



(51) МПК

*C22B 9/10* (2006.01)*C22C 1/06* (2006.01)*C22B 21/06* (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2006123011/02, 28.06.2006

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
28.06.2006

(45) Опубликовано: 27.02.2008 Бюл. № 6

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: ФИЛИППОВ С.В., КОЛОСКОВ В.Ф. Опыт применения комбинированных флюсов. - Прогрессивные литейные технологии: Труды III Междунар. научн.-практ. конф. - Москва, МИСиС, 2005, с.242-246. SU 1721110 A1 23.03.1990. SU 1705384 A1 15.01.1992. RU 2177048 C1 20.12.2001. RU 2112065 C1 27.05.1998. KR 20040037266 A 06.05.2004. JP 2002194453 A 10.07.2002.

Адрес для переписки:

119991, Москва, Ленинский пр-кт, 49, Институт  
металлургии и материаловедения им. А.А.  
Байкова РАН

(72) Автор(ы):

Панфилов Александр Васильевич (RU),  
Бранчуков Дмитрий Николаевич (RU),  
Панфилов Алексей Александрович (RU),  
Панфилов Александр Александрович (RU),  
Петрунин Алексей Валерьевич (RU),  
Чернышова Татьяна Александровна (RU),  
Калашников Игорь Евгеньевич (RU),  
Кобелева Любовь Ивановна (RU),  
Болотова Людмила Константиновна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Институт металлургии и материаловедения им.  
А.А. Байкова РАН (RU)

## (54) СПОСОБ РАФИНИРОВАНИЯ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ

(57) Реферат:

Способ рафинирования алюминиевых сплавов включает обработку расплава флюсом, содержащим хлориды, фториды и огнеупорные наполнители в виде дисперсных частиц тугоплавких оксидов алюминия и кремния, при этом флюс замешивают в сплав, находящийся в твердожидком состоянии, а затем нагревают его до температуры 720-730°C. В качестве основного

рафинирующего реагента во флюсе используется диоксид кремния  $\text{SiO}_2$  или метакаолинит  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  при следующем соотношении компонентов, вес. %: KCl 1,9-9,4, NaCl 1,2-6,0,  $\text{Na}_3\text{AlF}_6$  0,9-4,6,  $\text{SiO}_2$  или  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  - остальное. Обеспечивается повышенная рафинирующая способность, низкая себестоимость и экологическая безопасность. 1 з.п. ф-лы, 1 табл.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,  
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

*C22B 9/10* (2006.01)*C22C 1/06* (2006.01)*C22B 21/06* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2006123011/02, 28.06.2006**(24) Effective date for property rights: **28.06.2006**(45) Date of publication: **27.02.2008 Bull. 6**

Mail address:

**119991, Moskva, Leninskij pr-kt, 49, Institut  
metallurgii i materialovedenija im. A.A. Bajkova RAN**

(72) Inventor(s):

**Panfilov Aleksandr Vasil'evich (RU),  
Branchukov Dmitrij Nikolaevich (RU),  
Panfilov Aleksej Aleksandrovich (RU),  
Panfilov Aleksandr Aleksandrovich (RU),  
Petrunin Aleksej Valer'evich (RU),  
Chernyshova Tat'jana Aleksandrovna (RU),  
Kalashnikov Igor' Evgen'evich (RU),  
Kobeleva Ljubov' Ivanovna (RU),  
Bolotova Ljudmila Konstantinovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Institut metallurgii i materialovedenija im.  
A.A. Bajkova RAN (RU)**

**(54) METHOD OF REFINEMENT OF THE ALUMINUM ALLOYS**

(57) Abstract:

FIELD: nonferrous metallurgy industry; other industries; ecological protection; methods of refinement of aluminum alloys.

SUBSTANCE: the invention is pertaining to the method of refinement of aluminum alloys. The method includes treatment of the molten bath with the flux containing chlorides, fluorides and the refractory filling agents in the form of the dispersion particles of the refractory aluminum and silicon oxides. At that the flux is admixed in the alloy, which is in the solid-liquid state, and then it is heated up to the temperature of 720-

730°C. In the capacity of the basic refinement reactant in the flux is used silicon dioxide  $\text{SiO}_2$  or the metakaolinite  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  at the following components ratio (in mass %): KCl - 1.9-9.4, NaCl - 1.2-6.0,  $\text{Na}_3\text{AlF}_6$  - 0.9-4.6,  $\text{SiO}_2$  or -  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  - the rest. The invention ensures the ecological protection, the heightened refinement capability, the low net cost.

