

Корисна модель відноситься до кольорової металургії, а саме до області одержання губчатого титану магнієтермічним відновленням тетрахлориду титану.

Сучасна технологія виробництва губчатого титану дозволяє одержувати губчатий титан високого ступеня чистоти. Однак останнім часом виникла необхідність створення нових титанових сплавів з підвищеними пластичними і теплофізичними характеристиками, що може бути досягнуто шляхом одержання губчатого титану з підвищеним вмістом кисню.

Найбільш близьким за технічною суттю і технічним результатом, що досягається, до способу, що заявляється, є спосіб одержання губчатого титану, легованого киснем, [див. п. РФ на винахід №2106418 від 18.06.96 р., опубл. 10.03.98 р., МПК⁶ C22B34/12], який включає магнієтермічне відновлення тетрахлориду титану в герметичному реакторі і вакуумну сепарацію одержаної реакційної маси.

У відомому способі магнієтермічному відновленню піддають тетрахлорид титану з підвищеним вмістом кисню у вигляді кисеньвмісної сполуки, як яку використовують окситрихлорид ванадію. Окситрихлорид ванадію може бути використаний у вигляді чистого окситрихлориду ванадію або у вигляді його розчину в тетрахлориді титану, що є продуктом ректифікаційного очищення тетрахлориду титану від ванадію.

Як тетрахлорид титану з підвищеним вмістом кисню може бути використаний тетрахлорид титану, очищений до 0,01-0,2% мас. ванадію у вигляді його окситрихлориду.

Недоліком відомого способу є неможливість одержання губчатого титану, легованого тільки киснем, що звужує область використання губчатого титану. До того ж реалізація відомого способу вимагає зміни існуючої технології одержання тетрахлориду титану, що пов'язане з додатковими витратами на апаратне оформлення і обумовлює подорожчання і ускладнення технології одержання губчатого титану, легованого киснем. Крім того, одержаний відомим способом губчатий титан, легований киснем, може бути забруднений домішками легколетучих компонентів за рахунок неповного очищення тетрахлориду титану від сполук ванадію.

В основу корисної моделі поставлена задача вдосконалення способу одержання губчатого титану, легованого киснем, у якому введення нових дій забезпечує виборне легування титану киснем з одержанням заданих об'ємів губчатого титану, легованого киснем, при одночасному спрощенні та здешевленні технології його одержання.

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі одержання губчатого титану, легованого киснем, який включає магнієтермічне відновлення тетрахлориду титану в герметичному реакторі і вакуумну сепарацію одержаної реакційної маси, новим, відповідно до технічного рішення, що заявляється, є те, що перед вакуумною сепарацією реакційну масу витримують на повітрі не менше 10 годин.

Новим також є те, що як реакційну масу використовують зчистки реакційної маси з кришки реактора.

Причинно-наслідковий зв'язок між сукупністю суттєвих ознак корисної моделі, що заявляється, і технічним результатом, що досягається, полягає в наступному.

Витримування реакційної маси, одержаної магнієтермічним відновленням тетрахлориду титану, на повітрі протягом часу, що заявляється, з наступною вакуумною сепарацією реакційної маси забезпечує виборне легування титану киснем з одержанням заданих об'ємів губчатого титану, легованого киснем, при одночасному спрощенні і здешевленні технології його одержання.

Це пояснюється наступним. Магнієтермічному відновленню піддають тетрахлорид титану високого ступеня чистоти, одержаний за існуючою технологією. В результаті магнієтермічного відновлення одержують реакційну масу, яка представляє собою губчатий титан, просочений магнієм і хлоридом магнію. При витримуванні такої реакційної маси на повітрі відбувається гідратація хлориду магнію, що міститься в ній, за рахунок взаємодії хлориду магнію з парами води з повітря з утворенням гідроксихлориду магнію. В процесі наступної вакуумної сепарації такої реакційної маси відбувається випарювання магнію, хлористого магнію, парів води з переходом кисню з гідроксихлориду магнію в губчатий титан з подальшим його розчиненням, в результаті чого одержують високочистий за вмістом регламентованих домішок губчатий титан з підвищеним вмістом кисню.

Заявлений мінімальний час витримування реакційної маси на повітрі встановлений експериментально і забезпечує можливість одержання губчатого титану з вмістом кисню не нижче 0,05%. Збільшення часу витримування реакційної маси на повітрі обумовлює пропорційний ріст вмісту кисню в губчатому титані, що дозволяє одержувати губчатий титан з заданим вмістом кисню в ньому.

Одержаний заявленим способом губчатий титан, легований киснем, може бути використаний як титан-киснева лігатура при одержанні вакуумно-дуговою або електронно-променевою плавкою титанових сплавів з підвищеними пластичними і теплофізичними характеристиками.

Як реакційна маса можуть бути використані зчистки реакційної маси з кришки реактора. При відновленні тетрахлориду титану магнієм у герметичному реакторі відбувається утворення реакційної маси трьох типів: блокова (крична) реакційна маса, гарнісажна реакційна маса на стінках реактора і нарости реакційної маси на кришці реактора у формі сталактитів.

