



Badanie możliwości wykorzystania renianu(VII) tetraaminaniklu(II) wysokiej czystości do wytwarzania proszku stopowego Re-Ni

TOMASZ MAJEWSKI, KATARZYNA LESZCZYŃSKA-SEJDA¹,
JERZY MICHAŁOWSKI, JAN PIĘTASZEWSKI

Wojskowa Akademia Techniczna, Wydział Mechatroniki i Lotnictwa,
00-908 Warszawa, ul. gen. S. Kaliskiego 2, tomasz.majewski@wat.edu.pl

¹Institut Metali Nieżelaznych w Gliwicach, 44-100 Gliwice, ul. Sowińskiego 5

Streszczenie. W artykule przedstawiono metodę otrzymywania wysokiej czystości renianu(VII) tetraaminaniklu(II). Metoda ta polega na reakcji stężonego roztworu wody amoniakalnej z wysokiej czystości bezwodnym renianem(VII) niklu(II). Uzyskany w ten sposób renian(VII) tetraaminaniklu(II) zredukowano w atmosferze zdysocjowanego amoniaku w celu otrzymania proszku stopowego Re-Ni. W artykule umieszczono również informacje dotyczące wybranych właściwości fizykochemicznych uzyskanego proszku. Stopowy proszek Re-Ni może znaleźć zastosowanie m.in. w wytwarzaniu wolframowych spieków ciężkich.

Słowa kluczowe: renian(VII) tetraaminaniklu(II), redukcja, spieki ciężkie, ren

DOI: 10.5604/12345865.1211122

1. Wstęp

Ren ma zdolność tworzenia kompleksowych amoniakalnych związków z takimi metalami jak: nikiel, kobalt, srebro, kadm oraz cynk [1-3]. Z literatury wiadomo, że związki amoniakalne renu z niklem można uzyskiwać w wyniku reakcji wodnego roztworu renianu(VII) niklu(II) z wodnym roztworem amoniaku. W ten sposób otrzymuje się nietrwały kompleks — renian(VII) tetraaminaniklu(II), który natychmiast, przy dostępie powietrza, rozpada się, tracąc kolejne cząsteczki amoniaku [4].

W Instytucie Metali Nieżelaznych w Gliwicach, w ramach realizacji projektu Metaltop, opracowano metodę wytwarzania stabilnego związku chemicznego renu i niklu, czyli renianu(VII) tetraaminaniklu(II) (wzór chemiczny $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_4](\text{ReO}_4)_2$). Związek ten, uzyskany z zastosowaniem ww. technologii, posiada wysoką czystość, pozwalającą na użycie go do wytwarzania proszku Re-Ni [5]. Opracowana technologia charakteryzuje się wysoką wydajnością, brakiem strat drogich metali (renu i niklu), a także możliwością zagospodarowania wszystkich roztworów odpadowych.

W badaniach realizowanych od 2001 roku w Wojskowej Akademii Technicznej, dotyczących metod wytwarzania spieków ciężkich z osnową wolframową i dodatkiem renu, stosowano, jako źródło renu, proszek metaliczny renu, renian(VII) amonu lub renian(VII) niklu(II). Nikiel wprowadzano w postaci karbonylkowego proszku tego metalu [6-8].

Niniejsza praca wskazuje na możliwość zastąpienia stosowanych dotychczas źródeł renu nowym związkiem, czyli renianem(VII) tetraaminaniklu(II), który zawiera, podobnie jak renian(VII) niklu(II), równocześnie dwa składniki wolframowych spieków ciężkich [9].

Wytworzony przez redukcję renianu(VII) tetraaminaniklu(II) proszek stopowy Re-Ni może znaleźć zastosowanie w technologii wytwarzania spieków ciężkich i stopów specjalnych techniką metalurgii proszków, w miejsce stosowanych elementarnych proszków metalicznych renu i niklu [10-12].

Wykorzystanie proszku stopowego Re-Ni wytworzonego z renianu(VII) tetraaminaniklu(II) w procesach wytwarzania spieków ciężkich z osnową wolframową (zamiast elementarnych proszków metalicznych) powinno umożliwić [9, 13]:

- poprawę warunków BHP (elementarny proszek niklu jest kancerogenny),
- uzyskanie lepszego ujednorodnienia składu mieszanki proszków, co może powodować obniżenie kosztów procesu spiekania (krótszy czas spiekania, ewentualnie niższa temperatura tego procesu),
- przyspieszenie procesów dyfuzyjnych podczas spiekania,
- zmniejszenie stopnia utlenienia poszczególnych proszków,
- uzyskanie (w większym stopniu niż przy mieszance proszków elementarnych) jednorodnych spieków, wyrównywanie składu chemicznego.

