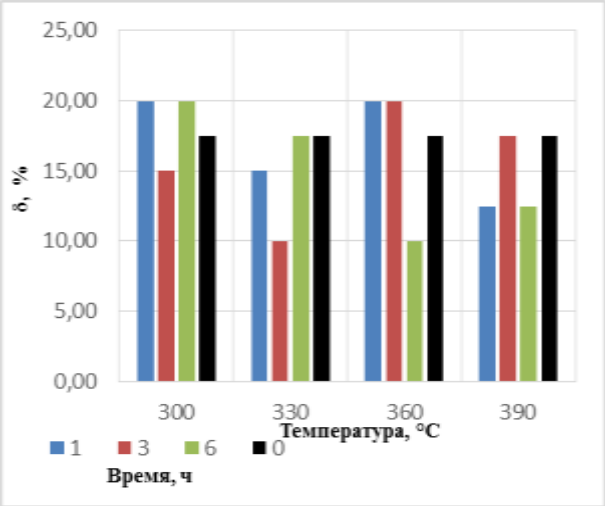
а



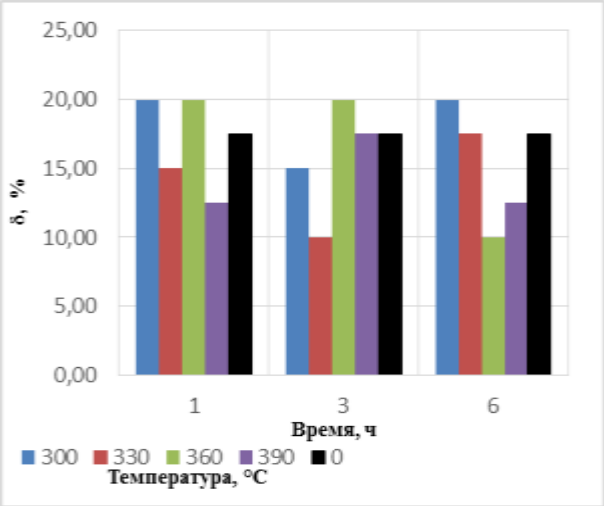
б

Рис. 7. Графики зависимости предела прочности от режимов ТО: а – зависимость σ_B от температуры отжига при разных значениях времени отжига; б – зависимость σ_B от времени отжига при разных значениях температуры отжига; 0 – исходное состояние 307 МПа

Fig. 7. Ultimate tensile strength – heat treatment schedule dependence diagrams: a is relation between σ_B and annealing temperature at various annealing time; б is relation between σ_B and annealing time at various annelating tmperatures; 0 is an original state, 307 MPa



а



б

Рис. 8. Графики зависимости относительного удлинения от режимов ТО: а – зависимость δ от температуры отжига при разных значениях времени отжига; б – зависимость δ от времени отжига при разных значениях температуры отжига; 0 – исходное состояние 17%

Fig. 8. Relative elongation – heat treatment schedule dependence diagrams: a is relation between δ and annealing temperature at various annealing time; б is relation between δ and annealing time at various annelating tmperatures; 0 is an original state, 17%

Из графиков следует, что температура отжига 300°С является недостаточной для повышения прочности, но позволяет повысить пластичность наплавленного материала с 17% исходного состояния до 20%.

При отжиге наплавленных заготовок температура 330°С позволяет добиться максимальной прочности в 330 МПа, однако только при продолжительном времени отжига в 6 ч. Тогда сохраняются пластические свойства материала. Проводить отжиг 330°С при меньших значениях времени не имеет смысла, так как прочностные свойства либо падают, либо остаются теми же, что и в исходном состоянии, но при этом падают пластические свойства материала до 10%.

При температуре отжига 360°С можно наблюдать положительный эффект от ТО только при времени 1 ч, либо в интервале времени от 3 до 6 ч. При ТО в течение 1 ч значительно повышается пластичность материала до 20%. При большем времени отжига от 3 до 6 ч можно добиться комплексного улучшения свойств по прочности и по пластичности.

При температуре отжига 390°С не наблюдается положительного эффекта от ТО наплавленных слоев ни при какой продолжительности ТО.

Заключение

Выявлено, что CMT-технология наплавки приводит к получению дендритной структуры, которая сохраняется и после отжига при различных температурах. Структура состоит из фаз типа $Al_3(Sc_{1-x},Zr_x)$, Al_3Mg_2, $Al_3(Sc,Zr)$ или Al_3Sc.

Для повышения прочности изделий из сплава 1580, получаемых методом многослойной наплавки, целесообразно применять отжиг при температуре 330°С в течение 6 ч. Если более приоритетной целью ТО является повышение пластичности наплавленных изделий, то имеет место отжиг при температуре 360°С в диапазоне времени от 3 до 6 ч.

Список литературы

1. S. Williams, F. Martina, A. Addison, J. Ding, G. Pardal, P. Colegrove, Wire + arc additive manufacturing, J. Mater. Sci. Technol. 32 (2016) 641–647, https://doi. org/10.1179/1743284715Y.0000000073.
2. T. DebRoy, H. Wei, J. Zuback, T. Mukherjee, J. Elmer, J. Milewski, A. Beese, A. Wilson-Heid, A. Ded, W. Zhang, Additive manufacturing of metallic components – process, structure and properties, progress in materials, Science 92 (2018) 112–224, https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.
3. D. Ding, A. Pan, D. Criuri, H. Li, Wire-feed additive manufacturing of metal components: technologies, developments and future interests, Int. J. Adv. Manuf. Technol. 81 (2015) 465–481, https://doi.org/10.1007/s00170-015-7077-3.
4. Zewu Qi, Baoqiang Cong, Bojin Qi, Gang Zhao, Jialuo Ding, Properties of wire + arc additively manufactured 2024 aluminum alloy with different solution treatment temperature, Materials Letters, Volume 230, 2018, Pages 275-278, ISSN 0167-577X, https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.07.144.
5. P. Naga Raju, K. Srinivasa Rao, G.M. Reddy, M. Kamaraj, K. Prasad Rao, Mater. Sci. Eng. A 464 (2007) 192–201.
6. Baranov V. et al. Study of strength properties of semi-finished products from economically alloyed high-strength aluminium-scandium alloys for application in automobile transport and shipbuilding // Open Engineering. 2018. Vol. 8. No. 1. P. 69–76.
7. Щицын Ю. Д. и др. Использование плазменной наплавки для аддитивного формирования заготовок из алюминиевых сплавов // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. 2019. Т. 21. №. 2.
8. Белов Н. А., Алабин А. Н. Перспективные алюминиевые сплавы с добавками циркония и скандия //Цветные металлы. 2007. №. 2. С. 99–106.
9. Белов Н. А., Алабин А. Н., Прохоров А. Ю. Влияние добавки циркония на прочность и электросопротивление холоднокатаных алюминиевых листов // Известия высших учебных заведений. Цветная металлургия. 2009. №. 4. С. 42–47.
10. J. Gu, J. Ding, S. Williams, H. Gu, J. Bai, Y. Zhai, P. Ma, The strengthening effect of inter layer cold working and post-deposition heat treatment on the additively manufactured Al-6.3Cu alloy, Mater. Sci. Eng. A 651 (2016) 18–26.
11. J. Bai, C. Fan, S. Lin, C. Yang, B. Dong, Mechanical properties and fracture behaviors of GTA-additive manufactured 2219-Al after an especial heat treatment, J. Mater. Eng. Perform. 26 (2017) 1808–1816, https://doi.org/10.1007/s11665-017-2627-5.
12. Baoqiang Cong, Zewu Qi, Bojin Qi, Hongye Sun, Gang Zhao and Jialuo Ding, A Comparative Study of Additively Manufactured Thin Wall and Block Structure with Al-6.3%Cu Alloy Using Cold Metal Transfer Process. Appl. Sci. 2017, 7, 275.

References

1. S. Williams, F. Martina, A. Addison, J. Ding, G. Pardal, P. Colegrove. Wire + arc additive manufacturing. J. Mater. Sci. Technol. 32 (2016), 641–647, https://doi. org/10.1179/1743284715Y.0000000073.
2. T. DebRoy, H. Wei, J. Zuback, T. Mukherjee, J. Elmer, J. Milewski, A. Beese, A. Wilson-Heid, A. Ded, W. Zhang. Additive manufacturing of metallic components – process, structure and properties, progress in materials. Science, 92 (2018), 112–224, https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.
3. D. Ding, A. Pan, D. Criuri, H. Li. Wire-feed additive manufacturing of metal components: technologies, developments and future interests. Int. J. Adv. Manuf. Technol. 81 (2015), 465–481, https://doi.org/10.1007/s00170-015-7077-3.
4. Zewu Qi, Baoqiang Cong, Bojin Qi, Gang Zhao, Jialuo Ding. Properties of wire + arc additively manufactured 2024 aluminum alloy with different solution treatment temperature. Materials Letters, Volume 230, 2018, pp. 275–278, ISSN 0167-577X, https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.07.144.
5. P. Naga Raju, K. Srinivasa Rao, G.M. Reddy, M. Kamaraj, K. Prasad Rao. Mater. Sci. Eng. A 464 (2007), 192–201.
6. Baranov V. et al. Study of strength properties of semi-finished products from economically alloyed high-strength aluminum-scandium alloys for application in automobile transport and shipbuilding. Open Engineering, 2018. vol. 8, no. 1, pp. 69–76.
7. Shchitsyn Yu. D. et al. Plasma surfacing for additive formation of semi-finished products from aluminum alloys. *Vestnik Permskogo natsionalnogo issledovatelskogo politekhnicheskogo universiteta. Mashinostroenie, materialovedenie* [Bulletin of PNRPU. Mechanical engineering, materials science], 2019, vol. 21, no. 2, pp. 63–72. (In Russ.)
8. Belov N. A., Alabin A. N. Advanced aluminum alloys with added zirconium and scandium. *Tsvetnye metally* [Ferrous Metals], 2007, no. 2, pp. 99–106. (In Russ.)
9. Belov N. A., Alabin A. N., Prokhorov A. Yu. Effect of added zirconium on strength and electrical resistance of cold rolled aluminum sheets. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Tsvetnaya metallurgiya.* [Universities' Proceedings. Non-Ferrous Metallurgy], 2009, no. 4, pp. 42–47. (In Russ.)
10. J. Gu, J. Ding, S. Williams, H. Gu, J. Bai, Y. Zhai, P. Ma. The strengthening effect of inter-layer cold working and post-deposition heat treatment on the additively manufactured Al-6.3Cu alloy. Mater. Sci. Eng. A 651 (2016), 18–26.
11. J. Bai, C. Fan, S. Lin, C. Yang, B. Dong. Mechanical properties and fracture behaviors of GTA-additive manufactured 2219-Al after an especial heat treatment. J. Mater. Eng. Perform. 26 (2017), 1808–1816. https://doi.org/10.1007/s11665-017-2627-5.
12. Baoqiang Cong, Zewu Qi, Bojin Qi, Hongye Sun, Gang Zhao and Jialuo Ding. A comparative study of additively manufactured thin wall and block structure with Al-6.3%Cu alloy using cold metal transfer process. Appl. Sci. 2017, 7, 275.

Поступила 15.01.2020; принята к публикации 27.02.2020; опубликована 25.06.2020
Submitted 15/01/2020; revised 27/02/2020; published 25/06/2020

Карташев Максим Федорович – аспирант, инженер кафедры
«Сварочное производство, метрология и технология материалов»,
Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Пермь, Россия.
Email: goncharsk@mail.ru

Юрченко Александр Николаевич – младший научный сотрудник кафедры
«Металловедение, термическая и лазерная обработка металлов»,
Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Пермь, Россия.
Email: aleksmto@gmail.com

Гребенкин Роман Дмитриевич - студент гр. МТО-18-1м кафедры
«Металловедение, термическая и лазерная обработка металлов»,
Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Пермь, Россия.
Email: repikhs@gmail.com

Миндибаев Максим Ринатович – бакалавр кафедры
«Сварочное производство, метрология и технология материалов»,
Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Пермь, Россия.
Email: max.mindibaevv@gmail.com

Пермяков Глеб Львович – младший научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории
«Обработка материалов высококонцентрированными источниками энергии»,
Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Пермь, Россия.
Email: gleb.permyakov@yandex.ru

Трушников Дмитрий Николаевич – д-р техн. наук, профессор кафедры
«Сварочное производство, метрология и технология материалов»,
Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Пермь, Россия.
Email: trdimitr@yandex.ru

Maxim F. Kartashev – Postgraduate Student, Engineer,
Perm National Research Polytechnic University, Perm, Russia. Email: goncharsk@mail.ru

Alexander N. Yurchenko – Junior Researcher,
Perm National Research Polytechnic University, Perm, Russia. Email: aleksmto@gmail.com

Roman D. Grebenkin – Student
Perm National Research Polytechnic University, Perm, Russia. Email: repikhs@gmail.com

Maxim R. Mindibaev – Bachelor's Degree Student,
Perm National Research Polytechnic University, Perm, Russia. Email: max.mindibaevv@gmail.com

Gleb L. Permyakov – Junior Researcher,
Perm National Research Polytechnic University, Perm, Russia. Email: gleb.permyakov@yandex.ru

Dmitry N. Trushnikov – DrSc (Eng.), Professor
Perm National Research Polytechnic University, Perm, Russia. Email: trdimitr@yandex.ru

НАНОМАТЕРИАЛЫ И НАНОТЕХНОЛОГИИ
NANOMATERIALS AND NANOTECHNOLOGIES

ISSN 1995-2732 (Print), 2412-9003 (Online)
УДК 622.75/.77
DOI: 10.18503/1995-2732-2020-18-2-47-55

ТЕОРИЯ И ПРАКТИКА ПОЛУЧЕНИЯ И ПРИМЕНЕНИЯ МАГНИТНОЙ ЖИДКОСТИ

Евдокимов С.И., Герасименко Т.Е.

