



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **77117** (13) **C2**
(51) **МПК (2006)****C22B 34/12** (2006.01)**C22B 34/10** (2006.01)**C22B 35/00****C22B 4/00****C22C 14/00****C22B 9/18** (2006.01)МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ВИСОКОТИТАНОВОГО ФЕРОСПЛАВУ З ІЛЬМЕНІТУ ДВОСТАДІЙНИМ ЕЛЕКТРОПІЧНИМ ПЛАВЛЕННЯМ

1

(21) а200503961**(22)** 25.04.2005**(24)** 16.10.2006**(46)** 16.10.2006, Бюл. № 10, 2006 р.**(72)** Чепель Сергій Миколайович, Звездін Олександр Опанасович, Полетаєв Євгеній Борисович**(73)** Чепель Сергій Миколайович**(56)** Заявка UA, 2001021061, А, 17.09.01

UA, 59 720, А, 15.09.2003

UA, 60 240, А, 15.09.2003

Заявка UA, 20040806490, А, 15.02.2006

RU, 2 102 516, С1, 20.01.1996

RU, 2 177 049, С1, 20.12.2001

RU, 2 196 843, С2, 20.01.2003

RU, 2 228 967, С2, 20.09.2004

CN, 1 696 321, А, 16.11.2005

US, 5 788 736, А, 04.08.1998

US, 5 968 224, А, 19.10.1999

(57) Спосіб одержання високотитанового феросплаву з ільменіту двостадійним електропічним пла-

2

вленням з зливанням шлаку на першій стадії процесу і утворенням феросплаву на другій стадії процесу, що полягає в попередньому введенні в електродугу під залізного брукху, розплавленні його і видаленні утвореного шлаку, після чого на першій стадії здійснюють завантаження в електродугу під шихти з ільменіту, електродного бою, вапна або вапняку, відновлюють і плавлять залізо, зливають шлак, що містить оксид титану, а на другій стадії здійснюють приготування основної шихти, що містить подрібнений шлак, одержаний на першій стадії, який містить оксид титану і алюміній, плавлять основну шихту з утворенням феросплаву, який **відрізняється** тим, що з приготовленої основної шихти як наповнювача формують в металевій оболонці витратний електрод, який плавлять під шаром флюсу до утворення феротитану, що містить 68-78,7мас.% титану, 19,3-30,0мас.% заліза і до 1,98мас.% домішок.

Цей винахід відноситься до галузі чорної металургії, а саме до способу одержання високотитанового феросплаву з ільменіту і може бути використаний для одержання легуючого компонента для виробництва легованих сталей з високим рівнем фізико-механічних властивостей.

За останні 30 років бурхливий розвиток ядерної фізики, фізики криогенних температур, хімії високомолекулярних сполук і їх синтезу та багатьох інших галузей науки вимагало від машинобудування пошуку нових конструкційних матеріалів, які повинні володіти комплексом підвищених фізико-механічних властивостей у сполученні з порівняно низькою вартістю, не дефіцитністю та гарною оброблюваністю при їх виробництві і виготовленні з них різноманітних виробів.

В ряду конструкційних матеріалів, що володіють вказаним комплексом властивостей, одне з перших місць займають леговані сталі. Серед легуючих елементів, які забезпечують високий рівень міцності на розтягнення, ударної в'язкості, корозійної та тріщиностійкості в легованих сталях, поряд з іншими елементами достатньо довго використовувється титан. Однак виробництво чистого титану пов'язано з наявністю поблизу від сталеливарних підприємств багатих родовищ титанових покладів, потужних перероблюючих комплексів, розвинутої інфраструктури транспортування титана споживачам, що дуже рідко має місце в умовах конкретного виробництва легованих сталей. Таким чином, титан, що виробляється для цілей одержання легованих сталей, достатньо дорогий та дефіцитний.

C2
(13)**77117**
(11)**UA**
(19)

Вихід з утвореної ситуації був знайдений металургами у введенні в склад шихти для виготовлення легованих сталей замість чистого титану його феросплаву. При цьому, чим вище вміст титану у феросплав, тим менша кількість його, як легуючого, потрібна для заміни титану при введенні легуючого в склад шихти.

З рівня техніки відомий патент РФ №2228967, С2, публ. 20.05.2004р. на спосіб виробництва титановмісної лігатури (Ti-Si-Fe), що включає контрольоване порціоноване завантаження у багатофункціональний плавильний агрегат ільменітового концентрату на залишок лігатури з попередньої плавки, що обертається, плавлення концентрату з підтриманням температури процесу не нижче 1550°C, відновлення заліза з оксидів заліза, що містить розплав концентрату, рідким кремнієм, зливання 70-80% одержаного розплаву заліза. В плавильній камері після зливання розплаву заліза залишається 20-30% не злитого розплаву заліза і первинний шлак, що складається з оксидів титану і кремнію. Потім здійснюють подавання алюмінію у рідкому виді, як відновника оксидів титану, кремнію, заліза, які не відновилися рідким кремнієм. Після проходження відновлення вказаних оксидів виконують подавання в шлакову фазу оксиду кальцію з утворенням вторинного шлаку й наступним зливанням більшої частини титановмісної лігатури та вторинного шлаку.

