



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГОСУДАРСТВЕННОМ КОМИТЕТЕ СССР ПО НАУКЕ И ТЕХНИКЕ
(ГОСКОМИЗОБРЕТЕНИЙ)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

№

1746722

На основании полномочий, предоставленных Правительством СССР, Госкомизобретений выдал настоящее свидетельство на изобретение:

"Способ получения карбида скандия"

Заявитель: ЛЕНИНГРАДСКИЙ ГОРНЫЙ ИНСТИТУТ ИМ. Г. В. ПЛЕХАНОВА
И ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНЫЙ
ИНСТИТУТ ТИТАНА

Автор (авторы): Александровский Сергей Васильевич,
Захаревич Аркадий Александрович, Андреев Анатолий
Евгеньевич, Святош Игорь Юрьевич, Терещенков Геннадий
Николаевич, Комаров Алексей Борисович и Билбас Инна
Анатольевна

Заявка № 4787411 Приоритет изобретения 30 января 1990г.

Зарегистрировано в Государственном реестре
изобретений Союза ССР

8 марта 1992г.

Председатель Комитета

Начальник отдела

Ю. В. Алексеев
Зинев

вх 27/269
23.11.92



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

ДЛЯ СЛУЖЕБНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ ЭКЗ №

(19) **SU** (11) **1746722 A1**

(51)5 C 22 B 61/00, C 01 G 57/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГКНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1

(21) 4787411/02

(22) 30.01.90

(71) Ленинградский горный институт им.
Г.В.Плеханова и Всесоюзный научно-иссле-
довательский и проектный институт титана

(72) С.В.Александровский, А.А.Захаревич,
А.Е.Андреев, И.Ю.Свядош, Г.Н.Терещен-
ков, А.Б.Комаров и И.А.Билбас

(53) 546.631 (088.8)

(56) Кипарисов С.С. и др. Карбид титана. М.:
Металлургия, 1987, с. 4-87.

Коршунов Б.Г. и др. Скандий, М.: Метал-
лургия, 1987, с. 16.

2

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КАРБИДА СКАН-
ДИЯ

(57) Изобретение касается получения карби-
да скандия гомогенного состава. Через рас-
плав, содержащий 30-45 мас. % хлорида
скандия в расплаве хлоридов натрия и/или
калия, пропускают четыреххлористый угле-
род при соотношении массы хлоридов в рас-
плаве и четыреххлористого углерода
(2-3,2):1. Процесс проводят в присутствии
металлического натрия.

Изобретение относится к производству
карбидов редких металлов, в частности к
получению карбида скандия.

Карбид скандия характеризуется высо-
кой твердостью и температурой плавления,
что позволяет использовать его в компози-
циях для обработки металлов при высоких
температурах.

Известны способы получения карби-
дов. Карбиды могут быть получены не-
сколькими способами: прямым синтезом
из порошков без плавления, псевдопла-
влением и методом самораспространяюще-
го высокотемпературного синтеза. По
данным технологическим схемам получа-
ется достаточно качественный карбид. Од-
нако для осуществления этого
технологического процесса необходимо
наличие дорогостоящих дисперсных ме-
таллических порошков.

В качестве прототипа принят метод пол-
учения карбида скандия путем восстановле-
ния оксида скандия углеродом при 2000°C.

Недостатком этого процесса является
сложность получения гомогенного материа-
ла и высокая температура процесса.

Целью изобретения является повыше-
ние качества карбида скандия за счет его
гомогенизации.

Для этого обработку соединений скан-
дия проводят в расплаве хлоридов щелоч-
ных металлов с использованием в качестве
соединений скандия его хлоридов при со-
держании их в расплава в количестве 30-45
мас. % и в качестве углеродсодержащего ре-
агента четыреххлористого углерода, обра-
ботку ведут при барботировании
четырёххлористого углерода через расплав
и при соотношении хлоридов скандия и ще-
лочных металлов к четыреххлористому угле-
роду (2-3,2):1 в присутствии металлического
натрия.

Содержание хлоридов скандия в исход-
ном расплаве выбрано исходя из следую-
щих соображений. Верхний предел (45
мас. %) обусловлен термической стабильно-
стью расплава, при большей концентрации

(19) **SU** (11) **1746722 A1**

соединений скандия возможна их возгонка из очага реакции, что приведет к нарушению однородности конечного продукта. Нижний предел (30 мас. %) связан с тем, что при меньшем содержании хлорида скандия процесс карбидизации не протекает в полном объеме и содержание скандия не соответствует стехиометрическому.

