УДК 669.187.58

ПОЛУЧЕНИЕ БЫСТРОЗАКАЛЕННЫХ СПЛАВОВ СПОСОБОМ ДИСПЕРГИРОВАНИЯ ПРИ ИПСК

В. А. Шаповалов, И. В. Шейко, Ю. А. Никитенко

Исследован процесс получения быстрозакаленных высокореакционных и высокотемпературных сплавов способом диспергирования расплава при индукционной плавке в секционном кристаллизаторе. Отработаны технологии плавки и диспергирования, получены основные закономерности. Исследовано качество быстрозакаленных сплавов.

Process of producing the rapidly hardened highly-reactive and high-temperature alloys by the method of melt dispersion during induction melting in a sectional mould was investigated. Technologies of melting and dispersion were optimized and main regularities were obtained. The quality of rapidly hardened alloys was examined.

Ключевые слова: диспергирование; секционный кристаллизатор; высокореакционные сплавы; металлический расплав; диск-холодильник; быстрозакаленные чешуйки

Практически во всех отраслях промышленности широкое применение находят сплавы с аморфной, нано- и микрокристаллической структурами металлические. В каждом из направлений ставятся свои задачи и требования как к чистоте продукции, так и к форме получаемых изделий. Достаточно объемные слитки с аморфной структурой изготовляют только для определенных систем, не всегда имеющих применение. Основную массу сплавов получают в виде покрытий с аморфной или микрокристаллической структурой или изделий, имеющих хотя бы один микроразмер (лента, провод, чешуйки, порошок).



Рис. 1. Традиционная технология диспергирования (экстракции) расплава из керамического тигля

Наиболее производительными способами изготовления металлов и сплавов с аморфной и микрокристаллической структурой являются способы сверхбыстрой закалки из жидкого состояния. Широко распространен способ экстракции (диспергирования) из расплава быстрозакаленного металла вращающимся диском-холодильником (рис. 1) [1]. В результате получают продукцию в виде чешуек, иголок, коротких лент.

Для накопления объема расплава используют керамический тигель с резистивным или индукционным нагревом. Поскольку экстракцию выполняют сверху, то организовать подпитку ванны и стабильный уровень расплава осуществить достаточно сложно, обычно это компенсируют за счет большого поперечного сечения тигля.

Снижение уровня расплава при экстракции ниже какого-то критического размера приводит к попаданию расплава на стенки тигля, а не в накопительный бункер. Это приводит к кратковременности процесса, применение керамического тигля также накладывает ограничения на обрабатываемые составы сплавов. Взаимодействие расплава с керамическим тиглем способствует его загрязнению неметаллическими соединениями, что делает практически невозможным обработку сплавов, содержащих высокореакционные металлы.

В настоящее время возник интерес к получению сплавов с аморфной и микрокристаллической структурой с более высокой температурой плавления и реакционной активностью, для которых плавка в керамическом тигле уже недопустима. К ним

© В. А. ШАПОВАЛОВ, И. В. ШЕЙКО, Ю. А. НИКИТЕНКО, 2009

Марка сплава	Массовая доля элементов, %								
	Fe	Al	Ni	Cr	Ti	Mn	<i>Т</i> _{пл} , °С		
Д16	0,3	Основа	Cu = 4,2	-	Mg = 1,6	0,7	660		
ЭП 648	Mo = 2,4	1,06	Основа	31,6	W = 4,4	0,3	1550		
Нитинол	_	_	**	-	49,1	-	1550		
BT1-0	0,2	_	_	-	Основа	-	1660		
Nd–Fe–B	Основа	-	Nd = 33,8	-	B = 0,9	_	1550		
RSR	Mo = 13,2	7,50	Основа	-	W = 3,6	-	1350		

Таблица 1. Диспергирование при ИПСК

относятся сплавы, содержащие титан, цирконий, хром и др. Кроме того, существует проблема уменьшения неметаллических включений в специальных сплавах для электронной и авиакосмической отраслей промышленности. Для решения поставленной задачи необходимо создание технологических процессов, максимально защищающих расплав от контакта с инородными материалами.

В ИЭС им. Е. О. Патона создана лабораторная установка для получения быстрозакаленных металлов и сплавов на базе существующей установки для индукционной плавки в секционном кристаллизаторе (ИПСК) с диаметром кристаллизатора 68 мм (рис. 2) [2, 3].

Особенностью реализации процесса диспергирования стало использование при индукционной плавке эффекта отжатия расплава от стенок тигля. В процессе плавления металлический расплав отдавливается от стенок секционного кристаллизатора под действием электромагнитных сил, обусловленных взаимодействием токов, протекающих в секциях кристаллизатора, и токов, индуцируемых в поверхностном слое расплава.

