

(19)



Евразийское
патентное
ведомство

(21) 202393357 (13) A1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2024.01.29

(51) Int. Cl. B22F 9/18 (2006.01)
C22B 5/00 (2006.01)

(22) Дата подачи заявки
2022.07.13

(54) СПОСОБ ВОССТАНОВЛЕНИЯ ОКСИДА ПЕРЕХОДНОГО МЕТАЛЛА

(31) 63/221,501

(32) 2021.07.14

(33) US

(86) PCT/IL2022/050754

(87) WO 2023/286061 2023.01.19

(71) Заявитель:
ХЕЛИОС ПРОДЖЕКТ ЛТД. (IL)

(72) Изобретатель:

Хауснер Йонатан, Гейфман Йонатан,
Элиад Линоам, Гофер Йосси, Хирш
Барух, Лори Оран (IL)

(74) Представитель:
Суюндуков М.Ж. (KZ)

(57) Изобретение в целом относится к способам восстановления переходных металлов с использованием щелочных металлов для получения восстановленных переходных металлов.

A1

202393357

202393357

A1

СПОСОБ ВОССТАНОВЛЕНИЯ ОКСИДА ПЕРЕХОДНОГО МЕТАЛЛА

ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

[0001] Настоящее раскрытие в целом относится к процессам восстановления переходных металлов с использованием щелочных металлов для получения восстановленных переходных металлов.

УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

[0002] Производство металлов (таких как цинк, железо, никель, свинец, хром, палладий, медь и серебро) обычно осуществляют в большом масштабе либо электрохимически, либо/и посредством карботермического восстановления. В результате при этом обычно сильно загрязняется окружающая среда и применяются невозстанавливаемые катализаторы и реагенты. Кроме того, это зачастую дорогостоящий и энергоемкий процесс вследствие многих сложностей электрохимических процессов восстановления. Традиционные заводы по производству металла имеют большие размеры и требуют огромных капитальных вложений на строительство и эксплуатацию. Широко используемые процессы плавки и другие процессы извлечения металлов, часто проходящие в несколько стадий, являются очень энергоемкими и производят большое количество углекислого газа (CO_2) и других загрязняющих веществ.

[0003] Обычно для производства никеля используют реверберационную печь с последующим электрорафинированием.

[0004] Было предложено множество альтернативных вариантов производства высококачественного железа, например, с существенно меньшим «экологическим следом» и меньшими энергозатратами. Среди наиболее востребованных концепций существуют электрохимические НПЗ и технологии на основе электрофильтрации.

[0005] В US 2020/0263313 раскрыты системы и способы электролиза расплавленного оксида. Металлургические агрегаты и системы по US 2020/0263313 могут включать огнеупорный сосуд, включающий боковые стенки и основание. В основании может быть множество отверстий, расположенных по центру основания. Боковые стенки и основание могут по меньшей мере частично определять внутренний объем огнеупорного сосуда. Агрегаты могут включать крышку, съемно соединенную с огнеупорным сосудом и выполненную с возможностью образования уплотнения с огнеупорным сосудом. В крышке может быть множество отверстий, проходящих через крышку. Агрегаты также

могут включать токоприемник, расположенный вблизи основания огнеупорного сосуда. Токоприемник может включать токопроводящие удлинения, расположенные в множестве отверстий, расположенных по центру основания.

[0006] В WO 2011/092516 раскрыт способ получения железа или сплавы железа из железной руды, включающий стадии электролиза растворенной железной руды в гальванической ванне, содержащей по меньшей мере одну расплавленную соль и необязательно включающую растворенные металлы, и отделения полученных металлического железа или стали. По меньшей мере одну расплавленную соль выбирают из солей щелочных металлов, щелочноземельных металлов и переходных металлов. Способ по WO 2011/092516 включает либо процесс электроэкстракции, либо процесс экстракции жидкого металла.

[0007] В US 8764962 описан способ экстракции целевого элемента из сырья оксида целевого элемента, включающий обеспечение жидкого электролита оксида, содержащего по меньшей мере 75 мас.% одного или более оксидных соединений, в котором сырье оксида растворяют с образованием ионных соединений кислорода и ионных соединений целевого элемента; обеспечение анода, содержащего металлическую подложку анода, причем один элемент составляет по меньшей мере 50 мас.% металлической подложки анода, и при этом один элемент является более реактивным относительно кислорода, чем целевой элемент, при этом металлическая подложка анода имеет твердый оксидный слой, содержащий один или более оксидов, выбранный из группы, включающей целевой элемент, металлическую подложку анода и электролит, анод в контакте с электролитом; обеспечение катода в контакте с электролитом; направление электронов из ионных соединений кислорода в электролите в металлической подложке на твердом оксидном слое на ней, с образованием таким образом газообразного кислорода; и восстановление ионных соединений целевого элемента в электролите с образованием жидкого целевого элемента на катоде, при этом целевой элемент имеет температуру плавления более 1200°C.

[0008] Построен ряд среднemasштабных установок/реакторов на основе электролиза. Тем не менее, было показано, что они обладают преимуществом перед традиционными плавильными печами, имеющими проблемы с конструкционными материалами, электродами и электронной проводимостью расплава. В частности, способы восстановления на основе электролиза до недавнего времени не были успешными, не могут соответствовать требованию ЕС по декарбонизации производства стали к 2030 году.

[0009] Аналогичным образом, восстановительные процессы на основе водорода для стали и других родственных металлов и сплавов все еще должны преодолеть серьезные технологические барьеры для удовлетворения таких потребностей в декарбонизации.

[0010] Давно назрела необходимость в экологически безопасном процессе получения металлов, исключающем электролиз и восстановление водорода и являющемся энерго- и экономически эффективным.

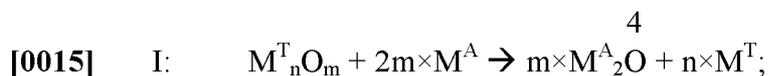
СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

[0011] Следующие варианты осуществления и аспекты настоящего изобретения описаны и проиллюстрированы совместно с композициями и способами, которые считаются образцовыми и иллюстративными, но не ограничивающими объем изобретения. В различных вариантах осуществления одна или более из описанных выше проблем были уменьшены или исключены, тогда как другие варианты осуществления направлены на другие преимущества или улучшения.

[0012] В настоящем изобретении представлены процессы получения переходных металлов и их сплавов из соответствующих оксидов переходных металлов. Процессы в настоящем документе являются простыми и низкзатратными по сравнению с соответствующими процессами для получения переходных металлов (например, электролизом), и обычно обеспечивают металлы высокой чистоты.

[0013] Следует понимать, что по всему настоящему раскрытию термин «металл» относится к нулевому окислительному состоянию металлического элемента, если не указан оксид металла или компонент оксидов металлов (т.е., катион металла).

[0014] В настоящем изобретении применяется последовательность двух отдельных реакций, которые, как было неожиданно обнаружено, совместимы по последовательности реакций (например, в рамках общей реакции или реакционной системы) и образуют синергический эффект, который обеспечивает простой процесс, высокий выход и чистоту в соответствии с некоторыми вариантами осуществления. Первая реакция (Реакция I) представляет собой восстановление оксида переходного металла с использованием щелочного металла, при этом необязательно реакция является беспримесной (т.е. реакционная смесь состоит по существу из применения оксида переходного металла и щелочного металла). В частности, известно, что щелочные металлы имеют более низкие (более отрицательные) окислительно-восстановительные потенциалы, чем переходный металл, который способствует окислительно-восстановительной реакции на схеме I:

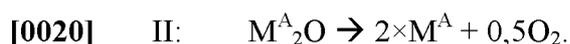


[0016] где M^T представляет собой атом переходного металла; n и m представляют собой целые числа (например, 1-7), и M^A представляет собой щелочной металл.

[0017] Таким образом, первая реакция обеспечивает необходимый продукт в виде переходного металла и оксид щелочного металла, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления. Преимущественно, проведение реакции при температуре T , которая выше точки плавления щелочного металла, обеспечивает реакционную смесь, в которой щелочной металл находится в жидком состоянии, так что он имеет высокую реакционную способность перехода в оксид переходного металла. Кроме того, преимущественно, чтобы точка плавления щелочных металлов была относительно низкой (Na $97,8^\circ\text{C}$; K $63,5^\circ\text{C}$) и окислительно-восстановительная реакция на схеме I являлась экзотермической, что способствует последовательности двух реакций с минимальным приложением внешней энергии.

[0018] В заключение, поскольку щелочные металлы, такие как натрий и калий, не встречаются в природе, их получение посредством электролиза является удобным, и они обычно не страдают от препятствий прямого электролитического восстановления оксидов переходных металлов, которые представлены в виде руд и трудно поддаются электролизу в растворе. Кроме того, металлы натрия и калия получают электрохимически из их солей NaCl и KCl, соответственно, которых много в природе. Данные металлы обычно считаются промышленными побочными продуктами промышленного производства газообразного хлора. Следовательно, их применение не потребляет чистую энергию, а скорее это позволяет избежать усилий по утилизации и связанного с этим ущерба окружающей среде.

[0019] Вторая реакция (реакция II) представляет собой термическое разложение оксида щелочного металла, образованного в предыдущей реакции, описанной выше. В частности, это изображено на схеме II:



[0021] Преимущественно, температура разложения оксидов щелочных металлов является не очень высокой (Na около 540°C ; K около 300°C), что вместе с их низкой температурой плавления и экзотермичностью реакции I обеспечивает значительный синергический эффект, что значительно превосходит представленный процесс сравнению с известными процессами производства переходного металла.

[0022] Еще одно преимущество настоящего способа связано с итоговой реакцией, возникающей в результате комбинации последовательности двух реакций. В частности, результирующая схема реакции I и реакции II показана ниже как схема реакции III (после балансировки уравнения посредством умножения схемы II на m):



[0024] Как может сразу понять специалист в данной области, общая схема реакции III не включает щелочной металл в качестве расходуемого реагента, а скорее используется в качестве катализатора. Это имеет значительные преимущества. Во-первых, переработка материалов в химическом и коммерческом крупномасштабном синтезе в настоящее время очень важна, поскольку признано, что сокращение потребления материалов способствует сохранению окружающей среды. Во-вторых, поскольку щелочной металл не вступает в реакцию, единственным побочным продуктом реакции является кислород, который является безвредным газом и также легко отделяется от образующегося переходного металла.

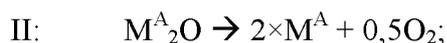
[0025] Еще одно преимущество представленного процесса относится к относительной инертности щелочных металлов с переходными металлами, следовательно, сплавы щелочных металлов · переходных металлов не образуются, даже при повышенной температуре. В сочетании с относительно низкими температурами кипения щелочных металлов (Na 882,8°C; K 758,8°C, и более низкие при пониженном давлении) и высокими точками кипения переходных металлов первого ряда (например, Fe 2,862°C; Ni 2,730°C; Cu 2,562°C), полученные переходные металлы легко выделяются посредством выпаривания кислорода и щелочного металла по завершению реакции.

[0026] В заключение, представленный процесс имеет отличительное преимущество перед известным получением переходного металла, так как это обеспечивает легкий доступ к образованию сплавов переходных металлов. В частности, существует множество весьма востребованных сплавов, содержащих переходные металлы (например, латунь, константан, нитинол и т. д.), для получения которых требуются высокие температуры или другие экстремальные условия. Настоящий процесс открывает четкий путь к их образованию. В частности, как подробно описано выше, реакция схемы I является экзотермической, что вместе с нагреванием реакционной смеси обеспечивает высокие температуры, согласно некоторым вариантам осуществления. Следовательно, если описанный в данном документе процесс осуществляется в присутствии второго оксида металла, оба металла могут быть восстановлены (схема I) при высокой температуре, что

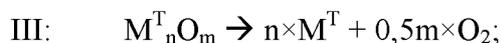
также может индуцировать реакцию образования сплава между двумя металлами, согласно некоторым вариантам осуществления.

[0027] Таким образом, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления, представлен процесс восстановления оксида переходного металла, включающий следующее:

- (a) обеспечение по меньшей мере одного оксида переходного металла формулы $M^T_nO_m$, где каждый из n и m равен 1, 2, 3, 4, 5, 6 или 7, где M^T представляет собой переходный металл первого ряда, выбранный из Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu и Zn;
- (b) приведение оксида переходного металла в контакт с щелочным металлом (M^A) в реакторе, и регулирование температуры в реакторе до температуры T для индуцирования последовательности двух реакций схем реакций I и II:



так что общая реакция, III, следующая за указанной последовательностью двух реакций не потребляет щелочной металл,



и полученная реакционная смесь содержит восстановленный переходный металл, M^T , или его сплав, щелочной металл и необязательно кислород;

где M^A представляет собой Na или K; и при этом температура T находится выше точки плавления щелочного металла и равна или выше температуры разложения M^A_2O ; и

- (c) выделение восстановленного переходного металла или его сплава из реакционной смеси.

[0028] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, представлен процесс восстановления оксида переходного металла, включающий следующее:

- (a) обеспечение по меньшей мере одного оксида переходного металла формулы $M^T_nO_m$, где каждый из n и m равен 1, 2, 3, 4, 5, 6 или 7, где M^T представляет собой переходный металл первого ряда, выбранный из Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu и Zn;

- (b) приведение оксида переходного металла в контакт со щелочным металлом (M^A) в реакторе, и регулирование температуры в реакторе до температуры T с получением итоговой реакционной смеси, содержащей восстановленный переходный металл, M^T , или его сплав, щелочной металл и необязательно кислород;

где M^A представляет собой Na или K; и при этом температура T находится выше точки плавления щелочного металла и равна или выше температуры разложения M^A_2O ; и

- (c) выделение восстановленного переходного металла или его сплава из реакционной смеси.

[0029] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, представлен процесс восстановления оксида переходного металла, включающий следующее:

- (a) приведение оксида переходного металла (M^T) в контакт со щелочным металлом (M^A) в реакторе;

- (b) нагревание оксида переходного металла и щелочного металла в реакторе до температуры (T) с получением реакционной смеси, содержащей восстановленный переходный металл (M^T) и щелочной металл (M^A),

причем температура (T) находится выше точки плавления щелочного металла (M^A) и равна или выше температуры разложения оксида щелочного металла (M^A_2O); и

- (c) выделение восстановленного переходного металла (M^T) из реакционной смеси.

[0030] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления стадия (a) включает непрерывное обеспечение по меньшей мере одного оксида переходного металла в реакторе, так что общий оксид переходного металла, представленный на стадии (a), находился в молярном избытке относительно щелочного металла на стадии (b), причем молярный избыток составляет по меньшей мере 400%.

[0031] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, температура T равна или выше точки кипения щелочного металла.

[0032] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, выделение на стадии (c) подразумевает выпаривание щелочного металла из реактора; и процесс дополнительно включает стадию (d) сбора выделенного переходного металла или его сплава.

[0033] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, температура T равна или выше точки кипения щелочного металла, причем стадия выделения (с) подразумевает выпаривание щелочного металла из реактора; и процесс дополнительно включает стадию (d) сбора выделенного переходного металла или его сплава.

[0034] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, процесс дополнительно включает стадию (е) конденсации выпаренного щелочного металла; и стадию (f) переноса конденсированного щелочного металла в реактор, рециркулируя таким образом щелочной металл.

[0035] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, процесс включает следующее:

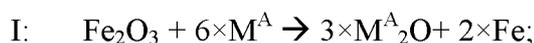
- (a) обеспечение по меньшей мере одного оксида переходного металла
- (b) объединение оксида переходного металла со щелочным металлом при температуре T для индукции последовательности двух реакций;
- (c) выпаривание щелочного металла из реактора с получением выделенного переходного металла или его сплава;
- d) сбор выделенного переходного металла или его сплава;
- (e) конденсация выпаренного щелочного металла; и
- (f) перенос конденсированного щелочного металла в реактор;

причем стадия (е) может предшествовать стадии (d) и при этом процесс дополнительно включает повторение стадий (a) – (d) в течение по меньшей мере одной дополнительной последовательности.

[0036] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой переходный металл первого ряда, выбранный из группы, включающей следующее: Fe, Ni, Cr, Cu, Zn и Mn. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения.

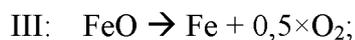
[0037] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Fe;

$M_n^T O_m$ представляет собой Fe_2O_3 , FeO, Fe_3O_4 или их комбинацию; и схемы реакций I и III являются следующими:





или



или



III: $\text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow 3 \times \text{Fe} + 2 \times \text{O}_2$. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения.

[0038] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^{T} представляет собой Ni;

$\text{M}^{\text{T}}_{\text{n}}\text{O}_{\text{m}}$ представляет собой NiO; и схемы реакции I и III являются следующими:

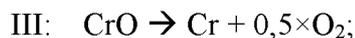


[0039] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^{T} представляет собой Cr;

$\text{M}^{\text{T}}_{\text{n}}\text{O}_{\text{m}}$ представляет собой Cr_2O_3 , CrO, CrO_3 или их комбинацию; и схемы реакции I и III являются следующими:



или



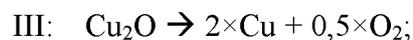
или



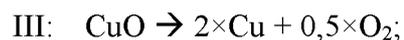
III: $\text{CrO}_3 \rightarrow \text{Cr} + 1,5 \times \text{O}_2$. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения.

