

## Bewerbung um den

|   |   |   |
|---|---|---|
|  | <b>Kaiserpfalz-Preis der Metallurgie 2016</b> |  |
|---|---|---|

### Titel:

## Prozessinnovationen zur kostengünstigen Erzeugung von Titanlegierungen aus Primär- und Sekundärrohstoffen

| Forscherteam:  |   |             |
|--|---|-------------|
| Teamleitung:   | Dr.-Ing. Johannes Morscheiser           | (geb. 1982) |
| Aluminothermie (ATR):  | Dr.-Ing. Jan-Christoph Stoephasius      | (geb. 1976) |
|  | Dipl.-Ing. Siran Hassan-Pour            | (geb. 1986) |
| Vakuuminduktionsschmelzen (VIM) und<br>Vakuumlichtbogenschmelzen (VLBO/VAR): | Dr.-Ing. Claus Lochbichler              | (geb. 1975) |
|  | Dipl.-Ing. Björn Rotmann                | (geb. 1983) |
| Elektroschlackeumschmelzen (ESU/ESR):  | Dr.-Ing. Jan Hecht geb. Reitz           | (geb. 1980) |
|  | Dipl.-Ing. Marek Bartosinski            | (geb. 1986) |
| Validierung der Prozesskette VIM-ESU-VAR:                                    | Dipl.-Ing. Peter Spiess                 | (geb. 1983) |
| Wissenschaftliche Gesamtkoordination:  | Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. Bernd Friedrich | (geb. 1958) |



## 1 Motivation

Titan und Titanlegierungen stellen heutzutage ideale Konstruktionswerkstoffe für diverse Anwendungsgebiete wie Luft- und Raumfahrt, Medizin, Chemie- oder Energietechnik dar (Abbildung 1). Diese Werkstoffgruppe kennzeichnet eine hohe Festigkeit und sehr gute Korrosionsbeständigkeit bei gleichzeitig geringer Dichte, wodurch für zukunftsweisende Anwendungen Titan unverzichtbar ist. Trotz dieser exzellenten Eigenschaften verhindern hohe Prozess- und Materialkosten einen breiteren Einsatz von Titanwerkstoffen in der Massenanwendung. Diese sind vor allem auf die sehr aufwendige Herstellung des Titans aus Rutil- bzw. Ilmeniterzen zurückzuführen. Industriell werden Titanlegierungen nach vorheriger Aufbereitung und Chlorierung durch die Reduktion von  $\text{TiCl}_4$  mit Magnesium im Kroll Prozess sowie anschließendem mehrfachen Umschmelzen im Vakuumlichtbogenofen (VLBO, engl.: VAR), unter Zugabe von ebenfalls sehr aufwendig erzeugter Legierungselemente, hergestellt. Die Hauptursache für die komplizierte Herstellung und Verarbeitung wiederum ist die hohe Reaktionsfreudigkeit von Titan mit nicht-metallischen Elementen wie Sauerstoff, Stickstoff und Kohlenstoff unter Bildung von interstitiellen Phasen. Aus diesem Grund wird während der gesamten Herstellungsrouten ab der metallurgischen Konzentratverarbeitung zu Titanchlorid bis hin zur Endbearbeitung ein Sauerstoffkontakt minimiert oder ausgeschlossen. Die meisten Entwicklungsprojekte zu alternativen Herstellungswegen von Titan wurden aufgrund von prozesstechnischen und wirtschaftlichen Faktoren wieder eingestellt oder sind bisher nicht über einen Labormaßstab hinaus entwickelt worden. Oft werden hier nur geringe Raum-Zeit-Ausbeuten bei gleichzeitig hohem anlagentechnischem Aufwand erreicht.

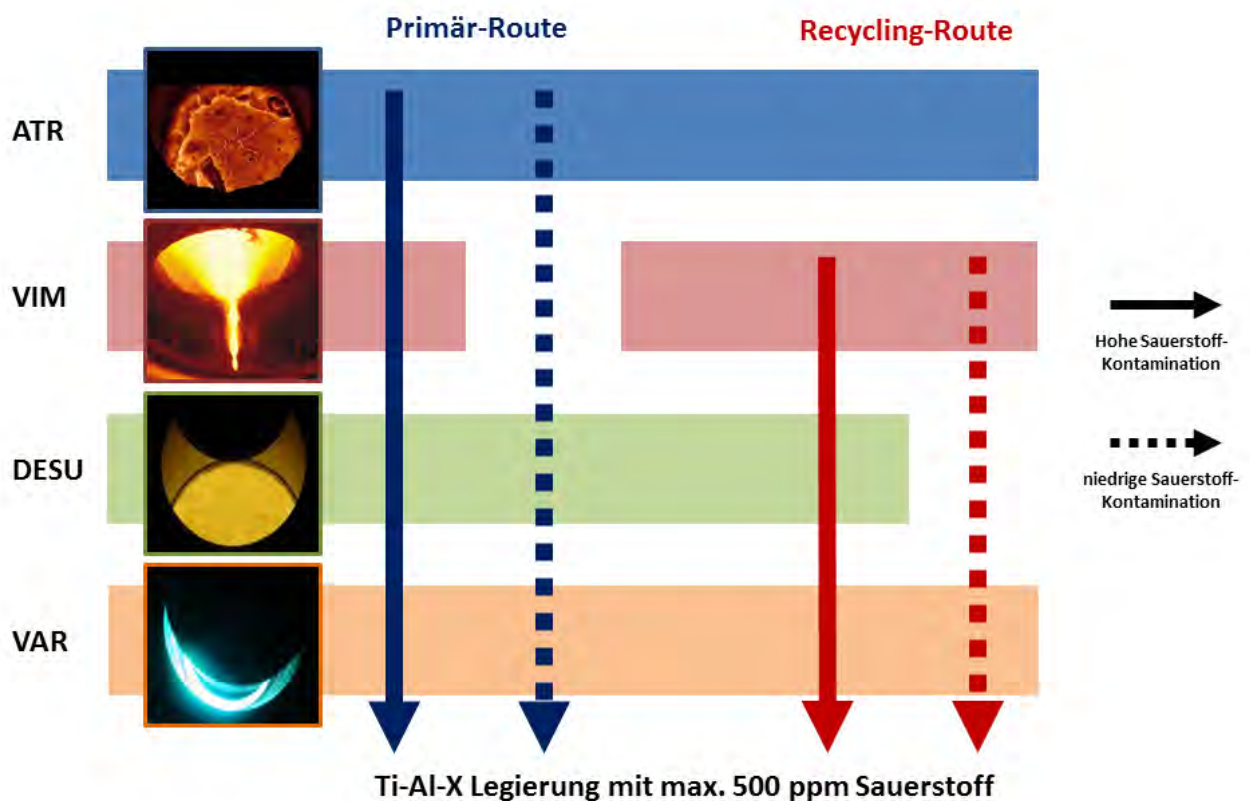


**Abbildung 1:** Anwendungsgebiete von Titan- bzw. Titanlegierungen am Beispiel einer Flugzeugturbinen (links) und eines Hüftgelenk-Implantats (rechts)

Ein Recycling der hochwertigen Ti-Werkstoffe erfolgt kaum. Ähnlich wie in der Aluminiumindustrie liegt der Anreiz des Recyclings von Titan in den beachtlichen Energieeinsparungen durch den Wegfall von Aufbereitung und Reduktion. Industriell werden für sehr sauberen und sortenreinen Produktionsschrott technisch aufwendige und teure Anlagen, wie zum Beispiel Elektronenstrahl- oder Plasmaöfen (engl. EB- bzw. PB-CHM) bzw. Kaltwand-Induktionsöfen (engl.: Induction Skull Melting, ISM), bereits heute verwendet. Das Recycling der komplexeren Schrotte (z.B. Späne, Gießläufer, Ausschuss mit Keramikkontakt, insbes. aber after use Produkte wie Turbinenschaukeln, Wärmetauscher, Medizinprodukte) ist aufgrund möglicher Verunreinigungen (z.B. durch Kühlmittel), eines inhomogenen Schrottanfalls, der Bildung von Oxidschichten und aufgrund anhaftenden Zerspanungswerkzeugresten aktuell nicht möglich. Diese Titanschrotte werden i.d.R. nicht als Titanwerkstoff recycelt, sondern in der Stahlindustrie als Desoxidations- und Legierungselement verwendet, was ein Downgrading bedeutet

