

Розроблено технологію виробництва титану губчатого із заданим вмістом заліза і кисню (Fe – 1,5 %, O – 0,25 %) на установках просівання губки. Отримано спечені заготовки сплаву Ti-0,25O-1,5Fe з титанової губки із заданим хімічним складом. Сплав мав рівень механічних властивостей аналогічний серійним спеченим сплавам титану

Ключові слова: титановий сплав, титан губчатий, легування, спікання, хімічний склад, домішки, механічні властивості

Разработана технология производства титана губчатого с заданным содержанием железа и кислорода (Fe – 1,5 %, O – 0,25 %) на установках грохочения губки. Получены спеченные заготовки сплава Ti-0,25O-1,5Fe из титановой губки с заданным химическим составом. Сплав имел уровень механических свойств аналогичный серийным спеченным сплавам титана

Ключевые слова: титановый сплав, титан губчатый, легирование, спекание, химический состав, примеси, механические свойства

УДК 669.295;669.187

DOI: 10.15587/1729-4061.2015.47789

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ СЫРЬЯ ДЛЯ СПЛАВОВ ТИТАНА ИЗ НЕКОНДИЦИОННОГО ТИТАНА ГУБЧАТОГО

А. В. Осипенко

Начальник технического отдела
ООО «Запорожский титано-магниевого комбинат»
ул. Тепличная, 18, г. Запорожье, Украина, 69600
E-mail: osipenko@ztmc.zp.ua

1. Введение

В настоящее время в мире наряду со стабильной тенденцией увеличения применения сплавов титана в различных отраслях промышленности остается нерешенным вопрос высокой стоимости титана [1]. В свою очередь стоимость данного продукта неразрывно связана с технологией его получения и обеспечением требуемых механических свойств производимых из титана сплавов.

Сплавы титана для увеличения уровня механических свойств в своей основе имеют дорогостоящие легирующие элементы, такие как: алюминий, ванадий, цирконий, кремний и молибден [2]. Однако в последние годы все большее распространение получают экономно-легируемые титановые сплавы, в которых дорогостоящие легирующие элементы заменены недорогими и доступными элементами, а именно: железом, углеродом, кислородом и азотом.

2. Анализ литературных данных и постановка проблемы

В работах [3, 4], посвященных тематике легирования титана, отмечается возможность использования в качестве легирующих элементов основных примесей титана губчатого. К таким примесям, в первую очередь, относятся α -стабилизаторы: азот, кислород и углерод, обеспечивающие наибольшее приращение прочности в титановых сплавах, и β -стабилизатор – железо, имеющий наибольший уровень содержания в губке.

Упрочнение титана кислородом эффективно и незначительно влияет на его пластичность при концентрации до 0,50 %. Железо является эффективным стабилизатором β -фазы и в последнее время все больше находит применение при легировании титановых

сплавов. В то же время железо с титаном способно образовывать легкоплавкие эвтектики и химические соединения, что негативно сказывается на свойствах титановых изделий [5].

На сегодняшний день кислород и железо достаточно широко используются в качестве легирующих элементов для экономнолегируемых титановых сплавов. К таким сплавам можно отнести сплавы серии «LOW-COST», которые содержат до 0,5 % кислорода и до 1,5 % железа [6], а так же сплавы технического титана, производимые из титана губчатого с содержанием кислорода до 0,35 %, полученного по технологии [7], при которой кислород вводится в титан на стадии его магнийтермического восстановления.

Разработанные Институтом металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины перспективные технологии производства титановых сплавов и деталей из них экономичным методом порошковой металлургии с применением гидрированного титана [8] также предполагают использование железа и кислорода в качестве эффективных и доступных легирующих компонентов.