До недоліків даної технології одержання титановмісної лігатури слід віднести одержання сплаву Ti-Si-Fe складного складу, в якому крім суто титану, що припускають до використання як легуючий елемент у складі легованої сталі, входить 20-21мас.% кремнію і 23-25мас.% заліза, які ускладнюють розрахунок потрібної маси легуючих елементів для плавлення конкретного складу легованої сталі. Складність плавильного агрегату, що використовується, який повинен для здійснення процесу крім тигельного вузла містити вузол МГД - техніки для забезпечення у плавильній камері обертання розплаву залишку титановмісної лігатури, вузол відводу й підводу металічних розплавів кремнію і алюмінію, а також необхідність використання в процесі двох відновних агентів - Si і Al в вигляді розплавів робить спосіб за даним патентом РФ дорогим і таким, що потребує наявності спеціальної техніки, потужність якої складає 6,6МВт.

З рівня техніки відомий патент України №60240, А, публ. 15.09.2003р. в Бюл. 9 на спосіб одержання феротитану двостадійним плавленням в електродуговій печі, згідно якого на першій стадії плавлять шихту з ільменітового концентрату, вапна і вуглецевого відновника до відновлення заліза вуглем, зливають розплавлений шлак з вмістом оксиду титану 70-90мас.% при температурі 1550-1800°C в плавильний горн або іншу електродугову піч. Потім в захисному середовищі на дзеркало розплаву шлаку завантажують алюміній у вигляді гранул, розплаву або у вигляді витратного електроду і здійснюють алюмотермічне відновлення оксидів титану з нагріванням розплаву до температури 1900-2200°C. Одержаний феротитан містив

58мас.% Ti, 6мас.% Al, 24мас.% Fe і 2мас.% домішків.

До недоліків даного винаходу слід віднести недостатній ступінь відновлення титану з шлаку, наявність у кінцевому феротитані відновника - 6мас.% алюмінію і 2мас.% домішків. Крім того, у якості вихідного матеріалу використовується концентрат ільменіту, що потребує наявності спеціальної попередньої операції збагачення ільменітової руди у концентрат, а також введення в процес відновника - алюмінію у виді гранул, які необхідно додатково одержати з зливків алюмінію розпорошенням в інертному середовищі. Необхідність проведення вказаних операцій веде до подорожчання одиниці ваги феротитану, що одержується.

Найбільш близьким аналогом з рівня техніки є патент України №59720, А, публ. 15.09.2003р. на спосіб одержання високотитанового феросплаву з ільменіту шляхом двостадійного відновлювального електродугового плавлення шихти з ільменітового концентрату, яка завантажується порційно на залізний розплав, подрібненого вуглецевого відновника, наприклад, електродного бою і вапна на першій стадії процесу. При цьому попередньо, перед першою стадією, утворюють ванну залізного розплаву шляхом завантаження у піч залізного лому з подальшим розплавленням його та видаленням шлаку, що утворився. Утворений після першої стадії шлак, який містить оксид титану, зливають, охолоджують та подрібнюють. На другій стадії готують основну шихту з суміші подрібненого шлаку, дзеркало алюмінію та вапна, яку завантажують на дзеркало залізного розплаву, розплавляють суміш і відновлюють оксиди титану і заліза до феротитану.

Недоліками даного винаходу є необхідність попередньої підготовки вихідного матеріалу для одержання феротитану - ільменіту збагаченням по вмісту основного компонента процесу у концентрат, що підвищує вартість одержуваного продукту - феротитану. Кінцевий феротитан, що одержується за даним винаходом, містить від 55 до 60мас.% титану, що недостатньо для цілей виробництва компонента, який вводять в склад легованих сталей, оскільки постійно підвищуванні обсяги виробництва легованих сталей при такому співвідношенні основного компонента в феротитані, будуть потребувати введення значних обсягів одержуваного феросплаву на тону легованої сталі, що виробляється. До недоліків також слід віднести відсутність захисту процесу на другій його стадії від окислення киснем повітря, що значно погіршує якість одержуваного кінцевого продукту і знижує вихід продукту після завершення процесу. Головним недоліком даного винаходу є неможливість одержання кінцевого продукту у вигляді товарного зливка феротитану. Феротитан після двостадійного відновлення і плавлення одержується у вигляді корольків, які оточені масою шлаку, що потребує додаткових операцій вивільнення корольків, очищення їх від шлаку і переплавлення, яке, тим самим, здрожчує одиницю одержуваного продукту.

