

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **24018**

(13) **С1**

(46) **2023.04.30**

(51) МПК

С 22В 11/00 (2006.01)

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИЗОТОПНО-ОБОГАЩЕННОГО
МЕТАЛЛИЧЕСКОГО ОСМИЯ**

(21) Номер заявки: а 20210205

(22) 2021.07.05

(43) 2023.02.28

(71) Заявитель: Учреждение образования "Гомельский государственный технический университет имени П.О.Сухого" (ВУ)

(72) Автор: Шабловский Ярослав Олегович (ВУ)

(73) Патентообладатель: Учреждение образования "Гомельский государственный технический университет имени П.О.Сухого" (ВУ)

(56) RU 2039104 С1, 1995.

KZ 3311 U, 2018.

KZ 11418 В, 2005.

RU 2326176 С1, 2008.

МАДИН М.И. и др. С.К. Калинин и его вклад в изучение рения и осмия в Жезказганском и некоторых других месторождениях. Известия Национальной академии наук Республики Казахстан, 2017, т. 3, № 416, с. 20-26.

(57)

Способ получения изотопно-обогащенного металлического осмия, при котором побочные продукты переработки ренийсодержащих руд растворяют в этиловом спирте, отделяют нерастворившуюся осмийсодержащую фракцию, растворяют ее в дистиллированной воде, отфильтровывают твердый остаток растворения, смешивают его с измельченным карбонатом кальция или гидроксидом кальция, полученную смесь спекают при температуре 540 ± 10 °С с получением оксида кальция-осмия (IV), который обрабатывают ультразвуком в диапазоне частот 15-25 кГц и прокаливают в атмосфере азота при температуре 880 ± 10 °С с последующим промыванием дистиллированной водой.

Изобретение относится к химической технологии получения редких и рассеянных металлов, а именно к способам получения осмия.

Промышленные способы [1] получения изотопно-обогащенного металлического осмия основаны на методе газовой диффузии и методе газовой центрифуги. Их общий недостаток - значительные технические затраты: за один цикл процесса вещество обогащается целевым изотопом на сотые доли процента.

Известен способ получения изотопно-обогащенного металлического осмия [2], включающий получение первичного осмиевого концентрата путем обработки сырья жидким неорганическим окислителем с последующим отделением твердой фракции, высокотемпературную отгонку, улавливание возгона раствором NaOH, обработку раствора окислительной смесью, низкотемпературную отгонку, улавливание возгона раствором NaOH, нейтрализацию раствора серной кислотой, осаждение оксида осмия (IV) этиловым спир-

том, получение вторичного осмиевого концентрата в виде полигидрата оксида осмия (IV) отфильтровыванием и выделение черного металла. В качестве сырья используют маточные растворы после извлечения рения из свинцовых шламов серноокислотного производства, а в качестве неорганического окислителя используют концентрированную серную кислоту. Способ сложен в осуществлении и сопряжен с большими потерями целевого продукта из-за двукратной возгонки осмиевого продукта и многоступенчатости выделения металлического осмия из полигидрата его оксида.

Наиболее близок к заявляемому техническому решению способ получения изотопно-обогащенного металлического осмия [3], включающий щелочную плавку бедных и ультрабедных ренийсодержащих руд, охлаждение плава с получением осадка сульфида осмия, обработку этого осадка окислительной смесью при одновременном наложении ультразвукового поля, улавливание выделяемого оксида осмия сульфидно-щелочным раствором и получение осмиевого продукта в виде сульфида осмия, восстанавливаемого до черного металла.

Способ-прототип имеет следующие недостатки.

Во-первых, в качестве сырья используют бедные и ультрабедные ренийсодержащие руды, которые плавят без какого-либо их предварительного обогащения. Это требует больших энергетических затрат и ведет к перерасходу реагентов с образованием чрезмерно больших объемов побочных продуктов, которые при охлаждении плава сокращаются с целевым продуктом - сульфидом осмия, образующимся в ничтожном количестве.

Во-вторых, отделение сульфида осмия от побочных продуктов путем его окисления до оксида осмия (VIII), последующей отгонки этого оксида, его улавливания сульфидно-щелочным раствором и отфильтровывания осадка сульфида осмия сопряжено с большими потерями осмия.

Задачей изобретения является минимизация затрат на получение изотопно-обогащенного металлического осмия при одновременном повышении удельной производительности процесса.

Поставленная задача решается тем, что для получения изотопно-обогащенного металлического осмия побочные продукты переработки ренийсодержащих руд растворяют в этиловом спирте, отделяют нерастворившуюся осмийсодержащую фракцию, растворяют ее в дистиллированной воде, отфильтровывают твердый остаток растворения, смешивают его с измельченным карбонатом кальция или гидроксидом кальция, полученную смесь спекают при температуре 540 ± 10 °С с получением оксида кальция-осмия (IV), который обрабатывают ультразвуком в диапазоне частот 15-25 кГц и прокаливают в атмосфере азота при температуре 880 ± 10 °С с последующим промыванием дистиллированной водой.

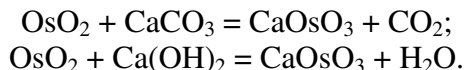
Изотопное обогащение осмия обеспечивается тем, что сырьем служат побочные продукты переработки ренийсодержащих руд: шламы, послеэкстракционные межфазные суспензии, тонкие пыли в газоходах за электрофильтрами и т. п. В отличие от осмия, содержащегося в платиноидном сырье, осмий в ренийсодержащих рудах в силу фундаментальных геохимических законов на 97,5-98 % состоит из ^{187}Os . Благодаря этому извлечение осмия из ренийсодержащих руд позволяет получить Os в моноизотопном состоянии.

