



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
 ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2004124625/02, 12.08.2004

(24) Дата начала действия патента: 12.08.2004

(45) Опубликовано: 20.11.2005 Бюл. № 32

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: SU 1286641 A1, 30.01.1987. SU 519505 A1, 06.08.1976. SU 226177 A, 09.01.1969. US 2951021 A, 30.08.1960. EP 0958409 B2, 24.11.1999. US 2690421 A, 28.09.1954.

Адрес для переписки:
 644060, Омск-60, а/я 1006, Т.А.Шишуриной

(72) Автор(ы):

Карелин А.И. (RU),
 Карелин В.А. (RU),
 Казимиров В.А. (RU)

(73) Патентообладатель(ли):

Общество с ограниченной ответственностью
 "Гелиос" (RU)

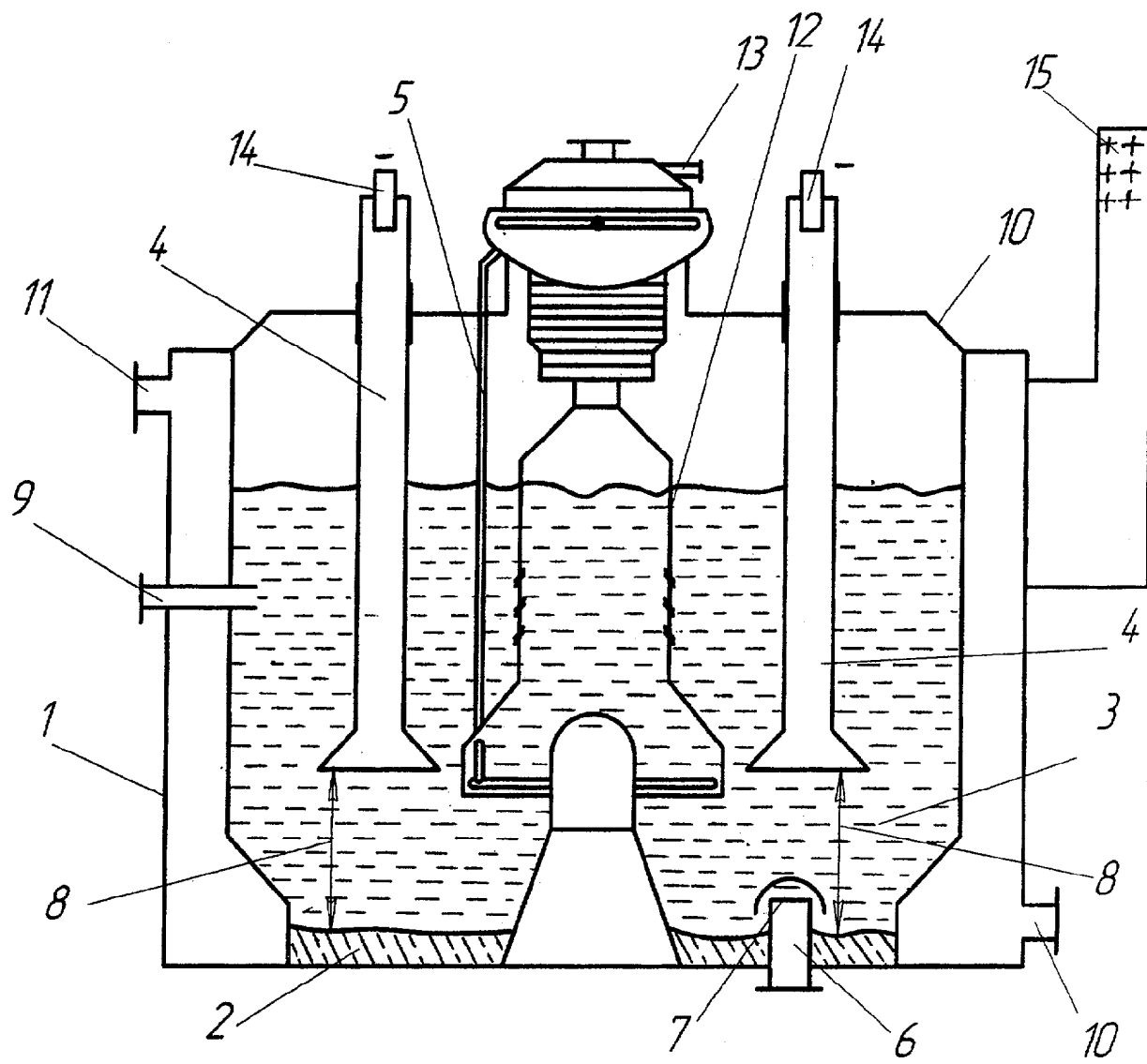
(54) ЭЛЕКТРОЛИЗЕР

(57) Реферат:

Изобретение относится к электролизу получения тугоплавких металлов или неметаллов в расплавленных средах. Техническим результатом изобретения является повышение эффективности работы при получении порошков за счет исключения остановок электролиза. Электролизер для получения тугоплавких металлов или неметаллов в расплавленных солевых электролитах включает корпус с жидким

металлическим катодом для размещения над его поверхностью слоя электролита, и, по меньшей мере, один анод, погружаемый в слой электролита. Он снабжен средством для непрерывного слива суспензии электролита с выделившимися частицами порошка металла или неметалла, заборная часть которого открыта и находится над поверхностью расплава катода в межполюсном зазоре. 13 з.п. ф-лы, 1 ил.

RU 2 2 6 4 4 8 2 C 1



RU 2 2 6 4 4 8 2 C 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: **2004124625/02, 12.08.2004**

(24) Effective date for property rights: **12.08.2004**

(45) Date of publication: **20.11.2005 Bull. 32**

Mail address:
644060, Omsk-60, a/ja 1006, T.A.Shishurinoj

(72) Inventor(s):
**Karelin A.I. (RU),
Karelin V.A. (RU),
Kazimirov V.A. (RU)**

(73) Proprietor(s):
**Obshchestvo s ogranichennoj
otvetstvennost'ju "Gelios" (RU)**

(54) **ELECTROLYZER**

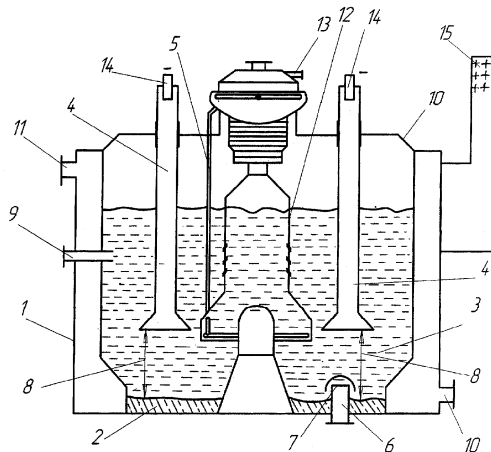
(57) Abstract:

FIELD: electrolysis.

SUBSTANCE: electrolyzer comprises housing with liquid metallic cathode, layer of electrolyte above its surface, and at least one anode submerged into the electrolyte. The electrolyzer is also provided with means for permanent discharging of the electrolyte suspension with extracted particles of the metallic or non-metallic powder whose intake section is open and mounted above the surface of the melt of the cathode in the space between the poles.

EFFECT: enhanced efficiency.

13 cl, 1 dwg



R U
2 2 6 4 4 8 2
C 1

R U
2 2 6 4 4 8 2
C 1

Область техники, к которой относится изобретение

Заявляемое изобретение относится к металлургии, точнее к области химико-металлургического машиностроения, и касается конструкции аппарата для электролитического получения из солевых расплавов порошков тугоплавких металлов и порошков тугоплавких неметаллов.

Уровень техники

Для получения тугоплавких металлов, таких как цирконий, тантал, ниобий, вольфрам, рений, титан и др., а также тугоплавких неметаллов, например кремния и бора, электролизом из расплавленных солей используют аппараты с твердым металлическим катодом. Схема одного из таких электролизеров приведена в книге А.С.Зеликмана «Металлургия редких металлов» - М.: Металлургия, 1980, стр.164, а также в описании изобретения по авт. свид. №119681. Указанный электролизер состоит из герметизированной сварной ванны, четырех графитовых электродов: двух анодов и двух электродов переменного тока для разогрева и расплавления электролита, и из металлического (стального или никелевого) катода. Катод с образовавшимся на нем слоем порошка или губки электролитически осажденного металла/неметалла извлекают через шлюз в охлаждающую камеру, которую отсоединяют, а к шлюзу присоединяют камеру с новым катодом, который опускают в электролит. Выполнение стенок и дна ванны водоохлаждаемыми обуславливает образование на их внутренней поверхности гарнисажа из застывшего электролита, защищающего их от разрушения.