W porównaniu z renianem(VII) niklu(II), renian(VII) tetraaminaniklu(II) charakteryzuje się następującymi zaletami:

- nie wykazuje higroskopijności,
- jest bardziej stabilny pod względem chemicznym,
- zawiera mniej zanieczyszczeń.

2. Metodyka wytwarzania materiałów do badań

2.1. Proces wytwarzania renianu(VII) tetraaminaniklu(II)

Badania prowadzono przy użyciu, jako źródłowego związku renu i niklu, zsyntezowanego w IMN bezwodnego renianu(VII) niklu(II) [14]. Zastosowany renian(VII) niklu(II) zawierał: 10,5% Ni i 66,6% Re oraz < 2 ppm Bi; < 3 ppm Zn; < 2 ppm As; < 100 ppm Co; < 10 ppm Mg; < 3 ppm Cu; < 5ppm Mo; < 5 ppm Pb; < 10 ppm K; < 50ppm Na; < 10 ppm Ca; < 10 ppm Fe. W badaniach wykorzystano również 25% wodny roztwór amoniaku o czystości cz.d.a., firmy PoCh Gliwice.

W ramach tych badań określono wpływ nadmiaru stosowanej wody amoniakalnej w stosunku do potrzeb wynikających z reakcji otrzymywania $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_4](\text{ReO}_4)_2$ oraz czasu ww. reakcji na jej wydajność i skład chemiczny uzyskiwanego materiału.

Badania prowadzono wg następującej procedury: do zadanej objętości stężonego wodnego roztworu amoniaku dodawano porcjami bezwodny $\text{Ni}(\text{ReO}_4)_2$, tak aby temperatura reakcji nie przekroczyła 40°C. Badania prowadzono w temperaturze pokojowej, mieszając powstały roztwór przez pół godziny. Następnie roztwór oddzielano od powstałego osadu przez filtrację próżniową, przemywając osad pozostały na filtrze stężonym wodnym roztworem amoniaku. Otrzymane osady, po ich wysuszeniu w temperaturze pokojowej do stałej masy, analizowano ze względu na zawartość głównych składników, czyli jonów amonowych, niklu i renu, a w roztworze określano stężenie niklu.

Dla otrzymanego $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_4](\text{ReO}_4)_2$ wykonano badania stabilności termicznej. Analizę przeprowadzono wg następującej procedury: próbkę suszono przez 30 minut w zadanej temperaturze. Analizę prowadzono w przedziale temperatury wynoszącym od 40 do 180°C. Trzy substancje, powstałe po wysuszeniu w temperaturze 60, 130 i 160°C, analizowano pod kątem zawartości głównych składników, czyli jonów amonowych, niklu i renu, oraz określono w nich wybrane zanieczyszczenia.

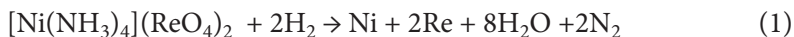
Renian(VII) tetraaminaniklu(II) otrzymano, stosując następującą procedurę: do 2 dm³ 25% wodnego roztworu amoniaku dodawano porcjami 380 g bezwodnego renianu(VII) niklu(II) (wcześniej wysuszonego), tak aby temperatura nie przekraczała 40°C, po czym wytrącony w ten sposób osad mieszano przez godzinę w temperaturze w przedziale 0-10°C. Po godzinie wytrąconą substancję filtrowano i przemywano przy użyciu filtra 25% roztworem wody amoniakalnej, po czym suszono do stałej masy w temperaturze 60°C.

Wszystkie analizy renianu(VII) tetraaminaniklu(II) wykonano w Zakładzie Chemii Analitycznej IMN. W celu oznaczenia zawartości renu zastosowano metodę wagową przy użyciu chlorku tetrafenylarsoniowego (CTFA) jako odczynnika strącającego. Zawartości niklu oznaczano metodą FAAS (< 10%), a zawartość jonu amonowego — metodą miareczkową po jego destylacyjnym wydzielaniu. Do określania ilości wybranych zanieczyszczeń, takich jak: As, Cu, Mg, Zn, Ca, Fe,

Mo, Pb, Na, Bi, K i Co, stosowano następujące techniki instrumentalne: GFAAS (spektrometr absorpcji atomowej wyposażony w piec grafitowy, korektor tła i kuwety grafitowe Z-2000 firmy HITACHI), ICP-OES (spektrometr emisyjny ULTIMA 2 firmy HORIBA Jobin-Ivon), ICP-MS (spektrometr ICP-MS NexION z wyposażeniem, firmy PerkinElmer). Stężenie niklu w roztworach określano metodą FAAS, stosując spektrometr absorpcji atomowej SOLAAR S4 firmy THERMO, wyposażony w moduł płomieniowy z deuterową korekcją tła.

