



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГИИТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

- 1
- (21) 4460628/31-26
 - (22) 14.07.88
 - (46) 23.09.90. Бюл. № 35
 - (71) Институт электрохимии Уральского отделения АН СССР
 - (72) А.Б.Салюев и В.Я.Кудяков
 - (53) 546.131(088.8)
 - (56) Lister R.L., Flengas S.N.
The synthesis and properties of the anhydrous hexachlorotitanates of rubidium and cesium. - Canadian Journal of Chemistry, 1963, № 41, № 6, p. 1548.
 - (54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПЛАВОВ ХЛОРИДОВ ЩЕЛОЧНЫХ МЕТАЛЛОВ С ЛЕГКОЛЕТУЧИМИ ХЛОРИДАМИ ПОЛИВАЛЕНТНЫХ МЕТАЛЛОВ
 - (57) Изобретение относится к металлургии и физической химии, может быть использовано для получения плавов, компоненты которых значительно различаются летучестями и температурами

2

плавания и позволяет создать возможность образования плава заданного состава с одновременным упрощением процесса и повышением его производительности. Способ осуществляют путем насыщения хлоридов щелочных металлов парами легколетучего компонента в герметичном сосуде с двумя зонами нагрева: первую зону с хлоридами щелочных металлов нагревают до температуры расплавления солей, а зону с легколетучим компонентом нагревают в течение 1-1,5 ч до температуры первой зоны, затем продукт быстро охлаждают. Предложенный способ позволяет получать плавы хлоридов щелочных металлов с легколетучими хлоридами поливалентных металлов заданного состава при повышении производительности, время проведения процесса 1-1,5 ч. 2 з.п. ф-лы, 1 ил., 1 табл.

Изобретение относится к металлургии и физической химии и может быть использовано для получения плавов, компоненты которых значительно различаются летучестями и температурами плавания.

Целью изобретения является создание возможности образования плава заданного состава с одновременным упрощением процесса и повышением его производительности.

Способ осуществляют следующим образом.

Плавы хлоридов щелочных металлов с легколетучими хлоридами поливалентных металлов получают насыщением хлоридов щелочного металла парами легколетучего компонента. Легколетучий компонент, в частности тетра-хлорид титана, пентахлорид молибдена или пентахлорид тантала и хлорид щелочного металла: калия, рубидия или цезия берут в пропорции, отвечающей заданной концентрации синтезируемого плава, но не превышающей по легколетучему компоненту стехиомет-

рического состава двойных соединений, и помещают в герметичный сосуд.

На чертеже изображен сосуд.

Сосуд изготовлен из тонкостенного (1 мм) кварцевого стекла и состоит из зоны 1, в которую помещают хлорид щелочного металла (т.е. труднолетучий компонент) и обогревают печью 2, и зоны 3, в которую помещают хлорид поливалентного металла (т.е. легколетучий компонент) и обогревают печью 4.

Поскольку процесс ведут при температуре расплавления хлорида щелочного металла, соль загружают крупными кусками, практически не подвергая ее гидролизу.

Нагревают сначала хлорид щелочного металла (зону 1) до температуры T_1 расплавления соли в течение 5-10 мин. Затем в течение 1-1,5 ч постепенно нагревают зону 3 с легколетучим компонентом от комнатной температуры до конечной T_2 конечн. так, чтобы температура всего устройства стала одинаковой. В ходе нагрева зоны 3 температуру зоны 1 поддерживают таким образом, чтобы обеспечить жидкое состояние системы зоны 1.

В ходе процесса температура T_1 остается примерно постоянной, а T_2 непрерывно повышается. Когда температура зоны 3 в ходе ее нагревания в течение 1-1,5 ч достигает температуры зоны 1 (или превышает ее на несколько градусов, т.е. T_2 конечн. $> T_1$ конечн.), процесс прекращают, быстро охлаждая сосуд с плавом.

Плавы заданного состава готовят в температурном режиме, обеспечивающем жидкообразное состояние системы, в зоне с хлоридами щелочных металлов, давление насыщенных паров легколетучего компонента 2-6 атм, т.е. в режиме, обеспечивающем высокие скорости взаимодействия с образованием двойного соединения. Охлаждение всего реакционного сосуда можно осуществлять быстро (например, в воде), поскольку десорбция легколетучего компонента из плава затруднена вследствие термодинамической выгодности процесса образования двойного соединения, а также потому, что синтез плава заданного состава

проводят без избытка легколетучего компонента.

В таблице 1 представлены данные, подтверждающие получение плавов хлоридов щелочных металлов с легколетучими хлоридами поливалентных металлов заданного состава.

