

УДК 669.331

А. Н. СМИРНОВ* (д-р техн. наук, проф.), **Ю. Д. САВЕНКОВ****,
М. В. ЕПИШЕВ***, **В. В. БУРЛАКА*****

* - ГВУЗ «Донецкий национальный технический университет»,

** - ОАО «АЗОЦМ»,

*** - Приазовский государственный технический университет

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЯЗКОСТИ РАСПЛАВОВ МЕДИ ОГНЕВОГО РАФИНИРОВАНИЯ НА УСОВЕРШЕНСТВОВАННОМ ВИСКОЗИМЕТРЕ С АВТОМАТИЧЕСКОЙ РЕГИСТРАЦИЕЙ ДАННЫХ

Выполнены исследования вязкости расплавов меди огневого рафинирования с использованием вискозиметра с автоматической регистрацией данных.

медь огневого рафинирования, вязкость, расплав, цветной металл

Медь является одним из основных металлов, на которых во многом держится современная цивилизация. По объему производства и потребления в мире медь уступает только алюминию, занимая второе место в производстве цветных металлов (алюминий, медь, свинец, цинк, никель).

Украина, как страна, не имеющая промышленных запасов медных руд используют для производства меди вторичное сырье: отходы электро-технической промышленности, медьсодержащий лом и прочее. Из-за технологических и экономических ограничений для переработки вторичного сырья используют особые технологии, поскольку основная технологическая задача в этом случае - удаление примесей. Одним из наиболее эффективных методов обработки жидкой меди является технология огневого рафинирования, которая используется на Артемовском заводе по обработке цветных металлов (ОАО "АЗОЦМ").

Изучение вязкости жидкой меди необходимо не только с позиций развития теоретических представлений о природе жидких металлов, но и для решения важных практических задач металлургии.

Вязкость, являясь структурно-чувствительным свойством, может использоваться при анализе процессов диффузии, массопереноса и определять кинетику металлургических реакций, процессов разлива и кристаллизации, структуру получаемого слитка, т.е. выступать как удобный индикатор эффективности различных физико-химических воздействий на металл [1]. Вязкость, как характеристика, определяющая кинематику жид-

кости, может использоваться в качестве технологического параметра, особенно в процессах литья.

Теоретические расчеты вязкости металлов и сплавов, выполненные на основании модели жестких сфер, уравнения Андраде и осцилляторной модели жидкости [2, 3] дают удовлетворительное совпадение (10 %) с экспериментальными данными только для чистых металлов (для сплавов расхождение превышает 30%). Поэтому, наиболее надежная информация может быть получена только прямыми экспериментальными методами.

Обзор экспериментальных методов исследования вязкости жидких металлов с подробным указанием преимуществ и недостатков каждого, границы применимости и пределов их чувствительности дан в работах [4, 5].

Для экспериментального исследования вязкости жидкой меди огневого рафинирования в интервале температур разлива использовали известный метод крутильных колебаний тигля с расплавом. Экспериментальная установка, работающая по этому методу описана в работе [6]. С целью повышения точности определения вязкости жидкой меди и эргономичности проведения экспериментов нами были осуществлены следующие усовершенствования в конструкции вискозиметра (рис. 1).

Регистрация параметров колебаний осуществляется по движению луча лазера от источника когерентного излучения 15. Зеркальце 16, укрепленное на колебательном цилиндре, создает движущееся отражение луча, скорость перемещения которого регистрируется с помощью специально разработанного блока 17, преобразующего сигнал в цифровой код и посылающего его в ПК для дальнейшей обработки.

Температуру в печи измеряли термопарой ПР30/6, показания которой также регистрировались блоком 17 с помощью 10-разрядного встроенного АЦП микроконтроллера. Сигнал с термопары усиливается специальным операционным усилителем DA2 с нулевым смещением типа AD8551. Этот операционный усилитель имеет напряжение смещения менее 1 мкВ благодаря встроенной системе импульсной стабилизации. DA2 включен по схеме неинвертирующего усилителя, причем для корректной работы применен сдвиг рабочих напряжений на половину напряжения питания (2,5 В) с помощью делителя R1R3. Усиленный сигнал подается с выхода DA2 на вход ADC0 DD1, где преобразуется в цифровую форму и передается для обработки на ПК. Конденсатор C12 установлен для подавления высокочастотных помех, наведенных в кабеле подключения термопары BT1.