2.2. Proces wytwarzania proszku Re-Ni

Wyżarzanie redukujące renianu(VII) tetraaminaniklu(II) realizowano w przetłotowym piecu rurowym, w atmosferze zdysocjowanego amoniaku (75% H₂ + 25% N₂), o temperaturze punktu rosy poniżej -15°C. Przepływ atmosfery przez piec odbywał się w kierunku przeciwnym do kierunku transportu pojemników z zredukowanym materiałem. Istotnym elementem skuteczności i szybkości redukcji jest wielkość przepływu atmosfery redukującej przez piec. Odpowiedni dobór tego parametru zapewnia sprawne usuwanie pary wodnej. Wielkość przepływu atmosfery ustalono na 15 wymian objętości komory pieca w czasie jednej godziny. Pojemniki z renianem(VII) tetraaminaniklu(II) wygrzewano (w początkowej strefie pieca) w temperaturze 350°C przez 60 minut. W tej atmosferze, zgodnie z informacjami literaturowymi, istnieje niebezpieczeństwo powstania azotku renu ReN_{0,43} — jeśli w atmosferze jest niezdysojowany amoniak [15]. Obecność całkowicie zdysocjowanego amoniaku oraz szczytkowa ilość pary wodnej w przestrzeni pieca przepływowego przeciwdziałała tworzeniu azotku renu. Azot, jeden z dwóch głównych składników atmosfery, nie reaguje z renem aż do temperatury topnienia renu (3180°C). Pełni więc w tym przypadku wyłącznie funkcję gazu osłonowego. Wyżarzanie właściwe (redukujące) realizowano w kolejnej strefie pieca. Podczas wyżarzania następuje redukcja renianu(VII) tetraaminaniklu(II) wodorem według reakcji:



Zastosowano następującą temperaturę wyżarzania: 700, 800 i 900°C. W każdym przypadku czas wyżarzania był jednakowy i wynosił 60 minut. Szybkość nagrzewania pojemników z renianem(VII) tetraaminaniklu(II) od temperatury 350°C do przyjętej wartości temperatury wyżarzania redukującego była również jednakowa (ok. 10°C/min).

3. Opis badań i uzyskane wyniki

3.1. Wyniki badań wytwarzania renianu(VII) tetraaminaniklu(II)

Wyniki badań wpływu ilości stosowanego roztworu amoniakalnego na wydajność strącania oraz skład chemiczny osadu umieszczono w tabeli 1.

TABELA 1

Wyniki badań wpływu ilości stosowanego roztworu amoniakalnego na wydajność strącania i skład chemiczny związku

Nadmiar stosowanego roztworu wody amoniakalnej, %	Objętość roztworu, cm ³	Stężenie Ni w roztworze po strącaniu, g/dm ³	Masa osadu, g	Wydajność strącania, %	Skład, %		
					Ni	Re	NH ₄ ⁺
0	35	6,6	18,6	85,0	9,6	60,1	7,8
50	50	2,3	19,7	89,1	9,5	59,5	10,9
75	60	2,1	20,8	93,1	9,4	59,4	10,9
100	80	1,2	21,0	93,0	9,3	59,3	10,8
125	89	1,3	21,1	94,4	9,4	59,4	10,9
150	100	0,7	21,9	98,0	9,4	59,3	10,9

W przypadku gdy do strącania zastosowano 50% nadmiar stężonego wodnego roztworu amoniaku, wówczas strącony osad zawierał po wysuszeniu: 9,5% Ni, 59,5% Re i 10,9% jonów amonowych — co świadczy, że powstała substancja to [Ni(NH₃)₄](ReO₄)₂. Co ważne, wszystkie strącane osady były substancjami jednorodnymi. Stwierdzono, że wraz ze zwiększaniem ilości stężonego roztworu wody amoniakalnej wydajność strącania związku wzrasta, osiągając swoje maksimum (ponad 98,0%) przy użyciu 150% nadmiaru NH₃aq. Za optymalną ilość stosowanego stężonego NH₃aq uznano stosowanie 50% nadmiaru.

