



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГОСУДАРСТВЕННОМ КОМИТЕТЕ СССР ПО НАУКЕ И ТЕХНИКЕ
(ГОСКОМИЗОБРЕТЕНИЙ)

АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО

№ 1635592

На основании полномочий, предоставленных Правительством СССР, Госкомизобретений выдал настоящее авторское свидетельство на изобретение:

"Способ получения флюида кобальта"

Автор (авторы): Сарсембаев Болат Шайменович и другие,
указанные в описании

Заявитель: ИНСТИТУТ ОРГАНИЧЕСКОГО СИНТЕЗА И УГЛЕХИМИИ АН
КАЗССР И ХИМИКО-МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ АН
КАЗССР

Заявка № 4718023 Приоритет изобретения 24 мая 1989г.

Зарегистрировано в Государственном реестре
изобретений СССР

15 ноября 1990г.

Действие авторского свидетельства распро-
страняется на всю территорию Союза ССР.

Председатель Комитета

Начальник отдела

Ю. Галкин
Земель



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

0001
00169
ДЛЯ СЛУЖЕБНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ ЭКЗ. №

(19) SU (11) 1635592 A1

(51) С 25 В 1/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГИИТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1

- (21) 4718023/26
(22) 24.05.89
(71) Институт органического синтеза и углекислоты АН КазССР и Химико-металлургический институт АН КазССР
(72) А.Баешов, Б.Ш. Сарсенбаев, М.Ж.Журинов, С.У.Стамкулов, М.Д.Атабаев, Т.Урисбаев, С.Х. Амангалиев и К.А.Калдыбаев
(53) 661.357(088.8)
(56) Авторское свидетельство СССР № 377433, кл. С 23 В 5/32, 1973.

Изобретение относится к электрохимическим производствам, в частности к технологии получения фосфида кобальта Co_2P , применяемых в ряде областей промышленности.

Целью изобретения является повышение производительности электрохимического способа получения фосфида кобальта, замена дефицитного сырья и упрощение аппаратного оформления процесса.

Пример 1. В стеклянную термостатированную ячейку с двумя кобальтовыми электродами внесено 300 мл хлорида кобальта с концентрацией 150 г/л и 1 г белого фосфора. Температура процесса 70°C, плотность 10-91

2

- (54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФОСФИДА КОВАЛЬТА
(57) Изобретение относится к электрохимическим производствам, в частности к технологии получения порошкообразного фосфида кобальта Co_2P . Предложенный способ получения фосфида кобальта позволяет исключить использование дефицитного гипофосфита натрия и повысить производительность процесса. С целью получения порошкового фосфида кобальта электролиз водного раствора хлорида кобальта с концентрацией 100-200 г/л проводят с кобальтовыми электродами переменным током частотой 50 Гц при плотности тока 400-5000 А/м² и температуре 55-85°C в присутствии диспергированного белого фосфора.

тока на кобальтовых электродах 1500 А/м², частота 50 Гц.

Продолжительность электролиза рассчитывалась по закону Фарадея из предположения, что в каждом катодном полупериоде переменного тока протекает восстановление кобальта до элементарного, после чего свежесформованный металл взаимодействует с фосфором, образуя сплав кобальт-фосфор. Время задавалось с 10%-ым избытком.

Выход по току (ВТ) 92%. Содержание фосфора в осадке 20,7%.

Пример 2. Конкретные примеры осуществления способа приведены в таблице.

(19) SU (11) 1635592 A1

При поляризации постоянным током эффект не достигается из-за образующейся окисной пленки ($\text{CoO}_m \cdot n\text{H}_2\text{O}$) на поверхности кобальтового анода.

В результате химического и рентгенофазового анализа установлено, что полученному фосфиду кобальта отвечает формула состава Co_2P .

Представленные результаты свидетельствуют о том, что порошкообразный фосфид кобальта удается получить с достаточным высоким выходом по току только при проведении электролиза переменным током в заявленных интервалах значений концентраций хлорида кобальта, температуры и плотности тока. Нижний температурный предел осуществления процесса ограничен температурой плавления белого фосфора. Ниже 55°C процесс не идет вообще из-за его отсутствия в объеме электролита (пример 6). Увеличение температуры выше 85°C нецелесообразно, так как выход тока при этом составляет 92,1% (пример 9) и практически равен выходу по току при 70°C (пример 1), в то же время рост температуры значительно увеличивает потери фосфора в виде окислов и испарение электролита, ухудшая условия труда.

