

2593/89
11.07
58834
KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

ÖSSZETETT ELEKTRÓDA ÉS ELJÁRÁS TÖBBVEGYÉRTÉKŰ FÉM ELŐÁLLÍTÁSÁRA

GINATTA TORINO TITANIUM S.p.A., Torino, Olaszország

Nemzetközi bejelentés napja: 1989. 04. 13.

Elsőbbsége: 1988. 04. 19. (IT-67364 A/88)

Nemzetközi bejelentés száma: PCT/EP 89/00395

K I V O N A T

Az összetett elektróda ~~legalább egy anódja és az~~ anódtól elektromosan szigetelt vezető kerete (3), az anódok és a vezető keret (3) elektromos csatlakozóval vannak ellátva, a vezető keret (3) az anódokat kosárszerűen körülveszi, és az anódok felé néző, katódosan kiválasztott fémrészecskék felvételére alkalmas és elektrolitáteresztő falfelületekkel rendelkezik. ~~vezető keret (3) falaihoz (4) (5) tartó elemek (19, 20) kapcsolódnak, amelyekben az elektrolitáteresztő falfelületekkel szomszédos helyzetű elválasztóelemek (18) vannak rögzítve, amelyek a vezető kereten (3) belül az előállítandó fém nem tartalmazó elektrolitfürdőt befogadó térrészt határolnak, és az elektrolitfürdőt a vezető keret (3) belsejétől az elektrolitáteresztő falfelületek mentén elektrolitzáróan elválasztják.~~ ~~Az elválasztóelemek (18) az összetett elektróda adott üzemi körülményei között anódos oldódásra képes fémből vannak kialakítva.~~ ~~Az eljárást előnyösen a találmány szerinti összetett elektródával valósítjuk meg, oly módon, hogy az extrakciós~~

cellába az előállítandó fém ionjait ~~oldatban~~ tartalmazó elektrolitot töltene, a vezető keretben (3) ~~az előállítandó fém ionjait számottevő mennyiségben nem tartalmazó~~ alkálifém- vagy alkáli-földfém-halogenid fürdőt hoznak létre, amelyet ~~az elektrolitátermesztő falfelületek anódos oldódására képes fémrészecskék által történő~~ elektrolitzáró szigeteléssel zárnak le, az anód és a vezető keret (3) közé táplált elektromos árammal ~~alkálifémet vagy alkáli-földfémét~~ ^{alkálifém- vagy alkáli-földfém-vegyületeket} a vezető keret (3) elektrolitátermesztő falfelületein kiválasztjuk, és az áramot egy előre meghatározott fémennyiség felhalmozódásáig fenntartjuk az anód és a katód közé táplált elektromos árammal az előállítandó fémet a katódon kiválasztjuk, és egyidejűleg a fémrészecskéket anódosan oldjuk, ezáltal az előállítandó fém ionjait a katódos térrészből az anódos térrészbe diffundáljuk, miközben az előállítandó fémet ionjainak az alkálifémmel vagy az alkáli-földfémmel való redukálása révén a vezető keret (3) elektrolitátermesztő falfelületein kiválasztjuk, az anód és a katód közé kapcsolt áramot az előállítandó fém katódon való kiválásáig fenntartjuk, az anód, a katód (26) és a vezető keret (3) között folyó áramot úgy szabályozzuk, hogy a kiválasztott réteg permeabilitás-karakterisztikája közel konstans, az anód és a katód (26) közé kapcsolt áramot az előállítandó fém katódon (26) való kiválásáig fenntartjuk, az anód, a katód (26) és a vezető keret (3) között folyó áramot úgy szabályozzuk, hogy a kiválasztott réteg permeabilitás-karakterisztikája közel konstans. 2. ábra

A 2597/89

27730

58830

NSZD₅

Képviselő:

Danubia Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.

B u d a p e s t

C25C 3/26
C25C 7/00

ÖSSZETETT ELEKTRODA ÉS ELJÁRÁS TÖBBVEGYÉRTÉKŰ FÉM ELŐÁLLÍTÁSÁRA

GINATTA TORINO TITANIUM S.p.A., Torino, Olaszország

Feltalálók:

GINATTA Marco Vincenzo, Torino

ORSELLO Gianmichele, Torino

BERRUTI Riccardo, Torino

Nemzetközi bejelentés napja: 1989. 04. 13.

Elsőbbsége: 1988. 04. 19. (IT-67364 A/88)

Nemzetközi bejelentés száma: PCT/EP 89/00395

Bejelentés közzétételének napja: 1990. 08. 10. 437

71093-501/SOV

A találmány többvegyértékű fém, így különösen titán, cirkónium és háfnium előállítására irányul, és tárgya összetett elektróda, valamint az összetett elektródával elvégezhető eljárás. Az eljárás különösképpen vonatkozik a titán halogenid-olvadék elektrolit elektrolízise útján történő előállítására.

A titán sóolvadékfürdőben való elektrolitikus előállítása más, egyvegyértékű fémek olvadékban való különböző előállítási módjaitól sok szempontból különbözik, amely különbségek gyakorlati problémákban jelentkeznek. Berendezés-tervezési szempontból tekintve a problémák a fém szilárd állapotban való katódos kiválásából és a fém, valamint ionjainak a levegővel való közismerten kimagasló reakciókészségéből származnak. Ezen problémák megoldásának irányában jelentős lépést jelent az EP-A-021 0961 számú európai szabadalmi bejelentésben (a jelen találmány bejelentőjének korábbi találmánya) ismertetett megoldás, amelyből az elektrolitikus eljárás folyamatos végrehajtását és az előállítandó fém levegővel való oxidációjának kiküszöbölését biztosító berendezés ismerhető meg, amely ezáltal nagy termelékenységgű és jó minőségű előállítást tesz lehetővé.

Ami az eljárást illeti, a titán elektrolízisét más, hagyományos módon sóolvadékban való fémelőállítási módszerektől lényegében a titánnak azon sajátossága különbözteti meg, hogy az elektrolitban lévő titán vegyértéke a nyersanyagban, az elektrolitban kevésbé oldódó titán-tetrakloridban lévő titán vegyértékétől különbözik. Hatékony elektrolitikus extrakció biztosítása érdekében a titán-tetrakloridot az elektrolitban jól oldódó kétértékű oxidációs állapotba kell redukálni.

A titán elektrolízisének másik lényeges tényezője az elektrolitban való többértékűségével, a kétértékű és háromértékű ionok elektrolitban való egyidejű jelenlétével függ össze, ahol a kétértékű és háromértékű ionok egyensúlyi állapotát olyan paraméterek, mint például a hőmérséklet és az elektrolitban jelenlévő szennyeződések befolyásolják. Mivel az elektrolitikus előállítás hatékonysága annál nagyobb, minél nagyobb a kétértékű titán százalékos aránya, az elektrolitban lévő titán átlagos vegyértékét célszerűen alacsony értékre kell beállítani, ami adott esetben nem lehet nagyobb, mint 2,1.

A titán elektrolízisének egy további fontos tényező az elektrolitban lévő titánionok naszcens klórral való magas reakciókészsége mind az oldott atomok, mind a diszperz gázok esetében, ami szükségessé teszi, hogy a klór kibocsátásának zónája az elektrolit többi térfogatrészeitől el legyen különítve.

A fenti reakciókészség miatt szükséges továbbá a titánionok diffúzióval történő vándorlásának megakadályozása az anód környezetében, annak érdekében, hogy a titánionok háromértékűvé oxidálása, naszcens klórral való reakciója és $TiCl_3$, keletkezése elkerülhető legyen, amely a műveleti hőmérsékleten illékony állapotú, és ugyanakkor a klórionoknak köszönhetően a katód és az anód között ionáramlást tart fenn.

A titánkinyerés hatékonyságának javítása érdekében, a fent részletezett tényezőkkel kapcsolatos nehézségek figyelembevételével az US-A-2,789,943 számú szabadalmi leírásban olyan megoldást javasolnak, amely szerint az anód és a katód közé az anódot körülvéve, vezető anyagú diafragmát helyeznek el, amely-

nek falai az elektrolittal szemben permeábilisak, és alkalmasak a kiválasztott fém réteglelakódás formában való felvételére. Ezt a diafragmát a cella elektromos áramkörével kapcsolják össze, és így módon az anódhoz képest negatív potenciálra kötik, abból a célból, hogy az előállítandó fém katódosan kiváljon és lerakódjon a diafragma permeábilis falain, amelynek permeabilitása olyan, hogy engedi a klórionok áthatolását, de lényegében megakadályozza a titánionok katódtól anód felé irányuló diffúzió útján történő vándorlását.