[0040] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^{T} представляет собой Cu;

$M^T_nO_m$ представляет собой Cu_2O , CuO , CuO_2 или их комбинацию; и схемы реакции I и III являются следующими:



или



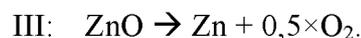
или



III: $CuO_2 \rightarrow Cu + O_2$. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения.

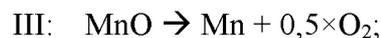
[0041] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Zn;

$M^T_nO_m$ представляет собой ZnO; и схемы реакции I и III являются следующими:

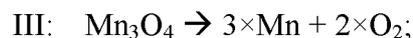


[0042] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Mn;

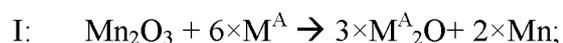
$M^T_nO_m$ представляет собой MnO, Mn_3O_4 , Mn_2O_3 , MnO_2 , Mn_2O_7 или их комбинацию; и схемы реакции I и III являются следующими:



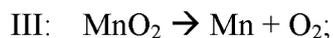
или



или



или



или

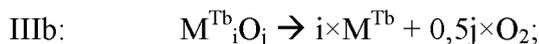
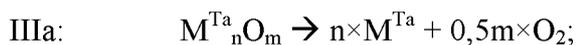


III: $\text{Mn}_2\text{O}_7 \rightarrow 2 \times \text{Mn} + 3,5 \times \text{O}_2$. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения.

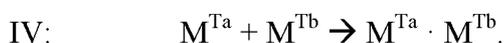
[0043] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, процесс предназначен для получения сплава металла, причем

стадия (а) включает обеспечение по меньшей мере двух оксидов переходного металла с формулами $\text{M}^{\text{Ta}}_n\text{O}_m$ и $\text{M}^{\text{Tb}}_i\text{O}_j$, где каждый из i и j равен 1, 2, 3, 4, 5, 6 или 7, при этом каждый M^{Ta} , M^{Tb} представляет собой переходный металл, выбранный из группы, включающей Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu и Zn; и

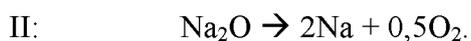
стадия (b) включает объединение оксидов переходного металла с щелочным металлом, причем схемы реакции I и III являются следующими:



и при этом стадия (b) дополнительно индуцировала реакцию IV образования сплава:



[0044] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой Na, и схема II является следующей:



[0045] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, T составляет по меньшей мере 540°C.

[0046] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой K, и схема II является следующей:



[0047] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, Т составляет по меньшей мере 300°C.

[0048] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (с) включает выпаривание щелочного металла и кислорода из реактора с получением выделенного переходного металла или его сплава с чистотой по меньшей мере 90% мас./мас.

[0049] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, переходный металл представляет собой Fe, Co, Ni или Cu, и чистота составляет по меньшей мере 99% мас./мас.

[0050] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, реакционная смесь на стадии (b) по существу лишена дополнительных растворителей и носителей, и по существу состоит из оксида переходного металла, щелочного металла и продукта восстановленного переходного металла или его сплава.

[0051] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, последовательность двух реакций на стадии (b) осуществляют в защищенной воздухом и водой среде.

[0052] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, процесс дополнительно включает обеспечение системы, содержащей

реактор, который включает

корпус, образующий реакционную камеру, и

впускное отверстие для оксида переходного металла, впускное отверстие для щелочного металла, выпускное отверстие для щелочного металла и выпускное отверстие для выделенного переходного металла или сплава, причем каждое из указанных впускных и выпускных отверстий находится в жидкостной связи с камерой реактора;

контейнер щелочного металла, имеющий впускное отверстие для щелочного металла и выпускное отверстие для щелочного металла;

отдельный контейнер для переходного металла или сплава, имеющий впускное отверстие для переходного металла;

конденсатор, выполненный с возможностью конденсации выпаренного щелочного металла, при этом конденсатор содержит проксимальный конец, соединенный с выпускным отверстием щелочного металла реактора, и

дистальный конец, соединенный с впускным отверстием для щелочного металла контейнера для щелочного металла;

трубка для переноса щелочного металла, имеющая проксимальный конец, соединенный с впускным отверстием для щелочного металла реактора, и дистальный конец, соединенный с выпускным отверстием для щелочного металла контейнера для щелочного металла;

трубку для переноса переходного металла, имеющую проксимальный конец, соединенный с выпускным отверстием для переходного металла реактора, дистальный конец, соединенный с впускным отверстием для переходного металла отдельного контейнера для переходного металла или сплава.

[0053] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, реактор дополнительно содержит впускное отверстие для инертного газа и выпускное отверстие для газа, причем каждый из них находится в жидкостной связи с реакционной камерой, и впускное отверстие для инертного газа находится в жидкостной связи с источником инертного газа.

[0054] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, представленный процесс включает следующее:

- (a) обеспечение по меньшей мере одного оксида переходного металла в реакционной камере через впускное отверстие для оксида переходного металла;
- (b) объединение оксида переходного металла со щелочным металлом в камере реактора для индукции последовательности двух реакций;
- (c) выпаривание щелочного металла через выпускное отверстие для щелочного металла реактора с получением выделенного переходного металла или его сплава;
- (d) перенос выделенного переходного металла или его сплава в отдельный контейнер для переходного металла или сплава через трубку для переноса переходного металла;
- (e) конденсация выпаренного щелочного металла с использованием конденсатора в контейнер для щелочного металла; и

(f) перенос конденсированного щелочного металла из контейнера для щелочного металла в реактор посредством трубки для переноса щелочного металла;

причем стадия (e) может предшествовать стадии (d).

[0055] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (b) дополнительно включает введение инертного газа в реакционную камеру через впускное отверстие для инертного газа, поддерживая таким образом реакционную среду, защищенную от воздуха.

[0056] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (b), стадия (c) или обе из них дополнительно включают удаление образованного газообразного кислорода через выпускное отверстие для газа реактора.

[0057] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления,

конденсатор дополнительно имеет однонаправленный клапан, расположенный между его проксимальным и дистальным концом, причем клапан выполнен с возможностью регулирования потока выпаренного щелочного металла из реактора в контейнер для щелочного металла;

трубка для переноса щелочного металла дополнительно имеет однонаправленный клапан, расположенный между его проксимальным и дистальным концом, причем клапан выполнен с возможностью регулирования потока конденсированного щелочного металла из контейнера для щелочного металла в реактор;

трубка для переноса переходного металла дополнительно имеет однонаправленный клапан, расположенный между его проксимальным и дистальным концом, причем клапан выполнен с возможностью регулирования потока выделенного переходного металла или сплава металла из реактора в контейнер для переходного металла или сплава.

[0058] Дополнительные варианты осуществления и полный объем применимости настоящего изобретения станут очевидными из подробного описания, приведенного далее. Тем не менее, следует понимать, что подробное описание и конкретные примеры, указывая на предпочтительные варианты осуществления настоящего изобретения, приведены только в качестве иллюстрации, поскольку различные изменения и

модификации в сущности и объеме настоящего изобретения будут очевидны специалисту в данной области из данного подробного описания.

[0059] Помимо иллюстративных аспектов и вариантов осуществления, описанных выше, дополнительные аспекты и варианты осуществления будут очевидны со ссылкой на фигуры и при исследовании следующих подробных описаний.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ФИГУР

[0060] Сопровождающие фигуры, которые включены для обеспечения дальнейшего понимания настоящего изобретения, включены в настоящее описание и составляют его часть, иллюстрируют варианты осуществления настоящего изобретения и вместе с описанием служат для объяснения принципов настоящего изобретения, при этом

[0061] Фиг. 1 представляет собой блок-схему, представляющую процесс восстановления по меньшей мере одного оксида переходного металла до соответствующего переходного металла или его сплава, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0062] Фиг. 2 представляет собой блок-схему, представляющую процесс восстановления по меньшей мере одного оксида переходного металла до соответствующего переходного металла или его сплава, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0063] Фиг. 3 представляет собой блок-схему, представляющую процесс восстановления Fe_2O_3 до металлического железа, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0064] Фиг. 4 представляет собой блок-схему, представляющую процесс восстановления FeO до металлического железа, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0065] Фиг. 5 представляет собой блок-схему, представляющую процесс восстановления NiO до металлического никеля, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0066] Фиг. 6 представляет собой блок-схему, представляющую процесс восстановления Cr_2O_3 до металлического хрома, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0067] Фиг. 7 представляет собой блок-схему, представляющую процесс восстановления Cu_2O до металлической меди, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0068] Фиг. 8 представляет собой блок-схему, представляющую процесс восстановления ZnO до металлического цинка, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0069] Фиг. 9 представляет собой блок-схему, представляющую процесс восстановления TiO_2 до металлического титана, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0070] Фиг. 10 представляет собой блок-схему, представляющую процесс для одновременного восстановления ZnO до металлического цинка и CuO_2 до металлической меди, и образования их сплава $\text{Cu}\cdot\text{Zn}$, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0071] Фиг. 11 представляет собой блок-схему, представляющую процесс одновременного восстановления NiO до металлического никеля и Fe_2O_3 до металлического железа, и образования их сплава $\text{Fe}\cdot\text{Ni}$, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0072] Фиг. 12А и 12В представляют собой рентгеновские дифрактограммы (XRD) железа, полученного из двух отдельных реакций между Fe_2O_3 и Na , в соответствии с некоторыми вариантами осуществления представленного процесса.

[0073] Фиг. 13А представляет собой график, изображающий измеренную температуру ($^{\circ}\text{C}$) в реакторе относительно времени (мин.) в ходе реакции между Cu_2O и Na с образованием металлической меди, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления представленного процесса.

[0074] Фиг. 13В представляет собой рентгеновскую дифрактограмму меди, полученной в реакции между Cu_2O и Na , в соответствии с некоторыми вариантами осуществления представленного процесса.

[0075] Фиг. 14А представляет собой график, изображающий измеренную температуру ($^{\circ}\text{C}$) в реакторе относительно времени (мин.) в ходе реакции между NiO и Na с образованием металлического никеля, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления представленного процесса.

[0076] Фиг. 14В представляет собой рентгеновскую дифрактограмму никеля, полученного в реакции между NiO и Na, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления представленного процесса.

[0077] Фиг. 15А представляет собой график, изображающий измеренную температуру (°С) в реакторе относительно времени (мин.) в ходе реакции между Cr₂O₃ и Na с образованием металлического хрома, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления представленного процесса.

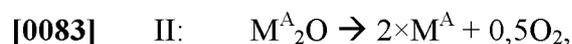
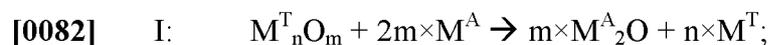
[0078] Фиг. 15В представляет собой рентгеновскую дифрактограмму хрома, полученного в реакции между Cr₂O₃ и Na, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления представленного процесса.

ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

[0079] В следующем описании будут описаны различные аспекты настоящего раскрытия. В целях описания конкретные конфигурации и подробности приведены с целью обеспечения глубокого понимания различных аспектов настоящего раскрытия. Тем не менее, специалисту в данной области будет очевидно, что настоящее раскрытие может быть осуществлено без конкретных подробностей, представленных в данном документе. Кроме того, известные характеристики могут быть опущены или упрощены, чтобы не затруднять настоящее раскрытие.

[0080] До более подробного описания настоящего раскрытия следует понимать, что настоящее раскрытие не ограничено конкретными описанными вариантами осуществления, и как таковое, разумеется, может варьировать. Также следует понимать, что терминология, применяемая в данном документе, представлена только в целях описания конкретных вариантов осуществления, и не предназначена для ограничения, поскольку объем настоящего раскрытия будет ограничен только прилагаемой формулой изобретения.

[0081] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления представлен процесс восстановления одного или более оксидов переходных металлов до соответствующих переходных металлов или сплавов, содержащих их. Представленный процесс основан на последовательности двух реакций:



[0084] где M^T , M^A , n и m являются такими как описано в данном документе, и обеспечивают общую схему реакции III:



[0086] В данном документе подробно описаны некоторые преимущества настоящего способа по сравнению с уровнем техники. Вкратце:

[0087] (i) Установлено, что реакции I и II совместимы между собой, поэтому их можно проводить последовательно (например, в рамках одной реакционной системы), что оказывается простой процедурой, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0088] (ii) Установлен синергический эффект реакций I и II, обеспечивающий высокие выходы, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0089] (iii) Вышеупомянутый синергизм дополнительно обеспечивает получение металлов и сплавов высокой чистоты, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0090] (iv) Реакцию можно проводить в чистом виде (т.е. без растворителей), что безопасно для окружающей среды, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0091] (v) Проведение реакции при температуре выше точки плавления щелочного металла обеспечивает реакционную смесь, в которой щелочной металл находится в реакционноспособном жидком состоянии, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0092] (vi) Применение щелочных металлов является преимущественным, поскольку их точка плавления является относительно низкой, так что следует прикладывать только умеренное количество энергии, или никакой чистой энергии, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления. Например, металлические натрий и калий считаются побочными продуктами, которые могут быть использованы, а не утилизированы, что является экономическим и экологическим преимуществом.

[0093] (vii) Окислительно-восстановительная реакция I является экзотермической, что облегчает последовательность двух реакций с минимальным приложением внешней энергии – еще одно экономическое и экологическое преимущество, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0094] (viii) Электросинтез щелочных металлов, которые являются катализаторами реакции, является удобным, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0095] (ix) Температура разложения оксидов щелочных металлов является не очень высокой, что дополнительно облегчает последовательность двух реакций с минимальным приложением внешней энергии – еще одно экономическое и экологическое преимущество, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0096] (x) общая реакция III, представляющая собой комбинацию реакций I и II, не расходует щелочной(-ые) металл(-ы), т.е. они используются в качестве катализаторов. Поскольку их используют в качестве катализатора, то по своей сути они являются рециклируемыми, так что для получения большого количества переходных металлов или сплавов в рамках настоящего процесса требуется лишь небольшое количество щелочных металлов, что также является экономическим и экологическим преимуществом.

[0097] (xi) Единственным побочным продуктом последовательности реакций по настоящему изобретению является кислород, который представляет собой безвредный газ, а также его легко отделить от полученного переходного металла, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0098] (xii) Щелочные металлы плохо реагируют с переходными металлами (т.е. в условиях настоящего процесса сплавы щелочных металлов с переходными металлами не образуются), в результате чего послереакционная смесь оказывается по существу чистой от загрязнений побочными продуктами, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[0099] (xiii) Щелочные металлы имеют низкие температуры кипения, тогда как переходные металлы первого ряда имеют высокие точки кипения, что обеспечивает легкое выделение переходных металлов или сплавов посредством выпаривания кислорода и щелочного металла после завершения реакции, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[00100] (xiv) Если процесс проводят в присутствии второго металла или оксида металла, совместная экзотермичность реакции I и нагревание реакционной смеси могут обеспечивать образование сплава из первого металла (т.е., переходного металла, который изначально представлен в виде оксида) и второго металла, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[00101] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, представлен процесс восстановления оксида переходного металла, включающий осуществление стадий (а)-(с), и необязательно дополнительных стадий, как подробно описано в настоящем документе.

[00102] Теперь делается конкретная ссылка на стадию (а) настоящего процесса, которая включает обеспечение по меньшей мере одного оксида переходного металла, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[00103] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (а) включает обеспечение по меньшей мере одного оксида переходного металла, имеющего формулу $M_n^T O_m$. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (а) включает обеспечение оксида переходного металла, имеющего формулу $M_n^T O_m$. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (а) включает обеспечение одного оксида переходного металла, имеющего формулу $M_n^T O_m$.

[00104] В частности, как будет понятно специалисту обычной квалификации в данной области, обеспечение более одного оксида переходного металла формулы $M_n^T O_m$ на стадии (а) может приводить, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления, к образованию сплава переходного металла по завершении представленного процесса, как подробно описано в данном документе. В качестве альтернативы, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления, обеспечение одного оксида переходного металла формулы $M_n^T O_m$ на стадии (а) может приводить к образованию восстановленного переходного металла по завершении представленного процесса. В частности, если реакционная смесь на стадии (b) не содержит металлов или оксидов металлов, которые сплавляются с переходным металлом, представленным на стадии (а), результатом последовательности двух реакций на стадии (b) будет переходный металл, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления. Тем не менее, если другой металл, который сплавляется с переходным металлом, представленным на стадии (а), или оксид такого сплавляемого металла присутствует в реакционной смеси на стадии (b), сплав может образовываться из двух металлов.

[00105] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, n равен 1, 2, 3, 4, 5, 6 или 7. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, n равен 1, 2 или 3.

[00106] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, m равен 1, 2, 3, 4, 5, 6 или 7. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения.

[00107] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой металл. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой переходный металл. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой переходный металл первого ряда.

[00108] Как правило, термин «элемент переходного металла первого ряда» относится к любому из элементов 21-29, а именно, скандию (Sc), титану (Ti), ванадию (V), хрому (Cr), марганцу (Mn), железу (Fe), кобальту (Co), никелю (Ni) и меди (Cu).

[00109] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T выбран из группы, включающей Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu и Zn. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, переходный металл представляет собой Sc. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, переходный металл представляет собой Ti. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, переходный металл представляет собой V. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, переходный металл представляет собой Cr. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, переходный металл представляет собой Mn. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, переходный металл представляет собой Fe. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, переходный металл представляет собой Co. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, переходный металл представляет собой Ni. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, переходный металл представляет собой Cu. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, переходный металл представляет собой Zn.