Нарости реакційної маси зчищають з кришки реактора, одержані зчистки витримують на повітрі протягом не менше 10 годин, потім розміщують їх у реакторі зверху блокової реакційної маси і проводять процес вакуумної сепарації. Таким чином, у єдиному технологічному циклі без використання додаткових апаратів одержують:

- з блокової і гарнісажної реакційної маси - високочистий губчатий титан, використовуваний для виробництва різних марок губчатого титану;

- зі зчисток реакційної маси з кришки реактора - губчатий титан, легований киснем, використовуваний як титан-киснева лігатура при виробництві титанових сплавів з підвищеними пластичними і теплофізичними характеристиками.

Це дозволяє регулювати не тільки вміст кисню в губчатому титані, але й одержувати губчатий титан, легований киснем, у заданих об'ємах, обумовлених кон'юнктурою ринку, без зміни апаратної схеми існуючого виробництва губчатого титану.

Заявлений спосіб одержання губчатого титану, легованого киснем, здійснюють таким чином.

Високочистий тетрахлорид титану, одержаний за відомою технологією, піддають магнієтермічному відновленню за відомою технологією в герметичному реакторі, встановленому в нагрівальній печі. В процесі магнієтермічного відновлення тетрахлориду титану утворюється реакційна маса, яка представляє собою губчатий

титан, просочений магнієм і хлоридом магнію. Після закінчення процесу відновлення реактор охолоджують у холодильнику і демонтують кришку реактора.

Відкритий реактор з реакційною масою витримують на повітрі не менше 10 годин. При цьому відбувається гідратація хлориду магнію, який міститься в реакційній масі, за рахунок його взаємодії з парами води з повітря з утворенням гідроксихлориду магнію.

Потім на реактор установлюють тепловий екран, оборотний реактор і всю установку герметизують, одержуючи апарат вакуумної сепарації, який встановлюють у піч вакуумної сепарації та проводять вакуумну сепарацію реакційної маси при режимах, характерних для стандартної технології одержання губчатого титану. В процесі вакуумної сепарації реакційної маси, попередньо витриманої на повітрі протягом часу, що заявляється, відбувається випарювання магнію, хлористого магнію, парів води з переходом кисню з оксихлориду магнію в губчатий титан з подальшим його розчиненням. Після завершення процесу вакуумної сепарації одержують високочистий за вмістом регламентованих домішок губчатий титан з підвищеним вмістом кисню, який може бути використаний як вихідний матеріал для виробництва титанових сплавів з підвищеними пластичними і теплофізичними характеристиками.

Як реакційна маса можуть бути використані зчистки реакційної маси з кришки реактора. В процесі магнієтермічного відновлення тетрахлориду титану на кришці реактора утворюються нарости реакційної маси. Після демонтажу кришки реактора нарости реакційної маси з неї зчищають. Одержані зчистки реакційної маси витримують на повітрі протягом часу, що заявляється, потім укладають у реактор на блокову реакційну масу і проводять процес вакуумної сепарації. Тобто, в одному апараті вакуумної сепарації здійснюють вакуумну сепарацію основного блоку губчатого титану, одержаного за стандартною технологією, і зчисток реакційної маси, попередньо витриманих на повітрі. Після завершення процесу вакуумної сепарації з блокового губчатого титану одержують марочний губчатий титан, а зі зчисток реакційної маси - губчатий титан, легований киснем, який може бути використаний як титан-киснева лігатура при виробництві титанових сплавів з підвищеними пластичними і теплофізичними характеристиками.

Заявлений спосіб був випробуваний в промислових умовах. Магнієтермічний спосіб одержання губчатого титану, який включає відновлення тетрахлориду титану, одержаного за СТП 128 (КП «ЗТМК») «Тетрахлорид титану очищений», магнієм і вакуумну сепарацію реакційної маси, проводили з використанням роздільної апаратурно-технологічної схеми виробництва за ТІ 07 015 (КП «ЗТМК») «Відновлення тетрахлориду титану магнієм».

Реакційну масу, одержану в результаті магнієтермічного відновлення тетрахлориду титану, витримували на повітрі протягом 10 годин. Після вакуумної сепарації одержали губчатий титан з вмістом кисню 0,05%. При збільшенні часу витримання реакційної маси на повітрі до 70 годин одержали губчатий титан з вмістом кисню 0,15%.

При використанні як реакційна маса зчисток реакційної маси з кришки реактора в єдиному технологічному циклі без зміни апаратурної схеми одержали:

- з блокової і гарнісажної реакційної маси - марочний губчатий титан;
- зі зчисток реакційної маси з кришки реактора - губчатий титан з підвищеним вмістом кисню (0,05-0,15% залежно від часу витримання зчисток на повітрі).

Одержаний губчатий титан, легований киснем, використовували як титан-кисневу лігатуру для одержання вакуумно-дуговою і електронно-променевою плавкою легованих титанових злитків з заданим вмістом кисню і регламентованим вмістом інших домішок.

Таким чином, заявлений спосіб забезпечує виборне легування титану киснем з одержанням заданих об'ємів губчатого титану, легованого киснем, при одночасному спрощенні та здешевленні технології його одержання.

Спосіб одержання губчатого титану, легованого киснем, здійснюють на загальновідомому устаткуванні з використанням відомих матеріалів і засобів, що підтверджує промислову придатність об'єкта.