

Предлагаемое изобретение относится к химическому машиностроению и может быть использовано при проведении процессов синтеза биологически активных веществ (в фармацевтических производствах).

Прототипом предлагаемого изобретения является реактор, состоящий из несущей оболочки из конструкционных сталей с антикоррозионным покрытием, включающим тугоплавкие металлы.

Реакторы со стекломалевыми покрытиями обычно эксплуатируются с достаточно высокой надежностью при умеренных температурах (от -20 до 150°C) и небольших значениях тепловых перепадов. Их нагрев в процессе эксплуатации допускается производить без опасности повреждения покрытия со скоростью до 2° в мин. В то же время имеется ряд химико-фармацевтических процессов, при которых стекломалевые покрытия не обеспечивают длительную и надежную работу оборудования. Например, задержка передачи тепла через стекломалеванное покрытие из-за низкого коэффициента теплопередачи стекломалевых слоев не позволяет проводить в эмалеванных реакторах быстротекающие процессы синтеза лекарственных препаратов, а также экзотермические процессы.

Основным недостатком стекломалевых покрытий является их хрупкость и чувствительность к механическим и термическим ударам.

Задачей, которую решает данное изобретение, является повышение коррозионной стойкости и увеличение срока службы реакторов, используемых в химико-фармацевтической промышленности, при термических и механических ударах.

Это достигается благодаря тому, что в реакторе, содержащем несущую оболочку из стали с антикоррозионным покрытием, включающим тугоплавкие металлы, покрытие выполнено двухслойным, в котором под слоем тугоплавкого металла (например, **Ta, W, Mo, Nb**) расположен слой никеля при отношении его толщины к наружному слою 0,1 - 0,2.

Существо предлагаемого изобретения состоит в следующем. Покрытия из тугоплавких металлов защищают несущую оболочку реактора, изготовленного из конструкционных сталей, от коррозионного и механического воздействия и обеспечивают более высокую теплопередачу, чем стекломалевые покрытия. Дополнительный слой никеля, расположенный между покрытием и поверхностью реактора, обеспечивает высокое сцепление покрытия с основой и повышает стойкость реактора с покрытием к тепловым и механическим ударам. Следует подчеркнуть, что при нанесении покрытия из никеля и тугоплавкого металла необходимо обеспечить газоплотность покрытия и прочное сцепление между основой (сталью) и слоем никеля, а также между слоем никеля и слоем тугоплавкого металла.

Высокая стойкость к тепловым и механическим ударам в двухслойном покрытии никель - тугоплавкий металл связана с тем, что никель имеет достаточно высокую пластичность и образует непрерывные твердые растворы с железом (основным компонентом сталей), что

обеспечивает снижение напряжений в покрытиях и способствует улучшению сцепления покрытия с основой.

Наибольший эффект по стойкости двухслойного покрытия никель - тугоплавкий металл достигается в случае, если отношение внутреннего слоя (никеля) к внешнему (**Ta, W, Mo, Nb**) равно 0,1 - 0,2 при оптимальной толщине основного слоя (100 - 300 мкм).

В таблице приведены среднестатистические данные по стойкости к термическим и механическим ударам образцов (диаметром 18 мм и высотой 3 мм) и реакторов (объемом 4,5 л) с однослойными и двухслойными покрытиями из тугоплавких металлов, а также приведены данные по коррозионной стойкости двухслойных покрытий при синтезе анаприлина, хлорацетопирокатехина и хлортрианизена.

Подслои из **Ni** наносили вакуумным электродуговым методом. Покрытие **Ta, W, Mo, Nb** наносили путем термического разложения карбониллов и водородного восстановления хлоридов и фторидов соответствующих металлов.

Вначале на образцы или реакторы наносили слой никеля, а затем слой тугоплавкого металла. Толщина подслоя составляла 10 - 15 мкм, толщина слоя тугоплавкого металла 100 - 300 мкм.

Испытание покрытий на удар проводили методом свободного падения металлического бойка.

Определение термостойкости покрытий проводили путем повторения теплосмен (нагрев образца с покрытием со скоростью 15°/с и его резкое охлаждение в воде при температуре 20°C) до достижения температуры нагрева, при которой происходит нарушение целостности покрытия.

Коррозионные испытания двухслойных покрытий проводили при синтезе анаприлина, хлорацетопирокатехина и хлортрианизена в соответствии с регламентом их производства.

Выбор указанных выше препаратов обусловлен тем, что сырье для их производства, а также продукты, полученные на отдельных стадиях их синтеза, обладают высокой коррозионной активностью.

В качестве основной характеристики коррозионной стойкости покрытий принята скорость коррозии, выражения в миллиметрах в год.

Как видно из таблицы, **Ta, W, Nb, Mo** покрытия, полученные нами, имеют высокую коррозионную стойкость. Скорость коррозии их при синтезах анаприлина и хлорацетопирокатехина не превышает $1 \cdot 10^{-2}$ мм/год. При синтезе хлортрианизена скорость коррозии защитных покрытий из вольфрама и молибдена несколько повышается и составляет $6 \cdot 10^{-2}$ и $1 \cdot 10^{-1}$ мм/год соответственно. Согласно классификации покрытий в соответствии с ГОСТом 24000 - 80 данные покрытия по коррозионной стойкости относятся к высшему классу.

