(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国 际 局

(43) 国际公布日
2018 年 12 月 20 日 (20.12.2018)

WIPO | PCT

(10) 国际公布号
WO 2018/228140 A1

(51) 国际专利分类号:
*C22C 14/00* (2006.01) *C22C 35/00* (2006.01)
*C22C 33/04* (2006.01) *C22C 38/02* (2006.01)
*C22C 1/06* (2006.01) *C22C 38/06* (2006.01)
*C22C 1/02* (2006.01) *C22C 38/14* (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2018/087686

(22) 国际申请日: 2018 年 5 月 21 日 (21.05.2018)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:
201710442851.5 2017年6月13日 (13.06.2017) CN

(71) 申请人: 东 北 大 学 (NORTHEASTERN UNIVERSITY) [CN/CN]; 中国辽宁省沈阳市和平区文化路三巷11号, Liaoning 110819 (CN)。

(72) 发明人: 张廷安(ZHANG, Tingan); 中国辽宁省沈阳市和平区文化路三巷11号, Liaoning 110819 (CN)。 豆志河(DOU, Zhihe); 中国辽宁省沈阳市和平区文化路三巷11号, Liaoning 110819 (CN)。 刘燕(LIU, Yan); 中国辽宁省沈阳市和平区文化路三巷11号, Liaoning 110819 (CN)。 程楚(CHENG, Chu); 中国辽宁省沈阳市和平区文化路三巷11号, Liaoning 110819 (CN)。 张子木(ZHANG, Zimu); 中国辽宁省沈阳市和平区文化路三巷11号, Liaoning 110819 (CN)。 牛丽萍(NIU, Liping); 中国辽宁省沈阳市和平区文化路三巷11号, Liaoning 110819 (CN)。 赵秋月(ZHAO, Qiuyue); 中国辽宁省沈阳市和平区文化路三巷11号, Liaoning 110819 (CN)。 吕国志(LV, Guozhi); 中国辽宁省沈阳市和平区文化路三巷11号, Liaoning 110819 (CN)。 傅大学(FU, Daxue); 中国辽宁省沈阳市和平区文化路三巷11号, Liaoning 110819 (CN)。 张伟光(ZHANG, Weiguang); 中国辽宁省沈阳市和平区文化路三巷11号, Liaoning 110819 (CN)。

(74) 代理人: 沈 阳 东 大 知 识 产 权 代 理 有 限 公 司 (SHENYANG DONGDA INTELLECTUAL PROPERTY AGENCY CO., LTD); 中 国 辽 宁 省 沈 阳 市 和 平 区 文 化 路 三 巷 11 号, Liaoning 110819 (CN)。

(81) 指定国(除另有指明，要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB,

(54) **Title:** METHOD FOR PREPARING FERROTITANIUM ALLOY BASED ON ALUMINOTHERMIC SELF-PROPAGATING GRADIENT REDUCTION AND SLAGGING REFINING

(54) 发明名称: 基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法

(57) **Abstract:** Disclosed is a method for preparing a ferrotitanium alloy based on aluminothermic self-propagating gradient reduction and slagging refining, the method comprising: (1) carrying out aluminothermic self-propagating gradient reduction by means of a first method, wherein raw materials are divided into several batches, the first batch of materials is put into a reaction furnace and is ignited with a magnesium powder from the top of the materials so as to initiate a self-propagating reaction, and the other batches of materials are successively added until the reaction is complete; or carrying out aluminothermic self-propagating gradient reduction by means of a second method, wherein raw materials other than aluminum powder are mixed until uniform and added into a continuous mixer at a uniform flow rate, the aluminum powder is added into the continuous mixer at a flow rate decreasing at a gradient, and the uniformly mixed raw materials are simultaneously continuously introduced into the reaction furnace for an aluminothermic self-propagating reaction until all the materials are completely reacted; (2) smelting by means of maintaining a temperature to obtain an upper layer of an aluminum oxide-based slag and a lower layer of an alloy melt; (3) spraying a refining slag material into the lower layer of alloy melt for stirred slagging refining; and (4) cooling the refined high-temperature melt to room temperature, and removing the upper layer of slag to obtain the ferrotitanium alloy.

(57) 摘要: 一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括：(1)铝热自蔓延梯度还原：第一种方式，将原料分成若干批次，将首批次物料投入反应炉中，以镁粉从物料顶部点燃以引发自蔓延反应，陆续加入其它批次物料，直至反应完全；第二种方式，将除铝粉以外的原料混合均匀，以均匀流速加入到连续混料机中，同时将铝粉以梯度递减流速加入到连续混料机中，混匀的原料同时连续引入反应炉中进行铝热自蔓延反应，直至所有物料完全反应；(2)保温熔炼得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；(3)在下层合金熔体中喷吹精炼渣进行搅拌渣洗精炼；(4)将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

WO 2018/228140 A1

[见续页]

GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

**(84) 指定国**(除另有指明，要求每一种可提供的地区保护)：ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

**根据细则4.17的声明：**

— 关于申请人有权申请并被授予专利(细则4.17(ii))

**本国际公布：**

— 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

# 基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法

## 技术领域

本发明涉及制备钛铁合金的方法，具体涉及一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法。

## 背景技术

在炼钢过程中加入各种金属和非金属元素，能创造出各种不同性能特殊钢。但是由于钛具有比重低（仅为 4.5g/ml）、熔点高（达到 1690℃）、易氧化的特点，直接在炼钢过程中添加容易使钛在钢液面上被氧化烧掉大部分，损失极大，并且不易控制，还存在单体金属制取工艺复杂、生产成本高、价格昂贵等一系列问题，因此，钛不适合采用以纯金属状态在炼钢时直接加入钢液中。为此，冶金工作者们研究制出了钛和铁的合金，使钛元素以合金的形式加入到钢水中，成为炼钢工业中的重要材料。钛铁是目前铁合金用用量最大的二元铁合金之一。