Наличие разъемного вакуумного шлюза, позволяющего производить удаление катодного осадка сменой катодов и без нарушения вакуума, обеспечивает в некоторой степени непрерывность работы электролита. Однако вывод из электролита катода с образовавшимся слоем порошка или губки ведет к остановке процесса электролиза, что обуславливает резкое снижение производительности аппарата, а также сопровождается увеличением трудозатрат в связи с наличием ручных операций.

Известен электролизер для получения магния и хлора (см. описание к патенту RU 2230835, МПК С 25 С 7/00, С 25 С 3/04, опубл. 20.06.2004), конструкция которого включает футерованный кожух, электролитическое отделение с установленными в нем чередующимися между собой анодами и катодами, сборную ячейку, отделенную от электролитического отделения разделительной перегородкой с переточным каналом V-образной формы, при этом футеровка боковой стенки сборной ячейки выполнена переменной ширины и с выступом изогнутой формы со скосом, размещенным ниже переточного канала перегородки. В указанной конструкции электролизера решена задача повышения выхода металла и улучшения отделения шлама от электролитической смеси (магний + электролит), причем техническим результатом, обеспечивающим решение задачи, стало создание благодаря наличию выступа ламинарного потока электролита, способствующего отстою шлама в сборной ячейке и препятствующего возврату выделившегося металла в электролитическое отделение электролизера. Однако такое решение не позволяет осуществлять непрерывный технологический процесс, поскольку требует извлечения из сборной ячейки выделившегося металла (извлекают с помощью вакуум-ковша), что ведет к остановке электролиза, и соответственно устройство может быть применимо только с периодическим режимом работы.

В качестве ближайшего аналога заявляемого решения принята конструкция электролизера для получения металлов, совпадающего с заявляемым устройством по основным конструктивным признакам (см. описание изобретения к авторскому свидетельству №1286641, МПК С 25 С 7/00). Ближайший аналог содержит футерованный катодный кожух, в объеме которого размещены жидкий металлический катод и над ним электролит из расплава солей и погруженный в этот расплавленный электролит анод. На поверхности жидкометаллического катода расположены охлаждаемые теплоотбирающие элементы в виде отдельных секционных плит, в объеме которых циркулирует охладитель, в частности воздух. В процессе электролиза охлаждаемые плиты покрываются (зарастают) гарнисажем, образующимся из компонентов расплавленного электролита.

Недостатком электролизера по авт. свид. №1286641 является сложность и трудоемкость съема металла с поверхности электролита, т.е. металла, полученного из солевого расплава, и цикличность процесса электролиза.

Раскрытие изобретения

5 Заявляемым изобретением решается задача повышения эффективности работы электролизера при получении порошков тугоплавких металлов и неметаллов из расплавов солей. Техническим результатом решения является исключение остановки процесса электролиза при выводе готовой продукции с одновременным созданием несложной конструкции этого аппарата непрерывного действия.

10 Технический результат достигается тем, что электролизер для получения тугоплавких металлов или тугоплавких неметаллов в расплавленных солевых электролитах, включающий корпус с жидким металлическим катодом для размещения над его поверхностью слоя электролита, и по меньшей мере один анод, погружаемый в слой электролита, согласно изобретению снабжен средством для непрерывного слива суспензии
15 электролита с выделившимися частицами металла или неметалла, заборная часть которого открыта и размещена над поверхностью расплава катода в межполюсном зазоре.

По сути, заборная часть средства слива открыта и осуществляет забор из той части электролита, которая заполняет межполюсной зазор, т.е. находится между поверхностью
20 расплава катода и уровнем, на котором располагаются поверхности анодов, обращенные к катоду, при этом электролизер снабжен средством непрерывной подачи в слой электролита солевого расплава.

