



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 25 08 78

(21) FV 5594-78

(89) 143 362, DD

(32)(31)(33) 27 09 77 (WP C 01 G/201 220), DD

(40) Zveřejněno 17 07 84

(45) Vydáno 15 08 85

(11) 233 302
B1

(51) Int. Cl.³

C 01 G 47/00

(75)
Autor vynálezu

HERING RUDOLF, GÜSTROW,
BECKER KARL, BAD KÜSEN,
NEUBAUER HANS DIETER, MERSEBURG, (DD)

(54)

Způsob přípravy kyseliny rhenisté

Vynález se týká způsobu přípravy kyseliny rhenisté s vyšší koncentrací z těžce rozpustných rhenistanů. Podstata vynálezu spořívá v tom, že se suspenze těžce rozpustného rhenistanu, s výhodou rhenistanu draselného, při zvýšené teplotě, s výhodou při teplotě 90 až 100 °C, uvede do styku se silně kyselým katexem v kyselém cyklu zpočátku v mechanicky míchaném loži v prvním pásmu reakce a potom se vznikající roztok uvede ve styk v druhém pásmu reakce s pevným ložem uvedeného ionexu.

НАЗВАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY			
PV.....		Číslo.....	
PŘÍL.....		VÝRIZ.....	
PŘÍL	ÚTVAR	PŘÍL	VÝRIZ

2 2 1 8 1
0 0 2 6 3 0

Способ получения перрениевой кислоты

Область применения изобретения

Изобретение касается способа получения сравнительно концентрированной перрениевой кислоты с высокой степенью чистоты из труднорастворимых перренатов применением ионообменных смол.

Характеристика известных технических решений

Самая выгодная технология для получения или регенерации рения — это осаждение рения в виде труднорастворимого перрената калия. Однако главная часть потребности в рении необходима для таких целей, где применяют рений в виде перрениевой кислоты. Одним из до сих пор принятых способов получения достаточно концентрированной перрениевой кислоты является превращение насыщенного при комнатной температуре раствора перрената аммония с помощью сильно кислых катионообменных смол, причем возникает около 0,1 молярной перрениевой кислоты (около 18 г Ре /л). Необходимый для этого перренат аммония нужно, при случае, только получить из труднорастворимого перрената калия. Таким образом по патенту DE - 67 108 превращение происходит восстановлением перрената калия в рениевый металл, окисление рения в окись рения (VI), введение окиси рения (VII) в раствор аммиака и кристаллизация перрената аммония глубоким охлаждением. По другому способу превращение происходит ионообменом, причем перренат калия переводят с помощью сильно кислых катионитов в разбавленную, около 0,025 молярную перрениевую кислоту, потом нейтрализуют с аммиаком, концентрируют раствор, прибавляют избыточный аммиак и наконец кристаллизуют перренат аммония охлаждением до -2°C . Эти известные способы имеют некоторые недостатки. Или общий способ получения рения должен быть направлен на

технически дорогостоящее получение труднее получаемых перренатов аммония, или легче получаемый, но труднорастворимый перренат калия должен быть превращен посредством вышеуказанных еще дополнительных технологических ступеней в около 3,5-кратный более растворимый перренат аммония, чтобы наконец получить из этого перрениевую кислоту ионообменом. Вопреки этим дополнительным технологическим ступеням из перрената аммония получают ионообменом только концентрации перрениевой кислоты около 0,1 молярно. Если предполагается получить более высокие концентрации перрениевой кислоты, тогда необходимы еще дополнительные технологические ступени, например, повышение концентрации разбавленной перрениевой кислоты, превращение перрената аммония с горячим натровым щелочом и следующим ионообменом или восстановление перрената калия в рений, последующее окисление в окись рения (VII) и введение в воду.

Цель изобретения

В основу изобретения положена задача, найти способ прямого получения перрениевой кислоты из перрената калия или других труднорастворимых перренатов, обеспечивающий концентрации перрениевой кислоты более 0,2 молярно в единственной технологической ступени.

Изложение сущности изобретения

Согласно изобретению решение указанной задачи достигается способом изготовления перрениевой кислоты более высокой концентрации из труднорастворимых перренатов, при котором суспензия труднорастворимого перрената, предпочтительно перрената калия, при повышенной температуре, предпочтительно при $90 - 100^{\circ} \text{C}$, с имеющейся в виде кислоты сильно кислой катионообменной смолой сначала в механически перемешанной первой зоне реакции, после чего возникающий раствор превращается во второй зоне реакции на твердо расположенной ионообменной смоле. Для проведения способа, согласно изобретению, разработали технологию ионообмена, по которой сначала проходит способ с мешалкой и потом колонный способ.

Ионообменное устройство состоит например из колонны с термостатом, связанной в верхней части тоже с мешалкой с термостатом. Нижнюю часть заполняют сильно кислым катионитом в виде кислоты. Верхняя часть колонны содержит часть ионита и труднорастворимый перренат.

Пример осуществления изобретения

В ионообменную колонну с термостатом с внутренними размерами 20 x 300 мм, заполненную 70 л имеющегося в виде кислоты сильно кислого катионита (сульфонатовый катионит в виде кислоты) подают 15 г перрената калия и доливают дистиллированную воду. После достижения температуры колонны минимально 90° С перемешивали верхнюю треть колонны и промывали дистиллированной водой при скорости течения около 2 см.мин⁻¹. При этом в верхней части колонны состоится парциальный ионообмен с образованием сравнительно концентрационной HReO_4 , и в нижней части обмен количественно кончается. В имеющемся испытании получили всего 250 мл 0,21 молярной перрениевой кислоты, причем главная фракция (около 180 мл) составляла примерно 0,3 молярно.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY			
PV.....		CAP	23. 1. 8
		OSOB. POŠTA	DOŠLO
PRIL	UTVAR	PRF	00363
		VÝBIV	01

Способ получения перренниевой кислоты более высокой концентрации из труднорастворимых перренатов, отличающийся тем, что суспензия труднорастворимого перрената, преимущественно перрената калия, при повышенной температуре, преимущественно 90 до 100° С, превращают с имеющейся в виде кислоты сильно кислой катинообменной смолой сначала в механически перемешанной первой зоне реакции, после чего возникающий раствор дальше превращают во второй зоне реакции на твердо расположенной ионообменной смоле.

АННОТАЦИЯ

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY	
ČAS	23.11
ČÍSLO/POŠTA	00035

Изобретение касается способа получения сравнительно концентрированной перренниевой кислоты с высокой степенью чистоты из труднорастворимых перренатов применением ионообменных смол. Оно отличается тем, что ионообмен проводят в виде кислоты сильно кислых катионитов при температурах преимущественно 90 - 100° С, причем сначала превращают суспензию перрената в механически перемешанной первой зоне реакции, после чего превращение во второй зоне на твердо расположенной ионообменной смоле кончается.

Předmět vynálezu

Způsob přípravy kyseliny rhenisté s vyšší koncentrací z těžce rozpustných rhenistanů, vyznačený tím, že se suspenze těžce rozpustného rhenistanu, s výhodou rhenistanu draselného, při zvýšené teplotě, s výhodou při teplotě 90 až 100 °C, uvede do styku se silně kyselým katexem v kyselém cyklu zpočátku v mechanicky míchaném loži v prvním pásmu reakce a potom se vznikající roztok uvede ve styk v druhém pásmu reakce s pevným ložem uvedeného ionexu.

Uznáno vynálezem na základě výsledků expertizy, provedené Úřadem pro vynálezectví a patentnictví, Berlín, (DD)