Для измерения периода колебаний подвижной системы применено устройство, фиксирующее с точностью до 1 мкс время засветки фотодиода и передающее информацию на персональный компьютер посредством последовательного коммуникационного порта стандарта RS-232. Это устрой-

ство состоит из однокристального микроконтроллера DD1 типа ATMEGA48-20PI (Atmel), к которому подключен фотодиод VD1 и приемопередатчик DD2 типа ST232. Тактирование контроллера производится от встроенного генератора, работающего с внешним резонатором ZQ1 с частотой 10 МГц.

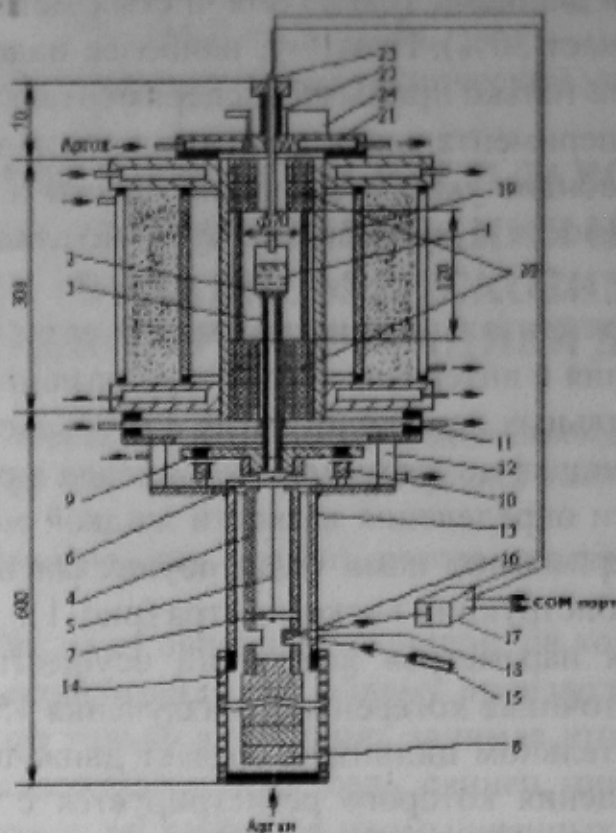


Рисунок 1 - Схема усовершенствованной экспериментальной установки для определения вязкости металлических расплавов:

1 - графитовый тигель, 2 - подставка тигля, 3 - алундовая трубка, 4 - колебательный цилиндр, 5 - стальная нить, 6 - верхний палец подвеса, 7 - нижний палец подвеса, 8 - грузы, 9 - магнитный диск, 10 - электромагниты, 11 - экран, 12 - кожух, 13 - защитная трубка, 14 - стеклянная трубка, 15 - источник когерентного излучения (лазер), 16 - зеркальце, 17 - регистрационный блок, 18 - окошко, 19 - радиальный экран, 20 - торцевые экраны, 21 - крышка, 22 - уплотнительная втулка, 23 - термопара ПР30/6, 24 - устройство ввода добавок.

При отсутствии засветки фотодиода VD1 на выводе 11 DD1 с помощью встроенного подтягивающего резистора поддерживается уровень логической 1. При этом VD1 находится под обратным смещением, что уменьшает влияние его барьерной емкости на точность работы устройства. При попадании света обратный ток VD1 увеличивается, напряжение на выводе 11 DD1 падает до уровня логического 0. Перепад 1-0 вызывает ап-

паратное прерывание, обработчик которого фиксирует время с точностью до 1 мкс. Временные метки передаются на персональный компьютер (ПК) через встроенный в микроконтроллер UART (Universal Asynchronous Receiver/Transmitter – универсальный асинхронный приемопередатчик) со скоростью 9600 бод. Для согласования уровней микроконтроллера и уровней порта RS232 применена специализированная микросхема DD2, содержащая встроенные емкостные преобразователи напряжения +5 В в +10 В и –10 В, два приемника и два передатчика. В устройстве использован один приемник и один передатчик, неиспользуемые выводы DD2 не подключены.

