



(19) **ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ ӘДІЛЕТ МИНИСТРЛІГІ**

ПАЙДАЛЫ МОДЕЛЬГЕ

(11) **№ 2712**

(12) **ПАТЕНТ**

(54) **АТАУЫ:** Қиынбалқитын ұнтақты бейорганикалық қосылыстардың алу тәсілі

(73) **ПАТЕНТ ИЕЛЕНУШІСІ:** Қазақстан Республикасы Білім және ғылым министрлігі Ғылым комитетінің "Жану проблемалары институты" шаруашылық жүргізу құқығындағы республикалық мемлекеттік кәсіпорыны (KZ)

(72) **АВТОР (АВТОРЛАР):** Абдулкаримова Роза Габдуловна (KZ); Камунур Кастер (KZ); Сейдуалиева Айжан Жабаявна (KZ); Хужамурадова Гулдари Асембаявна (KZ)

(21) **Өтінім №** 2017/0194.2

(22) **Өтінім берілген күн:** 29.03.2017

19.03.2018 Қазақстан Республикасы Пайдалы модельдерінің мемлекеттік тізілімінде тіркелді.

Патентті күшінде ұстау ақысы уақытылы төленген жағдайда, патенттің күші Қазақстан Республикасының бүкіл аумағында қолданылады.

**Қазақстан Республикасының
Әділет вице-министрі**

Н. Пан

Өзгерістер енгізу туралы мәліметтер осы патентке қосымша түрінде жеке парақта келтіріледі

002698



(19) **МИНИСТЕРСТВО ЮСТИЦИИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

ПАТЕНТ

(11) **№ 2712**

(12) **НА ПОЛЕЗНУЮ МОДЕЛЬ**

(54) **НАЗВАНИЕ:** Способ получения порошков тугоплавких неорганических соединений

(73) **ПАТЕНТООБЛАДАТЕЛЬ:** Республиканское государственное предприятие на праве хозяйственного ведения "Институт проблем горения" Комитета науки Министерства образования и науки Республики Казахстан (KZ)

(72) **АВТОР (АВТОРЫ):** Абдулкаримова Роза Габдуловна (KZ); Камунур Кастер (KZ); Сейдуалиева Айжан Жабаявна (KZ); Хужамурадова Гулдари Асембаевна (KZ)

(21) **Заявка №** 2017/0194.2

(22) **Дата подачи заявки:** 29.03.2017

Зарегистрирован в Государственном реестре полезных моделей Республики Казахстан 19.03.2018.

Действие патента распространяется на всю территорию Республики Казахстан при условии своевременной оплаты поддержания патента в силе.

**Вице-министр юстиции
Республики Казахстан**

Н. Пан

Сведения о внесении изменений приводятся на отдельном листе в виде приложения к настоящему патенту



РЕСПУБЛИКА КАЗАХСТАН

(19) KZ (13) U (11) 2712
(51) B22F 9/16 (2006.01)
B22F 3/23 (2006.01)
C01G 1/00 (2006.01)

МИНИСТЕРСТВО ЮСТИЦИИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ОПИСАНИЕ ПОЛЕЗНОЙ МОДЕЛИ К ПАТЕНТУ

(21) 2017/0194.2

(22) 29.03.2017

(45) 23.04.2018, бюл. №15

(72) Абдулкаримова Роза Габдуловна; Камунур Кастер; Сейдуалиева Айжан Жабаевна; Хужамурадова Гулдари Асембаевна

(73) Республиканское государственное предприятие на праве хозяйственного ведения "Институт проблем горения" Комитета науки Министерства образования и науки Республики Казахстан

(56) RU 255221, 11.03.1971

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВ ТУГОПЛАВКИХ НЕОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

(57) Полезная модель относится к порошковой металлургии, в частности к способам получения порошков тугоплавких неорганических соединений, а именно, диборида титана, в режиме самораспространяющегося высокотемпературного

синтеза, которые могут быть использованы в авиационной, станкостроительной и обрабатывающей промышленности, а также в цветной металлургии.