Badania wpływu czasu reakcji na wydajność strącania i skład chemiczny otrzymanego związku przedstawiono w tabeli 2. W strąconych osadach z prób nr 2 i nr 4 dodatkowo określano zawartość wybranych zanieczyszczeń. Skład uzyskanych związków przedstawiono w tabeli 3.

Stwierdzono znaczące obniżenie wydajności strącania amoniaku z 92,3% do 78,4%, gdy zastosowano dwugodzinny czas trwania reakcji. W przypadku tej próby zaobserwowano również zaburzenia w składzie strącanego osadu. W pozostałym przebadanym zakresie czasu reakcji, czyli od 15 do 90 minut, wydajność utrzymywała się na wysokim (ponad 90%) poziomie.

TABELA 2

Wyniki badań wpływu czasu reakcji na wydajność strącania i skład chemiczny związku

Numer próby	Czas reakcji, min	Objętość roztworu, cm ³	Stężenie Ni w roztworze po strącaniu, g/dm ³	Masa osadu, g	Skład, %			Wydajność strącania, %
					Ni	Re	NH ₄ ⁺	
1	15	70	2,1	20,4	9,5	59,5	10,8	92,3
2	30	70	2,2	20,4	9,4	59,5	10,8	91,3
3	60	71	1,5	20,3	9,5	59,5	10,9	91,8
4	90	70	1,6	20,2	9,4	59,5	10,9	90,4
5	120	40	5,4	16,8	9,8	60,2	8,5	78,4

TABELA 3

Skład chemiczny uzyskanych [Ni(NH₃)₄](ReO₄)₂

Numer próby	Skład, %			Zanieczyszczenia, ppm											
	Ni	Re	NH ₄ ⁺	Bi	As	Zn	Co	Mg	Cu	Mo	Pb	K	Na	Ca	Fe
2	9,4	59,5	10,8	< 2	< 2	< 3	< 5	4	< 3	< 5	< 5	< 10	2	< 3	< 5
4	9,4	59,5	10,9	< 2	< 2	< 3	< 5	< 3	< 3	< 5	< 5	< 10	< 3	< 3	< 5

Zaobserwowano, że dozowanie 20 g porcji Ni(ReO₄)₂ w czasie 15 minut powoduje nagrzanie mieszaniny reakcyjnej do 50°C — co w konsekwencji nie miało wpływu na skład strącanego związku, jednak w przypadku procesów prowadzonych w większej skali może powodować straty renu. Za najlepszy czas uznano 30 minut i stosowano go w kolejnych badaniach.

Jak widać, z zastosowaniem niniejszej metody można otrzymywać w sposób powtarzalny, z około 90% wydajnością, wysokiej czystości [Ni(NH₃)₄](ReO₄)₂, o składzie zobrazowanym w tabeli 3.

Wyniki analizy stabilności [Ni(NH₃)₄](ReO₄)₂ przedstawiono na rysunku 1. W tabeli 4 przedstawiono skład chemiczny tego związku po wysuszeniu odpowiednio w temperaturze 60, 130 i 160°C.

Badana substancja okazała się stabilna do temperatury 80°C. W zakresie temperatury 100-120°C zaobserwowano około 2% ubytek masy, świadczący o oderwaniu się jednej cząsteczki NH₃. Wraz z podwyższeniem temperatury do 160°C ubytek wzrósł do ponad 5%, co świadczy o oderwaniu się kolejnej cząsteczki amoniaku i powstaniu kompleksu [Ni(NH₃)₂](ReO₄)₂ — przekształcenie to było również widoczne poprzez zmianę zabarwienia próbki z niebieskiej na zieloną.