Az EP-B-53 564 lajstromszámú európai szabadalomból olyan eljárás ismerhető meg, amely az előállítandó fém réteglelakódásával takart diafragma permeabilitásának szabályozását teszi lehetővé, oly módon, hogy a fémlerakódást növeli vagy csökkenti a diafragmát impregnáló elektrolitban magábanlétesített feszültségeséstől függően.

A fent hivatkozott módszerek közül az első nem teszi lehetővé ipari méretekben folyamatos műveleti körülmények fenntartását, mivel a lerakódott réteget, amely az előállítandó fémet tartalmazza, rendszeres időközönként el kell távolítani, így az eljárást napjában többször újra kell indítani.

Az utóbb említett európai szabadalom szerinti módszer nem teszi lehetővé a kétvegyértékű titán katódos térrészben való oxidációját, és ennek következtében a fürdőben lévő titán átlagvegyértéke növekszik, ami a diafragmán való fémkiválás közben elkerülendő lenne, mivel ez az extrakció hatékonyságának csökkenését eredményezi.

A fenti módszerek komplex indítási eljárásokat igényel-

nek, amelyek jelentős időráfordítással és villamos energiagénnyel járnak, és nehezen vezérelhetők. Ezeknél az eljárásoknál, ahol az indítási műveletet nyitott diafragmával hajtják végre, az előállítandó fém ionjait nem tartalmazó elektrolitoldattal való indítás egy sor olyan műveleti lépést követel, amelyek ipari termelés esetén nem kivitelezhetők.

A találmánnyal célunk a fenti problémák és hiányosságok kiküszöbölése. A megoldandó feladat olyan eszköz és eljárás kidolgozása, amellyel többvegyértékű fémek ipari méretekben is jól vezérelhetően, nagy hatékonysággal előállíthatók.

A kitűzött feladatot egyrészt olyan összetett elektróda kialakításával oldottuk meg, amelynek legalább egy anódja és az anódtól elektromosan szigetelt vezető kerete van, az anód és a vezető keret elektromos csatlakozóval van ellátva, a vezető keret az anódot kosárszerűen körülveszi és az anód felé néző, katódosan kiválasztott fémrészecskéket felvevő és elektrolitáteresztő falfelületekkel rendelkezik, ahol - a találmány szerint - a vezető keret falaihoz tartóelemek kapcsolódnak, amelyekben az elektrolitáteresztő falfelületekkel szomszédos helyzetű elválasztóelemek vannak rögzítve, amelyek a vezető kereten belül az előállítandó fémet nem tartalmazó elektrolitfürdőt befogadó térrészt határolnak, és az elektrolitfürdőt a vezető keret belsejétől az elektrolitáteresztő falfelületek mentén elektrolitzáróan elválasztják, ahol az elválasztóelemek az összetett elektróda

adott üzemi körülményei között anódos oldódásra képes fémből vannak kialakítva.

Az elektrolitáteresztő falfelületeket előnyösen rácstagok alkotják, amelyek cserépformájú alkotóidomokból épülnek fel, amelyek vízszintes sorokban vannak elrendezve, és elektrolit számára áteresztőcsatornákat képeznek.

A cserépformájú alkotóidomok például V-keresztmetszetűek lehetnek.

Az anód célszerűen rúdalakú elemekből és a rúdalakú elemekre merőleges helyzetű kereszttagból épül fel, ahol a kereszttag végeit a vele elektromos összeköttetésben lévő első konkáv tartó és a tőle elektromosan szigetelt, a vezetőkerethez ugyanakkor elektromosan kapcsolódó második konkáv tartó veszi fel.

A találmány szerinti összetett elektródában a vezető keret falainak befelé néző falfelületeire előnyösen terelőidomok szerelhetők.

A kitűzött feladat megoldására másrészt, a találmány szerinti összetett elektródával összhangban, olyan eljárást dolgoztunk ki, amelynek során az előállítandó fém halogenidjét alkálifém- vagy alkáli-földfém-halogenid elektrolit olvadékban katódosan oldjuk, és a fémet elektrokémiai extrakcióval kiválasztjuk, mégpedig olyan extrakciós cellában, amely legalább egy anódot, legalább egy katódot és közbenső elektródaként működő vezető keretet tartalmaz, amely az anódot körülveve egy anódos térrészt és egy katódos térrészt határoz meg, ahol a ve-

zető keret az elektrolittal szemben permeábilis, és a katódosan kiválasztott fémréteget felvevő elektrolitáteresztő falfelületekkel rendelkezik, amelyek az anódos és katódos térrészek közötti ionvándorlást engedik, de az előállítandó fém ionjainak áthatolását korlátozzák. A találmány szerint az eljárás az alábbi a)-f) lépéseket foglalja magában:

a) az extrakciós cellába az előállítandó fém ionjait oldatban tartalmazó elektrolitot töltünk,

b) a vezető keretbe az előállítandó fém ionjait számottevő mennyiségben nem tartalmazó alkálifém- vagy alkáli-földfém-halogenid fürdőt hozunk létre, amelyet az elektrolitáteresztő falfelületek anódos oldódásra képes fémrészecskék által történő elektrolitzáró szigetelésével zárunk le,

c) az anód és a vezető keret közé táplált elektromos árammal az alkálifémet vagy alkáli-földfémet a vezető keret elektrolitáteresztő falfelületein kiválasztjuk, és az áramot egy előre meghatározott fémmennyiség felhalmozódásáig fenntartjuk,

d) az anód és a katód közé táplált elektromos árammal az előállítandó fémet a katódon kiválasztjuk és egyidejűleg a fémrészecskéket anódosan oldjuk, ezáltal az előállítandó fém ionjait a katódos térrészből az anódos térrészbe diffundáljuk, miközben az előállítandó fémet ionjainak az alkálifémmel vagy az alkáli-földfémmel való redukálása révén a vezető keret elektrolitáteresztő falfelületein kiválasztjuk,

e) az anód és a katód közé kapcsolt áramot az előállítandó fém katódon való kiválásáig fenntartjuk,

f) az anód, a katód és a vezető keret között folyó áramot úgy szabályozzuk, hogy a kiválasztott réteg permeabilitás-karakterisztikája közel konstans.

A fenti eljárást elsősorban titán, cirkónium vagy háfnium előállítására alkalmazzuk. A fenti eljárás során az f) lépés keretében az anód és a vezető keret közötti áramerősséget úgy szabályozzuk, hogy a katódos redukció által a vezető keret anódos térrész felé néző határolófelületén kiválasztott alkálifém- vagy alkáli-földfém kiválási sebessége az előállítandó fém katódos térrészből diffundáló ionjainak fématomokká redukálásához elegendő legyen, és az előállítandó fém ionjainak kiválasztási árama a vezető keret katódos térrésze felé néző határolófelületén kiválasztandó fém anódos kiválasztási árama között egyensúlyi állapot alakuljon ki.

A találmány szerinti eljárás során a b)-f) lépéseket célszerűen a fent ismertetett találmány szerinti összetett elektróda alkalmazásával hajtjuk végre.

A javasolt eljárás előnyös megvalósítási módja szerint az előállítandó fém halogenidjének katódos oldását az extrakciós cellától elválasztott külön cellában végezzük, amely az extrakciós cellával összekötőszelepen keresztül van kapcsolatban, és amelyben az előállítandó fém halogenidjének katódos oldása révén az extrakciós cellába töltött elektrolitot az előállítandó fém ionjaival dúsítjuk, és az eljárás során az alábbi g)-l) lépéseket hajtjuk végre:

g) a külön cellában egy kiválasztó katódot és egy a találmány szerinti kialakítású összetett elektródát rendezünk el,

h) az összetett elektróda anódja és vezető kerete között potenciálkülönbséget hozunk létre és tartunk fenn mindaddig, amíg a vezető keret elektrotátereszttő falfelületein az alkálifém vagy alkáli-földfém felhalmozódik,

i) az összetett elektróda anódja és a kiválasztó katód között megfelelő potenciálkülönbséget hozunk létre, amelynek köszönhetően a részecskék anódosan oldódnak, és az előállítandó fém a vezető keret elektrolitátereszttő falfelületein lerakódik, és

1) a kiválasztó katódhoz az előállítandó fém tetraklorid-ját vezetjük olyan mennyiségben, amely a kiválasztó katódon folyó elektromos árammal sztöchiometrikusan arányos, és így módon az elektrolitot a kívánt értékre dúsítjuk.

