



УКРАЇНА

(19) UA (11) 41816 (13) U
(51) МПК (2009)
B22F 9/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ МЕТАЛЕВИХ ПОРОШКІВ

1

2

(21) u200815270

(22) 30.12.2008

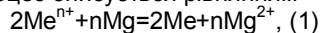
(24) 10.06.2009

(46) 10.06.2009, Бюл.№ 11, 2009 р.

(72) ЗНАК ЗЕНОВІЙ ОРЕСТОВИЧ, КУРИЛЕЦЬ
ОКСАНА ГРИГОРІВНА, ГЕЛЕСЬ АНДРІЙ БОГДА-
НОВИЧ(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ЛЬВІВСЬКА
ПОЛІТЕХНІКА"(57) Спосіб одержання металевих порошків, що
включає відновлення металів з розчинів їх солей
магнієм при перемішуванні, відділення їх від роз-
чину, промивання, висушування, який **відрізня-**
ється тим, що відновлення здійснюють у закритій
системі.

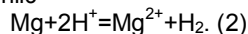
Корисна модель відноситься до технології одержання металевих порошків відновленням сполук металів з розчинів за допомогою газоподібних відновників і може бути використаний в порошковій металургії та радіоелектроніці, для виготовлення електричних джерел струму, каталізаторів, магнітних матеріалів.

Відомий спосіб одержання металевих порошків відновленням металів з розчинів їх солей магнієм при перемішуванні з подальшим відділенням їх від розчину, промиванням і висушуванням (Пат. №63066 А, Україна, МПК С 22 В 11/00, В 22 F 9/24. Спосіб одержання дисперсних металевих порошків. Від 15.01. Бюл. №1, 2004). Процес описується рівнянням

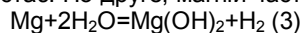


де Me^{n+} - катіон менш електронегативного, порівняно з магнієм, металу, який відновлюється.

Але витрата магнію, який застосовують у вигляді порошку, скрапу, стружки тощо, в 3...5 разів більша, ніж потрібно за стехіометрією реакції (1), що зумовлено декількома причинами. По-перше, солі металів у водному середовищі гідролізують з утворенням протонів водню, на взаємодію з якими витрачається значна кількість магнію



При цьому утворюється газоподібний водень, який виводиться із апарату, а рН водного розчину зростає. По-друге, магній частково реагує з водою



з виділенням газоподібного водню та утворенням малорозчинного гідроксиду магнію. Швидкість реакції (3) зростає в міру зменшення кислотності, тобто збільшення рН, за рахунок реакції (2). Тому частина магнію вкривається шаром малорозчинного гідроксиду, який блокує вільний метал. При

цьому частина магнію залишається невикористаною. Перебіг реакції (3) призводить до того, що частинки металу, який відновився за реакцією (1), забруднені малорозчинним магнію гідроксидом. Для очищення відновленого металу від магнію гідроксиду та непрореагованого магнію його необхідно промивати розчином кислоти. Чим більша кількість магнію гідроксиду утвориться, а металевий магнію не прореагує, тим більшу кількість кислоти необхідно використати для одержання кондиційних порошків металів. При цьому можлива втрата деякої частини відновленого металу при взаємодії з кислотою, а собівартість отриманого продукту зростає.

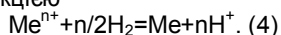
В основу корисної моделі поставлено завдання створити такий спосіб одержання металевих порошків, в якому нові умови здійснення відновлення іонів металів із розчинів їх солей забезпечили б зменшення витрати магнію, а відповідно - зменшення виходу побічного продукту, магнію гідроксиду, і, як наслідок, зменшення кількості непрореагованого магнію, зменшення витрати розчину кислоти на промивання дисперсного відновленого порошку від непрореагованого магнію та його гідроксиду, зменшення втрат одержаного металевий порошку, що дасть змогу збільшити вихід продукту та зменшити його собівартість.

Поставлене завдання досягається тим, що у способі одержання металевих порошків, що включає відновлення металів з розчинів їх солей магнієм при перемішуванні, відділення їх від розчину, промивання, висушування, згідно з корисною моделлю, відновлення здійснюють у закритій системі.