EFFECT: the invention ensures the ecological protection, the heightened refinement capability, the low net cost.

2 cl, 1 tbl, 5 ex

Изобретение относится к металлургии цветных металлов, в частности к способам рафинирования алюминиевых сплавов от газов, окислов и других неметаллических включений, и может быть использовано в металлургии вторичных цветных металлов при производстве алюминиевых сплавов.

5 Наиболее распространенным способом рафинирования алюминиевых сплавов является рафинирование при помощи флюсов, содержащих соли фтора и хлора. Несмотря на свою широкую распространенность, ближайшие аналоги обладают общим недостатком - невозможностью обеспечения равномерного распределения рафинирующих реагентов по

10 Кроме того, большинство таких флюсов экологически небезопасны. Известен способ рафинирования с использованием флюсов, содержащих криолит, фторидные и хлоридные соли: NaF 25-38 вес.%;  $\text{Na}_3\text{AlF}_6$  25-37 вес.%; NaCl - остальное [А.с. 834179, С22С 1/06, С22В 9/10. Флюс для активного фильтра Б.А. Иванов, Г.Н. Чирков, А.С. Кауфман, В.В. Хлынов, Е.А. Шуликов, 16.07.1979]. Недостатком способа является то, что использование

15 Известен способ рафинирования алюминиевых сплавов от железа [А.с.1161575, С22С 1/06, С22В 9/10. Способ рафинирования алюминиевых сплавов от железа. А.М. Апанасенко, И.П. Иванов, М.Я. Гендельман, 19.12.1983], включающий обработку расплава рафинирующим реагентом с последующим отделением соединений железа фильтрацией, отличающийся тем, что в качестве основного рафинирующего реагента используют смесь, содержащую 10-70% оксидов алюминия, кремния и магния в количестве 0,8-1,6 вес.ч. оксида на тонну вес.ч. железа в расплаве. Смесь помещают на поверхность расплава, выдерживают расплав в течение 20-30 мин до отстаивания частиц и фильтрацию расплава осуществляют через образовавшийся на подине слой, состоящий из смеси оксидов и

25 интерметаллидов  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ . Недостаток данного способа заключается в том, что частицы рафинирующей смеси, находясь на поверхности расплава, покрываются окисной пленкой оксида алюминия, из-за чего не полностью вступают в реакцию с расплавом. Также недостатком являются повышенные энергозатраты при выдержке расплава в течение 25-30 мин под рафинирующим реагентом.

30 Известен способ, в котором флюс для обработки алюминия и алюминиево-кремниевых сплавов содержит оксиды титана, бора, кальция, калия, натрия и кремния [А.с. 955706, С22В 9/10. Флюс для обработки алюминия и алюминиево-кремниевых сплавов. Ю.Н. Степанов, А.И. Конягин, В.П. Ивченков и др., 03.12.1980]. Целью обработки является улучшение механических характеристик сплава за счет защиты его от воздействия

35 окружающей среды, модифицирования эвтектики и рафинирования от неметаллических включений. Поставленная цель достигается тем, что флюс содержит указанные компоненты в следующем соотношении, вес. %: диоксид титана 0,5-4,0; оксид бора 30-40; оксид кальция 0,5-4,0; оксид калия 15-22; оксид кремния 15-23; оксид натрия - остальное. Недостатком данного способа является невозможность обеспечения равномерного распределения флюса по объему расплава, что снижает его рафинирующую способность.

40 Наиболее близким аналогом (прототипом) к предлагаемому изобретению является способ рафинирования с использованием комбинированных флюсов. Комбинированный флюс состоит из 20-40% солевого флюса, применяемого по технологии серийной плавки, а

45 60-80% его массы заменяют другими технологическими добавками с целью усилить защитные, рафинирующие свойства флюса и его экологичность, улучшить температурный режим плавки. Технологическими добавками являются вещества, состоящие из оксидов  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ , MgO и др., т.е. огнеупорные и теплоизоляционные материалы, например молотый шамот, вспученные перлит, вермикулит и т.п. [С.В. Филиппов, В.Ф. Колосков.