钛铁具有熔点低(1070～1130℃)等特性，因此可作为特种钢的添加剂。它还在制造高档钢、特种合金、储氢合金材料及电焊条涂料中得到广泛的应用。目前制备钛铁合金的方法主要有重熔法和金属热还原法(主要为炉外铝热法)。重熔法是以废钛料为主要原料，配料时加入铁，在中频电炉或中频感应炉中重熔，浇铸，除渣，制备出钛铁合金铸锭。重熔法制备钛铁具有合金中氧含量低及综合性能优良等优点，但受废钛原料来源的限制，这种方法的生产成本极高，难以满足市场需求。金属热还原法是以金红石或高钛渣为主要原料，铝粉为主要还原剂，配料中还添加 CaO、$CaF_2$ 等为造渣剂，$KClO_3$ 为发热剂来制备钛铁。该方法具有原料来源广泛，价格便宜，能耗低，生产成本低等优点，但制备的钛铁氧含量过高(大于 12.0%)，也无法满足市场需求。中国专利“一种分步金属热还原制备钛铁的方法(201010514572.3)”提出了在一步铝热还原冶炼阶段的还原剂铝按照理论用量的 85%~90%，实际是处于不足量的状态，这样有利于降低合金中的铝残留量，在结合两步还原精炼脱氧进而制备出了低铝低氧的钛铁合金。中国专利“一种基于液态铝热还原制备高品质钛铁的方法(200810230203.4)”和“基于铝热还原-真空感应熔炼制备高品质钛铁的方法(ZL200710011614.X)”分别提出了采用液态铝热强化还原和真空精炼等手段脱氧，取得了比较好的强化还原效果，氧含量控制在 2.0%~1.0%以下。中国专利“一种基于铝热自蔓延-喷吹深度还原制备钛铁合金的方法(CN 104131128 A)”提出了先在还原剂铝不足时，采用铝热自蔓延得到低铝的高温熔体；然后喷吹高温钙或镁高温蒸汽进行深度还原脱氧，制备出了低氧低铝的钛铁合金。但这些专利存在 $TiO_2$ 还原不彻底、钛回收率较低等问题，基于这些问题，本发明提出了以金红石或高钛渣为原料，铝热还原-渣洗精炼制备钛铁合金的新方法。

## 发明内容

针对现有技术存在的问题，本发明提供一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，以金红石或高钛渣、铝粉等为起始原料，采用梯度加料的方式进行铝热自蔓延反应得到高温熔体，再通过向高温熔体中加入高碱度精炼渣来调整渣的碱度和熔点，进行渣洗精炼，冷却后除去上部的熔炼渣得到低氧低铝的钛铁合金。本发明的技术方案为：

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原，采用以下两种方式之一：

第一种方式，将原料金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂分成若干批次，将首批次物料投入反应炉中，以镁粉从物料顶部点燃以引发自蔓延反应，陆续加入其它批次物料，直至反应完全得到高温熔体，其中每批次物料的配铝量由铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.1~1.3 倍梯度递减至 0.9~0.7 倍，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学计量比的 0.92~0.99 倍；

第二种方式，将原料金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、$KClO_3$、造渣剂混合均匀，以均匀流速加入到连续混料机中，同时将铝粉以梯度递减流速加入到连续混料机中，混匀的原料同时连续引入反应炉中进行铝热自蔓延反应，整个混料过程和整个反应过程不发生间断，直至所有物料完全反应后得到高温熔体，

其中引入至反应炉中的连续物料的配铝量由铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.1～1.3 倍梯度递减至 0.9～0.7 倍，整个过程配铝量梯度变化的次数 n 满足关系式：n=（b-c）/a，其中 b 表示最高配铝量，c 表示最低配铝量，a 表示配铝量梯度变化系数，并且 $0<a\leq0.05$；原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学计量比的 0.92～0.99 倍；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

进一步地，所述步骤（1）中原料金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂的质量比为：1.0:(0.24～2.37):(0.56～1.23):(0～0.23):(0.15～1.0)，粒度分别满足：所述金红石粒度≤3mm，所述 $Fe_2O_3$ 粉末粒度≤0.2mm，所述铝粉粒度≤2mm，所述 $KClO_3$ 粒度≤2mm，所述造渣剂粒度≤0.2mm。

进一步地，所述步骤（1）中若干批次的数量≥4。

进一步地，所述步骤（1）中首批次物料的重量占总物料量的 10~30%。

进一步地，所述步骤（2）中保温熔炼的控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1700～1800℃，保温时间 5～15min。

进一步地，所述步骤（3）中精炼渣为以下两种中的一种：①按质量比 10～25%的 $CaF_2$，余量为 CaO；②按质量比 10～25%的 $CaF_2$，5～10%的 $Na_2O$，余量为 CaO。

进一步地，所述步骤（3）中搅拌渣洗精炼的控制参数为：采用偏心搅拌，偏心率为 0.2~0.4，精炼渣的加入量为原料总量的 2～8%，以纯度≥99.95%的惰性气体为载气，搅拌速率为 50～150rpm，精炼温度为 1700～1800℃，精炼时间为 10～30min。

进一步地，所述步骤（1）中的金红石可替换为高钛渣或者金红石和高钛渣的混合物。

进一步地，所述高钛渣、所述金红石中 $TiO_2$ 质量百分含量均≥92%。

进一步地，所述钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 25.0～75.0%，Al≤3.0%，Si≤2.0%，S≤0.03%，O≤1.0%，C≤0.1%，P≤0.04%，Mn≤1.0%，余量为 Fe。

本发明的有益效果为：

1、本发明通过较比铝热自蔓延反应的理论化学计量比高的配铝系数的首批次物料进行铝热自蔓延，得到较高温度的高温熔体，有利于后续低配铝系数物料的反应引发；同时前高后低的配铝系数保证了熔体处于强烈的还原气氛中，进而保证了金属氧化物的彻底还原；并且，以逐渐降低配铝系数的方式加料，可以有效保证熔体中与铁、钛结合而残留在合金中的铝被逐渐释放出来，与后续加入的低配铝系数物料中的钛和铁的氧化物逐渐反应，有效降低最终产品中铝残留量；且加料批次越多或连续加料配铝系数降低梯度越小，铝残留量越低。