Производство указанных выше сплавов титана с повышенным содержанием железа и кислорода заключается в технологическом этапе введения данных элементов в виде лигатур, а именно ферротитана и диоксида титана в исходное титановое сырье – титан губчатый. Однако данная технология обладает рядом недостатков:

- потребность в чистых, по химическому составу, ферротитане и диоксиде титана;
- наличие дорогостоящей технология шихтовки, в основе которой лежат операции дозировки и смешения шихты;
- низкое качество полуфабрикатов и изделий из сплава вследствие наличия включений и концентрационных неоднородностей;

– нестабильность содержания железа в сплаве из-за неоднородного распределения ферротитана в титан-содержащей шихте.

Альтернативным способом существующей технологии является получение исходного сырья – титана губчатого с заданным содержанием легирующих компонентов.

Таким образом, основными проблемами производства экономнолегируемых, и в особенности спеченных титановых сплавов, содержащих в качестве легирующих компонентов железо и кислород, являются сложность получения заданного содержания легирующих элементов и их однородного распределения. Для решения этой задачи возможно получить титан губчатый с заданным химическим составом из отходов переработки блоков титана губчатого. С этой целью необходимо проведение исследований влияния примесей на процесс переработки титана губчатого; поиска оптимальных способов получения губки с заданным химическим составом; определение комплексного влияния легирующих компонентов на механические свойства титана.

3. Цели и задачи исследований

Целью работы являлась разработка ресурсосберегающей технологии получения титана губчатого с заданным содержанием железа и кислорода из отходов переработки блоков титана губчатого. Производство на основе полученного сырья опытного титанового сплава Ti-0,25O-1,5Fe с улучшенными механическими характеристиками.

Для достижения поставленной цели ставились следующие задачи:

- определить оптимальные параметры процесса грохочения некондиционного титана губчатого и разработать на их основе метод промышленного получения титана с заданным содержанием железа и кислорода;
- выполнить опытно-промышленные испытания разработанной технологии получения титана губчатого с заданным содержанием железа и кислорода;
- выполнить сравнительный анализ механических свойств серийных сплавов и опытного сплава полученного из титана губчатого с заданным содержанием железа и кислорода.

Исследовательские работы проводились на Запорожском титано-магниево-комбинате (ЗТМК, г. Запорожье, Украина) при участии специалистов ОАО «Мотор Сич» (г. Запорожье, Украина), Запорожского национального технического университета (ЗНТУ, г. Запорожье, Украина), а также Научно-исследовательского центра «Титан Запорожья» при ЗНТУ (г. Запорожье, Украина).

4. Используемое оборудование и методика проведения эксперимента

Получение опытного титана губчатого с заданным содержанием кислорода и железа, проводили на производственных мощностях ЗТМК.

Химический состав исследуемого материала определяли оптико-эмиссионным методом (СТП 140-2005, ГОСТ 9853.5-96, ГОСТ 19863.1-91, ГОСТ 1986.12-91) на

спектрометре для анализа металлов «SPECTROMAXx» фирмы «SPECTRO».

Полученный материал компактировали на гидравлическом прессе в образцы 11,5×11,5×55,5 мм. Основываясь на результатах работы [9], а также по результатам собственных исследований [10], давление прессования выбрано на уровне 580 МПа. Процесс спекания образцов проводили при температуре 1310 °С, основываясь при работе на результаты собственных исследований, а также на режимах спекания промышленного спеченного титанового сплава 2М2А: нагрев в вакуумной печи со скоростью 20 °С/мин до температуры 1310 °С и выдержке 4 часа. При температуре 500 °С производили выдержку в 1 час для предотвращения растрескивания материала.

Механические испытания производили по стандартным методикам. Предел прочности, относительное удлинение и относительное сужение по ГОСТ 1497-84, ДСТУ 2824-94, а твердость по ГОСТ 9013-69.

5. Результаты исследований процесса получения сырья для титановых сплавов из некондиционного титана губчатого

5.1. Реализация технологического процесса получения сырья для производства титановых сплавов из некондиционного титана губчатого

Процесс получения опытного титана с заданным химическим составом реализовали на специально изготовленной опытно-промышленной установке рассева титана губчатого малых фракций. Данная установка разработана на основе модели инерционного грохота полупромышленного типа 290 Гр.

