

Раздел 1. «Металлургия, технологии новых материалов»GTAMP 53.31.21
ЭОЖ: 669[DOI: 10.4411/s0031-019-354](https://doi.org/10.4411/s0031-019-354)А.А. Абілберікова¹, Е. Қ. Қуатбай¹, Ж.Н. Юсупова², М.Р. Ахметова²¹Қарағанды индустриялық университеті, Теміртау, Қазақстан
²Қ. Жұбанов атындағы Ақтөбе өңірлік университеті, Ақтөбе, Қазақстан
(E-mail: abilberikova90@mail.ru)**Силикотитанды карботермиялық әдіспен балқыту технологиясын зерттеу**

Мақалада бай титан қожын (БТҚ), жоғары күлді көмірді және кварцитті қолдана отырып, карботермиялық әдіспен қожысыз силикотитанды балқыту технологиясы зерттеледі. Кентермиялық пеште ірі зертханалық сынақтар жүргізілді, шикіқұрам құрамының балқу тұрақтылығына әсері анықталды. Титан карбидтерінің түзілуін болдырмау және электротермиялық үдерісті тұрақтандыру үшін кварцитті қосу қажеттілігі анықталды. JEOL JSM-7001F растрлық электронды микроскопының көмегімен жасалған микроқұрылымдық талдау күрделі интерметаллидтерді ($Al_{10.9}Fe_{60}Si_{25.9}Ti_{3.2}$, FeSiTi, TiSi₂, FeSiAl) және бос кремнийді анықтады. Алынған нәтижелер өндіріс құнын төмендету және қорытпаның пайдалану қасиеттерін жақсарту арқылы әдістің болашағын растайды. Фазалық құрамды одан әрі зерттеу, шикіқұрам құрамын оңтайландыру және титан мөлшерін 30-35% дейін арттыру жоспарлануда.

Кілт сөздер: силикотитан, бай титан қожы, жоғары күлді көмір, карботермиялық әдіс, ірі зертханалық сынақтар.

Kipicne

Төмен және жоғары пайыздық ферротитан «шағын ферроқорытпалар» немесе арнайы ферроқорытпалар тобына жатады. Оларды легірлеуде қолдану никель-хром және хром негіздерінде ерекше қасиеттері бар болаттар мен шойындарға жоғары сапа береді және бұйымдардың металл сыйымдылығын төмендетеді. Соңғы жылдары ферротитан тапшылығына байланысты болат балқыту өндірісінде құрамында титан бар жартылай фабрикаттардың балама түрлері (губка, металлдық титан қалдықтары және т.б.) қолданылады.

Өткен ғасырдың екінші жартысында арнайы ферроқорытпалардың сапасына қойылатын талаптар айтарлықтай өсті. Арнайы ферроқорытпалардың сапасы мен өндіріс көлемінің стандарттарын арттыра отырып, өнімнің өзіндік құнының төмендеуі металлургияның өзекті мәселелерінің біріне айналды [1].

Шағын ферроқорытпалар өндірісінде өнімнің өзіндік құнының едәуір бөлігін пайдаланылатын шикізаттың құны құрайды. Ферротитан жағдайында негізгі шығындар қымбат алюминий тотықсыздандырғыштарға тиесілі. Титан концентраттарын алюминотермиялық тотықсыздандыру әдісімен ферротитан өндірудің металлургиялық тәжірибесінде пештен тыс балқыту әдісі кеңінен қолданылады. Балқыту шикіқұрамы титан концентраты, алюминий ұнтағы, ферросилиций FeSi75, бай темір рудасы мен әктен тұрады [2, 3].

Бұл технология жиналмалы металлургиялық кеніште қосымша жылу берусіз ферротитанды балқытуға негізделген, құрамында 20-35% титан бар қорытпа алынады.

Алайда, термодинамикалық тұрақты темір тотықтарын тотықсыздандыру үшін алюминийді балқытудың қажетті жылу режимін сақтау мақсатында пайдалану оның қымбаттығына байланысты экономикалық тұрғыдан тиімді емес. Бұл жағдайда бөлінетін жылу тотығу-тотықсыздану үдерістерін толығымен аяқтау үшін жеткіліксіз.

Ұсынылған технологияның айрықша ерекшелігі – бастапқы шикізат ретінде бай титан қожын (БТҚ) және жоғары күлді көмірді пайдалана отырып, силикотитанды балқыту әдісінің бір сатылы болуы, бұл балқытылатын силикотитанның өзіндік құнын айтарлықтай төмендетеді.