Таким образом, предлагаемый способ позволяет получать хлориды щелочных металлов с легколетучими хлоридами поливалентных металлов заданного состава при одновременном упрощении процесса за счет исключения операции тщательного измельчения и просеивания хлоридов щелочных металлов, операции удаления легколетучего компонента из плава, необходимых для осуществления известного способа (в предлагаемом способе легколетучий компонент берут строго в заданном соотношении, плавы получают в виде куска, а не мелкого порошка) и при повышении производительности процесса время проведения процесса в предлагаемом способе 1-1,5 ч, в известном - более 12 ч.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

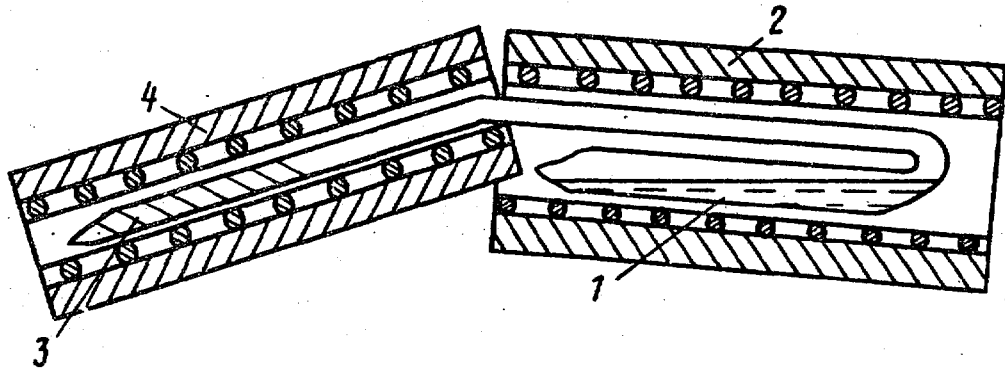
1. Способ получения плавов хлоридов щелочных металлов с легколетучими хлоридами поливалентных металлов, включающий насыщение предварительно нагретых хлоридов щелочных металлов парами легколетучих компонентов в герметичном сосуде, отличающийся тем, что, с целью создания возможности образования плава заданного состава с одновременным упрощением процесса и повышением его производительности, хлориды щелочных металлов нагревают до температуры плавления, а пары легколетучего компонента берут в пропорции, отвечающей заданному составу, и насыщение ведут в течение 1-1,5 ч.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве легколетучего компонента используют тетрахлорид титана, пентахлорид молибдена или пентахлорид тантала.

3. Способ по пп. 1 и 2, отличающийся тем, что в качестве хлоридов щелочных металлов используют хлориды цезия, рубидия или калия.

| Хлорид щелочного металла | Хлорид легколетучего металла | Зона 1 | | Зона 3 | Время нагрева зоны 3, мин | Состав сплава, мас. % |
|--------------------------|------------------------------|--------------------|-------------------|-------------------|---------------------------|-----------------------|
| | | T_1 начальн., °C | T_2 конечн., °C | T_3 конечн., °C | | |
| CsCl | TiCl ₄ | 720 | 710 | 735 | 70 | TiCl ₄ 33 |
| CsCl | TiCl ₄ | 710 | 700 | 710 | 60 | TiCl ₄ 33 |
| RbCl | TiCl ₄ | 735 | 680 | 700 | 66 | TiCl ₄ 33 |
| RbCl | TiCl ₄ | 730 | 690 | 690 | 61 | TiCl ₄ 33 |
| KCl | TiCl ₄ | 805 | 780 | 800 | 90 | TiCl ₄ 33 |
| KCl | TiCl ₄ | 785 | 775 | 775 | 73 | TiCl ₄ 33 |
| KCl | TiCl ₄ | 785 | 755 | 755 | 63 | TiCl ₄ 33 |
| CsCl | TiCl ₄ | 710 | 710 | 710 | 60 | TiCl ₄ 17 |
| KCl | TiCl ₄ | 785 | 785 | 785 | 71 | TiCl ₄ 5 |
| KCl | MoCl ₅ | 784 | 784 | 784 | 75 | MoCl ₅ 30 |
| CsCl | MoCl ₅ | 715 | 715 | 715 | 60 | MoCl ₅ 24 |
| KCl | TaCl ₅ | 790 | 790 | 790 | 65 | TaCl ₅ 15 |
| RbCl | TaCl ₅ | 730 | 730 | 730 | 68 | TaCl ₅ 28 |

/ П р и м е ч а н и е. Нагрев зоны 3 осуществляют постепенно.



Редактор Н. Гуныко Составитель А. Боршаговская
 Техред Л. Олейник Корректор Л. Пилипенко

Заказ 2810 Тираж 399 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101