



УКРАЇНА

(19) UA (11) 58009 (13) U
(51) МПК
H01M 10/54 (2011.01)МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ МЕТАЛІЧНОГО НІКОЛУ З АКТИВНОЇ МАСИ ВІДПРАЦЬОВАНИХ ЗАЛІЗОНІКОЛОВИХ АКУМУЛЯТОРІВ

1

2

(21) u201010725

(22) 06.09.2010

(24) 25.03.2011

(46) 25.03.2011, Бюл.№ 6, 2011 р.

(72) БУТЕНКО АНАТОЛІЙ МИКОЛАЙОВИЧ, ЮРЧЕНКО ГАННА ОЛЕКСАНДРІВНА, СЕМЧЕНКО ГАЛИНА ДМИТРІВНА, ЛОБОЙКО ОЛЕКСІЙ ЯКОВИЧ, РЕЗНІЧЕНКО В'ЯЧЕСЛАВ ВОЛОДИМИРОВИЧ

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ"

(57) Спосіб одержання металічного ніколу з активної маси відпрацьованих залізніколових акумуляторів, який включає розбирання ламелей, розчинення активної маси в амоніаку, відфільтрування осаду, який відрізняється тим, що до розчину амоніаку додають щавлеву кислоту, відфільтрований осад прожарюють за температури 700 °С.

Корисна модель, що пропонується, відноситься до галузі неорганічного синтезу, а саме - до одержання металічного ніколу, що використовується для виробництва спеціальних видів сталей та акумуляторів.

На теперішній час сполуки ніколу із активної маси відпрацьованих залізо-ніколових акумуляторів одержують шляхом її обробки розбавленим розчином амоніаку у присутності однієї з солей амонію: NH_4Cl , NH_4NO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ [1]. З цією метою 1 грам активної маси обробляють 50 cm^3 розчину амоніаку, за температури 70-80°C процес вилучення ніколу триває 10-20 хв.

Із описаних у літературі способів отримання металічного ніколу відомий наступний спосіб, який включає стадії підготовки, концентрування і промивання шламу, який містить нерозчинний $\text{Ni}(\text{OH})_2$, в умовах які виключають контакт гідроксиду з повітрям, та його висушування [2]. Потім $\text{Ni}(\text{OH})_2$, який ще називають шламом, розчиняють у розбавленій хлороводневій кислоті. Отриманий розчин піддають електролізу з застосуванням нерозчинних анодів для виділення металічного ніколу. Але, якщо одержання металічного ніколу здійснюють шляхом електролізу, його вихід за струмом не перевищує 22 - 24 %. У разі такого методу неможливо повністю виділити Ni із вихідної сировини. Навіть при незначній концентрації, сполуки ніколу, які залишаються, негативно впливають на стан навколишнього середовища, у разі їх викидів у води.

Найбільш близьким за технічною суттю та призначенням є спосіб [3] одержання металічного

ніколу з активної маси відпрацьованих залізніколових акумуляторів, який включає розбирання ламелей, розчин активної маси акумуляторів у амоніаку, додавання солей амонію, нагрів розчину до 70 - 80 °С протягом 10-20 хв. із постійним перемішуванням, відфільтрування та охолодження осаду до кімнатної температури.

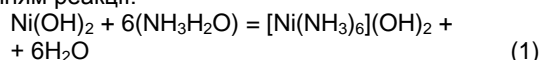
Недоліки прототипу полягають у наступному, по-перше, при додаванні солей амонію сильних кислот, які гідролізуються з утворенням кислого середовища, амоніачне середовище нейтралізується, що викликає збільшення витрат амоніаку, який відповідає за вилучення Ni. Амонійні комплекси сполуки, які при цьому можуть утворюватися ($[\text{Ni}(\text{NO}_3)_6]\text{Cl}_2$, $[\text{Ni}(\text{NO}_3)_2]\text{SO}_4$ тощо) з одного боку забруднюють вихідну сировину на основі ніколу, з другого - у концентрованих розчинах амоніаку розкладаються. Це вимагає використовувати розбавлені розчини амоніаку. Отже, розчини вказаних комплексних сполук Ni теж виявляються розбавленими. Для вилучення ніколу з таких сполук, наприклад у разі випаровування, потрібні значні енерговитрати. По-друге, у разі перетворення комплексних сполук у нерозчинні сполуки Ni, на відділення цього осаду від фільтрату, шляхом вакуумування, теж потрібні певні енерговитрати. По-третє, у разі перебігу вилучення ніколу за температури 70-80 °С амоніак практично повністю вилучається із розчину, яким обробляють активну масу, що значно гальмує утворення амонійних комплексів. Але головним недоліком цього способу є те, що у ньому не міститься вказівок щодо

(19) UA (11) 58009 (13) U

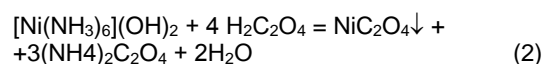
перетворення отриманих сполук Ni у металічний нікол.

