



УКРАЇНА

(19) UA (11) 24148 (13) U

(51) МПК (2006)

C01G 23/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ПАТЕНТУ  
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

## (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ДИСУЛЬФІДУ ТИТАНУ

1

2

(21) u200614007

(22) 28.12.2006

(24) 25.06.2007

(46) 25.06.2007, Бюл. № 9, 2007 р.

(72) Душейко Володимир Антонович

(73) КИЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТОРГОВЕЛЬНО-ЕКОНОМІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ, Душейко Володимир Антонович

(57) Спосіб одержання дисульфиду титану, який включає приготування суміші порошків металічно-

го титану і дисульфиду титану в замкнутому об'ємі, нагрівання її і пропускання через нагріту суміш розрахованої кількості парів сульфору, який **відрізняється** тим, що суміш порошків металічного титану і дисульфиду титану готують в масовому співвідношенні 1:2,5 при дисперсності порошку металічного титану 0,05-0,5 мм, а пропускання парів сульфору здійснюють в вакуумі при 0,002-0,01 мм рт. ст., через суміш, нагріту до температури 950-1000 °С.

Корисна модель відноситься до галузі неорганічного синтезу, зокрема до способу одержання дисульфиду титану ( $TiS_2$ ), який використовується як катодний матеріал в хімічних джерелах струму (ХДС), а також як матеріал перспективний для пристроїв з НВЧ поглинанням, які випускаються електротехнічною промисловістю.

Відомий спосіб, при якому одержання  $TiS_2$  ведуть шляхом взаємодії порошку металічного титану і сульфору в замкнутому об'ємі. Сульфур нагрівають до 450-470 °С і взаємодія відбувається при пропусканні парів сульфору через шар порошку титана в дві стадії, при чому, на першій стадії використовують 50-60% розрахованої кількості сульфору, після чого одержаний продукт подрібнюють і обробляють з залишковою кількістю сульфору [див. а.с. СРСР №1079610, МПК C01G 23/00, 1984р.].

Недоліком даного способу є складність процесу, який проводять в дві стадії, завдяки тому потребуються додаткові затрати електроенергії, яка необхідна для повторного нагріву охолодженого напівпродукту, який одержують на першій стадії.

Найбільш близьким технічним рішенням є спосіб одержання  $TiS_2$  із порошку металічного титану і парів елементарного сульфору при підвищеній температурі в замкнутому об'ємі в атмосфері інертного газу в дві стадії з проміжним подрібненням напівпродукту, по якому на першій стадії процес відбувається шляхом змішування порошку металічного титану з дисульфиду титану в масовому співвідношенні 1:3,4-3,6 при нагріванні суміші до тем-

ператури 750-800 °С, а на другій стадії взаємодія відбувається між подрібненим напівпродуктом та розрахованою кількістю сульфору. При цьому суміш нагрівають при пропусканні її через зону нагріву з швидкістю 8-12 см/хв [див. а.с. СРСР №1194843, C01G 23/00, 1985р.].

Вказаний спосіб має такі недоліки:

- Складність процесу, який проводять в дві стадії, завдяки тому потребуються додаткові затрати електроенергії, яка необхідна для повторного нагріву охолодженого напівпродукту, який одержують на першій стадії.

- Довгостроковість процесу одержання готового продукту яка дорівнює 10 годинам.

- Низький вихід цільового продукту, який навіть по теоретичним розрахункам не перевищує 68,8% на одиницю маси початкового (оборотного) дисульфиду титану.

Крім того, цей спосіб є вибухонебезпечним. Незважаючи на присутність аргону тиск останнього різко зростає під час протікання екзотермічної реакції і нагріву реакційної зони. Використання аргону також підвищує затрати на процес синтезу.

В основу корисної моделі покладено завдання створити такий спосіб одержання дисульфиду титану, у якому шляхом проведення реакції в вакуумі досягається інтенсифікація процесу, підвищення безпеки та збільшення виходу готового продукту.

Для вирішення завдання запропонований спосіб одержання дисульфиду титану, який включає приготування суміші порошків металічного титану і дисульфиду титану в замкнутому об'ємі, нагрівання

(13) U

(11) 24148

(19) UA

її і пропускання через нагріту суміш розрахованої кількості парів сульфур, у якому, згідно з корисною моделлю, суміш порошоків металічного титану і дисульфиду титану готують в масовому співвідношенні 1:2,5 при дисперсності порошку металічного титану 0,05-0,5мм, а пропускання парів сульфур здійснюють в вакуумі при 0,002-0,01мм. рт. ст., через суміш, нагріту до температури 950-1000 градусів.

Інтенсифікація процесу забезпечується за рахунок того, що синтез проводять в одну стадію, яка включає одержання нагрітої суміші і пропускає через неї парів сульфур. Можливість протікання реакції в одну стадію забезпечується, з одного боку, знайденим співвідношенням титану і дисульфиду титану (1:2,5), дисперсності порошку титану 0,05-0,5мм. При такій підготовці суміші нагрів до більш високої, ніж в прототипі, температури, забезпечує парам сульфур ефективно і рівномірно взаємодіяти з металічним титаном по всій масі шихти. Це пов'язано з термічним розширенням шихти, так як процес відбувається при пониженому тиску. Пориста структура вихідної шихти дає змогу проводити її екзотермічну реакцію з сульфуром без попереднього одержання напівпродукту і його подрібнення.

