



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **86705** (13) **C2**
(51) **МПК (2009)**
C22B 61/00
C22B 3/42 (2009.01)
C22B 3/44 (2009.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ВИДІЛЕННЯ РЕНІЮ

1

(21) а200710894
(22) 02.10.2007
(24) 12.05.2009
(46) 12.05.2009, Бюл.№ 9, 2009 р.
(72) ШТЕМЕНКО ОЛЕКСАНДР ВАСИЛЬОВИЧ, UA,
МЕЛЬНИК СТАНІСЛАВ ГРИГОРОВИЧ, UA, МАТ-
РОСОВ ОЛЕКСАНДР СЕРГІЙОВИЧ, UA, ШАПО-
ВАЛ ОЛЕКСАНДР МИКОЛАЙОВИЧ, UA
(73) ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД
"УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ХІМІКО-
ТЕХНОЛОГІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ", UA
(56) RU 93026945, 20.09.1993, A
RU 2227170, 20.04.2004, C1
UZ 0005310, 30.08.2002, B
JP 60131829, 13.07.1985, A
JP 60131829, 13.07.1985, A
А.В.Васильков, С.В.Кондратьев, Извлечение ре-
ния из шлиф- отходов, Научная сессия МИФИ-
2007, т.-9

2

Матросов А.С., Мельник С.Г., Штеменко А.В., Но-
вый способ регенерации рения из отходов мета-
ллоганического синтеза, Вопр. Химии и хим. тех-
нологии, 2003, №4, с. 28-30

(57) Спосіб виділення ренію, що включає спікання
ренійвмісного матеріалу при 600-700°C протягом
6-8 годин з одержанням спеченого брикету, вими-
вання брикету водою, підкислення розчину і виді-
лення ренію з кислого розчину, який **відрізняєть-
ся** тим, що перед спіканням ренійвмісний матеріал
додатково обробляють насиченим розчином
 $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ при співвідношенні ренійвмісний матері-
ал : розчин, рівному 2,5-3:1 відповідно у присутно-
сті CaO при співвідношенні суміш: CaO , рівному
1:3,5-4 відповідно, з наступним сушінням при 100-
150°C протягом 24-48 годин, потім розчин підкис-
ляють соляною кислотою до 4-6н., а виділення
ренію з кислого розчину проводять шляхом барбо-
тажу сірководню через розчин протягом 0,5-1 го-
дини.

Винахід відноситься до способів переробки
відходів шляхом термічної обробки їх, зокрема, до
способу виділення ренію з відходів сплавів спеціа-
льних галузей техніки. Винахід може знайти засто-
сування в кольоровій металургії при виділенні ре-
нію зі спеціальних сплавів.

Відомий спосіб виділення ренію сорбцією з за-
стосуванням сильноосновних іонообмінних смол
[В.И. Бібікова, А.В. Передерєєв і ін. Кинетика ион-
ного обмена рения и молибдена на смоле АМ. / В
Сб. "Рений. Химия, технология, анализ". - М.: Нау-
ка, 1976, с.54-60].

Відомий спосіб виділення ренію сорбцією з за-
стосуванням слабоосновних іонообмінних смол.
[А.Г. Холмогоров та ін. Извлечение рения из сер-
нокислых растворов и его отделение от молибде-
на на анионообменниках различного типа - Там
же, с.63-66].

Відомий спосіб виділення ренію сорбцією з за-
стосуванням гранульованих полімерів [Патент RU
2227170 МПК C22B61/00, C22B3/24. Спосіб изв-

лечения рения. ГУП Всероссийский научно-
исследовательский институт химической техноло-
гии. Заявлено 2002.10.16. Заявка
№2002127558/02. Опубл. 2004.0420].

Недоліками відомих способів виділення ренію
є:

- низька селективність при виділення ренію з
промислових розчинів, що містять крім ренію мо-
либден та інші домішки;

- складність технологічного процесу, обумов-
лена строгим контролем за рН розчинів, що пере-
робляються, при ефективному розділенні Re і Mo, і
використанням концентрованих кислот у техноло-
гії, а також повільна кінетика масообміну іонів
 ReO_4^- у сорбентах, що досягає декількох годин;

- промислове використання вищенаведених
іонообмінних смол стримується високою вартістю і
великими обсягами закупівель іонообмінних смол,
необхідних для створення промислових установок
для виділення ренію з розчинів із вмістом
 $\text{Re} < 10 \text{ мг/л}$.

(13) **C2**

(11) **86705**

(19) **UA**

Відомий також спосіб виділення оксиду ренію з відходів сплаву, що містить реній, вольфрам, молібден, нікель, кобальт, хром, тантал, алюміній і карбон, що включає подрібнення вихідного матеріалу, термообробку при 1100-1250°C протягом 2,0-2,5 год. у присутності кисню нагрітого до 1000-1100°C при тиску 1,1-1,3 атм. з утворенням пари оксиду і твердого недогарку. [Патент RU2061079. МПК І322В61/00. Спосіб извлечения оксида рения из отходов. Гель Рем Павлович; Дроботенко Галина Олександрівна; Колосов Валерій Миколайович; Нехорощее Микола Євгенович. Заявлено 1993.05.14. Заявка №93026945/02. Опубл. 1996.05.27].