Раздел 1. «Металлургия, технологии новых материалов»

Әдістер мен материалдар

Ұсынылған технологияны балқытудың технологиялық параметрлерін пысықтау мақсатында БТҚ, жоғары күлді көмір және кварцитті пайдалана отырып, кен-термиялық пеште силикотитанды балқыту бойынша ірі зертханалық сынақтар жүргізілді [4]. Шикіқұрам компоненттерінің химиялық құрамы 1-кестеде келтірілген.

1-кесте – Шикіқұрам компоненттерінің химиялық құрамы

Материал	Химиялық құрамы, %					
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe _{общ}	CaO	MgO
Жоғары күлді көмірдің күлі	59,8	32,1	-	1,63	2,3	0,39
Бай титан кожы	6,72	12,32	67,35	13,03	0,43	0,15
Кварцит	97,05	0,76	-	0,46	0,77	0,2

Сынақтар Ж. Әбішев атындағы Химия-металлургия институты жағдайында карботермиялық тәсілмен 200 кВА трансформатордың қуаты бар кен-термиялық пеште жүргізілді. Электр пеш қайталама кернеуді реттеудің 18-ден 49 В-қа дейінгі төрт сатысымен жабдықталған. Пештің түбі мұқият тығыздалған электр өткізгіш пеш түбінің массасынан жасалған. Тәжірибе үшін пешті шамот отқа төзімді кірпішпен қайта өңдеп, тігістерді шамот ұнтағымен толтырды. Реакция аймағындағы температура диаметрі 150 мм графит электродымен доғаны разрядтау арқылы қамтамасыз етілді. Пештің түбінің беті тотықсыздану аймағынан балқыманың оңай шығуын қамтамасыз ету үшін летка кеңістігіне қарай 5-7° бұрышпен еңкейтілген. Летканы ашу және күйдіру үшін графитті электродпен жабдықталған күйдіру жүйесі жасалып, орнатылды. Летка тесігін жабу үшін отқа төзімді саз бен электрод массасының ұсақ бөлшектерінен жасалған конустық тығындар қолданылды.

Пеш 12 сағат бойы электр тоғын өткізгіш ретінде коксты төсенішті пайдалану арқылы қыздырылды. Қыздыру аяқталғаннан соң ванна коксты төсеніштің қалдықтарынан толық тазартылды. Қыздыру кезеңіндегі электрлік режим: кернеу – 24В, электродтардағы жүктеме – 90-100 А.

Шикіқұрам материалдары пешке тиемес бұрын 0-35 мм өлшемге дейін ұсақталды.

Технологиялық үдеріс келесідей жүргізілді: алдын ала қыздырылған пеш ваннасына бірінші құрамдағы шикіқұрам (2-кесте) шағын порциялармен енгізілді. Пеш колошнигінің жұмысы бүкіл беті бойынша біркелкі газ бөлінуімен сипатталды.

2-кесте – Шикіқұрам материалдарының өлшемі

№	БТҚ, кг	Көмір, кг	Кварцит, кг
1	4,5	20	4
2	9,5	20	-
3	6,5	20	2

Летка тесігін ашу электрлік күйдіру немесе темір шыбық арқылы жүргізілді. Металл әр 2 сағат сайын каскад түрінде орналастырылған шойын қалыптарға құйылып шығарылды.

Бірінші құрамдағы шикіқұраммен пештің жұмысы балқыту үдерісінің тұрақтылығы және біркелкілігімен, сондай-ақ электродтардың терең отыруымен сипатталды. Жұмыс кернеуі 24В болды.

Екінші құрамдағы шикіқұрамға көшу шикіқұрам құрамынан кварцитті алып тастау және бай титан кожының мөлшерін 9,5 кг-ға дейін арттыру арқылы жүзеге асырылды. Жұмыс кернеуі 36В-қа дейін көтерілді. Алайда, екінші құрамдағы шикіқұрамға ауысқаннан кейін балқыту үдерісі күрт нашарлап, нәтижесінде электродтардың үнемі жоғары отыруы байқалды. Бұл пеш ваннасының түбінде титан карбидтерінің түзілуіне байланысты болды. Түзілген карбидтер металды шығару үшін летканы ашуға мүмкіндік бермеді. Айта кету керек, летканы ашу кезінде темір шыбықтың шамадан тыс көп пайдаланылуы темірдің қорытпаға түсуіне әкеліп, алынған металдың сапасын төмендетті. Үдерісті тұрақтандыру үшін әр фазаға 1,5 кг кварцит пен 0,5 кг жоңқа түрінде қоспалар енгізілді. Кейін электродтардың терең отыруын қамтамасыз ету үшін пеш ваннасы қайта балқытылды.