2、本发明再通过搅拌渣洗精炼，利用加入的精炼渣调整渣的碱度和熔点，实现渣金界面化学反应和金渣分离的彻底进行，进而实现氧化铝等夹杂物有效地脱除；同时，保温熔炼过程充分利用了体系反应热，可以大大降低生产过程的能耗。此外，本发明在搅拌渣洗精炼前采用电磁感应加热进行保温熔炼，形成上层氧化铝基熔渣层，下层合金熔体层，可有效强化金渣分离过程。

3、本发明获得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 25.0～75.0%，Al≤3.0%，Si≤2.0%，S≤0.03%，O≤1.0%，C≤0.1%，P≤0.04%，Mn≤1.0%，余量为 Fe，其中钛回收率高，铝、氧残留量较低。

具体实施方式

在本发明的描述中，需要说明的是，实施例中未注明具体条件者，按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者，均为可以通过市售购买获得的常规产品。

下面结合具体的实施例对本发明做进一步详细说明，所述是对本发明的解释而不是限定。

实施例 1

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照金红石、$Fe_2O_3$粉末、铝粉、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:1.46:0.92:0.19 配料，它们的粒度分别满足：金红石≤3mm；$Fe_2O_3$粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将物料分 5 批，每批的配铝量依次为铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.20、1.05、1.0、0.90、0.85 倍，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.96 倍，首批次物料的重量占总物料量的 20%；将首批次物料投入反应炉中，以镁粉从物料顶部点燃以引发自蔓延反应，陆续加入其它批次物料，直至反应完全得到高温熔体；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1800℃，保温时间 15min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：10%$CaF_2$，90%CaO；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 2%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 50rpm，偏心率为 0.21，精炼温度为 1800℃，精炼时间为 10min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 34.2%，Al 2.4%，Si 1.8%，S 0.03%，O 0.8%，C 0.1%，P 0.04%，Mn 0.6%，余量为 Fe。

实施例 2

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照金红石、$Fe_2O_3$粉末、铝粉、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:1.6:0.98:0.23 配料，它们的粒度分别满足：金红石≤3mm；$Fe_2O_3$粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将物料分 6 批，每批的配铝量依次为铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.20、1.1、0.95、0.90、0.85、0.80 倍，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.94 倍，首批次物料的重量占总物料量的 28.6%；将首批次物料投入反应炉中，以镁粉从物料顶部点燃以引发自蔓延反应，陆续加入其它批次物料，直至反应完全得到高温熔体；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1750℃，保温时间 10min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：20%$CaF_2$，80%CaO；控制参数为：精炼渣的加入量为

原料总量的 5%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 100rpm，偏心率为 0.28，精炼温度为 1750℃，精炼时间为 20min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 33.8%，Al 2.2%，Si 1.6%，S 0.02%，O 0.7%，C 0.05%，P 0.02%，Mn 0.7%，余量为 Fe。

实施例 3

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:1.72:1.04:0.38 配料，它们的粒度分别满足：金红石≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将物料分 7 批，每批的配铝量依次为铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.20、1.1、1.0、0.95、0.925、0.90、0.875、0.85 倍，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.95 倍，首批次物料的重量占总物料量的 22.2%；将首批次物料投入反应炉中，以镁粉从物料顶部点燃以引发自蔓延反应，陆续加入其它批次物料，直至反应完全得到高温熔体；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1700℃，保温时间 5min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90%的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：25%$CaF_2$，75%CaO；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 7%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 150rpm，偏心率为 0.35，精炼温度为 1700℃，精炼时间为 30min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 32.5%，Al 1.7%，Si 1.2%，S 0.02%，O 0.5%，C 0.02%，P 0.02%，Mn 0.5%，余量为 Fe。

实施例 4

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照高钛渣、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:1.85:1.16:0.41 配料，它们的粒度分别满足：高钛渣≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将原料高钛渣、$Fe_2O_3$ 粉末、造渣剂混合均匀，以均匀流速加入到连续混料机中，同时将铝粉以梯度递减流速加入到连续混料机中，混匀的原料同时连续引入反应炉中进行铝热自蔓延反应，整个混料过程和整个反应过程不发生间断，直至所有物料完全反应后得到高温熔体；其

中引入至反应炉中的连续物料的配铝量由铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.28 倍梯度递减至 0.7 倍，梯度变化系数 a 为 0.005，整个过程配铝量梯度变化的次数为 116 次，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.98 倍；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1750℃，保温时间 10min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：10%$CaF_2$，85%CaO，5% $Na_2O$；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 5%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 100rpm，偏心率为 0.32，精炼温度为 1750℃，精炼时间为 20min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 29.8%，Al 2.1%，Si 1.0%，S 0.03%，O 0.6%，C 0.02%，P 0.03%，Mn 0.7%，余量为 Fe。

实施例 5

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照高钛渣、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:1.96:1.20:0.46 配料，它们的粒度分别满足：高钛渣≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将原料高钛渣、$Fe_2O_3$ 粉末、造渣剂混合均匀，以均匀流速加入到连续混料机中，同时将铝粉以梯度递减流速加入到连续混料机中，混匀的原料同时连续引入反应炉中进行铝热自蔓延反应，整个混料过程和整个反应过程不发生间断，直至所有物料完全反应后得到高温熔体；其中引入至反应炉中的连续物料的配铝量由铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.26 倍梯度递减至 0.7 倍，梯度变化系数 a 为 0.004，整个过程配铝量梯度变化的次数为 140 次，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.96 倍；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1700℃，保温时间 10min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：10%$CaF_2$，80%CaO，10% $Na_2O$；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 5%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 100rpm，偏心率为 0.30，精炼温度为 1700℃，精炼时间为 20min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 28.2%，Al 1.8%，Si 0.6%，S 0.04%，O 0.7%，C 0.03%，P 0.02%，Mn 0.9%，余量为 Fe。