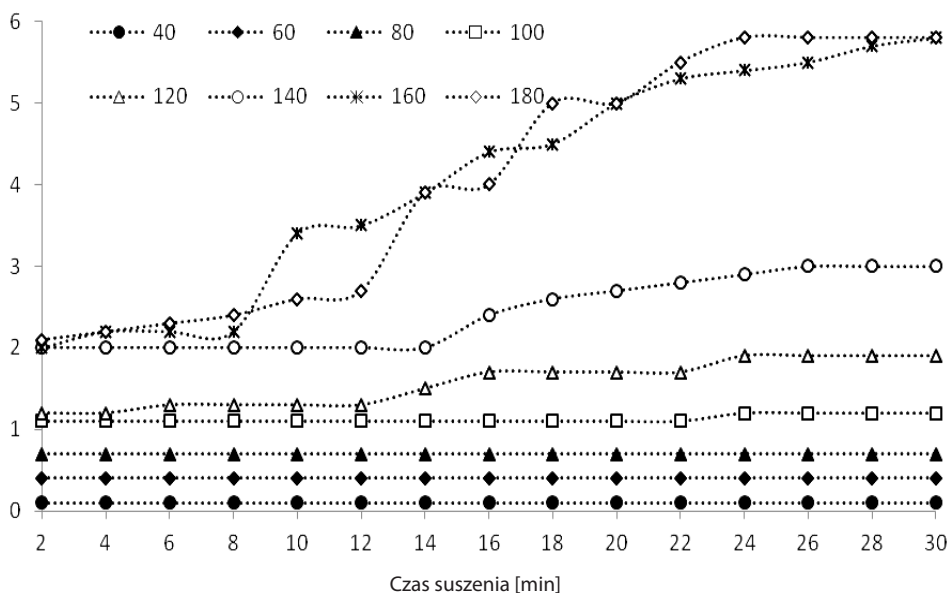
Rys. 1. Stabilność termiczna [Ni(NH₃)₄](ReO₄)₂

TABELA 4

Skład chemiczny uzyskanych związków

Tempe- ratura suszenia	Skład [%]			Zanieczyszczenia [ppm]											
	Ni	Re	NH ₄ ⁺	Bi	As	Zn	Co	Mg	Cu	Mo	Pb	K	Na	Ca	Fe
60	9,4	59,3	10,9	< 2	< 2	< 3	< 5	< 3	< 3	< 5	< 5	< 10	< 3	< 3	< 5
120	9,7	59,6	10,2												
160	9,9	62,6	5,7												

Podsumowując, można stwierdzić, że suszenie w temperaturze 60°C pozwala w sposób stabilny otrzymywać wysokiej czystości [Ni(NH₃)₄](ReO₄)₂ zawierający: 9,4% Ni, 59,3% Re i 10,9% jonów amonowych, natomiast suszenie w temperaturze 160°C umożliwia wytwarzanie wysokiej czystości diaminakompleksu ([Ni(NH₃)₂](ReO₄)₂), zawierającego: 9,9% Ni, 62,6% Re i 5,7% jonów amonowych.

Stosując opracowaną metodykę, uzyskano na potrzeby niniejszych badań 385 g [Ni(NH₃)₄](ReO₄)₂ zawierającego: 9,4% Ni, 59,3% Re i 10,8% NH₄⁺ oraz < 2 ppm Bi; < 3 ppm Zn; < 2 ppm As; < 5 ppm Co; < 3 ppm Mg; < 3 ppm Cu; < 5 ppm Mo; < 5 ppm Pb; < 10 ppm K; < 3 ppm Na; < 3 ppm Ca; < 5 ppm Fe. Sumarycznie w opracowanych warunkach wytworzono około 50 kg związku. Roztwory powstałe po strącaniu i oczyszczaniu po połączeniu zwracano do etapu strącania.

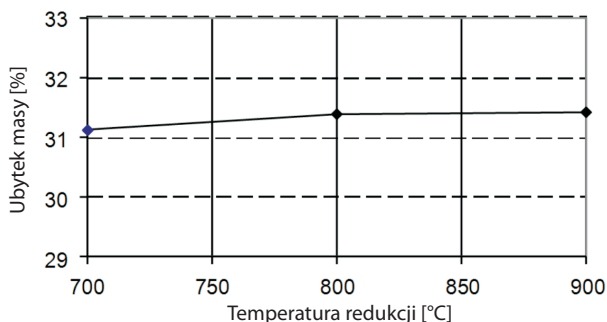
3.2. Wyniki badań redukcji renianu(VII) tetraaminaniklu(II)

Przeprowadzono następujące badania otrzymanych proszków Re-Ni:

- określenie ubytku masy spowodowanego procesem termoredukcji;
- obserwacje metalograficzne proszków;
- rentgenowską analizę fazową;
- pomiary granulometryczne proszków;
- analizę składu chemicznego pod względem zawartości zanieczyszczeń;
- pomiary straty wodorowej;
- pomiary gęstości nasypowej i gęstości nasypowej z usadem.

