

Министерство образования и науки Российской Федерации
федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования



**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Направление подготовки: 14.06.01 «Ядерная, тепловая и возобновляемая энергетика и сопутствующие технологии»

профиль: 05.17.02 «Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов»

Инженерная школа ядерных технологий

Отделение ядерно-топливного цикла

**Научный доклад об основных результатах подготовленной
научно-квалификационной работы**

Тема научного доклада
Фторидная технология получения титановых порошков
УДК <u>621.762.275:669.295:546.161</u>

Аспирант

Группа	ФИО	Подпись	Дата
A4-49	Сазонов Александр Владимирович		

Руководителя профиля подготовки

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Карелин В.А.	д.т.н., профессор		

Руководитель отделения

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Руководитель ОЯТЦ	Горюнов А.Г.	д.т.н., доцент		

Научный руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Карелин В.А.	д.т.н., профессор		

Томск – 2018 г.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. В последнее десятилетие резко возрос спрос на титановые порошки, поэтому для их получения предложен целый ряд технологий, основанных на металлотермическом или электролитическом восстановлении титансодержащего сырья. Однако указанные электролитические процессы, осуществляемые в расплавах хлоридных солей, обладают рядом важных недостатков, поэтому разработка нового способа электролитического получения титанового порошка из его тетрафторида в расплавах фторидных солей является актуальной.

Целью аттестационной работы является исследование физико-химических особенностей процессов фторирования рутиловых концентратов и электролитического восстановления тетрафторида титана, образующегося при фторировании рутиловых концентратов, с образованием титанового порошка, применяемого в процессах получения как компактного титана, так и его сплавов.

Во введении выбрана тема исследований, описана ее актуальность, определены цель и направления исследования, значительное внимание уделено новизне предлагаемой технологии и ее значимости, высказаны основные положения, представляемые на защиту, показано авторская роль.

В первой главе проанализированы литературные данные известных методов синтеза металлического титана, произведенных из титановых руд. Проведены обзоры Kroll, PRP, FFC, MER и OS процессов. Выделены положительные и отрицательные их стороны. Показано, что, несмотря на свою отлаженность и распространенность, эти технологии не являются наиболее эффективными и дешевыми.

Во второй главе описан один из основных процессов предлагаемой технологии – фторирование рутилового концентрата. Для его осуществления изучены особенности процесса взаимодействия оксидного полиметаллического титансодержащего сырья с одним из самых сильных окислителей среди простых веществ – фтором. При исследовании изменения энергии Гиббса и логарифма константы равновесия показано, что в равновесной системе концентрация

продуктов реакции в значительно превышает концентрацию исходных веществ. Исследован состав фторидов после протекания соответствующих реакций и показано, что синтезированные фториды имеют свойства индивидуальных веществ. Заметное образование газообразного TiF_4 начинается при 400 К и до 1900 К этот процесс является основным. Изучена кинетика процесса фторирования TiO_2 элементарным фтором с использованием тонкодисперсного порошкообразного сырья.

По уравнениям Гистлинга, «сокращающейся» сферы и Яндера выполнен анализ процесса реагирования полиметаллического титансодержащего сырья с фторирующим реагентом. Определены значения параметров начала процесса и предэкспоненциального множителя ($k_0=3,063 \text{ мин}^{-1}$) взаимодействия диоксида титана с галогенирующим реагентом.

Третья глава посвящена обоснованию процесса электролитического получения титанового порошка в расплаве фторидных солей электролита.

При изучении процесса электролитического выделения титанового порошка из расплава эвтектики $LiF-KF-NaF$ показано, что образующийся титановый порошок выделяется на катоде в виде осадка в смеси вышеуказанных солей. Для нахождения оптимальных условий процесса исследованы тройные эвтектические смеси фторидных солей и для практического использования рекомендована эвтектика с температурой плавления 745 К и стабильную электрическую проводимость по сравнению с хлоридными электролитами. Установлено, что при плотности тока более $0,4 \text{ А/см}^2$ обеспечиваются оптимальные условия проведения электролитического процесса. Целевой компонент находится в катодном осадке в количестве, достаточном для обеспечения стабильных условий его выделения при проведении промышленного процесса при оптимальном выходе титанового порошка – $\eta_T \sim 90-95 \%$.

В четвертой главе описан процесс отмывки титанового порошка, образовавшегося в процессе электролиза из катодного осадка фторидных солей электролита. Для проведения процесса отмывки предложены два способа: 1) взаимодействие полученного на катоде продукта с минеральными кислотами и

фторидными солями с дальнейшим фильтрованием и просушкой «кислотно-солевой процесс»;

2) выделение целевого компонента в процессе взаимодействия обрабатываемой смеси дегидрированным фторидом водорода. Описана методика отделения электролитических порошков титана от фторидных солей электролита с использованием «кислотной отмывки». Такой процесс обеспечивает полноту и качество отмывки. Показано, что содержание примесей Ni, Fe Ca, Si в полученном порошке после «кислотной отмывки» ниже, чем в титановой губке марки ТГ-90, полученной с использованием Kroll-процесса. Выполнены исследования по отмывке титаносодержащего катодного осадка безводным HF. Показано, что качество титанового порошка после отмывки безводным HF выше, чем после «кислотной» отмывки.

В пятой главе обсуждаются пути создания промышленной технологии переработки титаносодержащего полиметаллического сырья – рутиловых концентратов с получением целевого продукта – порока титана высокой чистоты и побочных продуктов – кремниевого и ванадиевого порошков. Сформулированы требования к осуществлению газофторидного способа: Приведены принципиальная и аппаратурно-технологическая схемы переработки рутилового концентрата фторидным способом. Показаны преимущества фторидной технологии перед процессами, применяемыми в настоящее время в промышленном масштабе.

За счет многократного рецикла F_2 и безводного HF во фторидной технологии получения порошков Ti обеспечивается высокая эффективность процесса, а воздействие фторсодержащих веществ на окружающую среду минимизируется.

По теме НКР опубликованы 4 статьи в Российских реферируемых и Международных научно-технических журналах, 6 тезисов докладов в сборниках российских и международных конференций.