A találmány szerinti eljárás egy előnyös változatánál az előállítandó fém halogenidjének katódos oldását az extrakciós cellától elválasztott külön cellában végezzük, amely az extrakciós cellával összekötőszelepen keresztül van kapcsolatban, és amelyben az előállítandó fém halogenidjének katódos oldása révén az extrakciós cellába töltött elektrolitot az előállítandó fém ionjaival dúsítjuk, ahol az előállítandó fém halogenidjének katódos oldását az összetett elektróda segítségével úgy végezzük, hogy az előállítandó fémet az összetett elektróda vezető keretének falain kiválasztjuk, az előállítandó fém tetrakloridját katódáram nélkül az elektrolitfürdőbe viszzük, és az összetett elektróda anódja és vezető kerete közé áramot kapcsolunk, amelynek áramerőssége közelítőleg az elektrolitfürdőbe bevitt fém-tetraklorid áramlással a

{ $2 \text{ Ti}^{3+} + 2\text{e}^- \rightarrow 2 \text{ Ti}^{2+}$ } reakció szerint sztöchiometrikusan arányos áram és az alkálifémnek vagy alkáli-földfémnek kétvegyértékű fémion összetett elektróda vezető keretén való kiválasztásához szükséges mértékű előállításához szükséges áram összegével egyezik meg.

A fenti eljárás adott esetben úgy realizálható, hogy az elektrolitnak az előállítandó fém ionjaival való dúsítását követően az elektrolitban oldott fém ionjainak átlagos vegyértékét oly módon redukáljuk, hogy tetraklorid külön cellába vitele nélkül az összetett elektródára az alkáli-fémnek vagy az alkáli-földfémnek a vezető keret anódos térrész felé néző határolófelületén való kiválasztásához és a háromvegyértékű titánnak a vezető keret katódos térrész felé néző határolófelületén történő kétvegyértékű titánná redukálásához elegendő áramerősségű áramot kapcsolunk.

A találmány szerinti eljárás során az oldási és kiválasztási lépéseket atmoszférikus nyomás alatt végezzük.

A találmány szerinti eljárás során elektrolitként előnyösen nátriumklorid-fürdőt használunk.

A találmányt részletesebben a rajz alapján ismertetjük. A rajzon:

Az 1. ábrán a találmány szerinti összetett elektróda példakénti kiviteli alakját tüntettük fel, függőleges metszetben;

A 2. ábra az 1. ábra szerint vett II-II metszetet mutatja;

A 3-5. ábrákon az 1. ábra szerinti összetett elektróda

részletének - a rácstagok alkotóidomainak - példakénti változatai láthatók nagyított léptékben, metszetben;

A 6. ábra a fém kiválasztását szemléltető vázlat;

A 7. ábrán a találmány szerinti eljárás megvalósítására kialakított berendezés példakénti blokkvázlata látható.

Amint az 1-2. ábrákból kitűnik, a találmány szerinti összetett elektródának az anódot megvalósító vízszintes 1 tagja és függőleges 2 rúdalakú elemei vannak. Az 1 kereszttag és a 2 rúdalakú elemek anyaga előnyösen grafit. A 2 rúdalakú elemek keresztékes kötéssel kapcsolódnak az 1 kereszttaghoz.

A 2 rúdalakú elemeket kosárszerűen 3 vezető keret veszi körül. A 3 vezet keretnek sík 4, 5, 6 és 7 oldalfalai, valamint 8 alaplemeze van. A 3 vezető keret felső része az anód 1 kereszttagját veszi körül, amelytől tűzálló szigetelőanyagból kialakított hasábalakú 9 szigetelőköpenyekkel van elszigetelve. A 6 és 7 oldalfalak, a 8 alaplemez, valamint a 4 és 5 oldalfalak felső részei tűzálló anyagból kialakított 10 szigetelőburkolattal vannak ellátva.

A 3 vezető kerethez mechanikusan és elektromosan 11 konkáv tartó kapcsolódik, amely azonban az anód 1 kereszttagjától elektromosan szigetelve van. A 11 konkáv tartó egyúttal csatlakozóvégződést biztosít a 3 vezető keret elektromos tápellátásához (az egyenirányítót a rajzon nem ábrázoltuk).

Az anód 1 kereszttagjához egy hasonló 12 konkáv tartó kapcsolódik, amely a 3 kerettől elektromosan szigetelve van, az 1 kereszttaghoz viszont elektromosan csatlakozik, és az anód e-

lektromos tápellátásához biztosít csatlakozóvégződést.

A találmány szerinti elektróda előnyösen az EP-A-021 0961 számú európai szabadalmi bejelentésben ismertetett típusú berendezésben használható. Az említett szabadalmi leírásból sóoldék-fürdőben lévő szuszpenzióhoz való elektródák ismerhetők meg, amelyeket hordozótagok hordoznak, és egy pár elektromosan vezető tagból álló elektromos csatlakozóeszközzel rendelkeznek, ahol az elektromosan vezető tagok a sóoldék-fürdőt befogadó olvasztótégely szemközti falaihoz kapcsolódnak.

Amint a fentiekből kitűnik, a példakénti összetett elektróda is tartópárral rendelkezik, amelyet a 11 és 12 konkáv tartók alkotnak. Hangsúlyozzuk ezért, hogy a találmány szerinti elektródaelrendezés szempontjából az elektromos kapcsolatok technikai részleteinek nincs jelentősége.

A 3 vezető keret 4 és 5 oldalfalain egy-egy nyílás van kiképezve, amelyekben 14 alkotóidomok sokaságából felépített 13 rácstagok vannak elrendezve. A 13 rácstagokon belül a 14 alkotóidomok vízszintes sorokban helyezkednek el, és közöttük 15 átvezetőcsatornákat képeznek, amelyek elektrolitáramlást tesznek lehetővé. A 3-5. ábrák három különböző példakénti elrendezést mutatnak, ahol a cserépalakú 14 alkotóidomok a 3. ábra szerint V-keresztmetszettel, a 4. ábra szerint félkörkeresztmetszettel, az 5. ábra szerint pedig ferde helyzetű sík keresztmetszettel vannak kialakítva. A 13 rácstagok az alkálifém vagy alkáli-földfém katódos redukciója nyomán történő lerakódására és felhalmozódására biztosítanak fogadófelületet. Általában különösen előnyös a 3. ábrán látható V-keresztmetszetű 14

alkotóidomokból kialakított elrendezés.

Amint a 2. ábrán látható, a 13 rácstagok anód felé néző oldalához tűzálló anyagból készült 16 kerámiarostpanelek illeszkednek. A 13 rácstagok másik, kifelé néző oldalán 17 rácselemek vannak elrendezve.

Amint a 2. ábrából kitűnik, a 3 vezető keretre kívülről 19 és 20 tartóelemek vannak felszerelve, amelyek között 18 elválasztóelemek vannak rögzítve, és a 19 és 20 tartóelemek között elektrolitzáró tömítést biztosítanak. A 18 elválasztóelemek fémből készülnek és előnyösen oldható kötéssel vannak rögzítve. A 19 és 20 tartóelemek példánk esetében gyűrűalakúak.

A 18 elválasztóelemek előnyösen vékony lemezből készülnek, és anyaguk az előállítandó fém. A 18 elválasztóelemek lezárják a 4 és 5 oldalfalak nyílásait, ezzel az anód rúd alakú elemeit körülvéő sóoldat elektrolitfürdőt elhatárolják, és egyidejűleg megakadályozzák, hogy az anódot körülvéő térrészbe az extrakciós folyamat kezdeti szakaszán kívülről elektrolit szivároгjon be.

A találmány szerinti összetett elektróda a klórképződés során az anódnál keletkezett buborékok okozta szórás korlátozása, és az ebből következően az anód 1 kereszttagján jelentkező elektrolitfelragadás megelőzése érdekében 21 terelőidomokkal rendelkezik. A 12 terelőidomok a 3 vezető keret 4 és 5 falain vannak elrendezve.

A többvegyértékű fém találmány szerinti eljárással történő előállítása, amelyet az alábbiakban a titánelőállítás példán

ján részletesebben ismertetünk, előnyösen a jelen találmány bejelentőjének korábbi, EP-A-021-0961 számú európai szabadalmi bejelentéséből megismerhető berendezésben fogatosítható.

Amint a 7. ábra vázlatosan mutatja, a berendezés 22 olvasztótégelyt tartalmaz, amely 23 külön cellára és 24 extrakciós cellára van kettéválasztva. A 23 külön cella az előállítandó fém tetrakloridjának oldására szolgál, míg a 24 extrakciós cellával a fém titán katódon történő kiválása játszódik le. A 23 külön cella és a 24 extrakciós cella közötti kapcsolatot a 22 olvasztótégely fenekének közelében elrendezett 25 összekötőszelep biztosítja.

