



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

СВИДЕТЕЛЬСТВО

№

795044

На основании полномочий, предоставленных Правительством СССР,
Государственный комитет СССР по делам изобретений и открытий
выдал настоящее свидетельство на изобретение:

"Способ получения титана магнито-термическим
восстановлением"

ЛЕНИНГРАДСКИЙ ОРДЕНА ЛЕНИНА, ОРДЕНА ОКТЯБРЬСКОЙ РЕВОЛЮЦИИ
ЗАЯВИТЕЛЬ: И ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ ГОРНЫЙ
ИНСТИТУТ ИМ. Г. В. ПЛЕХАНОВА, УСТЬ-КАМЕНОГОРСКИЙ ОРДЕНА
ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ ТИТАНО-МАГНИЕВЫЙ КОМБИНАТ ИМ.
50-ЛЕТИЯ ОКТЯБРЬСКОЙ РЕВОЛЮЦИИ И ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ ТИТАНА

Автор (авторы): Сандлер Георгий Александрович, Александровский Сергей Васильевич, Чепрасов Иван Матвеевич, Байбеков Мурат Казмухамедович, Захаревич Аркадий Александрович, Андреев Анатолий Евгеньевич, Скрипнюк Владимир Михайлович, Ткаченко Павел Петрович, Чикоданов Александр Иванович, Нуртазин Сакен Альдиманович и Бажеев Владимир Евгеньевич

Заявка № 2788209 Приоритет изобретения 2 июля 1979г.

Зарегистрировано в Государственном реестре
изобретений Союза ССР

8 сентября 1980г.

Председатель Комитета

Начальник отдела

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 795044

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 02.07.79 (21) 2788209/22-02

с присоединением заявки № —

(23) Приоритет —

Опубликовано —

Бюллетень № —

Дата опубликования описания —

(51) М. Кл.³

С 22 В 34/12

(53) УДК

669.295.3(088.8)

72) Авторы
изобретения

Р.А.Сандлер, С.В.Александровский, И.М.Чепрасов, М.К.Байбеков, А.А.Захаревич, А.Е.Андреев, В.М.Скрипнюк, П.П.Ткаченко, А.И.Чикоданов, С.А.Нуртазин и В.Е.Бажеев

(71) Заявители

Ленинградский ордена Ленина, ордена Октябрьской Революции и ордена Трудового Красного Знамени горный институт им. Г.В.Плеханова, Усть-Каменогорский ордена Трудового Красного Знамени титано-магниевого комбинат им. 50-летия

Октябрьской Революции и Всесоюзный научно-исследовательский и проектный институт титана

(54) Способ получения титана магниетермическим
восстановлением

Предлагаемое изобретение относится к металлургии тугоплавких металлов и в частности может быть использовано при производстве титана.

Известны способы получения губчатого титана магниетермическим восстановлением четыреххлористого титана в аппаратах различных конструкций (1).

За прототип предлагаемого изобретения выбран способ [2].

Сущность этого способа заключается в следующем: процесс восстановления четыреххлористого титана ($TiCl_4$) ведут в аппаратах с ложным дном, в который производят подачу $TiCl_4$ и

одновременно загружают магний. Коэффициент использования магния ограничен до 59-61%. После окончания процесса восстановления аппарат с реакционной массой, содержащей 50-70% титана, 30-35% магния и 15 - 20% хлористого магния, извлекают из печи, перемонтируют, переставляют в печь сепарации, где вновь разогревают частично остывший аппарат, и проводят процесс вакуумной сепарации.

Этот способ имеет существенные недостатки, заключающиеся в том, что один из основных реагентов - магний используется только на 60%, выделяющееся в ходе металлотермического восстановления тепло неэффективно отводится из аппарата, нарушая температурный режим ведения процесса и требуя значительных затрат на охлаждение реактора. Технологические операции, связанные с перемонтажом аппарата, требуют дополнительных затрат времени, электроэнергии и повышают занятость обслуживающего персонала на основных переделах получения губчатого титана.

Указанные недостатки отрицательно сказываются на производительности процесса.

