



УКРАЇНА

(19) UA (11) 40507 (13) A

(51) 7 B22F9/10

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ  
НА ВИНАХІДвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

## (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ГРАНУЛ ІЗ МАГНІЮ ТА ЙОГО СПЛАВІВ

(21) 2001042832

(22) 25.04.2001

(24) 16.07.2001

(33) UA

(46) 16.07.2001, Бюл. № 6, 2001 р.

(72) Бараннік Іван Андрійович, Олександров Віктор  
Олександрович, Оніщук Олександр Васильович,  
Забрицький Михайло Васильович, Герб Андрій  
Павлович, Комелін Ігор Михайлович(73) Товариство з обмеженою відповідальністю  
"ОНВІ", UA

(57) Спосіб одержання гранул із магнію та його сплавів, що включає підігрів розплавленого металу до 670-720°C, введення сольової добавки, яку готують із хлоридів і фторидів магнію, лужних і лужноземельних металів у кількості 0,5-20% від маси металу, та відцентрове розпорошення в гранули суміші металу і сольової добавки, який **відрізняється** тим, що до складу сольової добавки вводять бромід натрію, та сольову добавку перед введенням в розплавлений метал розігрівають до 735-770°C.

Винахід відноситься до кольорової металургії, і може бути використаний для виробництва гранул з магнію та його сплавів.

Відомий "Спосіб одержання гранул із магнію та його сплавів і сольова добавка для одержання гранул із магнію та його сплавів", а. с. № 1030097 від 23.12.81 р., B22F9/10, який включає введення в розплавлений метал сольової добавки в кількості 21-45%. Сольова добавка містить хлориди калію, магнію, кальцію, барію та іон фтору, при цьому компоненти сольової добавки взяті у такому співвідношенні, мас. %:

|                   |          |
|-------------------|----------|
| хлористий магній  | 3-4;     |
| хлористий кальцій | 5-40;    |
| хлористий барій   | 0,1-10;  |
| іон фтору         | 0,1-0,5; |
| хлористий калій   | решта.   |

Використання цього способу одержання гранул забезпечує одержання практично 100% гранул сферичної форми, але через велику витрату сольової добавки в гранульованому магнії міститься велика кількість гігроскопічних солей, які входять до складу сольової добавки, що викликає злежування гранул і швидку їх корозію під дією атмосферної вологи.

Відомий "Спосіб одержання гранул з магнію та його сплавів", п. США № 3881913 від 06.05.75 р., B22D23/08 (прототип), який включає підігрів розплавленого металу до 670-720°C, введення 0,5-20% відносно металу сольової добавки, що складається з хлоридів і фторидів магнію, лужних і лужноземельних металів і підігрів її до 670-730°C та відцентрове розпорошення в гранули суміші металу та сольової добавки. Склад сольової добавки для одержання гранульованого магнію такий:

KCl - 40-65; NaCl - 25-50; MgCl<sub>2</sub> - 3-10; CaCl<sub>2</sub> - до 5; F<sup>-</sup> - до 0,8; MgO - не більше 0,5.

Для одержання гранульованого магнієвого сплаву використовують сольову добавку, що має склад, мас. %:

KCl - 30-50; MgCl<sub>2</sub> - 10-40; CaCl<sub>2</sub> - до 5,0; F<sup>-</sup> - до 0,8; не більше 0,8 - MgO, BaCl<sub>2</sub> - 3-15; NaCl - решта.

Фтор-іон (F<sup>-</sup>) вводять у вигляді одного з фторидів: CaF<sub>2</sub>, MgF<sub>2</sub>, або NaF. Гранули магнію та магнієвого сплаву, які одержані за цим способом з використанням цих сольових добавок, мають надлишок гігроскопічних солей на поверхні, таких як MgCl<sub>2</sub>; CaCl<sub>2</sub>; BaCl<sub>2</sub>. Це відбувається тому, що сольову добавку перед надходженням у відцентровий гранулятор підігрівають лише до 670-730°C, що недостатньо для зменшення в'язкості. Крім цього до складу сольової добавки входять високотоксичні компоненти, такі як BaCl<sub>2</sub>, що робить процес екологічно небезпечним.

В основу винаходу поставлено задачу підвищення якості гранул магнію та його сплавів (кулястість форми, корозійна стійкість), а також підвищення екологічної безпеки процесу виготовлення гранул шляхом зміни складу сольової добавки і підвищення температури її попереднього розігрівання, що забезпечує зниження кількості солі в гранулах і зниження гігроскопічності одержаних гранул магнію та його сплавів, підвищення екологічної безпеки процесу, завдяки тому, що до складу сольової добавки не вводять високотоксичних компонентів, а також одержання 99% вмісту гранул сфероподібної форми.