Внешний вид опытно-промышленной установки представлен на рис. 1, а, б.

Установка представляет собой инерционный грохот с тремя ярусами сит и производит поступательные колебания, вызываемые воздействием однофазного дебалансного возбудителя. Вибрационный грохот дополнительно оснащен грохот-столом для концентрации просеваемого потока материала, который обеспечивает повышение эффекта грохочения посредством изменения характера взаимодействия частиц титана в просеваемом потоке.

Разработанная технология получения титана губчатого с заданным содержанием железа и кислорода включает следующие операции:

- проведение процесса восстановления и вакуумной сепарации титана с получением блока титана губчатого легируемого кислородом – по технологии, описанной в [11];
- подрезку гарниссажа, выбивку блока титана губчатого, его обработку и порезку на прессе, дробление титана губчатого на дисковых дробилках с клиновыми и зубчатыми ножами с последующим рассевом дроблённой губки и выделением партий товарных и некондиционных фракций губки;

– грохочение и рассев титана губчатого некондиционной фракции –2+0 мм на опытно-промышленной установке, с разделением на фракции +0,45 мм, –0,45+0,08 мм и –0,08 мм.

Технологические параметры грохочения и рассева титана губчатого малых фракций:

- объемный расход потока насыпного материала от 0,75 м³/мин до 4,5 м³/мин;
- скорость потока насыпного материала при его движении по поверхности грохот-стола от 0,25 м/мин до 0,50 м/мин.



а б

Рис. 1. Опытно-промышленная установка вибрационного рассева малых фракций титана губчатого: а – общий вид установки; б – работа установки по грохочению и рассеву титана губчатого

Глубина потока насыпного материала на грохот-столе составила от 5 мм до 15 мм. Нижний предел скорости потока насыпного материала 0,25 м/мин выбран на основании того, что при меньших скоростях потока нельзя обеспечить необходимый эффект грохочения губки для данных условий процесса. Верхний предел скорости потока насыпного материала 0,50 м/мин обусловлен тем фактом, что при больших скоростях эффективность грохочения резко уменьшается. При этом скорость потока насыпного материала регулировали изменением амплитуды колебаний грохота, а глубину потока насыпного материала изменением объема загрузки грохота.

Для исследования влияния технологических параметров разработанного процесса на возможность управления содержанием железа в титане губчатом проводили опытные процессы грохочения и рассева титана губчатого. Серии опытов отличались варьированием скоростью потока насыпного материала при его движении на грохот-столе, различной глубиной потока насыпного материала на грохот-столе. В качестве функций отклика приняты: содержание железа в получаемом титане губчатом и выход материала по производимым фракциям, а также коэффициент концентрации железа в титане губчатом целевой фракции –0,45+0,08 мм.

На опытно-промышленной установке было проведено 27 процессов грохочения и рассева титана губчатого – по три на каждое соотношение факторов с отбором проб губки и анализом содержания в них железа и примесей.

Параметры опытных процессов и полученные результаты представлены в табл. 1.

Из анализа полученных данных следует, что содержание железа в опытном титане губчатом целевой фракции существенно зависит от режимов ведения процесса грохочения и рассева губки. Так, при минимальных скорости и глубине потока насыпного материала содержание железа в титане губчатом целевой фракции имело наибольшее отклонение в сторону максимальных значений: Fe – 1,78...2,18 % (масс.). При этих режимах эффективность концентрации железа в губчатом титане целевой фракции (–0,45+0,08 мм) велика, что подтверждают максимальные коэффициенты концентрации железа: 0,868...0,911. Однако выход

целевой фракции губки приближался к минимальным значениям (29...37 %), при почти равных показателях выхода смежных фракций +0,45 мм и –0,08 мм.

