



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 56116

(13) A

(51) 7 C01B6/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДВИДАЄТЬСЯ ПІД
ВІДПОВІДАЛЬНІСТЬ
ВЛАСНИКА
ПАТЕНТУ

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ГІДРИДУ ТИТАНУ

1

2

(21) 20021210651

(22) 27 12 2002

(24) 15 04 2003

(46) 15 04 2003, Бюл. № 4, 2003 р.

(72) Дрозденко Віктор Антонович, Петрунько Анатолій Миколайович, Івасишин Орест Михайлович, Саввакін Дмитро Георгієвич, Фроєс Френсис, US, С моксон Володимир, US, Телін Владислав Володимирович, Мірошніченко Володимир Миколайович, Дрозденко Ганна Вікторівна, Гріга Юдіт, HU, Щербина Олександр Іванович, Павлов Василь Володимирович, Яценко Олексій Павлович, Андрєєв Анатолій Євгенович

(73) Дрозденко Віктор Антонович

(57) 1 Спосіб одержання гідриду титану, який включає завантаження вихідного металу - титану губчастого або порошку титану, в апарат підрування, нагрівання його до температури взаємодії водню з титаном, проведення процесу

насищення титану воднем, охолодження та вивантаження пропдрованого титану, який відрізняється тим, що додатково до вихідного металу вводять хлориди натрію, калію, магнію або їх суміші у кількості 2-100% від маси вихідного металу

2 Спосіб по п 1, який відрізняється тим, що хлориди вводять шляхом змішування з вихідним металом до або під час завантаження в апарат підрування

3 Спосіб по п 1, який відрізняється тим, що як вихідний метал використовують також губчастий титан, що містить 2-40% хлористого магнію або сублимати з кришки апарата магнієтермічного відновлення тетрахлориду титану магнієм

4 Спосіб по п 1, який відрізняється тим, що як джерело водню при підруванні використовують водневмісні гази, наприклад метан, пропан, природний газ і інші

Винахід стосується кольорової металургії, а саме виробництва гідридів металів, які можуть бути використані у виробництві порошків

Відомий спосіб одержання гідриду титану взаємодією титану губчастого або титанових порошків з воднем при підвищених температурах (більше 300°C), „Технологічна інструкція на виробництво гідриду титану“, ТІ 48-0555-02-89, ЗМОЗ, 1989р, який прийнятий у якості прототипу. Даний спосіб включає завантаження титану в реторту апарату підрування, наступну герметизацію та вакуумування апарату, нагрівання до 400°C і подачу водню. Тиск в реторті підтримують регулюючим клапаном - не вище 1,6 ата, швидкість подачі контролюється по лічильнику. Після підняття температури до 600 - 650°C апарат охолоджують, пропдрований матеріал вивантажують та подрібнюють

Процес підрування іде з виділенням великої кількості тепла. Для попередження різкого саморозігріву продрованого матеріалу та зв'язаної з цим небезпечності вибуху і пожежі, а також погіршення при цьому якості одержаного продукту в тому числі

зменшення відхилень вмісту водню по об'єму завантаження, подачу водню здійснюють з обмеженням за швидкістю та контролюють температуру стінок реторти. Це зумовлює більшу тривалість процесу та зниження продуктивності. При збільшенні тривалості процесу підруванню кількість шкідливих домішок (кисень і азот) підвищується, що приводить до погіршення якості продукту

Винахід вирішує задачу підвищення продуктивності процесу та поліпшення якості гідриду титану шляхом термостабілізації процесу підрування за рахунок введення сольових добавок - хлоридів натрію, калію, магнію або їх сумішей

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі одержання гідриду титану, який включає завантаження вихідного металу - титану губчастого або порошку титану в апарат підрування, нагрівання його до температури взаємодії водню з титаном, проведення процесу насичення титану воднем, охолодження та вивантаження пропдрованого титану, згідно з винаходом, додатково до вихідного металу вводять хлориди натрію,

(13) A

(11) 56116

(19) UA

калію, магнію або їх суміші у кількості 2 - 100% від маси вихідного металу. Хлориди вводять шляхом змішування з вихідним металом до або під час завантаження в апарат підрування зі створенням при цьому на поверхні металу сольової плівки. У якості вихідного металу використовують також губчастий титан, що містить 2 - 40% хлористого магнію або возгони з кришки апарату магнієтермічного відновлення тетрахлориду титану магнієм. У якості джерела водню при підруванні використовують водень або воденьвмісні гази (метан, пропан, природний газ і інші).

Застосування термостабілізуючих добавок, які знімають надлишок реакційного тепла, захищають поверхню металу, але інертні по відношенню до титану, запобігає саморозігріву матеріалу, що піддають підруванню та небезпеку катастрофічної високотемпературної взаємодії його з матеріалом апарату підрування. При цьому знижується тривалість і енергоємність процесу підрування, а також імовірність підвищення вмісту шкідливих домішок в одержаному гідриді титану. Кількість хлоридів, що вводиться, вибрана експериментально виходячи з маси вихідного металу, його питомої поверхні, вимог до продукту, що одержують.