Способ получения порошка тугоплавкого неорганического соединения в режиме самораспространяющегося высокотемпературного синтеза в герметичном реакторе в среде инертного газа при давлении 9-10 атм включает перемешивание в планетарно-центробежной мельнице (28,2-30,0) мас. % обогащенной боратовой руды и (29,5-35,8) мас. % оксида титана в течение 9-10 мин, затем введение (36,0-40,5) мас. % магнезия в смесь, локальное инициирование горения полученной экзотермической смеси и проводят химическую обработку продукта синтеза при 100°C в растворе соляной кислоты с концентрацией 37 мас. %.

В результате реализации способа получают (93,0-98,2) % диборида титана повышенной чистоты.

(19) KZ (13) U (11) 2712

Полезная модель относится к порошковой металлургии, в частности к способам получения порошков тугоплавких неорганических соединений, а именно, диборида титана, в режиме самораспространяющегося высокотемпературного синтеза, которые могут быть использованы в авиационной, станкостроительной и обрабатывающей промышленности, а также в цветной металлургии.

Известен способ получения порошков тугоплавких соединений, включающий приготовление экзотермической смеси порошков переходного металла и неметалла в виде углерода, бора и кремния, гранулирование смеси и ее сжигание в полужакрытом реакторе в режиме самораспространяющегося высокотемпературного синтеза, при направленной фильтрации примесных газов (РФ Патент №2161548, МПК В22F 9/16, В22F 3/23, опубл. 10.01.2001, бюл. №1).

Недостаток известного способа состоит в том, что он предполагает использование элементного состава для приготовления экзотермической смеси.

Наиболее близким техническим решением к заявляемому способу получения порошков тугоплавких неорганических соединений является способ синтеза тугоплавкого неорганического соединения-диборида титана в режиме самораспространяющегося высокотемпературного синтеза в герметичном реакторе в среде инертного газа при давлении 10-80 атм, включающий перемешивание компонентов экзотермической смеси-металлического порошков титана и бора дисперсностью 50-300 мк, прессование смеси до плотности 0,25-0,70, напрессовывание на нее поджигающего слоя в виде 50 мас. % Fe₂O, 50 мас. % CaSi₂, 38 мас. % Mg, 7 мас. % Al₂O₃, 55 мас. % SiO₂, 66,5 мас. % Ti, 33,5 мас. % В и локальное инициирование горения поджигающего слоя (РФ А.с. №255221, МПК C01G 1/00, опубл. 11.03.1971, бюл. №10).

Недостатком известного способа является его сложность, состоящая в использовании чистых материалов, многокомпонентности выходного слоя, а также пониженный выход конечного продукта.

Задачей заявляемого технического решения является разработка упрощенного способа получения порошков тугоплавкого неорганического соединения - диборида титана.

Технический эффект поставленной задачи состоит в использовании сырья Республики Казахстан - боратовой руды Индерского месторождения, повышенным выходом целевого продукта повышенной чистоты.

Задача решается тем, что способ получения порошка тугоплавкого неорганического соединения в режиме самораспространяющегося высокотемпературного синтеза в герметичном реакторе в среде инертного газа при давлении 9-10 атм включает перемешивание в планетарно-центробежной мельнице (28,2-30,0) мас. % обогащенной боратовой руды и (29,5-35,8) мас. % оксида титана в течение 9-10 мин, затем введение

(36,0-40,5) мас. % магния в смесь, локальное инициирование горения полученной экзотермической смеси и проводят химическую обработку продукта синтеза при 100°C в растворе соляной кислоты с концентрацией 37 мас. %.

Существенным отличием заявляемого способа получения порошка тугоплавкого неорганического соединения от известного является использование оксида титана и обогащенной боратовой руды, их перемешивание в планетарно-центробежной мельнице в течение 9-10 мин, а также введение магния в экзотермическую смесь после ее перемешивания и химическая обработка продукта синтеза при 100°C в растворе соляной кислоты с концентрацией 37 мас. %.

Причинно-следственная связь отличительных признаков заявляемого способа позволяет достичь технического результата поставленной задачи.