Раздел 1. «Металлургия, технологии новых материалов»

Пешті қайта балқытудан соң пеш түбінен металды төгу және электродтардың терең отыруын қалпына келтіру жұмыстарынан кейін үшінші құрамдағы шикіқұрамға және 24В кернеуге ауысты. Бұдан әрі үдеріс тұрақты жүрді. Металл әр 2 сағат сайын жоспарға сәйкес шойын қалыптарға құйылып шығарылды. Суығаннан кейін металл мен қожды ажыратылды және өлшенді. Содан кейін олардың химиялық құрамын анықтау үшін сынамалар алынды.

Нәтижелер және талқылау

Алынған металдың химиялық құрамы 3-кестеде келтірілген мәліметтермен сипатталады.

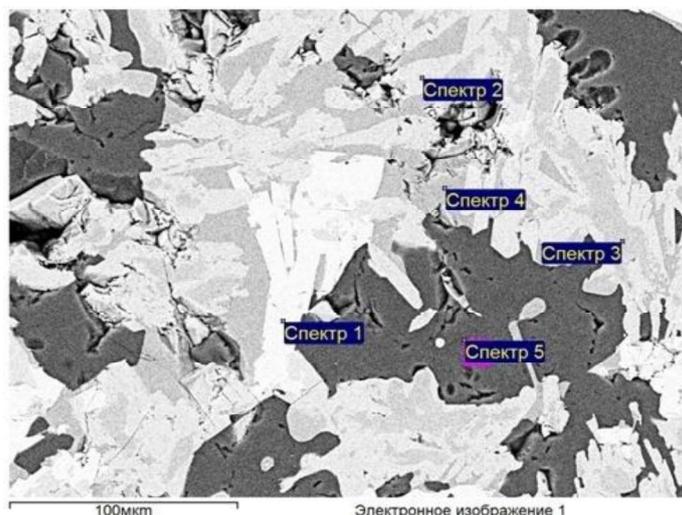
3-кесте – Алынған металдың химиялық құрамы

Металл шығарылымы №	Металл, %					
	Al	Fe	Si	C	Ti	Ba
1	9,25	15,3	44,7	0,51	21,54	0,16
2	8,33	15,44	53,82	0,35	20,99	0,14
3	9,88	19,53	44,51	0,97	16,45	0,27
4	9,57	13,56	46,2	1,12	12,6	0,14
5	10,58	40,03	37,06	0,6	10,84	0,09
6	10,42	33,94	34,54	1,39	12,9	0,26
7	10,22	24,66	34,67	3,62	13,29	0,29
8	10,99	33,8	40,13	0,56	11,39	0,14
9	12,03	27	41,12	0,73	14,25	0,19
10	13,62	17,65	46,79	0,71	15,16	0,18
11	12,75	10	53,61	0,63	15,28	0,15
12	14,58	15	47,2	0,6	16,02	0,23
13	15,93	8,2	55,59	0,51	11,57	0,14
14	16,13	4,8	63,89	0,51	6,68	0,26
15	11,15	8,8	61,51	0,58	10,34	0,14
16	14,66	7,3	62	0,46	9,72	0,08
17	11,95	9	62,66	0,28	11,64	0,14

Шикіқұрам құрамының әртүрлі нұсқаларында жүргізілген ірі зертханалық эксперименттер сериясының нәтижесінде бойынша жоғары күлді көмір түрін қолдану кезінде шикіқұрам құрамына кварцитті міндетті түрде қосу қажеттілігі анықталды. Болашақта титан мөлшерін 30-35% деңгейіне дейін арттыру мүмкіндігін қарастыру жоспарлануда [4].

Силикотитан үлгілерінің микроструктурасын зерттеу үшін JEOL JSM-7001F сканерлеуші электрондық микроскопы пайдаланылды. Зерттеу үшін 2-шығарылымдағы силикотитан үлгісі (1-кесте) алынды. Титан қорытпаларының микроструктурасы ерекше әртүрлілігімен ерекшеленеді. Бұл олардың көпфазалы жүйе болуымен түсіндіріледі. Сондықтан титан қорытпаларының микроструктурасын талдау күрделі және жауапты міндет болып табылады [5]. 1-суретте силикотитанның микроструктурасы көрсетілген.