Tekintsük először a fém kiválasztásának folyamatát. A 24 extrakciós cellába elektrolitot viszünk be, amely alkálifém- vagy alkáli-földfém-halogenid fürdőből áll, amelyben oldott formában titán is jelen van. Az elektrolit előnyösen nátriumklorid. Nátriumklorid alkalmazásának más elektrolitokkal szemben számos előnyös hatása van, így például egyszerű folyadékszerkezete, amely nem képez a titánkiválasztás mechanizmusát befolyásoló vegyületeket, és amely a 22 olvasztótégely falfelületein az elektrolitfürdő felszine fölött kicsapódva szilárd, tapadó réteget képez, amely a klórgáz korróziós hatásával szemben hatásos védelmet nyújt.

A fémkiválasztás folyamatának indításakor az elektrolitfürdőben a titánkoncentráció előnyösen 3-10 %, és a titánionok átlagos vegyértéke 2,1-nél nem nagyobb.

A 24 extrakciós cellában legalább egy 26 katód és legalább egy találmány szerinti összetett elektróda van elrendez-

ve. Az elektrolitikus kiválasztás indításakor az összetett elektróda 3 vezető kerete 18 elválasztóelemekkel rendelkezik, amelyek titánlemezből vannak kialakítva. A 3 vezető keret belsőjében, az anód környezetében halogénsó olvadékból álló elektrolitfürdő, előnyösen nátriumklorid-olvadék-fürdő van elrendezve, amely nem tartalmaz titánionokat.

Az elektrolit hőmérsékletét előnyösen 800-880 °C-ra állítjuk be. A műveletet atmoszférikus nyomás alatti nyomáson hajtjuk végre.

Miután az összetett elektródát a 24 extrakciós cellában lévő elektrolitfürdőben elhelyeztük, 27 egyenirányítókön keresztül az összetett elektróda anódja és 3 vezető kerete közé az anódpotenciálhoz képest negatív feszültséget kapcsolunk, amelyet úgy állítunk be, hogy a létrehozott áram áramerőssége elegendő legyen az alkálifém vagy alkáli-földfém, adott esetben a nátrium kiválásához a 13 rácstagokon. A 13 rácstagok 14 alkotóidomainak cserépszerű kiképzése elősegíti a fém nátrium lerakódását a lefelé konkáv felületeken, hiszen a nátrium, amely az elektrolitnál könnyebb, az elektrolitban felfelé igyekszik, és így módon a cserépalakú 14 alkotóidomok lefelé néző konkáv felületei alatt mintegy csapdába kerül. Az anód és a 3 vezető keret közötti potenciálkülönbséget addig tartjuk fenn, amíg a 13 rácstagokon tekintélyes mennyiségű nátrium ki nem vált.

Ezt követően az összetett elektróda anódja és a 26 katód közé kapcsolunk feszültséget, ami titán kiválását és egyidejűleg a 18 elválasztóelemek anódos oldódását eredményezi. A 18 elválasztóelemek anódos oldódásának eredményeképpen a 3 vezető

kereten kívüli, titánionokat is tartalmazó elektrolit és a 3 vezető kereten belüli elektrolitfürdő között ionmozgás indul meg, amelynek során Ti^{2+} ionok diffúzióval vándorolnak az anód felé, és a 13 rácstagokon lerakódott nátrium segítségével titán fématommá redukálódnak. Ezen folyamat nyomán porózus réteg formában mikrokristályos lerakódás alakul ki, amely a klórionok vándorlásával szemben áteresztő diafragmaként működik, ugyanakkor a Ti^{2+} titánionok anód felé irányuló diffúzióját nem engedi. A mikrokristályszerkezetű réteget a 7. ábrán 28 hivatkozási szám jelöli.

A 6. ábra vázlatosan mutatja a titánionok vándorlása nyomán képződő 28 mikrokristályszerkezetű réteg kialakulása következtében lejátszódó mechanizmust.

Figyelembe kell venni, hogy a 28 mikrokristályszerkezetű réteg egyidejűleg több folyamat helyszíne, így olyan elektródaaként működik, amely az alábbi funkciókat tölti be:

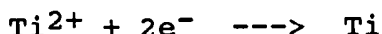
1) a 28 mikrokristályszerkezetű réteg anód felé néző oldala egypólusú katódként működik; a független elektromos tápellátással rendelkező 28 mikrokristályszerkezetű rétegen korlátozott mértékben nátrium rakódik le;

2) a 28 mikrokristályszerkezetű réteg másik oldala ugyancsak egypólusú katódként működik, amelyen az alábbi reakció játszódik le:



miáltal az elektrolit átlagvegyértéke csökken;

3) a 28 mikrokristályszerkezetű réteg belseje ugyancsak monopoláris katódként működik, ahol az alábbi félreakció játszódik le:



ahol finom kristályszerkezetű titán keletkezik;

4) kétpólusú elektródként működik, az anód felé néző határolófelületen korlátozott mennyiségű nátrium keletkezésével és a katód felé néző határolófelületen $\{\text{Ti}^0 \longrightarrow \text{Ti}^{2+}\}$ oxidációval, valamint;

5) diapragmaként működik, amely akadálytalanul engedi az ionáramot megvalósító Cl^{-} ionok vándorlását a katódok és az anódok között, miközben a katód felé néző határolófelületen lényegében tökéletesen kiválasztja a titánionokat, ami a fenti 1) és 4) funkciók által lehetővé vált nátriummal való reakció következtében valósul meg.

Az anód és a katód között létrehozott potenciálkülönbséget továbbra is fenntartjuk, így a titán katódon történő kiválasztását biztosítjuk, és ezzel egyidejűleg az anód és a kristályszerkezetű réteg közötti áramot úgy szabályozzuk, hogy a kristályszerkezetű réteg permeabilitását lényegében konstans értéken tartjuk. Ennek érdekében az anód és a kristályszerkezetű réteg között folyó áram áramerősségét előnyösen úgy szabályozzuk, hogy az anód felé néző határolófelületen olyan lerakódási nátriumáramlást hozunk létre, amely elegendő ahhoz, hogy a katódot körülvevő elektrolitból diffúzió útján a katód felé néző

határolófelületeket elérő Ti^{2+} ionok kiváljanak, és ezáltal a Ti^{2+} ionok redukciója és a katód felé néző határolófelületen a Ti^0 atomok anódos oldódása között lényegében egyensúlyi állapot alakul ki. A már hivatkozott EP-A-021 0961 számú európai szabadalmi bejelentésből megismerhető berendezésben viszonylag egyszerűen megoldható a telített katódok cseréje anélkül, hogy az eljárást meg kellene szakítani.

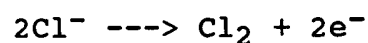
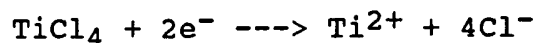
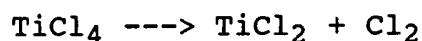
A találmány szerinti eljárás egy további lényeges eleme a 24 extrakciós cellába bebocsátandó elektrolit titánkoncentrációjának növelését célzó művelet, amelynek keretében nyers kiindulási anyagot oldunk. Az oldás folyamata a 23 külön cellában 30 kiválasztó katód segítségével játszódik le, ahol a 30 kiválasztó katód 27 egyenirányítóra csatlakozik. A 30 kiválasztó katód nagyfelületű fémszerkezet, amely a 23 külön cellában lévő elektrolitba merül. Az elektrolitba a 30 kiválasztó katód külső vagy belső környezetében folyékony titán-tetrakloridot adagolunk 29 adagolócsövön keresztül. A 23 külön cellában lévő másik elektróda előnyösen a találmány szerinti összetett elektróda, amely a művelet kezdetekor titán elválasztóelemekkel (18 elválasztóelemek) rendelkezik, és nátriumklorid-olvadék fürdőt foglal magában, amely a 3 vezető kereten belül titánionokat lényegében nem tartalmaz.

Példának okáért induljunk ki fáradt elektrolitból, amelynek titánion-koncentrációja 2% körüli, és átlagos vegyértéke közelítőleg 2,1. Az anód és az összetett elektróda 3 vezető kerete közé feszültséget kapcsolunk, aminek hatására a 24 extrakciós cellában lejátszódó folyamathoz hasonlóan nátrium válik

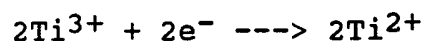
ki. Ezután a 30 kiválasztó katód és az összetett elektróda anódja közé adunk feszültséget és ezáltal titániumréteg kialakulását biztosítjuk.

Ezt követően titán-tetrakloridot vezetünk a 30 kiválasztó katódhoz, olyan mennyiségben, amely a 30 kiválasztó katódon létrehozott elektromos árammal sztöchiometrikus arányban van. A titán-tetrakloriddal így módon az oldatban lévő titánionok koncentrációját a kívánt mértékben, általában mintegy 10% körüli értékre dúsítjuk.