Таблица 1

Результаты проведения опытных процессов получения титана губчатого с заданным химическим составом

№	Параметры опытных процессов		Функции отклика						
	Скорость потока материала, м/мин	Глубина потока материала, мм	Содержание железа в получаемом титане губчатом (по фракциям, мм), % масс.			Выход материала (по фракциям, мм), %			Коэффициент концентрации железа в целевой фракции (+0,45 –0,08мм), ед.
			+0,45	+0,45 –0,08	–0,08	+0,45	+0,45 –0,08	–0,08	
1	0,500	14,0	0,388	1,311	2,027	65	27	8	0,565
2	0,500	17,0	0,239	1,208	1,408	74	22	4	0,557
3	0,500	15,0	0,305	1,294	1,767	69	25	6	0,526
4	0,250	18,0	0,200	1,423	2,689	28	47	25	0,666
5	0,250	15,0	0,148	1,404	2,784	29	52	19	0,670
6	0,250	16,0	0,176	1,410	2,977	28	50	22	0,652
7	0,500	5,0	0,228	1,683	1,727	45	38	17	0,747
8	0,500	6,0	0,259	1,695	1,942	47	40	13	0,708
9	0,500	4,0	0,296	1,710	2,367	48	43	9	0,733
10	0,250	4,0	0,078	1,860	3,170	34	30	36	0,899
11	0,250	5,0	0,095	1,954	3,542	33	35	32	0,911
12	0,250	6,0	0,110	2,180	3,870	35	36	29	0,882
13	0,500	14,0	0,306	1,141	1,227	70	20	10	0,405
14	0,500	17,0	0,288	1,210	1,708	65	18	17	0,458
15	0,500	15,0	0,241	1,175	1,567	68	19	13	0,418
16	0,250	18,0	0,207	1,323	2,888	28	53	19	0,767
17	0,250	15,0	0,164	1,315	2,680	27	47	26	0,760
18	0,250	16,0	0,185	1,320	2,787	28	50	22	0,762
19	0,500	5,0	0,258	1,587	1,746	57	32	11	0,709
20	0,500	6,0	0,279	1,663	1,913	52	35	13	0,748
21	0,500	4,0	0,238	1,550	1,670	60	30	10	0,736
22	0,250	4,0	0,066	1,780	3,010	36	29	35	0,868
23	0,250	5,0	0,079	1,805	3,341	34	30	36	0,871
24	0,250	6,0	0,078	1,860	3,170	33	35	32	0,879
25	0,375	10,0	0,203	1,503	2,561	31	63	6	0,683
26	0,375	11,0	0,150	1,495	2,724	32	61	7	0,692
27	0,375	9,0	0,196	1,507	2,867	30	59	11	0,669

При максимальных скорости и глубине потока насыпного материала наблюдалась обратная ситуация по концентрации железа в целевой фракции, в сравнении с минимальными значениями выбранных параметров процесса. Содержание железа в целевой фракции было минимальным: Fe – 1,14...1,31 % (масс.). Это подтверждает минимальный коэффициент концентрации железа: 0,405...0,565. В то же время выход целевой фракции губки был минимальным (18...27 %) на фоне высоких показателей выхода фракции +0,45 мм и низких показателей выхода фракции –0,08 мм.

При значениях параметров процесса, соответствующих оптимальным, содержание железа было получено на необходимом уровне (Fe – 1,50 % (масс.)). При этих режимах эффективность концентрации железа в титане губчатом целевой фракции имеет следующие показатели: 0,669...0,692.

Аналогичные результаты процесса грохочения и рассева титана губчатого, с характерным максимумом в области оптимальных параметров процесса, наблюдались в полученных данных по выходу фракции $-0,45+0,08$ мм. Наибольший выход целевой фракции губки (более 60 %) приходился на процессы с оптимальными параметрами.