Северо-Кавказский горно-металлургический институт (государственный технологический университет), Владикавказ, Россия

Аннотация. **Постановка задачи:** применение магнитной жидкости для получения продуктов, пригодных для плавки на слиток сплава Доре, решает актуальную задачу для малых горных предприятий - производство ликвидной товарной продукции, так как обеспечивает повышение экономической эффективности работы предприятия. **Цель работы:** разработка технологии массового синтеза магнитной жидкости, устойчивой в сильных неоднородных магнитных полях на основе новых технологических подходов к двум проблемам - получения наноразмерных частиц магнетита и обеспечения агрегативной устойчивости неводных коллоидных растворов, полученных на их основе, в процессах извлечения золота методом магнитогравиметрической сепарации. **Новизна:** обоснована и выявлена эффективность массового получения наночастиц магнетита методом гетерогенной химической конденсации, отличающаяся тем, что сначала получают устойчивые центры конденсации надмолекулярного размера (затравки), а затем обеспечивают их рост до требуемого наноразмера. На основе положений теории полимолекулярной адсорбции доказана эффективность стабилизации, при которой на поверхности наночастиц магнетита создают химически и физически сорбированные слои стабилизатора, а затем второй слой переносят на незащищенную поверхность наночастиц магнетита. **Результат:** разработана технология массового синтеза магнитной жидкости, которая состоит в том, что наночастицы магнетита получают методом гетерогенной химической конденсации, а стабилизацию системы осуществляют смешением защищенных и незащищенных стабилизатором наночастиц магнетита. Качество магнитной жидкости, полученной с использованием данной технологии, отвечает требованиям магнитогравиметрической сепарации материалов по плотности. **Практическая значимость:** разработанная технология обеспечивает снижение капитальных затрат и эксплуатационных расходов при синтезе магнитной жидкости.

Ключевые слова: наномагнетит, синтез, стабилизация, магнитная жидкость, сепарация, золото.

© Евдокимов С.И., Герасименко Т.Е., 2020

Для цитирования

Евдокимов С.И., Герасименко Т.Е. Теория и практика получения и применения магнитной жидкости // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2020. Т.18. №2. С. 47–55. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-47-55

Контент доступен под лицензией Creative Commons Attribution 4.0 License.
The content is available under Creative Commons Attribution 4.0 License.

THEORY AND PRACTICE OF PREPARING AND APPLYING FERROFLUID

Sergey I. Evdokimov, Tatiana E. Gerasimenko

North Caucasian Institute of Mining and Metallurgy (State Technological University), Vladikavkaz, Russia

Abstract. **Problem Statement:** Ferrofluid used to obtain products suitable for ingot melting of doré bars addresses a currently important task for small mining enterprises - the production of marketable commercial products, as this provides increased economic efficiency of the enterprise. **Objectives:** Development of a technology for mass synthesis of ferrofluid that is stable in strong inhomogeneous magnetic fields by applying new technological approaches to two problems - obtaining nanosized particles of magnetite and ensuring aggregative stability of non-aqueous colloidal solutions prepared on their basis in gold extraction by magnetogravimetric separation. **Originality:** The authors substantiated and identified efficiency of mass production of magnetite nanoparticles by a heterogeneous chemical condensation method characterized in that they first obtain stable condensation centers of a supramolecular size (seeds), and then ensure their growth up to the required nanoscale. Applying the principles of the theory of polymolecular adsorption, the authors proved stabilization efficiency, when chemically and physically sorbed stabilizer layers are created on the surface of magnetite nanoparticles, and then the second layer is transferred to the unprotected surface of magnetite nanoparticles. **Findings:** The authors developed a magnetic fluid mass synthesis process: magnetite nanoparticles were produced by a heterogeneous chemical condensation, and the system was stabilized by mixing magnetite nanoparticles protected and unprotected by the stabilizer. The quality of ferrofluid produced by this technology meets the requirements of magnetogravimetric separation of materials by density. **Practical Relevance:** The developed technology provides a reduction in capital costs and operating costs for the synthesis of ferrofluid.

Keywords: nanomagnetite, synthesis, stabilization, ferrofluid, separation, gold.

For citation

Evdokimov S.I., Gerasimenko T.E. Theory and Practice of Preparing and Applying Ferrofluid. *Vestnik Magnitogorskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta im. G.I. Nosova* [Vestnik of Nosov Magnitogorsk State Technical University]. 2020, vol. 18, no. 2, pp. 47–55. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-47-55

Введение

Для многих технологических процессов и областей науки актуальной является задача получения наночастиц [1–3]. Механические, оптические, каталитические и другие свойства, которыми обладают созданные на основе нанотехнологий материалы, являются уникальными. Уникальность их свойствам придают поверхностные явления, вклад которых становится определяющим, когда частицы достигают наноразмеров и величина отношения размера поверхности частиц к объему оказывается огромной [4–7].

Метод химической конденсации является одним из наиболее перспективных при массовом получении материалов на основе магнитных наночастиц [8, 9].

Требования к качеству производимых коммерческих магнитных наноматериалов включают ограничение на агрегативную устойчивость в сильных градиентных полях, намагниченность насыщения, полидисперсность и предельный размер частиц. Эти ограничения могут быть выполнены при тщательном подборе условий осуществления синтеза.

Разработан способ получения коллоидного раствора с узким распределением частиц магнетита по размерам методом гетерогенной конденсации по Зигмонди, предложившего осуществлять конденсацию на затравках – внесенных в раствор заранее полученных наночастицах магнетита. Получение монодисперсного золя практически достигается путем вливания концентрированного раствора одного компонента в очень разбавленный раствор другого при сильном перемешивании (правило Веймарна).

Для стабилизации золя применен так называемый метод «двойной добавки», предложенный G.J. Fleer и J. Lyklema [10–12]. Суть метода сводится к тому, что к определенному числу наночастиц магнетита, защищенных от агрегации сорбированным на поверхности стабилизатором, причем взятому с двойным (против оптимального) избытком, добавляют такое же число незащищенных стабилизатором наночастиц магнетита.

Таким образом, разработанный способ массового синтеза магнитной жидкости состоит в том, что наночастицы магнетита получают методом гетерогенной химической конденсации, а стабилизацию системы осуществляют смешением защищенных и незащищенных стабилизатором наночастиц магнетита.

Методы исследования

Основным фактором, влияющим на функцию распределения f частиц по размерам, является изменение во времени t линейной скорости роста частиц v. Представим ее в виде произведения функции $\phi(s)$ (где s – пересыщение несущей фазы $(\phi(0)=0)$ и степенной функции r^{α} (где r – размер кристалла). Показатель степени α изменяется в пределах от – 1 до некоторого значения $n \sim 1$ [13].

Примем, что скорость роста кристаллов υ является степенной функцией r:

$$\upsilon = \frac{\phi(s)}{r^{\alpha}}, \tag{1}$$

а коэффициент диффузии в пространстве размеров $D_r(s,r)$ характеризует скорость роста кристаллов и определяется формулой

$$D_r = r\upsilon(s,r). \tag{2}$$

Составим уравнение баланса для функции распределения f:

$$\frac{\partial f}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial r}\left[\upsilon(r,s)\, f\right] = \frac{\partial}{\partial r}\left[D_r(s,r)\frac{\partial f}{\partial r}\right]. \tag{3}$$

В уравнении (3) второй член в левой части описывает изменение функции распределения по размерам за счет роста кристаллов, а член в правой части уравнения – за счет флуктуации скорости роста кристаллов υ.

Подставляя в уравнение (3) выражения (1) и (2) для скорости роста кристаллов v и коэффициента диффузии D_r, получаем:

$$\frac{\partial f}{\partial t} + \phi(s)\frac{\partial}{\partial r}\left[\frac{f}{r^{\alpha}}\right] = \phi(s)\frac{\partial}{\partial r}\left[r^{1-\alpha}\frac{\partial f}{\partial r}\right]. \tag{4}$$

Преобразуем уравнение (4) к виду, более удобному для последующих вычислений:

$$\frac{\partial f}{\partial t} + \phi(s)\frac{\partial}{\partial r}\left[\frac{f}{r^{\alpha}}r^{1-\alpha}\frac{\partial f}{\partial r}\right] = 0. \tag{5}$$

Начальное и граничное условия к уравнению (5) можно записать следующим образом:

$$f(r,t) = g(r) \qquad f = 0, \tag{6}$$

$$\lim_{r\to 0}\left(\frac{f}{r^{\alpha}}r^{1-\alpha}\frac{\partial f}{\partial r}\right) = \frac{I_s}{\phi(s)} \equiv F(s), \tag{7}$$

где $g(r)$ – начальное распределение кристаллов по размерам; I_s – интенсивность образования центров кристаллизации; $F(s)$ – некоторая функция пересыщения.

Во многих случаях можно полагать, что пересыщение s зависит только от количества выкристаллизовавшегося вещества, причем в широком диапазоне s эту зависимость можно считать линейной. Поэтому определим пересыщение в виде

$$s = Q - \beta\int_0^{\infty} r^3 f(r,t)\,dr. \tag{8}$$

Здесь β – коэффициент формы кристаллов; Q – максимальное количество кристаллов, которое можно выделить при данной температуре.

Начальное количество кристаллов $\beta\int_0^{\infty} r^3 f(r,t)\,dr$ считаем выкристаллизовавшимся. Для решения поставленной задачи (5)-(7) удобно перейти к новым переменным:

$$\psi(\tau,\xi) = \frac{f(\tau,r)}{r^{\alpha}};\ r^{\alpha+1} = (1+\alpha)\xi, \tag{9}$$

$$\frac{\partial\tau}{\partial t} = (1+\alpha)^{\frac{2}{1+\alpha}};\ \tau(0) = 0. \tag{10}$$

Используя (9), (10), из (5)-(7) получаем уравнение для $\psi(\tau,\xi)$:

$$\frac{\partial\psi}{\partial\tau} = \omega\frac{\partial\psi}{\partial\xi} + \xi\frac{\partial^2\psi}{\partial\xi^2} \tag{11}$$

с начальными и граничными условиями:

$$\psi(\tau,\xi) = G(\xi) \quad \tau = 0; \tag{12}$$

$$\psi(\tau,\xi) = \frac{F(s)}{1-\alpha} \quad \xi = 0. \tag{13}$$

Здесь введены следующие обозначения:

$$G(\xi) = g\left[r(\xi)\right];\ \omega = \frac{2\alpha+1}{\alpha+1} - \left[(1+\alpha)^{\frac{2}{1+\alpha}}\right]. \tag{14}$$

В [13] поставленная задача (11)-(13) решена с целью получения выражения для определения времени завершения кристаллизации. Для этого в уравнении

$$s = \sum_{n=1}^{\infty}\frac{(-1)^n\,\tau^{n(\sigma+1)}}{(1+n+n^{\sigma})} \tag{15}$$

(где $\sigma = \gamma + 2(1-\omega)$) пересыщение следует при-

нять нулевым (s=0), определить значение τ и подставить его значение в уравнение (10).

Результаты исследования и их обсуждение

Наномагнетит получали соосаждением солей двух- и трехвалентного железа водным раствором аммиака по реакции

$$FeSO_4\times7H_2O+2FeCl_3\times6H_2O+8NH_4OH \rightarrow Fe_3O_4 + +3(NH_4)_2SO_4+6NH_4Cl+23H_2O \quad (16)$$

Полученный по реакции (16) наномагнетит отмывают от побочных продуктов химической реакции и стабилизируют (пептизируют) олеиновой кислотой с одновременной экстракцией в керосин.

Из практики химической конденсации известно, что при соосаждении стехиометрических количеств металлсодержащих солей получаются грубодисперсные осадки. Остановить рост частиц на наноуровне можно путем избытка одной из участвующих в реакции (16) солей.

В практике при получении наночастиц магнетита по реакции (16) соль двухвалентного железа берут с 10%-ным избытком против мольного стехиометрического отношения солей железа $\frac{Fe(III)}{Fe(II)}=2:1$.

Монодисперсные наночастицы магнетита получают путем перехода от гомогенной к гетерогенной химической конденсации.

Приготовление раствора солей для получения затравочного золя состояло в том, что 0,44 кг сульфата железа (II) – в виде кристаллогидрата $FeSO_4\times7H_2O$ – растворяли в 2 л воды, получая его 22%-ный раствор. Кристаллогидрат $2FeCl_3\times6H_2O$ хлорида железа (III) массой 0,8 кг растворяли в 1,1 л воды, получая 50%-ный раствор. Свежеприготовленные растворы смешивали, получая 3,1 л раствора солей двух- и трехвалентного железа с массовой концентрацией 40,0%.

Затем готовили основной объем раствора металлсодержащих солей Fe^{2+} и Fe^{3+}. Для этого соль Fe^{2+} в виде кристаллогидрата сульфата железа $FeSO_4\times7H_2O$ в количестве 4,0 кг загружали в емкость и заливали водой до общего объема 20 л. Содержимое емкости перемешивали до полного растворения соли. Ту же самую операцию в другой емкости повторяли с солью трехвалентного железа, загрузив в емкость 8,0 кг кристаллогидрата хлорида железа $2FeCl_3\times6H_2O$ и добавив 11,4 л воды. Свежеприготовленные растворы смешивали, получая 31,4 л 38,2%-ного раствора солей Fe^{2+} и Fe^{3+}.

Для получения затравочного золя в емкость с 3,1 л 40,0%-ного раствора солей Fe^{2+} и Fe^{3+} при интенсивном перемешивании (число Рейнольдса Re = 4356) вливали в течение 1,31 мин взятый с полуторным избытком (55,4 л) нагретый (40–45^{0}С) водный раствор аммиака (26%-го). Таким образом, затравочный золь получали при соосаждении солей Fe^{2+} и Fe^{3+} с 10%-ным избытком соли Fe^{2+}.

Полученный затравочный золь подвергали «старению» (созреванию Оствальда). С этой целью затравочный золь перемешивали (Re = 4356) в течение 7,3 мин. Значение числа Re и время перемешивания определяли методом математического планирования эксперимента.

Промытый осадок наномагнетита делили на две равные части и сливали в разные химические реакторы **(см. рисунок)**.

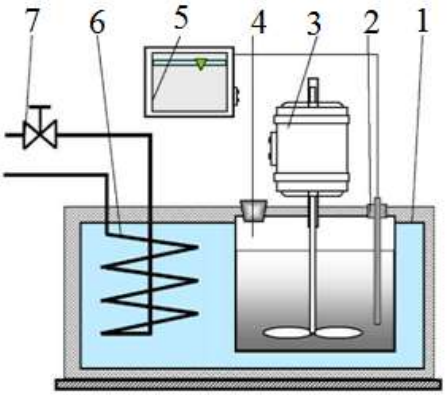


Схема реактора для стабилизации наночастиц магнетита: 1 – термоизоляция системой охлаждения; 2 – система контроля температуры; 3 – механическая мешалка с турбинкой; 4 – рабочая емкость; 5 – регистрирующий прибор; 6 – нагревательный элемент; 7 – клапан регулировки расхода теплоносителя

Fig. The reactor used to stabilize magnetite nanoparticles: 1 is heat insulation with the cooling system; 2 is temperature control system; 3 is mechanical stirrer with the centrifugal impeller; 4 is operating tank; 5 is recording device; 6 is heating element; 7 is heat transfer medium flow control valve

В первом реакторе получали магнитную жидкость с двойным (против оптимального количества) избытком стабилизатора, добавляя к наномагнетиту олеиновую кислоту (54 мл) в керосине (6,7 л) при нагреве (85–90^{0}С) и перемешивании (Re = 2000) в течение 30–40 мин. Полученную магнитную жидкость удерживали в реакторе системой постоянных магнитов на основе сплава неодим-железо-бор с магнитной энергией 35 МГсЭ, а маточный раствор сливали.