Запуск устройства (начальное закручивание системы) производится посредством включения электромагнита Y1 по команде с ПК. DD1 выставляет логическую 1 на выводе PC2, что приводит к открытию полевого транзистора VT1. На Y1 подается напряжение 12 В. По истечении заданного времени включенного состояния DD1 выставляет 0 на PC2 и VT1 закрывается. Для ограничения выброса ЭДС самоиндукции электромагнита применена цепочка из диода VD3 и сапрессора VD2, которые ограничивают напряжение на Y1 на уровне 36 В.

Питание устройства осуществляется от нестабилизированного источника +12 В через интегральный стабилизатор напряжения DA1 типа 7805 (КР142ЕН5А). Для подавления высокочастотных помех, вызванных работой контроллера, установлены блокировочные конденсаторы C1 – C3, C6.

Разъем XS1 предназначен для внутрисхемного программирования контроллера DD1. Резистор R1 и конденсатор C7 обеспечивают уровень логической 1 на входе -RESET контроллера при отключенном программаторе.

Период колебаний рассчитывается как разность между двумя последовательными временными метками, переданными на ПК. Временная метка представляет собой 32-битное двоичное число, равное времени фиксации засветки фотодиода в микросекундах от момента включения питания устройства. Таким образом, максимальный период засветки, который способно зафиксировать устройство, составляет $2^{32} - 1$ мкс, т.е. более 1 часа, что более чем достаточно для практического применения. Для повышения устойчивости работы программное обеспечение ПК передает подтверждение каждой полученной временной метки. Это исключает возможность срыва байтовой синхронизации коммуникационного порта.

Контроль передачи временных меток позволяет использовать для подключения устройства к ПК переходник RS232-USB. Такой переходник также может быть встроен в устройство. В этом случае целесообразно уда-

лить из схемы стабилизатор DA1 вместе с деталями его обвязки, а питание DD1, DD2, DA2 организовать от +5 В, имеющихся в составе шины USB.

На основе зафиксированных временных меток с помощью оригинального программного обеспечения рассчитывается логарифмический декремент затухания по методике, описанной в работе [6].

Величину динамической вязкости расплавов меди огневого рафинирования определяли из уравнения:

$$\delta - \delta_0 = K_{np} \sqrt{\eta \rho} \quad (1)$$

где δ_0, δ - логарифмический декремент затухания колебаний системы соответственно с пустым и заполненным тиглем;

K_{np} - константа прибора, $(\text{м} \cdot \text{с}^{1/2})/\text{кг}$;

ρ - плотность металла $\text{кг}/\text{м}^3$,

η - динамическая вязкость расплава металла, $\text{Па} \cdot \text{с}$.

Из выражения (1) видно, что для определения динамической вязкости образцов меди необходимо знать константу прибора K_{np} , логарифмический декремент затухания колебаний системы с пустым тиглем и плотность расплава меди. Константу K_{np} рассчитывали по формуле (1), используя при этом экспериментально определенные значения логарифмических декрементов затухания системы для сертифицированного стандарта вязкости CANNON N4 (табл. 1) [7].

Таблица 1 - Сертифицированный стандарт вязкости CANNON

Стандарт вязкости	Вязкость, мПа·с								
	20 °С	25 °С	35 °С	40 °С	50 °С	60 °С	80 °С	90 °С	100 °С
N4	5.2	4.5	3.3	3.1	2.5	-	1.4	1.2	1.1

По результатам градуировки получили следующее значение постоянной прибора $K_{np} = (5,345 \pm 0,003) \cdot 10^{-3}$. $(\text{м} \cdot \text{с}^{1/2})/\text{кг}$ и логарифмического декремента затухания подвесной системы с пустым тиглем $\delta_0 = (1,351 \pm 0,001) \cdot 10^{-4}$. Плотность расплавов меди брали из литературных источников [8, 9].