[00110] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, оксид переходного металла представлен на стадии (a) в виде твердого вещества.

[00111] Как подробно описано в данном документе, в ходе стадии (b) оксид переходного металла потребляется с обеспечением переходного металла и кислорода, тогда как щелочной металл сохраняется и рециркулируется, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления. Это позволяет непрерывно подавать дополнительный оксид переходного металла в реакционную смесь и непрерывно получать дополнительный переходный металл.

[00112] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (a) включает непрерывное обеспечение по меньшей мере одного оксида переходного металла в реакторе, так что общий оксид переходного металла, представленный на стадии (a), находится в молярном избытке относительно щелочного металла на стадии (b). В

соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (а) включает постепенное обеспечение по меньшей мере одного оксида переходного металла в реакторе. Следует понимать, что в любое время в ходе стадии (b) щелочной металл может находиться в реакторе в молярном избытке относительно оксида переходного металла в нем, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления, однако, в соответствии с представленным вариантом осуществления, оксид переходного металла непрерывно добавляется и потребляется, так что общий оксид переходного металла, полученные с течением времени, находится в молярном избытке относительно катализатора-щелочного металла.

[00113] В целях настоящего описания, термин «непрерывно» означает, что оксид переходного металла добавляют в реактор в течение времени. Термин не ограничен непрерывным или периодическим (например, порционным) добавлением оксида переходного металла.

[00114] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, молярный избыток составляет по меньшей мере 50% моль/моль, по меньшей мере 100% моль/моль, по меньшей мере 200% моль/моль, по меньшей мере 300% моль/моль, по меньшей мере 400% моль/моль, по меньшей мере 500% моль/моль, по меньшей мере 750% моль/моль, по меньшей мере 1000% моль/моль, по меньшей мере 2000% моль/моль, по меньшей мере 5000% моль/моль или по меньшей мере 10000% моль/моль. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, молярный избыток находится в диапазоне от 100% до 1000000% моль/моль, от 500% до 1000000% моль/моль, от 1000% до 1000000% моль/моль или от 10000% до 1000000% моль/моль. Каждый случай представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения и включает каждое значение и поддиапазон в указанном диапазоне.

[00115] Следует понимать, что «молярный избыток X%» в контексте данного документа означает, что общее молярное количество оксида переходного металла, в конце концов добавленное на стадии (а), превосходит молярное количество щелочного металла, использованного в избытке X%. Например, если реакция на стадии (b) начинается с 10 моль металлического натрия в реакторе и 100 моль Fe_2O_3 , добавленных в реактор в течение 5 часов до прекращения реакции, указано, что оксид переходного металла, Fe_2O_3 , добавляли с молярным избытком 900% относительно щелочного металла.

[00116] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, по меньшей мере один переходный металл выбран из группы, включающей Sc_2O_3 , TiO_2 , Ti_2O_3 , VO , V_2O_3 ,

VO_2 , V_2O_5 , Cr_2O_3 , CrO , CrO_3 , MnO , Mn_3O_4 , Mn_2O_3 , MnO_2 , Mn_2O_7 , Fe_2O_3 , FeO , Fe_3O_4 , CoO , Co_2O_3 , Co_3O_4 , NiO , Cu_2O , CuO , CuO_2 , ZnO и любую их комбинацию. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения.

[00117] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает Sc_2O_3 .

[00118] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает TiO_2 , Ti_2O_3 или их комбинацию. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает TiO_2 . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает Ti_2O_3 . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает смесь оксидов титана.

[00119] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает VO , V_2O_3 , VO_2 , V_2O_5 или их комбинацию. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает VO . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает V_2O_3 . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает VO_2 . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает V_2O_5 . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает смесь оксидов ванадия.

[00120] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает Cr_2O_3 , CrO , CrO_3 или их комбинацию. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает Cr_2O_3 . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает CrO . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает CrO_3 . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает смесь оксидов хрома.

[00121] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает MnO , Mn_3O_4 , Mn_2O_3 , MnO_2 , Mn_2O_7 или их комбинацию. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает MnO . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает Mn_3O_4 . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает Mn_2O_3 . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает MnO_2 . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает Mn_2O_7 . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает смесь оксидов марганца.

[00122] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ включает Fe_2O_3 , FeO , Fe_3O_4 или их комбинацию. В соответствии с некоторыми вариантами

осуществления, $M_n^T O_m$ включает Fe_2O_3 . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $M_n^T O_m$ включает FeO . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $M_n^T O_m$ включает Fe_3O_4 . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $M_n^T O_m$ включает смесь оксидов железа.

[00123] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $M_n^T O_m$ включает Co_2O_3 , CoO , Co_3O_4 или их комбинацию. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $M_n^T O_m$ включает Co_2O_3 . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $M_n^T O_m$ включает CoO . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $M_n^T O_m$ включает Co_3O_4 . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $M_n^T O_m$ включает смесь оксидов кобальта.

[00124] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $M_n^T O_m$ включает NiO .

[00125] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $M_n^T O_m$ включает Cu_2O , CuO , CuO_2 или их комбинацию. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $M_n^T O_m$ включает Cu_2O . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $M_n^T O_m$ включает CuO . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $M_n^T O_m$ включает CuO_2 . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $M_n^T O_m$ включает смесь оксидов меди.

[00126] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, $M_n^T O_m$ включает ZnO .

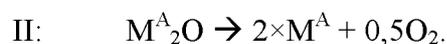
[00127] Далее сделана конкретная ссылка на стадию (b) представленного процесса, которая включает объединение оксида переходного металла со щелочным металлом (M^A) в реакторе, и регулирование температуры в реакторе до температуры T или выше для индукции последовательности двух реакций на схемах I и II, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[00128] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (b) включает обеспечение реакции оксида переходного металла со щелочным металлом при температуре T . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (b) включает обеспечение реакции оксида переходного металла со щелочным металлом при температуре T или выше.

[00129] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (b) включает объединение оксида переходного металла со щелочным металлом (M^A). В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, действие объединения оксида переходного

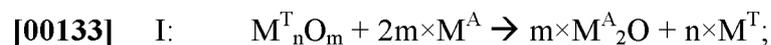
металла со щелочным металлом осуществляют при температуре T . В частности, в случае, если реакция еще не началась, необходим внешний нагрев для достижения температуры T , в соответствии с некоторыми вариантами осуществления. В качестве альтернативы, после начала реакции ее экзотермичность может по меньшей мере частично поддерживать или повышать внутреннюю температуру, так что требуется меньше внешнего нагрева, или даже можно по меньшей мере временно удалять внешний нагрев, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[00130] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, комбинация оксида переходного металла и щелочного металла при температуре T в реакторе индуцирует последовательность двух реакций схем реакций I и II:



[00131] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, комбинация оксида переходного металла и щелочного металла при температуре T в реакторе вызывает последовательность двух реакций схем I и II.

[00132] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, комбинация схем реакции I и II (умноженных на m) обеспечивает общую реакцию, представленную схемой реакции III:



[00136] Следует понимать, что для уравнивания и вычитания уравнений схем I и II, уравнение на схеме II необходимо умножить на m (количество атомов кислорода в соединении оксида переходного металла).

[00137] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, значение температуры T выбирают таким образом, чтобы проходили реакции на схемах I и II. Иными словами, температура T приносит достаточное количество энергии в реакционную систему для превышения энергии активации обеих реакций и обеспечивает соответствующие условия реакции.

[00138] Для реакции на схеме I ключевым параметром является физическое состояние реагентов, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления. В частности, в

соответствии с некоторыми вариантами осуществления, преимущественно, чтобы реакции в представленном способе проводились в чистом виде (т.е., без каких-либо растворителей). Кроме того, при комнатной температуре как реагент-щелочной металл, так и реагент-оксид переходного металла, находятся в твердом состоянии, что приводит к замедлению или прекращению химических реакций. Таким образом, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления, температура T находится выше точки плавления щелочного металла. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, при температуре T щелочной металл находится в текучем состоянии. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, при температуре T щелочной металл находится в жидком состоянии. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, при температуре T щелочной металл находится в газообразном состоянии.

[00139] Для реакции схемы II ключевым параметром является энергия активации, необходимая для разложения оксида щелочного металла, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления. Следовательно, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления, температура T равна или выше температуры разложения M^A_2O . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, температура T выше температуры разложения M^A_2O .

[00140] Термин «щелочной металл» в контексте данного документа охватывает любое соединение, включающее щелочной металл в его 0 (нулевой) степени окисления. Таким образом, данный термин включает металлический натрий, $Na(0)$, и металлический калий, $K(0)$, а также их сплавы, причем по меньшей мере один щелочной металл находится в его нулевой степени окисления, например, NaK .

[00141] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл (M^A) представляет собой Na или K . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой Na . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой K . В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой NaK .

[00142] Сплав натрий–калий, обычно называемый NaK , представляет собой сплав щелочных металлов натрия и калия, который обычно является жидким при комнатной температуре.

[00143] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, температура T составляет по меньшей мере 300°C , по меньшей мере 350°C , по меньшей мере 400°C , по меньшей мере 450°C , по меньшей мере 500°C , по меньшей мере 540°C , по меньшей мере

600°C, по меньшей мере 700°C, по меньшей мере 800°C или по меньшей мере 900°C. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, температура T находится в диапазоне от 300°C до 3000°C, от 540°C до 3000°C или от 900°C до 3000°C. Каждый случай представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения и включает каждое значение и поддиапазон в указанном диапазоне.

[00144] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой натрий, и температура T выше точки плавления натрия. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой натрий, и при температуре T натрий находится в текучем состоянии. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой натрий, и при температуре T натрий находится в жидком состоянии. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой натрий, и при температуре T натрий находится в газообразном состоянии. При стандартных условиях точки кипения и плавления натрия составляют 97,8°C и 883°C, соответственно, и температура разложения Na_2O составляет 540°C. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой натрий, и T составляет по меньшей мере 100°C. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой натрий, и T составляет по меньшей мере 540°C. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой натрий, и T составляет по меньшей мере 883°C.

[00145] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой калий, и температура T выше точки плавления калия. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой калий, и при температуре T калий находится в текучем состоянии. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой калий, и при температуре T калий находится в жидком состоянии. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой калий, и при температуре T калий находится в газообразном состоянии. При стандартных условиях точки кипения и плавления калия составляют 63,5°C и 758,8°C, соответственно, и температура разложения K_2O составляет 300°C. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой калий, и T составляет по меньшей мере 63°C. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой калий, и T составляет по меньшей мере 758,8°C. В соответствии с

некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой калий, и Т составляет по меньшей мере 300°C.

[00146] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, реакцию на схеме I осуществляют в чистом виде. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, реакцию на схеме II осуществляют в чистом виде. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, последовательность двух реакций на стадии (b) осуществляют в чистом виде.

[00147] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, реакционная смесь на стадии (b) по существу не содержит дополнительных растворителей. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, реакционная смесь на стадии (b) по существу не содержит дополнительных растворителей и носителей.

[00148] Термин «растворитель» относится к нереакционноспособному компоненту композиции, который снижает вязкость композиции. Обычно растворитель обладает летучестью, так, что его удаляют в условиях обработки (например, при повышенной температуре и/или пониженном давлении), после завершения химической реакции. Термин «по существу не содержит растворителей» или «не содержащий растворителей» относится к композиции, которая не содержит растворитель, или по существу не содержит растворитель, как указано выше. Композиции, которые по существу не содержат растворитель, могут содержать следовое количество, такое как не более 5% мас./мас., не более 3% мас./мас., не более 2% мас./мас. не более 1% или не более 0,5% мас./мас. растворителя, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[00149] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, реакционная смесь на стадии (b) по существу состоит из оксида переходного металла, щелочного металла и полученного переходного металла или его сплава. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, конденсированная фаза в реакторе в ходе стадии (b) по существу состоит из оксида переходного металла, щелочного металла и полученного восстановленного переходного металла или его сплава.

[00150] Термин «по существу состоит из» означает, что реакционная смесь на стадии (b) включает в основном оксид переходного металла, щелочной металл и полученный восстановленный переходный металл или его сплава. В частности, она не включает существенные количества растворителей или носителя, или любого заместителя, которые не включены в схемы реакции I и II, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, реакционная смесь на стадии (b) включает не более 5% мас./мас., не более 3% мас./мас., не более 2%

мас./мас. или не более 1% мас./мас. других компонентов. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения. Другие соединения могут включать примеси от производства или добычи оксида переходного металла.

[00151] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, общая реакция, III, в результате указанной последовательности двух реакций, не потребляет щелочной металл. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл применяют в качестве катализатора в последовательности двух реакций на стадии (b). В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл рециркулируют в последовательность двух реакций на стадии (b).

[00152] Следует понимать, что несмотря на то, что общая реакция III не потребляет щелочной металл, некоторая часть щелочного металла может постепенно расходоваться на стадии (b). В частности, побочные реакции, которые могут проходить, если оксид переходного металла загрязнен или имеет более низкое качество, он может постепенно поглощать в меньшей мере часть щелочного металла. Тем не менее, конкретная общая реакция III не потребляет щелочной металл.

[00153] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, полученная реакционная смесь, образованная при приведении в контакт оксида переходного металла и щелочного металла на стадии (b) находится в текучем состоянии. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, полученная реакционная смесь, образованная при приведении в контакт оксида переходного металла и щелочного металла на стадии (b) находится в жидком состоянии. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, полученная реакционная смесь, образованная при приведении в контакт оксида переходного металла и щелочного металла на стадии (b), представляет собой однородную смесь. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, полученная реакционная смесь, образованная при приведении в контакт оксида переходного металла и щелочного металла на стадии (b), представляет собой однородную смесь жидкости и твердого вещества, жидкости и жидкости, газа и твердого вещества или газа и жидкости. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения.

[00154] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, реакционная смесь, образованная при проведении последовательности двух реакций на стадии (b), содержит восстановленный переходный металл, M^T , или его сплав. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, реакционная смесь, образованная при проведении

последовательности двух реакций на стадии (b), дополнительно содержит кислород. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, газообразный кислород отделяют от реакционной смеси.

[00155] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, реакционная смесь на стадии (b) не содержит металлов или оксидов металлов, которые сплавляются с переходным металлом, полученным на стадии (a).

[00156] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, реакционная смесь на стадии (b) содержит металлы или оксиды металлов, которые сплавляются с переходным металлом, полученным на стадии (a). Это более подробно описано ниже применительно к необязательному образованию сплава.

[00157] Как подробно описано в данном документе, стадия (a) может включать непрерывное добавление оксида переходного металла в реакционную смесь на стадии (b), так что в течение все стадии (b) оксид переходного металла получают в молярном избытке относительно добавленного щелочного металла. В частности, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления, оксид переходного металла, добавленный в реактор в течение стадии (b), находится в молярном избытке относительно щелочного металла, добавленного в него. Конкретные избытки указаны выше.

[00158] Тем не менее, оксид переходного металла, добавленный в реактор, потребляется в реакции схемы I, тогда как щелочной металл рециркулируется посредством реакции схемы I. Следовательно, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления, в любой конкретный момент в ходе стадии (b) щелочной металл в реакторе находится в молярном избытке относительно оксида переходного металла. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, оксид переходного металла непрерывно подают в реактор со скоростью добавления, которая обеспечивает молярный избыток щелочного металла в реакторе относительно оксида переходного металла в любой конкретный момент в ходе стадии (b). В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, молярный избыток составляет по меньшей мере 5%, по меньшей мере 10%, по меньшей мере 25%, по меньшей мере 50%, по меньшей мере 100% или по меньшей мере 200%. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения.

[00159] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, последовательность двух реакций на стадии (b) проводят в защищенной от воздуха среде. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, последовательность двух реакций на стадии (b) проводят в защищенной от воды среде. В соответствии с некоторыми вариантами

осуществления, последовательность двух реакций на стадии (b) осуществляют в защищенной воздухом и водой среде.

[00160] В частности, следует понимать, что щелочные металлы очень реактивны и требуют конкретных условий реакции, например, осуществление в атмосфере инертного газа.

[00161] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (b) дополнительно включает продувку реактора инертным газом. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, последовательность двух реакций на стадии (b) осуществляют в атмосфере инертного газа. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, инертный газ представляет собой азот или аргон.

[00162] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, в ходе стадии (b) реактор закрыт. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, в ходе стадии (b) реактор закрыт в инертной атмосфере. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, в ходе стадии (b) реактор закрыт в атмосфере инертного газа. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, в ходе стадии (b) реактор закрыт и последовательность двух реакций осуществляют при повышенном давлении.

[00163] Термин «повышенное давление» относится к любому давлению выше атмосферного давления.

[00164] Преимущественно, длительность реакции является короткой, что является как экономичным, так и энергозатратным.

[00165] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадию (b) осуществляют в течение не более 6 часов, не более 4 часов, не более 3 часов, не более 2 часов, не более 1 часа, не более 45 минут или не более 30 минут. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадию (b) осуществляют в течение не более 1 часа. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадию (b) осуществляют в течение по меньшей мере 5 минут, по меньшей мере 10 минут, по меньшей мере 15 минут, по меньшей мере 20 минут или по меньшей мере 25 минут. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения.