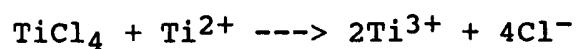
Az oldódás folyamata az alábbi reakciókkal jellemezhető:



Megjegyezzük ezzel kapcsolatban, hogy a katódos folyamat magában foglalja a Ti^{3+} ion alábbi reakcióját:

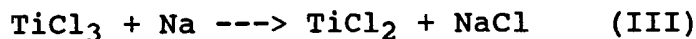


ahol a Ti^{3+} ion az alábbi kémiai reakcióban vesz részt:

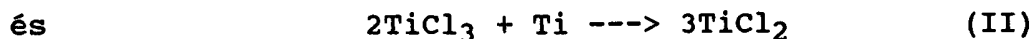
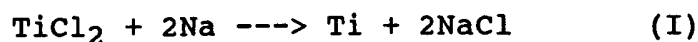


Az első lépés után, amelynek során az elektrolitban oldott titán koncentrációja növekedett, előnyös az oldott titánionok átlagvegyértékének redukálása érdekében egy "kilagyítási művelet" segítségével, a titán-tetraklorid adagolásának leállításával, és a 30 kiválasztó katódra adott áram csökkentésével, valamint az összetett elektródán az anód és a mikrokristályszerkezetű réteg között folyó áram áramerősségének szabályozásával egy további redukciót végrehajtani, és "a közbenső elektróda" katód felé néző határolófelületén a háromvegyértékű titánion kétvegyértékű állapotba történő redukálását folytatni. A fenti művelet során az összetett elektróda anódja és vezető kerete között folyó áram áramerősségét csak annyira csökkentjük, hogy a nátriumnak az anód felé néző határolófelületen fémalakban való kiválását fenntartsuk.

A fenti művelet során az anód környezetében keletkezett klór távozik, és az összetett elektróda bipoláris titánelektrodájában termelt nátrium reakcióba lép a magas vegyértékű elektrolittal az alábbi reakció szerint:



vagy méginkább:



Adott esetben feltételezhető, hogy a katódos határolófelület magas redukciós hatékonysága a Ti^{3+} ion közbenső bipoláris titánelektrodára érkező elektronokkal való közvetlen reakciójának köszönhető, amely az energia szempontjából nézve sokkal kedvezőbb, mint a fémes nátrium lerakódása, a legnagyobb ellenállású áramútvonal konfiguráció ellenére.

Az átítatási művelet után nemcsak arra van lehetőség, hogy a fenti (II) reakció 825 C°-on 2,07 átlagvegyérték mellett lejátsszódjon, hanem a $\{Ti^{3+} + e^- \rightarrow Ti^{2+}\}$ reakció folytatására is, és így módon lehetővé válik 2,00 és 2,07 értékek közötti átlagvegyérték elérése egyensúlyi állapot nélkül.

Az oldódási művelet befejeződése és az elektrolitfürdőben kívánt átlagvegyérték elérése után a 25 összekötőszelepet nyitjuk, és nyitva tartjuk addig, amíg a 23 külön cellában és a 24 extrakciós külön cellában lévő elektrolitok homogén módon keverednek.

Az eljárás egy változata szerint az oldás folyamata elvégezhető a 30 kiválasztó katódra kapcsolt áram nélkül, a találmány szerinti összetett elektróda alkalmazásával, amelyre az anód és a közbenső bipoláris titánelektroda (vagyis a 3 vezető keret) közé olyan áramot kapcsolunk, amely az alábbi két áramösszetevő összegével egyezik meg:

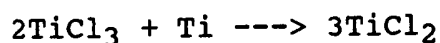
a) az első áramösszetevő a 23 külön cellában lévő elektrolitba bevitt tetrakloridáramlással a $\{2Ti^{3+} + 2e^- \rightarrow 2Ti^{2+}\}$ reakció szerint sztöchiometrikusan arányos áram, és

b) a másik áramösszetevő kétvegyértékű fémion kiválasztásához, példánk esetében a $\{Ti^{2+} + Ti^0\}$ kiválasztáshoz szükséges

mértékű alkálifém- vagy alkáli-földfém előállításához, példánk esetében nátriumelőállításához szükséges áram.

Az eljárás ez utóbbi változatánál a 30 kiválasztó katód elhagyható, elegendő a befecskendezéshez használt 29 adagolócső alkalmazása. Ami a találmány szerinti összetett elektróda titánlemezből készült 18 elválasztóelemeinek oldódási folyamatát illeti, a 30 kiválasztó katód hiányában a katódos áram a 22 olvasztótégely fémfalára kapcsolható, így módon a részecskék anódos oldása megvalósítható.

Az elektrolitban oldott titánionok átlagvegyértékének redukálására irányuló műveletet a találmány egy előnyös változata szerint úgy valósíthatjuk meg, hogy a $TiCl_4$ és $TiCl_3$ komponenseket tartalmazó elektrolitot, amelynek átlagvegyértéke 2,1-nél nagyobb, spontán reagáltatjuk fémes titánnal, amelyet például öntési hulladékként, vagy a 24 extrakciós cellából recirkuláltatva nyerünk, ahol a spontán reakció elektromos áram nélkül, az alábbiak szerint játszódik le:



A fenti művelet időtartama előnyösen 12 és 16 óra között van.

Összefoglalva tehát a találmány szerinti eljárás keretében az alábbi műveleteket hajtjuk végre:

- 1) A fém titánt tartalmazó elektrolitfürdőt befogadó külön cellában:

a) mintegy 8 órán keresztül titán-tetrakloridot injektálunk az elektrolitfürdőbe, miközben a 23 külön cella és a 24 extrakciós cella közötti 25 összekötőszelepet zárva tartjuk;

b) kb. 16 órán keresztül elektromos áram alkalmazása nélkül folytatjuk az "áztatást", ahol az utolsó két órában a 25 összekötőszelepet nyitjuk.

2) A fém titánt nem tartalmazó elektrolitfürdőt befogadó külön cellában:

a) mintegy 16 órán keresztül tetrakloridot injektálunk az elektrolitfürdőbe, miközben a 25 összekötőszelepet zárva tartjuk;

b) az "áztatást" mintegy 8 órán keresztül végezzük, miközben az összetett elektróda bipoláris titánelektrodájára vagyis 3 vezető keretére csökkentett erősségű áramot adunk, és az utolsó két órában a 25 összekötőszelepet nyitjuk.

Lehetőség van a kiválasztás és az oldás egyidejű végrehajtására, úgy, hogy a 23 külön cella és a 24 extrakciós cella közötti elektrolitáramlást biztosítjuk, és a katódos oldódás paramétereit, így különösen a halogenid adagolását, valamint az elektródákra kapcsolt áramot úgy szabályozzuk, hogy a kívánt koncentrációt és átlagvegyértéket az előírt értékeken tartsuk.

Példa:

Titánt állítunk elő lényegében az EP-A-021 0961 számú európai szabadalmi bejelentésben ismertetett berendezés segítségével, ahol az olvasztótégely extrakciós cellára és egy ettől

elválasztott külön cellára van felosztva. Az extrakciós cellában hat vas katód helyezkedik el, amelyek mindegyike 2 m^2 felülettel rendelkezik, továbbá öt találmány szerinti összetett elektróda van elrendezve, amelyek titán elválasztóelemekkel vannak ellátva. Az összetett elektróda vezető keretének belsejébe nátriumklorid elektrolitfürdőt viszünk be. A külső elektrolitfürdő nátriumkloridot és 5 t% titántartalmú titánkloridot tartalmaz.

Induláskor közelítőleg 4000 A/m^2 erősségű áramot kapcsolunk az extrakciós cellában elhelyezett összetett elektróda katódos felületére, és ezt az áramot mintegy egy órán keresztül tartjuk, majd a katódokra 1500 A/m^2 , az összetett elektróda katódos felületére 500 A/m^2 erősségű áramot kapcsolunk, ugyanakkor az összetett elektróda anódja és katódja között 6,5 V feszültséget, anódja és közbenső elektródája (bipoláris titánelektrodája) között pedig 5,5 V feszültséget hozunk létre.

A külön cellában három kiválasztó katód van elrendezve, amelyek egyenként 2 m^2 felületűek, továbbá két találmány szerinti összetett elektróda van, amelynek katódos felületére az eljárás kezdetekor 4000 A/m^2 erősségű áramot adunk, és ezt egy órán keresztül tartjuk fennt. A külön cellát az extrakciós cellával egyidejűleg indítjuk. Ezt követően a kiválasztó katódokra 2500 A/m^2 erősségű áramot kapcsolunk, az összetett elektróda bipoláris titánelektrodájának katódos felületére pedig 500 A/m^2 erősségű áramot adunk. Az összetett elektróda anódja és katódja között 6 V feszültséget, anódja és bipoláris titánelektrodája között 5,5 V feszültséget létesítünk, miközben óránként 33,5 kg

tömegű TiCl_4 titánkloridot adagolunk.