Преимуществом применения предложенного устройства является возможность управления с ПК проведения эксперимента.

С использованием усовершенствованной экспериментальной установки для определения вязкости жидких металлов, устройство которой описано выше, исследовали вязкость 8 марок меди огневого рафинирования

производства ОАО «АЗОЦМ» (г. Артемовск, Украина). Химический состав исследованных марок меди приведен в табл. 2.

Таблица 2 - Химический состав исследованных образцов меди огневого рафинирования производства ОАО «АЗОЦМ», % (мас.)

Марка	Cu	Bi	Sb	As	Fe	Ni	Pb	Sn	S	O	P
M3	99,50	≤ 0,003	≤ 0,01	≤ 0,005	≤ 0,03	≤ 0,2	≤ 0,04	≤ 0,05	≤ 0,01	≤ 0,05	0,005-0,03
M3p	99,50	≤ 0,003	≤ 0,01	≤ 0,01	≤ 0,03	≤ 0,2	≤ 0,03	≤ 0,05	≤ 0,01	≤ 0,01	0,005-0,060
M2	99,70	≤ 0,002	≤ 0,005	≤ 0,005	≤ 0,03	≤ 0,2	≤ 0,01	≤ 0,05	≤ 0,01	≤ 0,05	0,005-0,03
M2p	99,70	≤ 0,002	≤ 0,005	≤ 0,005	≤ 0,03	≤ 0,2	≤ 0,01	≤ 0,05	≤ 0,01	≤ 0,01	0,005-0,060
Cu-FRTP	99,90	-	≤ 0,005	-	-	≤ 0,03	≤ 0,01	≤ 0,02	-	≤ 0,02	0,005-0,015
Cu-DLP	99,90	≤ 0,005	≤ ,003	-	-	≤ 0,02	≤ 0,005	≤ 0,005	-	≤ 0,01	0,005-0,013
Cu-DHP	99,90	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,015-0,040
E - Cu 57	99,90	-	-	-	-	-	-	-	-	0,005-0,040	-

Так как содержание примесей в каждой марке рафинированной меди колеблется в регламентируемых пределах, то для получения объективной информации по зависимости вязкости от температуры каждой марки меди исследовали по пять образцов этих марок меди огневого рафинирования. На рис. 2 приведены усредненные для каждой марки меди результаты определения динамической вязкости.

Согласно теории вязкости Френкеля [10], чистые металлы имеют экспоненциальный вид зависимости вязкости от температуры:

$$\eta = A \exp\left(\frac{E}{RT}\right), \quad (2)$$

где η – вязкость расплава, Па·с;

A – предэкспоненциальный множитель, Па·с;

E – энергия активации вязкого течения, Дж/моль.

R – универсальная газовая постоянная, Дж/(моль·К);

T – температура расплава, К.

Так как медь огневого рафинирования является практически чистым металлом, то результаты экспериментов по определению вязкости расплавов различных марок этой меди были обработаны на зависимость вида (2):