## 2 Entwicklungsziel/Innovationshöhe

Die Substitution von Eisen- oder Nickelbasislegierungen durch Titan kann aufgrund der vergleichsweise geringen Dichte in diversen Anwendungen zu deutlichen Energieeinsparungen führen, was jedoch zumeist aufgrund der hohen Kosten scheitert. Aus diesem Grund hat sich das IME seit 2001 zum Ziel gesetzt, eine alternative Synthese- und Recycling-Prozesskette zur kostengünstigen Herstellung von Titan und Titanlegierungen zu entwickeln. Das Kernprinzip ist der erstmalige Einsatz robuster, in der Metallurgie etablierter und zugleich flexibler Verfahren wie aluminothermische Reduktion (ATR), Vakuuminduktionsschmelzen im keramischen Tiegel (engl.: VIM), desoxidierendes Elektroschlackeumschmelzen (ESU) und einstufiges konsolidierendes Vakuumlichtbogenschmelzen (engl.: VAR) in Rohstoff bezogenen Kombinationen (Abbildung 2). Wesentliches Augenmerk der entwickelten Prozesskette liegt auf der Kontrolle des eng spezifizierten Sauerstoffgehaltes, da dieser maßgeblich die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes beeinflusst. Vor allem ein Vakuuminduktionsschmelzen in großen, feuerfest zugestellten Tiegeln stellt eine wesentliche Möglichkeit dar, die Titanmetallurgie effizienter und kostengünstiger zu gestalten. Ein Standard-VIM benötigt üblicherweise 65-80 % weniger Energie als die herkömmlichen Verfahren des Kaltwandtiegels und Elektronenstrahl-Schmelzens, welche wassergekühlte Kupfertiegel einsetzen. Zudem gewährleistet das im Antragsteam entwickelte Verfahren höchstmögliche Homogenität und Flexibilität hinsichtlich der Schmelzezusammensetzung und ermöglicht darüber hinaus eine gezielte Legierungseinstellung. In der Vergangenheit scheiterte das VIM von Titan jedoch an der Tiegelverfügbarkeit mit entsprechender Prozessführung. Hinsichtlich der primären Synthese aus mineralischen Rohstoffen erlaubt die aluminothermische Reduktion die Herstellung aluminiumhaltiger Titanlegierungen in einem einzigen Prozessschritt aus Titanoxid (unter direkter Zugabe von Legierungsmetalloxiden) womit der Kroll-Prozess gänzlich umgangen wird, mit all seinen ökonomischen und ökologischen Nachteilen. Die finale Desoxidation und Spezifikationseinstellung der Titanwerkstoffe findet in den Umschmelzprozessen ESU und VAR statt.

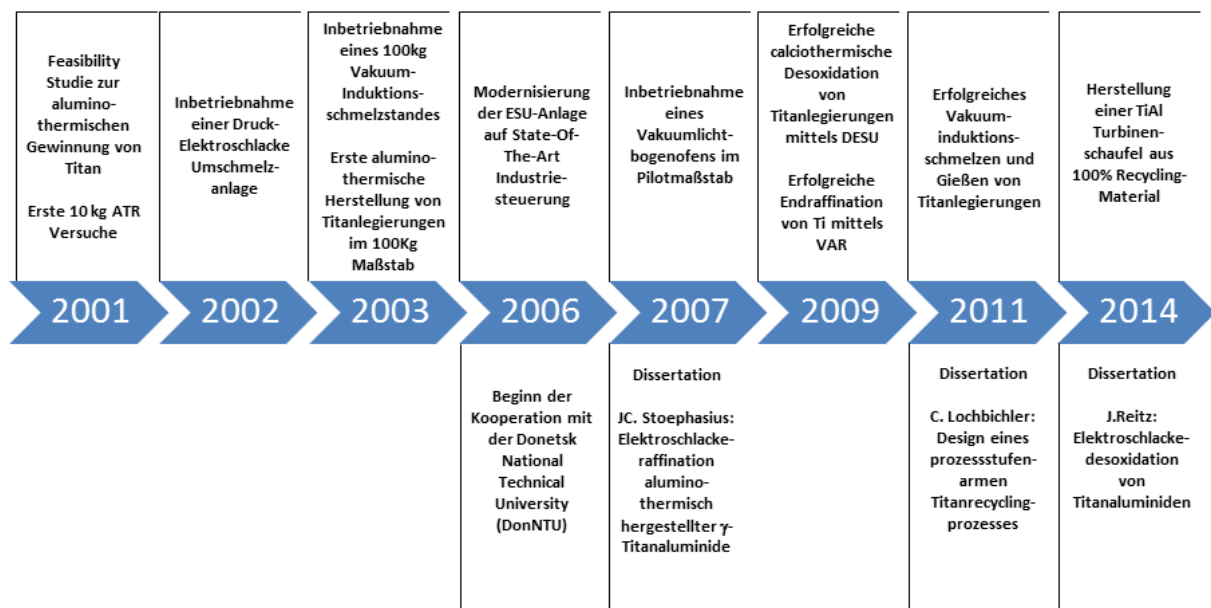


**Abbildung 2:** Am IME entwickelte Synthese- (blau) bzw. Recycling- (rot) Prozesskette zur kostengünstigen Herstellung von Titan und Titanlegierungen

### 3 Chronologie der Entwicklung von Titanrecycling/Syntheseverfahren am IME

#### 3.1 Einleitung

Ausgangspunkt der Forschungen zur Kostensenkung bei der Herstellung von Titan- und Titanlegierungen in Zusammenarbeit mit der VW-Forschung war die Direktgewinnung aus Pigment ( $\text{TiO}_2$ ) durch aluminothermische Reduktion. So konnten erstmals zunächst gamma-Titanaluminide, in späteren Forschungsprojekten auch hochtitanhaltige Legierungen (z.B. Ti-6Al-4V), ohne Umwege hergestellt werden. Ein weiterer Meilenstein war die Entwicklung der Prozessführung zum Vakuuminduktionsschmelzen von hochtitanhaltigen Legierungen im Pilotmaßstab, was bis 2010 nicht möglich war. Hierbei kommen entweder hochreine Tiegel aus CaO oder gemeinsam mit der TU Freiberg entwickeltes Calciumzirkonat zum Einsatz. Da die Sauerstoffaufnahme ins Metall sowohl während ATR als auch VIM nicht gänzlich vermieden werden kann, wurde ein calciothermisches Verfahren zur Desoxidation sowohl für den VIM als auch für das Elektroschlackeumschmelzen entwickelt. So konnten Titanlegierungen je nach Spezifikation mit einem Minimal-Sauerstoffgehalt von unter 500 ppm hergestellt werden. Ein optionaler Raffinationsschritt zur Entfernung vom gelösten, leicht flüchtigen Reduktionselement Calcium kann durch finales VAR erfolgen. Einen Überblick der Meilensteine gibt Abbildung 3.