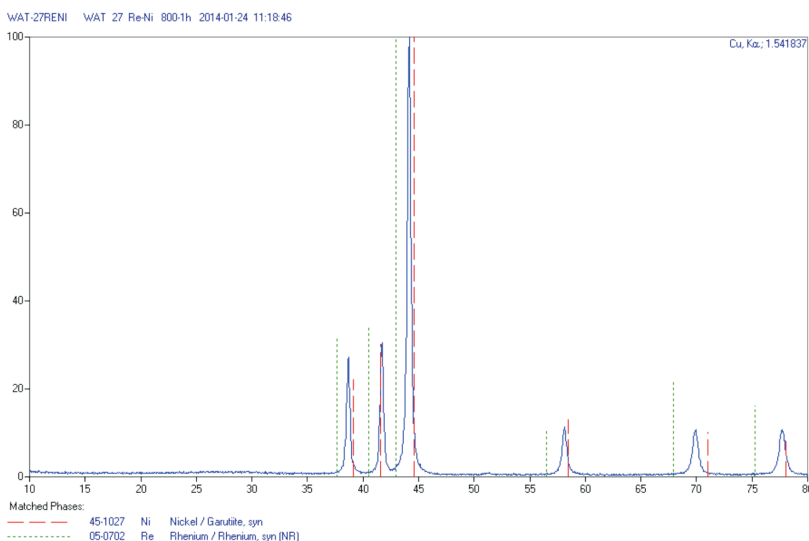
Zgodnie ze wzorem chemicznym, całkowita redukcja renianu(VII) tetraaminaniklu(II) następuje wówczas, gdy ilość wytworzonego proszku renu i niklu będzie stanowił 68,73% wagowych początkowej masy renianu(VII) poddanego wyżarzaniu. Dlatego po przeprowadzonych procesach redukcji we wszystkich próbach badawczych dokonano dokładnych pomiarów ich masy końcowej.

Wyniki tych pomiarów dla różnych wartości temperatury redukcji i czasu redukcji równego 60 minut przedstawiono na rysunku 2.



Rys. 2. Wpływ temperatury redukcji amoniakatu niklu w atmosferze dysocjowanego amoniaku na ubytek masy (dla czasu redukcji 60 minut)

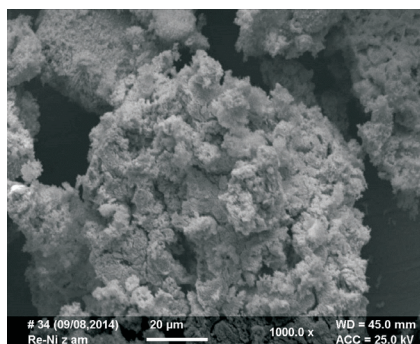
Wraz ze wzrostem temperatury redukcji z 700°C do 800°C zwiększył się ubytek masy początkowej proszku renianu(VII) tetraaminaniklu(II). Podwyższenie temperatury redukcji do 900°C nie wpłynęło na dalszy wzrost ubytku masy. Dlatego też można przyjąć, że temperatura 800°C jest temperaturą wystarczającą do uzyskania pełnej redukcji. Fakt ten został potwierdzony wynikami badań analizy fazowej przedstawionej na rysunku 3.



Rys. 3. Dyfraktogram proszku Re-Ni; parametry termoredukcji: temperatura 800°C, czas 60 minut

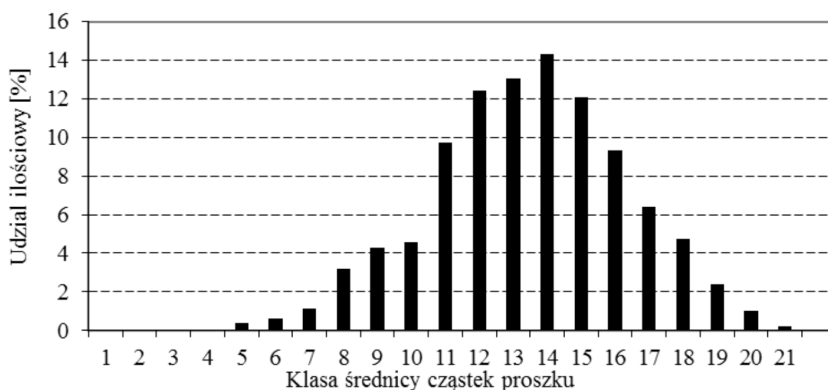
Rysunek 3 obrazuje przykładowy dyfraktogram linii wzorców fazy Re i Ni dla próbki proszku powstałej po redukcji w temperaturze 800°C w czasie 1 godz. Rzeczywista struktura jest rozwiązaniem stałym Re-Ni struktury heksagonalnej i stałych sieci tej struktury: $a = 0,2692$ nm, $c = 0,4334$ nm. Co ważne, struktura badanych próbek była jednorodna. Wynika z tego że, po procesie termoredukcji otrzymano proszek całkowicie stopowy.