Раздел 1. «Металлургия, технологии новых материалов»



1-сурет – «JEOL-JSM7001F» электрондық микроскопында 400 мкм үлкейту кезінде силикотитанның микроструктурасы

1-суреттен көрініп тұрғандай, 1-спектр ашық ақ түсті фазамен ұсынылған және шағын аумақты алып жатыр (4 және 5-кестелер). Химиялық құрамы бойынша бұл спектр ($Al_{10.9}Fe_{60}Si_{25.9}Ti_{3.2}$) фазасына сәйкес келеді. 2-спектр ашық сұр түспен көрсетілген, жалпы ауданның шамамен 27%-ын қамтиды және сыртқы белгілері мен химиялық құрамы бойынша ($FeSiTi$) фазасына сәйкес келеді.

4-кесте – Силикотитанның химиялық талдау нәтижелері (салмақтық үлес бойынша)

Спектрлер	Салмақ бойынша элементтердің мөлшері, %					
	Al	Si	Ti	Cr	Mn	Fe
1-Спектр	3,4	34,0	28,7	0,9	5,0	27,9
2-Спектр	0,5	50,5	35,2	2,0	1,1	10,8
3-Спектр	0,4	54,1	44,0	1,1	0,2	0,3
4-Спектр	35,4	35,6	0,4	0,4	3,6	24,7
5-Спектр	0,1	99,6	0,2	0,0	0,0	0,2
Орташасы	7,9	54,8	21,7	0,9	2,0	12,8
Стандартты ауытқу	15,4	26,6	20,3	0,7	2,2	13,1
Макс.	35,4	99,6	44,0	2,0	5,0	27,9
Мин.	0,1	340	0,2	0,0	0,0	0,2

3-спектр электрондық көрсеткіштер мен химиялық талдау деректері бойынша (салмақтық үлес: 44% Ti және 54% Si; атомдық үлес сәйкесінше; 31% және 66%) титан дисилициді ($TiSi_2$) фазасына сәйкес келеді. 4-спектр жалпы ауданның шамамен 9%-ын қамтиды және рентгенқұрылымдық, микроструктуралық және электрондық талдау әдістерін кешенді қолдану нәтижесінде ($FeSiAl$) фазасы ретінде анықталды. 5-спектр қою сұр түспен көрсетілген. Бұл фазаның ерекшелігі – оның құрамында салмақтық үлесі 99,6% және атомдық үлесі 99,8% дейін жететін таза кремнийдің болуы. Бұл құрылымдық түрде бос кремний (Si) ретінде сәйкестендірілді.

3-кесте – Силикотитанның химиялық талдау нәтижелері (атомдық)

Спектрлер	Элементтердің атомдық мөлшері, %					
	Al	Si	Ti	Cr	Mn	Fe
1-Спектр	4,9	47,6	23,6	0,7	3,6	19,6
2-Спектр	0,7	64,1	26,2	1,3	0,7	6,9
3-Спектр	0,5	66,7	31,8	0,7	0,1	0,2
4-Спектр	42,3	40,8	0,3	0,2	2,1	14,3

Раздел 1. «Металлургия, технологии новых материалов»

5-Спектр	0,1	99,8	0,1	0,0	0,0	0,1
Орташасы	9,7	63,8	16,4	0,6	1,3	8,2
Стандартты ауытқу	18,3	22,9	15,1	0,5	1,5	8,7
Макс.	42,3	99,8	31,8	1,3	3,6	19,6
Мин.	0,1	40,8	0,1	0,0	0,0	0,1

Қорытынды

Жүргізілген зерттеулердің нәтижесінде силикотитан қорытпасында белсенді элементтер (Si, Al, Fe және Ti) күрделі интерметаллидтер түрінде кездесетіні анықталды. Оларға (Al_{10,9}Fe₆₀Si_{25,9}Ti_{3,2}), (FeSiTi), (TiSi₂) және FeSiAl фазалары жатады. Бұл қосылыстар болатты легірлеу және модификациялау кезінде тотықты қосылыстардың глобуляризациялануына ықпал етеді, бұл қарапайым, сапалы және құйма болат маркалары үшін маңызды.

Осылайша, ірі зертханалық сынақтар барысында БТҚ, жоғары күлді көмір және кварцитті пайдалана отырып, карботермиялық өожсыз әдіспен силикотитан қорытпасын балқыту мүмкіндігі принципті түрде дәлелденді.

