

正交试验设计在铝合金用熔剂研制中的应用

马 涛

(河北四通新型金属材料股份有限公司,河北 保定 071105)

【摘 要】本文介绍了铝合金用熔剂的组成部分及其作用,以 Na_3AlF_6 、 K_2SiF_6 、 RECO_3 、 K_2SO_4 的质量百分比为可变因素,以等摩尔的 NaCl – KCl 作为熔剂的基体,采用正交试验设计,选用正交表 $L_9(3^4)$ 进行试验,以 K 模作为熔体纯净度的检测方法,最终确定了熔剂的最佳配方。使用该最佳配方熔剂精炼后的 A356.2 合金纯净度可达到 A 级标准。

【关键词】铝合金;熔剂;正交试验设计;K 模

Application of Orthogonal Experimental Design on the Development of Flux Used in Aluminum Alloy

MA Tao

(Hebei Sitong New Metal Material Co., Ltd., Baoding Hebei 071105)

【Abstract】In this paper, the component and its action of flux used in Aluminum alloy was introduced. The weight percent of Na_3AlF_6 , K_2SiF_6 , RECO_3 , K_2SO_4 was taken as variable factor, equimolar KCl and NaCl was taken as matrix, K mold was taken as test method, the orthogonal experimental design method was adopted and $L_9(3^4)$ table was chosen for the experiment, an optimal flux was obtained. The cleanliness of A356.2 Aluminum alloy which was refined with the optimal flux could achieve grade A.

【Key words】Aluminum alloy; Flux; Orthogonal experimental design; K mold

0 前言

目前,铝合金熔体净化的方法有过滤净化、非吸附净化和吸附净化等三大类^[1],其中,吸附净化主要有惰性气体喷吹法、活性气体喷吹法、混合气体喷吹法、熔剂净化法等,熔剂净化法是将熔剂喷入熔体中,氧化物夹杂和氢在熔剂的溶解、吸附作用下,上浮至液面而去除。熔剂净化法由于使用方便、价格低廉、净化效果较好等优势,在工业生产中有较广泛的应用。铝合金用熔剂一般由多种化合物组成,其研制的主要内容是确定化合物的组成及含量,通过试验来验证其净化效果。由于可选用的材料较多,加之含量在一定范围内变化,因此,若按照常规的全面试验方法需要进行大量的试验,工作量大,难以获取最优的配方组合。

正交试验方法是用于多因素试验的一种方法,它是根据正交性从全面试验中挑选出部分有代表性的点进行试验,这些代表点具有“均匀”和“齐整”的特点^[2]。铝合金用熔剂配方组成可选用的材料多,且其含量对配方也有着比较显著的影响,因此,本文采用正交试验设计方法对铝合金用熔剂配方进行筛选,通过净化试验结果分析来确定熔剂的最佳配方。

1 铝合金用熔剂配方组成

铝合金用熔剂常用的材料有氯化物、氟化物、稀土化合物、碳酸盐、硫酸盐等,其中各类物质的作用如下。

1.1 氯化物

熔剂常用的氯化物主要包括 KCl 、 NaCl 、 MgCl_2 等碱金属或者碱土金属的氯化物,该类化合物不与铝发生反应,表面张力小,有较强的润湿 Al_2O_3 的作用^[3]。 MgCl_2 与氧化夹杂物的润湿性好,但是其吸湿性也强,一般只用于高镁铝合金熔剂中。 NaCl 和 KCl 的混合盐是各种铝合金熔剂中常见的基本组元,其液态密度分别为 1.55g/cm^3 和 1.5g/cm^3 ,等摩尔的 KCl – NaCl 混合物在铝熔体中能形成低熔点(约 650°C)共晶的熔融体,显著低于铝液的密度,在熔炼温度下能呈液态浮于合金液表面。它们的粘度小,流动性好,能很好地铺展在熔体表面,对熔体起到保护作用,并且与氧化夹杂物有较强的润湿作用。

1.2 氟化物

在以 NaCl – KCl 为基体的熔剂中,适量的氟化物具有吸附、溶解 Al_2O_3 等氧化夹杂物,适当控制混合盐熔点的作用,同时还能使熔剂–铝液界面氧化膜易于破裂和去除,降低铝液对夹渣的粘附,促使夹杂迁移至界面,同时也使熔剂排杂的效率由 30% 提高到 70%–90%^[4]。常用的氟化物有 Na_3AlF_6 、 CaF_2 、 K_3AlF_6 、 K_2SiF_6 、 Na_2SiF_6 等,其中, Na_3AlF_6 能使熔剂易熔且流动性好,加速反应物的扩散过程,有利于排杂净化,是最经济最常用的氟化物之一。 K_2SiF_6 、 Na_2SiF_6 可与 Al_2O_3 反应生成 SiF_4 活性气体,具有一定的除气作用。