Задачею даної корисної моделі є спрощення способу вилучення сполук Ni і перетворення їх у металічний нікол.

Технічний результат забезпечується тим, що у рішенні, яке пропонується і включає розбирання ламелей, розчинення активної маси в амоніаку, від фільтрування осаду, активну масу, вилучену з ламелей залізо-нікелових акумуляторів, оброблюють концентрованим розчином амоніаку згідно з рівнянням реакції:



Отриманий розчин, який містить вказану комплексну сполуку ніколу, фільтруванням відокремлюють від нерозчиненої в амоніаку частини активної залізо-нікелової маси. У подальшому, розчин осаджують щавелевою кислотою $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ відповідно до рівняння:



Отриманий осад відфільтровують, висушують, завантажують у вакуумну піч, прожарюють за температури 700°C з метою одержання металевого ніколу:



Позитивний результат забезпечується тим, що процес не передбачає застосування амонієвих солей, а отже, виключає стадію промивання осаду від супутніх іонів: Cl^- , NO_3^- тощо.

Використання запропонованого способу дозволяє одержувати сполуки ніколу і перетворювати їх на металічний Ni.

Вищевказане забезпечує, також, менші енерговитрати, а отже, такий спосіб є більш доцільним з економічного боку.

Конкретні стадії одержання металічного Ni з відпрацьованих акумуляторів приведено в табл. 1.

Таблиця 1

Основні стадії вилучення Ni з активної маси відпрацьованих залізо - нікелових акумуляторів

№	Стадія вилучення нікелю	Параметри					Прототип
		Поза межею	1	2	3	Поза межею	
1	2	3	4	5	6	7	8
1	Розбирання ламелей	так	так	так	так	так	так
2	Розчинення активної маси в амоніаку	так	так	так	так	так	так
3	Додавання солі амонію	ні	ні	ні	ні	ні	так
4	Нейтралізація розчину щавелевою кислотою $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$	так	так	так	так	так	ні
5	Відфільтрування осаду	так	так	так	так	так	так
6	Промивання осаду від солей амонію	ні	ні	ні	ні	ні	так
7	Нагрів отриманого розчину: температура, $^\circ\text{C}$ термін, хв.	ні - -	ні - -	ні - -	ні - -	ні - -	так 70-80 10-20
8	Охолодження отриманих сполук Ni до кімнатної температури	ні	ні	ні	ні	ні	так
9	Прожарювання сполук ніколу за температури 700°C	так	так	так	так	так	ні
10	Вилучення металічного Ni, %	99,2	99,8	99,9	99,5	99,5	ні

Згідно з даними таблиці найкращий результат по вилученню металічного ніколу одержано в прикладі 2.

Приклад 2. Ламелі відпрацьованих залізо-нікелових акумуляторів розбирають, оброблюють концентрованим розчином амоніаку. Отриманий розчин, який містить комплексну сполуку ніколу, фільтруванням відокремлюють від нерозчиненої в амоніаку частини активної залізо-нікелової маси, розчин осаджують щавелевою кислотою $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, отриманий осад відфільтровують, завантажують у вакуумну піч, прожарюють за температури 700°C з метою одержання металевого ніколу.

Принципова відмінність запропонованого способу одержання металічного ніколу полягає у то-

му, що: по-перше, до сполук ніколу додають щавелеву кислоту, завдяки чому значно спрощується процес одержання металічного ніколу, по-друге, процес не передбачає застосування амонієвих солей, а отже, виключає стадію промивання осаду від супутніх іонів: Cl^- , NO_3^- тощо, досягається 99,5-99,9 % вилучення Ni.

Зазначений спосіб одержання металічного ніколу невідомий із джерел вітчизняної та іноземної інформації, встановлено авторами вперше, що свідчить про відповідність заявленого рішення критеріям новизни.

У порівнянні з відомим рішенням запропонована корисна модель має такі переваги:

- більш низьку собівартість, за рахунок вилучення з процесу стадії додавання солей амонію;
- спрощений спосіб є більш доцільним з економічного боку, так як значно зменшуються енерговитрати;
- використання запропонованого способу дозволяє одержувати сполуки ніколу і перетворювати їх на металічний Ні, завдяки впливу щавелевої кислоти.

Джерела інформації:

1. Ситтиг М. Извлечение металлов и неорганических соединений из отходов: Справ, изд. / Под ред. Н.М. Эмануэля М.: Металлургия, 1985. 408 с.
2. Патент США 4 197 167, 8.04.1980
3. Демидов А.И., Красовицкая О.А. //ЖПХ. 2001. Т.74. № 5. С. 717 - 721.