Затем магнитную систему удаляли и сливали магнитную жидкость.

Полученную магнитную жидкость вливали во второй реактор при нагреве (85–90^{0}С) и перемешивании (Re = 2000) в течение 30–40 мин. Затем из реактора сливали маточный раствор и ~6 л готовой магнитной жидкости.

В **табл. 1** приведены результаты морфологического, фазового и структурного анализа полученных образцов магнитной жидкости.

Фазовым анализом установлено присутствие магнетита. Диаметр кристаллитов (по данным просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и рентгенофазового (РФА) анализа), результаты расчетов по дифрактограммам (картинам дифракции) параметров решетки (0,8384–0,8386 нм) методом Нэльсона-Рэйли свидетельствуют о том, что в образцах полученной магнитной жидкости дисперсной фазой являются магнетит и маггемит.

В **табл. 2** приведены результаты магнитогравиметрического анализа полученных образцов магнитной жидкости.

Промышленная апробация образцов магнитной жидкости

При размещении магнитной жидкости в неоднородном магнитном поле в ней в дополнение к гравитационной $f_{гр}$ проявляется действие объемной пондеромоторной силы магнитного поля $f_{мг}$ [14–16]

$$f_{гр} + f_{маг} = \rho_0\, g + \mu_0\, (M \cdot \nabla) \cdot H = f_{\Sigma}, \qquad (17)$$

где f_{Σ} – сумма удельных сил (Н/м^3) в магнитной жидкости с плотностью ρ_0(кг/м^3) и намагниченностью M (А/м) при ускорении свободного паденияg(м/с^2), магнитной восприимчивости вакуума μ_0(Гн/м) и градиенте напряженности магнитного поля∇H (А/м^2).

Рост пондеромоторной силы магнитного происхождения $f_{мг}$ в МЖ в неоднородном магнитном поле является причиной увеличения градиента давления в МЖ. Это свойство МЖ равносильно изменению ее плотности ρ_0 до эффективной плотности $\rho_{эф}$

$$\rho_{эф} = f_{\Sigma} / g = \rho_0 + g^{-1}\, \mu_0\, (M \cdot \nabla) \cdot H, \qquad (18)$$

таким образом, минералы можно сепарировать по плотности, изменяя величину градиента магнитного поля, например, силой тока в электромагнитной системе [14–16].

Практическое значение имеют результаты магнитогравиметрической сепарации в артелях старателей. В с/а «Заря-1» (Амурская обл.) МЖ использовали для создания опорного слоя в V-образном межполюсном зазоре сепаратора с магнитной системой на постоянных магнитах из никель-кобальтового сплава ЮНДК35. При напряженности магнитного поля в рабочем зазоре до 350 кА/м из кассовых отдувов было извлечено 4 кг шлихового золота. Золотины крупностью (-0,25+0,1) мм имели массу 0,049 и 0,083 мг крупностью (-0,10+0, 05) мм.

Таблица 1. Результаты морфологического, фазового и структурного анализа полученных образцов магнитных жидкостей / Table 1. Morphological, phase and structural analysis of the produced samples of ferrofluids

Номер образца	Жидкость-носитель	Стабилизатор	Материал наночастиц	Форма наночастиц	Диаметр, нм		Степень полидисперсности, %
					ПЭМ	РФА	ПЭМ
1	Керосин ТС-1	Олеиновая кислота	Магнетит и маггемит	Кубическая и цилиндрическая	7,0	7,3	9,0
2	Керосин ТС-1	Олеиновая кислота	Магнетит	Кубическая и цилиндрическая	8,6	10,0	8,1
3	Керосин ТС-1	Олеиновая кислота	Магнетит	Кубическая и цилиндрическая	10,0	9,7	7,7

Таблица 2. Магнитогравиметрическая характеристика полученных образцов магнитных жидкостей
Table 2. Magnetogravimetric parameters of the produced samples of ferrofluids

Номер образца	φ, %		M_S, кА/м	χ_L	ρ, кг/м^3	η, Па·с	ν·10^4, м^2/с	σ, дин/см
	магнетит	твердая фаза						
1	14,7	18,0	67,7	2,77	1470	0,284	1,93	23,5
2	14,3	18,0	67,0	2,77	1450	0,280	1,93	23,4
3	14,0	18,5	66,7	2,75	1440	0,281	1,95	23,2

φ – объемная концентрация магнетита и твердой фазы в магнитной жидкости, %; M_S – намагниченность насыщения магнитной жидкости, кА/м; χ_L – начальная магнитная восприимчивость; ρ – плотность магнитной жидкости, г/см^3; η – динамическая вязкость магнитной жидкости, Па·с; ν – кинематическая вязкость магнитной жидкости, м^2/с; σ – поверхностное натяжение магнитной жидкости, дин/см.

В с/а «Курчатовская» (Магаданская обл.) внедрен сепаратор с длиной магнитной системы 350 мм и шириной узкой части V-образного зазора 40 мм; магнитная индукция в рабочем зазоре до 0,4 Тл; кювета для сепарации с висящим слоем ФМЖ объемом 0,5 дм^3. Из 90 кг промпродуктов, содержащих (в порядке убывания) пирит, магнетит, лимонит, гранат, гематит, эпидот, ильменит, турмалин, сфен, циркон, рутил и касситерит, выделено 5,2 кг шлихового золота. Золото имело массивный облик, встречались лепешковидные золотины с загнутыми краями пластинок, а также толстотаблитчатые окатанные формы. Нередко обнаруживали ромбододекаэдрические формы кристаллов золота в срастании с пластинчатыми. Цвет золотин преимущественно ярко-желтый, золотисто-желтый. Редко отмечался ржавый налет в микротрещинах и на поверхности частиц. Поверхность золотин ровная, имеются дырки, ямки, поры, присутствуют включения кварца, магнетита и других минералов. Проба золота по данным микрозондового анализа составляла 986‰, элементами-примесями являлись: Al, Fe, Cu, Ag, Co, Se, Ni, As. Среднее содержание элементов в пробах составляло: Cu – 0,40%, Ag – 2,50%, Au – 97,80%.

В с/а «Георгий» (п. Мой-Уруста в районе Средней Колымы) объектом испытаний были концентраты гидросепаратора (0,15% золота и до 90% пирита) и промпродукты ШОФ (более 1% золота крупностью – 250 мкм и до 40% граната). Золото крупностью более 250 мкм представлено хорошо окатанными тонкопластинчатыми и листовидными формами. Мелкое и тонкое золото представлено зернами комковидной морфологии, реже округлыми, чешуйчатыми или кристаллическими формами. Характер поверхности золотин - от гладкой до шероховатой. На поверхности наблюдались ажурные новообразования золота высокой пробы. Часто зерна золота имели кристаллическую форму. Получено шлиховое золото с извлечением 95–97% при производительности сепаратора более 10 кг/ч.

В артели «Чукотка» (Певекский район) испытания проведены на продуктах, содержащих касситерит (до 60%), пирит (до 30%) и другие тяжелые минералы, а также медную проволоку, свинцовую дробь, окалину и пр. Из 20 кг продуктов выделено шлиховое золото, переплавленное в слиток массой более 1 кг. МЖ-сепарацию выполняли в две стадии: сначала с использованием кюветы для сепарации с опорным слоем при плотности МЖ 900 кг/м^3 выделяли тяжелую фракцию, которую перечищали методом сепарации с висящим слоем при плотности МЖ 1050 кг/м^3. Пластинки золота имели губчатую морфологию и микробугорчатую структуру поверхности, высокую пробу золота. Потери золота при переработке всех видов промпродуктов не превышали 2%.

Показательным является результат работы вс/а «Золотинка» НПО «Геометалл», ведущей добычу золота на Колыме (п. Стекольный). Россыпи местных ручьев характеризуются распределением гранулометрических классов золота с модами 0,5 и 1 мм. Проба золота имеет слабовыраженные максимумы 900–950 и 960–965‰. В составе примесных элементов доминирует Ag, в незначительных количествах присутствуют Cu и Hg. Золото обладает не только повышенной крупностью зерен, но и более выраженной их уплощенностью. Поверхность золотин шероховатая, скульптура поверхности бугорчатая. В артели получено более 12 кг золота в сезон за счет переработки хвостов, выделенных на вашгерде при сокращении съемов с промприбора.

В с/а «Дендрит» (Амурская обл.) из 22,3 т промпродуктов с золотом таблитчатой и комковидной морфологии выделено 1,2 кг металла с извлечением 94,0%. Распределение золота по размерам характеризовалось бимодальной кривой: основная часть золота (60%) попадает в классы 0,1–0,25 и -0,1 мм, а остальные золотины распределены по убывающей в более крупных классах. При виброскорости кюветы 34 мм/с энергия вибрационного поля полностью разрушает контакты между частицами и рабочий слой МЖ размером 350x80x60 мм переходит из состояния псевдоожижения в состояние виброкипения.

На участке «Красный» Ассоциации «Сибирское золото» (г. Бодайбо Иркутской обл.) из 12 кг отдувов ЗПК с золотом меньшей плотности – дендритами, тонкими пластинками с рваными краями и чешуйками золота – и тяжелых темноцветных минералов, выделено практически без потерь 43 г шлихового золота. Сепарацию осуществляли в слое МЖ намагниченностью 40 кА/м размером 350x80x60 мм, висящем между полюсами V-образной магнитной системы на постоянных магнитах.

В артелях «Александровская» и «Дамбукинская» (г. Зея Амурской обл.) сепарировали шлихов низкого качества, основу которых составляли легкие минералы (кварц, пирит, эпидот, турмалин, гранат) и золото (до 70 % в виде листочков и чешуек крупностью менее 250 мкм). В с/а «Александровская» из 500 дм^3 отходов выделено 134,2 г шлихового золота, а в с/а «Дамбукинская» из 200 кг шлихов – более 30 г золота. Ис-

пользовали ФМЖ с физической плотностью 870 кг/м^3, лежащую на дне сепарационной кюветы, вибрирующей со скоростью 47 мм/с.

В с/а «Пилос и С» (п. Красноярово Амурской обл.) шлихи (600 кг) были представлены кварцем, полевыми шпатами, хлоритом, пирофиллитом, слюдой в виде серицита и магнетитом. Золото практически полностью находилось в виде амальгамированных зерен («сухой» амальгамы) и в жидкой металлической ртути. Амальгамированное золото имело губчатую (пористую) поверхность. После упаривания ртути в реторте из тяжелой фракции МЖ-сепарации извлекли более 54,7 г чистого золота. Использовали кювету для сепарации с опорным слоем, расположенную между полюсами V-образной магнитной системы. Воздушный зазор между стенками сепарационной кюветы и полюсами магнитной системы заполняли ФМЖ. Переход от состояния «контакт между частицами есть» к состоянию «контакт разорван» имел место при виброскорости кюветы 15 мм/с.

В п. Октябрьский (Амурской обл.) из 1 т серых шлихов с пластинчатым и листовидным золотом с налетом гидроокислов железа выделено около 40 г металла.

Из лежалых хвостов ШОФ прииска «Кербинский» (Хабаровский край) было получено около 100 кг черных шлихов. Золото в них тонкое, пластинчатое и чешуйчатое, ожелезненное, часто в виде сростков с кварцем и лимонитом; крупность золота 0,2 мм. Из черных шлихов на МЖ-сепараторе выделено более 3 кг шлихового золота со следующими показателями:

1 – концентрат МЖ-сепарации: выход 2,7%, содержание золота 159,2 кг/т, извлечение золота 98,3%;

2 – исходный черный шлих: содержание золота 4373, 0 г/т;

3 – хвосты МЖ-сепарации: выход 97,3%, содержание золота 76,4 г/т, потери золота 1,7%.

Производительность МЖ-сепаратора с рабочим слоем ФМЖ размером 350x80x60 мм составила при использовании кюветы с опорным слоем около 20 кг/ч, а при сепарации с висящим слоем ФМЖ – 30 кг/ч. За счет наложения вибрации на ФМЖ извлечение золота повышается на 10–14%.

В с/а в п. Полярный, Бараниха и Усть-Омчуг (Магаданская обл.) за счет МЖ-сепарации концентрата шлюзов (300-400 г/т золота) получен прирост добычи золота на уровне 2–3%.

В с/а «Полюс» (Шмидтовский район Чукотки) эфельные отвалы представлены материалом серого цвета с массовой долей глины в среднем 5–10% и галькой крупностью до 100 мм. Максимальная крупность золота в галечно-эфельных отвалах – 200 мкм. Во всех классах крупности преобладают зерна золота пластинчатой и чешуйчатой формы, изометричная и комковидная форма золотин встречается реже. Шлиховые минералы представлены в основном магнетитом, ильменитом, гранатом, цирконом, кварцем, реже встречаются пирит, амфиболы. Содержание золота в отвалах (по данным геологической службы артели) – 297 мг/м^3.

По схеме «двухстадиальная магнитная сепарация → магнитожидкостная сепарация немагнитной фракции» извлечено 87,7 % золота. Технологический баланс по металлу рассчитывали по шлиховому золоту. Его содержание в продуктах обогащения определяли методом амальгамации.

Плавка шлихового золота в руднотермической печи позволяла получать слитки с пробой более 900 при извлечении золота 98–99 %. Содержание золота в шлаках составляло 700–1200 г/т.

Заключение

Магнитная жидкость является устойчивой дисперсной системой, в которой в немагнитной жидкости-носителе размещены магнитные наночастицы. При необходимости массового синтеза магнитной жидкости, например, для магнитогравиметрической сепарации минеральных систем по плотности, рациональным способом получения наночастиц магнетита является гетерогенная химическая конденсация. В этом случае сначала получают стабильные зародыши магнетита надмолекулярного размера в условиях, при которых скорость образования новых центров конденсации выше скорости роста новой фазы. Затем создают условия для роста зародышей до наноразмеров, что достигается быстрым вливанием основного количества металлсодержащих солей при непрерывном перемешивании.

Агрегативной устойчивости системы добиваются, смешивая наночастицы магнетита с сорбированным на поверхности стабилизатором, взятым с двойным (против оптимального) избытком, с таким же числом наночастиц с незащищенной стабилизатором поверхностью.

