

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2636212

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ТИТАНОВОЙ ЛИГАТУРЫ ДЛЯ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет" (RU)*

Авторы: *Сизяков Виктор Михайлович (RU), Бажин Владимир Юрьевич (RU), Савченков Сергей Анатольевич (RU), Косов Ярослав Игоревич (RU), Кашин Дмитрий Алексеевич (RU)*

Заявка № 2016121316

Приоритет изобретения 30 мая 2016 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 21 ноября 2017 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 30 мая 2036 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Г.П. Ивлиев





**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2016121316, 30.05.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
30.05.2016Дата регистрации:
21.11.2017

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 30.05.2016

(45) Опубликовано: 21.11.2017 Бюл. № 33

Адрес для переписки:

199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2,
ФГБОУ ВО "Санкт-Петербургский горный
университет", отдел интеллектуальной
собственности и трансфера технологий (отдел
ИС и ТТ)

(72) Автор(ы):

Сизяков Виктор Михайлович (RU),
Бажин Владимир Юрьевич (RU),
Савченков Сергей Анатольевич (RU),
Косов Ярослав Игоревич (RU),
Кашин Дмитрий Алексеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Санкт-Петербургский горный
университет" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2208656 C2, 20.07.2003. RU
2542191 C1, 20.02.2015. SU 1232440 A1,
23.05.1986. US 3788839 A, 29.01.1974. DE
2458623 B2, 24.06.1976.**(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ТИТАНОВОЙ ЛИГАТУРЫ ДЛЯ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к области металлургии, в частности к получению таблетированной титановой лигатуры, и может быть использовано в ракетостроительной, авиационной, автомобильной и других отраслях промышленности, в которых используются высоколегированные литейные и деформируемые алюминиевые сплавы. Способ включает смешивание порошков активных металлов и их прессование. В качестве порошков активных металлов используют титановые порошки гранулометрического состава от 0,25 до 0,50 мм в количестве от 25 до 35% и от 1,5 до 2,0 мм в количестве от 45 до 50%, их смешивание

совместно с порошком легкоплавкого флюса в количестве не менее 18% и мелассой, а прессование смеси осуществляют при давлении от 250 до 300 кг/см² с получением брикета в виде таблетки с ее последующим отжигом при температуре от 80 до 100°С в течение от 60 до 90 мин. Изобретение позволяет получить пористые и высокопрочные таблетки, которые полностью растворяются при обычных рабочих температурах расплава, с высокой скоростью растворения легирующего элемента и низкими энергетическими затратами при легировании. 3 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C22C 35/00 (2006.01)
B22F 3/12 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2016121316, 30.05.2016

(24) Effective date for property rights:
30.05.2016Registration date:
21.11.2017

Priority:

(22) Date of filing: 30.05.2016

(45) Date of publication: 21.11.2017 Bull. № 33

Mail address:

199106, Sankt-Peterburg, V.O., 21 liniya, 2, FGBOU
VO "Sankt-Peterburgskij gornyj universitet", otdel
intellektualnoj sobstvennosti i transfera tekhnologij
(otdel IS i TT)

(72) Inventor(s):

Sizyakov Viktor Mikhajlovich (RU),
Bazhin Vladimir Yurevich (RU),
Savchenkov Sergej Anatolevich (RU),
Kosov Yaroslav Igorevich (RU),
Kashin Dmitrij Alekseevich (RU)

(73) Proprietor(s):

federalnoe gosudarstvennoe byudzhethnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Sankt-Peterburgskij gornyj
universitet" (RU)

(54) **METHOD OF PRODUCING TITANIUM MASTER ALLOY FOR ALUMINIUM ALLOYS**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: method includes mixing of powders of active metals and their pressing. Titanium powders of granulometric composition from 0.25 to 0.50 mm are used as powders of active metals in amount of 25 to 35% and from 1.5 to 2.0 mm in amount of 45 to 50%, mixing thereof together with powder of low-melting flux in amount not less than 18% and molasses, and pressing of mixture is carried out at pressure from 250

to 300 kg/cm² with production of a briquette in form of a tablet with its subsequent annealing at temperature from 80 to 100°C for 60 to 90 min.