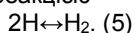
Це дає змогу зменшити витрату магнію за рахунок того, що водень, який утворюється за

(19) UA (11) 41816 (13) U

реакціями (2) і (3) не виводиться із апарату, а залишається в ньому. В міру його виділення тиск в апараті зростає, що приводить до збільшення кількості розчиненого у водному розчині водню, оскільки існує рівновага між парціальним тиском водню над розчином і його концентрацією в розчині. Водень належить до відновників. Тому із збільшенням тиску в апараті в розчині зростає швидкість відновлення катіону металу воднем за реакцією



Водень, що виділяється внаслідок перебігу сумарних реакцій (2) і (3), спочатку утворюється у вигляді атомарного, що потім молекуляризується за реакцією



Рівновага цієї реакції із збільшенням концентрації розчиненого у водному розчині водню зміщується ліворуч, внаслідок чого частина іонів металу відновлюється атомарним воднем, хімічна активність якого є значно вищою, ніж молекулярного. Виділення протонів водню за реакцією (4) сприяє тому, що кислотність розчину зменшується в меншій мірі, ніж у відкритому апараті. Внаслідок цього утворення магнію гідроксиду, а відтак блокування поверхні металевого практично припиняється. Тому в закритому апараті, ступінь використання магнію зростає, а його витрата зменшується. Це, в свою чергу, сприяє зменшенню витрат кислот на промивання одержаного металевго дисперсного порошку, зменшення втрат одержаного металевго порошку та відповідно збільшення виходу продукту, а загалом - зменшення його собівартості.

Спосіб здійснювали в герметичному апараті, виготовленому із сталі X18H10T, з внутрішнім діаметром 80 і висотою 100 мм, спорядженим кришкою. Спочатку в апарат поміщали розчин солі металу. Його об'єм розраховували так, щоб водень, який виділяється у вільний простір над розчином, створював в апараті тиск у заданому діапазоні. Тиск вимірювали манометром, під'єднаним до кришки апарату. Магній у вигляді

скрапу або стружки поміщали у спеціальну корзинку, прикріплену до кришки так, щоб запобігти передчасному контакту магнію з розчином. Після монтажу кришки на апараті корзинку повертали за допомогою магніту - магній потрапляв до розчину. Внаслідок бурхливого виділення водню водний розчин солі металу, який відновлювали, інтенсивно перемішувався. За показами манометра фіксували сумарну витрату водню на абсорбцію та відновлення металу. Процес здійснювали до припинення зміни тиску в реакторі.

Вихід металу, який відновлювали, визначали ваговим методом після його промивання та сушіння під вакуумом за температури 50...60 °С.

Приклад 1. У реактор поміщали 400 мл розчину нікелю сульфату з концентрацією 0,5 моль/дм³; маса іонів нікелю в розчині дорівнювала 11,74 г. Для відновлення використали 7,7 г магнію у вигляді скрапу, що становить 160 % від стехіометрії. Протягом процесу тиск у реакторі зріс до 51...52 атм, а наприкінці процесу зменшився до 20...21 атм. Одержали 11,68 г нікелю у вигляді порошку; вихід продукту дорівнював 99,5 %.

Приклад 2. У реактор поміщали 350 мл розчину нікелю сульфату з концентрацією 0,5 моль/дм³; маса іонів нікелю в розчині дорівнювала 10,27 г. Для відновлення використали 7,98 г магнію у вигляді стружки, що становить 175 % від стехіометрії. Протягом процесу тиск у реакторі зріс до 35 атм, а наприкінці процесу зменшився до 19...20 атм. Одержали 10,23 г нікелю у вигляді порошку; вихід продукту дорівнював 99,6 %.

Приклад 3. У реактор поміщали 400 мл розчину кадмію сульфату з концентрацією 0,5 моль/дм³; маса іонів кадмію в розчині дорівнювала 22,48 г. Для відновлення використали 8,64 г магнію у вигляді скрапу, що становить 180 % від стехіометрії. Протягом процесу тиск у реакторі зріс до 49...51 атм, а наприкінці процесу зменшився до 21...23 атм. Одержали 22,43 г кадмію у вигляді грубодисперсного порошку; вихід продукту дорівнював 99,8 %.