12 óra elteltével közelítőleg 12 kg titán válik ki a katódokon, amely - áztatás után - az alábbi táblázat által jellemezhetőségű minőségű.

TÁBLÁZAT

TITÁN ELEKTROLITIKUS KIVÁLASZTÁSÁNAK ANALÍZISE
Szennyeződéskonzentráció (ppm-milliomodrészecske)

<u>Szennyezőelem</u>	<u>Hagyományos érték</u>	<u>Találmány szerinti eljárással megvaló- sított érték</u>
Oxigén	650	390
Nitrogén	35	25
Szén	85	50
Klór	1400	160
Vas	200	50
Hidrogén	325	217
Alumínium	100	50
Vanádium	100	50
Magnézium	100	50
Nikkel	100	50
Króm	100	50
Molibdén	100	50
Ón	100	50
Réz	100	50
Szilícium	100	50
Cirkónium	100	50
Bór	100	30
Ittrium	100	10
Magnézium	100	10
Nátrium	1100	100
Foszfor	30	30
Brinell keménység:	90/100	85/86

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1.) Összetett elektróda többvegyértékű fém elektrolitikus úton történő előállítására, amelynek legalább egy anódja, és az anódtól elektromosan szigetelt vezető kerete van, az anód(ok)/ és a vezető keret elektromos csatlakozóval van/nak/ ellátva, a vezető keret az anódo/ka/t kosárszerűen körülveszi, és az anódok felé néző, katódosan kiválasztott fémrészecskéket felvevő és elektrolitáteresztő falfelületekkel rendelkezik, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a vezető keret (3) falaihoz (4, 5) kapcsolódó tartóeleme/i/ (19, 20) van/nak/, amely/ek/ben az elektrolitáteresztő falfelületekkel szomszédos helyzetű elválasztóelemek (18) vannak rögzítve, amelyek a vezető kereten (3) belül az előállítandó fémet nem tartalmazó elektrolitfürdőt befogadó térrészt határolnak, és az elektrolitfürdőt a vezető keret (3) belsejétől az elektrolitáteresztő falfelületek mentén elektrolitzáróan elválasztják, ahol az elválasztóelemek (18) az összetett elektróda adott üzemi körülményei között anódos oldódásra képes fémből vannak kialakítva.

2.) Az 1. igénypont szerinti összetett elektróda, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az elektrolitáteresztő falfelületeket rácstagok (13) alkotják, amelyek cserépformájú alkotóidomokból (14) épülnek fel, amelyek vízszintes sorokban vannak elrendezve, és az elektrolit számára áteresztőcsatornákat képeznek.

3.) A 2. igénypont szerinti összetett elektróda,
a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a cserépformájú alkotóidomok (14) V-keresztmetszetűek.

4.) Az 1-3. igénypontok szerinti összetett elektróda,
a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az anód rúdalakú elemekből (2) és a rúdalakú elemekre (2) merőleges helyzetű kereszttagból (1) épül fel, és a kereszttag (1) végeit a kereszttaggal (1) elektromos összeköttetésben lévő első konkáv tartó (12) és a kereszttagtól elektromosan szigetelt, a vezető kerethez (3) elektromosan kapcsolódó második konkáv tartó (11) veszi fel.

5.) Az 1-4. igénypontok szerinti összetett elektróda,
a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a vezető keret (3) falainak (4, 5, 6, 7) befelé néző falfelületeire terelődőidomok (21) vannak szerelve.

6.) Eljárás többvegyértékű fém elektrolitikus úton történő előállítására, amelynek során

- az előállítandó fém halogenidjeit alkálifém- vagy alkáli-földfém-halogenid elektrolit olvadékban katódosan oldjuk, és

- a fémet elektrokémiai extrakcióval kiválasztjuk, olyan extrakciós cellában, amely legalább egy anódot, legalább egy katódot és közbelső elektródként működő vezető keretet foglal magában, amely az anódot körülvéve anódos térrészt és katódos

térrészt határoz meg, ahol a vezető keret az elektrolittal szemben permeábilis és a katódosan kiválasztott fémréteget felvevő elektrolitáteresztő falfelületekkel rendelkezik, amelyek az anódos és katódos térrészek közötti ionvándorlást engedik, de az előállítandó fém ionjainak áthatolását korlátozzák, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az eljárás során az alábbi a) - f) lépéseket hajtjuk végre:

a) az extrakciós cellába (24) az előállítandó fém ionjait oldatban tartalmazó elektrolitot töltünk,

b) a vezető keretbe (3) az előállítandó fém ionjait számottevő mennyiségben nem tartalmazó alkálifém- vagy alkáli-földfém-halogenid fürdőt hozunk létre, amelyet az elektrolitáteresztő falfelületek anódos oldódására képes fémrészecskék által történő elektrolitzáró szigetelésével zárunk le,

c) az anód és a vezető keret (3) közé táplált elektromos árammal az alkálifémet vagy alkáli-földfémet a vezető keret (3) elektrolitáteresztő falfelületein kiválasztjuk, és az áramot egy előre meghatározott fémmennyiség felhalmozódásáig fenntartjuk,

d) az anód és a katód (26) közé táplált elektromos árammal az előállítandó fémet a katódon (26) kiválasztjuk és egyidejűleg a fémrészecskéket anódosan oldjuk, ezáltal az előállítandó fém ionjait a katódos térrészből az anódos térrészbe diffundáljuk, miközben az előállítandó fémet ionjainak az alkálifémmel vagy az alkáli-földfémmel való redukálása révén a vezető keret (3) elektrolitáteresztő falfelületein kiválasztjuk,

e) az anód és a katód (26) közé kapcsolt áramot az előállítandó fém katódon (26) való kiválásáig fenntartjuk,

f) az anód, a katód (26) és a vezető keret (3) között folyó áramot úgy szabályozzuk, hogy a kiválasztott réteg permeabilitás-karakterisztikája közel konstans.

7.) A 6. igénypont szerinti eljárás,
a z z a l j e l l e m e z v e , hogy titán, cirkónium vagy háfnium előállítására használjuk.

8.) A 6. vagy 7. igénypont szerinti eljárás,
a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az f) lépés keretében az anód és a vezető keret (3) közötti áramerősséget úgy szabályozzuk, hogy a katódos redukció által a vezető keret (3) anódos térrész felé néző határolófelületén kiválasztott alkálifém vagy alkáli-földfém kiválási sebessége az előállítandó fém katódos térrészből diffundáló ionjainak fématomokká redukálásához elegendő legyen, és az előállítandó fém ionjainak kiválasztási árama a vezető keret (3) katódos térrésze felé néző határolófelületén kiválasztandó fém anódos kiválasztási árama között egyensúlyi állapot jöjjön létre.

9.) A 6-8. igénypont szerinti eljárás,
a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a b)-f) lépéseket az 1-5. igénypontok bármelyike szerinti összetett elektródával hajtjuk végre.

10.) A 6-9. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az előállítandó fém halogenidjének katódos oldását az extrakciós cellától (24) elválasztott külön cellában (23) végezzük, amely az extrakciós cellával (24) összekötőszelepen (25) keresztül van kapcsolatban, és amelyben az előállítandó fém halogenidjének katódos oldása révén az extrakciós cellába (24) töltött elektrolitot az előállítandó fém ionjaival dúsítjuk, ahol az eljárás során a következő g)-1) lépéseket hajtjuk végre:

g) a külön cellában (23) kiválasztó katódot (30) és az 1-5. igénypontok bármelyike szerinti összetett elektródát rendezünk el,

h) az összetett elektróda anódja és vezető kerete (3) között potenciálkülönbséget hozunk létre és tartunk fenn addig, amíg a vezető keret (3) elektrolitáteresztő falfelületein az alkálifém vagy alkáli-földfém felhalmozódik,

i) az összetett elektróda anódja és a kiválasztó katód (28) között megfelelő potenciálkülönbség létrehozásával a ré-szecskeket anódosan oldjuk, és az előállítandó fém a vezető keret (3) elektrolitáteresztő falfelületein lerakódik, és

l) a kiválasztó katódhoz (30) az előállítandó fém tetra-kloridját vezetjük a kiválasztó katódon (30) folyó elektromos árammal sztoichiometrikusan arányos mennyiségben, és így módon az elektrolitot előre meghatározott értékre dúsítjuk.

