

x/g n ?
n. 584



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

СВИДЕТЕЛЬСТВО

№ 770225

На основании полномочий, предоставленных Правительством СССР, Государственный комитет СССР по делам изобретений и открытий

выдал настоящее свидетельство на изобретение:

"Способ получения титана магнитермическим восстановлением"

ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ

Заявитель: ТИТАНА, ЛЕНИНГРАДСКИЙ ОРДЕНОВ ЛЕНИНА, ОКТЯБРЬСКОЙ РЕВОЛЮЦИИ И ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ ГОРНЫЙ ИНСТИТУТ ИМ. Г.В.ПЛЕХАНОВА, БЕРЕЗНИКОВСКИЙ ТИТАНО-МАГНИЕВЫЙ КОМБИНАТ И БЕРЕЗНИКОВСКИЙ ФИЛИАЛ ВСЕСОЮЗНОГО НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО И ПРОЕКТНОГО ИНСТИТУТА ТИТАНА

Автор (авторы): Петрунко Анатолий Николаевич, Снисарь Георгий Петрович, Сандлер Рональд Александрович, Кузьменко Александр Сергеевич, Андреев Анатолий Евгеньевич, Голубев Александр Александрович, Гулякин Александр Илларионович, Пинаев Евгений Николаевич и Александровский Сергей Васильевич

Заявка № 2707822 Приоритет изобретения 4 января 1979г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Союза ССР

13 июня 1980г.

Председатель Комитета

Начальник отдела

Т. Не подлежит опубликованию в открытой печати

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

Форма № 9/9

(11)

770225

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 04.01.79(21) 2707822/22-02

(51) М. Кл³

с присоединением заявки № —

C 22 B 34/I2

(23) Приоритет —

(43) Опубликовано — Бюллетень —

(53) УДК 669.295.3

(45) Дата опубликования описания —

(088.8)

Авторы
изобретения

А.Н. Петрунко, Г.П. Снисарь, Р.А. Сандлер, А.С. Кузьменко,
А.Е. Андреев, А.А. Голубев, А.И. Гулякин, Е.Н. Пинаев
и С.В. Александровский

Заявители

Всесоюзный научно-исследовательский и проектный институт
титана, Ленинградский ордена Ленина, ордена Октябрьской
Революции и ордена Трудового Красного Знамени горный
институт им. Г.В. Плеханова, Березниковский титано-магниевый
комбинат и Березниковский филиал Всесоюзного научно-
исследовательского и проектного института титана

(54) Способ получения титана магнетермическим восстановлением

Изобретение относится к области цветной металлургии
в частности, к металлургии титана.

Известен способ получения титана в виде порошка
[1] путем подачи на поверхность перемешиваемого титано-
содержащего расплава, магния из расчета 100%-ного исполь-
зования с расходом 150-200 кг/час на 1 м² сечения аппарата
при 750-800 С.

Достоинство способа в том, что титан получается в
виде частиц крупностью менее 10 мм, которые можно удалить
вместе с солями из аппарата восстановления без его
охлаждения. Однако, для осуществления технологии необходим

ная группа № _____

титаносодержащий расплав. Известно несколько способов приготовления титаносодержащих расплавов, например, способ получения расплавов, насыщенных низшими хлоридами титана, путем восстановления его тетрахлорида металлическим титаном в слое, состоящем из хлористых солей натрия и калия.

Если осуществить технологию на основе этого способа потребуются громоздкое аппаратное оформление. Кроме того, для получения титаносодержащего расплава необходим металлический титан.

Известен способ получения титана металлотермическим восстановлением [27]. Этот способ заключается в порционном введении в перемешиваемый расплав хлоридов натрия калия и магния и металлического магния в количестве 3,5-8% от массы хлористой соли с последующей подачей четыреххлористого титана, выдержки в течение 1-5 мин и выводе 8-15% полученной пульпы.

Существенным недостатком этого способа является то, что порционное введение магния с последующей подачей четыреххлористого титана на поверхность хлористого магния ^{ТИТАНА} приведет к неизбежному образованию низших хлоридов, которые практически не растворимы в хлористом магнии и, возгоняясь, будут конденсироваться в холодных зонах на элементах аппарата восстановления, в том числе в отверстиях для подачи реагентов. В то же время металлический магний, обладая значительным парциальным давлением при температурах выше 750°C, также будет испаряться. Поэтому взаимодействие паров магния с низшими хлоридами титана в зоне выше уровня

расплава, приведет к образованию гарниссажа и зарастанию материальных отверстий, следовательно к остановке процесса, охлаждению аппарата восстановления для удаления наростов титана.

Целью изобретения является осуществление магнито-термического процесса восстановления ^{четырёххлористого} титана, исключающего нарастание титана на конструктивных элементах аппаратуры, получение титана улучшенного качества в виде частиц регламентированной крупности.

Поставленная цель достигается тем, что восстановление осуществляют в две стадии: на первой стадии магний и четырёххлористый титан подают в соотношении I:(9-12) до содержания в расплаве низших хлоридов титана ^{16-18%}, на второй стадии - подают только магний с расходом 50-100 кг/час на м² сечения аппарата в стехиометрическом количестве.

Способ осуществляется следующим образом.