1.3 稀土化合物

稀土化合物可降低熔剂–铝液表面张力,有助于熔剂与气体、夹杂的充分接触而提高捕捉气体、夹杂的效果,主要起到变质、除气、除杂作用^[5]。熔剂用稀土化合物主要选择稀土卤化物或稀土碳酸盐化合物。稀土卤化物以氟化物最稳定,难溶于水,可在空气中放置,而氯化物易吸潮,可溶于水。稀土卤化物在铝中可置换出稀土单质。稀土碳酸盐也难溶于水,能与铝发生化学反应,生成稀土单质和 CO_2 起变质和净化作用。稀土还能与氢相互作用生成稳定的稀土氢化物 REH_2 、 REH_3 ,起到固氢作用^[6]。

1.4 碳酸盐、硫酸盐

熔剂中常用的碳酸盐有 Na_2CO_3 、 K_2CO_3 、 CaCO_3 等,硫酸盐有 Na_2SO_4 、 K_2SO_4 、 CaSO_4 等,主要起发热保温作用,一般硫酸盐的发热保温效果强于碳酸盐。

2 正交试验设计方案及结果

根据熔剂上述组成的性质,本文以 K_2SO_4 (A)、 K_2SiF_6 (B)、 Na_3AlF_6 (C)、 RECO_3 (D) 的质量百分比作为考察因素,每个因素选取 3 个水平,详见表 1,并以等摩尔的 NaCl – KCl (质量百分比分别为 45% 和 55%) 作为熔剂的基体,选用正交表 $L_9(3^4)$ 安排试验。

表 1 试验因素水平

Table 1 Level of test factors

因素	A(%)	B(%)	C(%)	D(%)
水平 1	10	3	8	3
2	15	6	12	5
3	20	9	16	7

2.1 熔剂试验品制备

制备熔剂所用的原材料采用工业级产品,纯度 $\geq 98\%$,水分 $\leq 0.25\%$,粒度:–30 目,其中 30–150 目之间的不低于 70%,每种配方使用的原材料均为同一批次。按照每个配方的材料比例配制试验品,加入罐式混料机混合 20 分钟。将混合好的熔剂加入烘干机内,设定温度 200°C ,烘干 0.5 小时,保证熔剂最终水分 $\leq 0.05\%$ 。

2.2 净化效果判定标准

本文采用 K 模对精炼后的铝液含渣量进行定量检测,作为判定熔剂净化效果的标准。K 模检测技术是对原料金属制造及铸造的铝液中的溶剂及异物量进行评价的一种检测方法^[7],该方法通过向 K 模模具中注入铝液,铸造出铸块,再由铸块断面的异物量判断出铝液的纯净度,以 K 值的大小来表示。图 1、图 2 分别为 K 模和铸块。

※基金项目:国家国际科技合作专项项目(2012DFA50630)。

作者简介:马涛(1976—),男,汉族,河北蠡县人,硕士,河北四通新型金属材料股份有限公司,工程师,研究方向为铝合金用功能材料研究与开发。

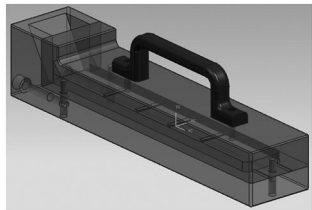


图 1 K 模示意图
Fig.1 Diagram of K mold

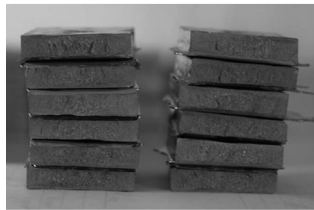


图 2 K 模铸块
Fig.2 K mold Ingot

K 值计算:夹渣数量用 M 表示,小块数量用 N 表示,则 K 值计算方法为:K 值=M/N。结果判定:K 值=0 时,为非常纯净的铝液,结果判定为 AA 级;K 值<0.1 时,为纯净的铝液,结果判定为 A 级;K 值 0.1~0.5 时,为比较纯净的铝液,结果判定为 B 级;K 值 0.5~1.0 时,为较为纯净的铝液,结果判定为 C 级,属合格但是需要进行进一步精炼处理;K 值>1.0 时,为受污染的铝液,结果判定为 D 级,属不合格,铝液不能使用。

2.3 正交试验设计结果及分析

在 15 吨燃气式组合炉生产的 A356.2 合金(主要成分:Si:6.5~7.5%,Mg:0.3~0.45%,主要用于制造汽车轮毂)中,每个正交方案进行 3 炉次试验,每炉熔剂的加入量为 30 千克,采用氮气载入喷粉的形式,流量为 2.5~3.0 千克/分钟。每炉次含渣量检测取浇铸前期(浇铸开始第 5 分钟)、中期(浇铸开始第 20 分钟)、后期(浇铸开始第 45 分钟)各 3 块 K 模,以 3 炉次的 K 值平均值为判定标准,并对试验数据进行直观分析,结果详见表 2。

