

# РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2661298

### Способ получения порошка карбида вольфрама

Патентообладатель: *Общество с ограниченной ответственностью "КАТАЛИЗАТОРЫ" (RU)*

Авторы: *Кушхов Хасби Билялович (RU), Маржохова Марьяна Хажмусовна (RU), Адамокова Марина Нургалиевна (RU), Хажуев Владимир Шамилович (RU), Тлеужев Адальби Билелович (RU), Курманов Николай Муззинович (RU)*

Заявка № 2016121376

Приоритет изобретения 30 мая 2016 г.

Дата государственной регистрации в  
Государственном реестре изобретений  
Российской Федерации 13 июля 2018 г.

Срок действия исключительного права  
на изобретение истекает 30 мая 2036 г.

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Г.П. Ившин





РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19)

**RU**

(11)

**2 661 298**

(13)

**C2**

(51) МПК

[C25C 5/04 \(2006.01\)](#)

[C01B 32/949 \(2017.01\)](#)

(52) СПК

[C25C 5/04 \(2006.01\)](#)

[C01B 32/949 \(2006.01\)](#)

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

Статус: действует (последнее изменение статуса: 27.07.2018)  
Пошлина: учтена за 3 год с 31.05.2018 по 30.05.2019

(21)(22) Заявка: [2016121376](#), 30.05.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
30.05.2016

Дата регистрации:  
13.07.2018

Приоритет(ы):  
(22) Дата подачи заявки: 30.05.2016

(43) Дата публикации заявки: 05.12.2017 Бюл.  
№ [34](#)

(45) Опубликовано: [13.07.2018](#) Бюл. № [20](#)

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: RU 2372421 C1, 10.11.2009. US  
3589987 A1, 29.06.1971. RU 2372420 C1,  
10.11.2009.

Адрес для переписки:  
360004, КБР, г. Нальчик, ул.  
Чернышевского, 173, КБГУ, Руководителю  
Центра поддержки технологий и инновации  
(ЦПТИ) Маржоховой М.Х.

(72) Автор(ы):

Кушхов Хасби Билялович (RU),  
Маржохова Марьяна Хажмусовна (RU),  
Адамокова Марина Нургалиевна (RU),  
Хажуев Владимир Шамилович (RU),  
Тлеужев Адальби Билелович (RU),  
Курманов Николай Музаинович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Общество с ограниченной  
ответственностью "КАТАЛИЗАТОРЫ"  
(RU)

**(54) Способ получения порошка карбида вольфрама**

(57) Реферат:

Изобретение относится к электрохимическому получению чистого порошка карбида вольфрама, обладающего развитой поверхностью и электрокаталитическими свойствами. Ведут электролиз расплава, содержащего 35,0-45,0 мол. % вольфрамата лития, 15,0-20,0 мол. %

карбоната натрия и остальное - вольфрамат натрия, в открытых ваннах в гальваностатическом режиме при плотности катодного тока 2,5-7,5 А/см<sup>2</sup>. Обеспечивается получение порошка из устойчивого электролита. 3 пр.

Изобретение относится к электрохимическому синтезу соединений вольфрама и может быть использовано для получения чистого порошка карбида вольфрама, обладающего развитой поверхностью, электрокаталитическими свойствами.

Изобретение может быть использовано для получения чистого порошка карбида вольфрама. Способ позволяет повысить устойчивость электролита и понизить стоимость исходного сырья.

Электролиз ведут при температуре 900°С, в качестве источника вольфрама используется вольфрамат лития, в качестве источника углерода используется карбонат натрия, плотность тока 2,5-7,5 А/см<sup>2</sup>.

Изобретение относится к электрохимическому синтезу соединений вольфрама и может быть использовано для получения чистого порошка карбида вольфрама, обладающего развитой поверхностью, электрокаталитическими свойствами. Карбид вольфрама применяется в качестве катализатора взамен платины в процессах органического синтеза, электрокаталитических процессах (электроокисление, электровосстановление водорода) в топливных элементах.

Известны способы получения карбида вольфрама электрохимическим синтезом из расплавленных электролитов [1-3].

Наиболее близким является способ получения [3].

Задачей, поставленной авторами изобретения, является повышение устойчивости электролита и понижение стоимости исходного сырья.

Задача решается следующим образом.

Используется расплав для электрохимического синтеза карбида вольфрама, содержащий вольфрамат лития, карбонат натрия и вольфрамат натрия при следующем соотношении компонентов, мол. %:

Вольфрамат лития	35,0-45,0
Карбонат натрия	15,0-20,0
Вольфрамат натрия	остальное

Для осуществления электрохимического синтеза необходимо, чтобы потенциалы электровыделения углерода и вольфрама были равны или близки. Поэтому используется расплав, значения напряжения разложения карбоната натрия и вольфрамата лития близки и происходит совместное

электроосаждение углерода и вольфрама с образованием WC. Растворитель Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> выбран на том основании, что система Li<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>-Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> является самой низкотемпературной оксидной системой для выделения металлического вольфрама на электроотрицательные подложки (никель).

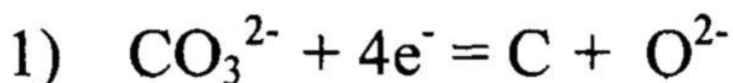
Карбонат натрия является более устойчивым и наиболее дешевым из всех карбонатов щелочных металлов, и его наличие в электролите синтеза позволяет повысить устойчивость электролита и понизить стоимость исходного сырья.