Герметичный аппарат с перемешивающим устройством устанавливают в печь, заполняют аргоном и разогревают до 700-750°C. Из герметичного бункера в горячий аппарат загружают шихту, состоящую из хлоридов натрия, калия и магния (NaCl , KCl и MgCl_2). Шихту расплавляют и начинают перемешивание расплава. Одновременно, из герметичных устройств, подают жидкий или твердый гранулированный магний и четырёххлористый титан при соотношении I:(9-12). Такое соотношение необходимо для образования на первой стадии титаносодержащего расплава с концентрацией низших хлоридов титана

16-18 мес.%, что соответствует предельной растворимости титана в хлоридах натрия и калия при наличии некоторого количества хлорида магния. После завершения первой стадии, полученный титаносодержащий расплав, при необходимости, охлаждают и начинают вторую стадию путем подачи на поверхность расплава гранулированного или жидкого магния с расходом, 50-100 кг/час на м² сечения аппарата, обеспечивающим заданную температуру процесса за счет тепла экзотермической реакции. Расход 50 кг/час на м² сечения аппарата обеспечивает поддержание температуры на уровне 560°С без дополнительного обогрева. При расходе меньше 50 кг/час потребуются дополнительный обогрев аппаратуры. Расход 100 кг/час обеспечивает поддержание температуры на уровне 850°С, и при большем расходе потребуются принудительный отвод тепла.

Вторую стадию процесса проводят при 550-850°С.

При таких температурах не происходит взаимодействия материала аппаратуры с расплавом, поэтому загрязненность титана примесями значительно снижается. Кроме того, такое ограничение температуры процесса позволяет получать определенную крупность частиц титана. Завершают вторую стадию после подачи магния в количестве, необходимом по стехиометрии. Далее, не прекращая перемешивания, оливают реакционную массу в герметичную емкость и направляют на дальнейшую переработку. Пустой аппарат восстановления в горячем состоянии готов для приема следующей порции шихты из солей и начала нового цикла двухстадийного процесса получения титана.

Преимуществом предлагаемого способа является осуществление процессов восстановления в аппарате без его охлаждения в течение длительного времени. Двухстадийный процесс с использованием солевой добавки в виде хлоридов натрия и калия позволяет на первой стадии восстанавливать титан до низших хлоридов, тем самым уменьшить тепловыделение и увеличить интенсивность процесса, а также исключить образование титана на конструктивных элементах аппаратуры. На второй стадии возможность ведения процесса в интервале температур $550-850^{\circ}\text{C}$ позволяет регулировать крупность частиц получаемого титана и получать качественный металл.

Пример. На крупнолабораторной установке в аппарат загружали 40 кг шихты, состоящей из KCl , NaCl и MgCl_2 в соотношении 2:1:1. Аппарат разогревали до 750°C и при расплавлении шихты начинали перемешивание расплава и подачу гранулированного магния и четыреххлористого титана с расходом 30 кг/час. После подачи 7 кг магния и 72 кг четыреххлористого титана, подачу реагентов прекратили, отобрали пробу полученного титаносодержащего расплава. Далее отключили нагреватели, печи, охладили аппарат с расплавом до 600°C и начали подачу гранулированного магния крупностью 0,5–1,5 мм с расходом 10 кг/час /площадь сечения аппарата 0,15 м²/. После подачи магния в количестве 11 кг температура расплава поднялась до 650°C . Подачу магния прекратили и сделали выдержку в течение 15 мин, продолжая перемешивание. Реакционную массу слили в герметическую изложницу в сеткой саржевого плетения. После остывания, на сетке осталось 80% титана

крупностью 0,5-3 мм, под сеткой вместе с солями калия, натрия и магния - остальные 20% титана крупностью менее 0,5 мм. Анализ показал, что на первой стадии процесса был получен расплав с содержанием растворенного титана 16 масс% в виде $TiCl_2$ и $TiCl_3$, содержание примесей в полученном титане зависело от их наличия в исходных магнии и четыреххлористом титане. Так, содержание железа оказалось на уровне 0,06%. Титан, полученный способом, изложенным в прототипе, был обогащен железом до 0,45% за счет материала аппарата восстановления.

Формула изобретения

Способ получения титана магниетермическим восстановлением, включающий подачу четыреххлористого титана и магния в расплав хлоридов калия, магния и натрия при перемешивании с последующим выводом полученной реакционной массы, отличающийся тем, что, с целью предотвращения зарастания титаном аппаратуры, повышения качества металла и регламентирования его крупности, восстановление осуществляют в две стадии: на первой стадии магний и четыреххлористый титан подают в соотношении 1:(9-12) до содержания в расплаве этих низших хлоридов титана 16-18%, на второй стадии подают только магний с расходом 50-100 кг/час на м² сечения аппарата в стехиометрическом количестве.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе:

1. Авторское свидетельство СССР № 467125 кл С22 В 34/1
/12, 1975.

2. Авторское свидетельство СССР 558546,
кл С 22 В 34/12, 1976г.

Редактор *Ахрем*

печати *18.09.80*

Заказ № *4884/17* Тираж *14* экз.

Венно-полиграфическое предприятие "Патент", Бережковская наб. 24