Na rysunkach 4 i 5 przedstawiono morfologię oraz rozkład granulometryczny cząstek zredukowanego proszku stopowego Re-Ni po redukcji $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_4](\text{ReO}_4)_2$ w temperaturze 800°C w czasie 60 minut.



Rys. 4. Morfologia aglomeratu proszku Re-Ni otrzymanego po redukcji 60 minut w temperaturze 800°C (SEM)

Cząstki proszku po redukcji występują w postaci aglomeratów. Dlatego przed użyciem tego proszku w procesach wytwarzania spieków niezbędne jest jego rozdrobnienie, np. w młynie kulowym.



Rys. 5. Rozkład granulometryczny cząstek proszku stopowego Re-Ni; parametry termoredukcji: temperatura 800°C, czas 60 minut. Średnia średnica cząstek otrzymanego proszku wynosiła 15,9 μm

Kolejną fazą badań wytworzonego proszku Re-Ni było ilościowe określenie zawartości zanieczyszczeń. Analizy te wykonano metodą spektrometrii masowej z jonizacją w płazmie indukcyjnie sprzężonej (ICP MS). Wyniki przeprowadzonych pomiarów zamieszczono w tabeli 5.

TABELA 5

Wyniki badań zawartości zanieczyszczeń w proszku Re-Ni wytworzonego z $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_4](\text{ReO}_4)_2$ przez redukcję w zdysocjowanym NH_3 , w temperaturze 800°C i w czasie 60 minut

Oznaczone pierwiastki, ppm												
NH_4^+	Mg	Pb	Mo	Co	Zn	Bi	As	Cu	K	Na	Fe	Ca
61	4	< 5	< 5	< 5	4	< 2	< 2	< 3	< 10	< 5	< 5	< 5

Przeprowadzono również badania właściwości technicznych proszku Re-Ni po redukcji w temperaturze 800°C i czasie wyżarzania 60 minut. Ich znajomość jest przydatna przy projektowaniu procesu wytwarzania spieków. W tabeli 6 przedstawiono wyniki pomiarów tych właściwości.

TABELA 6

Wyniki pomiarów właściwości technicznych

Gęstość nasypowa, g/cm^3	1,42
Gęstość nasypowa z usadem, g/cm^3	2,00
Strata wodorowa*, %	0,53

*wielkość straty wodorowej określano po okresie przechowywania proszku wynoszącym 14 dni

4. Podsumowanie

Opisana metoda wytwarzania renianu(VII) tetraaminaniklu(II) pozwoliła uzyskać materiał o wysokiej czystości i stabilnym składzie chemicznym przy utrzymaniu dużej wydajności procesu. Otrzymany renian(VII) tetraaminaniklu(II) zawierał 9,4% Ni 59,3% Re i 10,8% NH_4^+ oraz < 2 ppm Bi; < 3 ppm Zn; < 2 ppm As; < 5 ppm Co; < 3 ppm Mg; < 3 ppm Cu; < 5 ppm Mo; < 5 ppm Pb; < 10 ppm K; < 3 ppm Na; < 3 ppm Ca. Zastosowane warunki procesu oraz zagospodarowanie roztworów odpadowych umożliwiły zapewnienie odpowiednio dużej wydajności.

Przeprowadzone badania redukcji renianu(VII) tetraaminaniklu(II) wykazały możliwość otrzymania całkowicie stopowego proszku Re-Ni o niewielkiej ilości zanieczyszczeń i pozostałych właściwościach (w tym technicznych), które świadczą o tym, że materiał ten może być użyty w procesach metalurgii proszków jako składnik mieszanki proszkowej, np. przy wytwarzaniu wolframowych spieków ciężkich. Pozwoli to na całkowite wyeliminowanie elementarnego proszku renu i częściowe zastąpienie karbońkowego proszku niklu.

W wyniku wykonanych eksperymentów ustalono, że przy zastosowaniu następujących parametrów termoredukcji renianu(VII) tetraaminaniklu(II): temperatura 800°C i czas 1 h, nastąpiła pełna redukcja tego materiału.

Praca została sfinansowana z projektu Nr PBS1/B5/19/2012 Metaltop pt. „Innowacyjne metody otrzymywania stopów metali trudnotopliwych” w ramach polskiego programu PBS I z NCBR realizowanego w IMN i WAT w latach 2013-2015.

