

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **235364**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **423404**

(51) Int.Cl.
C22B 7/00 (2006.01)
C22C 1/02 (2006.01)

(22) Data zgłoszenia: **09.11.2017**

(54)

Sposób wytwarzania stopu tytanu z miedzią

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

20.05.2019 BUP 11/19

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

29.06.2020 WUP 08/20

(73) Uprawniony z patentu:

**SIEĆ BADAWCZA ŁUKASIEWICZ –
INSTYTUT ODLEWNICTWA, Kraków, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**KRZYSZTOF WAŃCZYK, Kraków, PL
MAREK WAWRYLAK, Kraków, PL
PIOTR KOWALSKI, Wieliczka, PL**

PL 235364 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania stopu tytanu z miedzią oparty na recyklingu odpadów poprodukcyjnych, zwłaszcza w postaci wiórów i drobnych kawałków stopu tytanu Ti6Al4V oraz czystej miedzi.

W trakcie obróbki mechanicznej stopów tytanu powstają wióry stanowiące materiał trudny do recyklingu. Proces topienia tytanu i jego stopów stawia wiele wymagań technologicznych ze względu na dużą reaktywność ciekłego metalu. Jak wynika z układu równowagi miedź-tytan, pierwiastki te tworzą układ z eutektyką, przez co w punkcie eutektycznym zachodzi wzajemne rozpuszczanie się tytanu i miedzi poniżej temperatur topnienia czystych składników.

Ze stosowania znany jest sposób recyklingu wiór tytanu prowadzący do wytworzenia pełnowartościowych stopów tytanu. Proces ten polega na wprowadzaniu oczyszczonych wiórów do gąbki tytanowej w procesie produkcji tytanu.

W przemyśle zajmującym się recyklingiem wiórów z różnych stopów stosowane są urządzenia, bądź całe linie, realizujące proces rozdrabniania, płukania i osuszania wiórów z różnych rodzajów stopów.

Ze zgłoszenia patentowego JP2004299998 znany jest sposób recyklingu wiórów tytanowych polegający na działaniu na wióry amoniakiem, wodnym roztworem nadtlenku wodoru i ewentualnie kwasem. Według tego sposobu można otrzymać folię ochronną, ciekłą powłokę z tlenku tytanu lub nieorganiczne spoiwo.

Jednocześnie dostępne są w sprzedaży zaprawy tytan–miedź przeznaczone między innymi do wytwarzania innych stopów miedzi z tytanem. Głównie występują dwie odmiany stosowanych zapraw, a mianowicie o zawartości 30% Ti reszta Cu oraz 50% Ti reszta Cu.

Istota rozwiązania według wynalazku polega na tym, że różnej wielkości wióry ze stopu tytanu Ti6Al4V poddaje się rozdrobnieniu oraz oczyszczaniu w lotnych rozpuszczalnikach organicznych lub kolejno w wodzie i wodnych roztworach alkaliów z udziałem surfaktantów w temperaturze między 40°C do 80°C i płukaniu w wodzie. Następnie wióry suszy się poprzez odwirowanie i wygrzewa w temperaturze do 180°C do wyrównania zadanej temperatury w całej objętości wsadu. Do przygotowanych wiórów stopu tytanu Ti6Al4V w ilości od 20 do 60% masowych dodaje się czystą miedź o zawartości minimum 99,8% Cu w ilości od 40 do 80% masowych, w postaci granulatu w proporcjach zapewniających oczekiwany skład chemiczny stopu, po czym wsad umieszcza się w tyglu pieca w sposób umożliwiający wzajemne mieszanie się składników. Po załadowaniu wsadu w komorze pieca wytwarza się próżnię wewnątrz komory pieca i prowadzi wytop w temperaturze od 1000°C do 1150°C. Po całkowitym roztopieniu wsadu metal wylewa się pod próżnią, bądź w atmosferze ochronnej, do formy i pozostawia do ostygnięcia.

Korzystnie, rozdrabnianie wiórów przeprowadza się w kruszarce.

Korzystnie, proces oczyszczania prowadzony jest w płuczkach ultradźwiękowych.

Korzystnie, osuszanie wiórów przez wygrzewanie prowadzi się w czasie od 1 do 6 godzin.

Korzystnie, wsad składający się z wiórów tytanowych i czystej miedzi poddaje się brykietowaniu.

Korzystnie, komorę pieca topialnego przed rozpoczęciem wytopu przepłukuje się argonem bądź innym gazem obojętnym.

Korzystnie, wsad w początkowej fazie wytopu przetrzymuje się w temperaturze 400°C przez co najmniej 15 minut.

Zaletą opracowanego rozwiązania jest wykorzystanie materiałów przeznaczonych do recyklingu, który w przypadku wiórów ze stopów tytanu na ogół jest trudny i kosztowny, natomiast miedź zastosowana w procesie według wynalazku może pochodzić z recyklingu przewodów elektrycznych lub drobnych ścinków blach miedzianych. W procesie topienia wsadu metalowego pod próżnią powstaje znikoma ilość zgaru, przez co niemal cały materiał wsadowy przechodzi do uzyskiwanego stopu miedzi z tytanem.

Dzięki rozwiązaniu można otrzymać rozbudowaną grupę stopów o precyzyjnie określonym składzie chemicznym, które między innymi mogą być stosowane jako zaprawy do uzyskiwania innych stopów metali.

