



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) **ЗАЯВКА НА ИЗОБРЕТЕНИЕ**

(21)(22) Заявка: 2015108968, 18.07.2013

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:  
14.08.2012 US 13/585,094

(43) Дата публикации заявки: 10.10.2016 Бюл. № 28

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на  
национальной фазе: 16.03.2015(86) Заявка РСТ:  
US 2013/050974 (18.07.2013)(87) Публикация заявки РСТ:  
WO 2014/028161 (20.02.2014)

Адрес для переписки:

129090, Москва, ул. Б. Спасская, 25, стр. 3, ООО  
"Юридическая фирма Городиский и Партнеры"

(71) Заявитель(и):

ЭйТиАй ПРОПЕРТИЗ, ИНК. (US)

(72) Автор(ы):

КОФФИН Скотт (US),  
ФЭДЖАРДО Арнел М. (US)(54) СПОСОБЫ СНИЖЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ПРИМЕСЕЙ В МАГНИИ, ОЧИЩЕННЫЙ МАГНИЙ  
И ПОЛУЧЕНИЕ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО ЦИРКОНИЯ

## (57) Формула изобретения

1. Способ снижения содержания примесей в магнии, который включает следующие этапы:

объединение цирконий-содержащего материала с расплавленным магнием с низким содержанием примесей, содержащим не более 1,0% мас. общих примесей, в сосуде с получением смеси;

выдерживание смеси в расплавленном состоянии не протяжении периода времени, достаточного для того, чтобы по меньшей мере часть цирконий-содержащего материала могла прореагировать с по меньшей мере частью примесей с образованием интерметаллических соединений; и

отделение по меньшей мере части расплавленного магния в смеси от по меньшей мере части интерметаллических соединений с получением очищенного магния, причем очищенный магний имеет повышенный уровень содержания циркония по сравнению с магнием с низким содержанием примесей, уровень содержания циркония в очищенном магнии составляет более 1000 ppm циркония и очищенный магний имеет пониженный уровень содержания примесей, отличных от циркония, по сравнению с магнием с низким содержанием примесей.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что магний с низким содержанием примесей содержит не более 0,5% мас. других элементов.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что магний с низким содержанием примесей

содержит не более 0,3% мас. других элементов.

4. Способ по п. 1, отличающийся тем, что магний с низким содержанием примесей содержит не более 0,02% мас. алюминия.

5. Способ по п. 1, отличающийся тем, что цирконий-содержащий материал содержит по меньшей мере что-то одно из металлического циркония и соединения на основе циркония.

6. Способ по п. 1, отличающийся тем, что цирконий-содержащий материал содержит соединение на основе циркония, содержащее один или несколько металлических элементов и один или несколько неметаллических элементов, и тем, что металлические элементы в соединении на основе циркония содержат более 90% циркония по весу.

7. Способ по п. 1, отличающийся тем, что цирконий-содержащий материал содержит по меньшей мере один материал из тетрахлорида циркония, оксида циркония, нитрида циркония, сульфата циркония, тетрафторида циркония,  $\text{Na}_2\text{ZrCl}_6$  и  $\text{K}_2\text{ZrCl}_6$ .

8. Способ по п. 1, отличающийся тем, что цирконий-содержащий материал содержит цирконий ядерной чистоты.

9. Способ по п. 7, отличающийся тем, что цирконий ядерной чистоты содержит: по меньшей мере 99,5% мас. циркония; от 0 до 100 ppm гафния; от 0 до 250 ppm углерода; от 0 до 1400 ppm кислорода; от 0 до 50 ppm азота; от 0 до 1300 ppm хлора; от 0 до 75 ppm алюминия; от 0 до 0,5 ppm бора; от 0 до 0,5 ppm кадмия; от 0 до 20 ppm кобальта; от 0 до 30 ppm меди; от 0 до 200 ppm хрома; от 0 до 1500 ppm железа; от 0 до 50 ppm марганца; от 0 до 50 ppm молибдена; от 0 до 70 ppm никеля; от 0 до 120 ppm кремния; от 0 до 50 ppm титана; от 0 до 50 ppm вольфрама; и от 0 до 3 ppm урана.

10. Способ по п. 1, отличающийся тем, что цирконий-содержащий материал содержит тетрахлорид циркония ядерной чистоты.

11. Способ по п. 10, отличающийся тем, что тетрахлорид циркония ядерной чистоты имеет следующие уровни содержания примесей, где концентрации примесей рассчитывают по отношению к содержанию циркония в тетрахлориде циркония: от 0 до 100 ppm гафния; от 0 до 250 ppm углерода; от 0 до 1400 ppm кислорода; от 0 до 50 ppm азота; от 0 до 75 ppm алюминия; от 0 до 0,5 ppm бора; от 0 до 0,5 ppm кадмия; от 0 до 20 ppm кобальта; от 0 до 30 ppm меди; от 0 до 200 ppm хрома; от 0 до 1500 ppm железа; от 0 до 50 ppm марганца; от 0 до 50 ppm молибдена; от 0 до 70 ppm никеля; от 0 до 120 ppm кремния; от 0 до 50 ppm титана; от 0 до 50 ppm вольфрама; и от 0 до 3 ppm урана.