**Abbildung 3:** Zeitlicher Überblick wesentlicher Meilensteine und bisheriger Promotionsabschlüsse der Forschungsaktivitäten seit 2001

Im Rahmen der am IME durchgeführten Forschungsarbeiten haben sich zahlreiche internationale Kooperationen ergeben. So ist hier vor allem die Zusammenarbeit mit der Donetsk National Technical University (DonNTU) in der Ukraine hervorzuheben, mit welcher auf dem Gebiet des Elektroschlackeumschmelzens von Titan zusammengearbeitet wurde. Durch die Kooperation mit diesem Vorreiter-Staat erlangte das IME internationalen Bekanntheitsgrad in Bezug auf Titanforschung. Aus dieser Zusammenarbeit ergaben sich diverse Publikationen und einige internationale Workshops. Im Jahr 2011 wurde Prof. Friedrich für dieses Engagement die Ehrendoktorwürde von der DonNTU verliehen. Die Breite der Titanforschung am IME wurde in den letzten Jahren auch durch erfolgreiche Industriekooperationen deutlich. Neben grundlagenorientierten Forschungsarbeiten mit der DECHEMA zur Fluoraufnahme in Titanlegierungen, konnten vom IME direkte Anwender wie Access Technology GmbH oder die Turbinenhersteller Snecma bzw. MTU als Forschungspartner gewonnen werden. Mit Access erfolgte 2014 die erstmalige Herstellung einer TiAl-



Turbinenschaufel aus 100 % Recyclingmaterial. Öffentliche Sichtbarkeit erlangten die Forschungserfolge des IME, neben vielen Vorträgen auf Konferenzen und Artikeln in wissenschaftlichen Magazinen, nicht zuletzt durch Beiträge in Sondermagazinen wie dem RWTH Themenheft und der Aufnahme in die Schriftenreihe „Eliteinstitute Deutschlands“. Dr.-Ing. Jan Hecht geb. Reitz erhielt im Jahr 2009 zudem den „IMPRESS Prize for young researchers“ der EU für seine Forschung auf dem Gebiet des Titan-Recyclings, welcher von der Europäischen Raumfahrtagentur ESA gesponsert wird. Im Folgenden sind die wichtigsten Ergebnisse bezüglich jedes einzelnen Prozessschrittes im Rahmen der durchgeführten Promotionen dargestellt.

### 3.2 Prozessschritt ATR

#### 3.2.1 Elektroschlackeraffination aluminothermisch hergestellter $\gamma$ -Titanaluminide (Dr.-Ing. J.-C. Stoephasius, 2002-2006)

Da  $\gamma$ -Titanaluminide sehr hohe Aluminiumgehalte zwischen 27 und 36 Mass.-% erfordern, die im Gleichgewicht mit Aluminiumoxid zu Sauerstoffgehalten unter 2 Mass.-% führen, kann durch aluminothermische Reduktion von  $\text{TiO}_2$  prinzipiell eine  $\gamma$ -Titanaluminid-Rohlegierung gewonnen werden, während die Herstellung von hochtitanhaltigen Titanlegierungen mit akzeptablen Sauerstoffgehalten nicht möglich ist. Die Aluminothermie ist somit der eigentliche Reduktionsprozess. Das  $\text{TiO}_2$ -Pigment wird durch deutlich überstöchiometrisch zugegebenes Aluminium bis auf niedrige Sauerstoffgehalte (z.B. 1,4 Mass.-% für Ti-50Al) reduziert. Ternäre Legierungselemente (Niob, Chrom, Silizium, etc.) können aus ihren Oxiden mitreduziert werden.

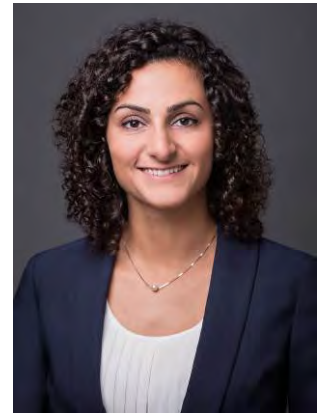
Im Rahmen der Arbeit von Stoephasius wurde erstmalig ein Pilot-Prozess zur Darstellung von TiAl-Rohelektroden für das anschließende desoxidierende Druck-Elektroschlackeumschmelzen entwickelt. Ferner erfolgte eine theoretische Prozessmodellierung des Elektroschlackeumschmelzens auf Basis von Gleichgewichtsberechnungen des Metall-Schlacke Systems. So konnten die notwendigen Umschmelzparameter (Schmelzrate, Ca-Zugabe) theoretisch ermittelt werden. Darüber hinaus wurde die ESU-Anlagentechnik am IME für TiAl-Prozessierung optimiert und somit der Grundstein für den experimentellen Nachweis der Desoxidierbarkeit des Roh-TiAl in der ESU-Anlage im Rahmen der folgenden Dissertationen gelegt (siehe Abschnitt 3.4.1)



**Abbildung 3:** Im Rahmen der Forschungsarbeiten entwickelter ATR-Reaktor mit Abgasleitung (links), Schlackenoberfläche unmittelbar nach Abbrand (rechts)

### 3.2.2 Prozessoptimierung im ATR (Dipl.-Ing. S. Hassan-Pour, 2011-2015)

Die Arbeit von Stoephasius konnte die Herstellung von Titanaluminiden mittels aluminothermischer Reduktion von  $\text{TiO}_2$ -Pigment darstellen. Zu hohe Sauerstoffgehalte im ATR-Produkt begrenzten diesen Prozess auf die Gewinnung von Titanaluminiden. Der Fokus der Arbeit von Hassan-Pour bestand folglich in der Erweiterung des ATR-Prozesses auf die Herstellung von hochtitanhaltigen Legierungen. Ausgehend einer detaillierten Betrachtung des Reaktionsgleichgewichtes der Titandioxidreduktion mittels Aluminium wurden Maßnahmen der Gleichgewichtsbeeinflussung zur gezielten Sauerstoffsenkung ermittelt und überprüft. Des Weiteren wurde eine umfangreiche Evaluation des Reaktionsablaufes auf mikroskopischer Ebene durchgeführt. In diesem Rahmen konnte eine innovative Weiterentwicklung des ATR-Prozess um eine Insitu-Desoxidation mittels Calcium realisiert werden, welche die Sauerstoffgehalte bei Titanlegierungen wesentlich senken kann.



**Abbildung 4:** ATR-Reaktor während eines Abbrandes (links), Reaktionsprodukt (rechts)

Im ATR-Prozess mit Insitu-Desoxidation wird vor der Chargierung der ATR-Mischung, bestehend aus den Oxiden der Zielmetalle ( $\text{TiO}_2$ ,  $\text{V}_2\text{O}_5$ ), Aluminium als Reduktionsmittel,  $\text{KClO}_4$  als Booster und  $\text{CaO}$ , in den Reaktor das Desoxidationsmittel Calcium zugegeben. Sobald nach der Zündung die Schmelze mit dem auf dem Reaktorboden liegenden Calcium in Kontakt tritt, wird die Insitu-Desoxidationsreaktion gestartet. Somit wird die Schmelze vor dem Absetzen und Erstarren durch das Calcium desoxidiert und es wird sichergestellt, dass Calcium hierbei als Desoxidationsmittel und nicht als Reduktionsmittel fungiert. Im Vergleich zur ATR ohne Desoxidation bringt der neue Prozess Titanlegierungen mit 75 Gew.-% Ti-Gehalt und um 6 Prozentpunkte reduzierte Sauerstoffgehalte hervor. Durch die effektive Methode der Insitu-Desoxidation im ATR-Prozess erfolgt die Erweiterung der mittels ATR herstellbaren Titanlegierungen von Titanaluminiden (Stoephasius) auf hochlegierte Titanlegierungen als Vormaterial für Ti-6Al-4V, welche im VIM weiterbehandelt werden. Weiterhin konnte in Zusammenarbeit mit der TU Clausthal durch eine mechanische Aktivierung der Einsatzstoffe eine Reduzierung der Boostermenge erzielt werden. Durch den verringerten Energiebedarf können alternative Booster verwendet werden, welche nicht KCl basiert sind. Hieraus resultiert vor allem eine Reduzierung der gasförmigen Reaktionsprodukte.