Artykuł wpłynął do redakcji 27.10.2015 r. Zweryfikowaną wersję po recenzjach otrzymano 21.04.2016 r.

LITERATURA

- [1] LENZ E., MURMANN R., *Inorg. Chem.*, 7, 1968, s. 9.
- [2] CHAKRAVORTI M., SARKAR M., *Transition Met. Chem.*, 7, 1982, s. 19.
- [3] WILKE-DORFURT E., GUNZERT T., *Z. Anorg. Allg. Chem.*, 215, 1933, s. 369.
- [4] CHAKRAVORTI M., SARKAR M., BHARADWAJ P., *Transition Met. Chem.*, 6, 1981, s. 211.
- [5] LESZCZYŃSKA-SEJDA K., BENKE G., ANYSZKIEWICZ K., CHMIELARZ A., *Rudy i metale nieżelazne, Recykling*, r. 59, nr 1, 2014, s. 6-11.
- [6] WŁODARCZYK E., MICHAŁOWSKI J., PIĘTASZEWSKI J., *Opracowanie podstaw technologii wytwarzania spieku ciężkiego z osnową wolframową o unikatowych właściwościach użytkowych, w zastosowaniu na rdzenie pocisków przeciwpancernych*, Sprawozdanie z projektu badawczego Nr 0 T00C 021 21, WAT, Warszawa, 2004.
- [7] PIĘTASZEWSKI J., MICHAŁOWSKI J., *Badania wpływu zgniotu w metalach ciężkich WHA zawierających ren na końcową ich budowę i właściwości statyczne oraz dynamiczne*, Sprawozdanie z projektu badawczego Nr 0 T00C 008 27, WAT, Warszawa, 2006.
- [8] MAJEWSKI T., MICHAŁOWSKI J., PIĘTASZEWSKI J., *Badania nad zastosowaniem techniki plazmowej do wytwarzania proszków stopowych W-Re na rdzenie pocisków przeciwpancernych i na styki*

- elektryczne, Sprawozdanie z projektu badawczego rozwojowego nr R 00 024 02, WAT, Warszawa, 2010.
- [9] MISSOL W., *Spiekane części maszyn*, Wydawnictwo „Śląsk”, Katowice, 1978.
- [10] MAJEWSKI T., MICHAŁOWSKI J., PIĘTASZEWSKI J., *Metody wytwarzania i właściwości metali ciężkich W-Ni-Fe-Re*, Inżynieria Materiałowa, 2, 162, 2008.
- [11] WRONA A. i in., *Własności stopów wstępnych wytwarzanych technologiami metalurgii proszków i przeznaczonych do produkcji superstopów z udziałem renu*, II Międzynarodowa Konferencja „Metale towarzyszące w przemyśle metali nieżelaznych”, Wrocław, październik 2010 — materiały konferencyjne.
- [12] WALTSON W.S. i in., *Rene’N6 Third Generation Single Crystal Superalloy*, G.E. Aircraft Engines Cincinnati, OH 45215 Cornege Mellon University, Pittsburg, PA15213.
- [13] RUTKOWSKI W., *Projektowanie właściwości wyrobów spiekanych z proszków i włókien*, PWN, Warszawa, 1977.
- [14] LESZCZYŃSKA-SEJDA K., BENKE G., CHMIELARZ A., *Hydrometallurgical methods for production of Ni(ReO₄)₂ and Co(ReO₄)₂*, *Erzmetall World of Metallurgy*, nr 5, 2013, pp. 267-273.
- [15] SAWICKI E.M., TYLKINA M.A., POWAROWA K.B., *Splawy rienija*, Izd. Nauka, Moskwa, 1965.

T. MAJEWSKI, K. LESZCZYŃSKA-SEJDA, J. MICHAŁOWSKI,
J. PIĘTASZEWSKI

Investigation of applicability of high purity tetraaminenickel(II) perrhenate to Re-Ni alloy powder production

Abstract. In this paper, a method for preparation of high purity tetraaminenickel(II) perrhenate is presented. This method comprises reacting of a concentrated solution of ammonia water with high purity anhydrous nickel(II) perrhenate(VII). The resulting tetraaminenickel(II) perrhenate is reduced under dissociated ammonia conditions, to obtain Re-Ni alloy powder. The article also provides information on selected physicochemical properties of the produced powder. Such Re-Ni alloy powder can be applied for tungsten heavy alloys production.

Keywords: tetraaminenickel(II) perrhenate, reduction, heavy alloys, rhenium

DOI: 10.5604/12345865.1211122