[00166] Следует понимать, что ссылка на длительность стадии (b) относится к отдельному прохождению стадии (b). В частности, как подробно описано в данном документе, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления, представленный

процесс осуществляют циклически, с рециркуляцией щелочного металла после завершения реакции, обратно для повторного использования при последующем выполнении стадии (b). Таким образом, следует понимать, что повторения стадии (b) могут в совокупности превышать нижний порог, установленный выше, без противоречия приведенному выше пункту, который относится к отдельному выполнению стадии (b).

[00167] Далее делается конкретная ссылка на стадию (c) представленного процесса, который включает выделение восстановленного переходного металла или его сплава, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[00168] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (c) включает выделение восстановленного переходного металла или его сплава из реакционной смеси. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (c) включает выделение восстановленного переходного металла из реакционной смеси. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (c) включает выделение сплава восстановленного переходного металла из реакционной смеси.

[00169] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, выделенный восстановленный переходный металл или его сплав представляет собой конденсированную фазу. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, выделенный восстановленный переходный металл или его сплав выделяют в виде твердого вещества. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, выделенный восстановленный переходный металл или его сплав выделяют в виде жидкости.

[00170] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, выделение на стадии (c) подразумевает выпаривание щелочного металла, полученного в схеме реакции II и перенос щелочного металла из реактора, так что реактор остается с восстановленным переходным металлом или его сплавом. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, выпаривание включает нагревание щелочного металла. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, выпаривание включает снижение давления в реакторе. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, выделение на стадии (c) подразумевает выпаривание щелочного металла из реактора. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, выделение на стадии (c) подразумевает кипячение щелочного металла из реактора.

[00171] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, перенос щелочного металла в виде газа из реактора обеспечивает получение переходного металла или его сплава.

[00172] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (с) включает выделение переходного металла или его сплава с чистотой по меньшей мере 70% мас./мас., по меньшей мере 80% мас./мас., по меньшей мере 90% мас./мас., по меньшей мере 95% мас./мас. или по меньшей мере 99% мас./мас.. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения.

[00173] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (с) включает выпаривание щелочного металла и кислорода из реактора с получением выделенного переходного металла или его сплава с чистотой по меньшей мере 70% мас./мас., по меньшей мере 80% мас./мас., по меньшей мере 90% мас./мас., по меньшей мере 95% мас./мас. или по меньшей мере 99% мас./мас. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения.

[00174] Чистоту можно удобно определить посредством рентгеновской дифракции (XRD), как показано в данном документе.

[00175] В частности, было обнаружено, что если исходить из чистых оксидов переходных металлов, то продукт, полученный посредством процесса по настоящему изобретению, является по существу чистым, даже если его выделяют в неочищенном виде. Тем не менее, некоторые переходные металлы реагируют с воздухом, так что при выделении им требуется защита от воздуха.

[00176] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, переходный металл представляет собой Fe, Co, Ni или Cu, и чистота составляет по меньшей мере 99% мас./мас. Каждая возможность представляет собой отдельный вариант осуществления настоящего изобретения.

[00177] Кроме того, в промышленных процессах, оксиды переходных металлов могут быть получены из руд, которые содержат загрязняющие вещества, например, оксиды кремния. При обеспечении таких композиций оксидов переходных металлов на стадии (а) представленного процесса они могут не реагировать, и загрязняющие вещества могут быть отделены с использованием дополнительной стадии плавления продукта переходного металла и фильтрации/удаления загрязнений.

[00178] Далее будет сделана конкретная ссылка на стадию (d) представленного процесса, которая является необязательной и включает сбор выделенного переходного металла или его сплава.

[00179] В частности, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления, процесс дополнительно включает сбор выделенного переходного металла или его сплава, полученного на стадии (с).

[00180] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, выделение на стадии (с) подразумевает выпаривание щелочного металла из реактора; и процесс дополнительно включает стадию (d) сбора выделенного переходного металла или его сплава.

[00181] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (d) дополнительно включает помещение выделенного восстановленного переходного металла или его сплава в специальный контейнер. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, контейнер выдерживают в защищенных от воздуха и/или воды условиях. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, контейнер представляет собой герметичный контейнер. Контейнер для переходного металла обсуждается ниже относительно системы.

[00182] Далее сделана конкретная ссылка на стадию (e) представленного процесса, которая является необязательной и включает конденсацию щелочной металл, выпаренный на стадии (с).

[00183] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, процесс дополнительно включает стадию (e) конденсации выпаренного щелочного металла. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, выпаренный щелочной металл конденсируют в специальном контейнере. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, контейнер выдерживают в защищенных от воздуха и/или воды условиях. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, контейнер представляет собой герметичный контейнер. Контейнер для щелочного металла обсуждается ниже относительно системы.

[00184] В целом, щелочные металлы представляют собой твердые материалы при комнатной температуре и атмосферном давлении. На стадии (с) щелочные металлы нагревают и необязательно помещают под пониженное давление, так что они преобразуются в пар, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления. Стадия (e) актуальна, если выделение на стадии (с) включает такое испарение, и включает конденсацию паров щелочного металла в отдельном контейнере, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления. Несмотря на то, что термин «конденсация» обычно относится к превращению газа в жидкость, следует понимать, что конденсированные щелочные металлы могут постепенно или мгновенно превращаться в твердые вещества, в зависимости, например, от температуры в контейнере для щелочного

металла. Таким образом, термин «конденсация» в контексте стадии (е) дополнительно включает осаждение газа в твердое вещество.

[00185] Кроме того, специалисту в данной области должно быть понятно, что, поскольку стадия (d) включает обработку переходного металла или сплава, а стадия (е) включает обработку щелочного металла, данные стадии являются отдельными, так что стадия (d) может предшествовать стадии (е), стадия (е) может предшествовать стадии (d), или они могут выполняться одновременно.

[00186] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (d) предшествует стадии (е), стадия (е) предшествует стадии (d), или стадии (d) и (е) выполняют одновременно. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (d) предшествует стадии (е). В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (е) предшествует стадии (d),

[00187] Далее будет сделана конкретная ссылка на стадию (f) представленного процесса, которая является необязательной, если осуществляют стадию (е), и включает перенос щелочного металла, конденсированного на стадии (е), обратно в реактор.

[00188] В частности, на стадии (с) щелочной металл необязательно удаляют из реактора с целью выделения и сбора (на необязательной стадии (d)) образованного переходного металла или сплава, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления. Соответственно, с целью завершения рециркуляции щелочного металла, удаленный щелочной металл можно помещать обратно в реактор для дополнительных реакций в соответствии с представленной последовательностью реакций, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления. Это осуществляют на стадии (f), перенося при этом щелочной металл обратно в реактор.

[00189] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл переносят в реактор на стадии (f) в виде конденсированного материала. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл переносят в реактор на стадии (f) в виде жидкости. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл переносят в реактор на стадии (f) в виде твердого вещества.

[00190] Таким образом, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления, процесс дополнительно включает стадию (е) конденсации выпаренного щелочного металла в контейнере для щелочного металла; и стадию (f) переноса конденсированного щелочного металла в реактор, рециркулируя таким образом щелочной металл.

[00191] Следует понимать, что посредством осуществления стадии (f) завершается один цикл представленного процесса. При восстановлении щелочного металла и дополнительного обеспечения переходного металла, процесс можно продолжать в течение дополнительного цикла, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[00192] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, процесс дополнительно включает повторение стадий (a)-(d) в течение по меньшей мере одной дополнительной последовательности после стадии (f). В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, процесс дополнительно включает повторение стадий (a)-(c) в течение по меньшей мере одной дополнительной последовательности после стадии (f). В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, процесс дополнительно включает повторение стадий (a)-(d) в течение по меньшей мере одной дополнительной последовательности.

[00193] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, процесс включает осуществление стадий (a)-(f) в течение по меньшей мере одного цикла и осуществление стадий (a)-(c). В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, процесс включает следующее: осуществлением стадий (a)-(f) в течение нескольких циклов и осуществление стадий (a)-(c).

[00194] Термин «несколько» относится к любому целому числу больше 1.

[00195] Далее будет сделана ссылка на фиг. 1-2, которые представляют собой блок-схемы, представляющие процесс восстановления по меньшей мере одного оксида переходного металла до соответствующего переходного металла или его сплава.

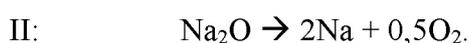
[00196] В частности, фиг. 1 представляет собой блок-схему, представляющую процесс восстановления по меньшей мере одного оксида переходного металла до соответствующего переходного металла или его сплава, который включает стадии (a), (b) и (c), определенные в данном документе, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления. Стадия (a) представлена блоком 1000, стадия (b) представлена блоком 1010, и стадия (c) представлена блоком 1020.

[00197] Подобным образом, фиг. 2 представляет собой блок-схему, представляющую процесс восстановления по меньшей мере одного оксида переходного металла до соответствующего переходного металла или его сплава, который включает (a), (b), (c), (d), (e) и (f), как подробно описано в данном документе, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления. Стадия (a) представлена блоком 1000, стадия (b) представлена

блоком 1010, стадия (с) представлена блоком 1020, стадия (d) представлена блоком 1030, стадия (е) представлена блоком 1040 и стадия (f) представлена блоком 1050.

[00198] Ниже представлены неограничивающие конкретные варианты осуществления конкретных последовательностей реакций, которые можно осуществить с использованием процесса по настоящему изобретению. Далее будет сделана ссылка на фиг. 3–9, которые представляют собой блок-схемы, каждая из которых представляет выбранный процесс восстановления по меньшей мере одного оксида переходного металла до соответствующего переходного металла или его сплава (т.е., конкретную последовательность двух реакций). Каждая из фиг. 3–5 представляет процесс, включающий стадии (а), (b) и (с), подробно описанные в данном документе, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления, причем стадия (а) представлена блоком 1000, стадия (b) представлена блоком 1010 и стадия (с) представлена блоком 1020. Каждая из фиг. 6–9 представляет процесс, включающий стадии (а), (b), (с), (d), (е) и (f), подробно описанные в данном документе, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления, причем стадия (а) представлена блоком 1000, стадия (b) представлена блоком 1010, стадия (с) представлена блоком 1020, стадия (d) представлена блоком 1030, стадия (е) представлена блоком 1040 и стадия (f) представлена блоком 1050.

[00199] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой Na, и схема II является следующей:



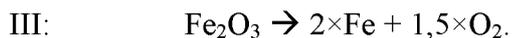
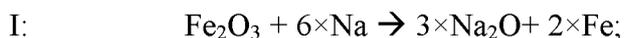
[00200] Фиг. 3, 5, 6 и 7 относятся к последовательностям реакций, в которых применяют натрий в качестве щелочного металла.

[00201] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, щелочной металл представляет собой K, и схема II является следующей:



[00202] Фиг. 4, 8 и 9 относятся к последовательностям реакций, в которых применяют калий в качестве щелочного металла.

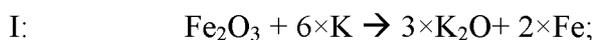
[00203] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^{T} представляет собой Fe; $\text{M}_n^{\text{T}}\text{O}_m$ представляет собой Fe_2O_3 , M^{A} представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



[00204] Данное превращение изображено на фиг. 3.

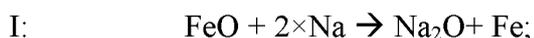
[00205] Кроме того, схема реакции II для $M^A = \text{Na}$ представлена выше и может быть оценена человеком, имеющим среднюю квалификацию в данной области, в каждой из последовательностей реакций, представленных ниже.

[00206] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Fe; $M_n^T O_m$ представляет собой Fe_2O_3 , M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:

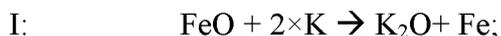


[00207] Кроме того, схема реакции II для $M^A = \text{K}$ представлена выше и может быть оценена человеком, имеющим среднюю квалификацию в данной области, в каждой из последовательностей реакций, представленных ниже.

[00208] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Fe; $M_n^T O_m$ представляет собой FeO, M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



[00209] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Fe; $M_n^T O_m$ представляет собой FeO, M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



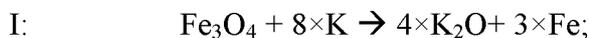
[00210] Данное превращение изображено на фиг. 4.

[00211] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Fe; $M_n^T O_m$ представляет собой Fe_3O_4 , M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:

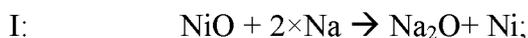




[00212] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Fe; $M_n^T O_m$ представляет собой Fe_3O_4 , M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



[00213] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Ni; $M_n^T O_m$ представляет собой NiO, M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:

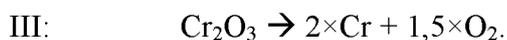
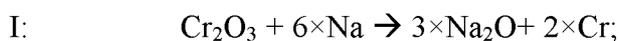


[00214] Данное превращение изображено на фиг. 5.

[00215] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Ni; $M_n^T O_m$ представляет собой NiO, M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:

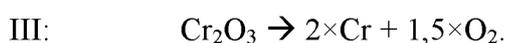
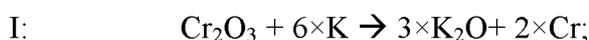


[00216] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Cr; $M_n^T O_m$ представляет собой Cr_2O_3 , M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:

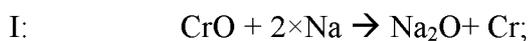


[00217] Данное превращение изображено на фиг. 6.

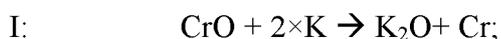
[00218] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Cr; $M_n^T O_m$ представляет собой Cr_2O_3 , M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



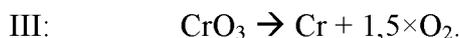
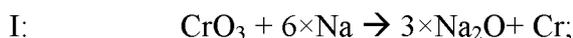
[00219] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Cr; $M_n^T O_m$ представляет собой CrO, M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



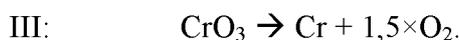
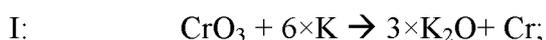
[00220] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Cr; $M_n^T O_m$ представляет собой CrO, M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



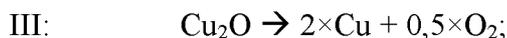
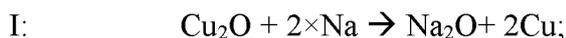
[00221] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Cr; $M_n^T O_m$ представляет собой CrO₃, M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



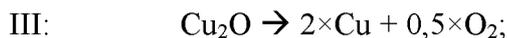
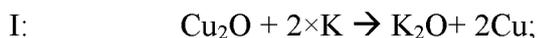
[00222] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Cr; $M_n^T O_m$ представляет собой CrO₃, M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



[00223] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Cr; $M_n^T O_m$ представляет собой Cu₂O, M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:

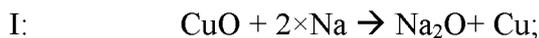


[00224] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Cr; $M_n^T O_m$ представляет собой Cu₂O, M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



[00225] Данное превращение изображено на фиг. 7.

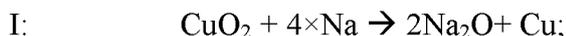
[00226] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^{T} представляет собой Cu; $\text{M}_{\text{n}}^{\text{T}}\text{O}_{\text{m}}$ представляет собой CuO, M^{A} представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



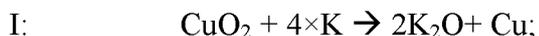
[00227] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^{T} представляет собой Cu; $\text{M}_{\text{n}}^{\text{T}}\text{O}_{\text{m}}$ представляет собой CuO, M^{A} представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



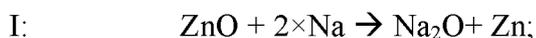
[00228] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^{T} представляет собой Cu; $\text{M}_{\text{n}}^{\text{T}}\text{O}_{\text{m}}$ представляет собой CuO_2 , M^{A} представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



[00229] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^{T} представляет собой Cu; $\text{M}_{\text{n}}^{\text{T}}\text{O}_{\text{m}}$ представляет собой CuO_2 , M^{A} представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:

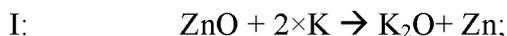


[00230] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^{T} представляет собой Zn; $\text{M}_{\text{n}}^{\text{T}}\text{O}_{\text{m}}$ представляет собой ZnO, M^{A} представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:

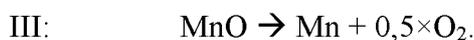
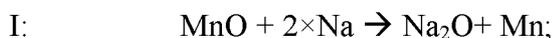


[00231] Данное превращение изображено на фиг. 8.