Использование сырья Республики Казахстан - боратовой руды Индерского месторождения, в заявляемом способе определено ее составом В₂O₃-39,09%, СаО-20,79%, MgO-8,70%, SO₃-19,26%.

Обогащенная боратовая руда Индерского месторождения содержит до 40% оксида бора (В₂O₃).

Перемешивая компоненты смеси в планетарно - центробежной мельнице (ПЦМ), относящейся к мельницам - активаторам динамического действия в течение 9-10 мин, осуществляют механическую активацию боратовой руды Индерского месторождения и оксида титана, таким образом, обеспечивают помол компонентов с повышением их химической активности. Время перемешивание подобрано экспериментально.

Данные, полученные при рентгено - фазовом анализе (РФА) и электронно-микроскопическом исследовании, свидетельствуют о том, что при механической активации компонентов смеси в планетарно - центробежной мельнице происходит значительное диспергирование реагентов, увеличивается площадь их контакта и создается высокая концентрация неравновесных дефектов и внутренних напряжений. Кроме того, при активации происходит разрушение оксидных слоев и адсорбированных пленок на частицах компонентов смеси, которые являются серьезным диффузионным барьером для начала взаимодействия. Все эти факторы увеличивают реакцию способность компонентов смеси. Повышенная химическая активность компонентов смеси способствует росту температуры горения смеси при самораспространяющемся высокотемпературном синтезе (СВС) и более активному взаимодействию компонентов смеси (Е.Г. Авакумов / Механические методы активации химических процессов // Новосибирск: Наука. 1980,- с. 190, 206), в результате чего, повышается выход целевого продукта.

В заявляемом способе получения тугоплавкого неорганического соединения в экзотермическую смесь вводят магний для поджига исходных продуктов, в отличие от известного способа, напрессовывание на нее многокомпонентного поджигающего слоя, чем решают поставленную задачу-упрощение способа.

Магний вводят в смесь после ее активации, так как он является активным восстановителем и при перемешивании в мельницах - активаторах динамического действия боратовой руды и оксида титана, приобретающих повышенную химическую активность, может привести к взрыву смеси.

Количественное соотношение компонентов подобрано экспериментально. Получение неорганического тугоплавкого материала в режиме СВС в герметичном реакторе в среде инертного газа при давлении 9-10 атм сопровождается следующими химическими реакциями:



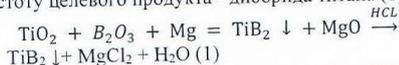
Получение порошка неорганического тугоплавкого материала в режиме СВС в герметичном реакторе при давлении 9-10 атм предотвращает испарение титана и обеспечивает его максимальный переход в целевой продукт - дибририд титана.

Проведение СВС в среде инертного газа - аргона, позволяет избежать формирование оксидов используемых компонентов, т.е. обеспечивает необратимость химических реакций и, следовательно, повышает выход дибририда титана, обеспечивая его чистоту.

Давление инертного газа при проведении СВС подобрано экспериментально и является необходимым и достаточным для решения поставленной задачи и достижения технического эффекта.

Заявляемый способ позволяет использовать в качестве исходного компонента боратовой руды, имеющей высокое содержание примесей, которые затем удаляют химической обработкой продукта синтеза.

Химическая обработка продукта синтеза при 100°C в растворе соляной кислоты с концентрацией 37 мас. % позволяет использовать в качестве исходного компонента боратовую руду, имеющую высокое содержание примесей. Высокотемпературное воздействие на исходные компоненты в режиме СВС обуславливает высокую концентрацию внутренних напряжений в продукте синтеза, представляющем собой легко измельчаемую губчатую структуру, которая успешно отмывается химической обработкой, обеспечивая повышенную чистоту целевого продукта - дибририда титана (1).



Таким образом, в совокупности все признаки заявляемого технического решения позволяют решить поставленную задачу и получить дибририд титана до 98,2%.

Способ выполняют следующим образом.