Целью предлагаемого изобретения является повышение коэффициента использования восстановителя, и производительности за счет совмещения процессов восстановления и вакуумной сепарации, и обеспечения автотермичности процесса.

Поставленная цель достигается тем, что перед подачей реагентов ложное дно покрывают слоем титановой губки толщиной 50-100 мм и металлического магния в отношении магний: титан 1:10-15, восстановление ведут при непрерывном удалении образующегося хлористого магния, при поддержании остаточного давления

под ложным дном 1-10 мм рт.ст. после подачи исходных реагентов в количестве 5-20% от общего количества и 1-1000 микрон после подачи исходных реагентов в количестве 70-90% от общего количества.

А также тем, что четыреххлористый титан и порошкообразный магний подает на восстановление в виде пульпы.

Губка слоя титана служит центрами кристаллизации для вновь образовавшегося титана и фильтром для удаляющегося хлористого магния. Если толщина слоя менее 50 мм, то произойдет потеря восстановителя в результате уноса вместе с хлористым магнием, толщина слоя более 100 мм не экономична. Магний, находящийся на слое титановой губки существенно облегчает возбуждение металлургического процесса, причем отношение магний:титан более 1:15 не обеспечивает достижение этой цели, отношение менее 1:10 не рационально с экономической точки зрения.

Непрерывное удаление хлористого магния способствует эффективному отводу избыточного тепла из аппарата восстановления.

Остаточное давление позволяет поддерживать изотермический режим ведения процесса, причем если давление менее 1 мм рт.ст. или более 10 мм рт.ст. то может быть нарушен оптимальный температурный интервал протекания восстановительного процесса.

При создании остаточного давления ранее 5% пропущенных от общего количества реагентов, когда образовавшийся блок еще недостаточно полно перекрывает поперечное сечение реактора, может наблюдаться унос паров четыреххлористого титана из зоны реакции под ложное дно. Создание остаточного давления после 20% пропущенных от всего количества реагентов нарушит технологический ход процесса, т.к. в полученном к этому моменту блоке титана накопится значительное количество хлористого магния, что приведет к нарушению температурного режима процесса.

Снижение остаточного давления до 1-1000 мм позволит совместить процессы восстановления и вакуумной сепарации. При этом остаточное давление более 1000 мм не обеспечивает полное удаление хлористого магния из блока титана, а остаточное давление менее 1 мм не осуществимо при существующем технологическом оборудовании. Снижение остаточного давления ранее 70% общего количества пропущенных реагентов преждевременно, т.к. к этому моменту образовалось только около 2/3 от всего блока металла. При снижении давления после 90% от пропущенных реагентов и увеличится время введения всего процесса, что приведет к снижению его производительности.

Использование при восстановлении пульпы из четыреххлористого титана и порошкообразного магния способствует ее равномерному поступлению и распределению в аппарате восстановления. Подачей пульпы в стехиометрическом соотношении достигается полное использование восстановителя.

Порошкообразный магний наиболее технологичен для получения равномерной пульпы из исходных реагентов.

Сущность предлагаемого способа заключается в том, что процесс восстановления начинается на слое титановой губки. Восстановитель, поступающий в реактор, удерживается капиллярными силами поверхностного натяжения на поверхности слоя титана, где происходит магнитотермическое восстановление исходных реагентов.

Предлагаемый способ осуществляют в аппарате с перфорированным ложным дном, т.к. образовавшийся в результате реакции хлористый магний через блок титана и отверстия в ложном дне непрерывно выводится из аппарата. Разряжение, созданное под ложным дном, позволит удалить хлористый магний в жидком и

частично в газообразном состоянии. Испарение Mg позволяет освободиться от избыточного количества тепла, выделяющегося при экзотермическом процессе восстановления четыреххлористого титана магнием, и тем самым стабилизировать температуру в зоне реакции без принудительного охлаждения, т.е. проводить процесс в автотермическом режиме. При снижении остаточного давления до 1-1000 мм после подачи 70-80% от исходных реагентов происходит совмещение процессов восстановления и сепарации, при этом упраздняется ряд технологических операций, связанных с перемонтажом аппарата восстановления, улучшается качество получаемого металла, т.к. во время перемонтажа может наблюдаться окисление реакционной массы хлором и влагой воздуха в результате нарушения герметичности аппарата.