EFFECT: invention makes it possible to produce porous and high-strength tablets which are completely dissolved at normal operating temperatures of the melt, with high dissolution rate of alloying element and low energy consumption when alloying.

3 ex

RU 2 636 212 C1

RU 2 636 212 C1

Изобретение относится к области металлургии цветных металлов, в частности к получению таблетированной титановой лигатуры, и может быть использовано в ракетостроительной, авиационной, автомобильной и других отраслях промышленности, в которых используются высоколегированные литейные и деформируемые алюминиевые сплавы.

Известен способ получения алюминиево-титановой лигатуры (патент РФ №2448181, опубл. 20.04.2012 г.), включающий приготовление алюминиевого расплава, который в процессе плавления перегревается выше его температуры ликвидуса. В тигель с алюминиевым расплавом, покрытый флюсом, вводят перфорированный огнеупорный тигель с титановой губкой. Размер отверстий перфорированного тигля меньше размера титановой губки. Перфорированный тигель располагают таким образом, что его край располагается выше зеркала металла в плавильном тигле. После этого титановую губку плавят с использованием концентрированного источника нагрева, в качестве которого используют электрическую дугу или лазер.

Недостатком данного способа являются длительность процесса растворения легирующих компонентов, что повышает трудоемкость и снижает производительность процесса. Дополнительный источник нагрева приводит к повышению энергоемкости процесса.

Известен способ приготовления алюминиево-титановой лигатуры для алюминиевых сплавов (патент РФ №2087574, опубл. 20.08.1997 г.), включающий смешивание мелкодисперсных порошков алюминия и титана, и прессование полученной смеси при давлении 100-350 кг/см².

Недостатком способа является большой диапазон давления прессования, так как переуплотненный брикет имеет худшие показатели усвоения, поскольку движущийся расплав алюминия не пропитывает таблетку, а создает металлическую корку, которая затрудняет усвоение таблетки при легировании. При прессовании с недостаточным давлением полученная таблетка не достигает прочности, необходимой для транспортировки, хранения и применения легирующих брикетов без осыпания боковых граней.

Известен способ ввода тонкоизмельченных металлов в твердом виде непосредственно в расплав алюминия (патент США №3788839, 1974), включающий ввод в жидкую ванну тонкоизмельченных переходных металлов, перемешивание и отстаивание в течение 15-30 минут.

Недостатком способа является значительные потери алюминия и титана в виде угара, а также необходимость вести процесс при повышенных температурах плавления.

Известен способ получения алюминиевых лигатур (патент РФ №2464337, опубл. 20.10.2012 г.), включающий подготовку алюминиевого расплава, который перегревают до температуры 1000°C. В печи на поверхности алюминиевого расплава создают слой жидкого флюса, который перегревают выше температуры растворения легирующего компонента и вводят легирующий компонент в необходимом количестве.

Недостатком способа являются большие энергетические затраты, а также то, что при перегреве алюминиевого сплава выше 1000°C уже не удастся добиться необходимой структуры и равномерного распределения интерметаллидов из-за их различного размера и состава.

Известен способ получения лигатур для производства алюминиевых сплавов (патент РФ №2542191, опубл. 20.02.2015 г.), включающий подготовку экзотермической смеси порошков алюминия и титана и их механоактивацию. Одновременно подготавливают брикеты прессованной титановой стружки. Смесь порошков и брикеты из прессованной

титановой стружки вводят одновременно в расплав алюминия, на поверхности которого находится криолит, выдерживают расплав в течение 30 минут с периодическим перемешиванием.

5 Недостатком способа является технологическая нестабильность и высокая себестоимость лигатуры вследствие использования дорогих чистых компонентов с развитой активной поверхностью, а также многостадийность самого процесса.