实施例 6

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照高钛渣和金红石混合物、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:2.15:1.20:0.65 配料，其中高钛渣和金红石按质量比 1:1 混合，它们的粒度分别满足：高钛渣和金红石的混合物≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将原料高钛渣、$Fe_2O_3$ 粉末、造渣剂混合均匀，以均匀流速加入到连续混料机中，同时将铝粉以梯度递减流速加入到连续混料机中，混匀的原料同时连续引入反应炉中进行铝热自蔓延反应，整个混料过程和整个反应过程不发生间断，直至所有物料完全反应后得到高温熔体；其中引入至反应炉中的连续物料的配铝量由铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.21 倍梯度递减至 0.72 倍，梯度变化系数 a 为 0.001，整个过程配铝量梯度变化的次数为 490 次，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.93 倍；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1700℃，保温时间 15min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：20%$CaF_2$，75%CaO，5% $Na_2O$；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 8%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 100rpm，偏心率为 0.4，精炼温度为 1700℃，精炼时间为 30min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 26.6%，Al 0.8%，Si 1.4%，S 0.02%，O 0.4%，C 0.03%，P 0.02%，Mn 0.7%，余量为 Fe。

实施例 7

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照高钛渣、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:0.95:0.75:0.06:0.25 配料，它们的粒度分别满足：高钛渣≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将物料分 5 批，每批的配铝量依次为铝热自蔓延反应理论

化学计量比的 1.20、1.05、1.0、0.90、0.85 倍，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.98 倍，首批次物料的重量占总物料量的 20%；将首批次物料投入反应炉中，以镁粉从物料顶部点燃以引发自蔓延反应，陆续加入其它批次物料，直至反应完全得到高温熔体；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1800℃，保温时间 15min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：10%$CaF_2$，90%CaO；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 2%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 50rpm，偏心率为 0.35，精炼温度为 1800℃，精炼时间为 10min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 44.2%，Al 2.3%，Si 1.8%，S 0.03%，O 0.5%，C 0.1%，P 0.04%，Mn 0.6%，余量为 Fe。

实施例 8

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:0.98:0.788:0.08:0.18 配料，它们的粒度分别满足：金红石≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将物料分 6 批，每批的配铝量依次为铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.20、1.1、0.95、0.90、0.85、0.80 倍，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.93 倍，首批次物料的重量占总物料量的 28.6%；将首批次物料投入反应炉中，以镁粉从物料顶部点燃以引发自蔓延反应，陆续加入其它批次物料，直至反应完全得到高温熔体；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1750℃，保温时间 10min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：20%$CaF_2$，80%CaO；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 5%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 100rpm，偏心率为 0.4，精炼温度为 1750℃，精炼时间为 20min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 43.8%，Al 2.0%，Si 1.6%，S 0.02%，O 0.43%，C 0.05%，P 0.02%，Mn 0.7%，余量为 Fe。

实施例 9

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:1.16:0.92:0.02:0.28 配料，它们的粒度分别满足：金红石≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将物料分 8 批，每批的配铝量依次为铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.20、1.1、1.0、0.95、0.925、0.90、0.875、0.85 倍，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.92 倍，首批次物料的重量占总物料量的 22.2%；将首批次物料投入反应炉中，以镁粉从物料顶部点燃以引发自蔓延反应，陆续加入其它批次物料，直至反应完全得到高温熔体；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1700℃，保温时间 5min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：25%$CaF_2$，75%CaO；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 7%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 150rpm，偏心率为 0.4，精炼温度为 1700℃，精炼时间为 30min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 42.8%，Al 1.6%，Si 1.2%，S 0.02%，O 0.35%，C 0.02%，P 0.02%，Mn 0.5%，余量为 Fe。

实施例 10

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:1.24:0.83:0.01:0.32 配料，它们的粒度分别满足：金红石≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将原料金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、$KClO_3$、造渣剂混合均匀，以均匀流速加入到连续混料机中，同时将铝粉以梯度递减流速加入到连续混料机中，混匀的原料同时连续引入反应炉中进行铝热自蔓延反应，整个混料过程和整个反应过程不发生间断，直至所有物料完全反应后得到高温熔体；其中引入至反应炉中的连续物料的配铝量由铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.26 倍梯度递减至 0.71 倍，梯度变化系数 a 为 0.005，整个过程

配铝量梯度变化的次数为 110 次，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.97 倍；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1750℃，保温时间 10min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：10%$CaF_2$，85%CaO，5% $Na_2O$；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 5%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 100rpm，偏心率为 0.22，精炼温度为 1750℃，精炼时间为 20min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 41.3%，Al 2.0%，Si 1.0%，S 0.03%，O 0.45%，C 0.02%，P 0.03%，Mn 0.7%，余量为 Fe。

实施例 11

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:1.27:0.81:0.02:0.28 配料，它们的粒度分别满足：金红石≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将原料金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、$KClO_3$、造渣剂混合均匀，以均匀流速加入到连续混料机中，同时将铝粉以梯度递减流速加入到连续混料机中，混匀的原料同时连续引入反应炉中进行铝热自蔓延反应，整个混料过程和整个反应过程不发生间断，直至所有物料完全反应后得到高温熔体；其中引入至反应炉中的连续物料的配铝量由铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.2 倍梯度递减至 0.75 倍，梯度变化系数 a 为 0.002，整个过程配铝量梯度变化的次数为 225 次，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.95 倍；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1700℃，保温时间 10min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：10%$CaF_2$，80%CaO，10% $Na_2O$；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 4%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 100rpm，偏心率为 0.4，精炼温度为 1700℃，精炼时间为 20min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 40.7%，Al 1.6%，Si 0.6%，S 0.04%，O 0.41%，C 0.03%，P 0.02%，Mn 0.9%，余量为 Fe。