Әдебиеттер тізімі

- 1 Дубровин А.С. Металлотермия специальных сплавов. – Челябинск: Изд-во ЮУрГУ, 2002. – 54с.
- 2 Плинер Ю.Л., Сучильников С.И., Рубинштейн Е.А. Аллюминотермическое производство ферросплавов и лигатур. – М.: Металлургиздат, 1963. – 175с.
- 3 Плинер Ю.А., Игнатенко Г.Ф. Восстановление окислов металлов алюминием, 1967. – 249с.
- 4 Абилбериков А.А., Байсанов А.С., Оспанов Н.И. Крупнолабораторные исследования по выплавке силикотитана с алюминием в руднотермической печи с мощностью трансформатора 200 кВ·А. Труды Международной научно-практической конференции «Наука и образование – ведущий фактор стратегии «Казахстан - 2030». (Сагиновские чтения №4). 28-29 июня 2012г. Часть III. 177-179 с.
- 5 Борисов Е. А., Бочкар Г. А. и др. - Металлография титановых сплавов. – Москва. - 1980. - С. 21-24

А.А. Абилберикова, Е.Қ. Қуатбай, Ж.Н. Юсупова, М.Р. Ахметова

Исследование технологии плавки силикотитана карботермическим методом

В статье исследуется технология выплавки силикотитана карботермическим бесшлаковым способом с использованием богатого титанового шлака (БТШ), высокозольных углей и кварцита. Проведены крупно-лабораторные испытания в рудно-термической печи, выявлено влияние состава шихты на стабильность плавки. Установлена необходимость включения кварцита для предотвращения образования карбидов титана и стабилизации электротермического процесса. Микроструктурный анализ, выполненный с помощью растрового электронного микроскопа JEOL JSM-7001F, выявил сложные интерметаллиды (Al_{10,9}Fe₆₀Si_{25,9}Ti_{3,2}, FeSiTi, TiSi₂, FeSiAl) и свободный кремний. Полученные результаты подтверждают перспективность метода, снижая себестоимость производства и улучшая эксплуатационные свойства сплава. Планируется дальнейшее исследование фазового состава, оптимизация состава шихты и повышение содержания титана до 30–35%.

Ключевые слова: силикотитан, богатый титановый шлак, высокозольный уголь, карботермический способ, крупно-лабораторные испытания.

Раздел 1. «Металлургия, технологии новых материалов»

A.A. Abilberikova, Ye. K. Kuatbay, Zh.N. Yussupova, M.R. Akhmetova

Investigation of the technology of melting of silicotitan by carbothermic method

The article explores the technology of smelting silicotitan by a carbothermal slag-free method using rich titanium slag (RTS), high-ash coals and quartzite. Large-scale laboratory tests were carried out in an ore-thermal furnace, and the effect of the charge composition on melting stability was revealed. The need to include quartzite has been established to prevent the formation of titanium carbides and to stabilize the electrothermal process. Microstructural analysis performed using a JEOL JSM-7001F scanning electron microscope revealed complex intermetallides ($Al_{10.9}Fe_{60}Si_{25.9}Ti_{3.2}$, FeSiTi, $TiSi_2$, FeSiAl) and free silicon. The results obtained confirm the promising nature of the method, reducing production costs and improving the operational properties of the alloy. It is planned to further study the phase composition, optimize the charge composition and increase the titanium content to 30-35%.

Keywords: silicotitan, rich titanium slag, high-ash coal, carbothermal method, large-scale laboratory tests.

References

- 1 Dubrovín A.S. Metallurgy of Special Alloys. – Chelyabinsk: Publishing House of SUSU, 2002. – 54 pages.
- 2 Pliner Yu.L., Suchilnikov S.I., Rubinstein E.A. Alumino-Thermic Production of Ferroalloys and Ligatures. – M.: Metallurgizdat, 1963. – 175 pages.
- 3 Pliner Yu.A., Ignatenko G.F. Reduction of Metal Oxides with Aluminum, 1967. – 249 pages.
- 4 Abilberikov A.A., Baisanov A.S., Ospanov N.I. Large-Scale Laboratory Research on the Smelting of Silicotitanium with Aluminum in an Ore-Thermal Furnace with a Transformer Capacity of 200 kVA. Proceedings of the International Scientific and Practical Conference "Science and Education - the Leading Factor of the Strategy 'Kazakhstan - 2030'." (Saginov Readings No. 4). June 28-29, 2012. Part III. 177-179 pages.
- 5 Borisov E.A., Bochkarev G.A. et al. – Metallography of Titanium Alloys. – Moscow. - 1980. - Pages 21-24.