



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
C01B 32/921 (2021.08); C01B 32/949 (2021.08)

(21)(22) Заявка: 2021107599, 22.03.2021

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
22.03.2021

Дата регистрации:
16.03.2022

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 22.03.2021

(45) Опубликовано: 16.03.2022 Бюл. № 8

Адрес для переписки:
426076, Удмуртская Респ., г. Ижевск, ул.
Пушкинская, 144, оф. 27, ООО "Технологии
будущего", Арустамову К.И.

(72) Автор(ы):

Захаров Андрей Иванович (RU),
Демьянченко Артур Олегович (RU),
Шевнин Алексей Александрович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Общество с ограниченной ответственностью
"Технологии будущего" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2508249 C1, 27.02.2014. RU
2394761 C1, 20.07.2010. RU 2175988 C1,
20.11.2001. US 2020189918 A1 (H C STARCK
TUNGSTEN GMBH), 18.06.2020.

(54) Способ получения порошков карбидов титана и вольфрама

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу получения порошков карбидов титана или вольфрама путем смешения порошков каждого из этих металлов с электротехнической сажей и предварительной механохимической обработкой исходной смеси с последующим нагревом и механохимической обработкой продуктов синтеза, причем после

механической обработки металла и электротехнической сажи в смесь вводят водный раствор поливинилового спирта, который в ходе постадийного нагрева смеси подвергают деструкции до газообразных продуктов, которые отсутствуют в конечном продукте. 2 з.п. ф-лы, 2 пр.

RU 2 766 956 C1

RU 2 766 956 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C01B 32/921 (2017.01)
C01B 32/949 (2017.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C01B 32/921 (2021.08); *C01B 32/949* (2021.08)

(21)(22) Application: **2021107599**, **22.03.2021**

(24) Effective date for property rights:
22.03.2021

Registration date:
16.03.2022

Priority:

(22) Date of filing: **22.03.2021**

(45) Date of publication: **16.03.2022** Bull. № 8

Mail address:

**426076, Udmurtskaya Resp., g. Izhevsk, ul.
Pushkinskaya, 144, of. 27, OOO "Tekhnologii
budushchego", Arustamovu K.I.**

(72) Inventor(s):

**Zakharov Andrej Ivanovich (RU),
Demyanchenko Artur Olegovich (RU),
Shevnin Aleksej Aleksandrovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Obshchestvo s ogranichennoj otvetstvennostyu
"Tekhnologii budushchego" (RU)**

(54) **METHOD FOR OBTAINING TITANIUM AND TUNGSTEN CARBIDE POWDERS**

(57) Abstract:

FIELD: powder metallurgy.

SUBSTANCE: invention relates to a method for producing powders of titanium or tungsten carbides by mixing powders of each of these metals with electrical soot and preliminary mechanochemical treatment of the initial mixture followed by heating and mechanochemical treatment of synthesis products, and after mechanical treatment of metal and electrical soot,

an aqueous solution of polyvinyl alcohol is introduced into the mixture, which during the step-by-step heating of the mixture is subjected to destruction to gaseous products that are absent in the final product.

EFFECT: expansion of the range of solutions to obtain titanium or tungsten carbide powders.

3 cl, 2 ex

Изобретение относится к неорганической химии, в частности к получению порошков карбидов титана и вольфрама, и может найти применение в создании защитных и упрочняющих покрытий, а также в производстве конструкционных и инструментальных материалов, способных работать при высокой температуре, в агрессивных средах и при больших нагрузках.

Известен СВС-способ получения карбида титана (патент на изобретение РФ 1570225, МПК С01В 31/30, дата публикации 27.08.2003), включающий локальное воспламенение и высокотемпературное взаимодействие в режиме горения смеси порошков титана и углерода, окруженной оболочкой из пористого материала. С целью повышения выхода карбида титана и улучшения его абразивных свойств в качестве пористого материала используют кварцевый песок, а локальному воспламенению подвергают иницирующую шихту из порошков титана и углерода, имеющую скорость горения, в 1,5-2 раза превышающую скорость горения основной смеси порошков, которую помещают в центр исходной основной смеси.

Недостатком известного способа является сложное аппаратное оборудование ввиду применения высокотемпературного взаимодействия в режиме горения смеси порошков титана и углерода.