50 Опыт применения комбинированных флюсов. - Прогрессивные литейные технологии: Труды III Междунар. науч.-практ. конф. - М.: МИСиС, 2005. - С.242-246]. Комбинированный флюс - порошкообразная, сыпучая масса, которая, равномерно покрывая зеркало расплава сравнительно толстым слоем, предохраняет его от контакта с

атмосферой цеха и испарения компонентов, как сплава, так и флюса. Ввиду того, что флюс наносится на зеркало расплава, данный способ рафинирования обладает недостатком, связанным с тем, что при последующем дроблении флюса и замешивании его в расплав не удается равномерно распределить рафинирующие реагенты во всем объеме расплава, что существенно снижает рафинирующую способность флюса.

Задачей предлагаемого изобретения является создание способа рафинирования, отличающегося повышенной рафинирующей способностью, низкой себестоимостью и экологической безопасностью. Этот технический результат достигается тем, что при рафинировании алюминиевых сплавов, включающем обработку расплава флюсом, содержащим хлориды, фториды и огнеупорные наполнители в виде дисперсных частиц тугоплавких оксидов алюминия и кремния, флюс замешивают в расплав, находящийся в твердожидком состоянии, а затем нагревают его до температуры 720-730°C, т.е. выше ликвидуса, при следующем соотношении компонентов флюса, вес. %: KCl 1,9-9,4; NaCl 1,2-6,0; Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub> 0,9-4,6; оксиды Al и Si - остальное. От ближайшего прототипа предлагаемый способ рафинирования отличается тем, что содержание дисперсных тугоплавких частиц оксидов Al и Si в составе флюса достигает 80-96 вес. %, а также самой технологией рафинирования. Для реализации предлагаемого способа рафинирования разработана технология введения рафинирующих средств в сплав. Рафинирующую смесь, перемешивая, вводят в сплав, нагретый до температур в интервале ликвидус-солидус, т.е. находящийся в твердожидком состоянии, что и обеспечивает равномерное распределение реагентов в сплаве. При последующем повышении температуры до 720-730°C происходит активное взаимодействие флюса с расплавом, в результате которого частицы рафинирующего реагента всплывают на поверхность, адсорбируя при этом находящиеся в расплаве газы, окислы и др. неметаллические включения. Дисперсные частицы тугоплавких оксидов алюминия и кремния вводят в состав флюса в виде SiO<sub>2</sub> или метакаолинита Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·2SiO<sub>2</sub> (прокаленного при t=550-600°C каолинита Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·2SiO<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O для удаления конституционной влаги).

#### ПРИМЕР 1:

Рафинирование сплава АК12 (ГОСТ 1583-93) стандартным рафинирующим флюсом при 720-730°C. Состав флюса, вес. %:

KCl	47
NaCl	30
Na <sub>3</sub> AlF <sub>6</sub>	23

Длительность выдержки расплава под флюсом 30 мин.

#### ПРИМЕР 2:

Рафинирование сплава АК12 по предлагаемому способу комбинированным флюсом состава, вес. %:

KCl	1,9
NaCl	1,2
Na <sub>3</sub> AlF <sub>6</sub>	0,9
SiO <sub>2</sub>	96

При рафинировании сплава АК12 рафинирующий флюс вводили в количестве 2,5% от массы сплава. Замешивание флюса осуществляли в интервале температур ликвидус - солидус (T=570-575°C). При последующем нагревании расплава до 730°C флюс взаимодействовал с расплавом с экзотермическим эффектом. С поверхности расплава снимали шлаки и отливали стандартные образцы по ГОСТ 1583-93 для последующих механических испытаний.

Длительность выдержки расплава под флюсом 15-20 мин.

#### ПРИМЕР 3:

Рафинирование сплава АК12 по предлагаемому способу комбинированным флюсом состава, вес. %:

KCl	1,9
-----	-----

NaCl	1,2
Na <sub>3</sub> AlF <sub>6</sub>	0,9
Метакаолинит Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·2SiO <sub>2</sub>	96

5 Рафинирование осуществляли аналогично способу, описанному в примере 2.  
Длительность выдержки расплава под флюсом 15-20 мин.

