



УКРАЇНА

(19) UA (11) 25407 (13) U

(51) МПК (2006)

C22B 9/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ РАФІНУВАННЯ ПОРОШКУ КОБАЛЬТУ

1

(21) u200702982

(22) 21.03.2007

(24) 10.08.2007

(46) 10.08.2007, Бюл. № 12, 2007 р.

(72) Зайченко Віктор Миколайович, Давидян Карен Генріхович, Колбасов Геннадій Якович, Давидян Артур Карені, Краснов Юрій Степанович, Кулик Тетяна Анатоліївна

(73) ІНСТИТУТ ЗАГАЛЬНОЇ ТА НЕОРГАНІЧНОЇ ХІМІЇ НАН УКРАЇНИ, ТОВАРИСТВО З ОБМЕЖЕНОЮ ВІДПОВІДАЛЬНІСТЮ "МЕТАЛОКЕРАМ", ДЕРЖАВНИЙ УКРАЇНСЬКИЙ НАУКОВО-

2

ДОСЛІДНИЙ ІНСТИТУТ ФАРФОРО-ФАЯНСОВОЇ ПРОМИСЛОВОСТІ МІНПРОМПОЛІТИКИ УКРАЇНИ
(57) Спосіб рафінування порошку кобальту шляхом його розчинення у соляній кислоті, осадження у вигляді важкорозчинної сполуки і подальшого його термічного розкладу, який відрізняється тим, що залізо (II) окислюють 1,5...2,0-кратним надлишком пероксиду водню, а кобальт осаджують 10...30%-вим надлишком оксалату амонію або щавелевої кислоти при температурі $80\pm 10^\circ\text{C}$ з подальшим термічним розкладом оксалату кобальту в середовищі азоту при температурі $750\pm 20^\circ\text{C}$.

Корисна модель відноситься до гідрометалургії, зокрема до рафінування металів хімічним способом.

Відомий спосіб вилучення кобальту, з металізованих матеріалів мокрої очистки від заліза, з одержанням як продукту порошку кобальту [1].

Недоліком способу є необхідність нейтралізації кислого розчину видужуванням содою, та немінуче при цьому забруднення порошку кобальту натрієм. Крім того, залізо осаджують у вигляді гідроксиду $\text{Fe}(\text{OH})_3$, що важко фільтрується, а в процесі розчину виділяються оксиди азоту, які шкідливо впливають на навколишнє середовище.

Відомий також спосіб одержання порошків кобальту із забруднених кобальтових катодів [2].

В цьому способі для осадження заліза і марганцю використовують хлорат та гіпохлорит натрію, каустичну і кальциновану соду. Тут також фільтрування гідроксиду заліза (III) завдає відомі труднощі, а порошок кобальту немінуче забруднюється натрієм.

Відома також загальна практика в гідрометалургії кобальту - очищення його від заліза з використанням вапна, а як окисник - кисень повітря [3].

Недоліком цих способів є забруднення кобальту кальцієм, тривалість процесу окислення заліза (до 8 годин) та низьке використання кисню повітря (не більше 10%)

В основу запропонованої корисної моделі поставлене завдання очищення забрудненого кобальту з одержанням особо чистого дрібнодисперс-

ного порошку, спрощення та прискорення процесу рафінування.

Поставлене завдання вирішується тим, що в способі рафінування порошку кобальту, шляхом його розчину в соляній кислоті і наступному очищенні від заліза та інших домішок, як окисник заліза використовується пероксид водню, а осадження кобальту здійснюють оксалатом амонію або щавелевою кислотою.

Це дозволяє осадити кобальт із кислого розчину, і при цьому не використовувати нейтралізуючі речовини у вигляді вапна і каустичної або кальцинованої соди. При цьому залізо (III) утворює міцний комплекс з оксалат - іоном і залишається в розчині. Оксалат кобальту практично не сорбірує домішки, створює дрібнокристалічний добре фільтрівний осад. При подальшому термічному розкладанні оксалату кобальту при температурі $750\pm 20^\circ\text{C}$ в середовищі азоту одержують особливо чистий дрібнокристалічний металевий порошок кобальту.

Запропонований спосіб, у порівнянні з наведеними вище, має такі переваги. Під час його здійснення не використовуються речовини, які містять натрій або кальцій і порошок кобальту не забруднюється цими металами, виключається операція нейтралізації розчину. Окислення заліза (II) виконується перексидом водню, а не гіпохлоритом натрію, що також виключає забруднення кінцевого продукту. Крім того, процес при цьому потребує на порядок менше часу, ніж при аерації розчину повітрям.