Недоліками зазначеного способу є:

- складність технологічного процесу, обумовлена строгим дотриманням жорсткого технологічного режиму, оскільки низький тиск кисню, більш низька чи висока температура термообробки і подаваного газу-окисника не дозволяють розкрити відходи сплаву складного складу чи взагалі цілком виділити з них реній;

- високі енерговитрати.

Найбільш близьким по технічній сутності та ефекту, що досягається, до заявленого винаходу є спосіб виділення ренію зі шліф-відходів, що містять нікель, кобальт і реній, що включає розчинення матеріалу 3М сірчаною кислотою з наступною обробкою розчину гідроксидом натрію, спікання отриманого осаду, з карбонатом і гідроксидом натрію, закриваючи шихту шаром карбонату натрію, чи спіканням у закритих тиглях при 500-800°C на протязі 6-8 годин з одержанням брикету. Потім отримані брикети вимивають водою і підкисляють до 1М сірчаною кислотою. Ступінь виділення ренію дорівнює 50-70% смолою АВ-17 [А.В. Вальков, С.В. Кондратьев. Извлечение рения из шлиф-отходов // ISBN 5-7262-0710-6. Научная сессия МИФИ-2007. Том 9, с.126-127]. (Прототип).

До недоліків прототипу варто віднести низький ступінь виділення ренію, а також дорожнечинне устаткування, що не може забезпечити оптимального виконання поставленого завдання.

Завданням винаходу є підвищення ступеню виділення ренію з ренійвмісної сировини шляхом окиснення ренійвмісного матеріалу нітратом кальцію, що забезпечує зв'язування ренію у нелеткий в умовах спікання і добре розчинний у воді перренат кальцію, з наступним кількісним осадженням ренію у вигляді сульфідів Re_2S_7 .

Поставлене завдання досягається тим, що у відомому способі виділення ренію, що включає спікання ренійвмісного матеріалу при 600-700°C на протязі 6-8 годин з одержанням обпеченого брикету, вимивання брикету водою, підкислення розчину і виділення ренію з кислого розчину, згідно винаходу, перед спіканням ренійвмісний матеріал обробляють насиченим розчином $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ при

співвідношенні ренійвмісний матеріал:розчин рівному 2,5-3:1 відповідно, в присутності CaO при співвідношенні суміш: CaO рівному 1:3,5-4 відповідно, з наступним сушінням при 100-150°C на протязі 24-48 годин. Потім розчин підкислюють соляною кислотою до 4-6н., а витяг ренію з кислого розчину ведуть шляхом барботажу сірководню через розчин протягом 0,5-1 години.

Приводимо приклади конкретного виконання пропонованого винаходу.

Приклад 1

Ренійвмісний матеріал обробляють насиченим розчином $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ (маса суміші:об'єм розчину - 2,5:1), потім матеріал змішують з оксидом кальцію у ваговому співвідношенні 1:4. Отриманий матеріал брикетують і сушать при температурі 100°C 48 годин. Після цього отримані брикети спікають при 650°C 8 годин. Обпечені брикети вимивають водою при температурі 70°C. Осад відфільтровують і промивають, фільтрат і промивні води об'єднують. Розчин підкислюють концентрованою соляною кислотою до 4н., при цьому протягом 0,5 години через розчин пропускають сірководень. Чорний осад, що випав, відфільтровують. Для одержання перренату амонію до осаду доливають надлишок розчину пероксиду водню в присутності аміаку. Осад, що випав, відфільтровують. Фільтрат впарюють до появи характерних октаедричних кристалів білого кольору. Кристали відфільтровують. Ступінь виділення ренію 98%.

Приклад 2

Ренійвмісний матеріал обробляють насиченим розчином $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ (маса суміші:об'єм розчину - 3:1), потім матеріал змішують з оксидом кальцію у ваговому співвідношенні 1:3,5. Отриманий матеріал брикетують і сушать при температурі 150°C 24 години. Після цього отримані брикети опікають при 700°C 6 годин. Обпечені брикети вимивають водою при температурі 60°C. Осад відфільтровують і промивають, фільтрат і промивні води об'єднують. Розчин підкисляють концентрованою соляною кислотою до 6н., при цьому протягом 1 години через розчин пропускають сірководень. Чорний осад, що випав, відфільтровують. Для одержання перренату амонію до осаду доливають надлишок розчину пероксиду водню в присутності аміаку. Осад, що випав, відфільтровують. Фільтрат впарюють до появи характерних октаедричних кристалів білого кольору. Кристали відфільтровують. Ступінь виділення ренію 99%.

Із порівняння характеристик пропонованого винаходу і прототипу видно, що спосіб, що заявляється, дозволяє приблизно на 30% повніше, у порівнянні з прототипом, виділяти реній з ренійвмісних матеріалів.

Спосіб може знайти застосування в кольоровій металургії при виділенні ренію з відходів сплавів спеціальних галузей техніки.