### 3.3 Prozessschritte VIM und VAR

#### 3.3.1 Design eines prozessstufenarmen Titanrecyclingprozesses (Dr.-Ing. C. Lochbichler, 2004-2011)

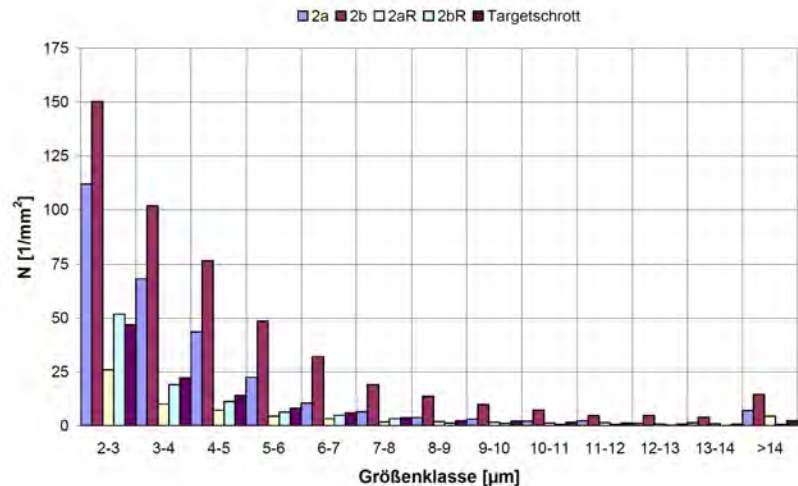
Die Arbeit von Lochbichler umfasst die Konzepterstellung und das Prozessdesign eines innovativen Recyclingprozesses mit verbesserter Raffinationskapazität für Titanwerkstoffe. Die Grundidee ist die intelligente Kopplung der bekannten und industriell anerkannten Prozesse VIM und VAR zu einem Gesamtprozess mit einer minimalen Summe an Einzelschritten. Das entwickelte und validierte Konzept bietet einen geschlossenen Stofffluss innerhalb der alternativen und konventionellen Primärerzeugung sowie des Recyclings stark kontaminierter Schrotte aufgrund der im Vergleich zu gängigen Recyclingprozessen (wie z.B. EBCHM) verbesserten Raffinationseffizienz. Das konventionelle VIM Aggregat wird zum Verflüssigen und Homogenisieren von Schrotten mit CaO als Tiegelwerkstoff zugestellt und der konstituierende Schmelzprozess um einen essentiellen Desoxidationsschritt erweitert. Als Desoxidationsmittel kommt  $\text{CaAl}_2$  zur Applikation. Nicht zuletzt aufgrund nicht vermeidbarer Sauerstoffaufnahme (verursacht durch limitierte Feuerfeststabilität) wird innerhalb des Prozessschritts VIM eine Sauerstoffraffination (sog. Direktdesoxidation) zur ggf. Umgehung des ESU vollführt. Zur Darstellung geringster Sauerstoffkonzentrationen im Metall ( $< 500$  ppm) sind VIM gegossene Metallblöcke mittels ESU enddesoxidierbar, siehe Abschnitt 3.4.1. Mittels anschließendem VAR ist eine Endraffination (Einschlussabtrennung und Metalldestillation) sowie lunkerfreie Struktureinstellung möglich.



**Abbildung 5 :** Desoxidationsschritt von  $\text{TiAl50}$  mit  $\text{CaAl}_2$  in der CaO Spulenzustellung (links), entnommener VIM Ingot für das anschließende VAR (rechts), 150 kW Technikumsaggregat

Der in der Titanschmelzmetallurgie vorherrschende VAR Prozess wird als vakuummetallurgischer Endschritt des Recyclingprozesses ausgelegt. Die Calciumdestillation aus  $\text{TiAl50}$  wird thermochemisch und kinetisch modelliert und ein Prozessfenster betreffend Prozessdruck  $p$  und max. zulässiger Umschmelzrate (zur Sicherstellung ausreichender Raffinationszeit) determiniert. Experimentell wird eine praktisch vollständige Calciumabtrennung aus  $\text{TiAl50}$  bei  $p < 0,005$  mbar (0,5 Pa) bestätigt. Im Fall von  $\text{TiAl50}$  sind bis zu 87 % der nichtmetallischen Einschlüsse mittels VAR abtrennbar, die dargestellte Metallreinheit übertrifft sogar die originäre Metallqualität.

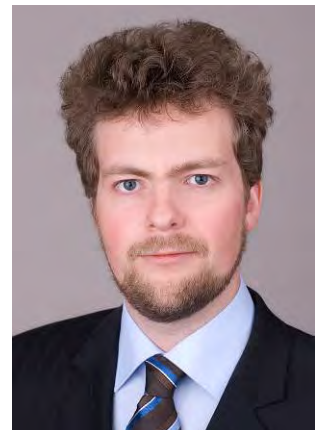




**Abbildung 6:** Raffinierter Ti50Al Ingot aus dem VAR Prozess (links), deutliche Verringerung der nichtmetallischen Einschlüsse nach VAR (2aR und 2bR) im Vergleich zum Input Material (rechts)

### 3.3.2 Flexibilisierung des Vakuuminduktionsschmelzens zur Schaffung eines ganzheitlichen Titanrecyclingprozesses (Dipl.-Ing. B. Rotmann, 2009-2013)

Wie vorstehend dargestellt, konnte durch Lochbichler die Eignung eines CaO-Tiegels im VIM-Verfahren zum konsolidierenden Schmelzen von TiAl-Legierungen nachgewiesen werden. Die Verwendung hochtitanhaltiger Einsatzstoffe resultiert jedoch in einem verstärkten korrosiven Verschleiß des Tiegels, der einen Desoxidationschritt zur Kompensation des zusätzlich eingebrachten Sauerstoffs erfordert und daher die Standzeit des Tiegels weiter verringert. Das primäre Ziel der vorliegenden Untersuchungen von Rotmann bestand folglich darin, den VIM-Prozessschritt dahingehend zu modifizieren, den Einsatz nicht sortenreiner hochtitanhaltiger kontaminierter Schrotte zu ermöglichen. Ferner sollte die Flexibilität der Triple-Melt-Route (d.h. VIM-DESU-VAR) hinsichtlich der verwendeten Einsatzstoffe nachgewiesen werden. Hierfür wurden von dem Kooperationspartner der TU Freiberg  $\text{CaZrO}_3$ -Tiegel zur Verfügung gestellt und auf ihre Eignung zum Schmelzen von hochtitanhaltigen Legierungen überprüft. Zudem wurden unterschiedliche Kombinationen primärer und sekundärer TiAl-Einsatzstoffe unter Variation der Chargierreihenfolge durch VIM hergestellt und anschließend dem DESU und VAR unterzogen. Mit der beschriebenen Methodik konnten die technisch besonders relevante Legierung Ti6Al4V unter Verwendung von  $\text{CaZrO}_3$ -Tiegeln erfolgreich im VIM umgeschmolzen werden, wobei unter Verzicht auf einen Desoxidationschritt Sauerstoffgehalte von bis zu < 5000 ppm erreicht wurden. Die im Triple-Melt-Verfahren erzeugten TiAl-Ingots wiesen indes Sauerstoffgehalte von etwa 600 bis 1700 ppm auf. Im Rahmen der durchgeführten Untersuchungen konnte festgestellt werden, dass hochtitanhaltige Einsatzstoffe unter Verwendung eines  $\text{CaZrO}_3$ -Tiegels im VIM-Verfahren bereits ohne Desoxidation und vor einem fakultativen DESU-Schritt mit akzeptablen Sauerstoffgehalten umgeschmolzen werden können. Ferner wurde nachgewiesen, dass ein optimiertes Temperatur-Zeit-Management unter Berücksichtigung einer optimierten Chargierreihenfolge den Verschleiß kalziumhaltiger Tiegel nachhaltig reduzieren kann.