Качество полученной магнитной жидкости соответствует требованиям, предъявляемым к среде разделения при магнитогравиметрической сепарации минералов по плотности, что доказано опытно-промышленной практикой извлечения самородного золота.

Список литературы

1. Иванов Л.А., Муминова С.Р. Нанотехнологии и наноматериалы: обзор новых изобретений. Часть 1 // Нанотехнологии в строительстве. Научный интернет-журнал. 2017. № 1. Т. 9. С. 88–106.
2. Магнитные наночастицы: методы получения, строение и свойства / Губин С.П., Кокшаров Ю.А., Хомутов Г.Б., Юрков Г.Ю. // Успехи химии. 2005. Т. 74. № 6. С. 539–574.
3. Дыкман Л.А., Богатырев В.А. Наночастицы золота: получение, функционализация, использование в биохимии и иммунохимии // Успехи химии. 2007. Т. 76. № 2. С. 199–213.
4. Синтез и свойства наночастиц серебра: достижения и перспективы / Крутяков Ю.А., Кудринский А.А., Олешин А.Ю., Лисичкин Г.В. // Успехи химии. 2008. Т. 77. № 3. С. 242–269.
5. Lebedev A.V. Dipole interparticle interaction in magnetic fluids // Colloid Journal. 2014. Vol. 76. No. 3. P. 334–341.
6. Arefeva I.M., Lebedev A.V. Determination of maximum particle size in magnetic fluids // Colloid Journal. 2016. Vol. 78. No. 2. P. 269–272.
7. Erin K.V. On variations in size distributions of particles and aggregates upon dilution of magnetic fluids // Colloid Journal. 2017. Vol. 79. No. 1. P. 50–55.
8. Евдокимов С.И., Паньшин А.М., Канашвили М.Ж. Магнитная жидкость: новая технология // Изв. вузов. Цветная металлургия. 2008. № 2. С. 15–19.
9. Евдокимов С.И., Паньшин А.М., Канашвили М.Ж. Получение магнитной жидкости для сепара-ции минерального сырья // Обогащение руд. 2007. № 4. С. 18–21.
10. Fleer G.J., Lyklema J. Polymer adsorption and its effect on the stability of hydrophobic colloids. II. The flocculation process as studied with the silver iodide polyvinyl alcohol system // Colloid Interface Sci. 1974. Vol. 46. P. 1–12.
11. Fleer G.J., Lyklema J. Polymer adsorption and its effect on the stability of hydrophobic colloids. III. Kinetics of the flocculation of silver iodide sols // Colloid Interface Sci. 1976. Vol. 55. P. 228–258.
12. Ликлема Й., Флеер Г.И., Схейтьенс И.И. Вклад адсорбционных слоев полимеров в устойчивости коллоидных систем // Коллоидный журнал. 1987. Т.49. № 2. С. 211–216.
13. Протодьяконов И.О., Люблинская И.Е., Рыжков А.Е. Гидродинамика и массообмен в дисперсных системах жидкость – твердое тело. Л.: Химия, 1987. 336 с.
14. Evdokimov S.I., Meshkov E.I., Gerasimenko T.E. Fusion technology nanopowder magnetic fluids. Scientific.net, Trans Tech Publications Electronic Journals, Switzerland, vol. 265, pp. 198–203, 2017, Published online: 25.09.2017. DOI: 10.4028/www.scientific.net/ssp.265.198.
15. Евдокимов С. И., Герасименко Т. Е., Троценко И.Г. Модульные комплексы для доводки золотосодержащих шлихов инновационными физико-техническими и физико-химическими технологиями // Горный информационно-аналитический бюллетень. Специальный выпуск 25. 2018. С. 72–85. DOI: 10.25018/0236-1493-2018-6-25-72-85.
16. Троценко И.Г., Герасименко Т.Е., Евдокимов С.И. Совершенствование технологии доводки золотосодержащих шлихов // Цветные металлы. 2018. №7. С. 39–45. DOI: 10.17580/tsm.2018.07.06

References

1. Ivanov L.A., Muminova S.R. Nanotechnology and nanomaterials: a review of new inventions. Part 1. *Nanotekhnologii v stroitelstve. Nauchny internet-zhurnal* [Nanotechnologies in Construction. Scientific Internet Journal], 2017, no. 1, vol. 9, pp. 88–106. (In Russ.)
2. Gubin S.P., Koksharov Yu.A., Khomutov G.B., Yurkov G.Yu. Magnetic nanoparticles: production methods, structure and properties. *Uspekhi khimii* [Russian Chemical Reviews], 2005, vol. 74, no. 6, pp. 539–574. (In Russ.)
3. Dykman L.A., Bogatyrev V.A. Gold nanoparticles: production, functionalization, use in biochemistry and immunochemistry. *Uspekhi khimii* [Russian Chemical Reviews], 2007, vol.76, no. 2, pp. 199–213. (In Russ.)
4. Krutyakov Yu.A., Kudrinsky A.A., Oleshin A.Yu., Lisichkin G.V. Synthesis and properties of silver nanoparticles: achievements and prospects. Uspekhi khimii [Russian Chemical Reviews], 2008, vol. 77, no. 3, pp. 242–269. (In Russ.)
5. Lebedev A.V. Dipole interparticle interaction in magnetic fluids. Colloid Journal, 2014, vol. 76, no. 3, pp. 334–341.
6. Arefeva I.M., Lebedev A.V. Determination of maximum particle size in magnetic fluids. Colloid Journal, 2016, vol. 78, no. 2, pp. 269–272.
7. Erin K.V. On variations in size distributions of particles and aggregates upon dilution of magnetic fluids. Colloid Journal, 2017, vol. 79, no. 1, pp. 50–55.
8. Evdokimov S.I., Panshin A.M., Kanashvili M.Zh. Magnetic fluid: a new technology. *Izv. vuzov. Tsvetnaya metallurgiya* [Universities' Proceedings. Non-Ferrous Metallurgy], 2008, no. 2, pp. 15–19. (In Russ.)
9. Evdokimov S.I., Panshin A.M., Kanashvili M.Zh. Producing magnetic fluid for the separation of mineral raw materials. *Obogashchenie rud* [Ore Beneficiation], 2007, no. 4, pp. 18-21. (In Russ.)
10. Fleer G.J., Lyklema J. Polymer adsorption and its effect on the stability of hydrophobic colloids. II. The flocculation process as studied with the silver iodide polyvinyl alcohol system. J. Colloid Interface Sci., 1974, vol. 46, pp. 1–12.
11. Fleer G.J., Lyklema J. Polymer adsorption and its effect on the stability of hydrophobic colloids. III. Kinetics of the flocculation of silver iodide sols. J. Colloid Interface Sci., 1976, vol. 55, pp. 228–258.

12. Lyklema J., Fleer G.J., Scheutjens I.I. The contribution of polymer adsorption layers to the stability of colloidal systems. *Kolloidny zhurnal* [Colloid Journal], 1987, vol. 49, no. 2, pp. 211-216. (In Russ.)
13. Protodyakonov I.O., Lyublinskaya I.E., Ryzhkov A.E. *Gidrodinamika i massoobmen v dispersnykh sistemakh zhidkost-tverdoe telo* [Hydrodynamics and mass transfer in dispersed liquid-solid systems]. St. Petersburg: Chemistry, 1987, 336 p. (In Russ.)
14. Evdokimov S.I., Meshkov E.I., Gerasimenko T.E. Fusion technology nanopowder magnetic fluids. Scientific.net, Trans Tech Publications Electronic Journals, Switzerland, vol. 265, pp. 198-203, 2017, Published online: 25.09.2017, DOI: 10.4028/www.scientific.net/ssp.265.198.
15. Evdokimov S.I., Gerasimenko T.E., Trotsenko I.G. Modular complexes for refining gold-containing concentrates by innovative physicotechnical and physicochemical technologies. Gorny informatsionno-analiticheskiy byulleten [Mining Informational and Analytical Bulletin], Special issue 25, 2018, pp. 72-85. DOI: 10.25018/0236-1493-2018-6-25-72-85.
16. Trotsenko I.G., Gerasimenko T.E., Evdokimov S.I. Improving the technology for finishing gold-containing concentrates. *Tsvetnye metally* [Non-ferrous Metals], 2018, no.7, pp. 39–45. DOI: 10.17580/tsm.2018.07.0610.25018/0236-1493-2018-6-25-72-85.

Поступила 02.03.2020; принята к публикации 06.04.2020; опубликована 25.06.2020
Submitted 02/03/2020; revised 06/04/2020; published 25/06/2020

Евдокимов Сергей Иванович – канд. техн. наук, доцент
Северо-Кавказский горно-металлургический институт (государственный технологический университет), Владикавказ, Россия

Герасименко Татьяна Евгеньевна – канд. техн. наук, доцент,
начальник отдела интеллектуальной собственности,
Северо-Кавказский горно-металлургический институт (государственный технологический университет), Владикавказ, Россия. Email: gerasimenko_74@mail.ru

Sergey I. Evdokimov – PhD (Eng.), Associate Professor
North Caucasian Institute of Mining and Metallurgy (State Technological University), Vladikavkaz, Russia

Tatiana E. Gerasimenko – PhD (Eng.), Head of the Intellectual Property Department
North Caucasian Institute of Mining and Metallurgy (State Technological University), Vladikavkaz, Russia.
Email: gerasimenko_74@mail.ru

НОВЫЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ И ОБОРУДОВАНИЕ
NEW TECHNOLOGICAL PROCESSES AND EQUIPMENT

ISSN 1995-2732 (Print), 2412-9003 (Online)
УДК 621.74
DOI: 10.18503/1995-2732-2020-18-2-56-61

ИССЛЕДОВАНИЕ СОВМЕЩЕННОГО ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ СОРТОВЫХ ЗАГОТОВОК НА УСТАНОВКЕ НЕПРЕРЫВНОГО ЛИТЬЯ И ДЕФОРМАЦИИ

Лехов О.С.[1], Михалев А.В.[2], Билалов Д.Х.[1]

[1]Российский государственный профессионально-педагогический университет, Екатеринбург, Россия
[2]ОАО «Уральский трубный завод», Первоуральск, Россия

Аннотация. Проведено исследование новой технологии получения сортовых заготовок на установке совмещенного процесса непрерывного литья и деформации. Изложен способ получения трех стальных сортовых заготовок на установке непрерывного литья и деформации. Дана постановка задачи, приведены исходные данные и граничные условия для определения напряженно–деформированного состояния металла в очаге циклической деформации при формировании калиброванными бойками установки из непрерывнолитого сляба трех стальных сортовых заготовок. Изложена методика решения задачи упругопластичности методом конечных элементов с использованием пакета ANSYS. Рассмотрен нестационарный процесс внедрения разделяющих буртов калиброванного бойка в непрерывнолитой сляб при получении трех стальных сортовых заготовок на установке непрерывного литья и деформации. Результаты расчета внедрения бурта в сляб на 48 мм даны по характерным линиям, расположенным на контактной поверхности калиброванного бойка со слябом. Определены закономерности распределения осевых перемещений и напряжений в очаге деформации при внедрении разделяющих буртов бойков в непрерывнолитой сляб.

Ключевые слова: установка, непрерывнолитой сляб, калиброванный боек, сортовая заготовка, деформация, перемещение, напряжение.

© Лехов О.С., Михалев А.В., Билалов Д.Х., 2020

Для цитирования

Лехов О.С., Михалев А.В., Билалов Д.Х. Исследование совмещенного процесса получения сортовых заготовок на установке непрерывного литья и деформации // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2020. Т.18. №2. С. 56–61. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-56-61

Контент доступен под лицензией Creative Commons Attribution 4.0 License.
The content is available under Creative Commons Attribution 4.0 License.

STUDIES ON A COMBINED PROCESS OF PRODUCING BILLETS ON A CONTINUOUS CASTING AND DEFORMATION PLANT

Lekhov O.S.[1], Mikhalev A.V.[2], Bilalov D.Kh.[1]

[1] Russian State Vocational Pedagogical University, Yekaterinburg, Russia
[2] JSC Urals Pipe Works, Pervouralsk, Russia

Abstract. The authors carried out a study on a new technology for producing billets on a combined continuous casting and deformation plant. The paper describes a method for producing three steel billets on the continuous casting and deformation plant. The problem statement is given, initial data and boundary conditions are stated to determine the stress-strain state of steel in the zone of cyclic deformation, when forming three steel billets from a continuously cast slab by the calibrated flat dies of the plant. The paper describes a procedure for solving the problem of elastoplasticity by the finite element method using the ANSYS package. It analyzes a non-stationary process of penetrating the continuously cast slab with the separating collars of the calibrated flat die, when producing three steel billets on the continuous casting and deformation plant. The results of calculating the penetration of the collar into the slab by 48 mm are given by the characteristic lines located on the contact surface of the calibrated flat die with the slab. The authors determined the regularities of the distribution of axial displacements and stresses in the deformation zone, when penetrating the continuously cast slab with the separating collars of the flat dies.

Keywords: plant, continuously cast slab, calibrated flat die, billet, deformation, displacement, stress.

For citation

Lekhov O.S., Mikhalev A.V., Bilalov D.Kh. Studies on a Combined Process of Producing Billets on a Continuous Casting and Deformation Plant. *Vestnik Magnitogorskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta im. G.I. Nosova* [Vestnik of Nosov Magnitogorsk State Technical University]. 2020, vol. 18, no. 2, pp. 56–61. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-56-61

Введение

В мире ведутся работы по созданию ресурсосберегающих литейно-прокатных комплексов для производства сортовых заготовок, в частности процессов продольного разделения непрерывнолитых слябов на ряд сортовых заготовок [1–3].

Для производства сортовых заготовок может быть эффективно использована компактная установка совмещенного процесса непрерывного литья и деформации, которая позволяет одновременно получать из непрерывнолитого сляба три и более сортовых заготовок за один проход и в одной клети [3–5].

Способ получения трех сортовых заготовок

В установке для получения сортовых заготовок калибровка бойков с разделяющими выступами (**рис. 1**) выполнена таким образом, что при сведенном положении бойков они в совокупности образуют закрытую полость, которая обеспечивает на выходе из нее одновременное получение трех сортовых заготовок, соединенных перемычками (**рис. 2**).

Установка непрерывного литья и деформации работает следующим образом. Расплав металла заливают в медный водоохлаждаемый кристаллизатор, в котором происходит кристаллизация металла с образованием тонкого сляба. Далее с помощью тянущего устройства сляб подается в бойки с разделяющими буртами, высота которых постепенно увеличивается в направлении непрерывного литья и деформации.