Область значений плотности тока ограничена также значением 400 A/m^2 , при котором выход по току целевого продукта снижается до 34% (пример 3) против 92% при 1500 A/m^2 (пример 1) и 87,4% при 5000 A/m^2 (пример 7) и верхним значением 5000 A/m^2 , выше которого из-за протекания побочных процессов выход по току фосфида кобальта составляет лишь 82,3% (пример 4).

Нижний предел концентрации хлорида кобальта в электролите 100 г/л определяется необходимым количеством хлоранионов, играющих непосредственную роль в процессе растворения кобальтовых электродов, и снижение его концентрации со 150 г/л (пример 1) до 100 г/л (пример 5) вызывает уменьшение выхода целевого продукта с 92,9 до 49% при прочих равных условиях. Верхний предел содержания хлорида кобальта в электролите 200 г/л (пример 2) обусловлен его растворимостью.

Известен способ получения фосфидного покрытия.

Осаждение пленочного покрытия осуществляют на поверхности электрода (катода).

Используемый электролит содержит хлористый кобальт $100\text{--}200 \text{ г/л}$, гипофосфит натрия (аммония) $5\text{--}30 \text{ г/л}$, фтористый калий $1\text{--}5 \text{ г/л}$ и соляную кислоту $0,1\text{--}1 \text{ н}$. Интервал применяемой плотности тока на катоде $1\text{--}10 \text{ A/dm}^2$. Температура процесса поддерживается в пределах $20\text{--}50^\circ\text{C}$.

В основу процесса данного производства положено совместное протекание двух процессов: электрохимическое восстановление кобальта на поверхности электрода и каталитическое разложение гипофосфита натрия на свежеосажденном кобальте с образованием элементарного фосфора и с последующим внедрением его в кристаллическую структуру металлического кобальта.

Таким образом, в данном случае в качестве донора фосфора служит гипофосфит натрия. Деполяризатором и источником кобальта в расплаве служит раствор хлорида кобальта концентрации $100\text{--}200 \text{ г/л}$.

Основные недостатки прототипа: 1) способ не позволяет получить товарный порошковый фосфид кобальта (целевой продукт получается лишь в виде тонких пленок);

2) донором фосфора является дорогостоящий и дефицитный реактив гипофосфит натрия;

3) в результате обменной реакции, между применяемыми в процессе соляной кислоты и фтористого калия происходит образование высокоокислечных паров плавиковой кислоты.

Таким образом, предлагаемое изобретение позволяет получить товарный порошок фосфида кобальта Co_2P с высоким выходом по току и в отличие от прототипа использовать в качестве источника фосфора не гипофосфит натрия, дорогой и дефицитный, а непосредственно белый фосфор. При этом полностью исключается использование фторида калия и соляной кислоты, отпадает необходимость в регулярной корректировке электролита, а сам продукт получается в виде порошка.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения фосфида кобальта формулы Co_2P электролизом раствора, содержащего $100\text{--}200 \text{ г/л}$ хлорида

кобальта, в присутствии фосфорсодержащего компонента, отличающийся тем, что, с целью обеспечения получения фосфида кобальта в виде порошка, в качестве фосфорсодер-

жащего реагента используется суспензия белого фосфора и электролиз ведут на кобальтовых электродах переменным током частотой 50 Гц и плотностью 400-5000 А/м² при 55-85°С.

Пример	C_{CoCl_2} , г/л	i , А/м ²	t , °С	ВТ, %	Р, %
1	200	2000	70	92,9	20,9
2	150	400	70	34	20,3
3	150	5500	70	82,3	20,1
4	100	1500	70	49	20,3
5	100	1500	25	0	0
6	150	5000	70	87,4	20,2
7	150	1500	55	86,7	20,7
8	150	1500	85	92,1	20,7

Редактор В. Трубоченко

Составитель О. Зобнин
Техред М. Дидык

Корректор М. Максимович

Заказ 1040/ДСП

Тираж 171

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101