Створення захисної сольової плівки на поверхні вихідного металу, яку наносять механічним змішуванням із солями, сольовими розчинами або розплавами солей, дозволяє акумулювати тепло реакції і тим самим запобігти підйому температури вище 600°C, і не обмежувати швидкість подачі водню. Завдяки цьому знижується тривалість процесу, досягається більш рівномірне розподілення водню по об'єму завантаження апарату, знижується забруднення гідриду шкідливими домішками. Крім того, завдяки присутності захисного шару солі можливо використовувати замість водню воденьвмісні гази, що додатково знижує загальну кількість тепла реакції підрування та знижує вартість одержаного гідриду.

Спосіб одержання гідриду титану здійснюється таким чином.

Вихідний метал і термостабілізуючу сольову добавку змішують в заданому співвідношенні до або під час завантаження в апарат підрування. У якості вихідного металу використовують титан губчастий, порошок титану, а також губчастий титан з вмістом від 2 до 40% хлориду магнію або титанвмісні возгони з кришки апарату магнієтермічного відновлення, що містять хлористий магній, а та-

кож їх суміші. Апарат підрування завантажують, вакуумують, герметизують, нагрівають до температури початку взаємодії водню з титаном (вище 300°C) і починають подавання водню або воденьвмісного газу, швидкість його подавання не обмежують. Після закінчення процесу насичення воднем апарат охолоджують, заповнюють аргонном і вивантажують гідрид титану. Приклад №1

В апарат підрування завантажили суміш порошку титану ПТХ-2-1 фракції - 1 + 063 1кг і солі - хлориду натрію. Вміст солі у суміші 1%. Після герметизації та вакумування апарату суміш нагріли до 400°C і почали подачу водню, продовжуючи нагрівання апарату. При подачі водню почалося інтенсивне саморозігрівання з підвищенням температури до 700°C, у зв'язку з чим подачу водню прийшлося значно зменшити. Тиск в апараті менше 1,6ата. Тривалість періоду подачі водню (до повного припинення поглинання) склала 8 годин. Прогідрований матеріал аналізували на вміст водню та домішок (відбір осередненої проби та проб по об'єму завантаження). Результати аналізів наведені в таблиці.

Приклад №2. Умови ті, що в прикладі №1. Вміст солі - хлориду натрію в суміші - 40%. Температура підрування не піднімалась вище 580°C, у зв'язку з чим подачу водню не обмежували. Тривалість періоду подачі водню - 3 години. Результати наведені в таблиці.

Приклад №3

Умови ті, що в прикладі №2. Використовували суміш порошків титану та солей хлоридів натрію та калію еквімолярному співвідношенні 1 : 1,28, вміст яких у суміші 40%. Результати наведені в таблиці.

Приклад №4

Умови ті, що в прикладі №2. Вихідний метал - титан губчастий фракції -25 + 2мм, одержаний магнієтермічним відновленням тетрахлориду титану магнієм з частковим відділенням продукту реакції - хлоридом магнію та його залишковим вмістом 5% мас. Результати наведені в таблиці.

Приклад №5

Умови ті, що у прикладі №1

Суміш 1 : 1 порошку титану та солей хлоридів калію, натрію та магнію. Замість водню подавали метан. Активне поглинання газу почалося при температурі 540°C. Після відділення прогидрованого матеріалу від солей вміст вуглецю в ньому склав 0,15% мас.

Таблиця

Показники процесу	Вміст хлоридів в завантаженні, % мас					Прототип	ТУ
	NaCl 1%	NaCl 40%	NaCl + KCl 40%	MgCl ₂ 5%	NaCl+ KCl + MgCl ₂ 100%		
1 Тривалість процесу насичення воднем, час	8	3	2,8	2,6	3,6	8	-
2 Середній вміст водню в одержаному продукті, % мас	3,6	3,8	3,85	3,9	3,6	3,6	не менше 3,6
3 Відхилення вмісту водню по об'єму завантаження, % мас	± 0,3	± 0,1	± 0,1	± 0,1	± 0,2	± 0,35	-
4 Приріст вмісту азоту, % мас	0,1	0,02	0,02	0,02	0,08	0,1	-
5 Годинна продуктивність, кг/годину	0,125	0,33	0,357	0,38	0,28	0,125	-

Як видно з таблиці, застосування у способі одержання пдриду титану, що заявляється, термостабілізуючих сольових добавок дозволяє знизити тривалість процесу та підвищити годинну продуктивність. Одержаний пдрид титану має

вміст водню більш високий порівнянно з прототипом, крім того відхилення вмісту водню від осередненої величини по об'єму завантаження апарату значно нижчі.