Соотношение хлоридов скандия и углерода, равное 3,2:1, связано с образованием карбида стехиометрического состава. Предел (3,2) выбран для получения однородного карбида, т.к. при нарушении технологического режима возможно неполное восстановление четыреххлористого углерода; соотношение, меньшее 2:1, приведен к получению избыточного количества несвязанного углерода.

Сущность способа заключается в следующем.

Процесс получения порошков скандия совмещают с получением элементарного углерода. При металлотермическом восстановлении хлоридов скандия и углерода последние получают в дисперсной форме с развитой удельной поверхностью повышенной активности. Вследствие этого обстоятельства, а также в результате интенсивного перемешивания хлоридного расплава в каждом микроочаге реакции протекает процесс образования гомогенного карбида скандия.

Так как исходные реагенты могут быть очищены до высокой степени чистоты, получаемый карбид скандия характеризуется достаточно высоким качеством. Это обстоятельство, а также осуществление процесса в герметичном реакторе должны обеспечить образование однородного продукта с повышенным содержанием связанного углерода.

Пример. Установка состоит из шахтной электропечи, герметичной реторты

и мерных емкостей для натрия и тетрахлорида углерода. В реакционный стакан загружали 100 г расплава, содержащего 38 % трихлорида скандия, остальные хлориды натрия и калия. Стакан разогревали в вакууме до 200–300°C и под аргоном до 750°C. Включали перемешивающее устройство и одновременно подавали натрий на поверхность перемешиваемого расплава, барботировали тетрахлорид углерода через него. Температура 800–850°C, общее количество поданного натрия составляло 18 г, тетрахлорида углерода 37 г (отношение расплава хлоридов скандия к тетрахлориду углерода 2,7). По окончании процесса подачи реакционную массу после выдержки при 800–850°C охлаждали. Полученный карбид скандия отделяли от хлоридов. Выполненный рентгеноструктурный анализ полученного продукта показал идентичный фазовый состав проб по карбиду скандия. Фаза металлического скандия отсутствует (таблица).

Формула изобретения

Способ получения карбида скандия, включающий обработку соединений скандия углеродсодержащим реагентом при нагревании, отличающийся тем, что, с целью повышения качества карбида скандия за счет его гомогенизации, обработку соединений скандия проводят в расплаве хлоридов щелочных металлов с использованием в качестве соединений скандия его хлоридов при содержании их в расплаве в количестве 30–45 мас. % и в качестве углеродсодержащего реагента четыреххлористого углерода, обработку ведут при барботировании четыреххлористого углерода через расплав и при соотношении хлоридов скандия и щелочных металлов к четыреххлористому углероду (2–3,2):1 в присутствии металлического натрия.

Содержание ScCl_3 в расплаве, %	Отношение расплава хлоридов скандия к тетрахлориду углерода*	Технологические отклонения и данные рентгеноструктурного анализа
28	2,7	Низкая концентрация скандия приводит к неоднородности, наличие свободного углерода
30	2,7	Пробы гомогенны, представлены основной кристаллической фазой карбида скандия
38	2,7	Пробы гомогенны, одна фаза - карбид скандия
45	2,7	Пробы гомогенны, карбид скандия
47	2,7	В пробах обнаружен в качестве самостоятельной фазы металл, скандий. Диспропорционирование хлорида скандия
35	1,8	Избыток хлорида углерода приводит к образованию свободного углерода наряду с карбидом
35	2,0	Пробы гомогенны, представлены основной кристаллической фазой карбида скандия
35	2,7	Пробы гомогенны, одна фаза карбида скандия
35	3,2	Основная фаза - карбид скандия, проба гомогенна
35	3,4	Наряду с карбидом присутствует металлический скандий
Процесс по прототипу		Негомогенный материал, две фазы: карбид и металлический скандий. Снижение выхода

* Отношение массы расплава хлоридов скандия с учетом массы основы - растворителя NaCl и KCl к массе CCl_4 .

Редактор М.Стрельникова Составитель М.Дицент
Техред М.Моргентал

Корректор М.Пожо

Заказ 2328/ДСП

Тираж

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101