

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL**

(11) **221891**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **392890**

(22) Data zgłoszenia: **08.11.2010**

(51) Int.Cl.

C01G 47/00 (2006.01)

C01G 49/00 (2006.01)

(54)

Sposób produkcji bezwodnego renianu (VII) żelaza (III)

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

21.05.2012 BUP 11/12

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

30.06.2016 WUP 06/16

(73) Uprawniony z patentu:

**INSTYTUT METALI NIEŻELAZNYCH,
Gliwice, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**GRZEGORZ BENKE, Gliwice, PL
KATARZYNA LESZCZYŃSKA-SEJDA,
Zabrze, PL
KRYSTYNA ANYSZKIEWICZ, Gliwice, PL
ANDRZEJ CHMIELARZ, Gliwice, PL
GRAŻYNA MACHELSKA, Gliwice, PL
KRYSTYNA WITMAN, Gliwice, PL**

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Magdalena Filipek-Marzec

PL 221891 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób przemysłowej produkcji bezwodnego renianu(VII) żelaza(II), nazywanego nadrenianem żelaza, znajdującego zastosowanie do otrzymywania stopów zawierających ren i żelazo.

Żelazo tworzy z kwasem renowym(VII), inaczej zwanym kwasem nadrenowym, uwodnione sole zarówno na drugim jak i na trzecim stopniu utlenienia. Przy ogrzewaniu sole te przechodzą w odmiany bezwodne, odpowiednio: $\text{Fe}(\text{ReO}_4)_2$ i $\text{Fe}(\text{ReO}_4)_3$.

Właściwości fizykochemiczne i krystalograficzne renianu(VII) żelaza(II) badano już w XX wieku. Materiał do badań otrzymywano prowadząc w skali laboratoryjnej neutralizację kwasu nadrenowego czystym węglanem żelaza(III) lub wodorotlenkiem żelaza(III), a następnie odparowując uzyskany roztwór.

Metoda ta była wystarczająca do uzyskania soli potrzebnej do prowadzonych badań, nie nadawała się jednak do produkcji w większej skali, ponieważ wymagała stosowania trudnych do uzyskania, czystych substratów i nie rozwiązywała problemu zagospodarowania nadmiaru użytych reagentów.

Renian(VII) żelaza może stanowić surowiec do otrzymywania stopów zawierających ren i żelazo, dlatego zaszła konieczność opracowania metody pozwalającej na otrzymywanie te soli, o wysokiej czystości i ustabilizowanych parametrach, w skali przemysłowej.

Sposób produkcji bezwodnego renianu(VII) żelaza(III) według wynalazku polega na rozтворzeniu metalicznego rozdrobnionego żelaza w mieszaninie kwasu renowego(VII) i kwasu azotowego(V), zawierającej stechiometryczną w stosunku do żelaza ilość kwasu renowego(VII) i od jednego do czterech moli na każdy mol żelaza kwasu azotowego(V). Roztworzenie prowadzi się następująco. Najpierw do odmierzanej ilości kwasu renowego(VII) wprowadza się porcjami stechiometryczną ilość rozdrobnionego żelaza, przykładowo w postaci proszku żelaza. Po wprowadzeniu całości żelaza mieszaninę reakcyjną miesza się w temperaturze $25\div 110^\circ\text{C}$, korzystnie 60°C przez $0,5\div 2\text{h}$. Po tym czasie do mieszaniny reakcyjnej dodaje się porcjami stężony kwas azotowy(V) do całkowitego rozтворzenia użytego żelaza. Uzyskany klarowny roztwór odparowuje się do sucha korzystnie w temperaturze $80\div 100^\circ\text{C}$ i korzystnie pod zmniejszonym ciśnieniem wynoszącym $0,034\div 0,05\text{ MPa}$. Otrzymaną, zestaloną pozostałość odwadnia się dodatkowo przez wygrzewanie w temperaturze $125\div 150^\circ\text{C}$ do uzyskania jednolitej czarno-brunatnej masy, plastycznej w podwyższonej temperaturze. Odwodnioną masę rozdrabnia się i pakuje do szczelnych pojemników.

Sposób według wynalazku ilustruje poniższy przykład.

Do 3 dm^3 roztworu kwasu nadrenowego, zawierającego $335\text{ g/dm}^3\text{ Re}$, wprowadzono porcjami 100 g proszku żelaza. Całość mieszało przez godzinę utrzymując temperaturę na poziomie 60°C . Następnie dodaje się porcjami 250 cm^3 stężonego kwasu azotowego(V) i całość miesza się przez kolejną godzinę, do uzyskania klarownego roztworu. Uzyskany roztwór najpierw zatężano w wyparce próżniowej przy ciśnieniu $0,05\text{ MPa}$ w temperaturze 90°C , następnie zestaloną masę odwodniono przez wygrzewanie w suszarce komorowej w ciągu czterech godzin w temperaturze 130°C . Uzyskano 1445 g czarno-brunatnej masy, którą rozdrobniono i zamknięto w szczelnym pojemniku.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób produkcji bezwodnego renianu(VII) żelaza(III), **znamienny tym**, że roztworza się rozdrobnione żelazo metaliczne w mieszaninie kwasu renowego(VII) i kwasu azotowego(V), odparowuje do sucha uzyskany roztwór, przy czym roztwarzanie żelaza prowadzi się w ciągu $0,5\div 2$ godzin w temperaturze $25\div 110^\circ\text{C}$ najpierw z użyciem stechiometrycznej ilości kwasu renowego(VII) zawierającego $100\div 900\text{ g/dm}^3\text{ Re}$, korzystnie $300\text{ g/dm}^3\text{ Re}$, a następnie dodaje się kwas azotowy(V) w ilości $1\div 4$ moli na każdy mol żelaza, po czym tak uzyskany roztwór odparowuje się do sucha, a następnie uzyskaną masę odwadnia w temperaturze $125\div 150^\circ\text{C}$.