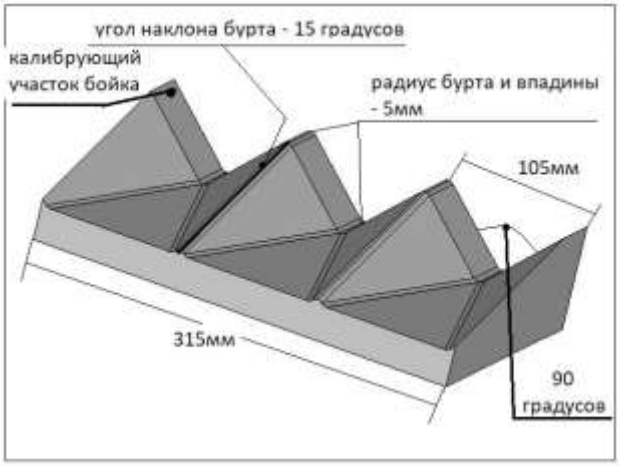


Рис. 1. Рисунок бойка / Fig. 1. Flat die

По мере продвижения затвердевшего сляба через калиброванные бойки происходит формирование нескольких сортовых заготовок, соединенных перемычками. При формировании сортовых заготовок происходит одновременное их обжатие рабочими поверхностями разделяющих буртов по двум взаимно перпендикулярным

направлениям. Полное разделение сортовых заготовок происходит после их выхода из установки в специальном блоке дисковых пил.

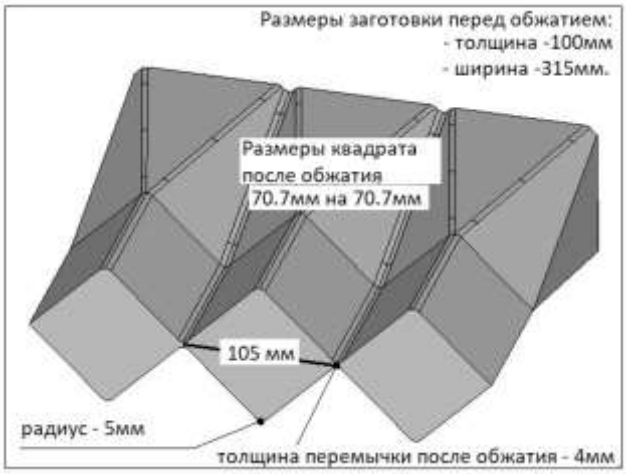


Рис. 2. Объемное изображение трех сортовых заготовок
Fig. 2. 3D view of three billets

Исходные данные, методика решения задачи и модель для расчета

Рассмотрим процесс получения из сляба толщиной 100 мм и шириной 315 мм трех сортовых заготовок квадрат 70,7 мм из стали Ст3 на установке непрерывного литья и деформации. Сечение полости медного водоохлаждаемого кристаллизатора 100×315 мм, причем боковые стенки кристаллизатора выполнены в виде полуокружности с радиусом, равным 50 мм. Температура внешней поверхности сляба равна 1200°С, а его осевой зоны – 1450°С. На **рис. 1** изображен калиброванный боек для получения трех сортовых заготовок квадрат 70,7 мм из сляба без жидкой фазы толщиной 100 мм и шириной 315 мм. Величина эксцентриситета эксцентриковых валов – 5 мм, а их угловая скорость – 50 мин$^{-1}$.

Зависимости модуля упругости и сопротивления пластической деформации от степени деформации и температуры для стали Ст3 приняты согласно работам [4,7].

Результаты расчета напряженно-деформированного состояния металла в очаге деформации при формировании сортовых заготовок получены решением задачи упругопластичности методом конечных элементов в объемной постановке [4,6,8–14]. Для решения задачи использован пакет ANSYS [4]. Между рабочими поверхностями очага деформации и бойка создавалась контактная пара с коэффициентом трения 0,5.

Рассмотрим нестационарный процесс прохода непрерывнолитого сляба толщиной 100 мм через калиброванные бойки с постепенным внедрением разделяющих буртов бойка в сляб на величину 48 мм с учетом получения перемычки между сортовыми заготовками толщиной 4 мм. В силу симметрии расчет проводился для четверти сляба. Геометрия четверти сляба дана на **рис. 3**.

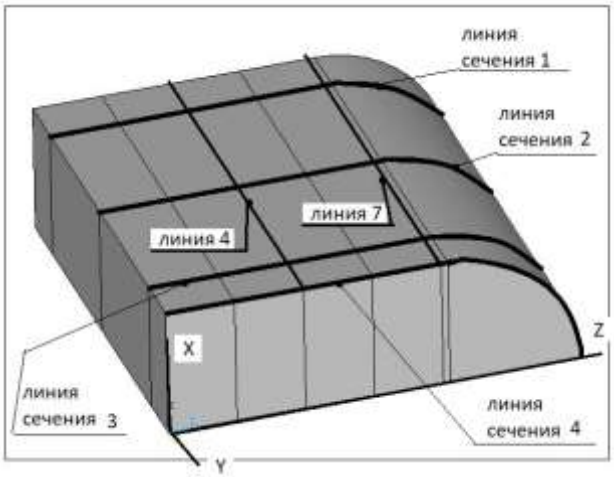


Рис. 3. Положение линий, в которых приведены графики перемещений и напряжений
Fig. 3. Positions of the lines used to show charts of displacements and stresses

На этом же рисунке также приведены положения линий в четырех сечениях и две характерные линии – 4 и 7. Результаты расчета при внедрении бурта в сляб приведены в виде графиков осевых перемещений (UX,UY,UZ) и напряжений (SX,SY,SZ) по линиям, принадлежащим поверхности контакта бойка со слябом. Положение линий дано на **рис. 3**. Линии расположены в четырех поперечных сечениях.

Результаты расчета

На **рис. 4** показан характер распределения перемещений в сечении 4 очага деформации при внедрении разделяющего бурта бойка в сляб на величину 48 мм.

На этом рисунке линия 4 характеризует распределение осевых перемещений в зоне впадины, а линия 7 – в зоне ребра при формировании сортовой заготовки. При внедрении разделяющего бурта в сляб перемещения металла в направлении оси Z до линии 4 соответствует перемещению металла в направлении оси X, а затем меняют знак. Наибольшую величину перемещения в направлении оси Z, равной 14 мм, достигают в сечении 4 (см. **рис. 4**). Перемещения

в направлении оси Y по длине очага деформации увеличиваются и в зоне впадины сечения 4 становятся равными 18 мм.

Осевые напряжения при внедрении разделяющего бурта в сляб по очагу деформации распределяются крайне неравномерно (**рис. 5, 6**).

Напряжения в направлении оси X по мере внедрения бурта в сляб возрастают и достигают наибольшей величины, равной минус 230 МПа, в зоне впадины сечения 4. В зоне впадины напряжения в направлении оси Y сжимающие и в сечении 4 имеют максимальное значение, равное минус 200 МПа (см. **рис. 5**). В зоне гребня в сечении 3 напряжения в направлении оси Y переходят в растягивающие величиной до 25 МПа (см. **рис. 6**).

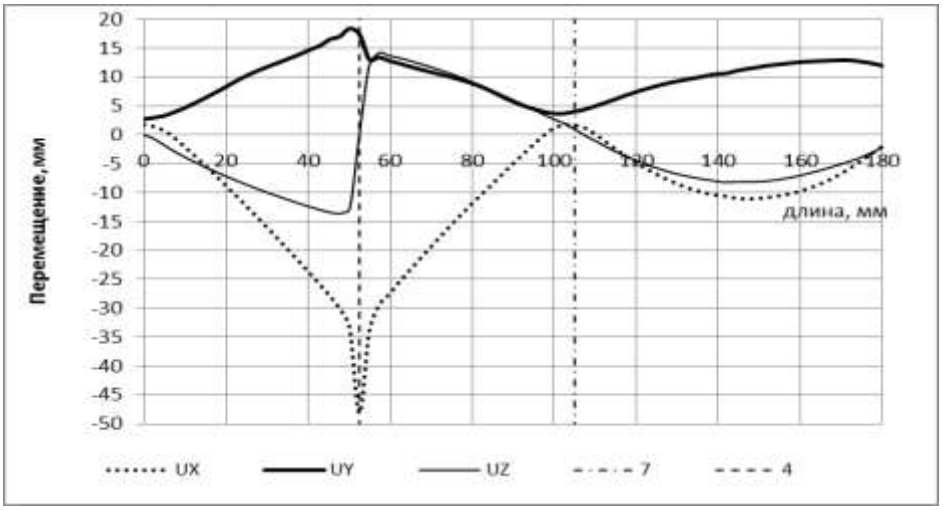


Рис. 4. Перемещение по развертке линии сечения 4 при внедрении бурта в сляб на 48 мм. Начало по оси OX соответствует точке сляба с координатами Z=0 мм, X=50 мм. Линия 4 соответствует впадине на получаемой заготовке, а линия 7 – ребру

Fig. 4. Displacement along the development of section line 4, when the collar is penetrating the slab by 48 mm. The beginning along axis OX corresponds to a point of the slab with coordinates Z=0 mm, X=50 mm. Line 4 corresponds to a low spot on the produced billet and line 7 corresponds to the edge

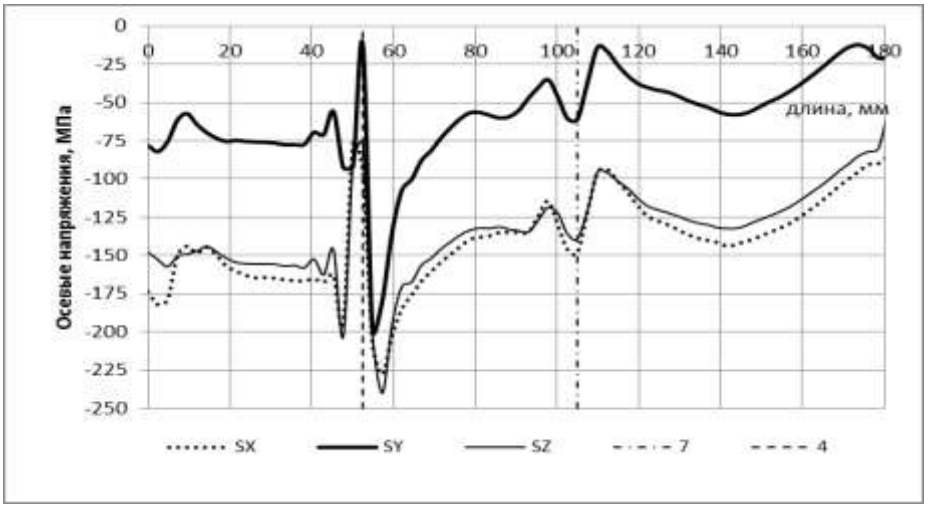


Рис. 5. Напряжение по развертке линии сечения 4 при внедрении бурта в сляб на 48 мм. Начало по оси OX соответствует точке сляба с координатами Z=0 мм, X=50 мм. Линия 4 соответствует впадине на получаемой заготовке, а линия 7 – ребру

Fig. 5. Stress along the development of section line 4, when the collar is penetrating the slab by 48 mm. The beginning along axis OX corresponds to a point of the slab with coordinates Z=0 mm, X=50 mm. Line 4 corresponds to a low spot on the produced billet and line 7 corresponds to the edge

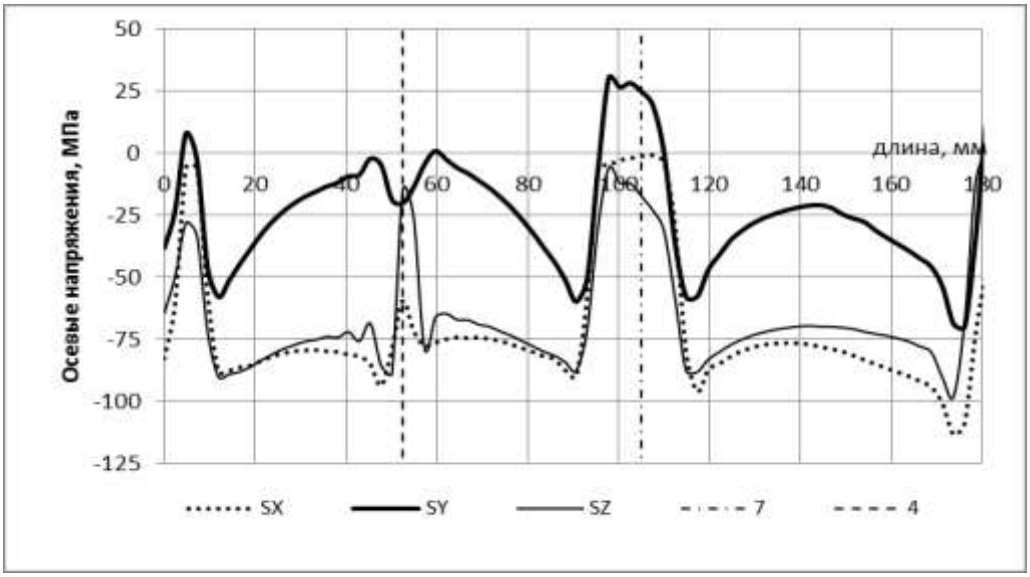


Рис. 6. Напряжение по развертке линии сечения 3 при внедрении бурта в сляб на 48 мм. Начало по оси OX соответствует точке сляба с координатами Z=0 мм, X=50 мм

Fig. 6. Stress along the development of section line 3, when the collar is penetrating the slab by 48 mm. The beginning along axis OX corresponds to a point of the slab with coordinates Z=0 mm, X=50 mm

Заключение

Поставлена и решена задачи определения напряженно- деформированного состояния металла в очаге циклической деформации при продольном разделении калиброванными бойками непрерывнолитого сляба на три сортовые заготовки на установке непрерывного литья и деформации. Установлены величины и закономерности распределения осевых перемещений и напряжений в очаге деформации при формировании из непрерывнолитого сляба трех сортовых заготовок из стали Ст3. Установлено, что сжимающие напряжения в направлении оси X по мере внедрения разделяющего бурта в сляб возрастают и достигают наибольшей величины, равной минус 230 МПа, в зоне впадины очага циклической деформации.