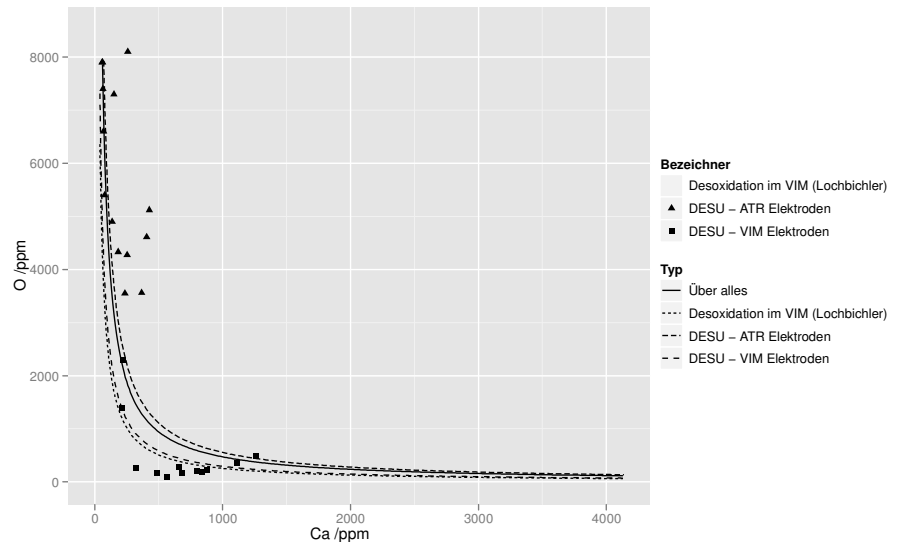
**Abbildung 7:** Einschmelzen von Ti-Schwamm im  $\text{CaZrO}_3$ -Tiegel (links), optionale Fülldraht-Desoxidation im VIM während der Schmelzphase (rechts)

### 3.4 Prozessschritt DESU

#### 3.4.1 Elektroschlackeraffination von Titanaluminiden (Dr.-Ing. J. Reitz, 2007-2010)

Die Arbeit von Reitz lieferte einen weiteren Schlüsselbeitrag zur Lösung der Recycling-Problematik von Titanwerkstoffen. Ausgehend von den thermochemischen Modellen zum Metall-Schlacke-System  $\text{CaF}_2\text{-CaO-Ca}$  durch Stoeckhusius, ergänzt die Arbeit eine anspruchsvolle kinetische Modellierung des Schmelzverfahrens und führt zur Übertragung dieser auf das Experiment. Im praktischen Teil der Untersuchung wurde das desoxidierende Druck-Elektroschlackeumschmelzen (DESU) schrittweise vom Modellsystem  $\text{Ti50Al}$  auf reale, derzeit im technischen Einsatz befindliche,  $\text{TiAl}$ -Legierungen übertragen. Für mittels VIM in keramischen Tiegeln rezyklierten  $\text{TiAl}$ -Schrott mit einer Sauerstoffkontamination von über 3000 ppm, konnte eine Sauerstoffreduktion auf deutlich unter 500 ppm nachgewiesen werden.  $\text{TiAl}$ , welches alternativ mittels aluminothermischer Reduktion (ATR) gewonnen wurde und mit bis zu 16.000 ppm Sauerstoff verunreinigt ist, stellt eine prozesstechnische und kinetische Herausforderung für das Verfahren dar und konnte in der Arbeit nicht unter 4000 ppm desoxidiert werden. Eine erste technisch-ökonomische Betrachtung in der Untersuchung zeigt, dass die Prozessroute VIM-DESU-VAR (triple-melt), auch im Vergleich zu alternativen Verfahren, die ideale Kombination aus flexiblem Einschmelzen, chemischer Desoxidation und finaler Raffination für das Recycling von  $\gamma\text{-TiAl}$  darstellt.



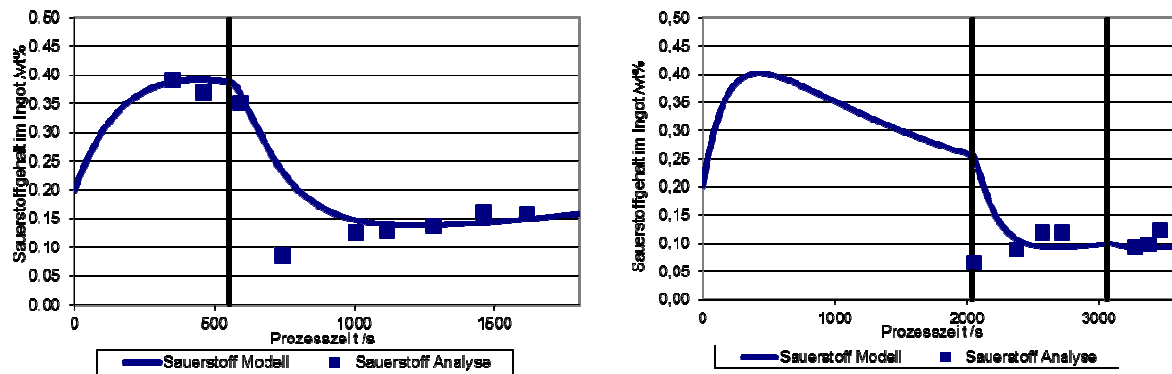


**Abbildung 8:** Erster DESU umgeschmolzener Ingot aus Recycling-TiAl (links), höhere Effektivität der Desoxidation über DESU durch niedrigere Aktivität des Reaktionsprodukts CaO nach Auflösung in  $\text{CaF}_2$  gegenüber Schmelzen im CaO-Tiegel (rechts)

### 3.4.2 Modellierung der Reaktionskinetik beim Druck-Elektroschlackeumschmelzen (Dipl.-Ing. M. Bartosinski, 2011-2014)

Die Arbeit von Bartosinski befasste sich, aufbauend auf den Forschungen von Reitz, mit der kinetischen Modellierung des Elektroschlackeumschmelzens von Titan und Titanlegierungen. Hierfür wurde ein Berechnungstool entwickelt, welches den gesamten Umschmelzprozess hinsichtlich der Metall- und Schlackenzusammensetzung als Funktion der Zeit abbildet. Wesentliches Ziel war die Berechnung des End-Sauerstoffgehaltes in Abhängigkeit der Ca-Menge in der Schlacke. Als Input-Parameter für die Berechnung dienen unter anderem Aktivitätsdaten und physikalische Eigenschaften (Oberflächenspannung, Viskosität) von Metall und Schlacke. Diese wurden der Literatur entnommen oder mit verschiedenen Methoden approximiert. Die experimentelle Validierung des Modells erfolgte an der Pilot-DESU-Anlage am IME. Neben Reintitan wurde Elektrodenmaterial aus der industriell gängigen Ti-6Al-4V Legierung mit definiertem Sauerstoffgehalt umgeschmolzen. Durch rasche Ca-Zugabe in die Schlacke wurde eine schnelle Abnahme des Sauerstoffgehaltes im Metall forciert. Nach dem Umschmelzen wurden die Ingots in diskreten Abständen über die gesamte Höhe auf Sauerstoff analysiert. Abbildung 9 zeigt beispielhaft den Vergleich des modellierten Sauerstoffverlaufes (durchgezogene Linie) mit experimentell ermittelten Werten (Punkte) als Funktion der Prozesszeit, was gleichzeitig der Ingothöhe entspricht. Der Zeitpunkt der Ca-Zugabe ist mit den senkrechten Linien gekennzeichnet. Sowohl die Sauerstoff-Zunahme (durch Rücklösung von Rest-CaO aus der Startschlacke ins Metall) als auch die Abnahme nach Ca-Zugabe werden durch das Modell in guter Übereinstimmung berechnet. Mit den so gesammelten Daten lässt sich mit dem Modell in Abhängigkeit des Elektrodendurchmessers und Ausgangs-Sauerstoffkonzentration die optimale Schmelzrate und Ca-Zugabe bzw. benötigte Ca-Konzentration in der Schlacke berechnen um die Ziel-Sauerstoffkonzentration zu erreichen.