В основу заявленого винаходу поставлена задача розробки способу одержання високотитанового феросплаву з вмістом титану 68-78,7мас.% в

кінцевому продукті, зниження собівартості одиниці ваги продукту, усунення можливості забруднення киснем повітря феросплаву при відновленні титану, забезпечення умов одержання готового продукту у вигляді компактного товарного зливка феротитану з заданим вмістом титану.

Поставлена задача вирішується тим, що спосіб одержання високотитанового феросплаву з ільменіту двостадійним електропічним плавленням, зливанням шлаку на першій стадії процесу і утворенням феросплаву на другій стадії процесу, полягає в попередньому введенні в електродугу піч залізного лому, розплавленні його і видаленні утвореного шлаку, після чого на першій стадії здійснюють завантаження в електродугу піч шихти з ільменіту, електродного бою, вапна або вапняку, відновлюють і плавлять залізо, зливають шлак, що містить оксид титану, а на другій стадії здійснюють приготування основної шихти, яка містить подрібнений шлак з високим вмістом оксиду титану, що одержаний на першій стадії, і алюміній. Приготовлену основну шихту, як наповнювач, формують в металевій оболонці витратного електроду, який плавлять під шаром флюсу до утворення феротитану, який містить 68-78,7мас.% титану, 19,3-30,0мас.% заліза і до 1,98мас.% домішок.

Сутність заявленого винаходу полягає в тому, що спосіб одержання високотитанового феросплаву з ільменіту включає дві стадії. На першій стадії одержують титановий шлак с високим вмістом оксиду титану й мінімальним вмістом оксидів заліза. Плавлення шлаку, що містить оксид титану, здійснюється в дугових електропечах змінного або постійного струму на другій стадії процесу.

В електропечі розплавляють чавунний або сталевий лом. Після розплавлення лому з печі видаляють шлак, що утворився в результаті плавлення і на поверхню рідкої металевої ванни окремими порціями завантажують суміш, яка містить ільменітову руду і відновник (електродний бій або кокс). Для ошлаковування пустої породи, що міститься в ільменітовій руді, в склад суміші додають вапняк або вапно. В процесі розплавлення суміші відбувається відновлення оксидів заліза які містяться у руді. Відновлене залізо переходить в металевий розплав, що веде до підвищення концентрації оксиду титану в утвореному шлаку. Збагачений оксидом титану шлак, після завершення відновного періоду плавлення суміші, зливають у виливницю.

На другій стадії процесу готують шихту, як складається з дозованої кількості подрібненого шлаку, що одержаний на першій стадії і алюмінієвого порошку зернистістю основної фракції не більше 800мкм. Готову суміш завантажують в металеву оболонку з наступним використанням її у якості витратного електроду на установці електрошлакового плавлення. Витратний електрод, що являє собою металеву оболонку, заповнену наповнювачем з вищевказаної шихти, під'єднують до позитивного полюсу джерела струму і опускають в наважку флюсу, розташовану на поді плавильного тигля до контакту з подом, на який подано негативний полюс джерела струму. Після здійснення контакту електроду з подом тиглю подають напру-

гу і підіймають витратний електрод до утворення електричної дуги з оптимальними електричними параметрами (стійке горіння). В наслідок виділення тепла від електроопору флюсу і екзотермічних реакцій відновлення відбувається розплавлення витратного електроду. Відновлений титан, при проходженні крізь шар утвореного рідкого шлаку, збирається на поді тигля. Після повного розплавлення витратного електроду електроживлення печі вимикають і дають охолонути продуктам плавлення. Утворений зливоч феротитану вивільняють від шлаку і спільно з іншими зливками попередніх плавок переплавляють в індукційній печі в зливоч з середнім хімічним складом, мас. %: 68,00-78,70 титану, 19,30-30,00 заліза, до 1,98 домішків, які містять алюміній, кремній, марганець, ванадій, сірку.

Приклад

I стадія процесу - одержання шлаку, що містить оксид титану.

Плавлення шихти з утворенням шлаку, що містить оксид титану, виконувалося на лабораторній дуговій печі постійного струму з відновного футерівкою. У якості шихтових матеріалів використовувалися лом ливарного чавуну і ільменітова руда складу, мас. %:

TiO ₂	60,00,
Fe ₂ O ₃	31,00,
Al ₂ O ₃	1,10,
SiO ₂	2,84,
S	2,34,
P	0,28,
V ₂ O ₅	0,43,
MnO	0,56.

Як відновник використовувалися дрібнодисперсний електродний бій з вмістом вуглецю 86мас.%. Для офлюсовування кремнезему, що містить ільменітова руда, використовувалося свіже опалене вапно з розмірами шматків 10-30мм.