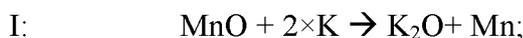
[00232] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Zn; $M_n^T O_m$ представляет собой ZnO, M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



[00233] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Mn; $M_n^T O_m$ представляет собой MnO, M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



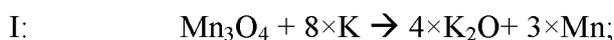
[00234] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Mn; $M_n^T O_m$ представляет собой MnO, M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



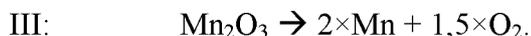
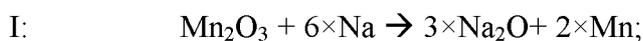
[00235] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Mn; $M_n^T O_m$ представляет собой Mn_3O_4 , M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



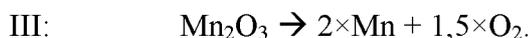
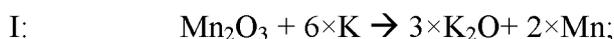
[00236] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Mn; $M_n^T O_m$ представляет собой Mn_3O_4 , M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



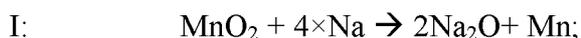
[00237] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Mn; $M^T_nO_m$ представляет собой Mn_2O_3 , M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



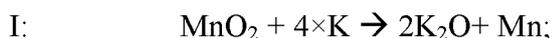
[00238] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Mn; $M^T_nO_m$ представляет собой Mn_2O_3 , M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



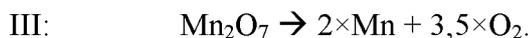
[00239] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Mn; $M^T_nO_m$ представляет собой MnO_2 , M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



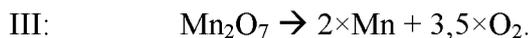
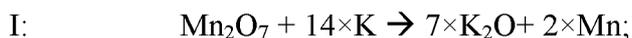
[00240] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Mn; $M^T_nO_m$ представляет собой MnO_2 , M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



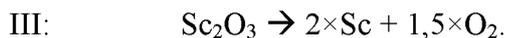
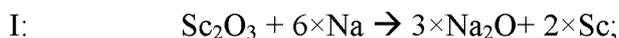
[00241] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Mn; $M^T_nO_m$ представляет собой Mn_2O_7 , M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



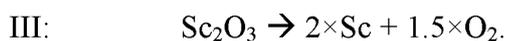
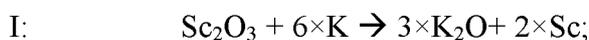
[00242] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Mn; $M^T_nO_m$ представляет собой Mn_2O_7 , M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



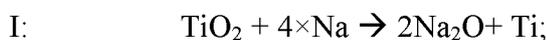
[00243] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Sc; $M_n^T O_m$ представляет собой Sc_2O_3 , M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



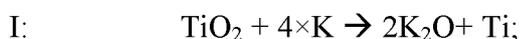
[00244] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Sc; $M_n^T O_m$ представляет собой Sc_2O_3 , M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



[00245] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Ti; $M_n^T O_m$ представляет собой TiO_2 , M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:

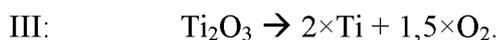
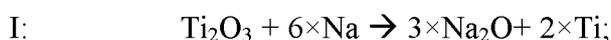


[00246] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Ti; $M_n^T O_m$ представляет собой TiO_2 , M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:

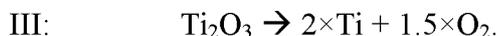
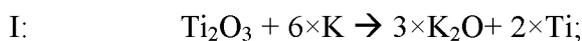


[00247] Данное превращение изображено на фиг. 9.

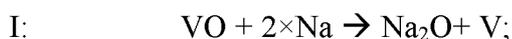
[00248] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Ti; $M_n^T O_m$ представляет собой Ti_2O_3 , M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



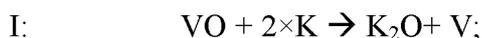
[00249] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Ti; $M_n^T O_m$ представляет собой Ti_2O_3 , M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



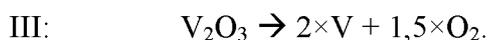
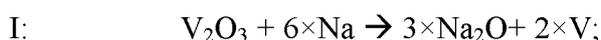
[00250] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой V; $M_n^T O_m$ представляет собой VO, M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



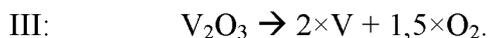
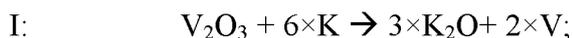
[00251] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой V; $M_n^T O_m$ представляет собой VO, M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



[00252] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой V; $M_n^T O_m$ представляет собой V_2O_3 , M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



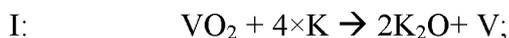
[00253] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой V; $M_n^T O_m$ представляет собой V_2O_3 , M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



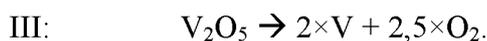
[00254] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой V; $M_n^T O_m$ представляет собой VO_2 , M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



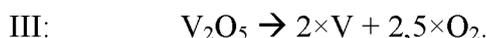
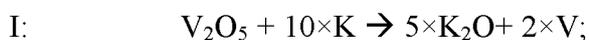
[00255] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой V; $M_n^T O_m$ представляет собой VO_2 , M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



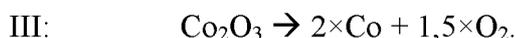
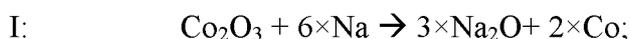
[00256] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой V; $M_n^T O_m$ представляет собой V_2O_5 , M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



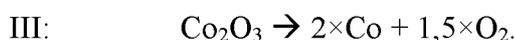
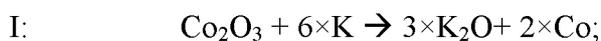
[00257] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой V; $M_n^T O_m$ представляет собой V_2O_5 , M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



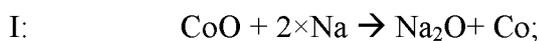
[00258] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Co; $M_n^T O_m$ представляет собой Co_2O_3 , M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



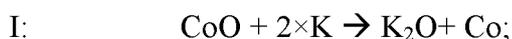
[00259] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Co; $M_n^T O_m$ представляет собой Co_2O_3 , M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



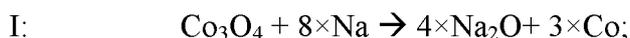
[00260] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Co; $M_n^T O_m$ представляет собой CoO, M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:



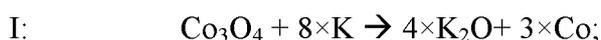
[00261] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Co; $M_n^T O_m$ представляет собой CoO, M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



[00262] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Co; $M_n^T O_m$ представляет собой Co_3O_4 , M^A представляет собой Na, и схемы реакции I и III являются следующими:

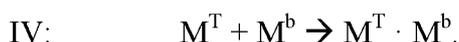


[00263] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, M^T представляет собой Co; $M_n^T O_m$ представляет собой Co_3O_4 , M^A представляет собой K, и схемы реакции I и III являются следующими:



[00264] Далее сделана конкретная ссылка на варианты осуществления представленного процесса, направленные на образование сплава переходного металла.

[00265] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, процесс предназначен для получения сплава металла, причем стадия (a) или стадия (b) дополнительно включает получение второго металла, M^b , в реакторе, при этом второй металл сплавляется с M^T ; стадия (b) включает объединение второго металла со щелочным металлом и оксидом переходного металла для индукции последовательности двух реакций схем реакций I и II, и дополнительно индуцирует реакцию схемы IV:

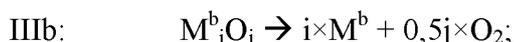
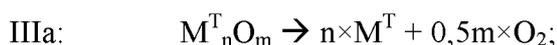


[00266] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, второй металл, M^b , не является щелочным металлом. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, второй металл, M^b , представляет собой переходный металл, M^{Tb} .

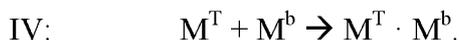
[00267] Термин «сплавляемый» относится к способности двух металлических элементов образовывать сплав. Таким образом, термин «сплавляемый металл» в контексте данного документа относится к любому металлу, который способен образовывать сплав с переходным металлом, образованным в процессе по настоящему изобретению. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, сплавляемый металл образует сплав с переходным металлом, образованным в условиях процесса по настоящему изобретению (т.е., в условиях стадии (b)).

[00268] Кроме того, сплавляемый металл может быть представлен в виде оксида металла и восстановлен в условиях реакции представленного процесса (т.е., восстановлен щелочным металлом), в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[00269] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, процесс представляет собой получение сплава металла, в котором стадия (a) включает дополнительное обеспечение второго оксида металла с формулой $M^b_iO_j$, где каждый из i и j равен 1, 2, 3, 4, 5, 6 или 7; и стадия (b) включает объединение двух оксидов металлов с щелочным металлом, причем схемы реакции I и III являются следующими:



и при этом стадия (b) дополнительно индуцировала реакцию IV образования сплава:

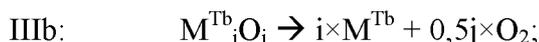
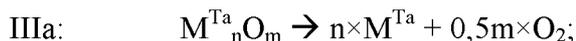


[00270] Следует понимать, что схема реакции I разделена на Ia и Ib, тогда как схема реакции III разделена на IIIa и IIIb.

[00271] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, второй металл, M^b , представляет собой переходный металл, M^{Tb} .

[00272] Таким образом, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (a) включает обеспечение по меньшей мере двух оксидов переходных металлов с

формулами $M^{Ta}_nO_m$ и $M^{Tb}_iO_j$, где каждый из i и j равен 1, 2, 3, 4, 5, 6 или 7, причем каждый из M^{Ta} , M^{Tb} представляет собой переходный металл, выбранный из группы, включающей Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu и Zn; и стадия (b) включает объединение оксидов переходных металлов со щелочным металлом, причем схемы реакции I и III являются следующими:



и при этом стадия (b) дополнительно индуцировала реакцию IV образования сплава:



[00273] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, сплав переходного металла, образованный посредством любого из процессов по настоящему изобретению, выбран из группы, включающей следующие: латунь (CuZn), константан (CuNi), куниф (CuNiFe или CuNiFeCo), мельхиор (CuNiFe или CuNiMn), манганин (CuMnNi), мельхиор (CuNi или CuNiZn), элинвар (NiFeCr), фернико (FeNiCo), ферроманган (FeMn), ферроникель (FeNi), ферротитан (FeTi), феррованадий (FeV), инвар (FeNi), ковар (FeNiCo), хромель (NiCr) и нитинол (NiTi).

[00274] Фиг. 10–11 представляют собой блок-схемы, каждая из которых представляет процесс восстановления двух оксидов переходных металлов до их соответствующих сплавов переходных металлов (сплав CuZn на фиг. 10 и сплав FeNi на фиг. 11).

[00275] Далее сделана ссылка на реакционную систему, выполненную с возможностью осуществления процесса по настоящему изобретению, в соответствии с некоторыми вариантами осуществления.

[00276] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, представленный процесс дополнительно включает обеспечение системы восстановления оксида переходного металла, включающей

реактор, который включает

корпус, образующий реакционную камеру, и

впускное отверстие для оксида переходного металла, выпускное отверстие для щелочного металла, выпускное отверстие для щелочного металла и выпускное отверстие для выделенного переходного металла или сплава, причем каждое из указанных впускных и выпускных отверстий находится в жидкостной связи с камерой реактора;

контейнер щелочного металла, имеющий впускное отверстие для щелочного металла и выпускное отверстие для щелочного металла;

отдельный контейнер для переходного металла или сплава, имеющий впускное отверстие для переходного металла;

конденсатор, выполненный с возможностью конденсации выпаренного щелочного металла, при этом конденсатор содержит проксимальный конец, соединенный с выпускным отверстием щелочного металла реактора, и дистальный конец, соединенный с впускным отверстием для щелочного металла контейнера для щелочного металла;

трубка для переноса щелочного металла, имеющая проксимальный конец, соединенный с впускным отверстием для щелочного металла реактора, и дистальный конец, соединенный с выпускным отверстием для щелочного металла контейнера для щелочного металла;

трубку для переноса переходного металла, имеющую проксимальный конец, соединенный с выпускным отверстием для переходного металла реактора, дистальный конец, соединенный с впускным отверстием для переходного металла отдельного контейнера для переходного металла или сплава.

[00277] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, реактор дополнительно содержит впускное отверстие для инертного газа и выпускное отверстие для газа, причем каждый из них находится в жидкостной связи с реакционной камерой, и впускное отверстие для инертного газа находится в жидкостной связи с источником инертного газа. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, впускное отверстие для инертного газа соединено с источником инертного газа газовой трубкой. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, газовая трубка имеет клапан, выполненный с возможностью регулирования потока инертного газа из источника инертного газа в реакционную камеру.

[00278] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, представленный процесс включает следующее:

- (a) обеспечение по меньшей мере одного оксида переходного металла в реакционной камере через впускное отверстие для оксида переходного металла;
- (b) объединение оксида переходного металла со щелочным металлом в камере реактора для индукции последовательности двух реакций;
- (c) выпаривание щелочного металла через выпускное отверстие для щелочного металла реактора для выделения переходного металла или его сплава в реакционной камере;
- (d) перенос выделенного переходного металла или его сплава в отдельный контейнер для переходного металла или сплава через трубку для переноса переходного металла;
- (e) конденсация выпаренного щелочного металла с использованием конденсатора в контейнер для щелочного металла; и
- (f) перенос конденсированного щелочного металла из контейнера для щелочного металла в реактор посредством трубки для переноса щелочного металла;

причем стадия (e) может предшествовать стадии (d).

[00279] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (b) дополнительно включает введение инертного газа в реакционную камеру через впускное отверстие для инертного газа, поддерживая таким образом реакционную среду, защищенную от воздуха.

[00280] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (b), стадия (c) или обе из них дополнительно включают удаление образованного газообразного кислорода через выпускное отверстие для газа реактора.

[00281] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, конденсатор дополнительно содержит однонаправленный клапан, расположенный между его проксимальным и дистальным концом, причем клапан выполнен с возможностью регулирования потока выпаренного щелочного металла из реактора в контейнер для щелочного металла. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (f) дополнительно включает регулирование потока конденсированного щелочного металла из контейнера для щелочного металла в реактор с использованием клапана.

[00282] В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, трубка для переноса переходного металла дополнительно имеет однонаправленный клапан, расположенный между его проксимальным и дистальным концом, причем клапан выполнен с возможностью регулирования потока выделенного переходного металла или сплава металла из реактора в контейнер для переходного металла или сплава. В соответствии с некоторыми вариантами осуществления, стадия (c) или стадия (d) дополнительно включает регулирование потока выделенного переходного металла или сплава металла из реактора в контейнер для выделенного переходного металла или сплава с использованием клапана.

ПРИМЕРЫ

[00283] Общая процедура – Система

[00284] Реакция между несколькими оксидами металлов с чистым натрием натрий при 900°C, восстановление оксида металла до чистого металла. Испытывали следующие

оксиды металлов: Cu_2O , NiO , Cr_2O_3 и Fe_2O_3 .

[00285] Компоненты системы:

[00286] 1. Реактор – SS304 265 мл по индивидуальному проекту.

[00287] 2. SiC тигель 37 мл.

[00288] 3. Первая система индукционного нагрева (китайская 6кВт), Индукционная катушка (5 витков).

[00289] 4. Вторая индукционная система (китайская 3кВт), Индукционная катушка (3 витка).

[00290] 5. Система охлаждалась одним водяным холодильником.

[00291] 6. SS304 пробирка 430 мл (реактор утилизации натрия) и борт (NW50).

[00292] 7. Разъемы Parker для аргоновой вставки.

[00293] 8. Термопара типа К (3 – одна с внешним соединением 1/2", одна в реакторе, одна в тигле).

[00294] 9. Компания по контролю расхода аргона «AALBORG».

[00295] 10. Три двухпозиционных клапана 1\4" и один вакуумный клапан.

[00296] 11. Сильфонный уловитель из нержавеющей стали для защиты вакуумного насоса.

[00297] 12. Вакуумный насос.

[00298] 13. Подставки.

[00299] 14. Теплоизоляционная вата.

[00300] Материальная структура реакционного реактора - SS304 объемом 265 мл, соединена через трубку $\frac{1}{2}$ дюйма SS316 с реактором для утилизации натрия с материальной структурой SS304 объемом 430 мл с тиглем из SiC, помещенным внутри реакционного реактора.

[00301] Для защиты индукционных систем и витонитового уплотнительного кольца во фланце KF в критических местах используется защитный блок из оксида алюминия.

[00302] Общая процедура эксперимента

[00303] В реакционный реактор помещали тигель с 3 г оксида металла и 3 г чистого натрия, одну термопару помещали внутрь реактора для контроля первой индукционной системы, вторую термопару помещали внутрь тигля для измерения реакции и подключали к регистратору данных.

[00304] Первая индукционная система нагревает нижнюю часть реакционного реактора, где был установлен тигель, до 900°C , со скоростью нагрева $15^{\circ}\text{C}/\text{мин.}$ и потоком аргона $40 \text{ мл}/\text{мин.}$ во время экспериментов.

[00305] В начале реакции вакуумный клапан и второй выпускной клапан аргона закрыты, и выпуск потока аргона осуществляли через первый выпускной клапан аргона. По достижении температуры 700°C первый выпускной клапан аргона закрывали, а второй клапан открывали. Кроме того, по достижении первой индукционной системой температуры 700°C была включена вторая индукционная система для достижения температуры 200°C . Через 70 минут после начала реакции с помощью насоса медленно инициировали вакуум до достижения вакуума в течение 30 мин. при 900°C . Через 30 минут вводили аргон со скоростью $40 \text{ мл}/\text{мин.}$ По достижению давления в системе $14,6$ фунтов на квадратный дюйм, открывали первое выпускное отверстие для аргона и системы индукции закрывали.