Электролит готовят расплавлением в электропечи смеси вольфраматов натрия и лития в графитовом тигле. При достижении 700°C в расплав добавляют карбонат натрия. По достижении рабочей температуры в расплав погружают электроды. Электролиз осуществляют в открытых ваннах в гальваностатическом режиме при плотности катодного тока 2,5-7,5 А/см<sup>2</sup>, температуре 900°C с графитовым анодом и при использовании в качестве катода никелевого стержня. Выход по току 85-90%.

Порошки карбида вольфрама получают при плотности тока 2,5-7,5 А/см<sup>2</sup>. При концентрации карбоната натрия меньше 15 мол. % получают карбид вольфрама, содержащий полукарбид вольфрама (W<sub>2</sub>C) и металлический вольфрам. Если концентрация карбоната натрия более 20 мол. %, то в процессе электролиза наряду с карбидом получается свободный углерод.

Реакции, протекающие при электрохимическом синтезе, описываются следующими уравнениями:

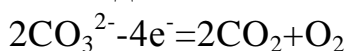
на катоде:



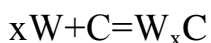
процесс электрохимического восстановления анионов WO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, катионизированных ионами Li<sup>+</sup>, можно описать общей схемой:



на аноде:



Образование карбидов вольфрама происходит за счет атомарного взаимодействия вольфрама и углерода на катоде по реакции:



Пример 1. Процесс получения высокодисперсного порошка карбида вольфрама осуществляют в электролите, содержащем, мол. %: Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> 50,0; Li<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> 35,0; Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 15. Температура 900°C. Катод -

никелевый стержень диаметром 0,4 см. Анод - графит марки МПГ-7. Плотность тока  $2,5 \text{ A/cm}^2$ . Продолжительность электролиза составляет 40 мин, после чего из расплава вынимают карбидно-солевою грушу. После полного остывания до комнатной температуры карбидно-солевою грушу отмывают дистиллированной водой и раствором 1Н  $\text{NH}_4\text{OH}$ . После чего порошок карбида вольфрама высушивают в сушильном шкафу при температуре  $150^\circ\text{C}$ . По данным рентгенофазового анализа катодный осадок состоит из карбида вольфрама WC. Выход по току 85-90%.

Пример 2. Процесс получения высокодисперсного порошка карбида вольфрама осуществляют в электролите, содержащем, мол. %:  $\text{Na}_2\text{WO}_4$  42,5;  $\text{Li}_2\text{WO}_4$  40,0;  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  17,5. Температура  $900^\circ\text{C}$ . Катод - никелевый стержень диаметром 0,4 см. Анод - графит марки МПГ-7. Плотность тока  $4,5 \text{ A/cm}^2$ . Продолжительность электролиза составляет 30 мин, после чего из расплава вынимают карбидно-солевою грушу. После полного остывания до комнатной температуры карбидно-солевою грушу отмывают дистиллированной водой и раствором 1Н  $\text{NH}_4\text{OH}$ . После чего порошок карбида вольфрама высушивают в сушильном шкафу при температуре  $150^\circ\text{C}$ . По данным рентгенофазового анализа катодный осадок состоит из карбида вольфрама WC. Выход по току 85-90%.

Пример 3. Процесс получения высокодисперсного порошка карбида вольфрама осуществляют в электролите, содержащем, мол. %:  $\text{Na}_2\text{WO}_4$  35,0;  $\text{Li}_2\text{WO}_4$  45,0;  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  20. Температура  $900^\circ\text{C}$ . Катод - никелевый стержень диаметром 0,4 см. Анод - графит марки МПГ-7. Плотность тока  $7,5 \text{ A/cm}^2$ . Продолжительность электролиза составляет 20 мин, после чего из расплава вынимают карбидно-солевою грушу. После полного остывания до комнатной температуры карбидно-солевою грушу отмывают дистиллированной водой и раствором 1Н  $\text{NH}_4\text{OH}$ . После чего порошок карбида вольфрама высушивают в сушильном шкафу при температуре  $150^\circ\text{C}$ . По данным рентгенофазового анализа катодный осадок состоит из карбида вольфрама WC. Выход по току 85-90%.

Технический результат изобретения заключается в возможности получения порошка из более устойчивого электролита и понижении стоимости исходного сырья.

#### Литература

1. Pat. 3589987 USA,  $\text{jC}^3$  B01k 1/00. Method of Electrolytic Preparation of Tungsten Carbide / I. Gomes, D. Barker. – Publ. 29.06.71.
2. Pat. 4430170 USA, МКИ<sup>4</sup> C25D 3/66. Electrodeposition of Refractory Metal Carbides K.H. Stem. - Publ. 07.02.84.

3. Патент РФ 2372421. Способ получения нанодисперсного порошка карбида вольфрама. Дата публикации 10.11.2009 г.

#### Формула изобретения

Способ получения порошка карбида вольфрама, включающий электролиз расплава, содержащего вольфрамат натрия, вольфрамат лития и карбонат металла, отличающийся тем, что в качестве карбоната металла используют карбонат натрия, причем электролиз расплава ведут при плотности тока  $2,5-7,5 \text{ А/см}^2$  и следующем соотношении компонентов в расплаве, мол. %:

Вольфрамат лития	35,0-45,0
Карбонат натрия	15,0-20,0
Вольфрамат натрия	остальное