При обработке осмийсодержащего сырья спиртом осмий (VIII) восстанавливается до осмия (IV), соединения которого нерастворимы. За счет этого весь содержащийся в сырье осмий сосредоточивается в нерастворившейся фракции, которая, помимо осмия, содержит рений в форме перренатов.

Растворение осмийсодержащей фракции в дистиллированной воде дает сразу два редкометалльных концентрата: при фильтровании перренат-ионы переходят в водный раствор, а осмий задерживается в отфильтровываемом твердом остатке.

ВУ 24018 С1 2023.04.30

В смеси этого осмийсодержащего остатка с измельченным карбонатом кальция либо гидроксидом кальция при спекании образуется осмиевый продукт в виде оксида кальция-осмия (IV) CaOsO_3 :



Ультразвуковая обработка осмиевого продукта обеспечивает его измельчение без использования мелющих тел, что предотвращает засорение осмиевого продукта. Такую обработку предпочтительно проводить в частотном диапазоне от 15 до 25 кГц, в котором ультразвук эффективно измельчает поликристаллические агрегаты, но не оказывает агрессивного воздействия.

Прокаливание осмиевого продукта в атмосфере азота при температуре 880 ± 10 °C приводит к получению черного осмия в результате разложения оксида кальция-осмия (IV):



Промывание продукта прокаливания дистиллированной водой позволяет очистить полученный осмий от оксида кальция.

Приведем примеры осуществления заявляемого способа.

Пример 1 (переработка отходов производства меди).

420 г осадка, образовавшегося в отработанном растворе после окислительной переработки шламов электролиза меди, растворяли в 2,5 л этилового спирта в течение 1 ч при периодическом перемешивании. Нерастворившуюся осмийсодержащую фракцию отделяли стеклянным фильтром (класс 3), после чего растворяли в 1,5 л дистиллированной воды в течение 1 ч при периодическом перемешивании. Полученный раствор отделяли от твердого остатка стеклянным фильтром (класс 3) и направляли на переработку с целью извлечения рения, а твердый остаток смешивали с измельченным карбонатом кальция. Спекание смеси проводили при температуре 540 °C в течение 2 ч. Полученный осмиевый продукт измельчали в течение 2 мин ультразвуковым низкочастотным диспергатором УЗД1-1,0/22 с частотой 22 кГц и интенсивностью 15 Вт/см², после чего прокачивали в атмосфере азота при температуре 880 °C в течение 40 мин. После промывания продукта прокаливания дистиллированной водой получили 570 мг черного осмия.

Пример 2 (переработка отходов производства меди).

280 г темного осадка, образовавшегося на границе органической фазы после рекстрагирования рения гидратом аммиака из 8 %-ного раствора технического триалкиламина в керосине с добавлением трибутилфосфата, растворяли в 2,5 л этилового спирта в течение 2 ч при периодическом перемешивании. Нерастворившуюся осмийсодержащую фракцию отделяли стеклянным фильтром (класс 4), после чего растворяли в 1 л дистиллированной воды в течение 2 ч при периодическом перемешивании. Полученный раствор отделяли от твердого остатка стеклянным фильтром (класс 4) и направляли на переработку с целью извлечения рения, а твердый остаток смешивали с измельченным гидроксидом кальция. Спекание смеси проводили при температуре 550 °C в течение 2 ч. Полученный осмиевый продукт измельчали в течение 2 мин ультразвуковым низкочастотным диспергатором УЗД 1-1,0/22 с частотой 22 кГц и интенсивностью 15 Вт/см², после чего прокачивали в атмосфере азота при температуре 880 °C в течение 40 мин. После промывания продукта прокаливания дистиллированной водой получили 720 мг черного осмия.

Пример 3 (переработка отходов производства молибдена).

310 г темного осадка, образовавшегося на границе органической фазы после рекстрагирования рения гидратом аммиака из 10 %-ного раствора технического триалкиламина в керосине с добавлением октанола-2, растворяли в 3 л этилового спирта в течение 2 ч при периодическом перемешивании. Нерастворившуюся осмийсодержащую фракцию отделяли стеклянным фильтром (класс 4), после чего растворяли в 1 л дистиллированной воды в течение 2 ч при периодическом перемешивании. Полученный раствор отделяли от твердо-

ВУ 24018 С1 2023.04.30

го остатка стеклянным фильтром (класс 4) и направляли на переработку с целью извлечения рения, а твердый остаток смешивали с измельченным карбонатом кальция. Спекание смеси проводили при температуре 540 °С в течение 2 ч. Полученный осмиевый продукт измельчали в течение 2 мин ультразвуковым низкочастотным диспергатором УЗД 1-1,0/22 с частотой 22 кГц и интенсивностью 15 Вт/см², после чего прокачивали в атмосфере азота при температуре 880 °С в течение 40 мин. После промывания продукта прокачивания дистиллированной водой получили 790 мг черного осмия.

Таким образом, заявленный способ позволяет получать осмий, который на 97,5-98 % состоит из ¹⁸⁷Os.

Источники информации:

1. Изотопы: свойства, получение, применение. В 2 т. Том 1. Под ред. В.Ю. Баранова. Москва: ФИЗМАТЛИТ, 2005, 600 с., с. 127-228.
2. АБИШЕВА З.С. и др. Производство соединений рения и изотопа осмий-187. Вестник МИТХТ. 2013, т. 8, № 3, с. 34-48.
3. RU 2 039 104 С1, 1995.