ПРИМЕР 4:

Рафинирование сплава АК12 по предлагаемому способу комбинированным флюсом  
состава, вес. %:

10	KCl	9,4
	NaCl	6,0
	Na <sub>3</sub> AlF <sub>6</sub>	4,6
	SiO <sub>2</sub>	80

15 Рафинирование осуществляли аналогично способу, описанному в примере 2.  
Длительность выдержки расплава под флюсом 15-20 мин.

ПРИМЕР 5:

Рафинирование сплава АК12 по предлагаемому способу комбинированным флюсом  
состава, вес. %:

20	KCl	9,4
	NaCl	6,0
	Na <sub>3</sub> AlF <sub>6</sub>	4,6
	Метакаолинит Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·2SiO <sub>2</sub>	80

25 Рафинирование осуществляли аналогично способу, описанному в примере 2.  
Длительность выдержки расплава под флюсом 15-20 мин.

Уменьшение в составе флюса огнеупорной составляющей менее 80% и увеличение количества солей не усиливает рафинирующей способности флюса, но отрицательно  
воздействует на стенки тигля, футеровку печи и ухудшает экологическую обстановку в  
цехе. С другой стороны, уменьшение в составе флюса солевой составляющей менее 4%  
увеличивает прямые потери металла со шлаком, т.к. не обеспечивает эффективного  
30 разделения металла и шлака. Этим и определяются граничные значения содержания  
огнеупорных наполнителей - тугоплавких оксидов алюминия и кремния (80-96 вес.%) и  
солевых составляющих (20-4 вес.%).

Эффективность рафинирования сплава комбинированными флюсами оценивали по  
механическим свойствам сплава - временному сопротивлению разрыву  $\sigma_B$ , МПа, и  
35 относительному удлинению  $\delta$ , %. Результаты механических испытаний приведены в  
таблице 1.

Таблица 1.			
№	Способ рафинирования (состав флюса в вес.%)	Временное сопротивление разрыву $\sigma_B$ , МПа	Относительное удлинение $\delta$ , %
40	1 Рафинирование стандартным рафинирующим флюсом (47% KCl, 30% NaCl, 23% Na <sub>3</sub> AlF <sub>6</sub> ) при 720-730°C	190	4,2
	2 Рафинирование комбинированным флюсом (1,9% KCl, 1,2% NaCl, 0,9% Na <sub>3</sub> AlF <sub>6</sub> , 96% SiO <sub>2</sub> )	203	5,5
	3 Рафинирование комбинированным флюсом (1,9% KCl, 1,2% NaCl, 0,9% Na <sub>3</sub> AlF <sub>6</sub> , 96% метакаолинит)	202	5,5
45	4 Рафинирование комбинированным флюсом (9.4% KCl, 6.0% NaCl, 4.69% Na <sub>3</sub> AlF <sub>6</sub> , 80% SiO <sub>2</sub> )	208	6,0
	5 Рафинирование комбинированным флюсом (9.4% KCl, 6.0% NaCl, 4.69% Na <sub>3</sub> AlF <sub>6</sub> , 80% метакаолинит)	210	6,5

50 Результаты испытаний показывают, что при использовании комбинированных флюсов,  
заявленных в изобретении, существенно повышается эффективность процесса  
рафинирования алюминиевых сплавов, что приводит к повышению их механических  
свойств. За счет сокращения длительности выдержки расплава под флюсом снижаются  
энергозатраты или себестоимость рафинирования. Уменьшение содержания солевых  
составляющих во флюсе ( $\leq 20$  вес.%) способствует повышению экологической

безопасности.

#### Формула изобретения

5 1. Способ рафинирования алюминиевых сплавов, включающий обработку расплава флюсом, содержащим хлориды, фториды и огнеупорные наполнители в виде дисперсных частиц тугоплавких оксидов алюминия и кремния, отличающийся тем, что флюс замешивают в сплав, находящийся в твердожидком состоянии, а затем нагревают его до температуры 720-730°C.

10 2. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве основного рафинирующего реагента во флюсе используют диоксид кремния  $\text{SiO}_2$  или метакаолинит  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  при следующем соотношении компонентов, вес. %:

KCl	1,9-9,4
NaCl	1,2-6,0
$\text{Na}_3\text{AlF}_6$	0,9-4,6
$\text{SiO}_2$ или $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$	остальное

15

20

25

30

35

40

45

50