表 2 正交试验设计结果
Table 2 Results of orthogonal experimental design

编号	A(%)	B(%)	C(%)	D(%)	K 值①	K 值②	K 值③	平均值
1	10	3	8	3	0.477	0.625	0.586	0.563
2	10	6	12	5	0.204	0.295	0.476	0.325
3	10	9	16	7	0.443	0.368	0.258	0.356
4	15	3	12	7	0.529	0.453	0.523	0.502
5	15	6	16	3	0.072	0.108	0.065	0.082
6	15	9	8	5	0.481	0.530	0.562	0.524
7	20	3	16	5	0.465	0.338	0.429	0.411
8	20	6	8	7	0.487	0.501	0.460	0.483
9	20	9	12	3	0.334	0.418	0.349	0.367
均值 1	0.415	0.492	0.523	0.337				
均值 2	0.369	0.297	0.398	0.420				
均值 3	0.420	0.416	0.283	0.447				
极差 R	0.051	0.195	0.240	0.110				

根据表 2 的试验结果进行方差分析,结果详见表 3。

表 3 方差分析结果
Table 3 Results of variance analysis

因素	偏差平方和	自由度	F
A	0.005	2	0.118
B	0.058	2	1.365
C	0.087	2	2.047
D	0.020	2	0.471
误差	0.17	8	

$F_{0.05(2,8)}=4.460$

由表 2、表 3 结果可知,Na₃AlF₆(C)的极差的最大,K₂SO₄(A)的极差最小,影响铝液纯净度的主次因素依次为 Na₃AlF₆(C)> K₂SiF₆(B)> RECO₃(D)>K₂SO₄(A),并且直观分析与方差分析结果一致。因此,最佳的熔剂配方为 A₂B₂C₃D₁,K 值平均值为 0.082,铝液达到 A 级的纯净度。

按照相同的样品制备及试验条件,选用最佳配方熔剂在 A356.2 合金中再次进行 5 炉次试验,5 炉次 K 值分别为 0.089、0.056、0.081、0.068、0.075,平均值为 0.074,铝液均达到 A 级的纯净度,进一步验证了配方的稳定性。

3 结论

选用正交试验设计方法对熔剂配方试验方案进行设计,并在 A356.2 合金中进行了净化效果验证,通过对试验结果的直观分析和方差分析,确定了最佳的熔剂配方为冰晶石 16%,氟硅酸钾 6%,碳酸稀土 3%,硫酸钾 15%,氯化钠 27%,氯化钾 33%,使用该配方熔剂精炼后的铝液纯净度可达到 A 级。

【参考文献】

- [1]谭群燕,王燕红.铝合金熔体处理技术[J].热加工工艺,1999,36(17):65-67.
- [2]方开泰,马长兴.正交与均匀试验设计[M].北京:科学出版社,2001.
- [3]倪红军,孙宝德,蒋海燕,等.新型铝合金熔剂的研究[J].特种铸造及有色合金,2001,21(2):13-14.
- [4]官可湘,李洁,倪大兴.铝及铝合金熔体净化剂研究进展[J].化学世界,2007,48(6):370-373.
- [5]Raja,Roy Y S.Interfacial Tension between Aluminum Alloy and Molten Salt Flux[J].Materials Transactions,JIM,1997,38(6):546-552.
- [6]张名涛,尹明洪,祁向东.铸造铝液含渣量定量快速检测技术浅谈[C]/2012(第 22 届)重庆市铸造年会论文集.重庆:重庆市机械工程学会铸造分会,2012.

[责任编辑:汤静]

(上接第 65 页)WPF 开发,手写 XAML 使界面更加灵活。

5 总结

本项目的提出来源于对现实问题的实地考量,通过对单片机、GPSGIS 硬件模块的规划设计,加之.NET 平台的使用及对数据库的管理,我们基本实现了对 GPS、GIS 定位技术的高效利用、避免人工服务带来的不便及错误,并保证了在 PC 上的流畅运行。

【参考文献】

(上接第 68 页)畅通。

【参考文献】

- [1]卢炳瑞.雷电安全技术(四)[M].北京:中国言实出版社,2004.

- [1]金玉兰.出租车综合信息服务平台的设计与实现[D].大连:大连理工大学,2007.
- [2]张庆全.基于 GPS/GIS 车辆监控系统的设计与实现[D].哈尔滨:哈尔滨理工大学,2007.
- [3]罗明刚.基于 GPS 的出租车无线调度信令控制终端设计[D].大连:大连理工大学,2009.
- [4]郑文.基于 GPS 和 GSM 的车辆定位监控终端软硬件设计[D].浙江:浙江工业大学,2010.

[责任编辑:薛俊歌]

- [2]周志敏,周纪海,纪爱华.电子信息系统防雷接地技术[M].北京:人民邮电出版社,2007.

[责任编辑:薛俊歌]

正交试验设计在铝合金用熔剂研制中的应用

作者: [马涛, MA Tao](#)
作者单位: [河北四通新型金属材料股份有限公司, 河北保定, 071105](#)
刊名: [科技视界](#)
英文刊名: [Science & Technology Vision](#)
年, 卷(期): 2014 (6)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_hqsgkj201406019.aspx