11.) A 6-9. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az előállítandó fém halogenidjének katódos oldását az extrakciós cellától (24) elválasztott külön cellában (23) végezzük, amely az extrakciós cellával (24) összekötőszelepen (25) keresztül van kapcsolatban, és amelyben az előállítandó fém halogenidjének katódos oldása révén az extrakciós cellába (24) töltött elektrolitot az előállítandó fém ionjaival dúsítjuk, ahol az előállítandó fém halogenidjének katódos oldását az 1-5. igénypontok bármelyike szerinti összetett elektróda segítségével úgy végezzük, hogy az előállítandó fémet az összetett elektróda vezető keretének (3) falain kiválasztjuk, az előállítandó fém tetrakloridját katódáram nélkül az elektrolitfürdőbe visszük, és az összetett elektróda anódja és vezető kerete (3) közé áramot kapcsolunk, amelynek áramerőssége közelítőleg az elektrolitfürdőbe bevitt fém-tetraklorid áramlással a $\{2 \text{Ti}^{3+} + 2\text{e}^- \rightarrow 2 \text{Ti}^{2+}\}$ reakció szerint sztöchiometrikusan arányos áram és az alkálifémnek vagy alkáli-földfémnek kétvegyértékű fémion összetett elektróda vezető keretén (3) való kiválasztásához kellő mértékű előállításához szükséges áram összegével egyezik meg.

12.) A 10. igénypont szerinti eljárás, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az elektrolitnak az előállítandó fém ionjaival való dúsítását követően az elektrolitban oldott fém ionjainak átlagos vegyértékét oly módon redukáljuk, hogy tetrakloridnak a külön cellába (23) vitele nélkül az összetett elektródára az alkálifémnek vagy alkáli-földfémnek

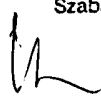
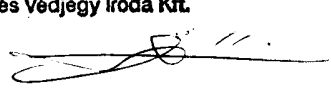
a vezető keret (3) anódos térrész felé néző határolófelületén való kiválasztásához és a háromvegyértékű titánnak a vezető keret (3) katódos térrész felé néző határolófelületén történő kétvegyértékű titánná redukálásához elegendő áramerősségű áramot adunk.

13.) A 6-12. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az oldási és kiválasztási műveleteket az atmoszférikus nyomás alatt hajtjuk végre.

14.) A 6-13. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy elektrolitként nátriumklorid-fürdőt használunk.

A meghatalmazott:

DANUBIA
Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.

33 oldal
+ 4 oldal rajz

37 oldal

Lados Imre

HIVATKOZÁSI SZÁMOK JEGYZÉKE

- 1 kereszttag
- 2 rúdalakú elemek
- 3 vezető keret
- 4 oldalfal
- 5 oldalfal
- 6 oldalfal
- 7 oldalfal
- 8 alaplemez
- 9 szigetelőköpenyek
- 10 szigetelőburkolat
- 11 konkáv tartó
- 12 konkáv tartó
- 13 rácstagok
- 14 alkotóidomok
- 15 átvezetőcsatornák
- 16 kerámiarost panel
- 17 rácselemek
- 18 elválasztóelemek
- 19 tartóelemek
- 20 tartóelemek
- 21 terelőidomok
- 22 olvasztótégely
- 23 külön cella
- 24 extrakciós cella
- 25 összekötőszelep
- 26 katód
- 27 egyenirányító
- 28 mikrokristályszerkezetű réteg
- 29 adagolócső
- 30 kiválasztott katód

//

A

2597/89

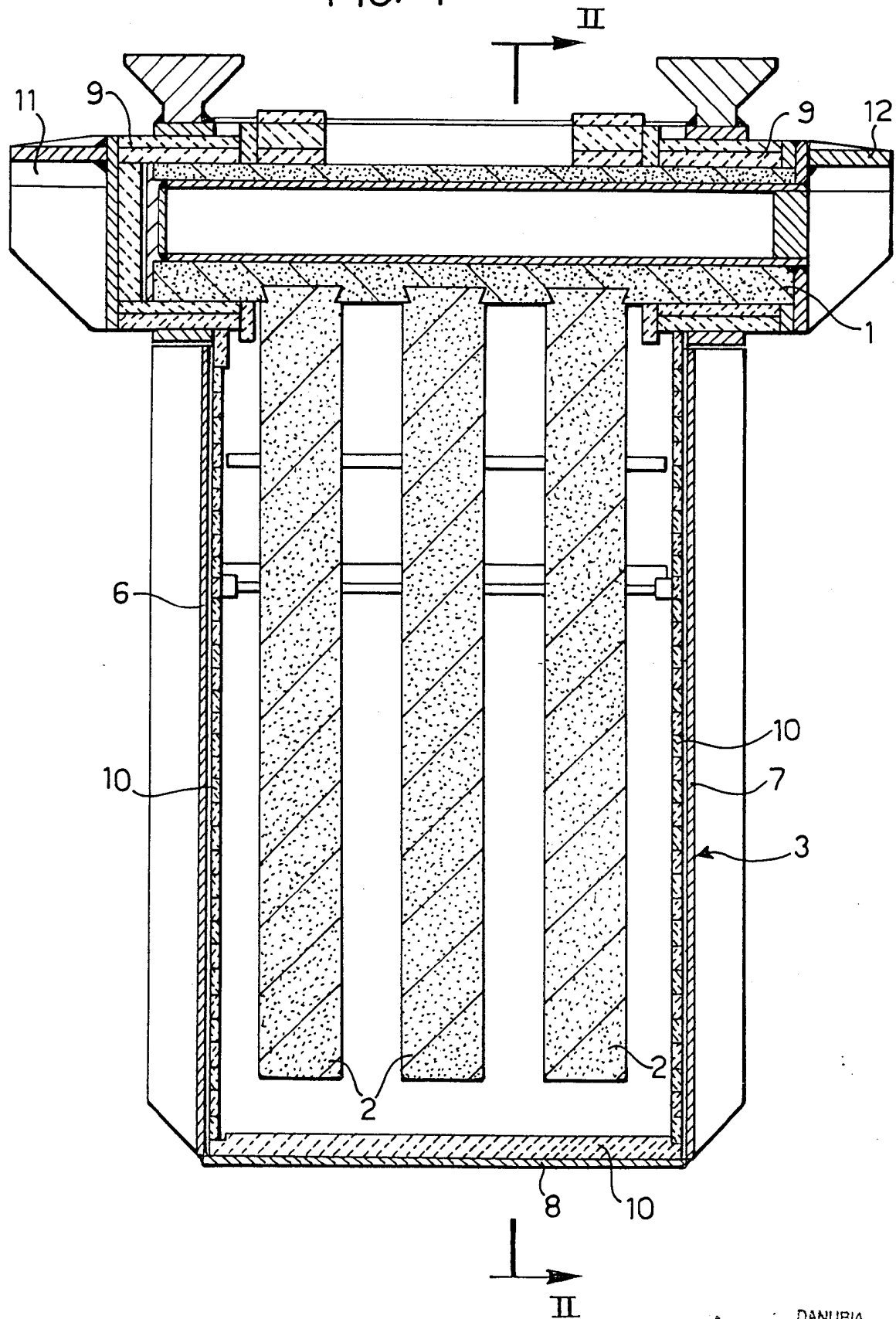
KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

27733

4/1

58830

FIG. 1



2597/89

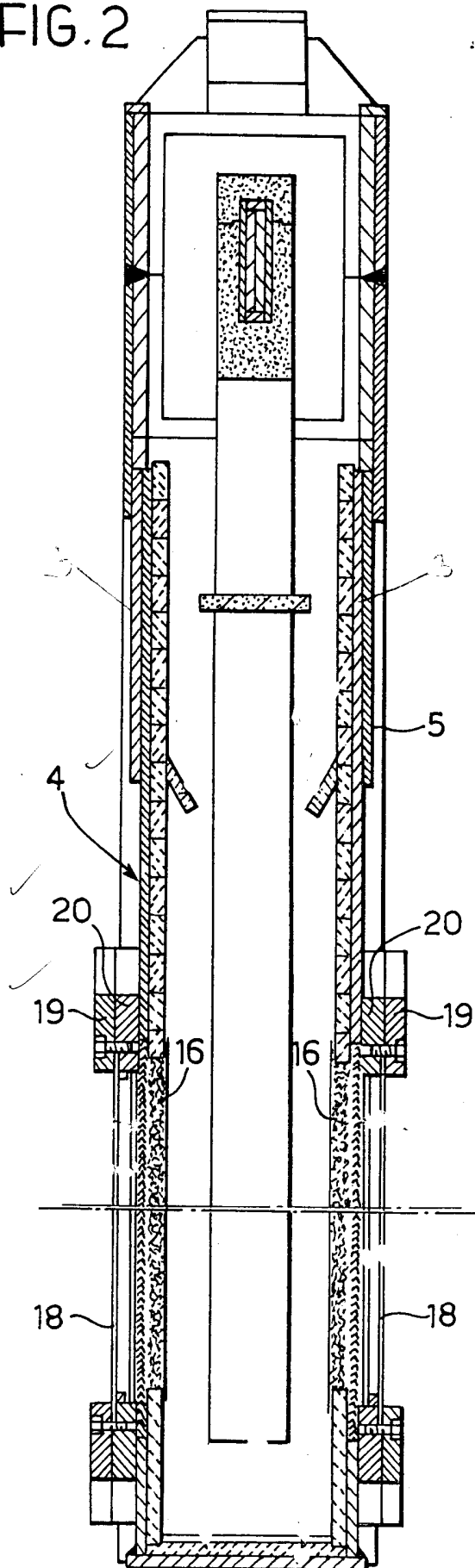
27780

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

4/2

58831

FIG. 2



DANUBIA
Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.