实施例 12

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照高钛渣、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:1.32:0.85:0.01:0.35 配料，它们的粒度分别满足：高钛渣≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将原料高钛渣、$Fe_2O_3$ 粉末、$KClO_3$、造渣剂混合均匀，以均匀流速加入到连续混料机中，同时将铝粉以梯度递减流速加入到连续混料机中，混匀的原料同时连续引入反应炉中进行铝热自蔓延反应，整个混料过程和整个反应过程不发生间断，直至所有物料完全反应后得到高温熔体；其中引入至反应炉中的连续物料的配铝量由铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.12 倍梯度递减至 0.82 倍，梯度变化系数 a 为 0.001，整个过程配铝量梯度变化的次数为 300 次，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.94 倍；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1700℃，保温时间 15min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：20%$CaF_2$，75%CaO，5% $Na_2O$；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 8%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 100rpm，偏心率为 0.31，精炼温度为 1700℃，精炼时间为 30min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 37.8%，Al 1.4%，Si 1.4%，S 0.02%，O 0.30%，C 0.03%，P 0.02%，Mn 0.7%，余量为 Fe。

实施例 13

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:0.63:0.72:0.10:0.29 配料，它们的粒度分别满足：金红石≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将物料分 5 批，每批的配铝量依次为铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.20、1.05、1.0、0.90、0.85 倍，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学

剂量比的 0.98 倍，首批次物料的重量占总物料量的 20%；将首批次物料投入反应炉中，以镁粉从物料顶部点燃以引发自蔓延反应，陆续加入其它批次物料，直至反应完全得到高温熔体；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1800℃，保温时间 15min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：10%$CaF_2$，90%CaO；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 7%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 50rpm，偏心率为 0.4，精炼温度为 1800℃，精炼时间为 10min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 54.1%，Al 2.3%，Si 1.8%，S 0.03%，O 0.52%，C 0.1%，P 0.04%，Mn 0.6%，余量为 Fe。

实施例 14

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照高钛渣、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:0.68:0.73:0.12:0.26 配料，它们的粒度分别满足：高钛渣≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将物料分 6 批，每批的配铝量依次为铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.20、1.1、0.95、0.90、0.85、0.80 倍，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.95 倍，首批次物料的重量占总物料量的 28.6%；将首批次物料投入反应炉中，以镁粉从物料顶部点燃以引发自蔓延反应，陆续加入其它批次物料，直至反应完全得到高温熔体；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1750℃，保温时间 10min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：20%$CaF_2$，80%CaO；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 7%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 100rpm，偏心率为 0.4，精炼温度为 1750℃，精炼时间为 20min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 53.3%，Al 2.1%，Si 1.6%，

S 0.02%，O 0.38%，C 0.05%，P 0.02%，Mn 0.7%，余量为 Fe。

实施例 15

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:0.69:0.75:0.15:0.22 配料，它们的粒度分别满足：金红石≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将物料分 8 批，每批的配铝量依次为铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.20、1.1、1.0、0.95、0.925、0.90、0.875、0.85 倍，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.94 倍，首批次物料的重量占总物料量的 22.2%；将首批次物料投入反应炉中，以镁粉从物料顶部点燃以引发自蔓延反应，陆续加入其它批次物料，直至反应完全得到高温熔体；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1700℃，保温时间 5min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：25%$CaF_2$，75%CaO；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 7%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 150rpm，偏心率为 0.28，精炼温度为 1700℃，精炼时间为 30min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 52.4%，Al 1.7%，Si 1.2%，S 0.02%，O 0.32%，C 0.02%，P 0.02%，Mn 0.5%，余量为 Fe。

实施例 16

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:0.73:0.74:0.09:0.27 配料，它们的粒度分别满足：金红石≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将原料金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、$KClO_3$、造渣剂混合均匀，以均匀流速加入到连续混料机中，同时将铝粉以梯度递减流速加入到连续混料机中，混匀的原料同时连续引入反应炉中进行铝热自蔓延反应，整个混料过程和整个反应过程不发生间断，直至所有物料完全反应后得到高温熔体；其中引入至反应炉中的连续物料的配铝量由铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.25 倍梯度递减至 0.72 倍，梯度变化系数 a 为 0.005，整个过程配铝量梯度变化的次数为 106 次，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.97

倍；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1750℃，保温时间 10min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：10%$CaF_2$，85%CaO，5% $Na_2O$；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 8%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 100rpm，偏心率为 0.3，精炼温度为 1750℃，精炼时间为 20min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 51.7%，Al 2.1%，Si 1.0%，S 0.03%，O 0.43%，C 0.02%，P 0.03%，Mn 0.7%，余量为 Fe。

实施例 17

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:0.76:0.76:0.11:0.29 配料，它们的粒度分别满足：金红石≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将原料金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、$KClO_3$、造渣剂混合均匀，以均匀流速加入到连续混料机中，同时将铝粉以梯度递减流速加入到连续混料机中，混匀的原料同时连续引入反应炉中进行铝热自蔓延反应，整个混料过程和整个反应过程不发生间断，直至所有物料完全反应后得到高温熔体；其中引入至反应炉中的连续物料的配铝量由铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.20 倍梯度递减至 0.75 倍，梯度变化系数 a 为 0.002，整个过程配铝量梯度变化的次数为 225 次，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.95 倍；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1700℃，保温时间 10min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：10%$CaF_2$，80%CaO，10% $Na_2O$；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 4%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 100rpm，偏心率为 0.4，精炼温度为 1700℃，精炼时间为 20min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 50.2%，Al 1.8%，Si 0.6%，S 0.04%，O 0.37%，C 0.03%，P 0.02%，Mn 0.9%，余量为 Fe。