Известен способ получения лигатуры (патент РФ №2208656, опублик. 20.07.2003 г.), принятый за прототип, включающий смешивание грубых порошков активных металлов дисперсностью от 0,1 до 3,0 мм с последующим прессованием. Полученный брикет
10 имеет плотность от 0,50 до 0,95 от теоретической плотности смеси порошков активных металлов. При нагревании в расплаве обрабатываемого металла происходит синтез компонентов брикета.

Недостатком данного способа является большой диапазон плотности полученного брикета, поскольку переуплотненный брикет имеет худшие показатели усвоения, а
15 недостаточная плотность полученного брикета приводит к осыпанию боковых граней при транспортировке и хранении. Также полученный брикет имеет неоднородность размеров пор, что в дальнейшем влияет на скорость полного растворения брикета в расплаве.

Техническим результатом является получение высокопрочной таблетированной
20 лигатуры с однородными размерами пор, что в дальнейшем обеспечивает наилучшее время растворения легирующих таблеток.

Технический результат достигается тем, что осуществляют перемешивание порошков титана и легкоплавкого флюса совместно с мелассой, прессование смеси порошков
25 осуществляют при давлении от 250 до 300 кг/см² и проводят отжиг полученной таблетированной лигатуры при температуре от 80 до 100°С в течение от 60 до 90 мин.

Способ осуществляется следующим образом. Для получения таблетированной лигатуры необходимо использование титановых порошков гранулометрического
30 состава от 0,25 до 0,50 мм (до 25-35%) и от 1,5 до 2,0 мм (45-50%), при содержании флюса не менее 18%, что обеспечивает наилучшее время растворения легирующих таблеток.

При перемешивании порошков в смеситель добавляется меласса, побочный продукт сахарного производства; применение мелассы обеспечивает удовлетворительное
35 перемешивание порошков, а также исключает истирание флюса до пылевидной фракции и оседание флюса и порошка титана на выходе из пуансона (при прессовании).

После перемешивания прессуются таблетки цилиндрической формы. Плотность
40 таблетированной лигатуры обеспечивается давлением прессования, что увеличивает площадь поверхностных контактов между частицами титана и флюса. Предлагаемый диапазон значений давления прессования от 250 до 300 кг/см² позволяет обеспечить наибольшую площадь контакта между порошками, сформировать прочную связь между материалом основы и легкоплавким компонентом. Диапазон давления прессования выбирается из условий достижения заданной прочности, необходимой для транспортировки, хранения и применения легирующих таблеток без разрушения боковых граней.

45 Для повышения прочности при одновременном развитии пор за счет удаления влаги таблетированная лигатура проходит стадию отжига при температуре от 80 до 100°С в течение от 60 до 90 мин.

Полученные лигатуры, в зависимости от выбранного химического состава по титану, вводят в алюминиевый сплав перед рафинированием. После введения таблетированной

лигатуры расплав перемешивается.

Способ поясняется следующими примерами.

Пример 1. Порошок титана марки ТПП-3 (ВСМПО-АВИСМА) просеивают через сито с размером ячейки 0,5 мм и 2 мм, содержание титана порядка 82%. К смеси порошков титана добавляют флюс KALF (фирмы «Aleastur») 18% и затем заливают мелассу от 7 до 9% в расчете на 100 весовых частей порошков титана и флюса. Затем полученная смесь перемешивается в смесителе в течение 1,5 часов. Результаты смешивания контролируют по физико-технологическим свойствам шихты, определяя насыпную массу, текучесть, прессуемость, а также проводят текущий химический анализ проб. Затем полученную смесь взвешивают и разделяют на порции по 100 г и прессуют пуансоном под давлением 250 кг/см². В автоматическом режиме автомат выполняет подачу порошка из бункера пресса в матрицу, заполняет матрицу, прессует брикет и затем выталкивает его в конвейер. Затем таблетки проходят стадию отжига при температуре от 80 до 100°C в течение 60 мин.