2597/89

A

27783

4/3

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

FIG. 7

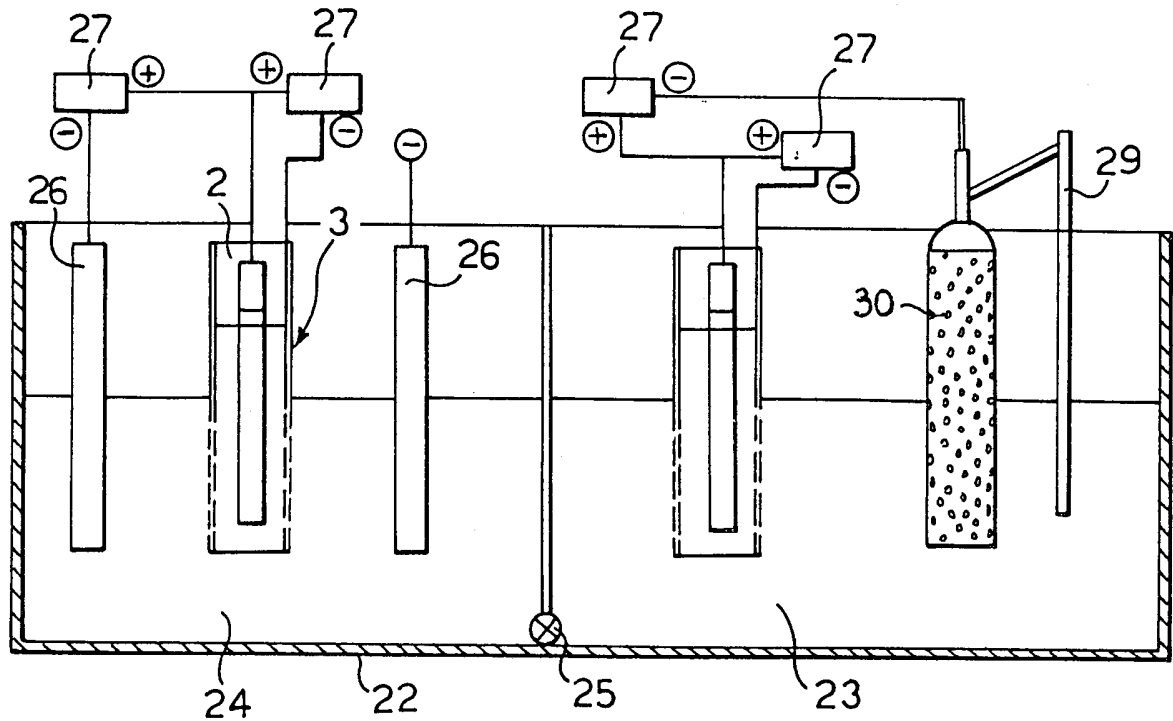


FIG. 3

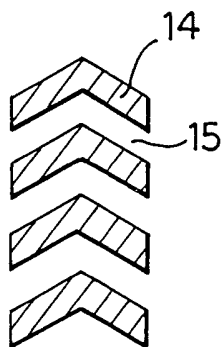


FIG. 4

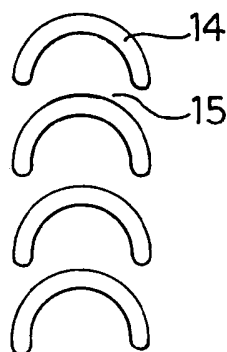
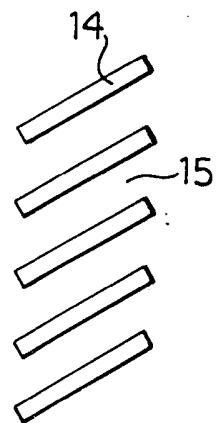


FIG. 5



27793

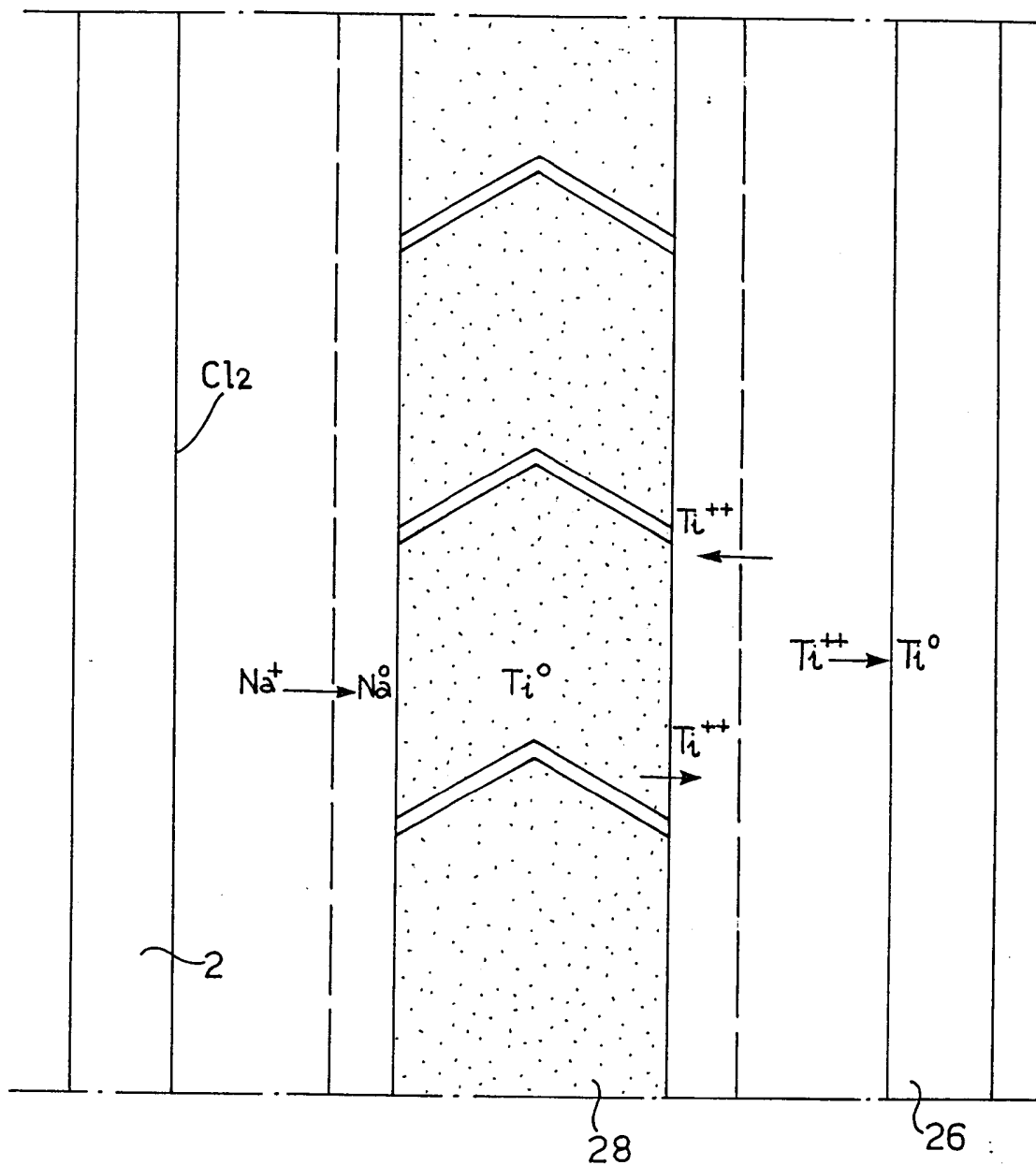
2597/86

4/4

A

FIG. 6

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY



kl