Таким образом, установлено, что соотношение показателей: выход материала по целевой фракции около 60 % и содержание железа в титане губчатом 1,5 % (масс.), обеспечивают скорость потока материала в диапазоне от 0,370 м/мин до 0,380 м/мин при глубине потока насыпного материала от 9,0 мм до 11,0 мм. Указанные режимы являются наиболее оптимальными и могут обеспечить необходимое содержание железа в титановой губке при удовлетворительном объемном выходе готового продукта.

Полученная картина условий и результатов проведенных опытных процессов подтвердила выводы, сделанные ранее при проведении лабораторных испытаний. Взаимодействие частиц титановой губки между собой в ходе процесса грохочения и рассева, описанное числом Фруда для потока материала на поверхности, определяет эффективность саморазрушения титана в зависимости от химического состава в отдельно взятом кусочке этого материала. Из полученных данных опытных процессов видно, что при минимальных и максимальных значениях параметров взаимодействие частиц титана либо незначительно, либо слишком велико, что отрицательно сказывается на образовании целевой фракции губки и концентрации в ней железа.

После проведения опытно-промышленных процессов получали партии опытного титана в виде порошка фракции $-0,45+0,08$ мм с требуемым химическим составом, которые в дальнейшем использовали для получения заготовок спеченного титанового сплава экономичным методом порошковой металлургии с применением имеющегося на ЗТМК оборудования по гидрированию титана.

5. 2. Сравнительный анализ свойств опытного и серийных спеченных титановых сплавов и обсуждение результатов

Для определения свойств спеченного сплава Ti-0,25O-1,5Fe, полученного из опытного титана губчатого, проводили сравнительный анализ механических свойств серийных и опытных сплавов. Базой сравнения были выбраны серийный спеченный титановый сплав «2М2А» (Ti-2Mo-2Al), который производится предприятием ОАО «Мотор Сич», спеченный порошок технического титана марки ПТ5-1, а также спеченный сплав Ti-0,25O-1,5Fe, произведенный по стандартной технологии с применением измельченного титана губчатого легированного кислородом, при этом в качестве железосодержащей лигатуры использован ферротитан. Все указанные сплавы производились на основе порошков магнийтермической титановой губки.

Результаты исследований механических свойств опытных и серийных спеченных титановых сплавов представлены на рис. 2.