Отличительной особенностью заявленного решения является то, что восстановленный (электролитически полученный) тугоплавкий металл (тугоплавкий неметалл) не осаждается
25 на катоде, а своевременно и непрерывно выводится из процесса электролиза. При этом вывод этого электролитически полученного металла (неметалла) сопровождается сливом электролита и постоянным его пополнением, т.е. электролит по сути является проточным, но благодаря вышеописанному расположению заборной части средства для непрерывного слива электролит подвержен "течению" не в полном объеме, а "избранной" частью, т.е.
30 постоянно выводится из процесса тот объем (та часть), который представляет собой суспензию выделившегося порошка и электролита. Это обеспечивает непрерывный и эффективный в течение всего процесса электролиз, поскольку своевременный и постоянный вывод из зоны, где идет процесс, той части электролита, которая в
35 наибольшей степени содержит порошок уже восстановленных элементов, делает минимальным риск обратного разложения на ионы выделившегося продукта. Вместе с тем частицы восстановленного металла или неметалла не наслаиваются на поверхность катода, что способствует стабильности его работы, а следовательно, повышению эффективности процесса разрезания на катоде новых и новых ионов.

Наиболее эффективным является исполнение электролизера, при котором заборная часть средства для слива суспензии размещена над поверхностью расплава катода на
40 строго заданном уровне, а именно на том уровне электролита в межполюсном зазоре, на котором имеет место наибольшая концентрация восстановленных на катоде ионов, которые представляют собой взвесь электролитически полученного порошка металла или неметалла.

Непрерывность слива суспензии электролита с выделившимся порошком со строго
45 заданного уровня над поверхностью расплава катода будет обусловлена разностью давлений, оказываемых чистым электролитом и электролитом в смеси с выделившимся в нем металлом или неметаллом.

В частном случае реализации изобретения конструкция заявляемого электролизера может быть снабжена средством ввода в электролит рабочего газа. Такая конструкция
50 позволяет обеспечить насыщение электролита расходным веществом в рамках одного устройства, что бывает целесообразным для некоторых металлургических технологий.

Исходя из требований технологичности и осуществимости процесса электролитического получения порошков тугоплавких металлов или тугоплавких неметаллов электролизер

предпочтительно выполнить с катодом из расплава легкоплавкого металла, при этом таким металлом может быть Zn, или Cd, или Bi, или Sn, или P, и с анодом из токопроводящих инертных материалов, в частности из графита или любого известного токопроводящего керамического материала. При этом корпус может быть выполнен металлическим, находящимся под катодной защитой, а катод в виде расплава легкоплавкого металла будет размещен на металлическом днище корпуса и связан с токоподводом, выходящим за пределы корпуса.

Для исключения попадания анодного газа в атмосферу производственного помещения и окружающую среду корпус выполнен герметичным и закрыт герметичной крышкой, при этом все узлы, например аноды, штуцеры для питания электролизера солевым расплавом (т.е. штуцеры средства подачи в слой электролита солевого расплава), штуцеры средства ввода в электролит рабочего газа и вывода анодного газа, штуцеры средства для непрерывного слива суспензии электролита с порошком, установлены на крышке или на корпусе устройства с выполнением условия герметичности.

С целью повышения безопасности работы электролизера токоподводы к аноду и катоду выполнены охлаждаемыми.

Выполнение корпуса с рубашкой для отвода тепла, выделяющегося при электролизе, заполненной циркулирующим воздухом или циркулирующей паровоздушной смесью, обуславливающее образование на внутренней поверхности корпуса гарнисажа, не является существенным признаком, направленным на решение поставленной задачи, однако также направлено на повышение эффективности работы устройства и его долговечности. А наличие дополнительных штуцеров слива жидкого катода и электролита повышает эксплуатационные возможности устройства и способствует снижению затрат при выводе устройства в ремонт.

Проведенный заявителем анализ уровня техники, включающий поиск по патентным и научно-техническим источникам информации, не выявил источников, содержащих описание конструкции электролизера, характеризующегося такой же совокупностью признаков, как совокупность существенных признаков заявленного решения, изложенная в п.1 формулы изобретения. Это дает возможность сделать вывод о соответствии заявленного устройства условию «новизна».