Задача, яка поставлена, досягається тим, що у відомому способі, який включає підігрів розплав-

(19) UA (11) 40507 (13) A

леного металу до 670-720°C, введення сольової добавки, яка готується із хлоридів і фторидів магнію, лужних і лужноземельних металів, у кількості 0,5-20% від маси металу та відцентрове розпорошення в гранули суміші металу і сольової добавки, до складу сольової добавки вводять бромід натрію, а сольову добавку перед введенням в розплавлений метал розігрівають до 735-770°C.

Завдяки цьому, у порівнянні з прототипом, до складу сольової добавки не входять високотоксичні компоненти, наприклад, хлорид барію ( $\text{BaCl}_2$ ), що підвищує екологічну безпеку процесу, а також у гранулах магнію та його сплаву зменшується загальний вміст найбільш гігроскопічних хлоридів магнію, лужних і лужноземельних металів, а це підвищує якість гранул. Розігрівання сольової добавки до більш високої температури поліпшує її рідинотекучість, що забезпечує одержання гранул кулястої форми з меншим вмістом гігроскопічних солей.

Для одержання гранул із магнію сольова добавка складається із компонентів, взятих у такому співвідношенні, мас. %:

|                                       |                  |
|---------------------------------------|------------------|
| $\Sigma\text{MgCl}_2 + \text{CaCl}_2$ | 2-6;             |
| $\text{NaCl}$                         | 40-50;           |
| $\text{NaBr}$                         | 0,1-5,0;         |
| $\text{F}^-$                          | 0,1-0,3;         |
| $\text{KCl}$                          | решта (до 100%). |

Для одержання гранул із магнієвого сплаву сольова добавка складається із компонентів, взятих у такому співвідношенні, мас. %:

|                                       |                  |
|---------------------------------------|------------------|
| $\Sigma\text{MgCl}_2 + \text{CaCl}_2$ | 2-10;            |
| $\text{NaCl}$                         | 30-40;           |
| $\text{NaBr}$                         | 5,0-20,0;        |
| $\text{F}^-$                          | 0,1-0,3;         |
| $\text{KCl}$                          | решта (до 100%). |

Запропоновані сольові добавки містять мінімум гігроскопічних хлоридів магнію і кальцію та мають оптимізований вміст хлориду натрію.

Бромід натрію є нетоксична речовина та менш гігроскопічна. Такі сольові добавки при нагріванні до 735-770°C мають хорошу рідинотекучість, що забезпечує більшу швидкість розтікання їх по поверхні гранул і тому одержують гранули кулястої форми, які покриті найтоншою сольовою оболонкою. Завдяки цьому, сумарний вміст сольової добавки в гранульованому металі зменшується у 2-3 рази при практично 100%-ому створенні кулястої форми гранул.

Вибір діапазону концентрацій для хлориду натрію обумовлений двома факторами: необхідністю забезпечення більш низької температури плавлення сольової добавки та його позитивним впливом на формоутворення гранул кулястої форми.

Хлорид калію впливає на зниження температури плавлення сольової добавки та підвищує її рідинотекучість.

Бромід натрію підвищує щільність сольового розплаву, що особливо потрібно при одержанні гранул із магнієвих сплавів. Чим більше щільність розплавленого металу, тим більшу кількість броміду натрію необхідно вводити до складу сольової добавки. Добавка 20% забезпечує задовільне формоутворення гранул із магнієвих сплавів, які містять до 9% Al та до 2% Zn. Подальше підвищення вмісту  $\text{NaBr}$  в сольовій добавці недоцільно,

тому що підвищується температура плавлення суміші та підвищується коштовність (бромід натрію відноситься до числа компонентів сольової добавки, що дорого коштують).

При нагріванні сольових добавок нижче 735°C їх рідинотекучість недостатня для забезпечення зменшення витрати сольових добавок. Нагрівання вище 770°C є недоцільним тому, що потребує підвищення витрат електроенергії та викликає зростання витрат солей за рахунок їх випаровування без подальшого поліпшення якості гранульованого магнію.

Таким чином, вибір оптимального співвідношення компонентів сольової добавки, зниження до мінімуму вмісту  $\text{MgCl}_2$  та  $\text{CaCl}_2$ , використання не хлориду барію, а броміду натрію при одночасному підвищенні температури нагрівання сольової добавки дозволяють підвищити якість гранульованого магнію (зниження вмісту гігроскопічних солей на поверхні гранул при утворенні 95-100% гранул кулястої форми), а також підвищити екологічну безпечність процесу та продукту, що одержують, за рахунок виключення з складу сольової добавки високотоксичного хлориду барію.

Приклади здійснення способу.