**Abbildung 9:** Vergleich des modellierten Sauerstoffverlaufes mit experimentell ermittelten Werten

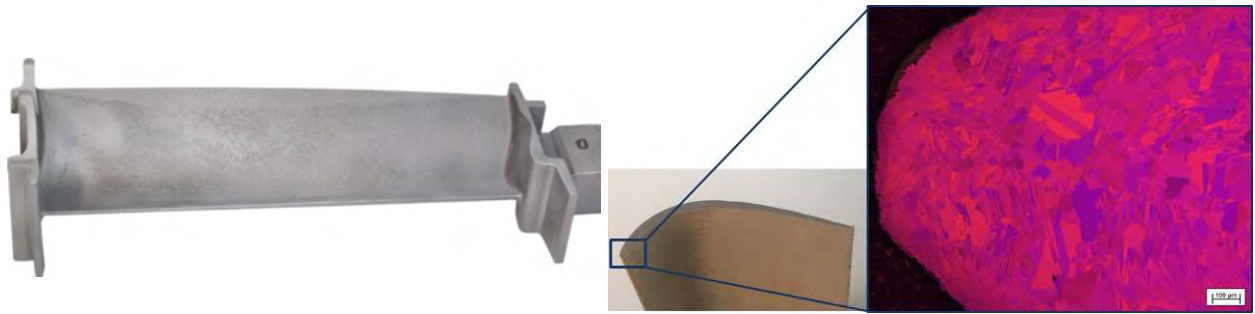
### 3.5 Validierung der Prozesskette VIM-DESU-VAR (Dipl.-Ing. P. Spiess, 2013-2015)

Im Rahmen des durch die Europäische Union geförderten Verbundprojektes „Engine Break-through Components and Subsystems“ (Seventh Framework Programme, No. 314366) wurde der am IME Metallurgische Prozesstechnik und Metallrecycling entwickelte Recyclingprozess in seiner Gesamtheit auf technische Realisierbarkeit überprüft. Dazu wurde durch den Projektpartner Snecma S. A. Rücklaufmaterial der Legierung GE4822, die im Bereich der hinteren Niederdruckturbinenstufen moderner Flugzeugtriebwerke Anwendung findet, zur Verfügung gestellt. Dieses Material durchlief den vorgestellten Recyclingprozess und wurde nachfolgend durch ACCESS Technology mittels Feinguss erneut zu Niederdruckturbinenschaufeln vergossen und charakterisiert.



Während der Untersuchungen hat sich bestätigt, dass etwaige Materialverluste durch Spritzer, Abdampfungen, etc. über den gesamten Prozessweg auftreten. Diese Verluste müssen bereits im ersten Prozessschritt (VIM) durch die selektive Zugabe primärer Legierungselemente wie Ti, Al oder mittels Aluminothermie gewonnener Vorlegierungen ausgeglichen werden. Weiterhin hat sich gezeigt, dass sich bei Nutzung von CaO Tiegeln eine geringe Sauerstoffaufnahme von nur etwa 400 ppm einstellt. Dies resultiert in einem Sauerstoffgehalt von ca. 1.100 ppm der zwar innerhalb der industriell angegebenen Spezifikationen für GE4822, jedoch oberhalb des industriell gewünschten Wertes liegt. Durch eine gezielte Desoxidation konnte im zweiten Prozessschritt (DESU) der Sauerstoffgehalt auf einen gewünschten Wert zwischen 200 und 1.200 ppm eingestellt werden. Etwaige Rückstände des Desoxidationsmittels werden durch den dritten Prozessschritt (VAR) entfernt, bei dem durch eine Kombination einer hohen Temperatur sowie eines geringen Drucks ein Abdampfen des Desoxidationsmittels gefördert wird. Das raffinierte Material wurde mittels Feinguss zu Turbinenschaufeln vergossen und nach heißisostatischem Pressen und einer nachfolgenden Wärmebehandlung charakterisiert, wobei eine für GE4822 typische Duplex-Struktur nachgewiesen werden konnte. Da die Struktur maßgeblich für die mechanischen Eigenschaften der Legierung verantwortlich ist, wird ebenfalls von typischen Werten für den Elastizitätsmodul sowie für die Kriechbeständigkeit ausgegangen. Weiterhin entsprach die chemische Analyse den industriellen Spezifikationen, wobei ebenfalls keine Rückstände von Kalzium oder Fluor festgestellt wurden. Demnach haben die Untersuchungen bewiesen, dass durch gezielte Adaption der jeweiligen Prozessschritte VIM, DESU und VAR eine erfolgreiche, reproduzierbare Materialrückgewinnung erzielt werden kann und eine kostengünstige, industrielle Realisierbarkeit gegeben ist.





**Abbildung 10:** Gegossene GE4822-Turbinenschaufel aus 100% Recycling-Material (links), für GE4822 typische Duplex-Struktur (rechts)

#### 4 Bedeutung der wissenschaftlichen Arbeit in der praktischen Umsetzung und Anwendernutzen

Im Rahmen der hier vorgestellten Forschungsarbeiten entstanden drei Doktorarbeiten, wobei drei weitere sich in der Anfertigung befinden. Darüber hinaus wurden 11 Diplom-/Masterarbeiten, 21 Bachelor-/Studienarbeiten betreut. Öffentliche Sichtbarkeit erreichten die erwähnten Projekte durch über 40 Publikationen in wissenschaftlich/technischen Zeitschriften und Tagungsbänden (siehe Anhang).

Bestimmt durch anspruchsvoll(st)e Metallqualität und Komplexität in der Endbauteilherstellung ist die Massenausbringung von Titanwerkstoffen generell als unzufriedenstellend hinzustellen. Von dem immensen Schrottanfall wird aktuell nur sauberer und klassierter Schrott aus der Halbzeugherstellung unmittelbar in der schmelzmetallurgischen Ingotherstellung nennenswert wiederverwertet. Qualitativ nicht zulässige Schrotte verlassen den geschlossenen Stofffluss von Titan und konkurrieren direkt mit billiger und ressourcenschonender darstellbaren Ferrotitanlegierungen (sog. Downgrading). Der Titanmetallverlust ist insbesondere für Mitteleuropa mangels Eigenressourcen als strategisch kritisch aufzufassen. Dies ist im Allgemeinen auf die extreme thermochemische Affinität von Titan zu Sauerstoff und Stickstoff bestimmt und stark auf eingeschleppte Fremdstoffe wie Hartmetall und Fremdmetalle im Schrott zurückzuführen. Aktuell wird Titanschrott industriell nur mittels konventionellen Titanschmelzprozessen verarbeitet. Die Raffinationseffizienz und Schrottkapazität der betroffenen Aggregate ist allerdings stark limitiert und die Prozesse sind energieineffizient. Infolgedessen kommt es zum oben genannten Downgrading von wertvollen Titanschrotten. Die Feststellungen betreffen insbesondere die innovative Werkstoffgruppe der Titanaluminidlegierungen. Sekundärmetallurgie wird hier gar nicht vollzogen und Konzeptideen zu Recyclingprozessen sind unbekannt. Die Unerlässlichkeit und Priorität eines Recyclingprozesses mit auskommender Raffinationskapazität für Titanwerkstoffe ist vollends gegeben. Die vorgestellten Forschungsergebnisse liefern einen signifikanten Beitrag dazu, den Wertverfall von Titanschrotten deutlich zu stoppen.

#### 5 Verwendung des Preisgeldes

Die elektrische Leitfähigkeit der Prozessschlacke ist für den ESU-Prozess eine der grundlegenden physikalischen Eigenschaften. Neben der Viskosität ist sie eine der prozessbeeinflussenden Parameter, da sie maßgeblich den Wirkungsgrad des Gesamtprozesses bestimmt. Die elektrische Leitfähigkeit ist stark temperaturabhängig, was insbesondere für geschmolzene Schlacken gilt, bei denen die Leitfähigkeit mit steigender Temperatur zunimmt. Um detaillierte Aussagen über den Wirkungsgrad des Prozesses machen zu können, ist die Kenntnis der elektrischen Leitfähigkeit in im Temperaturbereich in dem ESU-Anlagen betrieben werden (1600-2000 °C) notwendig. Die

größte Herausforderung hierbei ist es, eine stabile und zuverlässige Messmethode zu entwickeln, um bei diesen hohen Temperaturen belastbare Ergebnisse zu erhalten. Neben adäquater Ofentechnik sind Materialien für die Messungen erforderlich, die bei diesen hohen Temperaturen chemisch und thermisch stabil sind.