(13) U

(11) 25407

(19) UA

Виключена операція осадження та фільтрації гідроксиду заліза (III), що має погану фільтрацію, і, як наслідок, втрата кобальту за рахунок адсорбції гідроксидом заліза. Під час термічного розкладу оксалату кобальту не потрібно використовувати водень як відновник, достатньо ведення процесу в захисному середовищі, наприклад, азоту.

Процес максимально спрощений, а його здійснення не супроводжується виділенням шкідливих для навколишнього середовища речовин. Не потребує використання дефіцитних матеріалів.

Приклад 1. Наважку порошку забрудненого кобальту, вагою 10г, що містить 3,5% заліза, розчинили у 85мл розчину HCl (1:1). Це становить 20%-вий проти стехіометрії надлишок HCl.

Процес проводили при температурі 20°C з механічним перемішуванням, до повного розчину порошку. До цього розчину додали 2,5мл 30%-ного розчину пероксиду водню (двократний надлишок), змішали та витримали 30хв. (розчин 1).

Потому в гарячій воді розчинили 16,7г оксалату амонію (розчин 2), що також становить 20%-вий надлишок проти стехіометрії і цей розчин влили в підігрітий до температури 80±10°C розчин 1.

Осад оксалату кобальту, що випав, профільтрували на нутч - фільтрі, промили три рази в теплій воді та висушили при температурі 120±5°C протягом 30хв.

Осад, що отримали, термічно розклали в середовищі азоту при температурі 750±20°C протягом 2х годин. Кінцевий продукт - дрібнодисперсний особливо чистий порошок кобальту.

Приклад 2. Те саме, що в прикладі 1, але процес розчину кобальту проводили при температурі 50±5°C.

Приклад 3. Те саме, що в прикладі 2, але використовували 30%-вий надлишок оксалату амонію.

Приклад 4. Те саме, що в прикладі 2, але використовували 10%-вий надлишок оксалату амонію.

Приклад 5. Те саме, що в прикладі 2, але замість оксалату амонію додали 25,7г щавелевої кислоти (20%-вий надлишок проти стехіометрії).

Дані прикладів 1-5 та результати спектрального і атомно - адсорбційного аналізів вихідного і отриманих зразків зведені в Таблицю.

З даних Таблиці видно, що запропонований пер оксидно - оксалатний спосіб дозволяє очистити порошок кобальту від заліза до тисячної і менше долі проценту. Це саме відноситься і до інших домішок, що дозволяє віднести продукт до особливо чистих речовин.

Особливо треба підкреслити відсутність забруднення по натрію завдяки використанню в процесі переділу речовин, що не містять в собі натрію. Крім того, досягненням способу є виключення використання водню під час термічного розкладу оксалату кобальту, так як необхідний відновник (монооксид вуглецю) виділяється в процесі його розкладу, інертне середовище при цьому підтримується за допомогою азоту.

Спосіб рентабельний навіть у випадку переробки товарних порошоків кобальту ПК-Іу, ПК-1, ПК-2 (ГОСТ 9721-79) на особливо чистий порошок кобальту.

Таблиця

№з/п	Компонент - осаджувач	Надлишок осаджувача, %	Температура розчинення, °C	Домішки, %				
				Fe	Ni	Si	Na	Cu
0 ^{*)}	-	-	-	3,5	≤ 0,01	0,01	0,04	0,03
1 ^{**)}	(NH ₄)C ₂ O ₄	20	20	<0,01	Так само	≤ 0,001	Не виявлено	Сліди
2	Так само	20	50±5	<0,01	Так само	Сліди	Так само	Сліди
3	Так само	30	50±5	<0,005	Так само	Сліди	Так само	Сліди
4	Так само	10	50±5	<0,005	Так само	Сліди	Так само	Сліди
5	H ₂ C ₂ O ₄	20	50±5	<0,005	Так само	Сліди	Так само	Сліди

*)0 - вихідний зразок;

**) 1-5 - нумерація дослідів, яка відповідає номерам прикладів у тексті опису.

Джерела інформації

1. И. А. Курочкина, М. Л. Поляков, А. С. Самсонов // Цветные металлы. 2002. - №10. - С.28-30.

2. A. S. Hester, A. D. Mitchell, R. W. Ress //Industrial and Engineering Chemistry, 1960. - V. - 52. - P.-94-100.

3. И. Д. Резник, С. И. Соболев, В. М. Худяков. Кобальт, т.2, М.: Металлургия, 1995 - 469с - с.70-73.