В результате расплав не имеет контакта со стенками кристаллизатора, а ванна своей основой опирается на расходуемую заготовку. Отжатие расплава и непрерывная подача заготовки снизу приводит к поднятию уровня ванны выше индуктора и кристаллизатора, что дает возможность осуществлять процесс диспергирования без препятствий.

Такой способ плавки и диспергирования полностью исключает возможность взаимодействия расплава с любыми инородными материалами. Так-

же в процессе плавки возможно рафинирование расплава путем выдержки металла в жидком состоянии, его перемешивания и использования активных шлаков.

При проектировании модуля для диспергирования рассматривались три следующих варианта: без охлаждения, с охлаждением проточной водой и газовым охлаждением. Первые два не нашли применения из-за технологических трудностей при эксплуатации, поэтому последующие опыты прово-



Рис. 2. Схема диспергирования при ИПСК: 1 — диск-холодильник; 2 — быстрозакаленные чешуйки; 3 — расплав; 4 — расходуемая заготовка; 5 — индуктор; 6 — секционный кристаллизатор

дили на диске с газовым охлаждением, показавшем удовлетворительную работоспособность [4].

Для проведения экспериментов выбраны опытные сплавы, которые сложно, а иногда и невозможно, получать с помощью существующих технологий. В первую очередь это касается сплавов, содержащих высокореакционные элементы, сплавы с высокой температурой плавления, а также модельные сплавы (табл. 1).

Исследования показали, что на форму поверхности ванны расплава, отжимающегося от стенок кристаллизатора, влияет мощность и частота тока высокочастотного генератора. В отличие от классического ИПСК, для осуществления процесса диспер-





ВАКУУМНО-ИНДУКЦИОННАЯ ПЛАВКА



Рис. 4. Потери тепла из расплава при ИПСК

гирования необходимо создание условий для поднятия уровня расплава над секционным кристаллизатором. В результате дей-ствия электромагнитного поля в расплаве возникает интенсивное перемешивание, приводящее к усреднению состава и температуры.

В ходе исследований установлено, что при частоте тока 66 кГц и плавке сплава ВТ1-0 ванна расплава достигает максимального объема и оптимальной формы — купола (рис. 3). Уменьшение частоты способствует образованию конусообразной формы купола, усложняющего процесс перемешивания и, как следствие, охлаждения верхней части расплава, что негативно отражается на диспергировании.

Установлено, что для обеспечения процесса диспергирования высота купола Δh над секционным кристаллизатором должна составлять (0,2...0,3) Dкристаллизатора (около 10...18 мм). Повышение высоты выпуклого мениска приводило к пространственной нестабильности положения купола, нарушающей процесс диспергирования. Минимальная высота купола Δh , при которой заканчивают процесс диспергирования, составляет (0,1) D кристаллизатора, что равняется 5...6 мм. Поскольку процесс диспергирования происходит непрерывно или циклически в зависимости от сплава, скорость подачи заготовки регулируется от 0 до 10 мм/мин.

Тепловые режимы работы оборудования в создании технологии имеют решающее значение, влияя на технологию процесса, экономичность и конструкцию основных узлов печи. Таким образом, возникла необходимость их исследования и сравнения с клас-

Таблица 2. Перераспределение тепла в элементах обо- рудования										
Сплар	$Q_{\rm HHZ}$	$Q_{\rm p}$	$Q_{\rm kp}$	Q_{κ}	$Q_{\rm c}$					
Сплав	к	Вт	%							
Д-16	3540	1718	7075	35	2027					
BT1-0	8489	3639	8082	12	16 19					

сическим ИПСК. Передача энергии электромагнитного поля, создаваемого током индуктора при ИП-СК, происходит по более сложной схеме, чем обычная индукционная плавка.

Тепловая энергия, выделившаяся в металлической ванне, составляет лишь часть электрической энергии, подведенной к индуктору $Q_{\text{инд}}$. Значительная ее часть теряется в секционном кристаллизаторе и индукторе в результате протекания электрического тока в указанных элементах. Проведенные опыты показали, что потери в самом индукторе составляют 16... 17 % мощности.

Суммарные потери в секционном кристаллизаторе являются суммой электрических потерь на передачу энергии и тепла от расплава к стенкам кристаллизатора, составляющих около 50 % общей мощности. Исследование теплового и электрического состояния плавильного модуля показало, что в расплаве выделяется около 50 % мощности индуктора. Перераспределение теплоты, выделившейся в расплаве Q_p, осуществляется между стенками кристаллизатора Q_{кр}, потерями в глубь расходуемой заготовки Q_c, конвективного и лучистого теплообмена с атмосферой камеры Q_к (рис. 4). Исследования показали незначительное перераспределение тепла в элементах оборудования, по сравнению с классическим ИПСК (табл. 2). За счет поднятия уровня расплава над уровнем кристаллизатора на 1... 3 % увеличились потери в окружающую атмосферу камеры.