12. Способ по п. 1, который включает выдерживание смеси в расплавленном состоянии в течение по меньшей мере 30 минут, чтобы цирконий-содержащее соединение могло прореагировать с примесями с образованием интерметаллических соединений.

13. Способ по п. 1, который включает выдерживание смеси в расплавленном состоянии в течение периода до 100 минут, чтобы цирконий-содержащее соединение могло прореагировать с примесями с образованием интерметаллических соединений.

14. Способ по п. 1, который включает выдерживание смеси в расплавленном состоянии в течение периода от 30 до 100 минут, чтобы цирконий-содержащее соединение могло прореагировать с примесями с образованием интерметаллических соединений.

15. Способ по п. 1, который дополнительно включает повышение гомогенности смеси.

16. Способ по п. 15, который включает индуцирование конвекционных потоков в смеси.

17. Способ по п. 16, отличающийся тем, что конвекционные потоки индуцируют в смеси с помощью по меньшей мере чего-то одного из нагревания нижней зоны смеси в сосуде и охлаждения верхней зоны смеси в сосуде.

18. Способ по п. 1, отличающийся тем, что очищенный магний содержит не более

0,10% мас. элементов, отличных от магния и циркония.

19. Способ по п. 1, отличающийся тем, что очищенный магний содержит не более 0,007% мас. алюминия.

20. Способ по п. 1, отличающийся тем, что очищенный магний содержит не более 0,0001% мас. бора.

21. Способ по п. 1, отличающийся тем, что очищенный магний содержит не более 0,002% мас. кадмия.

22. Способ по п. 1, отличающийся тем, что очищенный магний содержит не более 0,01% мас. гафния.

23. Способ по п. 1, отличающийся тем, что очищенный магний содержит не более 0,06% мас. железа.

24. Способ по п. 1, отличающийся тем, что очищенный магний содержит не более 0,01% мас. марганца.

25. Способ по п. 1, отличающийся тем, что очищенный магний содержит не более 0,005% мас. азота.

26. Способ по п. 1, отличающийся тем, что очищенный магний содержит не более 0,005% мас. фосфора.

27. Способ по п. 1, отличающийся тем, что очищенный магний содержит не более 0,02% мас. титана.

28. Способ по п. 1, отличающийся тем, что очищенный магний содержит цирконий в количестве от более чем 1000 ppm до 3000 ppm.

29. Способ по п. 1, отличающийся тем, что очищенный магний содержит:

не более 0,007% мас. алюминия;

не более 0,0001% мас. бора;

не более 0,002% мас. кадмия;

не более 0,01% мас. гафния;

не более 0,06% мас. железа;

не более 0,01% мас. марганца;

не более 0,005% мас. азота;

не более 0,005% мас. фосфора;

не более 0,02% мас. титана; и

более 1000 ppm циркония.

30. Способ по п. 29, отличающийся тем, что очищенный магний содержит цирконий в количестве от более чем 1000 ppm до 3000 ppm.

31. Способ по п. 1, отличающийся тем, что сосуд представляет собой что-то одно из резервуара из мягкой углеродистой стали с покрытием и резервуара из мягкой углеродистой стали без покрытия.

32. Способ по п. 31, отличающийся тем, что стальной резервуар имеет наливной объем, равный по меньшей мере 1000 галлонов (3785 л).

33. Способ по п. 1, отличающийся тем, что цирконий-содержащий материал представляет собой твердый материал, являющийся чем-то одним из зернистого материала, порошка, стружки и фольги.

34. Способ по п. 1, отличающийся тем, что цирконий-содержащий материал имеет форму частиц размером менее 80 меш (177 мкм).

35. Способ по п. 1, отличающийся тем, что на стадии выдерживания интерметаллические соединения, образующиеся в результате реакции между цирконием и примесями, включают бинарные интерметаллические соединения.

36. Способ по п. 35, отличающийся тем, что бинарные интерметаллические соединения включают по меньшей мере какое-то одно из  $Zr_4Al_3$ ,  $ZrFe_2$  и  $ZrMn_2$ .

37. Способ по п. 1, отличающийся тем, что по меньшей мере часть интерметаллических

соединений оседает в расплавленном магнии в донную часть сосуда.

38. Способ по п. 1, отличающийся тем, что расплавленный магний в верхней части сосуда отделяют от материала, содержащего интерметаллические соединения, в нижней части сосуда.