Список литературы

1. Макаров Ю.Д., Поляков Б.Н., Соколов П.Б. Многоручьевая прокатка сортовых заготовок из непрерывнолитых слябов // Сталь. 1984. Т.5. С. 35–37.
2. Фастыковский А.Р., Федоров А.А. Опыт применения технологии прокатки-разделения в условиях действующего производства // Производство проката. 2016. №12. С. 3–7.
3. Лехов О.С., Билалов Д.Х. Технологические возможности установок совмещенных процессов непрерывного литья и деформации для производства металлопродукции // Производство проката. 2016. № 7. С. 24–26.
4. Лехов О.С., Михалев А.В. Установка совмещенного процесса непрерывного литья и деформации для производства листов из стали для сварных труб. Теория и расчет. Екатеринбург: Изд-во УМЦ УПИ, 2017. 151 с.
5. Патент № 2658761. Способ непрерывного литья заготовок и устройство для его осуществления / Лехов О.С., Ухлов И.В., Михалев А.В. // Бюл. № 18, 2018.
6. Исследование совмещенного процесса непрерывной разливки и циклической деформации для получения листов из стали / Лехов О.С., Гузанов Б.Н., Лисин И.В., Билалов Д.Х. // Сталь. 2016. №1. С. 59–62
7. Мазур Д.Д., Хижняк В.Л. Сопротивление деформации низколегированных сталей // Сталь. 1991. № 8. С. 41–43.
8. Singh V., Das S.K. Thermofluid Mathematical Modeling of Steel Slab Casters: Progress in 21 st. Century / ISIJ International. 2016. Vol. 56. No. 9. P. 1509–1518.
9. Sn B. etc. Numerical Simulation of Microstructure of Heave steel casting in Casting and Heat Treatment processes // ISIJ international. 2014. Vol. 54. No. 2. P. 408–414.
10. Takashima Y.,Yanagimoto I. Finite element analysis of flange spread behavior in H-beam universal rolling Y. Steel research international. 2011. 10. P. 1240–1247.
11. Kobayashi S., Oh S-I, Altan T. Metal forming and finite-elemente method. New York: Oxford University Press, 1989. 377 p.

12. Matsumia T., Nakamura Y. Mathematical model of slab bulging during continuous casting // in: Applied Mathematical, and Physical Models in Iron and Steel Industry Proceedings of the 3rd Process Technological. Conference, Pittsburgh, Pa, 28–31 March 1982. New York. 1982. P. 264–270.
13. Zienkiewicz O.,Taylor R. Finite Element Method: fifth edition / Butterworth and Heinemann, 2000. V. 1–3.
14. Duan H., Velay X., Sheppard T. Application of finite element method in the hot extrusion of aluminium alloys. Materials Science and Engineering A. 2004. V.369. P. 66–75.

References

1. Makarov Yu.D., Polyakov B.N., Sokolov P.B. Multiple-strand rolling of billets from continuously cast slabs. *Stal* [Steel], 1984, vol. 5, pp. 35–37. (In Russ.)
2. Fastykovsky A.R., Fedorov A.A. Experience of application of the rolling-separation technology in the conditions of current production. *Proizvodstvo prokata* [Manufacturing rolled products], 2016, no. 12, pp. 3–7. (In Russ.)
3. Lekhov O.S., Bilalov D.Kh. Technological capabilities of combined continuous casting and deformation plants for steel products. *Proizvodstvo prokata* [Manufacturing rolled products], 2016, no. 7, pp. 24–26. (In Russ.)
4. Lekhov O.S., Mikhalev A.V. *Ustanovka sovmeshchennogo protsessa nepreryvnogo litya i deformatsii dlya proizvodstva listov iz stali dlya svarnykh trub. Teoriya i raschet* [A combined continuous casting and deformation plant to produce steel plates for welded pipes. Theory and calculation.] Yekaterinburg: UMC UPI publishing house, 2017, 151 p. (In Russ.)
5. Lekhov O.S., Ukhlov I.V., Mikhalev A.V. *Sposob nepreryvnogo litya zagotovok i ustroistvo dlya ego osushchestvleniya* [Method of continuous casting of billets and device for its implementation]. Patent RF, no. 2658761, 2018.
6. Lekhov O.S., Guzanov B.N., Lisin I.V., Bilalov D.Kh. Research on the combined process of continuous casting and cyclic deformation to produce steel sheets. *Stal* [Steel], 2016, no. 1, pp. 59–62. (In Russ.)
7. Mazur D.D., Khizhnyak V.L. Strain resistance of low-alloy steels. *Stal* [Steel], 1991, no. 8, pp. 41–43. (In Russ.)
8. Singh V., Das S.K. Thermofluid mathematical modeling of steel slab casters: Progress in 21st Century. ISIJ International, 2016, vol. 56, no. 9, pp. 1509–1518.
9. Su B. et al. Numerical simulation of microstructure evolution of heavy steel casting in casting and heat treatment processes. ISIJ international, 2014, vol. 54, no. 2, pp. 408–414.
10. Takashima Y., Yanagimoto I. Finite element analysis of flange spread behavior in H-beam universal rolling. Steel research international, 2011, no. 10, pp. 1240–1247.
11. Kobayashi S., Oh S-I, Altan T. Metal forming and finite-element method. New York: Oxford University Press, 1989, 377 p.
12. Matsumia T., Nakamura Y. Mathematical model of slab bulging during continuous casting. Applied Mathematical, and Physical Models in Iron and Steel Industry. Proceedings of the 3rd Process Technological Conference, Pittsburgh, PA, 28-31 March 1982. New York, 1982, pp. 264–270.
13. Zienkiewicz O., Taylor R. Finite element method: fifth edition. Butterworth and Heinemann, 2000, v. 1–3.
14. Duan H., Velay X., Sheppard T. Application of finite element method in the hot extrusion of aluminium alloys. Materials Science and Engineering A, 2004, v.369, pp. 66–75.

Поступила 26.03.2020; принята к публикации 29.04.2020; опубликована 25.06.2020
Submitted 26/03/2020; revised 29/04/2020; published 25/06/2020

Лехов Олег Степанович – д-р техн. наук, профессор кафедры
инжиниринга и профессионального обучения в машиностроении и металлургии,
Российский государственный профессионально-педагогический университет, Екатеринбург, Россия.
Email: MXLehov38@yandex.ru

Михалев Александр Викторович – канд. техн. наук, управляющий директор,
ОАО «Уральский трубный завод», Первоуральск, Россия. Email: mialex@trubprom.com

Билалов Дамир Харасович – канд. техн. наук, доцент кафедры инжиниринга и профессионального обучения в машиностроении и металлургии, Российский государственный профессионально-педагогический университет, Екатеринбург, Россия. Email: master_ddd@mail.ru

Oleg S. Lekhov – DrSc (Eng.), Professor
Russian State Vocational Pedagogical University, Yekaterinburg, Russia,
Email: MXLehov38@yandex.ru

Alexander V. Mikhalev – PhD (Eng.), Managing Director
JSC Urals Pipe Works, Pervouralsk, Russia. Email: mialex@trubprom.com

Damir Kh. Bilalov – PhD (Eng.), Associate Professor
Russian State Vocational Pedagogical University, Yekaterinburg, Russia. Email: master_ddd@mail.ru

СТРОИТЕЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И СТРОИТЕЛЬНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ В МЕТАЛЛУРГИИ
CONSTRUCTION MATERIALS AND CONSTRUCTION ENGINEERING IN METALLURGY

ISSN 1995-2732 (Print), 2412-9003 (Online)
УДК 622.2
DOI: 10.18503/1995-2732-2020-18-2-62-70

ВЛИЯНИЕ КРУПНОСТИ ЧАСТИЦ ОДНОРАЗМЕРНОЙ СЫПУЧЕЙ ЗЕРНИСТОЙ СРЕДЫ НА ПРОЧНОСТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Шабаев С.Н.

Кузбасский государственный технический университет имени Т.Ф. Горбачева, Кемерово, Россия

Аннотация. **Постановка задачи (актуальность работы):** в статье описаны особенности и результаты определения прочностных характеристик (угла внутреннего трения и удельного сцепления) сыпучих одноразмерных крупнозернистых сред, используемых для устройства карьерных автомобильных дорог. **Цель работы:** определение влияния размера частиц на угол внутреннего трения и удельное сцепление одноразмерных сыпучих зернистых сред. **Используемые методы:** применялись лабораторные методы определения прочностных характеристик с использованием сдвигового прибора одноплоскостного среза и усовершенствованной клиновой установки, реализующей метод косого среза. **Новизна:** к элементам новизны относится методика определения прочностных характеристик крупнозернистых сред с использованием усовершенствованной клиновой установки, что позволило установить наличие и зависимость удельного сцепления от крупности частиц. **Результат:** выявлено, что принципиальных отличий механических показателей, полученных как на сдвиговом приборе, так и на клиновой установке, нет, а значит, последняя может использоваться для определения прочностных характеристик сыпучих крупнозернистых сред. Установлено, что увеличение в два раза размера частиц однофракционной зернистой среды приводит не только к увеличению угла внутреннего трения приблизительно на два градуса, но также и удельного сцепления до 8 кПа. Однако рост удельного сцепления при размере частиц до 3 мм протекает по иному закону, чем при размере зерен свыше 3 мм. **Практическая значимость:** полученные данные позволят более обоснованно подходить к проектированию дорожных одежд со слоями из одноразмерных крупнозернистых сыпучих сред путем дополнительной оценки их сдвигоустойчивости, а также являются основой для разработки математической модели прогнозирования прочностных характеристик полифракционных зернистых материалов.

Ключевые слова: карьерные автомобильные дороги, угол внутреннего трения, удельное сцепление, зернистая среда, раздробленные горные породы, прочность.

© Шабаев С.Н., 2020

Для цитирования

Шабаев С.Н. Влияние крупности частиц одноразмерной сыпучей зернистой среды на прочностные характеристики // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2020. Т.18. №2. С. 62–70. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-62-70

Контент доступен под лицензией Creative Commons Attribution 4.0 License.
The content is available under Creative Commons Attribution 4.0 License.

INFLUENCE OF THE SIZE OF UNIFORMLY GRADED BULK MEDIA PARTICLES ON STRENGTH CHARACTERISTICS

Sergey N. Shabaev

T.F. Gorbachev Kuzbass State Technical University, Kemerovo, Russia

Abstract. **Problem Statement (Relevance):** The paper describes the features and results of determining the strength characteristics (angle of internal friction and specific cohesion) of uniformly graded bulk coarse-grained media used to construct open pit truck haul roads. **Objectives:** To determine the effect of a particle size on the angle of internal friction and the specific cohesion of uniformly graded bulk coarse-grained media. **Methods Applied:** Laboratory methods were applied to determine the strength characteristics using a direct shear apparatus and an improved oblique shear apparatus that implements the oblique cutting method. **Originality:** The novelty elements include a method for determining the strength characteristics of coarse-grained media using the improved oblique shear apparatus, which made it possible to establish the presence and dependence of specific cohesion on the particle size. **Findings:** It was revealed that there are no fundamental differences in mechanical performance obtained both with the direct shear device and the oblique shear apparatus, and, therefore, the latter can be used to determine the strength characteristics of bulk coarse-grained media. It was found that a twofold increase in the particle size of uniformly graded granular medium leads not only to an increase in the angle of internal friction by approximately two degrees, but also in specific cohesion up to 8 kPa. However, the increase in specific cohesion with a particle size of 3 mm or less proceeds according to a different law than with a grain size of over 3 mm. **Practical Relevance:** The data obtained will contribute to apply a more justified approach to the design of pavements with layers of uniformly graded bulk coarse-grained media by an additional assessment of their shear resistance, and serve as a basis for the development of a mathematical model for predicting the strength characteristics of polyfractional bulk materials.
Keywords: open pit truck haul roads, angle of internal friction, specific cohesion, bulk media, crushed rock, strength.

For citation

Shabaev S.N. Influence of the Size of Uniformly Graded Bulk Media Particles on Strength Characteristics. *Vestnik Magnitogorskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta im. G.I. Nosova* [Vestnik of Nosov Magnitogorsk State Technical University]. 2020, vol. 18, no. 2, pp. 62–70. https://doi.org/10.18503/1995-2732-2020-18-2-62-70

Введение

При строительстве карьерных автомобильных дорог одними из самых распространенных материалов для покрытий и оснований являются нерудные, к которым относят щебень, гравий, щебеночно-песчаные, гравийно-песчаные смеси, а также другие подобные крупнозернистые сыпучие среды, в том числе местные раздробленные горные породы. Для того чтобы дорожная одежда не разрушалась под действием кратковременных или длительных нагрузок из-за накапливания недопустимых остаточных деформаций формоизменения, производят расчет конструктивных слоев по условию сдвигоустойчивости. Однако в существующей методике расчета дорожных одежд расчет по сдвигоустойчивости производят только по подстилающему грунту и малосвязным конструктивным слоям, к которым относят песок. При этом понятно, что сыпучие крупнозернистые среды тоже относятся к малосвязным, и, следовательно, нужно обеспечивать их сдвигоустойчивость. Тем не менее, расчет по сдвигоустойчивости подобных сред не производится из-за необоснованного, на наш взгляд, утверждения о том, что они являются жесткими и сдвигоустойчивыми материалами (средами).

Если проанализировать работы в области устройства технологических дорог, то можно прийти к выводу о том, что в качестве основного критерия оценки несущей способности дорожной одежды выступает ее требуемый общий модуль упругости [1–5]. В связи с этим и требования, предъявляемые к подобным материалам, а также методы их контроля качества направлены, преимущественно, на оценку степени их уплотнения [4, 6–9], что, безусловно, является важным критерием, но явно недостаточным. При этом научных исследований, посвященных оценке прочностных свойств сыпучих крупнозернистых сред, явно не достаточно для того, чтобы можно было их прогнозировать или нормировать. Наиболее значимые результаты получены при исследовании применения крупнообломочных грунтов для решения задач, преимущественно, гидротехнического строительства, однако и они сильно различаются и часто противоречивы. Так, например, сведения, представленные в [10 и др.], свидетельствуют о том, что сопротивляемость сдвигу несвязных грунтов возрастает с увеличением размеров зерен, а в [11 и др.],

наоборот, говорится о том, что угол внутреннего трения от крупности частиц не зависит или даже несколько снижается. Кроме того, в приведенных результатах акцент был сделан именно на угол внутреннего трения, а удельное сцепление детально не рассматривалось. Данные по некоторым ранее опубликованным результатам исследований сведены в **табл. 1**.