[00306] Пример 1: Восстановление Fe_2O_3 до Fe

[00307] Восстановление Fe_2O_3 до металлического железа с использованием натрия в качестве восстанавливающего средства осуществляли в соответствии с подробным

описанием выше в общей процедуре эксперимента. Пик реакции измеряли при температуре от 480 до 720°C. Другие параметры реакции кратко изложены в таблице 1:

[00308] Таблица 1: Параметры восстановления Fe_2O_3 до Fe

	Масса [грамм]
Тигель SiC 37 мл	84,66
Fe_2O_3	3,04
Na	3,02
Всего	90,7
Общая масса после реакции	88,08
Fe после реакции	2,62

[00309] Фиг. 12А представляет собой график, показывающий зависимость измеренной температуры (°C) внутри реактора от времени (мин.) во время реакции примера 1. Фиг. 12В представляет собой рентгеновскую дифрактограмму продуктов реакции примера 1. В частности, в примере 1 основная фаза представляет собой металлическое железо.

[00310] Пример 2: Восстановление Cu_2O до Cu

[00311] Восстановление Cu_2O до металлической меди с использованием натрия в качестве восстанавливающего средства осуществляли в соответствии с подробным описанием выше в общей процедуре эксперимента. Пик реакции измеряли при температуре от 417°C до 505°C через 31,33 минуты от начала реакции. Другие параметры реакции кратко изложены в таблице 2:

[00312] Таблица 2: Параметры восстановления Cu_2O до Cu

	Масса [грамм]
Тигель SiC 37 мл	85,40
Cu_2O	3
Na	3
Всего	91,16
Общая масса после реакции	88,70
Fe после реакции	2,4698 (чистота 99,33%)

[00313] Фиг. 13А представляет собой график, показывающий зависимость измеренной температуры (°C) внутри реактора от времени (мин.) во время реакции примера 2. Фиг. 13В представляет собой рентгеновскую дифрактограмму продуктов реакции примера 2. В частности, в примере 2 основная фаза представляла собой металлическую медь с незначительными следами Cu_2O .

[00314] Пример 3: Восстановление NiO до Ni

[00315] Восстановление NiO до металлического никеля с использованием натрия в качестве восстанавливающего средства осуществляли в соответствии с подробным описанием выше в общей процедуре эксперимента. Пик реакции измеряли при температуре от 407°C до 595°C через 32 минуты от начала реакции. Другие параметры реакции кратко изложены в таблице 3:

[00316] Таблица 3: Параметры восстановления NiO до Ni

	Масса [грамм]
Тигель SiC 37 мл	85,04
NiO	3,02
Na	3,04
Всего	91,08
Общая масса после реакции	89,02
Fe после реакции	2,0690 (чистота 95,4%)

[00317] Фиг. 14А представляет собой график, показывающий зависимость измеренной температуры (°C) внутри реактора от времени (мин.) во время реакции примера 3. Фиг. 14В представляет собой рентгеновскую дифрактограмму продуктов реакции примера 3. В частности, измерения образца и показания на фиг. 14В включали только металлический никель.

[00318] Пример 4: Восстановление Cr₂O₃ до Cr

[00319] Восстановление Cr₂O₃ до металлического хрома с использованием натрия в качестве восстанавливающего средства осуществляли в соответствии с подробным описанием выше в общей процедуре эксперимента. Пик реакции измеряли при температуре от 509°C до 730°C через 38 минуты от начала реакции. Другие параметры реакции кратко изложены в таблице 4:

[00320] Таблица 4: Параметры восстановления Cr_2O_3 до Cr

	Масса [грамм]
Тигель SiC 37 мл	84,68
Cr_2O_3	3,04
Na	3,04
Всего	90,74
Общая масса после реакции	88,62
Fe после реакции	3,90

[00321] Фиг. 15А представляет собой график, показывающий зависимость измеренной температуры ($^{\circ}\text{C}$) внутри реактора от времени (мин.) во время реакции примера 4. Фиг. 15В представляет собой рентгеновскую дифрактограмму продуктов реакции примера 4. В частности, в данном образце находятся NaCrO_2 (87%) и нитрит-карбид хрома (13%).

[00322] Заключения

[00323] Продукт реакции оксидов никеля и меди с натрием по результатам XRD является металлом высокого качества. В образце меди основной фазой является металлическая медь со следами Cu_2O , а в образце никеля присутствует только металлический никель.

[00324] При применении вакуума 45 Торр с потоком аргона 40 мл/мин. при 900°C в течение 30 минут большая часть натрия удаляется из реакционной смеси. Калий, который более летуч, может обеспечивать аналогичные, если не улучшенные результаты.

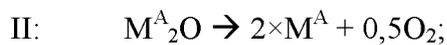
[00325] Несмотря на то, что настоящее изобретение описано в сочетании с конкретными вариантами его осуществления, очевидно, что могут существовать многочисленные альтернативы, модификации и вариации, которые очевидны специалистам в данной области. Следует понимать, что настоящее изобретение не обязательно ограничивается в своем применении деталями конструкции и расположением компонентов и/или способами, изложенными в данном документе. Другие варианты осуществления могут быть реализованы на практике, и вариант осуществления может быть реализован различными способами. Соответственно, настоящее изобретение охватывает все такие альтернативы, модификации и вариации, которые входят в объем прилагаемой формулы изобретения.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

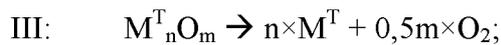
1. Способ восстановления оксида переходного металла, включающий

(a) обеспечение по меньшей мере одного оксида переходного металла формулы $M^T_nO_m$, где каждый из n и m равен 1, 2, 3, 4, 5, 6 или 7, где M^T представляет собой переходный металл первого ряда, выбранный из Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu и Zn;

(b) приведение оксида переходного металла в контакт с щелочным металлом (M^A) в реакторе, и регулирование температуры в реакторе до температуры T для индуцирования последовательности двух реакций схем реакций I и II:



так что общая реакция, III, следующая за указанной последовательностью двух реакций не потребляет щелочной металл,



и полученная реакционная смесь содержит восстановленный переходный металл, M^T , или его сплав, щелочной металл и необязательно кислород;

где M^A представляет собой Na или K; и при этом температура T находится выше точки плавления щелочного металла и равна или выше температуры разложения M^A_2O ; и

(c) выделение восстановленного переходного металла или его сплава из реакционной смеси.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что стадия (a) включает непрерывное обеспечение по меньшей мере одного оксида переходного металла в реакторе, так что общий оксид переходного металла, представленный на стадии (a), находится в молярном избытке относительно щелочного металла на стадии (b), при этом молярный избыток составляет по меньшей мере 400%.

3. Способ по любому из пп. 1-2, отличающийся тем, что температура T равна или выше точки кипения щелочного металла, при этом выделение на стадии (c) подразумевает выпаривание щелочного металла из реактора; и процесс дополнительно включает стадию (d) сбора выделенного переходного металла или его сплава.

4. Способ по п. 3, дополнительно включающий стадию (е) конденсации выпаренного щелочного металла; и стадию (f) переноса конденсированного щелочного металла в реактор, рециркулируя таким образом щелочной металл.

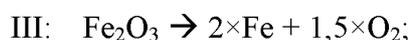
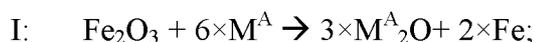
5. Способ по любому из пп. 1-4, включающий

- (a) обеспечение по меньшей мере одного оксида переходного металла
 - (b) объединение оксида переходного металла со щелочным металлом при температуре T для индукции последовательности двух реакций;
 - (c) выпаривание щелочного металла из реактора с получением выделенного переходного металла или его сплава;
 - (d) сбор выделенного переходного металла или его сплава;
 - (e) конденсацию выпаренного щелочного металла; и
 - (f) перенос конденсированного щелочного металла в реактор;
- причем стадия (е) может предшествовать стадии (d) и при этом процесс дополнительно включает повторение стадий (a) – (d) в течение по меньшей мере одной дополнительной последовательности.

6. Способ по любому из пп. 1-5, отличающийся тем, что M^T представляет собой переходный металл первого ряда, выбранный из группы, включающей Fe, Ni, Cr, Cu, Zn и Mn.

7. Способ по п. 6, отличающийся тем, что M^T представляет собой Fe;

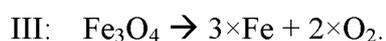
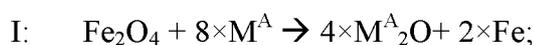
$M_n^T O_m$ представляет собой Fe_2O_3 , FeO, Fe_3O_4 или их комбинацию; и схемы реакций I и III являются следующими:



или

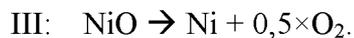


или



8. Способ по п. 6, отличающийся тем, что M^T представляет собой Ni;

$M^T_nO_m$ представляет собой NiO; и схемы реакции I и III являются следующими:

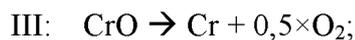


9. Способ по п. 6, отличающийся тем, что M^T представляет собой Cr;

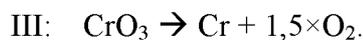
$M^T_nO_m$ представляет собой Cr_2O_3 , CrO, CrO_3 или их комбинацию; и схемы реакции I и III являются следующими:



или

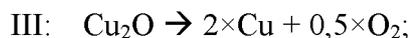


или



10. Способ по п. 6, отличающийся тем, что M^T представляет собой Cu;

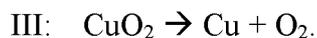
$M^T_nO_m$ представляет собой Cu_2O , CuO, CuO_2 или их комбинацию; и схемы реакции I и III являются следующими:



или

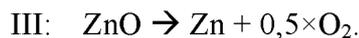


или



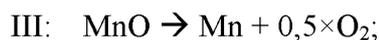
11. Способ по п. 6, отличающийся тем, что M^T представляет собой Zn;

$M^T_nO_m$ представляет собой ZnO; и схемы реакции I и III являются следующими:

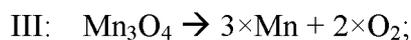
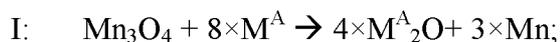


12. Способ по п. 6, отличающийся тем, что M^{T} представляет собой Mn;

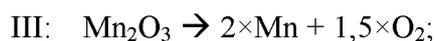
$\text{M}^{\text{T}}_n\text{O}_m$ представляет собой MnO, Mn_3O_4 , Mn_2O_3 , MnO_2 , Mn_2O_7 или их комбинацию; и схемы реакции I и III являются следующими:



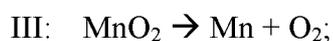
или



или



или



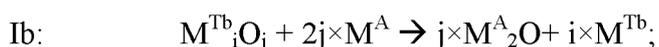
или

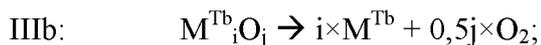
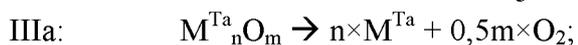


13. Способ по любому из пп. 1-12 для получения сплава металла, отличающийся тем, что

стадия (а) включает обеспечение по меньшей мере двух оксидов переходного металла с формулами $\text{M}^{\text{Ta}}_n\text{O}_m$ и $\text{M}^{\text{Tb}}_i\text{O}_j$, где каждый из i и j равен 1, 2, 3, 4, 5, 6 или 7, при этом каждый M^{Ta} , M^{Tb} представляет собой переходный металл, выбранный из группы, включающей Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu и Zn; и

стадия (б) включает объединение оксидов переходного металла с щелочным металлом, причем схемы реакции I и III являются следующими:

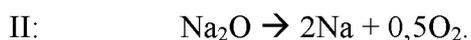




и при этом стадия (b) дополнительно индуцировала реакцию IV образования сплава:



14. Способ по любому из пп. 1-13, отличающийся тем, что щелочной металл представляет собой натрий, и схема II является следующей:



15. Способ по любому из пп. 1-14, отличающийся тем, что T составляет по меньшей мере 540°C.

16. Способ по любому из пп. 5-15, отличающийся тем, что стадия (c) включает выпаривание щелочного металла и кислорода из реактора с получением выделенного переходного металла или его сплава с чистотой по меньшей мере 90% мас./мас.

17. Способ по п. 16, отличающийся тем, что переходный металл представляет собой Fe, Co, Ni или Cu, и чистота составляет по меньшей мере 99% мас./мас.

18. Способ по любому из пп. 1-17, отличающийся тем, что реакционная смесь на стадии (b) по существу не содержит дополнительных растворителей и носителей, и по существу состоит из оксида переходного металла, щелочного металла и полученного восстановленного переходного металла или его сплава.

19. Способ по любому из пп. 1-18, отличающийся тем, что последовательность двух реакций на стадии (b) осуществляют в защищенной от воздуха и воды среде.

20. Способ по любому из пп. 5-19, дополнительно включающий использование системы, содержащей

реактор, который содержит

корпус, образующий реакционную камеру, и

впускное отверстие для оксида переходного металла, впускное отверстие для щелочного металла, выпускное отверстие для щелочного металла и выпускное отверстие для выделенного переходного металла или сплава, причем каждое из указанных впускных и выпускных отверстий находится в жидкостной связи с камерой реактора;

контейнер щелочного металла, имеющий впускное отверстие для щелочного металла и выпускное отверстие для щелочного металла;

отдельный контейнер для переходного металла или сплава, имеющий впускное отверстие для переходного металла;

конденсатор, выполненный с возможностью конденсации выпаренного щелочного металла, при этом конденсатор содержит проксимальный конец, соединенный с выпускным отверстием щелочного металла реактора, и дистальный конец, соединенный с впускным отверстием для щелочного металла контейнера для щелочного металла;

трубка для переноса щелочного металла, имеющая проксимальный конец, соединенный с впускным отверстием для щелочного металла реактора, и дистальный конец, соединенный с выпускным отверстием для щелочного металла контейнера для щелочного металла;

трубку для переноса переходного металла, имеющую проксимальный конец, соединенный с выпускным отверстием для переходного металла реактора, дистальный конец, соединенный с впускным отверстием для переходного металла отдельного контейнера для переходного металла или сплава.

21. Способ по п. 20, отличающийся тем, что реактор дополнительно содержит впускное отверстие для инертного газа и выпускное отверстие для газа, при этом каждый из них находится в жидкостной связи с реакционной камерой, и впускное отверстие для инертного газа находится в жидкостной связи с источником инертного газа.
22. Способ по любому из пп. 20-21, включающий
 - (a) обеспечение по меньшей мере одного оксида переходного металла в реакционной камере через впускное отверстие для оксида переходного металла;
 - (b) объединение оксида переходного металла со щелочным металлом в камере реактора для индукции последовательности двух реакций;
 - (c) выпаривание щелочного металла через выпускное отверстие для щелочного металла реактора с получением выделенного переходного металла или его сплава;

- (d) перенос выделенного переходного металла или его сплава в отдельный контейнер для переходного металла или сплава через трубку для переноса переходного металла;
- (e) конденсация выпаренного щелочного металла с использованием конденсатора в контейнер для щелочного металла; и
- (f) перенос конденсированного щелочного металла из контейнера для щелочного металла в реактор посредством трубки для переноса щелочного металла;

причем стадия (e) может предшествовать стадии (d).

23. Способ по любому из пп. 21-22, отличающийся тем, что стадия (b) дополнительно включает введение инертного газа в реакционную камеру через впускное отверстие для инертного газа, тем самым поддерживая среду реакции, защищенную от воздуха.

24. Способ по любому из пп. 21-23, отличающийся тем, что стадия (b), стадия (c) или обе дополнительно включают удаление образовавшегося газообразного кислорода через выпускное отверстие для газа реактора.