Известен способ получения карбида титана (патент на изобретение РФ 2175988, МПК С22В 34/12, дата публикации 20.11.2001) путем взаимодействия титановых порошков с сажистым углеродом. Исходную смесь предварительно выдерживают в вакууме при температуре 746-946°С в течение 60-120 мин. После этого ее непрерывно подают в реакционную зону аппарата при температуре 1431-1546°С. Благодаря такому решению отпадает необходимость в сложной аппаратуре и исключается выделение реакционных газов, что позволяет увеличить производительность в 2-3 раза и снизить стоимость получаемого карбида на 25-30%.

Недостатком известного способа является применение дополнительного оборудования ввиду необходимости создания вакуума.

Известен способ получения карбида вольфрама (патент на изобретение РФ 2179950, МПК С01В 31/34, дата публикации 10.03.2002), включающий взаимодействие вольфрамата натрия с углеродом, при котором процесс ведут на внутренней поверхности герметично закрытого графитового контейнера в среде инертного газа в течение 1-2 ч., поддерживая при этом соотношение объемов загружаемого вольфрамата натрия и контейнера в пределах 1-10:20.

Недостатком известного способа является применение дополнительного оборудования ввиду необходимости создания среды инертного газа.

Известен способ получения ультрадисперсного порошка сложного карбида вольфрама и титана (патент на изобретение РФ 2562296, МПК С01В 31/34, дата публикации 10.09.2015), путем обработки микроволновым излучением с постепенным нагревом до 1350-1400°С.

Недостатками известного способа является сложное аппаратное оформление ввиду применения микроволнового излучения и применение дополнительного оборудования ввиду необходимости создания тока аргона.

Известен способ получения карбида вольфрама (патент на изобретение РФ 2394761, МПК С01В 31/34, дата публикации 20.07.2010) механохимической активацией смесей металлического вольфрама с углеродным материалом и последующим прокаливанием в среде инертного газа. В качестве углеродного материала используют графит, или антрацит, или активированный уголь, или сажу, или углеродные ксерогели, или нановолокнистый углерод, или углеродные волокна из полиакрилонитрила, или их

любые смеси. Углеродный материал и вольфрам берут в количестве, обеспечивающим отношение, превышающее необходимое для образования карбида вольфрама на 10-50%. Температуру прокаливания выбирают из интервала 650-800°C.

5 Недостатком известного способа является применение дополнительного оборудования ввиду необходимости создания среды инертного газа.

Наиболее близким техническим решением, выбранным за прототип, является способ получения нанодисперсных порошков карбидов вольфрама и титана методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) (патент на изобретение РФ 2508249, МПК C01B 31/34, дата публикации 27.02.2014), включающий приготовление 10 смеси компонентов, состоящей из экзотермической части, включающей исходный тугоплавкий материал, углеродный материал и при необходимости добавку, термообработку смеси в режиме горения в токе аргона и последующую обработку продуктов синтеза, при этом в качестве исходного тугоплавкого материала используют смесь вольфрама и титана, которые подвергают предварительной механохимической 15 обработке в механохимическом активаторе при следующем соотношении компонентов, мас.ч.: W 18,8-71,6 Ti 15,3-64,0 C 11,7-17,3, после чего проводят термообработку активированной смеси в режиме горения, в качестве добавки используют кобальт или никель, которые вводят в смесь исходных компонентов либо на стадии предварительной механохимической обработки, либо на стадии последующей обработки продуктов 20 синтеза в количестве не более 15 мас.ч.

Недостатком известного способа является применение дополнительного оборудования ввиду необходимости создания тока аргона и сложное аппаратное оформление ввиду применения самораспространяющегося высокотемпературного синтеза.

25 Задача изобретения состоит в упрощении технологического процесса получения порошков карбида титана и вольфрама

Технический результат достигается тем, что в способе получения порошков карбидов титана и вольфрама смешивают порошки каждого из указанных металлов с электротехнической сажей, подвергают предварительной механохимической обработке 30 исходной смеси с последующим нагревом в электрокамерной печи и механохимической обработкой продуктов синтеза, согласно изобретению, после механической обработки металла и электротехнической сажи в смесь вводят 10%-ный водный раствор поливинилового спирта, который в ходе постадийного нагрева смеси подвергают деструкции до газообразных продуктов, которые отсутствуют в конечном продукте.

35 Газообразные продукты распада поливинилового спирта используют в качестве интермедиата для взаимодействия металла с электротехнической сажей, что освобождает от необходимости создания вакуума и инертных газов.

Исходными компонентами среды являются порошок металла (порошок вольфрама с размером частиц 0,8-1,5 мкм, порошок титана с размером частиц 1,0-1,6 мкм), 40 электротехническая сажа, поливиниловый спирт (далее ПВС, процент омыления - 95%).