При проверке соответствия заявленного изобретения условию «изобретательский уровень» заявителем было выявлено решение по патенту RU 2035528, характеризующееся признаком, совпадающим с отличительным признаком заявленного решения, а именно в конструкции электролизера по патенту RU 2035528 присутствует сливной патрубок, размещенный в днище корпуса, выступающий в полость корпуса и отделенный от нее посредством гидрозатвора. Однако технический результат, который достигается с помощью сливного патрубка известного решения, и технический результат, обусловленный выполнением заявляемого электролизера со средством непрерывного слива суспензии электролита и частичек металла (неметалла), различны. Сливной патрубок известного решения открыт в объем полости, заполненной готовым продуктом - сплавом металла, и его функция - это стандартная функция любого сливного патрубка - вывести готовый продукт наружу. В заявленном решении средство непрерывного слива суспензии открыто заборной (т.е. входной или впускной) частью в определенный слой электролита, что является существенным для достижения технического результата и решения поставленной задачи. Средство непрерывного слива не просто обеспечивает вывод выделившегося порошка из электролизера, а влияет на ход электролиза, т.е. на ход электролитического восстановления ионов, так как его основная функция - исключить накопление выделившегося порошка в межполюсном зазоре и непрерывно поддерживать минимальную концентрацию готового продукта в слое электролита между анодом и поверхностью расплава катода, одновременно исключив при этом образование осадка на поверхности катода. Таким образом, отличительный признак заявленного решения - наличие средства слива - обуславливает такое влияние на достижение технического результата, которое отсутствует в известном решении. Вместе с тем заявленное решение характеризуется

отличительным признаком - размещением заборной части средства слива над поверхностью расплава катода, т.е. в межполюсном зазоре электролизера. По отношению к этому признаку в уровне техники не выявлено совпадающего признака.

Краткое описание чертежа

5 На чертеже схематично изображен заявляемый электролиз в разрезе.

Осуществление изобретения

Электролизер содержит металлический корпус 1. Жидкий металлический катод 2, представляющий собой расплав легкоплавкого металла, в частности цинка, находится на металлическом днище корпуса 1 и под слоем электролита 3, в который погружены аноды 4, выполненные из токопроводящих инертных материалов, например из графита. При применении заявляемого устройства для получения порошка высокочистого кремния в качестве электролита используют расплав фторидных солей, насыщенный рабочим газом (расходуемым веществом), в качестве которого может быть использован высший фторид исходного элемента в газовой фазе. При одном конкретном варианте реализации изобретения возможно заполнение электролизера электролитом, предварительно насыщенным рабочим газом вне заявляемого устройства. При другом варианте возможно исполнение электролизера со средством 5 ввода в электролит рабочего газа, например, под давлением с целью насыщения электролита в рабочем пространстве электролизера. Такое средство может быть реализовано с помощью известных конструктивных решений. Электролизер выполнен со средством 6 непрерывного слива суспензии выделившегося порошка кремния и электролита, заборная (входная) часть 7 которого открыта в часть слоя электролита, заполняющую межполюсный зазор 8. Средство 6 непрерывного слива может быть исполнено в виде патрубка с элементом, обеспечивающим герметичность. Непрерывное питание электролизера солевым расплавом осуществляется через штуцер 9.

25 Корпус 1 электролизера выполнен герметичным и закрыт герметичной крышкой 10, при этом аноды 4 установлены в этой крышке также с сохранением герметичности внутреннего объема электролизера. Корпус 1 выполнен с рубашкой для отвода тепла, выделяющегося при электролизе с патрубком 10 входа и патрубком 11 выхода охлаждающей среды, в качестве которой может быть вода, воздух или паровоздушная смесь. Наличие такого охлаждения способствует образованию на внутренней поверхности корпуса гарнисажного слоя твердых фторидных солей, защищающих корпус от коррозии. С наружной стороны корпус и крышка покрыты защитной никелевой пленкой.

35 Электролизер может быть выполнен с графитовым нагревателем 12, герметично закрепленным на крышке электролизера и предназначенным для расплавления электролита при запуске аппарата или при кратковременных его остановках. Получаемый при электролизе анодный газ выводится из крышки аппарата через патрубок 13.