25. Способ по любому из пп. 21-24, отличающийся тем, что

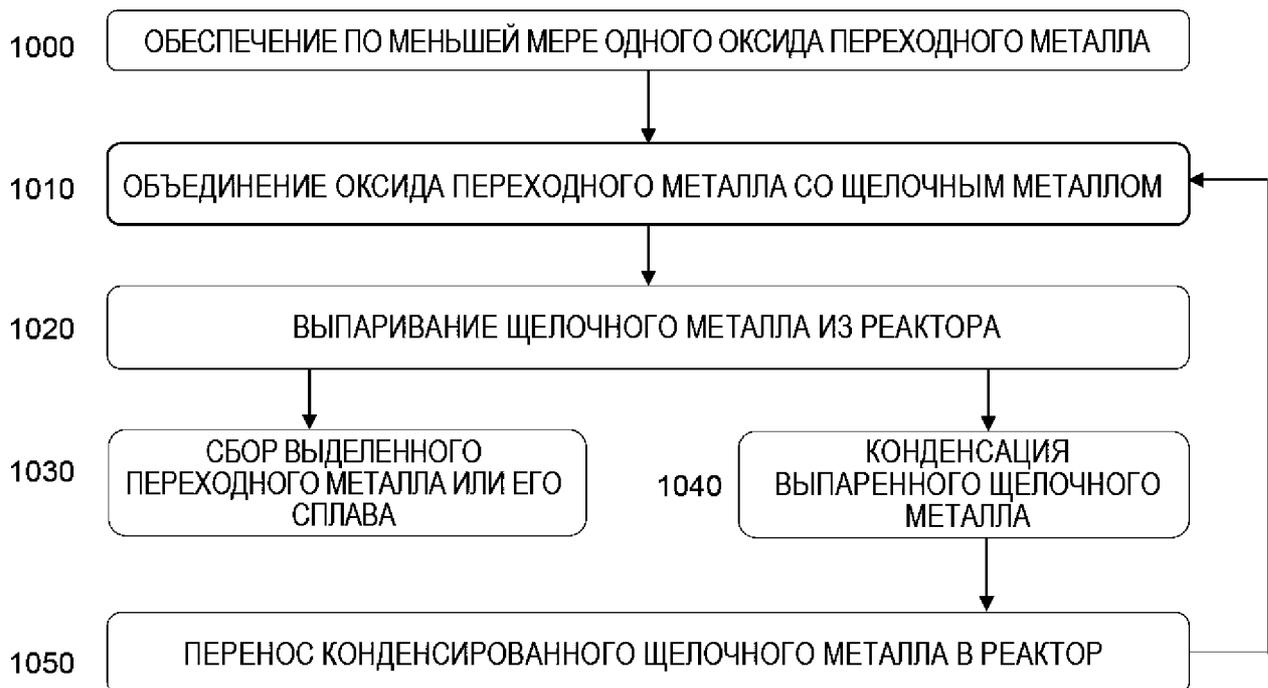
конденсатор дополнительно имеет однонаправленный клапан, расположенный между его проксимальным и дистальным концом, причем клапан выполнен с возможностью регулирования потока выпаренного щелочного металла из реактора в контейнер для щелочного металла;

трубка для переноса щелочного металла дополнительно имеет однонаправленный клапан, расположенный между его проксимальным и дистальным концом, причем клапан выполнен с возможностью регулирования потока конденсированного щелочного металла из контейнера для щелочного металла в реактор;

трубка для переноса переходного металла дополнительно имеет однонаправленный клапан, расположенный между его проксимальным и дистальным концом, причем клапан выполнен с возможностью регулирования потока выделенного переходного металла или сплава металла из реактора в контейнер для переходного металла или сплава.