В приготовленный расплавленный алюминий марки А7Е (1000 г), при температуре 750°C, вводили таблетки и затем через 1, 5, 10, 15, 25 и 30 минут отбирали пробы для контроля химического состава алюминия. Перед отбором каждой пробы проводили перемешивание расплава при помощи импеллера (скорость перемешивания от 5 до 10 см/с) и съем шлака с поверхности расплава.

Химический анализ образцов сплава отобранных в первый промежуток времени (5 минут) показывает незначительное увеличение содержания титана в объеме жидкого алюминия, что объясняется медленным его переходом с поверхности таблетки и низкой скоростью растворения. Растворение таблетки связано с образованием в объеме лигатуры большого количества структурных составляющих с температурой плавления значительно ниже температуры плавления частицы титана. В микрообъеме лигатуры на границе «титановый порошок-флюс» в этот промежуток времени интенсивно проходят диффузионные процессы с образованием твердых растворов. После разрушения легирующего брикета скорость растворения увеличивается и происходит резкое повышение содержания легирующего элемента в сплаве. Представлены расчетные и фактические данные изменения значения легирующего компонента в пробах, отобранных после 30 минут выдержки в расплаве.

Усвоение легирующего компонента - 97,5%.

Пример 2. Способ осуществляют идентично примеру 1. Время перемешивания в смесителе составляет 2 часа, полученную смесь развешивают по 50 г и прессуют пуансоном под давлением 300 кг/см².

В приготовленный расплавленный алюминий марки А7Е (500 г), при температуре 750°C, вводили таблетки, представлены расчетные и фактические данные прироста легирующего компонента в пробах, отобранных после 30 минут выдержки расплава.

Усвоение легирующего компонента - 98,1%.

Пример 3. Способ осуществляют, как описано в примере 1. Время перемешивания в смесителе 1 час, полученную смесь развешивают по 100 г и прессуют пуансоном при давлении 300 кг/см².

В приготовленный расплавленный алюминий марки А7Е (1500 г), при температуре 750°C, присаживали таблетки, представлены расчетные и фактические данные прироста легирующего компонента в пробах, отобранных после 30 минут выдержки расплава.

Усвоение легирующего компонента - 98,8%.

Таким образом, использование мелассы при перемешивании, прессование при

значении давления от 250 до 300 кг/см² и отжиг таблеток при температуре от 80 до 100°С в течение от 60 до 90 мин ведет к равномерному распределению флюса по всему объему таблетки и повышению прочности таблетки, а также к образованию однородных пор, что в дальнейшем положительно сказывается на скорости полного растворения
5 таблеток в алюминиевом расплаве. Анализ микроструктуры литых образцов после модифицирования таблетированными лигатурами выявил, что зеренная структура литых образцов существенно не отличается друг от друга, что напрямую связано с качеством полученных легирующих таблеток, микроструктура однородная, мелкозернистая.

10 Преимуществами титановых лигатур, полученных новым способом, являются: получение пористых и высокопрочных таблеток, полное растворение таблеток при обычных рабочих температурах расплава, высокая скорость растворения легирующего элемента и низкие энергетические затраты при легировании.

15 (57) Формула изобретения

Способ получения таблетированной титановой лигатуры для алюминиевых сплавов, включающий смешивание порошков активных металлов и их прессование, отличающийся тем, что в качестве порошков активных металлов используют титановые порошки гранулометрического состава от 0,25 до 0,50 мм в количестве от 25 до 35% и
20 от 1,5 до 2,0 мм в количестве от 45 до 50%, их смешивание совместно с порошком легкоплавкого флюса в количестве не менее 18% и мелассой, а прессование смеси осуществляют при давлении от 250 до 300 кг/см² с получением брикета в виде таблетки с ее последующим отжигом при температуре от 80 до 100°С в течение от 60 до 90 мин.