实施例 18

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:0.92:0.80:0.16:0.32 配料，它们的粒度分别满足：金红石≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将原料金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、$KClO_3$、造渣剂混合均匀，以均匀流速加入到连续混料机中，同时将铝粉以梯度递减流速加入到连续混料机中，混匀的原料同时连续引入反应炉中进行铝热自蔓延反应，整个混料过程和整个反应过程不发生间断，直至所有物料完全反应后得到高温熔体；其中引入至反应炉中的连续物料的配铝量由铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.21 倍梯度递减至 0.72 倍，梯度变化系数 a 为 0.001，整个过程配铝量梯度变化的次数为 490 次，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.95 倍；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1700℃，保温时间 10min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：20%$CaF_2$，75%CaO，5% $Na_2O$；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 8%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 100rpm，偏心率为 0.4，精炼温度为 1700℃，精炼时间为 30min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 56.6%，Al 1.0%，Si 1.4%，S 0.02%，O 0.25%，C 0.03%，P 0.02%，Mn 0.7%，余量为 Fe。

实施例 19

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照高钛渣、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:0.40:0.66:0.21:0.25 配料，它们的粒度分别满足：高钛渣≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将物料分 5 批，每批的配铝量依次为铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.20、1.05、1.0、0.90、0.85 倍，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学

剂量比的 0.96 倍，首批次物料的重量占总物料量的 20%；将首批次物料投入反应炉中，以镁粉从物料顶部点燃以引发自蔓延反应，陆续加入其它批次物料，直至反应完全得到高温熔体；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1800℃，保温时间 15min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：10%$CaF_2$，90%CaO；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 2%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 50rpm，偏心率为 0.4，精炼温度为 1800℃，精炼时间为 10min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 67.2%，Al 2.8%，Si 1.8%，S 0.03%，O 0.8%，C 0.1%，P 0.04%，Mn 0.6%，余量为 Fe。

实施例 20

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:0.45:0.63:0.18:0.23 配料，它们的粒度分别满足：金红石≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将物料分 6 批，每批的配铝量依次为铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.20、1.1、0.95、0.90、0.85、0.80 倍，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.94 倍，首批次物料的重量占总物料量的 28.6%；将首批次物料投入反应炉中，以镁粉从物料顶部点燃以引发自蔓延反应，陆续加入其它批次物料，直至反应完全得到高温熔体；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1750℃，保温时间 10min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：20%$CaF_2$，80%CaO；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 5%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 100rpm，偏心率为 0.3，精炼温度为 1750℃，精炼时间为 20min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 68.5%，Al 1.6%，Si 1.3%，

S 0.02%，O 0.65%，C 0.05%，P 0.02%，Mn 0.7%，余量为 Fe。

实施例 21

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:0.48:0.65:0.13:0.21 配料，它们的粒度分别满足：金红石≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将物料分 8 批，每批的配铝量依次为铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.20、1.1、1.0、0.95、0.925、0.90、0.875、0.85 倍，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.93 倍，首批次物料的重量占总物料量的 22.2%；将首批次物料投入反应炉中，以镁粉从物料顶部点燃以引发自蔓延反应，陆续加入其它批次物料，直至反应完全得到高温熔体；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1700℃，保温时间 5min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：25%$CaF_2$，75%CaO；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 7%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 150rpm，偏心率为 0.2，精炼温度为 1700℃，精炼时间为 30min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 72.3%，Al 1.6%，Si 1.4%，S 0.02%，O 0.56%，C 0.02%，P 0.02%，Mn 0.5%，余量为 Fe。

实施例 22

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照高钛渣、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:0.51:0.68:0.11:0.16 配料，它们的粒度分别满足：高钛渣≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将原料高钛渣、$Fe_2O_3$ 粉末、$KClO_3$、造渣剂混合均匀，以均匀流速加入到连续混料机中，同时将铝粉以梯度递减流速加入到连续混料机中，混匀的原料同时连续引入反应炉中进行铝热自蔓延反应，整个混料过程和整个反应过程不发生间断，直至所有物料完全反应后得到高温熔体；其中引入至反应炉中的连续物料的配铝量由铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.26 倍梯度递减至 0.72 倍，梯度变化系数 a 为 0.003，整个过程配铝量梯度变化的次数为 180 次，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.98

倍；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1750℃，保温时间 10min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：10%$CaF_2$，85%CaO，5% $Na_2O$；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 5%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 100rpm，偏心率为 0.4，精炼温度为 1750℃，精炼时间为 20min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 71.2%，Al 1.4%，Si 1.0%，S 0.03%，O 0.48%，C 0.02%，P 0.03%，Mn 0.7%，余量为 Fe。

实施例 23

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照高钛渣、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:0.54:0.69:0.10:0.24 配料，它们的粒度分别满足：高钛渣≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将原料高钛渣、$Fe_2O_3$ 粉末、$KClO_3$、造渣剂混合均匀，以均匀流速加入到连续混料机中，同时将铝粉以梯度递减流速加入到连续混料机中，混匀的原料同时连续引入反应炉中进行铝热自蔓延反应，整个混料过程和整个反应过程不发生间断，直至所有物料完全反应后得到高温熔体；其中引入至反应炉中的连续物料的配铝量由铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.23 倍梯度递减至 0.73 倍，梯度变化系数 a 为 0.001，整个过程配铝量梯度变化的次数为 500 次，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.96 倍；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1700℃，保温时间 10min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：10%$CaF_2$，80%CaO，10% $Na_2O$；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 4%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 100rpm，偏心率为 0.3，精炼温度为 1700℃，精炼时间为 20min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 70.1%，Al 0.7%，Si 0.6%，S 0.04%，O 0.38%，C 0.03%，P 0.02%，Mn 0.9%，余量为 Fe。

实施例 24

一种基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原

按照高钛渣、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂 CaO 的质量比为 1.0:0.58:0.70:0.13:0.26 配料，它们的粒度分别满足：高钛渣≤3mm；$Fe_2O_3$ 粉末≤0.2mm；铝粉粒度≤2mm；$KClO_3$ 粒度≤2mm；造渣剂粒度≤0.2mm；将原料高钛渣、$Fe_2O_3$ 粉末、$KClO_3$、造渣剂混合均匀，以均匀流速加入到连续混料机中，同时将铝粉以梯度递减流速加入到连续混料机中，混匀的原料同时连续引入反应炉中进行铝热自蔓延反应，整个混料过程和整个反应过程不发生间断，直至所有物料完全反应后得到高温熔体；其中引入至反应炉中的连续物料的配铝量由铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.18 倍梯度递减至 0.76 倍，梯度变化系数 a 为 0.0006，整个过程配铝量梯度变化的次数为 700 次，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学剂量比的 0.94 倍；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1700℃，保温时间 10min，实现金渣分离，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）放掉上层 90％的氧化铝基熔渣后，在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；其中精炼渣按质量比的组成为：20%$CaF_2$，75%CaO，5% $Na_2O$；控制参数为：精炼渣的加入量为原料总量的 8%，以纯度≥99.95%的氩气为载气，偏心搅拌速率为 100rpm，偏心率为 0.3，精炼温度为 1700℃，精炼时间为 30min；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