Таблица 1. Результаты проведенных ранее исследований по определению прочностных характеристик сыпучих крупнозернистых сред / Table 1. Earlier studies on determining strength parameters of bulk coarse-grained media

Наименование зернистой среды	Средний (общий) размер частиц, мм	Угол внутреннего трения, град	Сцепление[1], кПа	Авторы
Гравий	6 (2–10)	37–45[2]	1–26	Васильева А.А. Михеев В.В. Лобанова Т.Л.
Щебень	0,75 (0,5–1)	37	50	Сунь Юй-ци
	2 (1–3)	49		
	4 (3–5)	60		
Щебень	70 (60–80)	48	-	Гордиенко Г.А. Фам-Ван-Винь
	35 (10–60)	40		
Щебень	2 (1–3)	37–44[2]	100	Рассказов Л.Н.
	4 (3–5)	40–46[2]		
	6 (5–7)	43–48[2]		
	8,5 (7–10)	46–50[2]		
Гравий	2 (1–3)	31–41[2]		
	4 (3–5)	34–43[2]		
	6 (5–7)	36–44[2]		
	8,5 (7–10)	39–46[2]		
Щебень	4 (3–5)	27	100	Пахомов О.А.
	7,5 (5–10)	29		
	15 (10–20)	32		
	30 (20–40)	34		
	50 (40–60)	36		
	70 (60–80)	38		
Щебень	26 (2–50)	47	Около 0	Петров Г.Н. Радченко В.Г. Рейфан Л.С.
	51 (2–100)	49		
	101 (2–200)	51		
Щебень	Любой	50–54[2]	-	Гордиенко П.И.
Щебень	Любой	35–46[2]	-	Roscol K.H., Schofiold A.N., Wroth C.R.
Щебень	Любой	51–53[2]	-	Алтайя С.М.

Примечания:

1. По мнению авторов, проводивших исследования: величина, подобная сцеплению в связных грунтах; кажущееся сцепление.

2. Диапазон значений обуславливает учет других факторов (пористости, коэффициента пористости), не обозначенных в таблице.

Таким образом, отсутствие достоверных сведений по прочностным характеристикам зернистых материалов не позволяет оценивать сдвигоустойчивость конструктивных слоев дорожной одежды карьерных автомобильных дорог, в связи с чем цель исследования заключается в определении влияния размера частиц на угол внутреннего трения и удельное сцепление однородных сыпучих зернистых сред.

Материалы и методы исследования

Для уточнения влияния крупности частиц сыпучей зернистой среды на прочностные характеристики был поставлен соответствующий лабораторный эксперимент. Испытания зернистой среды с размером фракций 0,315–0,63,

0,63–1,25, 1,25–2,5 и 2,5–5 мм проводили на сдвиговом приборе одноплоскостного среза ПСГ-3М (метод одноплоскостного среза) с внутренним диаметром обойм 71,4 мм, а с размером фракций 1,25–2,5, 2,5–5, 5–10, 10–20 мм также на усовершенствованной клиновой установке типа КУ-54, реализующей метод косого среза и имеющей внутренний диаметр обойм 149 мм для уменьшения влияния пристенного эффекта [12]. Характеристики испытываемых зернистых сред, состоящих из частиц угловатой формы, приведены в **табл. 2**. Для того чтобы уменьшить трение между отдельными частицами и достичь наибольшей плотности упаковки, сыпучая зернистая среда предварительно (за 2 ч до проведения испытания) увлажнялась до оптимального значения. За оптимальную влажность принималась та, при которой начинался процесс отжатия воды из слоя под действием уплотняющей нагрузки. С целью уменьшения влияния пористости (коэффициента пористости) на прочностные характеристики все образцы предварительно уплотнялись в одинаковых условиях для каждой установки. В ходе предварительных экспериментов было установлено, что во избежание возникновения шпоночного эффекта и получения стабильных результатов зазор между верхней и нижней обоймой должен составлять 0,3 от максимального размера частиц, входящих в состав сыпучей зернистой среды.

Таблица 2. Характеристики испытываемых зернистых сред / Table 2. Parameters of bulk media under test

Размер частиц, мм	Средний размер частиц, мм	Средняя плотность частиц, г/см^3	Расчетная оптимальная влажность, %
0,315–0,63	0,473	2,76	5,25
0,63–1,25	0,94		5,00
1,25–2,5	1,875		4,75
2,5–5	3,75		4,50
5–10	7,5		4,25
10–20	15		4,00

При проведении эксперимента на приборе одноплоскостного среза использовалась методика по ГОСТ 12248-2010 для условия консолидировано-дренированного среза со следующими изменениями. Сыпучая зернистая среда не зависимо от величины расчетного нормального давления в ходе отдельного испытания предварительно уплотнялась под давлением 333 кПа, при этом нагружение осуществлялось ступенями по 111 кПа с выдерживанием первых двух ступеней в течение 10 мин, а последней ступени – в течение 40 мин. Ступени горизонтальной нагрузки составляли 0,5–5% значения нормальной нагрузки (большие значения соответствуют первым ступеням нагружения, меньшие – последним ступеням нагружения).

Для проведения эксперимента с использованием клиновой установки, последняя была усовершенствована (**рис. 1**). Усовершенствованная клиновая установка состоит из винта осевого давления 1, кронштейна 4, динамометра или тензометрического датчика сжатия 15, переходника 7, пригруза 9, верхней обоймы 5, нижней обоймы 6, обжимного устройства 8, состоящего из двух полых полуцилиндров с ребрами жесткости и соединительными пластинами, днища 2 и каретки основания 3. Кронштейн 4 жестко связан с рамой 10, полуцилиндры обжимного устройства 8 соединены между собой посредством болтов 11, 13, 16, для обеспечения требуемого зазора между верхней и нижней обоймами предусмотрены регулировочные винты 12, 14. При проведении эксперимента нижнюю обойму устанавливали на днище, после чего поверх нее накладывали два полых полуцилиндра обжимного устройства, которые закрепляли болтовыми соединениями без затяжки. В дальнейшем устанавливали верхнюю обойму и за счет регулировочных винтов выставляли требуемый зазор между верхней и нижней обоймами. Далее болтовые соединения затягивали, в обоймы засыпали испытываемую зернистую среду приблизительно тремя равными слоями со штыкованием каждого слоя металлическим стержнем диаметром 12 мм за 20–30 нажимов, после чего на нее устанавливали пригруз, обеспечивающий давление 4 кПа, и весь собранный элемент перемещали на виброплощадку. Зернистую среду уплотняли на стандартной виброплощадке, обеспечивающей амплитуду колебаний 0,40±0,05 мм и частоту колебаний 48±3 Гц, в течение трех минут, после чего весь собранный элемент помещали на каретку, расположенную в основании рамы, под винт осевого давления. Полуцилиндры обжимного устройства снимали, на пригруз устанавливали тензометрический датчик сжатия, и винт осевого давления путем вращения доводили до соприкосновения с ним. В ходе проведения испытания винтом осевого давления передавалось усилие на зернистую среду не фиксируемыми ступенями, но с выдержкой каждой ступени до условной стабилизации, что больше соответствовало условию консолидировано-дренированного среза, при этом определялась остаточная прочность, а не пиковая. Момент сдвига фиксировался по максимальной массе, которую показывал тензометрический датчик

сжатия 5HR052, подключенный к системе мониторинга «ТЕРЕМ 4.0», после условной стабилизации. При этом масса пригруза и тензометрического датчика учитывали путем добавления к массе, фиксируемой тензометрическим датчиком, их собственных масс. Предварительную калибровку тензометрического датчика осуществляли с использованием прошедшей поверку аттестованной машины для испытания на сжатие «ИП-1А-1000».

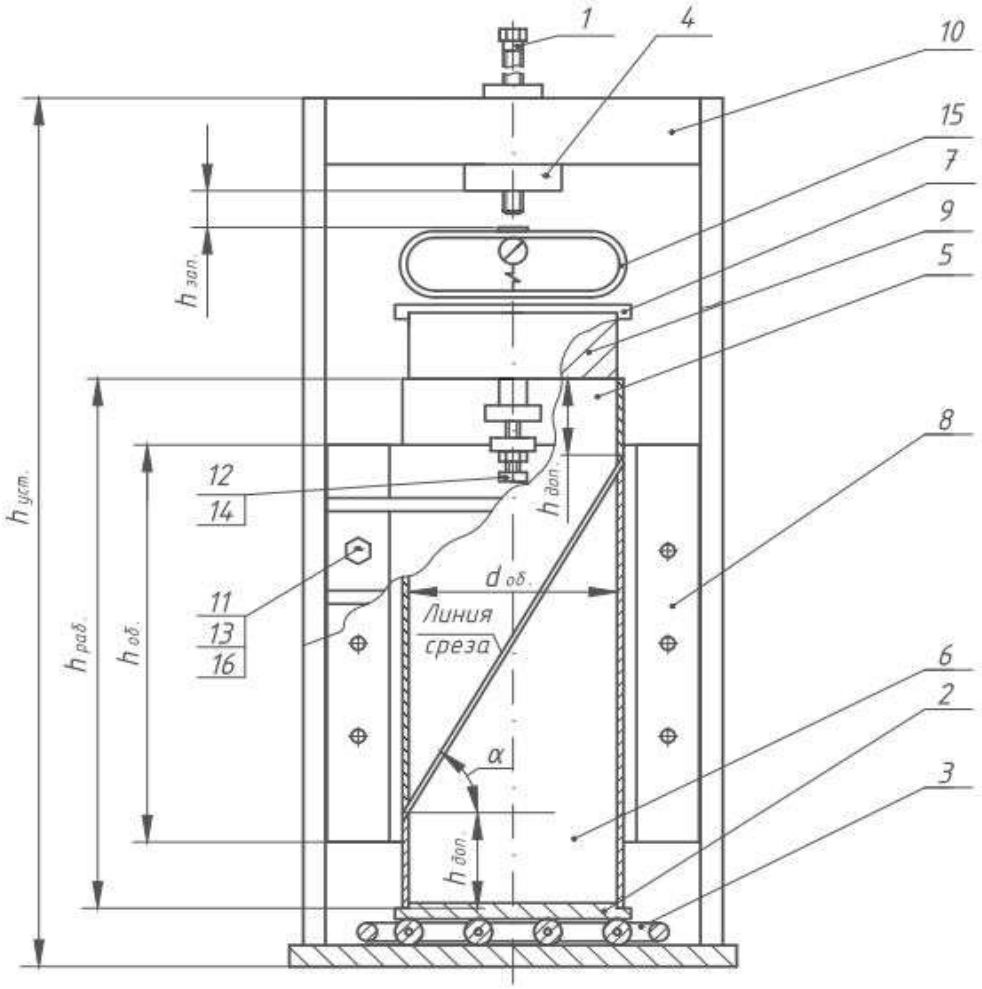


Рис. 1. Схема усовершенствованной клиновой установки / Fig. 1. Diagram of the improved oblique shear apparatus

В ходе предварительных экспериментов с использованием усовершенствованной клиновой установки было отмечено, что при повторении одного и того же опыта результаты могут иметь достаточно большое отклонение от средневзвешенного значения или даже являться грубой ошибкой. В связи с этим все предварительные результаты были обработаны с использованием критерия согласия Стьюдента и Диксона, на основании которых было установлено, что для обеспечения доверительного интервала измеряемой величины ± 10 % от средневзвешенного значения при доверительной вероятности 90% с учетом возможных промахов необходимо было провести не менее 5 повторений.

При обработке результатов испытаний, полученных с использованием усовершенствованной клиновой установки, величины действующего нормального давления (σ) и предельного сопротивления зернистой среды сдвигу (τ) определялись по зависимостям:

$$\sigma = \frac{4 \cdot F \cdot \cos^2 \alpha}{\pi \cdot d^2};$$

$$\tau = \frac{4 \cdot F \cdot \sin \alpha \cdot \cos \alpha}{\pi \cdot d^2},$$

где F – предельная разрушающая нагрузка, Н;
α – угол наклона поверхности сдвига;
d – внутренний диаметр обойм, м.

Результаты исследований и их обсуждение

Результаты проведенных экспериментов представлены в **табл. 3**. Графики зависимости предельного сопротивления сдвигу зернистых сред различной крупности, полученных по результатам испытаний на сдвиговом приборе одноплоскостного среза и усовершенствованной клиновой установке, представлены на **рис. 2**. Коэффициент детерминации зависимостей составляет от 0,9937 до 0,9999, что свидетельствует о наличии функциональной связи между рассматриваемыми величинами и подтверждает обоснованность применения теории прочности Кулона для обработки результатов исследований.

Таблица 3. Результаты эксперимента по определению предельного сдвигающего усилия / предельной разрушающей нагрузки для различных по крупности зернистых сред на приборе одноплоскостного среза / усовершенствованной клиновой установке
Table 3. Experiment on determining ultimate shear force/ ultimate breaking load for bulk media varying in the grain size by applying the direct shear apparatus / improved oblique shear apparatus

Размер частиц, мм	Нормальное давление, кПа / угол наклона поверхности сдвига, град	Площадь поверхности сдвига, м^2: прибор одноплоскостного среза / клиновая установка	Значение предельного сдвигающего усилия / предельной разрушающей нагрузки, кН
0,63–0,315	226 / -	0,004	0,647 / -
	119 / -		0,343 / -
	65 / -		0,196 / -
	33 / -		0,099 / -
0,63–1,25	226 / -	0,004	0,706 / -
	119 / -		0,363 / -
	65 / -		0,226 / -
	33 / -		0,113 / -
1,25–2,5	226 / 40,23	0,004 / 0,0228	0,785 / 10,44
	119 / 42,53	0,004 / 0,0236	0,441 / 3,65
	65 / 45,27	0,004 / 0,0247	0,235 / 0,83
	33 / -	0,004 / -	0,137 / -
2,5–5	226 / 42,53	0,004 / 0,0236	0,863 / 12,33
	119 / 45,27	0,004 / 0,0247	0,490 / 5,47
	65 / 47,58	0,004 / 0,0258	0,255 / 1,47
	33 / -	0,004 / -	0,196 / -
5–10	- / 45,27	- / 0,0247	- / 16,26
	- / 47,58	- / 0,0258	- / 9,62
	- / 50,22	- / 0,0272	- / 3,08
10–20	- / 47,58	- / 0,0258	- / 16,21
	- / 50,22	- / 0,0272	- / 8,63
	- / 52,60	- / 0,0286	- / 4,27