Підготовка шихти включала вагове дозування її компонентів і ретельне їх перемішування для досягнення середнього складу по всьому обсягу маси. Технологія плавлення полягала у завантаженні чавунного лому, що входить в склад шихти, в електропіч, його розплавлення і нагрівання до температури 1350-1400°C. Після цього, шлак, що утворився в процесі плавлення металічної частини шихти, видаляли з печі, а на поверхню металічної ванни розплаву періодично, окремими порціями, завантажували підготовлену шихту і розплавляли її. Завантаження шихтових матеріалів виконувалося в процесі плавлення по мірі їх розплавлення. Після розплавлення останньої порції шихти, що була завантажена у піч, електропіч вимикали і виконували зливання шлаку і частини металу у виливницю. Охолоджений шлак подрібнювали і відбирали пробу для визначення його хімічного складу. Оптимальний хімічний склад шлаку - 79,5мас.% TiO₂, 7,8мас.% Fe₂O₃, інше - домішки оксидів алюмінію, кремнію, ванадію, марганцю, а також сірка і фосфор.

II стадія процесу - одержання феротитану з шлаку, що містить оксид титану.

Плавлення феротитану проводилося методом відновлення оксидів титану, заліза і кремнію, що

містила основна шихта, алюмінієм при розплавленні витратного електрода під шаром захисного флюсу. Як зв'язуючий матеріал при підготовці основної шихти використовувалося рідке скло, а офлюсовування оксиду алюмінію виконувалося введеним в шихту вапняком. Після дозування шлаку, алюмінієвого порошку і рідкого скла, суміш

основної шихти перемішувалася з метою досягнення середнього складу по всій масі. Підготовлена суміш завантажувалася в сталеву оболонку витратного електрода і ущільнювалася. Характеристики витратного електрода представлені в таблиці.

Таблица

Характеристики витратного електрода для одержання феротитану

№п.п.	Найменування характеристики	Числове значення
1.	Вага наповнювача - шихти, кг	136
2.	Высота витратного електрода, мм	950
3.	Товщина стінки сталеві оболонки, мм	1,5
4.	Щільність наповнювача витратного електрода, т/м ³	2,75

Підготовлений витратний електрод підключався до позитивного полюсу джерела живлення постійного струму, а під плавильного тиглю - до негативного полюсу. За допомогою механізму переміщення електрод опускався до забезпечення контакту з подом плавильного тиглю, при цьому він проходив шар захисного флюсу на поду тиглю. Після вмикання джерела живлення, збудження електричної дуги між витратним електродом і подом плавильного тигля відбувалося розплавлення витратного електрода. Швидкість переміщення витратного електрода забезпечувала розплавлення його торця в шлаковому середовищі. По мірі плавлення електрода на поверхню утворюваного розплаву окремими порціями подавали вапняк для офлюсовування глинозему, який утворювався в результаті відновувальних процесів і одержання легкоплавкого і рідкоплинного шлаку.

Після розплавлення витратного електрода електропіч вимикали, а компактний зливоч феротитану і шлак, що утворювалися, залишали в печі до повного охолодження. Зливоч феротитану відділяли від шлаку, відбирали проби феротитану і шлаку для визначення їх хімічного складу. Зливоч феротитану, що одержували, містив, в мас. %:

Ti	72,00
Fe	27,37
Al	0,80
Si	0,19
Mn	0,85
V	0,50
S	0,03.

Результати хімічного аналізу шлаку, що містив оксид титану, який було одержано на першій стадії процесу одержання високотитанового феросплаву і утвореного шлаку, одержаного на другій стадії процесу, свідчать про високий ступінь відновлення титану (75-80%) а, відповідно, запропонована схема технологічного процесу одержання високотитанового феросплаву з ільменіту двостадійним електропічним плавленням забезпечують одержання феротитану з вмістом титану 68-78,7мас.%, 19,3-30,0мас.% заліза і до 1,98мас.% домішків. Вартість кілограму феротитану, що одержується за запропонованою технологією на 20% нижче ніж вартість кілограму феротитану за технологією найближчого аналога з рівня техніки і на 8% менше вартості феротитану, що одержують магнійтермічним методом. Кінцевий продукт заявленого способу являє собою компактний зливоч феротитану з регульованими умовами одержання хімічного складу в заявленому діапазоні значень вмісту основного компонента феросплаву - титану. Технологія плавлення витратного електрода під шаром флюсу забезпечує захист розплаву від кисню оточуючого середовища, що підтверджується наведеним вище хімічним складом дослідного зливка феротитану.

Наданий опис не обмежує заявлений винахід у всіх можливих його модифікаціях, удосконаленнях та еквівалентах, які не виходять за межі заявленої формули, а слугує лише ілюстрацією, доповненням і уточненням конкретних втілень винаходу.