39. Способ снижения содержания примесей в магнии, включающий следующие этапы: объединение по меньшей мере одного цирконий-содержащего материала, выбранного из металлического циркония, тетраоксида циркония, оксида циркония, нитрида циркония, сульфата циркония, тетрафторида циркония,  $\text{Na}_2\text{ZrCl}_6$  и  $\text{K}_2\text{ZrCl}_6$ , с расплавленным магнием с низким содержанием примесей, содержащим не более 1,0% мас. общих примесей, в сосуде с получением смеси;

выдерживание смеси в расплавленном состоянии в течение по меньшей мере 30 минут, чтобы по меньшей мере часть цирконий-содержащего материала могла прореагировать с по меньшей мере частью примесей с образованием интерметаллических соединений;

и отделение по меньшей мере части расплавленного магния в смеси от по меньшей мере части интерметаллических соединений с получением очищенного магния, причем очищенный магний имеет пониженный уровень содержания примесей, отличных от циркония, по сравнению с магнием с низким содержанием примесей и уровень содержания циркония более 1000 ppm.

40. Способ по п. 39, отличающийся тем, что магний с низким содержанием примесей содержит не более 0,02% мас. алюминия.

41. Способ по п. 39, отличающийся тем, что цирконий-содержащий материал содержит цирконий ядерной чистоты, содержащий: по меньшей мере 99,5% мас. циркония; от 0 до 100 ppm гафния; от 0 до 250 ppm углерода; от 0 до 1400 ppm кислорода; от 0 до 50 ppm азота; от 0 до 1300 ppm хлора; от 0 до 75 ppm алюминия; от 0 до 0,5 ppm бора; от 0 до 0,5 ppm кадмия; от 0 до 20 ppm кобальта; от 0 до 30 ppm меди; от 0 до 200 ppm хрома; от 0 до 1500 ppm железа; от 0 до 50 ppm марганца; от 0 до 50 ppm молибдена; от 0 до 70 ppm никеля; от 0 до 120 ppm кремния; от 0 до 50 ppm титана; от 0 до 50 ppm вольфрама; и от 0 до 3 ppm урана.

42. Способ по п. 39, отличающийся тем, что цирконий-содержащий материал содержит тетрахлорид циркония, имеющий следующие уровни содержания примесей, где концентрации примесей рассчитывают по отношению к содержанию циркония в тетрахлориде циркония: от 0 до 100 ppm гафния; от 0 до 250 ppm углерода; от 0 до 1400 ppm кислорода; от 0 до 50 ppm азота; от 0 до 75 ppm алюминия; от 0 до 0,5 ppm бора; от 0 до 0,5 ppm кадмия; от 0 до 20 ppm кобальта; от 0 до 30 ppm меди; от 0 до 200 ppm хрома; от 0 до 1500 ppm железа; от 0 до 50 ppm марганца; от 0 до 50 ppm молибдена; от 0 до 70 ppm никеля; от 0 до 120 ppm кремния; от 0 до 50 ppm титана; от 0 до 50 ppm вольфрама; и от 0 до 3 ppm урана.

43. Способ по п. 39, который включает выдерживание смеси в расплавленном состоянии в течение периода времени от по меньшей мере 30 минут до 100 минут, чтобы цирконий-содержащее соединение могло прореагировать с примесями с образованием интерметаллических соединений.

44. Способ по п. 39, отличающийся тем, что очищенный магний содержит не более 0,10% мас. элементов, отличных от магния и циркония.

45. Способ по п. 44, отличающийся тем, что очищенный магний содержит цирконий в количестве от более чем 1000 ppm до 3000 ppm.

46. Способ по п. 39, отличающийся тем, что очищенный магний содержит:  
не более 0,007% мас. алюминия;  
не более 0,0001% мас. бора;  
не более 0,002% мас. кадмия;

не более 0,01% мас. гафния;  
 не более 0,06% мас. железа;  
 не более 0,01% мас. марганца;  
 не более 0,005% мас. азота;  
 не более 0,005% мас. фосфора;  
 не более 0,02% мас. титана; и  
 более 1000 ppm циркония.

47. Способ по п. 46, отличающийся тем, что очищенный магний содержит цирконий в количестве от более чем 1000 ppm до 3000 ppm.

48. Очищенный магний, состоящий по существу из:  
 от более чем 1000 до 3000 ppm циркония;  
 магния; и  
 случайных примесей.

49. Очищенный магний по п. 48, состоящий по существу из:  
 от более чем 1000 до 3000 ppm циркония;  
 магния; и  
 не более 0,10% мас. других элементов.