Пример: Установка для введения опытов состоит из следующих элементов:

Вертикальная шахматная печь сопротивления с никромовым нагревателем.

Герметичный реактор, в котором на подставке установлен реакционный стакан с перфорированным дном (для втр отверстий 4 мм). На дно стакана загружена титановая губка фракции 5-12 мм и магниевая заправка.

Герметичная емкость для создания остаточного давления под дном реакционного стакана и сбора сливаемого хлористого магния. Реактор и емкость жестко соединены обогреваемым трубопроводом.

Градированный мерный цилиндр с четыреххлористым титаном и дозатор магния, соединенные с реактором фторопластовыми шлангами и кранами, установленными на крышке реактора.

№ п/п	Толщина слоя титана, мм	Отношение титан:магний	Остаточное давление под дном стакана мм рт.ст. (*)	процент реактивов данных до начала разрядки	процент реактивов данных до начала увеличения личного разрядки	давление под ложным дном мм после 70-90% подачи реактивов	зент. ионизация магния за весь процесс. %	примечание
I	-	-	-	-	-	-	50	по способу прототипа. Наблюдается нарушение температурного режима. При перемонтаже аппарата восстановление реакционной массы контактирует с воздухом
50	1:12	4-	12	85	160-150	100		
100	1:12	4-	12	85	59-150	100		
75	1:12	4-	12	85	50-150	100		Без нарушений
75	1:11	4-	12	85	50-150	100		
75	1:15	4-	12	85	50-150	100		
75	1:10	1-4	12	85	50-150	100		
75	1:12	-10	12	85	50-150	100		
75	1:12	4-	5	85	50-150	100		
75	1:12	4-	20	85	50-150	100		
75	1:12	4-	12	70	50-150	100		
75	1:12	4-	12	90	50-150	100		
75	1:12	4-	12	85	1-50	100		
75	1:12	4-	12	85	150-500	100		
75	1"12	4-	12	85	500-1000	100		

*) До взвеш. исп. 5-20%

Процесс восстановления ведут при температуре $820-850^{\circ}\text{C}$, образующийся хлористый магний по обогреваемому трубопроводу удаляется в емкость, в которой после 5-20% подачи реагентов от общего их количества создается остаточное давление 1-10 мм рт.ст. После подачи 70-90% реагентов остаточное давление снижается до 1-1000 мкм, при этом отгоняется основная масса хлористого магния. Процесс идет без скачков температуры и принудительного охлаждения. Технологические параметры и результаты опытов приведены в таблице I.

Полученный металл по своим физико-химическим свойствам и содержанию примесей соответствует маркам ТГ-90, ТГ-110.

Предлагаемое изобретение дает возможность осуществления высокопроизводительного, легкорегулируемого технологического процесса, причем несущественно отличающегося от способа прототипа аппаратным оформлением. Внедрение такого способа не потребует значительных капитальных вложений и даст большой технико-экономический эффект за счет увеличения производительности процесса.

За счет отсутствия принудительного охлаждения при восстановлении энергозатраты снизятся на 15%.

Формула изобретения

I. Способ получения титана магние-термическим восстановлением, включающий одновременную подачу четыреххлористого титана и магния в реактор с ложным дном, отличающийся тем, что, с целью повышения коэффициента использования восстановителя и производительности процесса, перед подачей реагентов ложное дно покрывают слоем титановой губки толщиной 50-100 мм и

металлического магния в отношении магния к титану 1:10-15, восстановление ведут при непрерывном удалении образующегося хлористого магния, при поддержании остаточного давления под ложным дном 1-10 мм рт.ст. после подачи исходных реагентов в количестве 5-20% от общего количества и 1-100 микрон после подачи реагентов в количестве 70-90% от общего количества.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что четыреххлористый титан и магний подают в виде пульпы.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе.

1. Г.В.Самсонов Магнийтермия, 1971, с.91-99,

2. В.А.Гармата и др. Металлургия титана, 1968, с.247-257.

Подписано к печати 5.12.80 Редактор Шеслов Зак. № 10764/п Тираж 17 экз.

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