Przykład I

Odpady w postaci pokruszonych wiórów ze stopu Ti6Al4V płucze się w etanolu przez 3 godziny w temperaturze 50°C. Przepłukane i odsączone wióry umieszcza się w suszarce komorowej i wygrzewa w temperaturze 170°C przez 2 godziny.

Oczyszczone wióry ze stopu Ti6Al4V i miedź pochodzącą z recyklingu przewodów elektrycznych odważa się w proporcjach masowych 50% wiórów stopu tytanu i 50% miedzi. Wsad umieszcza się w tyglu i rozpoczyna procedurę wytopu próżniowego, osiągając ciśnienie około 1 mbar i przetrzymując wsad w temperaturze 400°C przez czas 15 minut. Stopiony wsad przegrzewa się do temperatury 1050°C i po stopieniu wszystkich składników wylewa do formy. Uzyskany stop zawierał około 50,5% Cu, 43,5% Ti, 2,7% Al i 2% V.

Przykład II

Odpady w postaci pokruszonych wiórów ze stopu Ti6Al4V płucze się w płuczce ultradźwiękowej w wodzie przez 20 minut, następnie w wodnym roztworze zawierającym 5% wodorotlenku sodu i 1% trifosforanu sodu z dodatkiem 0,5% laurylosiarczanu sodu, w temperaturze 55°C przez 2 godziny, po czym wsad przepłukuje się w wodzie demineralizowanej. Odwirowane wióry umieszcza się w komorze suszarki i wygrzewa w temperaturze 180°C przez 2 godziny. Oczyszczone wióry ze stopu Ti6Al4V i miedź o czystości 99,9% odważa się w proporcjach masowych 56,4% wiórów stopu tytanu i 43,6% miedzi. Wsad umieszcza się w tyglu i rozpoczyna procedurę wytopu próżniowego, osiągając ciśnienie około 1 mbar i przetrzymując wsad w temperaturze 400°C przez czas 15 minut. Stopiony wsad przegrzewa się do temperatury 1040°C i po stopieniu wszystkich składników wylewa do formy. Uzyskany stop zawierał około 44% Cu, 50% Ti, 2,8% Al i 2,1% V.

Przykład III

Odpady w postaci pokruszonych wiórów ze stopu Ti6Al4V płucze się w płuczce ultradźwiękowej w wodzie przez 20 minut, następnie w wodnym roztworze zawierającym 5% wodorotlenku sodu i 1% trifosforanu sodu z dodatkiem 0,5% laurylosiarczanu sodu, w temperaturze 55°C przez 2 godziny, po czym wsad przepłukuje się w wodzie demineralizowanej. Odwirowane wióry umieszcza się w komorze suszarki i wygrzewa w temperaturze 180°C przez 2 godziny.

Oczyszczone wióry ze stopu Ti6Al4V i miedź o czystości 99,8% odważa się w proporcjach masowych 34% wiórów stopu tytanu i 66% miedzi. Wsad umieszcza się w tyglu i rozpoczyna procedurę wytopu próżniowego, osiągając ciśnienie o około 1 mbar. Stopiony wsad przegrzewa się do temperatury 1060°C i po stopieniu wszystkich składników wylewa do formy. Uzyskany stop zawierał około 66% Cu, 30% Ti, 2% Al i 1,3 V.

Namiar wsadu przygotowuje się na podstawie obliczeń oczekiwanego składu chemicznego stopu końcowego z uwzględnieniem strat poszczególnych pierwiastków, które zależne są od rodzaju stosowanego pieca i sposobu prowadzenia wytopu. Następnie odważa się kolejno obliczone masy dla wiórów i czystej miedzi.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania stopu tytanu z miedzią, **znamienny tym**, że wióry ze stopu tytanu Ti6Al4V poddaje się rozdrobnieniu oraz oczyszczaniu w lotnych rozpuszczalnikach organicznych lub kolejno w wodzie i wodnych roztworach alkaliów z udziałem surfaktantów w temperaturze między 40°C do 80°C i płukaniu w wodzie, a następnie oczyszczone wióry suszy się poprzez odwirowanie i wygrzewa w temperaturze do 180°C do wyrównania zadanej temperatury w całej objętości wsadu, po czym do wiórów stopu tytanu Ti6Al4V w ilości od 20 do 60% masowych dodaje się czystą miedź o zawartości minimum 99,8% Cu w ilości od 40 do 80% masowych, w postaci granulatu w proporcjach zapewniających oczekiwany skład chemiczny stopu, a następnie wsad umieszcza się w tyglu pieca topialnego w sposób zapewniający wzajemne wymieszanie się składników, po czym wytwarza się próżnię wewnątrz komory pieca i prowadzi wytop w temperaturze od 1000°C do 1150°C, a po całkowitym roztopieniu wsadu metal wylewa się pod próżnią, bądź w atmosferze ochronnej, do formy i pozostawia do ostygnięcia.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że rozdrabnianie wiórów przeprowadza się w kruszarce.
3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces oczyszczania wiórów prowadzi się w płuczkach ultradźwiękowych.
4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że osuszanie wiórów prowadzi się przez wygrzewanie w czasie od 1 do 6 godzin.

5. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że wsad składający się z wiórów tytanowych i czystej miedzi poddaje się brykietowaniu.
6. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że komorę pieca topialnego przed rozpoczęciem wytopu przepłukuje się argonem bądź innym gazem obojętnym.
7. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że wsad w początkowej fazie wytopu przetrzymuje się w temperaturze 400°C przez co najmniej 15 minut.