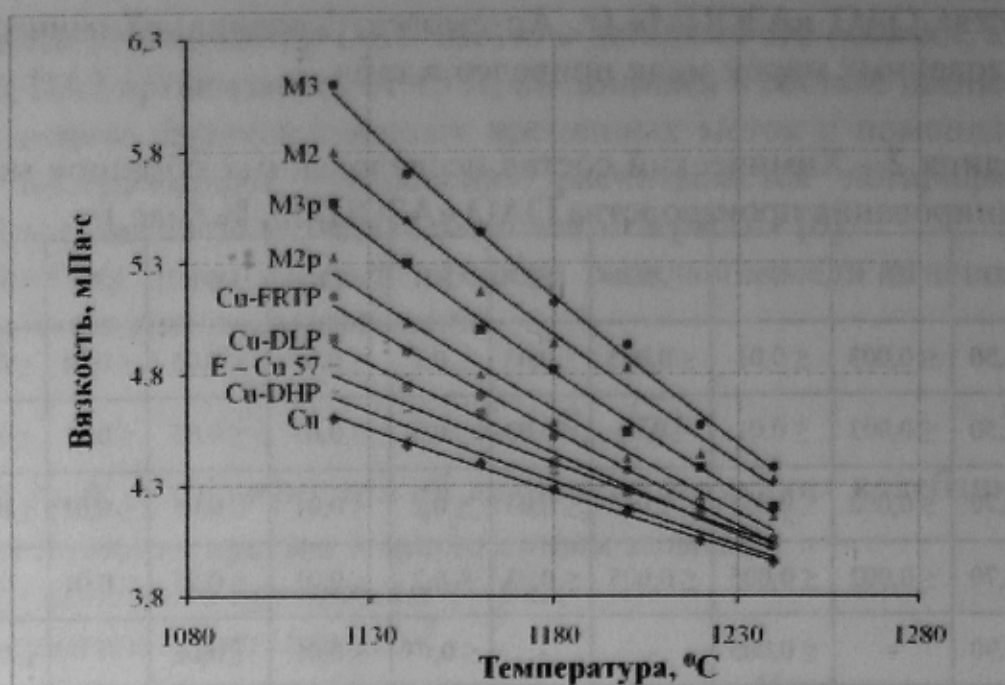


Рисунок 2 - Залежність динамічної вязкості расплавів різних марок міді огневого рафінування від температури (усереднені дані)

$$\begin{aligned}
 \eta_{M3} &= 6,016 \cdot 10^{-5} \exp\left(\frac{6448}{T}\right) & \eta_{M3p} &= 1,414 \cdot 10^{-4} \exp\left(\frac{5170}{T}\right) \\
 \eta_{M2} &= 1,546 \cdot 10^{-4} \exp\left(\frac{4990}{T}\right) & \eta_{M2p} &= 2,256 \cdot 10^{-4} \exp\left(\frac{4389}{T}\right) \\
 \eta_{Cu-FRTP} &= 2,654 \cdot 10^{-4} \exp\left(\frac{4124}{T}\right) & \eta_{Cu-DLP} &= 3,652 \cdot 10^{-4} \exp\left(\frac{3628}{T}\right) \\
 \eta_{Cu-DHP} &= 5,832 \cdot 10^{-4} \exp\left(\frac{2907}{T}\right) & \eta_{E-Cu57} &= 5,529 \cdot 10^{-4} \exp\left(\frac{3010}{T}\right)
 \end{aligned} \tag{3}$$

Полученные полуэмпирические зависимости вязкости расплавов различных марок меди огневого рафинирования могут быть использованы при математическом моделировании процессов разлива и затвердевания слитков меди.

Как видно из рис. 2 чем больше содержание примесей в меди огневого рафинирования, тем выше вязкость этого расплава. Для оценки влияния примесей на вязкость меди провели статистическую обработку экспериментальных данных по вязкости различных марок меди огневого рафинирования. В результате получили следующую зависимость динамической вязкости расплава меди при 1140 °C от содержания в ней примесей:

$$\eta_{1140^{\circ}\text{C}} = 0,0045 + 0,0034 \cdot [\% \text{Bi}] - 0,0011 \cdot [\% \text{Sb}] - 0,0020 \cdot [\% \text{As}] + 0,0021 \cdot [\% \text{Ni}] - 0,062 \cdot [\% \text{Pb}] + 0,083 \cdot [\% \text{O}] - 0,0043 \cdot [\% \text{P}] \quad (4)$$

где $\eta_{1140^{\circ}\text{C}}$ - динамическая вязкость расплава меди при 1400 °С, Па·с;
 $[\% \text{Bi}]$, $[\% \text{Sb}]$, ... - содержание примесей в расплаве меди, % (мас.);

Из формулы (2.6) видно, что наиболее сильное влияние на вязкость расплава меди оказывает растворенный в нем кислород (повышает вязкость расплава). Такие элементы как Bi и Ni незначительно повышают вязкость, а Sb, As, Pb и P снижают вязкость расплавов меди.