Понижений тиск забезпечує протікання екзотермічної реакції при вказаних температурах суміші і виключає виникнення вибухово-небезпечної ситуації. Процес інтенсифікується як по часу так і по виходу кінцевого продукту, кількість якого збільшується до 93%, а час необхідний для його одержання скорочується до 2,5-3год. вибір іншого співвідношення компонентів при заданій дисперсності порошку титану, нового температурного режиму в порівнянні з прототипом та понижений тиск в реакційній зоні забезпечує відповідність даного технічного рішення критерію "новизна" в порівнянні з прототипом. Вказані відмінності встановлені експериментально, і автору не відоме технічне рішення, в яких би використовувалось вказані ознаки.

Даний спосіб реалізується таким чином.

#### Приклад 1

В титановий випаровувач сульфур висотою 200мм з трубкою для виходу парів сульфур діаметром 20мм з довжиною 300мм загрузають 135г

елементарного сульфур. Кінець трубки для виходу парів сульфур поміщають на дно титанового стакану діаметром 45мм і висотою 250мм. Потім в стакан поміщають 350г шихти - порошок титану (100г титану дисперсності 0,3мм) і порошок дисульфиду титану (250г дисперсності 0,05мм). Не порушуючи взаємного розташування стакану і випаровувача сульфур їх розміщають в кварцовий реактор, який герметизують і вакуумують до тиску 0,01мм. рт. ст. реактор поміщають попередньо розігріту вертикальну двох-секційну електропіч. Температура в нижній секції печі підтримується 980°C, а в верхній 460°C, яка необхідна для гарантованого випаровування сульфур. Вихід на заданий режим синтезу відбувається через 17хв. після розміщення реактору в електропіч. Контроль температури процесу і режиму синтезу забезпечується Pt-Pt Rd термопарами, якими оснащені терморегулятори. Синтез тривав дві години. Гарячий реактор виймали з електропечі, охолоджували спочатку на повітрі, а потім в холодній, проточній воді до кімнатної температури. Після охолодження тиск в реакторі становив 720мм. рт. ст. Реактор відкривають і виймають титановий випаровувач і стакан з дисульфиду титану. В результаті одержують стехіометричний дисульфід титану оливкового кольору в кількості 483г. Рентгенофазовий аналіз продукту показав, що зразок містить практично чистий дисульфід титану. Хімічний аналіз, який проводили методом диференційної калориметрії встановив, що склад одержаного продукту відповідає формулі  $TiS_{1,987}$ . Вихід продукту складав 99,63%. Результати інших дослідів приведені в таблиці. Процес синтезу проводили в тій же послідовності, що й в прикладі 1.

Використання запропонованого способу одержання  $TiS_2$  забезпечує в порівнянні з відомим способом такі переваги:

- за рахунок одностадійності час процесу скорочується з 10год. до 2,5год. (економія матеріальних і енергетичних ресурсів в два рази)
- гарантована безпека процесу синтезу
- збільшення виходу  $TiS_2$  по відношенню до оборотного дисульфиду титану на 27%
- збільшення фактичного виходу цільового продукту до 99,6%.

Таблиця

Результати реалізації способу одержання дисульфиду титану при різних режимах синтезу.

№ дослід- ду	Масове співвідно- шення $T_1:TiS_2$	$t^{\circ}C$	Початко- вий тиск в реакторі $P_1$ , мм.рт. ст.	$P_2$ кінце- вий тиск в реак- торі	Дисперс- ність поро- шку титану, мм	Ефектив- ний час проведення праці, хв.	Вихід про- ду- кту на оди- ницю маси, $TiS_2$ , %	Фактичний вихід $TiS_2$	Склад про- ду- кту
1	1:2,5	1000	0,005	700	0,5	150	93,6	99,6	$TiS_1$ , 990
2	1:3	950	0,003	670	0,4	170	77,9	99,7	$TiS_1$ , 987
3	1:2,7	950	0,010	750	0,5	180	86,6	99,4	$TiS_2$ , 010
4	1:2,5	950	0,002	650	0,4	175	93,0	99,2	$TiS_2$ , 012
5	1:3	980	0,002	700	0,3	160	78,0	99,4	$TiS_1$ , 988
6	1:3	1000	0,001	680	0,2	140	77,6	99,5	$TiS_1$ , 990
7	1:2,5	980	0,01	730	0,2	145	93,4	99,4	$TiS_1$ , 989
8	1:2,7	980	0,002	675	0,3	165	86,5	99,3	$TiS_1$ , 995
9	1:2,7	1000	0,002	700	0,2	150	86,6	99,7	$TiS_1$ , 995