本实施例制得的钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 68.2%，Al 0.6%，Si 1.4%，S 0.02%，O 0.42%，C 0.03%，P 0.02%，Mn 0.7%，余量为 Fe。

应当理解的是，对本领域普通技术人员而言，可以根据上述说明加以改进或变换，而所有这些改进和变换都应落入本发明要求的保护范围内。

# 权 利 要 求 书

1. 基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，其特征在于，包括以下步骤：

（1）铝热自蔓延梯度还原，采用以下两种方式之一：

第一种方式，将原料金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂分成若干批次，将首批次物料投入反应炉中，以镁粉从物料顶部点燃以引发自蔓延反应，陆续加入其它批次物料，直至反应完全得到高温熔体，其中每批次物料的配铝量由铝热自蔓延反应理论化学计量比的1.1~1.3 倍梯度递减至 0.9~0.7 倍，且原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学计量比的0.92~0.99 倍；

第二种方式，将原料金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、$KClO_3$、造渣剂混合均匀，以均匀流速加入到连续混料机中，同时将铝粉以梯度递减流速加入到连续混料机中，混匀的原料同时连续引入反应炉中进行铝热自蔓延反应，整个混料过程和整个反应过程不发生间断，直至所有物料完全反应后得到高温熔体，

其中引入至反应炉中的连续物料的配铝量由铝热自蔓延反应理论化学计量比的 1.1～1.3 倍梯度递减至 0.9～0.7 倍，整个过程配铝量梯度变化的次数 n 满足关系式：n=（b-c）/a，其中 b 表示最高配铝量，c 表示最低配铝量，a 表示配铝量梯度变化系数，并且 $0<a\leq0.05$；原料总配铝量为铝热自蔓延反应理论化学计量比的 0.92～0.99 倍；

（2）通过电磁感应加热对高温熔体进行保温熔炼，得到上层氧化铝基熔渣和下层合金熔体；

（3）在下层合金熔体中喷吹精炼渣，进行搅拌渣洗精炼；

（4）将精炼后的高温熔体冷却至室温，除去上层熔炼渣后得到钛铁合金。

2、根据权利要求 1 所述的基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，其特征在于，所述步骤（1）中原料金红石、$Fe_2O_3$ 粉末、铝粉、$KClO_3$、造渣剂的质量比为：1.0:(0.24～2.37):(0.56～1.23):(0～0.23):(0.15～1.0)，粒度分别满足：所述金红石粒度≤3mm，所述 $Fe_2O_3$ 粉末粒度≤0.2mm，所述铝粉粒度≤2mm，所述 $KClO_3$ 粒度≤2mm，所述造渣剂粒度≤0.2mm。

3、根据权利要求 1 所述的基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，其特征在于，所述步骤（1）中若干批次的数量≥4。

4、根据权利要求 1 所述的基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，其特征在于，所述步骤（1）中首批次物料的重量占总物料量的 10~30%。

5、根据权利要求 1 所述的基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，其特征在于，所述步骤（2）中保温熔炼的控制参数为：电磁感应频率≥1000Hz，熔炼温度为 1700～

1800℃，保温时间 5～15min。

6、根据权利要求 1 所述的基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，其特征在于，所述步骤（3）中精炼渣为以下两种中的一种：①按质量比 10～25%的 $CaF_2$，余量为 CaO；②按质量比 10～25%的 $CaF_2$，5～10%的 $Na_2O$，余量为 CaO。

7、根据权利要求 1 所述的基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，其特征在于，所述步骤（3）中搅拌渣洗精炼的控制参数为：采用偏心搅拌，偏心率为 0.2~0.4，精炼渣的加入量为原料总量的 2～8%，以纯度≥99.95%的惰性气体为载气，搅拌速率为 50～150rpm，精炼温度为 1700～1800℃，精炼时间为 10～30min。

8、根据权利要求 1~7 任意一项权利要求所述的基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，其特征在于，所述步骤（1）中的金红石可替换为高钛渣或者金红石和高钛渣的混合物。

9、根据权利要求 8 任意一项权利要求所述的基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，其特征在于，所述高钛渣、所述金红石中 $TiO_2$ 质量百分含量均≥92%。

10、根据权利要求 1 所述的基于铝热自蔓延梯度还原与渣洗精炼制备钛铁合金的方法，其特征在于，所述钛铁合金按照质量百分含量的化学组成为：Ti 25.0～75.0%，Al≤3.0%，Si≤2.0%，S≤0.03%，O≤1.0%，C≤0.1%，P≤0.04%，Mn≤1.0%，余量为 Fe。

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CN2018/087686

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**

C22C 14/00 (2006.01) i; C22C 33/04 (2006.01) i; C22C 1/06 (2006.01) i; C22C 1/02 (2006.01) i; C22C 35/00 (2006.01) i; C22C 38/02 (2006.01) i; C22C 38/06 (2006.01) i; C22C 38/14 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C22C 14; C22C 33; C22C 1; C22C 35; C22C 38

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNABS, CNTXT, CNKI, EPODOC, DWPI, SIPOABS: 铝热, 自蔓延, 钛铁, 梯度, 阶梯, 批次, 分次, 多次, Fe2O3, aluminothermic, self-propagating, ferro-titanium, Fe, Ti, gradient, times