Особенно сложно осуществить диспергирование сплавов, в состав которых входят высокоактивные элементы, образующие на поверхности металлической ванны плотную пленку. Наличие пленки в значительной мере усложняет, а иногда делает невозможным ведение процесса диспергирования, поскольку она предотвращает прямой контакт металлического расплава с рабочей дорожкой диска-холодильника.



Рис. 5. Общий вид чешуек, полученных диспергированием при ИПСК: *a* – BT1-0; *b* – Ni-Ti; *b* – RSR

ВАКУУМНО-ИНДУКЦИОННАЯ ПЛАВКА

В результате исследований предложен подход для решения технологической про-блемы очистки поверхности расплава Nd–Fe–B от пленки оксидов с помощью разработанных легкоплавких шлаковых систем на основе фторидов: лития, калия и магния. Для устранения оксидной пленки на поверхности металлической ванны во время диспергирования жаропрочного сплава ЭП 648 и нитинола (Ni–Ti) предложено использование гидрида титана.



Рис. 6. Микроструктура сечения быстрозакаленных чешуек:
 a-Д16; b-ВТ1-0



Рис. 7. Рентгенограммы образцов чешуек, полученных при ИПСК: *а* – Д16; *б* – Nd-Fe-B; *I* – интенсивность

Изучение технологических особенностей плавки и диспергирования расплава при ИПСК позволило получать чешуйки из указанных сплавов (рис. 5). Скорость получения чешуек составляет, г/ч: для Д16 ≈ 140... 180, для Nd–Fe–B ≈ 300... 350, для RSR ≈ ≈ 440... 450, Ni–Ti ≈ 500... 550, BT1-0 ≈ 230... 300.

В результате диспергирования получены чешуйки длиной 5...10 мм, шириной 1...2 мм и толщиной 15...50 мкм. Структура чешуек имеет мелкокристаллическое строение (рис. 6), которое объясняется химическим составом обрабатываемых сплавов, т. е. отсутствием элементов — аморфизаторов.

Изучение структуры быстрозакаленных чешуек Д16 показало наличие микрокристаллической структуры с присутствием небольшого количества аморфной фазы. Основу полученных образцов составляет алюминий. Кроме того, присутствуют Al₂Cu, Al₂CuMg, Al₂Mg и более сложные соединения типа Al₅Cu₆Mg₂ (рис. 7, a).

В процессе исследования чешуек Nd-Fe-B установлено, что в системе непосредственно после сверхбыстрой закалки из расплава также существует аморфно-кристаллическая структура, вмещающая вместе с аморфной составляющей (около 23 %) кристаллические фазы Nd₂Fe₁₄B (рис. 7, 6).

В системе Nd–Fe–В возможно формирование множества равновесных и неравновесных фаз. Изза неполной симметрии их решетки, а также больших значений ее периодов на рентгенограммах этих фаз присутствует большое количество дифракционных пиков. Кроме того, интенсивность данных линий мала и многие из них смещены. Все это чрезвычайно усложняет фазовый анализ быстрозакаленных сплавов системы Nd–Fe–B, а также определение средних размеров кристаллитов.

В ходе металлографических исследований не установлено загрязнение металла посторонними примесями и неметаллическими включениями.

Сверхбыстрая закалка положительно повлияла на функциональные параметры материалов. При изготовлении упругих элементов из прессованого нитинола (сплава с эффектом «памяти» формы) рабочая цикличность повысилась почти на 40 %.

Испытание опытных образцов постоянных магнитов, изготовленных из молотых и спеченных чешуек Nd–Fe–B, показало, что уровень их коэрцитивной силы увеличился более чем в два раза, по сравнению с показателями магнитов, полученных по традиционной технологии.

- 1. http://www.ifam- dd.fraunhofer.de/fhg/ifam_dd/EN/gebiete/faser/schmelz/index.jsp Dresden branch lab powder metallurgy and composite materials of the fraunhofer institute for manufacturing and advanced materials (IFAM).
- Никитенко Ю. А., Шаповалов В. А., Шейко И. В. Получение аморфных металлов методами специальной электрометаллургии // Современное материаловедение: достижения и проблемы: MMS-2005: Матер. междунар. конф. (Киев, сент. 2005 г.). Киев: ИПМ им. И. Н. Францевича, 2005. С. 650–651.
- 3. Получение быстрозакаленных металлических материалов с применением процесса индукционной плавки в секционном кристаллизаторе / Б. Е. Патон, Ю. В. Латаш, И. В. Шейко и др. // Пробл. спец. электрометаллургии. 1993. № 2. С. 50–55.
- Шаповалов В. А., Шейко И. В., Никитенко Ю. А. Некоторые особенности создания устройств для диспергирования металлического расплава // Современ. электрометаллургия. – 2009. – № 2. – С. 35–38.

Ин-т электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины, Киев Поступила 01.07.2009