



УКРАЇНА

(19) UA (11) 35790 (13) U
(51) МПК (2006)
C22B 3/44 (2008.01)
C22B 11/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ПОРОШКУ СРІБЛА

1

2

(21) u200803918

(22) 28.03.2008

(24) 10.10.2008

(46) 10.10.2008, Бюл.№ 19, 2008 р.

(72) БАЙРАЧНИЙ БОРИС ІВАНОВИЧ, UA, ЛЯШОК
ЛАРИСА ВАСИЛІВНА, UA, ОРЄХОВА ТЕТЯНА
ВАСИЛІВНА, UA, ГОРОВА ТЕТЯНА МИКОЛАЇВНА,
UA

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
"ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ", UA

(57) 1. Спосіб отримання порошку срібла, який
включає осадження хлориду срібла з розчину ніт-
рату срібла водорозчинним хлоридом, обробку

суспензії хлориду срібла, відновлення срібла з
суспензії, промивку осаду порошку срібла, сушку
та просіювання, який **відрізняється** тим, що об-
робку суспензії свіжоосажденного хлориду срібла
проводять розчином хлориду калію до концентра-
ції в реакційному середовищі $50-60\text{г/дм}^3$ та розчи-
ном гідроксиду амонію до концентрації в реакцій-
ному середовищі $8-10\text{г/дм}^3$.

2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що від-
новлення срібла з отриманої суспензії проводять
під дією електричного струму при густині струму
 $12-14\text{А/дм}^2$, температурі $40-50^\circ\text{C}$ та перемішуван-
ні.

Корисна модель відноситься до області гідро-
електрометалургії благородних металів, зокрема
до способів вилучення срібла у вигляді порошку з
матеріалів, які його містять, і може бути викорис-
тана при отриманні срібних порошоків з регульова-
ним однорідним гранулометричним складом для
виготовлення електродів хімічних джерел струму,
електричних контактів, та ін.

Відомий спосіб отримання порошку срібла з
галогенідів срібла [1] відновленням формаліном у
лужному середовищі з подальшою промивкою
гарячою водою, 2%-ним розчином сульфатної кис-
лоти, 2%-ним розчином аміаку і гарячою водою до
негативної реакції на іон хлора. Промитий метал
сушать при $40-50^\circ\text{C}$.

Відомий спосіб отримання срібла з відпрацьо-
ваних розчинів осадженням хлориду срібла, який
потім обробляють розчином, що містить сульфат-
ну кислоту, хлорид натрію, нітрат натрію і оцтову
кислоту, і відновлюють цинковим пилом [2]. Одер-
жаний порошок промивають водою до нейтральної
реакції рН.

Найбільш близьким до заявленого рішення є
спосіб отримання срібного порошку, який включає
осадження хлориду срібла з розчину нітрату сріб-
ла водорозчинним хлоридом при температурі $20-50^\circ\text{C}$
і рН 1-5, декантацію розчину, обробку су-
спензії розчином гідроксиду лужного металу з кон-
центрацією в реакційному середовищі $12-200\text{г/дм}^3$,

відновлення срібла з суспензії формаліном при
температурі $40-90^\circ\text{C}$ протягом 10-60 хвилин, про-
мивку послідовно гарячою деіонізованою водою,
розчином аміаку, холодною деіонізованою водою,
фільтрацію і сушку осаду порошку срібла при тем-
пературі $70-120^\circ\text{C}$ [3].

Недоліком даного способу є відсутність ефек-
тивних механізмів керування гранулометричними
показниками одержаного порошку, які в свою чергу
впливають на величину питомої поверхні та насип-
ної густини. Формалін в лужному середовищі лег-
ко розкладається за реакцією Канніцаро з утво-
ренням мурашиної кислоти та метилового спирту,
що приводить до неефективного використання
відновника. Крім того, використання наведеного
способу вимагає коректування в процесі віднов-
лення рН розчину, від якого залежить швидкість
реакції утворення металевого срібла, та кількості
відновника.

В основу корисної моделі поставлена задача
розробки способу отримання порошку срібла, в
якому за рахунок електрохімічного відновлення
суспензії хлориду срібла забезпечується отриман-
ня срібного порошку з регульованим однорідним
гранулометричним складом (вміст фракції 40-
 250мкм не менш 90%) та заданими фізико-
хімічними властивостями (питома поверхня поро-
шку в діапазоні $0,6-0,8\text{м}^2/\text{г}$, насипна густина в діа-

(13) U

(11) 35790

(19) UA

пазоні 1,0-1,3г/см³, вміст основної речовини не менше 99,99%).

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі отримання порошку срібла, обробку суспензії свіжеосажденного хлориду срібла з концентрацією хлориду срібла 10-15г/дм проводять за допомогою додавання розчину хлориду калію до концентрації в реакційному середовищі 50-60г/дм³ та розчину гідроксиду амонію до концентрації 8-10г/дм³ з подальшим відновленням металевого срібла під дією електричного струму при густині струму 12-14 А/дм², температурі 40-50°C та перемішуванні. Одержаний порошок промивають гарячою водою при температурі 40-70°C, розчином гідроксиду амонію з концентрацією 2-10%, сушать при температурі 70-120°C.