Порівняльні досліді способу, що пропонується, та способів, що відомі, проводили на промисловій установці з потужністю гранулятора 1500 кг/год. За один процес використовували 1400-1600 кг магнію або магнієвого сплаву, який заливали в піч з сольовим обігрівом, що встановлена безпосередньо біля відцентрового гранулятора, а з печі метал подавали у змішувальну ліжку гранулятора, в яку по жолобу регульованим струменем подавали сольову добавку. Її готували із фторидів та хлоридів магнію, лужних та лужноземельних металів, а також із введенням броміду натрію і розігрівали до заданої температури. Температуру металу та сольової добавки у печах контролювали за допомогою термопар типу ХА та вимірювали з точністю  $\pm 2,5^\circ\text{C}$ . Температуру металу підтримували постійною і вона не перевищувала  $710^\circ\text{C}$  для магнію та  $690^\circ\text{C}$  для його сплаву. Температуру нагріву сольової добавки змінювали від  $720^\circ\text{C}$  до  $780^\circ\text{C}$ .

Склад сольової добавки додатково контролювали за результатами хімічного аналізу проб, які відбирали з печі перед початком процесу. Фторидіон у сольову добавку вводили у вигляді фториду натрію. Результати дослідів зведені у таблицю. Як видно із таблиці, (досліді № 3, 4, 7, 8) використання сольової добавки, що містить  $\text{NaBr}$ , при попередньому її розігріванні до температури 735-770°C забезпечує одержання гранул майже цілком кулястої форми при зменшенні у 2-4 рази кількості солі у гранулах, що значно зменшує гігроскопічність одержуваного матеріалу, тобто досягається задача винаходу.

Підвищення температури нагрівання сольової добавки вище  $770^\circ\text{C}$  не призводить до подальшого поліпшення якості гранульованого магнію (досліді № 5, 9). Надалі зниження вмісту сольової добавки на поверхні гранул магнію або його сплаву недоцільно також і за розумінням пожежної безпеки, тому що сольова оболонка на поверхні гранул захищає їх від запалювання при нагріванні до високої температури (вище  $450^\circ\text{C}$ ).

Таблиця

| № п/п | Суттєві ознаки дослідних об'єктів/<br>Дослідні об'єкти | Вид металу        | Наявність NaBr у со-<br>льовій до-<br>бавці | Наявність BaCl <sub>2</sub> у<br>со-<br>льовій до-<br>бавці | Попередня те-<br>мпература ро-<br>згрівання со-<br>льової до-<br>бавки, °С | Технічний результат          |                                   |  |
|-------|--|-------------------|---|---|--|------------------------------|-----------------------------------|--|
|       |  |                   |   |   |  | Кількість кулястих часток, % | Кількість солі в гра-<br>нулах, % | Додаткові ознаки   |
| 1     | Спосіб 1 (за прототипом)                               | магній            | не містить                                  | містить   | 720-730  | 90,0                         | 10,0                              | Гігроскопічність підвище-<br>на, матеріал токсичний              |
| 2     | Спосіб 2   | магній            | містить                                     | не містить  | 720-730  | 94,0                         | 8,0                               | Підвищена гігроскопіч-<br>ність, матеріал не токсич-<br>ний      |
| 3     | Спосіб 3, що пропонується                              | магній            | містить                                     | не містить  | 735-740  | 97,0                         | 4,0                               | Незначна гігроскопічність,<br>матеріал не токсичний              |
| 4     | Спосіб 4, що пропонується                              | магній            | містить                                     | не містить  | 760-770  | 99,5                         | 2,5                               | Незначна гігроскопічність,<br>матеріал не токсичний              |
| 5     | Спосіб 5   | магній            | містить                                     | не містить  | 770-780  | 99,0                         | 2,5                               | Незначна гігроскопічність,<br>матеріал не токсичний              |
| 6     | Спосіб 6 (за прототипом)                               | сплав ма-<br>гнію | не містить                                  | містить   | 720-730  | 88,0                         | 9,0                               | Гігроскопічність підвище-<br>на, матеріал токсичний              |
| 7     | Спосіб 7, що пропонується                              | сплав ма-<br>гнію | містить                                     | не містить  | 735-750  | 98,5                         | 4,5                               | Гігроскопічність в 1,5 рази<br>менша, матеріал не ток-<br>сичний |
| 8     | Спосіб 8, що пропонується                              | сплав ма-<br>гнію | містить                                     | не містить  | 760-770  | 99,5                         | 3,0                               | Незначна гігроскопічність,<br>матеріал не токсичний              |
| 9     | Спосіб 9   | сплав ма-<br>гнію | містить                                     | не містить  | 770-780  | 99,5                         | 3,0                               | Незначна гігроскопічність,<br>матеріал не токсичний              |

---

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)  
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26  
(044) 295-81-42, 295-61-97

---

Підписано до друку \_\_\_\_\_ 2001 р. Формат 60х84 1/8.  
Обсяг \_\_\_\_\_ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. \_\_\_\_\_

---

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.  
(044) 268-25-22

---