Выводы. Усовершенствована конструкция вискозиметра для измерения вязкости жидких металлов, в которой использовано устройство для автоматической регистрации параметров колебаний подвесной системы, температуры в печи и передачи этих данных в ПК для дальнейшей их обработки оригинальным программным обеспечением. Это позволило значительно сократить время проведения эксперимента и несколько повысить его точность.

1. На усовершенствованном вискозиметре провели исследование вязкости расплавов 8 марок меди огневого рафинирования производства ОАО «АЗОЦМ», в результате чего для каждой марки меди получены зависимости вязкости от температуры, которые могут быть использованы при математическом моделировании процессов разлива и затвердевания медных слитков.

2. В результате обработки экспериментальных данных по вязкости расплавов меди огневого рафинирования получили зависимость динамической вязкости расплава меди при 1140 °С от содержания в ней примесей. Показано, что наиболее сильное влияние на вязкость расплавов меди оказывает растворенный в них кислород.

Список литературы

1. Белашенко Д.К. Явления переноса в жидких металлах и полупроводниках / Д.К. Белашенко. – М.: Атомиздат, 1970. – 400 с.
2. Арсеньев П.П. Металлургические расплавы и их свойства / П.П. Арсеньев, Л.А. Коледов. – М.: Металлургия, 1976. – 376с.
3. Ершов Г.Е. Строение и свойства жидких и твердых металлов / Г.Е. Ершов, В.А. Черняков. – М.: Металлургия, 1978. – 261с.
4. Физико-химические методы исследования металлургических процессов / Филиппов С.И., Арсеньев П.П., Яковлев В.В., Крашенинников М.Г. – М.: Металлургия, 1968. – С.217-224.

5. Вертман А.А. Методы исследования свойств металлических расплавов / А.А. Вертман, А.М. Самарин. – М.: Наука, 1969. – 197с.
6. Макуров С.Л. Высокотемпературный вискозиметр с автоматической регистрацией результатов измерений / С.Л. Макуров // Вісник Приазов. держ. техн. ун-ту: Зб. наук. пр. – Маріуполь, 1997. – Вип. 3. – С.37-40.
7. Viscosity and flash point standards for reference, validation and calibration.- USA: CANNON Instrument Company.- 2007.- 8 p.
8. Cahill J. A. The density of liquid copper from its melting point (1356 K) to 2500 K and an estimate of its critical constants / J. A. Cahill, A. D. Kirshenbaum // J. Phys. Chem.- 1962.- Vol. 66 (6).- P. 1080–1082.
9. Ruud C. O. Copper and Copper Alloy Density Measurement / C. O. Ruud, M. T. Herworth, J. M. Fernandes // Metal. Trans. B.- 1975.- V. 6B.- № 2.- P. 351-352.
10. Френкель Я. И. Кинетическая теория жидкостей / Френкель Я. И. // М.: Наука, 1975. - 592с.

Надійшла до редколегії 10.09.2009.

О. М. СМІРНОВ*, Ю. Д. САВЕНКОВ,
М. В. ЄПІШЕВ***, В. В. БУРЛАКА*****

* - ДВНЗ «Донецький національний технічний університет»,

** - ВАТ «АЗОКМ»,

*** - Приазовський державний технічний університет

Дослідження в'язкості розплавів міді вогневого рафінування на вдосконаленому вискозиметрі з автоматичною реєстрацією даних. Виконані дослідження в'язкості розплавів міді вогневого рафінування з використанням вискозиметра з автоматичною реєстрацією даних.

мідь вогневого рафінування, в'язкість, розплав, кольоровий метал

**A. N. SMIRNOV, YU. D. SAVENKOV,
M. V. YEPISHEV, V. V. BURLAKA**

* - SHSI «Donetsk National Technical University»,

** - AZOZM,

*** - Priazovsky State Technical Univesity

The investigations of fire-refined copper viscosity by viscosimeter with data automatically registration. The investigations of fire-refined copper viscosity by viscosimeter with data automatically registration was carried out.

fire-refined copper, viscosity, melt, non-ferrous metal

© А. Н. Смирнов, Ю. Д. Савенков,
М. В. Епишев, В. В. Бурлака, 2009