Істотними відмінностями запропонованого технічного рішення є те, що обробку суспензії свіжеосажденного хлориду срібла проводять не за допомогою луку, а завдяки додаванню розчину хлориду калію до концентрації в реакційному середовищі 50-60г/дм³ та розчину гідроксиду амонію до концентрації 8-10г/дм³ з подальшим електрохімічним, а не хімічним, як у прототипі, відновленням металевого срібла під дією електричного струму при густині струму 12-14А/дм², температурі 40-50°C та перемішуванні.

Розмір частинок і питома поверхня порошку залежать від густини струму, при якій здійснюється електроліз. При проведенні електролізу з густиною струму менш 12А/дм² утворюється низькодисперсний осад срібного порошку. Такий порошок за фізико-хімічними властивостями (питомій поверхні, насипній густині) не відповідає поставленій задачі. При густині струму більш 14А/дм² значна частина струму буде витрачатися на процес виділення водню, що зменшить ефективність процесу.

Проведення процесу при концентрації гідроксиду амонію менш 8г/дм³, температурі менш 40°C та швидкості перемішування менш 1000об/хв приводить до зниження кількості металевого срібла у

кінцевому продукті, тоді як при концентрації гідроксиду амонію більш 10г/дм³, температурі більш 50°C та швидкості перемішування більш 1000об/хв фізико-хімічні властивості срібного порошку суттєво не покращаються.

Відомості, які підтверджують можливість здійснення винаходу, наведені в прикладах.

Приклад 1

Розчиняють 3,76г срібла в 5см³ 70%-ної нітратної кислоти і додають 50см³ деіонізованої води, далі до розчину додають при температурі 20°C та перемішуванні 20мл розчину хлориду натрію з концентрацією 250г/дм³. Отриманий розчин декантують, додають 100 см³ розчину хлориду калію з концентрацією 250г/дм³ та 4,4см³ 25%-ного розчину гідроксиду амонію. Деіонізованою водою доводять об'єм розчину до 500см³. Електроліз проводять у хімічному стакані ємністю 1дм³. В якості електродів використовують пластинки з нержавіючої сталі марки Х19Н9Т розміром 3×3см. Катод перед кожним дослідом зачищають, знежирюють, промивають та висушують. Для проведення електролізу використовували джерело живлення постійного струму В5-50, амперметр типа М 253 та магнітну мішалку ММ-5. Отриманий осад срібного порошку промивають послідовно гарячою деіонізованою водою з температурою 50°C, потім 5%-ним розчином гідроксиду амонію, деіонізованою водою, фільтрують, сушать при температурі 90°C.

Фізико-хімічні характеристики отриманого осаду визначалися за відомими методиками: гранулометричний склад порошку – згідно до ГОСТ 18318-94, насипну густину – згідно до ГОСТ 19440-94, питому поверхню – згідно до ГОСТ 23401-90.

Вміст срібла та хлориду срібла визначався гравіметричним методом аналізу.

Приклади здійснення способу виконані аналогічно прикладу 1 при різних технологічних параметрах і технічні характеристики одержаних порошків срібла представлені в таблиці.

Таблиця

		Приклади							
		1	2	3	4	5	6	відомий	
Технологічні параметри процесу	густина струму, А/дм ²	10	12	12	14	14	16	-	
	Температура, °С	40	40	40	40	40	40	-	
	концентрація NH ₄ OH, г/дм ³	8	8	10	10	8	8	-	
	концентрація KCl, г/дм ³	50	50	50	50	50	50	-	
	швидкість перемішування, об/хв	1000	1000	1000	1000	1000	1000	-	
Фізико-хімічні властивості срібного порошку	вміст Ag, %	99,86	99,99	99,99	99,99	99,99	99,90	98,1	
	вміст AgCl, %	0,14	0,01	0,01	0,01	0,01	0,10	1,9	
	насипна густина, г/см ³	1,7	1,3	1,3	1,0	1,1	1,5	1,8	
	питома поверхня, м/г	0,4	0,60	0,65	0,8	0,77	0,50	0,30	
	фракційний склад, %	більш 250мкм	6	1	3	0,2	0,6	3	33
		40-250мкм	84	91	90	98	95	88	66
менш 40мкм		10	8	7	1,8	4,4	9	1	

Таким чином, визначені фізико-хімічні характеристики кінцевого продукту відповідають поставленій задачі і забезпечують можливість його використання при виготовленні електродів хімічних джерел струму, електричних контактів та ін.

Використання запропонованого способу дозволяє одержати срібний порошок з вмістом фракції 40-250мкм не менш 90%, питомою поверхнею в діапазоні 0,6-0,8м²/г, насипною густиною в діапазоні 1,0-1,3г/см³ та вмістом срібла не менше 99,99%. Запропонований спосіб забезпечує отри-

мання порошку срібла з регульованим однорідним гранулометричним складом та необхідними фізико-хімічними властивостями.

Джерела інформації:

1. Карякін Ю. В., Ангелов І.І. Чисті хімічні речовини. - М.: Хімія, 1974р.

2. Авт.свід. №829704, кл. 322В11/04, заявл. 05.07.79р., оп. 15.05.81р.

3. Патент Російської Федерації №2283208, кл. В22F9/24; С22В11/00; С22В3/44, заявл. 12.05.2003г., 10.09.2006г.