50. Очищенный магний по п. 49, состоящий по существу из:  
 от более чем 1000 до 3000 ppm циркония;  
 магния;  
 от 0 до 0,007% мас. алюминия;  
 от 0 до 0,0001% мас. бора;  
 от 0 до 0,002% мас. кадмия;  
 от 0 до 0,01% мас. гафния;  
 от 0 до 0,06% мас. железа;  
 от 0 до 0,01% мас. марганца;  
 от 0 до 0,005% мас. азота;  
 от 0 до 0,005% мас. фосфора; и  
 от 0 до 0,02% мас. титана.

51. Очищенный магний по п. 48, состоящий из:  
 от более чем 1000 до 3000 ppm циркония;  
 магния; и  
 случайных примесей.

52. Очищенный магний по п. 48, состоящий из:  
 от более чем 1000 до 3000 ppm циркония;  
 магния;  
 от 0 до 0,007% мас. алюминия;  
 от 0 до 0,0001% мас. бора;  
 от 0 до 0,002% мас. кадмия;  
 от 0 до 0,01% мас. гафния;  
 от 0 до 0,06% мас. железа;  
 от 0 до 0,01% мас. марганца;  
 от 0 до 0,005% мас. азота;  
 от 0 до 0,005% мас. фосфора; и  
 от 0 до 0,02% мас. титана.

53. Очищенный магний по п. 48, состоящий по существу из:  
 от более чем 1000 до 3000 ppm циркония;  
 магния;  
 от 0 до 0,007% мас. алюминия;  
 от 0 до 0,0001% мас. бора;

от 0 до 0,002% мас. кадмия;  
от 0 до 0,01% мас. гафния;  
от 0 до 0,06% мас. железа;  
от 0 до 0,01% мас. марганца;  
от 0 до 0,005% мас. азота;  
от 0 до 0,005% мас. фосфора;  
от 0 до 0,02% мас. титана;  
от 0 до 0,006% мас. кремния;  
от 0 до 0,005% мас. меди;  
от 0 до 0,002% мас. никеля;  
от 0 до 0,008% мас. кальция;  
от 0 до 0,006% мас. олова;  
от 0 до 0,006% мас. свинца; и  
от 0 до 0,015% мас. натрия.

54. Способ получения металлического циркония, включающий следующие этапы:  
проведение реакции тетрахлорида циркония с магниевым восстановителем,  
содержащим от более чем 1000 до 3000 ppm циркония, для получения продуктов реакции,  
содержащих металлический цирконий и соль хлорида магния; и

отделение по меньшей мере части металлического циркония от продуктов реакции.

55. Способ по п. 54, отличающийся тем, что магниевый восстановитель состоит по существу из:

от более чем 1000 до 3000 ppm циркония;  
магния;

от 0 до 0,007% мас. алюминия;  
от 0 до 0,0001% мас. бора;  
от 0 до 0,002% мас. кадмия;  
от 0 до 0,01% мас. гафния;  
от 0 до 0,06% мас. железа;  
от 0 до 0,01% мас. марганца;  
от 0 до 0,005% мас. азота;  
от 0 до 0,005% мас. фосфора; и  
от 0 до 0,02% мас. титана.

56. Способ по п. 54, отличающийся тем, что магниевый восстановитель состоит из:  
от 1000 до 3000 ppm циркония;  
магния; и  
случайных примесей.

57. Способ по п. 54, отличающийся тем, что магниевый восстановитель состоит из:  
от 1000 до 3000 ppm циркония;  
магния;

от 0 до 0,007% мас. алюминия;  
от 0 до 0,0001% мас. бора;  
от 0 до 0,002% мас. кадмия;  
от 0 до 0,01% мас. гафния;  
от 0 до 0,06% мас. железа;  
от 0 до 0,01% мас. марганца;  
от 0 до 0,005% мас. азота;  
от 0 до 0,005% мас. фосфора; и  
от 0 до 0,02% мас. титана.

58. Способ по п. 54, отличающийся тем, что проведение реакции тетрахлорида циркония с магниевым восстановителем для получения продуктов реакции включает

плавление магниевых восстановителей в первой камере и возгонку тетрахлорида циркония во второй камере и создание возможности для паров тетрахлорида циркония входить в контакт и реагировать с расплавленным магнием с образованием продуктов реакции.

59. Способ по п. 54, отличающийся тем, что продукты реакции содержат слой, состоящий преимущественно из металлического циркония и слой, состоящий преимущественно из соли хлорида магния и дополнительно отличающийся тем, что два слоя разделяют.

60. Способ по п. 59, отличающийся тем, что отделенный слой, состоящий преимущественно из металлического циркония, перегоняют под вакуумом для удаления остаточной соли и циркониевый продукт представляет собой циркониевую губку, имеющую пористость от вакансий, оставшихся в результате удаления хлорида магния.

RU 2015108968 A

RU 2015108968 A