40 Электролизер также снабжен дополнительными штуцерами слива жидкого катода и электролита (на чертеже не показаны), используемыми при ремонтных работах аппарата. Токоподводы 14 к анодам 4 и токоподвод 15 к катоду 3 выполнены охлаждаемыми, при этом корпус 1 находится под катодной защитой, что обеспечивает более высокую надежность электролизера и его безопасность.

Работает электролизер следующим образом.

При пропускании электрического тока через солевой расплав электролита 3 на жидком металлическом катоде 2 происходит электролитическое восстановление ионов получаемого тугоплавкого металла или неметалла (в зависимости от исходных реагентов). Электролитически полученный металл (неметалл) имеет вид порошка и образует с электролитом суспензию (взвесь твердого порошка в расплаве электролита), при этом в межполюсном зазоре 8 на определенном уровне над поверхностью расплава катода 2 концентрация частиц восстановленного вещества максимальная. На этом уровне размещена заборная часть 7 средства 6 слива суспензии восстановленного порошка и электролита. Так как имеет место разность давлений, оказываемых чистым электролитом и электролитом в смеси с выделившимся в нем металлом или неметаллом, то будет осуществляться непрерывный вывод суспензии электролитически восстановленного

порошка металла (неметалла) и электролита. Отделение восстановленного порошка от электролита может быть осуществлено известными способами.

Предложенная конструкция электролизера имеет низкую металлоемкость, проста в изготовлении, не требует нагревания корпуса аппарата в процессе его подготовки к пуску или после длительной остановки процесса электролиза. При этом устройство характеризуется высокой эффективностью и долговечностью работы (не менее 10 лет без капитального ремонта). Кроме того, в конструкции электролизера нет вращающихся механизмов, поэтому между поверхностью расплава жидкого катода и инертными анодами можно установить минимальное, строго фиксированное расстояние, что приводит к резкому снижению напряжения и снижает расход электроэнергии в процессе электролиза. Герметизация всех узлов электролизера обеспечивает исключение попадания анодного газа в атмосферу производственного помещения и окружающую среду.

Формула изобретения

1. Электролизер для получения тугоплавких металлов или неметаллов в расплавленных солевых электролитах, включающий корпус с жидким металлическим катодом для размещения над его поверхностью слоя электролита и, по меньшей мере, один анод, погружаемый в слой электролита, отличающийся тем, что он снабжен средством для непрерывного слива суспензии электролита с выделившимися частицами металла или неметалла, заборная часть которого открыта и находится над поверхностью расплава катода в межполюсном зазоре.

2. Электролизер по п.1, отличающийся тем, что он снабжен средством подачи в слой электролита солевого расплава.

3. Электролизер по п.1, отличающийся тем, что он снабжен средством ввода в электролит рабочего газа.

4. Электролизер по п.1, отличающийся тем, что катод выполнен из расплава легкоплавкого металла, выбранного из ряда Zn, Cd, Bi, Sn, Pb.

5. Электролизер по п.1, отличающийся тем, что аноды выполнены из токопроводящих инертных материалов.

6. Электролизер по п.5, отличающийся тем, что материалом анодов является графит.

7. Электролизер по п.5, отличающийся тем, что материалом анодов является токопроводящий керамический материал.

8. Электролизер по п.1, отличающийся тем, что он выполнен с металлическим корпусом, находящимся под катодной защитой.

9. Электролизер по п.8, отличающийся тем, что катод выполнен в виде расплава легкоплавкого металла на металлическом днище корпуса.

10. Электролизер по п.1, отличающийся тем, что корпус выполнен герметичным и закрыт герметичной крышкой.

11. Электролизер по п.10, отличающийся тем, что аноды герметично закреплены на крышке.

12. Электролизер по п.1, отличающийся тем, что он снабжен средством вывода анодного газа.

13. Электролизер по п.8, отличающийся тем, что корпус выполнен с рубашкой для отвода тепла, выделяющегося при электролизе, заполненной циркулирующим воздухом или циркулирующей паровоздушной смесью.

14. Электролизер по п.1, отличающийся тем, что он снабжен штуцерами слива жидкого катода и электролита.