(28,2-30) г обогащенной боратовой руды и (29,5-35,8) г оксида титана перемешивают в планетарно-центробежной мельнице в течение 9-10 минут, после чего в полученную смесь добавляют (36-40,5) г порошка магния и засыпают в термически устойчивый тигель, который устанавливают в герметичном реакторе и инициируют горение полученной экзотермической смеси нихромовой спиралью в среде аргона при давлении 9-10 атм.

По завершении СВС, продукт синтеза извлекают из реактора и подвергают химической обработке при 100°C в растворе соляной кислоты с концентрацией 37 мас. %.

В результате реализации способа получают (93,0-98,2) % дибририда титана от общей массы исходных компонентов. При этом, рентгенофазовый анализ и сканирующая электронная микроскопия показывает содержание примесей в получаемом целевом продукте: MgO (0-5,5) % и CaB₆(1,5-1,8) %.

Таблица 1

Содержание примесей в получаемом дибририде титана в зависимости от времени перемешивания в ПЦМ

№	Время перемешивания в ПЦМ мин.	Содержание примесей в получаемом дибририде								
		TiB ₂	TiB	Ca (TiO ₃)	MgO	TiO	CaB ₆	Ti (BO ₃)	Mg ₂ TiO ₄	CaS
1	10	98,2	0	0	5,5	0	1,8	0	0	0
2	9,5	96,4	0	0	2,0	0	1,6	0	0	0
3	9	93,0	0	0	0	0	1,5	0	0	0

Пример 1

28,2 г обогащенной боратовой руды и 35,8) г оксида титана перемешивают в планетарно-центробежной мельнице в течение 10 минут, после чего в полученную смесь добавляют 36 г порошка магния и засыпают в термически устойчивый тигель, который устанавливают в герметичном реакторе. В реактор закачивают аргон, устанавливают давление 10 атм и инициируют горение полученной экзотермической смеси нихромовой спиралью.

Температуру горения смеси СВС регистрируют термопарой, расположенной внутри реакционной смеси в реакторе высокого давления. По показаниям

измеряемой температуры устанавливают завершение СВС и продукт синтеза извлекают из реактора.

Полученный порошок обрабатывают в магнитной мешалке при 100°C соляной кислотой с концентрацией 37 мас. %. Затем порошок промывают дистиллированной водой с последующим извлечением дибририда титана, выпавшего в осадок.

В результате реализации способа получают 98,2% дибририда титана от общей массы исходных компонентов. При этом, рентгенофазовый анализ и сканирующая электронная микроскопия показывает содержание примесей в получаемом целевом продукте - CaB₆ 1,8%.

Примеры 2, 3 таблицы 2 выполняют аналогично примеру 1.

Таблица 2

№	Состав исходной смеси	Количество масс. %	Время перемешивания в ПЦМ мин.	Количество получаемого диборида титана %	Давление в герметичном реакторе МПа
1	обогащенная боратовая руда оксид титана магний	30,0 29,5 40,5	10	98,2	10
2	обогащенная боратовая руда оксид титана магний	29,1 32,7 38,2	9,5	96,4	9,5
3	обогащенная боратовая руда оксид титана магний	28,2 35,8 36,0	9	93,0	9

ФОРМУЛА ПОЛЕЗНОЙ МОДЕЛИ

Способ получения порошков тугоплавкого неорганического соединения в режиме самораспространяющегося высокотемпературного синтеза в герметичном реакторе в среде инертного газа при давлении 9-10 атм, включающий перемешивание компонентов экзотермической смеси - титан и бор содержащих компонентов и локальное инициирование горения полученной смеси, *отличающийся* тем, что перемешивание компонентов осуществляют в планетарно-

центробежной мельнице в течение 9-10 мин, в качестве титан содержащего компонента используют оксид титана, в качестве бор содержащего компонента- обогащенную боратовую руду при этом, после перемешивания смеси в нее вводят магний при следующем соотношении мас. %:

обогащенная боратовая руда 28,2-30,0
оксид титана 29,5-35,8
магний 36,0-40,5

и проводят химическую обработку продукта синтеза при 100°C в растворе соляной кислоты с концентрацией 37 мас. %.

Верстка Б. Омарова
Корректор К. Нгметжанова