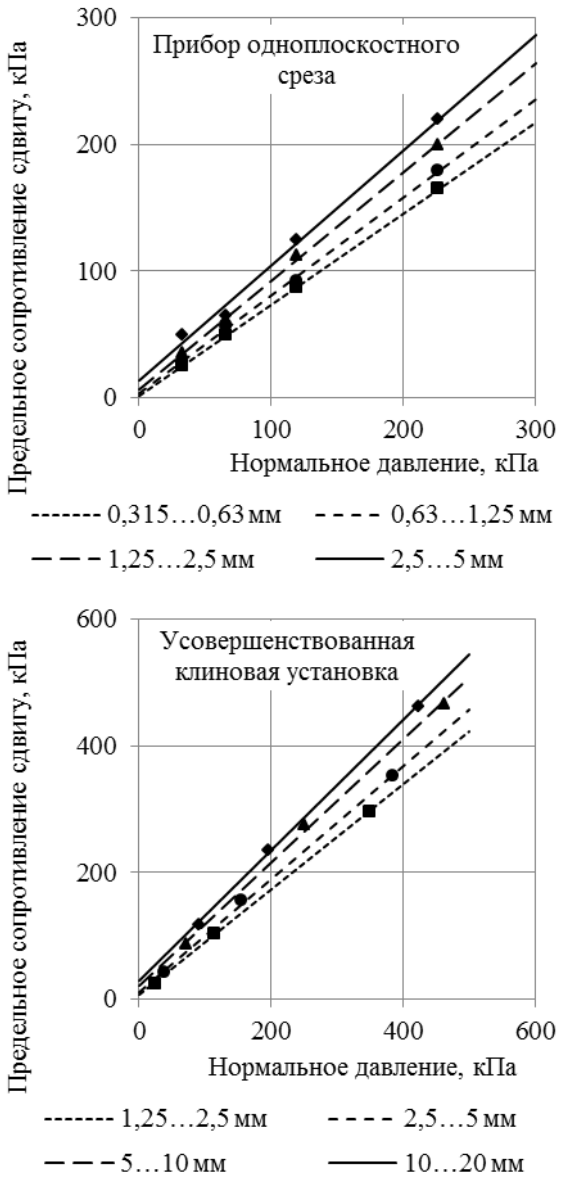


Рис. 2. Зависимости предельного сопротивления сдвигу зернистых сред от крупности частиц, полученных по результатам испытаний на приборе одноплоскостного среза и усовершенствованной клиновой установке

Fig. 2. Relations between ultimate shear resistance and a particle size based on the tests using the direct shear apparatus and the improved oblique shear apparatus

Полученные зависимости позволили определить влияние крупности частиц зернистой среды на угол внутреннего трения и удельное сцепление (**рис. 3**). Уравнения зависимостей имеют вид:

$$\phi = 2{,}93 \cdot \ln(D) + 38; \qquad (1)$$

$$C = \begin{cases} 3{,}933 \cdot D^{0{,}933}, \text{ при } D \le 3 \text{ мм}, \\ 10{,}81 \cdot \ln(D) - 0{,}9, \text{ при } D > 3 \text{ мм}, \end{cases} \qquad (2)$$

где ϕ – угол внутреннего трения, град; C – удельное сцепление, кПа; D – размер частиц зернистой среды, мм.

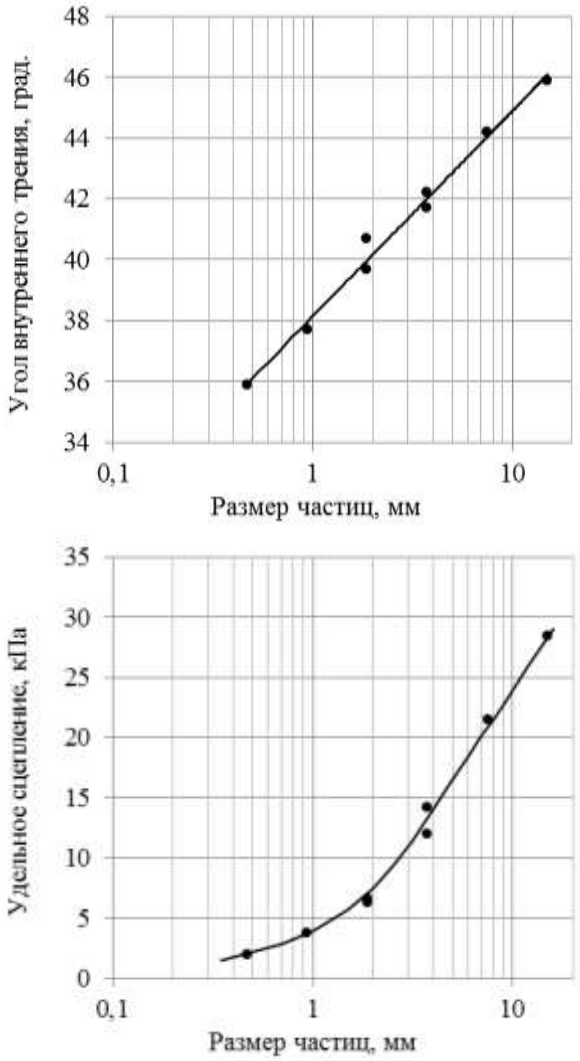


Рис. 3. Зависимости угла внутреннего трения и удельного сцепления зернистых сред от крупности частиц

Fig. 3. Relations between the angle of internal friction and the particle size

Коэффициент детерминации зависимости (1) составляет 0,9886, а зависимости (2) – 0,9904, что свидетельствует об очень тесной связи между рассматриваемыми величинами. Сопоставляя значения угла внутреннего трения по полученной математической модели (1) с результатами ранее проведенных исследований (см. **табл. 1**),

можно сказать, что общая тенденция, заключающаяся в увеличении угла внутреннего трения на 2–3 град при увеличении среднего размера частиц в 2 раза, сохраняется. По абсолютным значениям результаты значительно выше, чем по Пахомову О.А., немного ниже, чем по Рассказову Л.Н., и немного выше, чем по Радченко Г.А. и Фам-Ван-Винь, а также практически полностью совпали с Петровым Г.Н., Радченко В.Г. и Рейфан Л.С. Что касается удельного сцепления, то уравнение (2), на наш взгляд, вполне обосновано отражает связь данного параметра с крупностью частиц, так как с увеличением размера зерен возрастает величина превышений (препятствий), которые необходимо преодолеть отдельными обломками, чтобы произошел их сдвиг.

Заключение

По результатам выполненных исследований можно сделать следующие выводы:

1. Несмотря на то, что клиновая установка, при помощи которой реализуется метод косого среза, не внесена в нормативную базу испытательного оборудования для определения прочностных характеристик крупнозернистых сред, при ее доработке, позволяющей уплотнять испытываемую среду, она дает результаты, сопоставимые с результатами, получаемыми на приборе одноплоскостного среза.

2. Зернистые среды имеют тем больший угол внутреннего трения, чем они крупнее. При этом трудно согласиться с мнениями отдельных ученых о том, что увеличение размера частиц свыше 20–30 мм практически не влияет на рост сопротивления сдвигу, а тем более с выводами тех исследователей, которые утверждают, что размер частиц зернистой среды вообще не оказывает никакого влияния на данную прочностную характеристику. Высказывания первых, скорее всего, основаны на визуальном восприятии графиков зависимости угла внутреннего трения (или предельного сопротивления сдвигу) от размера частиц, построенных в обычных декартовых координатах, где действительно данные зависимости с ростом крупности обломков постепенно переходят в слабонаклонную относительно оси абсцисс кривую. Заключения вторых, возможно, ошибочны из-за недоучета некоторых факторов, влияющих на прочностные характеристики.

3. Зернистые среды не просто обладают неким кажущимся сцеплением, а вполне реальным удельным сцеплением, вызванным структурным зацеплением частиц, при этом оно увеличивается приблизительно на 8 кПа с повышением их размера в два раза в случае, если размер частиц крупнее 2 мм. Если зерна мельче 2 мм, то удельное сцепление относительно низкое, не превышает 10 кПа и достаточно трудно определяется в связи со значительным влиянием погрешности эксперимента на его значение.

Полученные результаты позволяют при проектировании дорожных одежд карьерных автомобильных дорог оценивать сдвигоустойчивость конструктивных слоев из одноразмерных крупнозернистых сыпучих сред, имеющих коэффициент неоднородности меньше 2. Это обусловлено и тем, что достигнутая в ходе эксперимента плотность упаковки частиц, составляющая в среднем около 0,59, несколько ниже максимальной [13], а значит, реально достигается в построечных условиях в ходе уплотнения материала. Если крупнозернистые материалы будут представлять собой полифракционную среду, то их прочностные характеристики не могут быть определены по найденным законам, однако они являются необходимым условием для дальнейшей разработки математических моделей, прогнозирующих угол внутреннего трения и удельное сцепление разнозернистых сред.

Список литературы

1. Колчанов А.Г. О требуемой прочности дорожных конструкций для карьерных автосамосвалов // Горный журнал. 1987. № 6. С. 16–18.
2. Богомолов С.В. Выбор оптимальных параметров карьерных автомобильных дорог // Повышение эффективности дорожного строительства в условиях Сибири. Кемерово: КузПИ, 1991. С. 127–132.
3. Колчанов А.Г. Проектирование карьерных дорог // Горная промышленность. 2010. № 6. С. 56–59.
4. Арефьев С.А. Экспериментальная оценка зависимости качества дорожных одежд от уплотнения их карьерными автосамосвалами // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2015. № 2. С. 5–11.
5. Арефьев С.А. Обоснование конструкции дорожных одежд, предназначенных для автосамосвалов большой грузоподъемности // Естественные и технические науки. 2015. № 1. С. 38–39.
6. Solovyev G.V., Vatchnadze K.I. Improving of Performance Characteristics During Mechanical Stabilization of Quarry Haul Roads with Stiff Polymeric Tensar Triax Hexagonal Geogrid // Procedia Engineering. 2017, vol. 189, pp. 666–672.

7. Sara L. Jackson. Dusty roads and disconnections: Perceptions of dust from unpaved mining roads in Mongolia's South Gobi province // Geoforum. 2015, vol. 66, pp. 94–105.
8. Chernobai V.I. Development and characterization of formulation of dust-suppressant used for stope road in open-pit mines // Journal of Coal Science and Engineering (China). 2013 (June), vol. 19, iss. 2, pp. 219–225.
9. Moldovan D.V. The rock pile quality control during the blasting operations at the construction materials open-cast mines // Journal of Industrial Pollution Control. 2017, vol. 33, iss. 1, pp. 1007–1012.
10. Васильева А.А., Михеев В.В., Лобанова Т.Л. О зависимости прочностных свойств гравийных грунтов от вида и состояния песчаного заполнителя пор // Основания, фундаменты и механика грунтов. 1971. № 3. С. 9–11.
11. Гордиенко П.И. Некоторые вопросы проектирования высоких каменно-земляных плотин // Сб. трудов МИСИ им. В. В. Куйбышева. 1960. № 32. С. 32–34.
12. Бондарев В.Г. Математическое моделирование пристенного эффекта в случайных упаковках систем частиц // Современные тенденции развития науки и технологий. 2015. № 2-1. С. 12–15.
13. Shabaev S.N., Ivanov S.A., Martel N.A. The Development of Theoretical Basis of Mathematical Model of Crushed Rock Particle-Particle Packing // E3S Web of Conferences. IVth International Innovative Mining Symposium. Volume 105. 2019. Article 01028. doi: https://doi.org/10.1051/e3sconf/201910501028.

References

1. Kolchanov A.G. On the required strength of road structures for mining dump trucks. *Gorny zhurnal* [Mining Journal], 1987, no. 6, pp. 16–18. (In Russ.)
2. Bogomolov S.V. Choice of optimal parameters for open pit truck haul roads. *Povyshenie effektivnosti dorozhnogo stroitelstva v usloviyakh Sibiri* [Increasing efficiency of road construction in Siberia]. Kemerovo: KuzPI, 1991, pp. 127–132. (In Russ.)
3. Kolchanov A.G. Design of open pit truck haul roads. *Gornaya promyshlennost* [Mining Industry], 2010, no. 6, pp. 56–59. (In Russ.)
4. Arefiev S.A. Experimental evaluation of dependence of pavement characteristics in quarries on the compaction of roads with open pit dump trucks. *Vestnik Magnitogorskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta im. G.I. Nosova* [Vestnik of Nosov Magnitogorsk State Technical University], 2015, no. 2, pp. 5–11. (In Russ.)
5. Arefiev S.A. Justification of the quarry road pavement structures designed for heavy-duty dump trucks. *Estestvennye i tekhnicheskie nauki* [Natural and Technical Sciences], 2015, no. 1, pp. 38–39. (In Russ.)
6. Solovyev G.V., Vatchnadze K.I. Improving of performance characteristics during mechanical stabilization of quarry haul roads with stiff polymeric Tensar TriAx hexagonal geogrid. Procedia Engineering, 2017, vol. 189, pp. 666–672.
7. Sara L. Jackson. Dusty roads and disconnections: Perceptions of dust from unpaved mining roads in Mongolia's South Gobi province. Geoforum, 2015, vol. 66, pp. 94–105.
8. Chernobai V.I. Development and characterization of formulation of dust-suppressant used for stope road in open-pit mines. Journal of Coal Science and Engineering (China), 2013 (June), vol. 19, iss. 2, pp. 219–225.
9. Moldovan D.V. The rock pile quality control during the blasting operations at the construction materials open-cast mines. Journal of Industrial Pollution Control, 2017, vol. 33, iss. 1, pp. 1007–1012.
10. Vasilieva A.A., Mikheev V.V., Lobanova T.L. On the dependence of the strength properties of gravel soils on the type and condition of sand pore aggregate. *Osnovaniya, fundamenty i mekhanika gruntov* [Soil Mechanics and Foundation Engineering], 1971, no. 3, pp. 9–11. (In Russ.)
11. Gordienko P.I. Some design issues of high earth and rock-fill dams. *Sbornik trudov MISI im. V. V. Kuibysheva* [Proceedings of Kuibyshev Moscow Civil Engineering Institute], 1960, no. 32, pp. 32–34. (In Russ.)
12. Bondarev V.G. Mathematical modeling of the wall effect in random packing of particle systems. *Sovremennyye tendentsii razvitiya nauki i tekhnologiy* [Current trends in the development of science and technologies], 2015, no. 2-1, pp. 12–15. (In Russ.)
13. Shabaev S.N., Ivanov S.A., Martel N.A. The development of theoretical basis of mathematical model of crushed rock particle-particle packing. E3S Web of Conferences. 4th International Innovative Mining Symposium. Volume 105, 2019, Article 01028. doi: https://doi.org/10.1051/e3sconf/201910501028.

Поступила 13.04.2020; принята к публикации 21.05.2020; опубликована 25.06.2020
Submitted 13/04/2020; revised 21/05/2020; published 25/06/2020

Шабаев Сергей Николаевич – канд. техн. наук, доц.,
зав. кафедрой автомобильных дорог и городского кадастра,
Кузбасский государственный технический университет им. Т.Ф. Горбачева, Кемерово, Россия.
Email: shsn-22@mail.ru. ORCID 0000-0002-2059-6169

Sergey N. Shabaev – PhD (Eng.), Associate Professor, Head of the Department of Motor Roads and City Cadaster, Gorbachev Kuzbass State Technical University, Kemerovo, Russia. Email: shsn-22@mail.ru