Am IME wurde die Leitfähigkeitsmessung in den letzten Jahren bereits stark vorangetrieben. Es wurde eine stabile und sehr präzise Vierleiter-Messmethode entwickelt und bereits in wässrigen Lösungen und Salzschnmelzen bis 800°C erprobt.

Folglich ist der nächste Schritt eine Erweiterung der Messanlage am IME, um die bereits entwickelte und erprobte Messmethode auch im höheren Temperaturbereich (>1100°C) einsetzen zu können. Das Preisgeld soll in eine Erweiterung und Anpassung der Ofensteuerung investiert werden, welche notwendig ist, um Versuche unter Schutzgas durchführen zu können, da die Oxidation der Messelektroden den Prozess hinsichtlich der Maximaltemperatur deutlich limitiert. Zudem muss ein Geräteträger für die Leitfähigkeitsmessung umgerüstet werden, um die Messapparatur aufnehmen zu können. Die Kosten dafür belaufen sich auf ca. 25.000 €. Für die Planung, den Bau und die Realisierung werden Personalmittel benötigt. Auch die Durchführung der Versuche mit Nachwuchswissenschaftlern und studentischen Hilfskräften soll vom Preisgeld finanziert werden und benötigt insgesamt 18.000 €. Des Weiteren ist eine Teilnahme mit einem Vortrag an einer internationalen Fachkonferenz geplant: insgesamt etwa 2.000 €.

## 6 Profile des verantwortlichen Nachwuchsforschers und des Forschungsinstituts

Die wesentlichen Innovationen des gesamten Forschungsprojektes sind unter der Gruppenleitung von Dr.-Ing. Johannes Morscheiser in der Zeit 2009 - 2014 durchgeführt worden. Herr Dr.-Ing. Johannes Morscheiser (geb. 1982) studierte Metallurgie und Werkstofftechnik an der RWTH Aachen von 2003 bis 2008, wurde 2014 am IME Metallurgische Prozesstechnik und Metallrecycling promoviert (Prof. Dr.-Ing. B. Friedrich) und arbeitet aktuell bei der Aleris Rolled Products Germany GmbH in der Forschung und Entwicklung. Während seiner wissenschaftlichen Tätigkeit arbeitete er in Forschung und Lehre im Bereich der thermischen Raffinationsprozesse und dort insbesondere im Gebiet der Vakuummetallurgischen Prozesse. Bis zu seinem Ausscheiden aus dem Institut hatte er am IME die Position des Gruppenleiters für Vakuummetallurgie und Umschmelztechnik inne und koordiniert heute die F&E Kooperation zwischen Aleris und der RWTH Aachen.



Das IME in Aachen vertritt die metallurgische Prozesstechnik und das Metallrecycling in Forschung und Lehre an der RWTH Aachen. Kernziele sind die Entwicklung nachhaltig umweltschonender und kosteneffizienter Verfahren zur Gewinnung von Metallen sowie zur Herstellung metallischer Werkstoffe. Ausgehend von der Georessource „Erz“ oder der Konsumressource „Schrott“ werden hochreine Metalle und moderne Funktionsmaterialien bereitgestellt. Seit der Übernahme der Institutsleitung durch **Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. Bernd Friedrich** (vormals GfE und VARTA) im Jahr 1999 verfolgt das IME das Ziel, ausgehend von anwendungsorientierten Grundlagenarbeiten Prozesse experimentell bis in den technischen Maßstab zu entwickeln und bis in den Demomaßstab zu erproben. Die Industrienähe zeigt sich in mittlerweile über 70 erfolgreich bearbeiteten Verbundprojekten mit breiter öffentlicher Förderung und jährlich etwa 30 Auftragsforschungen unter strikter Geheimhaltung. Die Forschungsbreite wird in etwa 350 Institutspublikationen in Zeitschriften und Tagungsbänden der bisherigen 74 Doktoranden deutlich.

## Anhang

### Publikationen in wissenschaftlichen Zeitschriften zum Bewerbungsthema

- Stoephasius, J.: Elektroschlackeraffination aluminothermisch hergestellter  $\gamma$ -Titanaluminide. Dissertation, IME Metallurgische Prozesstechnik und Metallrecycling, RWTH Aachen University, Shaker Verlag, ISBN 978-3-8322-5876-4, Februar 2006
- Lochbichler, C.: Design eines prozessstufenarmen Titanrecyclingprozesses, Dissertation, IME Metallurgische Prozesstechnik und Metallrecycling, RWTH Aachen University, Shaker Verlag, ISBN: 978-3-8440-0514-1, November 2011
- Reitz, J.: Elektroschlackedesoxidation von Titanaluminiden, Dissertation, IME Metallurgische Prozesstechnik und Metallrecycling, RWTH Aachen University, Shaker Verlag, ISBN: 978-3-8440-2022-9, Juli 2013
- Reitz, J., Lochbichler, C., Friedrich, B.: Recycling of gamma titanium aluminide scrap from investment casting operations, *Intermetallics*, Nr. 19 (2011), S. 762-768
- Friedrich, B.; Hammerschmidt, J.; Stoephasius, J.-C.: Aluminothermische Reduktion von Titanoxid. *Erzmetall* 56 (2003) Nr. 2, S. 82 - 93
- Stoephasius, J.-C.; Friedrich, B.; Hammerschmidt, J.: A New Processing Route for Titanium Alloys by Aluminothermic Reduction of Titanium Dioxide and Refining by ESR, in *Ti-2003 Science and Technology, Proceedings of the 10th World Conference on Titanium*, ed. G. Lütjering and J. Albrecht Vol. IV WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2004, ISBN 3-527-30306-5, pp. 2209-2216
- Stoephasius, J.-C., Friedrich, B.: Modelling of Metallothermic Reactions – Local Reaction Rates during Aluminothermic  $\gamma$ -TiAl-Nb Production, *Erzmetall* 58 (2005), H 2, 63-70
- Kostov, A.; Friedrich, B.; Zivkovic, D.: Predicting thermodynamic properties in Ti–Al binary system by FactSage Computational Materials Science, Volume 37, Issue 3, September 2006, 355-360
- Stoephasius, J.-C.; Reitz, J., Friedrich, B.: ESR Refining Potential for Titanium Alloys using a  $\text{CaF}_2$ -based slag, *Advanced Engineering Materials* 2007, Volume 9, No. 4, S. 246 – 252.
- Lochbichler, C.; Friedrich, B.; Jarczyk, G.; Scholz, H.: Cost Reduction of TiAl by Alternative Production and Integration of TiAl Scrap Recycling – Concepts and Vacuum-Metallurgical Equipment, *Advances in Materials Science*, Vol. 7, No. 4, 2007, S. 81 – 88
- Hausmann, J.; Friedrich, B.; Möller, C.; Gussone, J.; Voggenreiter, H.: Titan: Vom exklusiven Material zum Massenwerkstoff?, *Konstruktion*, 60. Jahrgang; Heft 5, 2008; S. IW 8 – IW 9
- Stoephasius, J.-C., Friedrich, B.: Modellierung metallothermischer Reaktionen – Berechnung der Einsatzmischung unter Berücksichtigung energetischer Effekte, *Erzmetall World of Metallurgy*, 2004, 57 (4), 217-224
- Hassan-Pour, S., Friedrich, B., Achimovičová, M., Gock, E., Vogt, V., Baláž, P.: Aluminothermic Production of Titanium Alloys (Part 1): Synthesis of  $\text{TiO}_2$  as Input Material *Metallurgical & Materials Engineering*, Vol 20 (2014), No. 2, pp. 141-154
- Kostov, A., Zivkovic, D., Friedrich, B.: Thermodynamic Study of Ti-V and Al-V Systems using FactSage, *Journal of Mining and Metallurgy*, Vol. 42, No. 1, 2006