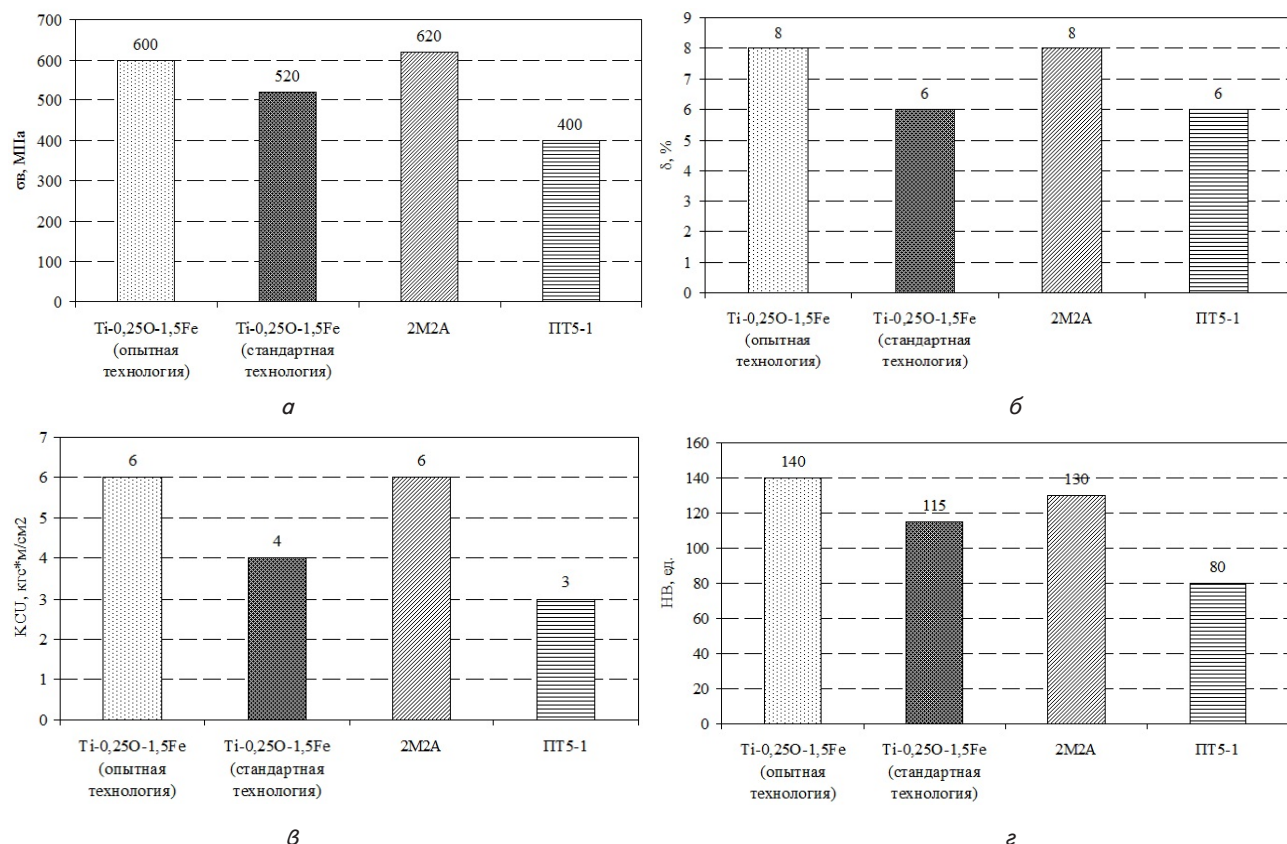


Рис. 2. Механические свойства спеченного титанового сплава Ti-0,25O-1,5Fe, полученного по опытной и базовой технологиям в сравнении с свойствами промышленных спеченных сплавов: а – предел прочности, $\sigma_{\text{в}}$; б – относительное удлинение, δ ; в – ударная вязкость, КСУ; г – твердость, НВ

Как следует из анализа представленных данных, уровень механических свойств спеченного экономнолегированного сплава, произведенного по опытной технологии, не уступает требованиям серийных спеченных сплавов. Механические свойства опытного сплава соответствовали серийному сплаву 2М2А, несколько, превышая их по твердости, на 10 ед. НВ. В то же время уровень свойств опытного экономнолегированного сплава был значительно выше (в среднем на 35 %) пределов спеченного технического титана (ПТ5-1). Спеченный сплав, полученный по базовой технологии с использованием ферротитана, уступал по своим прочностным и пластическим свойствам опытному сплаву, и соответствовал уровню спеченного порошка технического титана ПТ5-1.

Таким образом, по результатам проведенных исследований можно заключить, что спеченный титановый сплав Ti-0,25O-1,5Fe, полученный на основе титана губчатого с заданным химическим составом, по основным показателям механических свойств вполне способен конкурировать с существующими спеченными сплавами. Способствует этому и низкая себестоимость данного материала, вызванная исключением целого ряда технологических операций, что повышает рентабельность производства из него экономнолегированных спеченных титановых сплавов. Так, при производстве титановых сплавов по разработанной технологии происходит исключение операций измельчения и шихтоподготовки смеси порошков лигатур и основы (титана) для производства спеченного сплава.

6. Выводы

Исследовано влияние режимов грохочения и рассева губки некондиционных фракций на показатели процесса и качество получаемого титана губчатого с заданным химическим составом. Произведен подбор параметров разработанного технологического процесса: скорость потока насыпного материала на грохот-стол установки в диапазоне 0,370...0,380 м/мин, при глубине потока материала 9,0...11,0 мм, что обеспечивает выход готового продукта по целевой фракции около 60 % и содержание железа в опытном титане губчатом 1,50 % (масс.). Указанные режимы могут обеспечивать содержание железа в титане губчатом на уровне 1,50 % (масс.), кислорода – 0,25 % (масс.), при содержании остальных примесей на уровне требований к маркам ТГ-100, ТГ-110, регламентированных ГОСТ 17746-96.