Соответствие заявленного решения критерию изобретения «промышленная применимость» показано на примерах конкретного выполнения способов получения карбидов титана и вольфрама.

45 Приводимые ниже примеры позволяют проиллюстрировать изобретение, однако не ограничивают его.

Пример 1. Способ получения порошка карбида титана

Готовят смесь порошка титана и электротехнической сажи в следующем соотношении (по массе): 79-81% титана и 19-21% сажи. Полученную смесь перетирают на

механической ступке: 1 кг смеси перетирают в течение 6 минут. При увеличении массы смеси время увеличивают пропорционально массе исходя из заданной разовой загрузки.

Затем готовят 10%-ный водный раствор ПВС. Смешивают полученный водный раствор ПВС с перетертой смесью порошка металла и сажи в следующем соотношении (по массе): 20% водного раствора ПВС и 80% смеси металла и сажи. Полученную смесь перетирают на механической ступке: 1 кг смеси перетирают 8 минут (разовая загрузка).

Далее смесь заливают в керамические тигли на 80% от его объема, закрывают крышкой и помещают в электрокамерную печь, нагретую до 110°C, выдерживают при температуре 110°C: 1 кг смеси выдерживают 30 минут, 2 кг - 1,5 часа, 3 кг - 3 часа.

Затем производят нагрев печи до 450°C со скоростью 2-3°C/мин и выдерживают смесь при температуре 450°C: 1 кг смеси выдерживают 2 минуты, 2 кг - 2,5 минуты, 3 кг - 3 минуты.

После этого производят нагрев печи до 850-1050°C в зависимости от исходного размера частиц титана со скоростью 4-5°C/мин и выдерживают смесь при температуре 850-1050°C: 1 кг смеси выдерживают 1,5 часа, 2 кг - 3,5 часа, 3 кг - 5 часов. По окончании синтеза тигли извлекают из печи, их содержимое перемещают на механическую ступку и перетирают: 1 кг смеси перетирают 4 минуты (разовая загрузка).

Определение содержания свободного непрореагировавшего углерода с смеси производят 20% раствором гидроксида натрия при температуре 60°C. Формирование связей металл-углерод контролируют методом ИК-спектроскопии. Размер карбида титана, полученного данным способом, составляет - 1,0-1,6 мкм. Количество непрореагировавшего углерода составляет 0,5-0,8% (по массе).

Пример 2. Способ получения порошка карбида вольфрама

Готовят смесь порошка вольфрама и электротехнической сажи в следующем соотношении (по массе): 92-95% вольфрама и 5-8% сажи. После этого повторяют операции, указанные в первом примере, вплоть до нагрева смеси до 450°C и выдержке при данной температуре.

После этого производят нагрев печи до 950-1200°C в зависимости от исходного размера частиц вольфрама со скоростью 4-5°C/мин и выдерживают смесь при температуре 950-1200°C: 1 кг смеси выдерживают 1,5 часа, 2 кг - 3,5 часа, 3 кг - 5 часов. По окончании синтеза тигли извлекают из печи, их содержимое перемещают на механическую ступку и перетирают: 1 кг смеси перетирают 4 минуты (разовая загрузка).

Определение содержания свободного непрореагировавшего углерода с смеси и формирование связей металл-углерод контролируют аналогично примеру 1. Размер карбида вольфрама, полученного данным способом, составляет 0,8 мкм. Количество непрореагировавшего углерода составляет 0,5-0,8% (по массе).

Предложенный способ получения порошков карбидов титана и вольфрама позволяет получить качественный конечный продукт путем воздействия низких температур с использованием доступного оборудования.

(57) Формула изобретения

1. Способ получения порошков карбидов титана или вольфрама путем смешения порошков каждого из этих металлов с электротехнической сажей и предварительной механохимической обработкой исходной смеси с последующим нагревом и механохимической обработкой продуктов синтеза, отличающийся тем, что после механической обработки металла и электротехнической сажи в смесь вводят водный раствор поливинилового спирта, который в ходе постадийного нагрева смеси подвергают деструкции до газообразных продуктов, которые отсутствуют в конечном

продукте.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что для образования порошков карбидов металлов используют постадийный нагрев в температурном диапазоне от 850 до 1200 °С с использованием в качестве интермедиата продукты разложения поливинилового спирта.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что размер порошков карбида титана составляет 1,0-1,6 мкм, а карбида вольфрама 0,8-1,5 мкм.

10

15

20

25

30

35

40

45