Snizhko, O., Ryabtsev, A., Troyanskyy, O., Pashynskyi, V., Friedrich, B., Morscheiser, J., Bartosinski, M.: Influence of Oxygen and Heat Treatment on Forming of Structure and Properties of Titanium of the Electro-Slag Melting, Titan, Volume 1, Issue 39, 2013, Seiten 14-24, ISSN: 2075-2903

Friedrich, B., Babyukm V., Sokolov, V.: Investigations of Liquid Phase Aluminothermic Reduction of Ilmenite, Erzmetall, Volume 60, No. 5, 2007, Seiten 255 - 261

### **Beiträge in Tagungsbänden zum Bewerbungsthema**

Spieß, P., Rotmann, B., Friedrich, B.: Investigations on oxygen removal from molten TiAl scrap by metallothermic reduction, Titanium Europe 2013, Hamburg, Germany

Hassan Pour, S., Friedrich, B., Ryabtsev, A. D.; Troyansky, A. A.: Synthesis of Ti-Al-V alloys by Aluminothermic Reduction to Produce Pressed Electrodes for ESR, Titanium Europe 2013, Hamburg, Germany

Rombach, E., Friedrich, B.: TiAl Ingot Production - Cost Reduction by Integrated Recycling Concepts, ThyssenKrupp / RWTH R&D-Forum, 02.-03.06.2014, Aachen

Stoephasius, J.C.; Friedrich, B.: Production of  $\gamma$ -TiAl-Ingots by Aluminothermic Reduction of  $\text{TiO}_2$  and Refining by ESR, Proceedings of EMC 2005, Dresden, S. 1429 – 1444

Kostov, A.; Friedrich, B.; Zivkovic, D.; Lochbichler, C.; Stoephasius, J.-C.: Predicting Thermodynamic Stability of Crucible Oxides in Molten Titanium Alloys, CALPHAD XXXIV, May 22-27, 2005, Maastricht, The Netherlands

Kostov, A.; Friedrich, B.: Computer Prediction of Thermodynamic Properties for Titanium Based-Alloys, 3rd Symposium of Thermodynamics and Phase Diagrams, June 24, 2005, Bor, Serbia and Montenegro

Kostov, A.; Zivkovic, D.; Friedrich, B.: Thermodynamic analysis of Ti-Al, Ti-V and Al-V binary systems, 38<sup>th</sup> IOC of Mining and Metallurgy, 06.-08.October 2006 in Donji Milanovac, Serbia, 658-664

Lochbichler, C.; Friedrich, B.: Induction Melting Using Refractories and Direct Deoxidation of Ti and TiAl Scrap, European Metallurgical Conference – EMC 2007, June 11 - 14, Düsseldorf, Germany.

Reitz, J.; Friedrich, B.: Fundamental of deoxidation behaviour of Ti-alloys by chamber ESR with Ca-reactive slags, European Metallurgical Conference – EMC 2007, June 11 - 14, Düsseldorf, Germany

Friedrich, B.; Lochbichler, C.; Reitz, J.: Closing The Material Cycle of Titanium – Thermochemical and Experimental Validation of a New Recycling Concept, LMPC - International Symposium on Liquid Metal Processing and Casting, September 2 - 5, 2007, Nancy, France

Morscheiser, J.; Friedrich, B.; Lochbichler, C.: Potential of Ceramic Crucibles for Melting of Titanium-Alloys and gamma-Titaniumaluminide, 51. Internationales Feuerfestkolloquium, 15.-16. Oktober 2008, Aachen

Reitz, J., Friedrich, B.: Tracing Ca and F during Remelting of Titanium-Aluminides in ESR and VAR, Titanium 2009, Waikoloa, Hawaii, 13.09. - 16.09.2009

Friedrich, B., Morscheiser, J., Reitz, J., Lochbichler, C.: Recycling of Titanium-Aluminide Scrap, Titanium 2009, Waikoloa, Hawaii, 13.09. - 16.09.2009

Friedrich, B., Reitz, J., Möller, C., Bolivar, R.: Potentiale alternativer Herstellungskonzepte für Titanmetall und Titanlegierungen, 44. Metallurgische Seminar des Fachausschusses für Metallurgi-

sche Aus- und Weiterbildung der GDMB; 03.02. – 05.02.2010, Hanau, S. 131 – 162, ISBN 978-3-940276-23-0

Lochbichler, C.; Friedrich, B.: Recycling von Refraktärmetallen durch VIM und DESU am Beispiel von Titanschrott; GDMB Fachausschuss Sondermetalle 2004, 18.11.2004, Aachen

Rotmann B., Friedrich, B.: Challenges in Titanium Recycling – Do We Need a Specification for Secondary Alloys? Proceedings of the 6th European Metallurgical Conference (EMC) 2011, June 26 to 29, 2011, Düsseldorf, Germany

Reitz, J., Friedrich, B.: Metal-Slag Interaction during PESR of Titanium Alloys, Proceedings of the International Workshop on Metal-Salt Interaction, September 14th to 19th 2010, Yalta, Crimea, Ukraine

Spiess, P., Friedrich, B.: Sauerstoffentfernung aus schmelzflüssigen TiAl-Schrotten durch metallothermische Reduktion, Werkstoffsymposium Dresden 2011, 08.- 09.12.2011,

Rotmann, B., Vogel, H., Friedrich, B.: Evaluation of Deoxidization Techniques during Vacuum Induction Melting of Titanium Alloys, ICRF - 1st International Conference on Ingot Casting, Rolling and Forging, Proceedings, June 2012, Ingot Casting – Remelting 1

Bartosinski, M.; Friedrich, B.; Reitz, J.: Modelling the Oxygen Content of Titanium During Deoxidation in the Pressure Electroslag Remelting (PESR) Process, Proceedings of the 7<sup>th</sup> European Metallurgical Conference (EMC) 2013, June 23-26, Weimar, Germany, Vol. 3, pp. 1085-1092

Bartosinski, M., Lochbichler, C., Reitz, J., Spiess, P., Friedrich, B., Stoyanov, T., Aguilar, J.: Experimental Research on the Recycling Potential of Precision Cast  $\gamma$ -TiAl During Electroslag Remelting, 4th International Symposium on Gamma TiAl Alloys (TMS ISGTA 2014), February 16-20, San Diego, USA, pp. 51-57

Spiess, P., Friedrich, B.: Influence of the Slag Composition on the Fluorine Absorption in  $\gamma$ -TiAl during IESR, 4th International Symposium on Gamma TiAl Alloys (TMS ISGTA 2014), February 16-20, San Diego, USA, pp. 59-64

Hassan Pour, S.; Brenk, J.; Friedrich B.: Optimization of processing Cu-Cr alloys via aluminothermic reduction, Proceedings of the 8th European Metallurgical Conference (EMC) 2015, June 14-17, Düsseldorf, Germany

Bartosinski, M.; Hassan-Pour, S.; Friedrich, B.; Ratiev, S.; Ryabtsev, A.: Deoxidation Limits of Titanium Alloys during Pressure Electro Slag Remelting, Proceedings of the 2015 International Symposium on Liquid Metal Processing & Casting, Leoben, 20.-24.09.2015

Spiess, P.; Bartosinski, M.; Stoyanov, T.; Aguilar, J.; Friedrich, B.: A Closed-Loop Recycling Technology for  $\gamma$ -TiAl from Precision Cast Low Pressure Turbine Blades, Chemie Ingenieur Technik, Special Issue: Thermische Prozesstechnik für Metallgewinnung und Recycling, Vol. 87 (2015), No. 11, pp. 1580-1588

Hassan-Pour, S.; Vonderstein, C.; Friedrich, B.; Achimovičová, M.; Gock, E.; Vogt, V.: Aluminothermic Production of Titanium Alloys (Part 2): Impact of Activated Rutile on Process Sustainability Metallurgical & Materials Engineering, Vol 21 (2015), No. 2, pp. 101-114