Реализована и прошла испытание в опытно-промышленных условиях Запорожского титано-магниевого комбината технология и оборудование для получения титана губчатого с заданным содержанием железа и кислорода при грохочении и рассеве некондиционных фракций титана губчатого.

Полученный на основе титана губчатого с заданным химическим составом спеченный титановый сплав Ti-0,25O-1,5Fe имеет механические свойства, по своему уровню не уступающие существующим и разрабатываемым аналогичным титановым сплавам. Предел прочности (σ_B) 630 МПа, относительное удлинение (δ) 7 % и ударная вязкость (КСУ) 6 кгс·м/см². Твердость (НВ) составила в среднем 200 МПа.

Литература

1. Titanium Metal: Market Outlook to 2018. Sixth Edition, 2013 [Text]. – Roskill Information Services Ltd, USA, 2013. – 383 p.
2. Добаткин, В. И. Избранные труды В. И. Добаткина [Текст] / В. И. Добаткин. – М.: ВИЛС, 2001. – 668 с.
3. Александров А. В. Разные грани титана и его сплавов (продолжение) [Текст] / А. В. Александров, Б. А. Прудковский // Титан. – 2004. – № 1. – С. 74–79.
4. Александров, А. В. Разные грани титана и его сплавов (продолжение) [Текст] / А. В. Александров, Б. А. Прудковский // Титан. – 2005. – № 1. – С. 64–70.
5. Белов, С. П. Металловедение титана и его сплавов [Текст] / С. П. Белов, М. Я. Брун, С. Г. Глазунов и др.; под ред. С. Г. Глазунова, Б. А. Колачева. – М.: Металлургия, 1992. – 352 с.
6. Ночовная, Н. А. Титановые сплавы серии «LOW-COST» и возможности их применения [Текст]: сб. тр. / Н. А. Ночовная, В. Г. Анташев // Международная конференция Ti-2007 в СНГ. – К.: РИО ИМФ им. Г. В. Курдюмова НАН Украины, 2007. – С. 191–192.
7. Давыдов, С. И. Получение титана с заданным содержанием кислорода [Текст] / С. И. Давыдов, В. Г. Шевченко, А. В. Овчинников и др. // Теория и практика металлургии. – 2010. – № 5–6. – С. 6–10.
8. Ивасишин, О. М. Производство титановых сплавов и деталей экономичным методом порошковой металлургии для широкомасштабного применения [Текст] / О. М. Ивасишин, Д. Г. Саввакин, К. А. Бондарев и др. // Наука та інновації. – 2005. – Т. 1, № 2. – С. 44–57.
9. Ивасишин, О. М. Порошковая металлургия титановых сплавов с применением гидрированного титана [Текст]: сб. тр. / О. М. Ивасишин, Д. Г. Саввакин, В. Моксон и др. // Международная конференция Ti-2006 в СНГ. – К.: Наукова думка, 2006. – С. 32–38.
10. Быков, И. О. Применение гидрированного титана с заданным содержанием кислорода для получения изделий методом порошковой металлургии [Текст] / И. О. Быков, А. В. Овчинников, С. И. Давыдов и др. // Теория и практика металлургии. – 2011. – № 1-2. – С. 65–69.
11. Пат. 46526 Україна, МПК51 С22В34/12. Спосіб отримання губчатого титану, легованого киснем [Текст] / Яценко О. П., Дрозденко В. А., Щербань Р. А., Давидов С. І., Шварцман Л. Я., Феофанов К. Л. – заявник і патентовласник Яценко О. П. – № 200907021; заявл. 06.07.2009; опубл. 25.12.2009, Бюл. № 24.