Качество анаприлина, хлорацетопирокатехина, хлортрианизена, синтезированных в стальных реакторах с **Ta, W, Nb, Mo**, покрытиями, соответствует требованиям НТД.

Коррозионная стойкость покрытий не

обнаруживает зависимости от материала подложки, что свидетельствует об отсутствии сквозной пористости в покрытиях. Скорость коррозии Ta, W, Nb, Mo покрытий постоянна во времени и не зависит от количества проведенных синтезов.

Из таблицы также видно, что двухслойные покрытия с подслоем из никеля при соотношении его толщины к наружному слою тугоплавкого металла 0,1 - 0,2 более устойчивы к термическим и механическим ударам, а также имеют лучшие термомеханические свойства, чем однослойные покрытия из Ta (W, Nb, Mo).

Двухслойные покрытия с никелевыми подслоями по своим эксплуатационным характеристикам могут быть рекомендованы для защиты химико-фармацевтического оборудования, работающего при больших перепадах температуры и ударных нагрузках, а также в средах с высоким абразивным износом.

Использование предложенных покрытий позволит повысить надежность работы химико-фармацевтического оборудования, улучшить технологию производства и качество препаратов медицинского назначения.

№ п/п	Подслой	Покрытие, внешний слой	Защищаемый материал	Отношение толщины подслоя к внешнему слою покрытия	Скорость коррозии при синтезе	
					анаприлина	хлорацетон рогаткини
1	без подслоя	W*	Ст. 45	-	-	-
2	То же	Mo*	То же	-	-	-
3	>>	Ta*		-	-	-
4	>>	Nb*		-	-	-
5	Ni	W	Ст. 45	0,05	$3,75 \times 10^{-3}$	$6,15 \times 10^{-3}$
6	Ni	W	Ст. 12x18H10T	0,08	$3,64 \times 10^{-3}$	$6,28 \times 10^{-3}$
7	Ni	W	Ст. 45	0,1	$1,21 \times 10^{-3}$	$4,16 \times 10^{-3}$
8	Ni	W	Ст. 12x18H10T	0,15	$1,72 \times 10^{-3}$	4×10^{-3}
9	Ni	W	Ст. 45	0,2	$1,46 \times 10^{-3}$	$4,28 \times 10^{-3}$
10	Ni	W	Ст. 12x18H10T	0,25	$2,75 \times 10^{-3}$	$5,8 \times 10^{-3}$
11	Ni	W	Ст. 45	0,3	$3,24 \times 10^{-3}$	$6,1 \times 10^{-3}$
12	Ni	Mo	Ст. 12x18H10T	0,05	$9,02 \times 10^{-3}$	$6,41 \times 10^{-3}$
13	Ni	Mo	Ст. 45	0,1	$2,5 \times 10^{-2}$	$6,48 \times 10^{-3}$
14	Ni	Mo	Ст. 12x18H10T	0,2	$3,01 \times 10^{-3}$	$6,4 \times 10^{-3}$

№ п/п	Подслой	Покрытие, внешний слой	Защищаемый материал	Отношение толщины подслоя к внешнему слою покрытия	Скорость коррозии при синтезе	
					анаприлина	хлорацетон рогаткини
15	Ni	Mo	Ст. 45	0,3	$8,49 \times 10^{-3}$	$8,48 \times 10^{-3}$
16	Ni	Ta	Ст. 45	0,06	$3,25 \times 10^{-3}$	$4,15 \times 10^{-3}$
17	Ni	Ta	Ст. 12x18H10T	0,1	$1,08 \times 10^{-3}$	$2,6 \times 10^{-3}$
18	Ni	Ta	Ст. 45	0,15	$1,1 \times 10^{-3}$	$1,18 \times 10^{-3}$
19	Ni	Ta	Ст. 12x18H10T	0,2	$1,05 \times 10^{-3}$	$2,15 \times 10^{-3}$
20	Ni	Ta	Ст. 45	0,25	$2,43 \times 10^{-3}$	$3,26 \times 10^{-3}$
21	Ni	Ta	Ст. 12x18H10T	0,3	$2,04 \times 10^{-3}$	$3,44 \times 10^{-3}$
22	Ni	Nb	Ст. 12x18H10T	0,05	$8,52 \times 10^{-3}$	$8,6 \times 10^{-3}$
23	Ni	Nb	Ст. 45	0,1	$6,05 \times 10^{-3}$	$2,86 \times 10^{-3}$
24	Ni	Nb	Ст. 12x18H10T	0,15	$6,1 \times 10^{-3}$	$2,42 \times 10^{-3}$
25	Ni	Nb	Ст. 45	0,18	$4,43 \times 10^{-3}$	$3,86 \times 10^{-3}$
26	Ni	Nb	Ст. 12x18H10T	0,24	$8,15 \times 10^{-3}$	$8,8 \times 10^{-3}$
27	Ni	Nb	Ст. 45	0,35	$7,11 \times 10^{-3}$	$7,82 \times 10^{-3}$

* Однослойные покрытия (№№ 1-4) не подвергались коррозионным испытаниям потому, что термомеханические свойства, чем двухслойные с никелевым подслоем.