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|---|---|---|
| PX | CN 107099696 A (NORTHEASTERN UNIVERSITY) 29 August 2017 (29.08.2017), claims 1-10 | 1-10 |
| PX | CN 107099715 A (NORTHEASTERN UNIVERSITY) 29 August 2017 (29.08.2017), claims 1-8 | 1-10 |
| PX | CN 107099718 A (NORTHEASTERN UNIVERSITY) 29 August 2017 (29.08.2017), claims 1-8 | 1-10 |
| Y | CN 104131128 A (NORTHEASTERN UNIVERSITY) 05 November 2014 (05.11.2014), claim 1, description, and embodiment 6 | 1-10 |
| Y | CN 106191639 A (UNIVERSITY CHENGDU TECHNOLOGY) 07 December 2016 (07.12.2016), description, paragraphs [0017]-[0025] | 1-10 |

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&"document member of the same patent family

| Date of the actual completion of the international search | Date of mailing of the international search report |
|---|---|
| 31 July 2018 | 09 August 2018 |
| Name and mailing address of the ISA<br>State Intellectual Property Office of the P. R. China<br>No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao<br>Haidian District, Beijing 100088, China<br>Facsimile No. (86-10) 62019451 | Authorized officer<br>NIE, Xiaoxue<br>Telephone No. (86-10) 62085018 |

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CN2018/087686

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|---|---|---|
| A | US 2004093984 A1 (KACHIK R H) 20 May 2004 (20.05.2004), entire document | 1-10 |
| A | JP 2002339006 A (SUMITOMO TITANIUM CORPORATION) 27 November 2002 (27.11.2002), entire document | 1-10 |

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2018/087686

| Patent Documents referred in the Report | Publication Date | Patent Family | Publication Date |
|---|---|---|---|
| CN 107099696 A | 29 August 2017 | None | |
| CN 107099715 A | 29 August 2017 | None | |
| CN 107099718 A | 29 August 2017 | None | |
| CN 104131128 A | 05 November 2014 | CN 104131128 B | 06 April 2016 |
| CN 106191639 A | 07 December 2016 | CN 106191639 B | 02 January 2018 |
| US 2004093984 A1 | 20 May 2004 | None | |
| JP 2002339006 A | 27 November 2002 | None | |

# 国际检索报告

国际申请号
PCT/CN2018/087686

A. 主题的分类

C22C 14/00(2006.01)i; C22C 33/04(2006.01)i; C22C 1/06(2006.01)i; C22C 1/02(2006.01)i; C22C 35/00(2006.01)i; C22C 38/02(2006.01)i; C22C 38/06(2006.01)i; C22C 38/14(2006.01)i

按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类

B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

C22C14; C22C33; C22C1; C22C35; C22C38

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称，和使用的检索词（如使用）)

CNABS, CNTXT, CNKI, EPODOC, DWPI, SIPOABS: 铝热，自蔓延，钛铁，梯度，阶梯，批次，分次，多次，Fe2O3, aluminothermic, self-propagating, ferro-titanium, Fe, Ti, gradient , times

C. 相关文件

| 类 型* | 引用文件，必要时，指明相关段落 | 相关的权利要求 |
|---|---|---|
| PX | CN 107099696 A (东北大学) 2017年 8月 29日 (2017-08-29)<br>权利要求1-10 | 1-10 |
| PX | CN 107099715 A (东北大学) 2017年 8月 29日 (2017-08-29)<br>权利要求1-8 | 1-10 |
| PX | CN 107099718 A (东北大学) 2017年 8月 29日 (2017-08-29)<br>权利要求1-8 | 1-10 |
| Y | CN 104131128 A (东北大学) 2014年 11月 5日 (2014-11-05)<br>权利要求1、说明书实施例6 | 1-10 |
| Y | CN 106191639 A (成都工业学院) 2016年 12月 7日 (2016-12-07)<br>说明书第[0017]-[0025]段 | 1-10 |
| A | US 2004093984 A1 (KACHIK R H) 2004年 5月 20日 (2004-05-20)<br>全文 | 1-10 |
| A | JP 2002339006 A (SUMITOMO TITANIUM CORP) 2002年 11月 27日 (2002-11-27)<br>全文 | 1-10 |

☐ 其余文件在C栏的续页中列出。

☑ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型：

"A" 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

"E" 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

"L" 可能对优先权要求构成怀疑的文件，或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件（如具体说明的）

"O" 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

"P" 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

"T" 在申请日或优先权日之后公布，与申请不相抵触，但为了理解发明之理论或原理的在后文件

"X" 特别相关的文件，单独考虑该文件，认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

"Y" 特别相关的文件，当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时，要求保护的发明不具有创造性

"&" 同族专利的文件

| 国际检索实际完成的日期 | 国际检索报告邮寄日期 |
|---|---|
| 2018年 7月 31日 | 2018年 8月 9日 |
| ISA/CN的名称和邮寄地址<br>中华人民共和国国家知识产权局(ISA/CN)<br>中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088<br>传真号 (86-10)62019451 | 受权官员<br>聂晓雪<br>电话号码 62085018 |

表 PCT/ISA/210 (第2页) (2015年1月)

# 国际检索报告
## 关于同族专利的信息

国际申请号
PCT/CN2018/087686

| 检索报告引用的专利文件 | | | 公布日（年/月/日） | 同族专利 | | | 公布日（年/月/日） |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| CN | 107099696 | A | 2017年 8月 29日 | 无 | | | |
| CN | 107099715 | A | 2017年 8月 29日 | 无 | | | |
| CN | 107099718 | A | 2017年 8月 29日 | 无 | | | |
| CN | 104131128 | A | 2014年 11月 5日 | CN | 104131128 | B | 2016年 4月 6日 |
| CN | 106191639 | A | 2016年 12月 7日 | CN | 106191639 | B | 2018年 1月 2日 |
| US | 2004093984 | A1 | 2004年 5月 20日 | 无 | | | |
| JP | 2002339006 | A | 2002年 11月 27日 | 无 | | | |