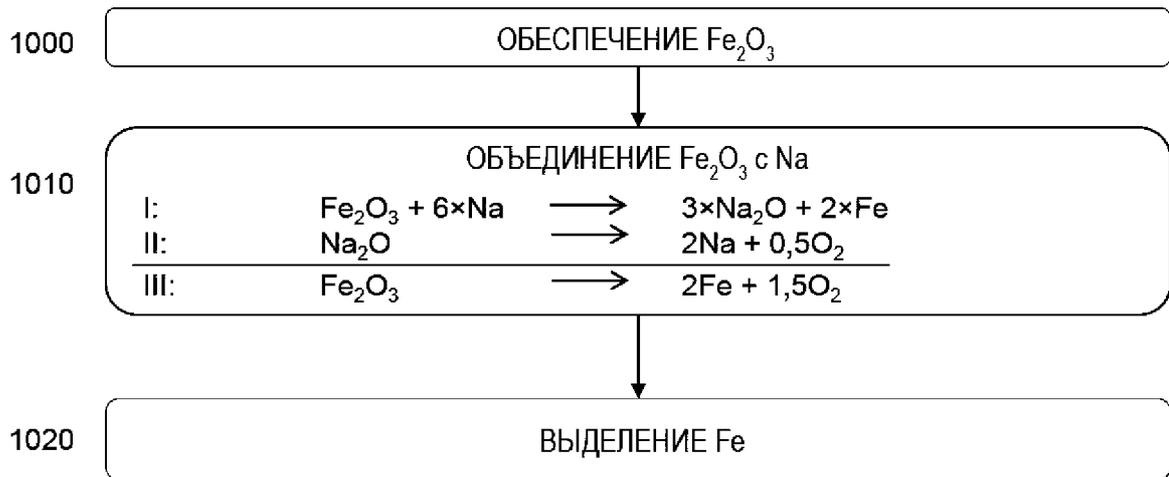


Фиг. 1

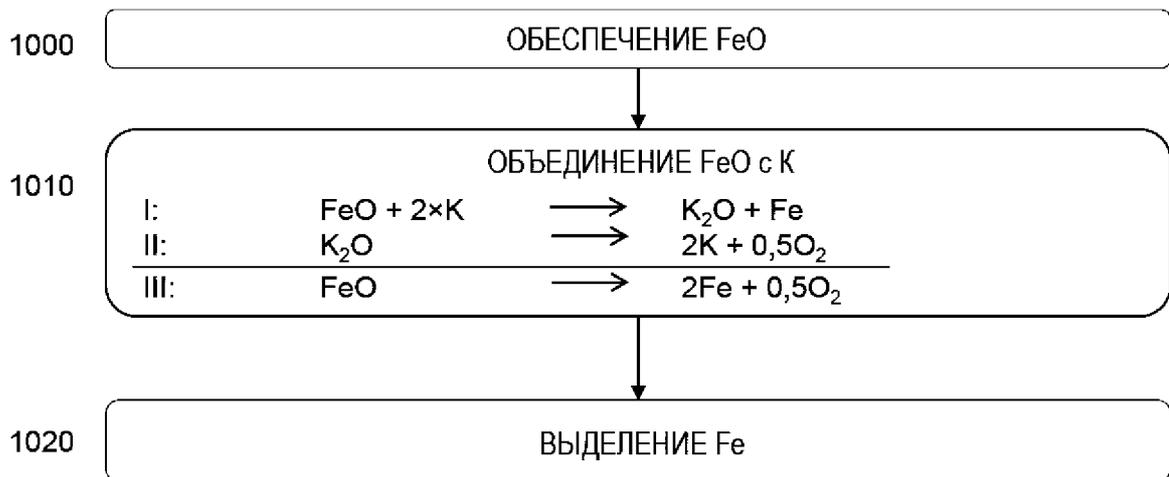


Фиг. 2

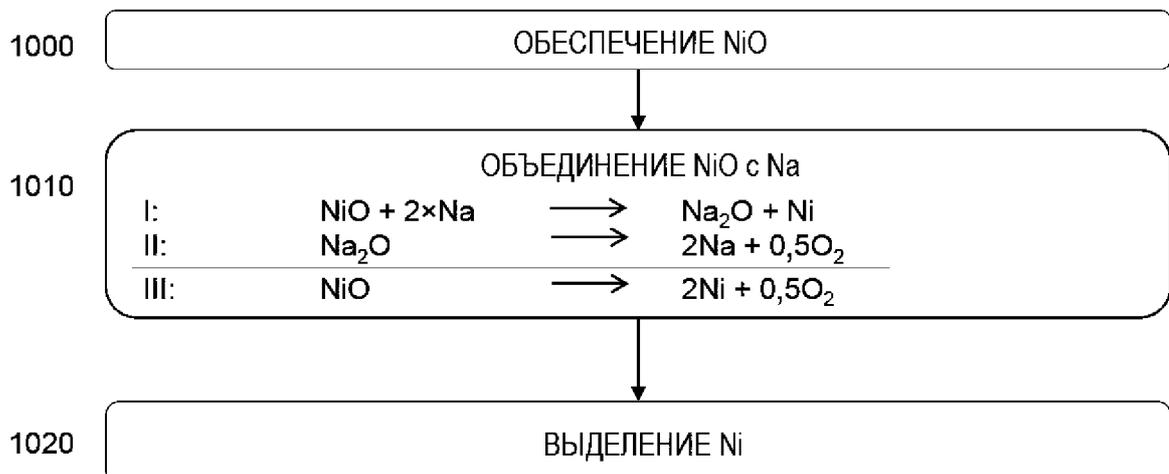
2/9



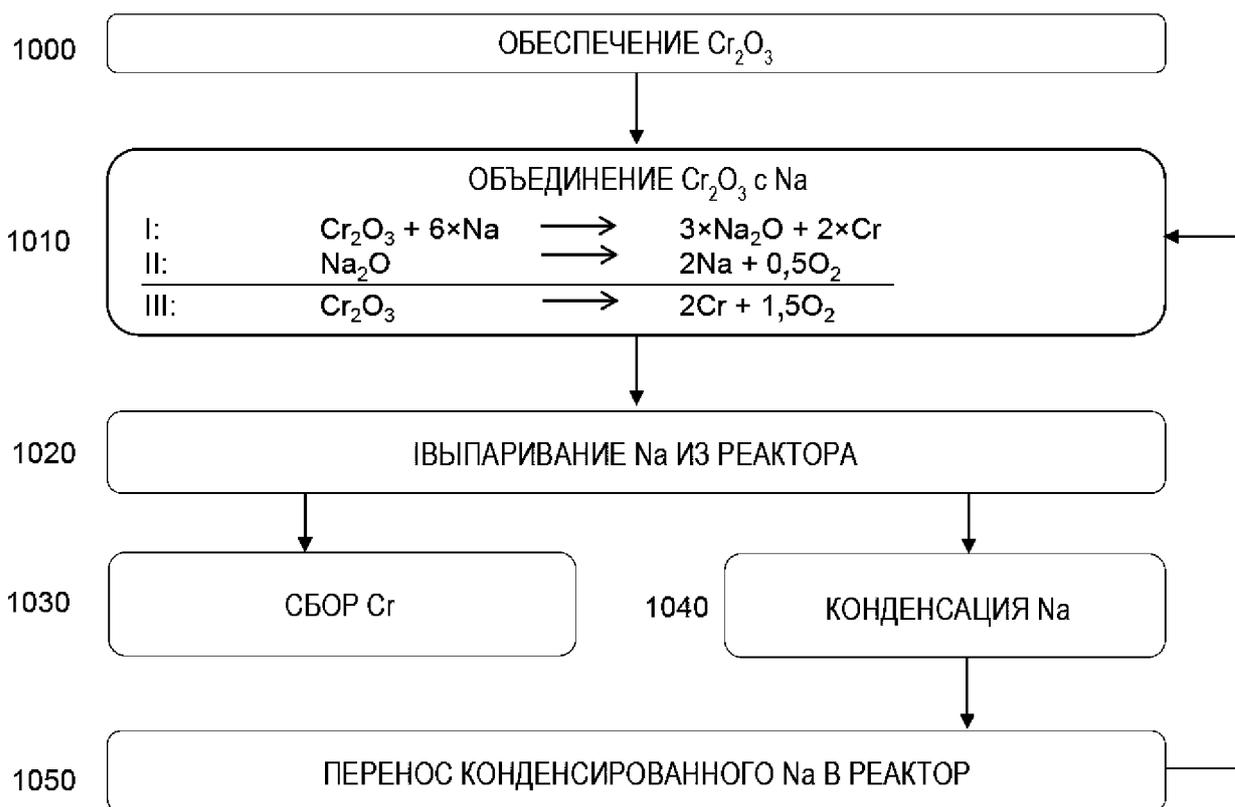
Фиг. 3



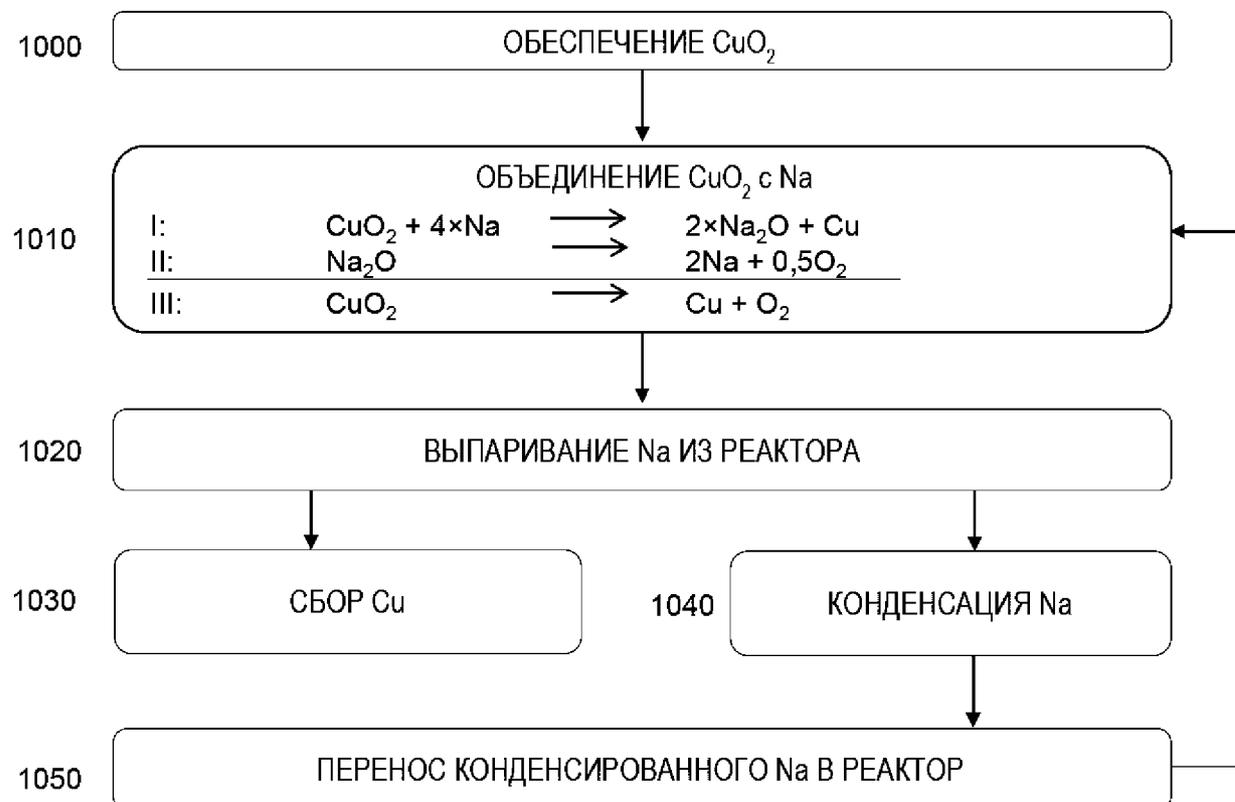
Фиг. 4



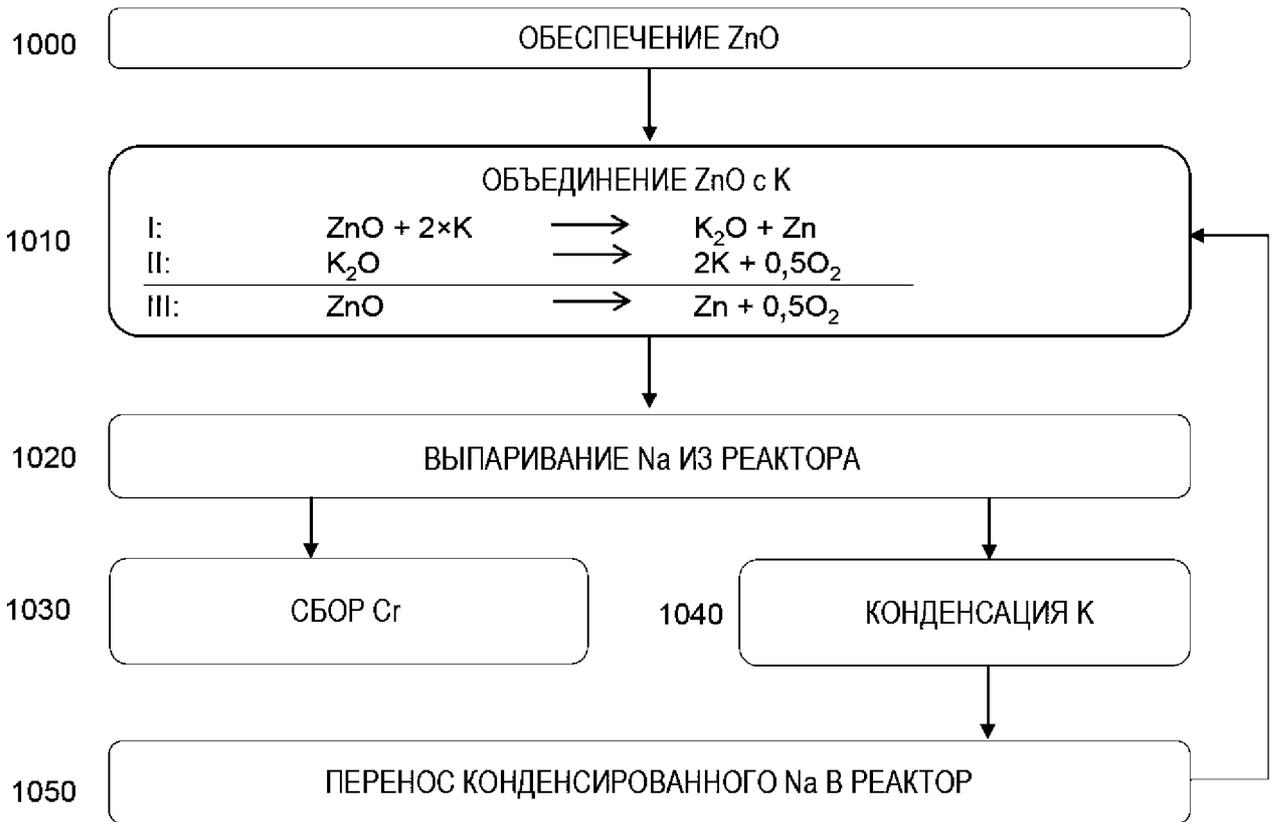
Фиг. 5



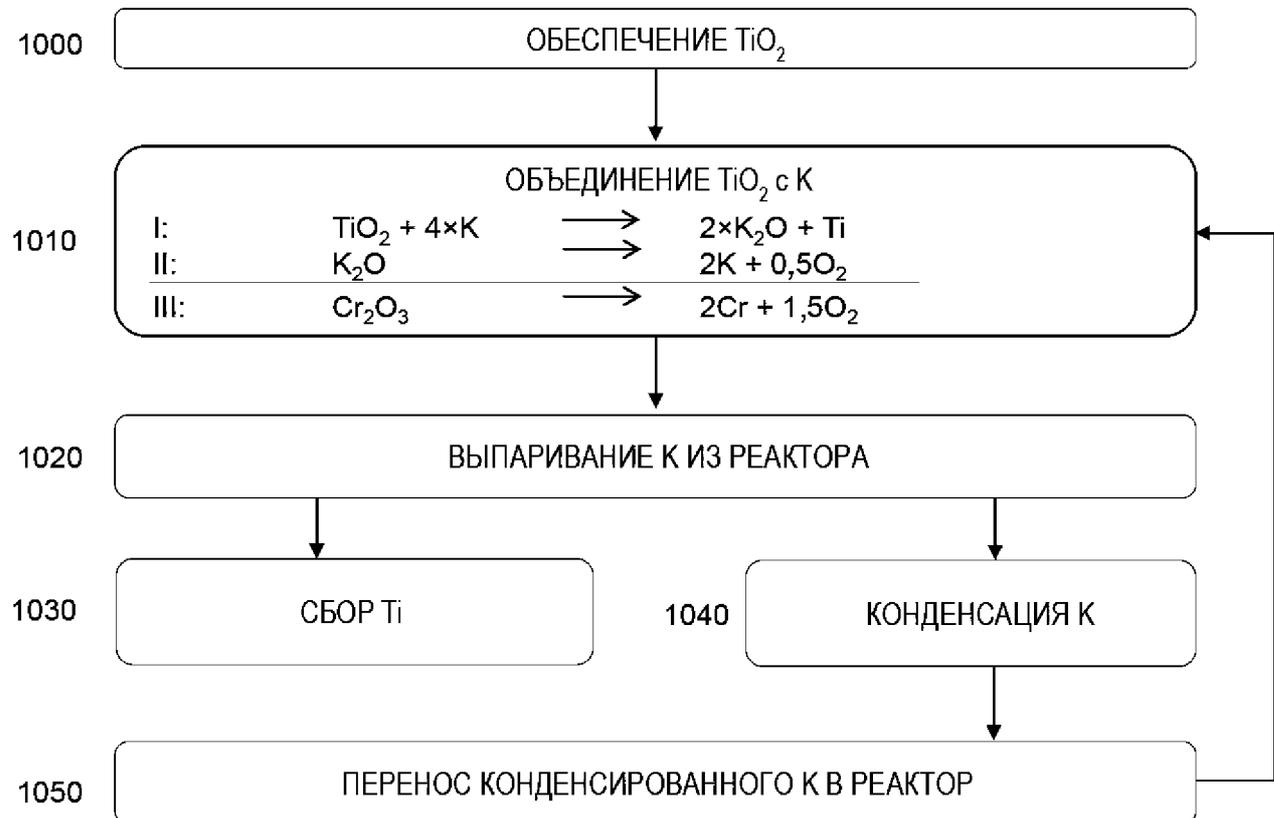
Фиг. 6



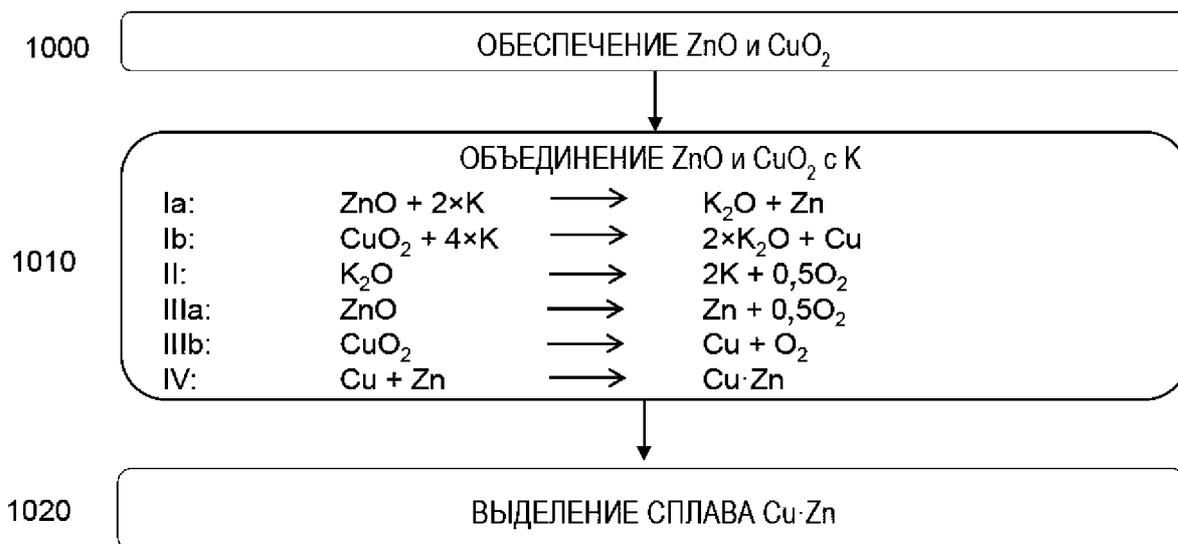
Фиг. 7



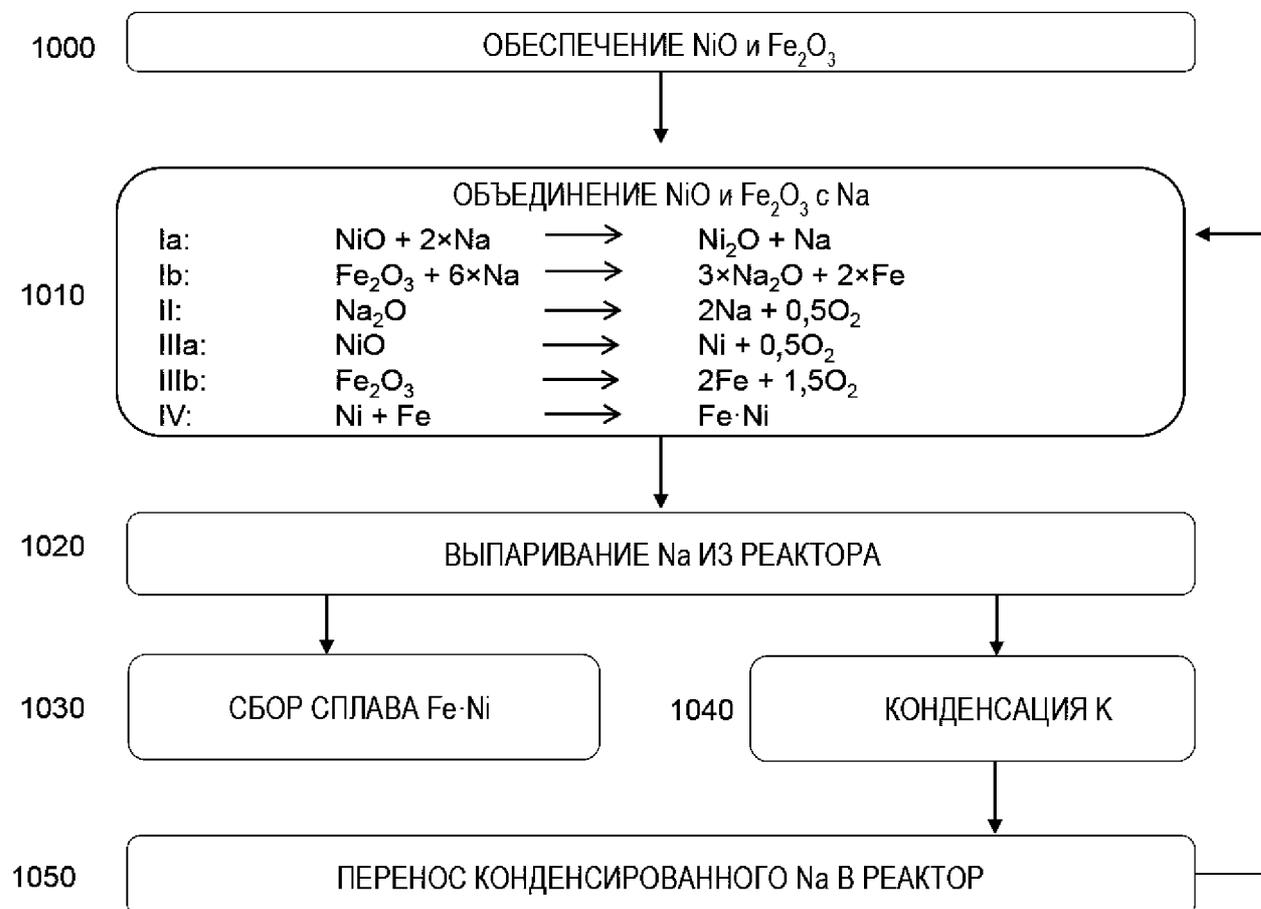
Фиг. 8



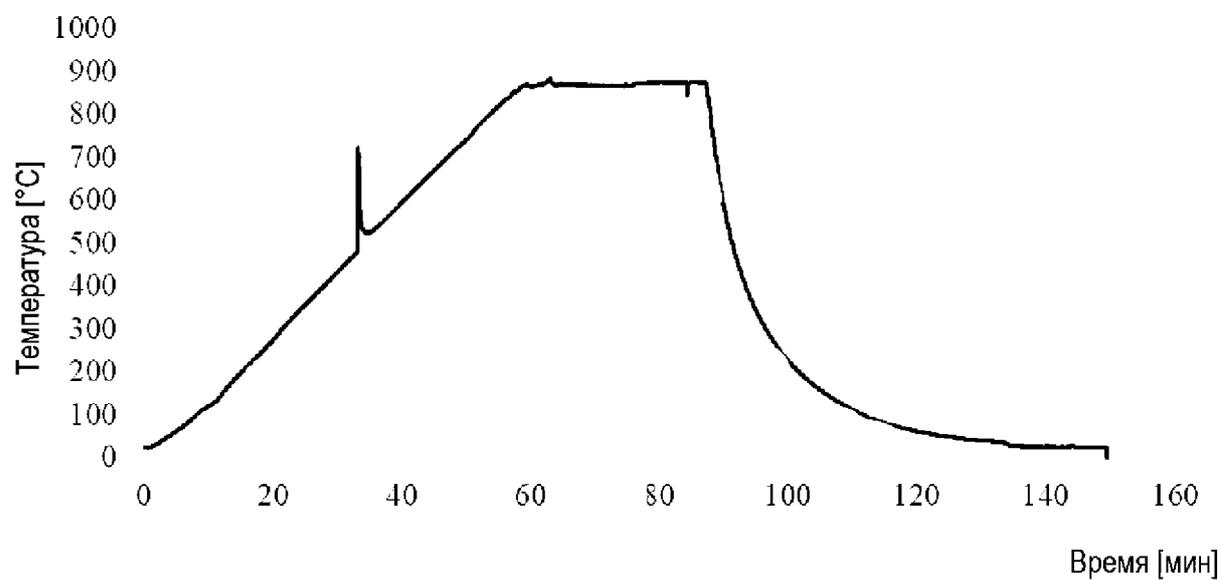
Фиг. 9



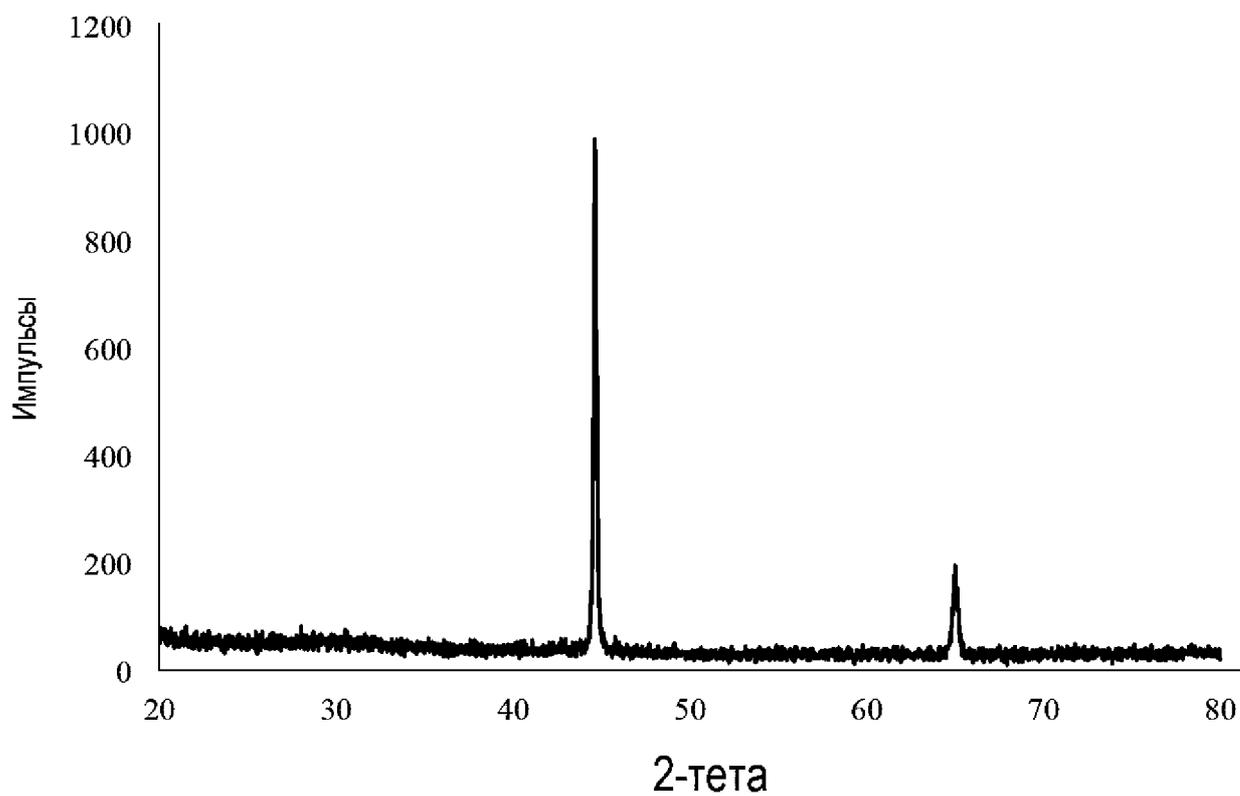
Фиг. 10



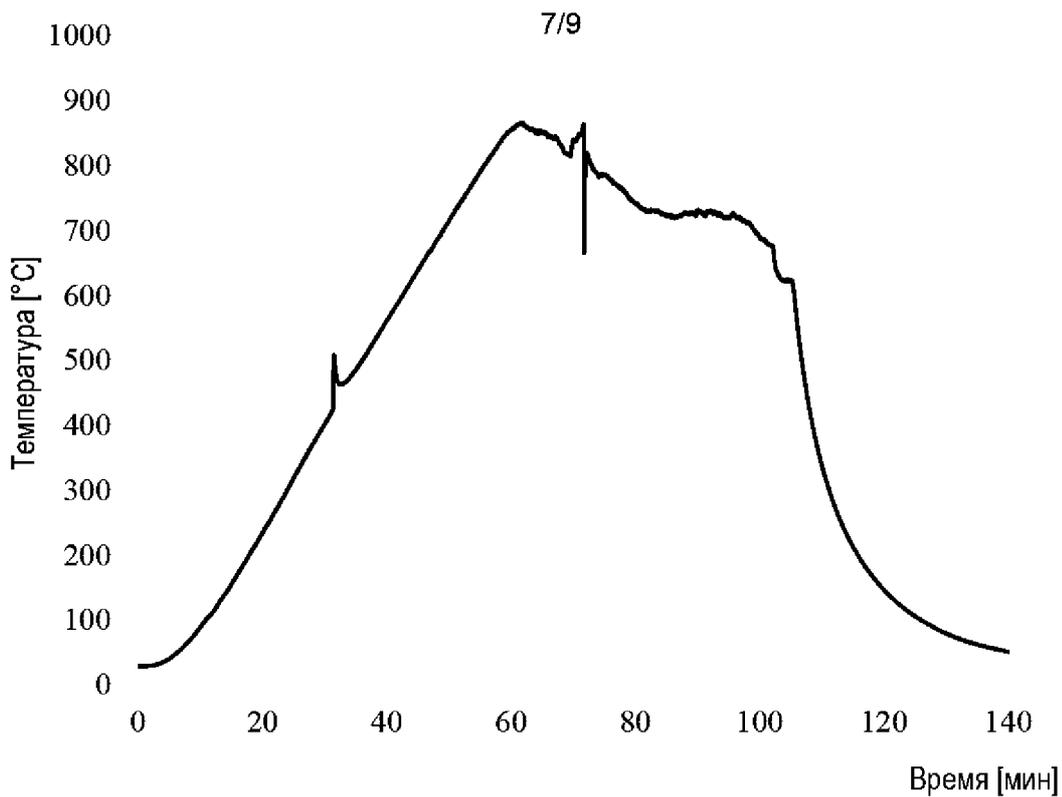
Фиг. 11



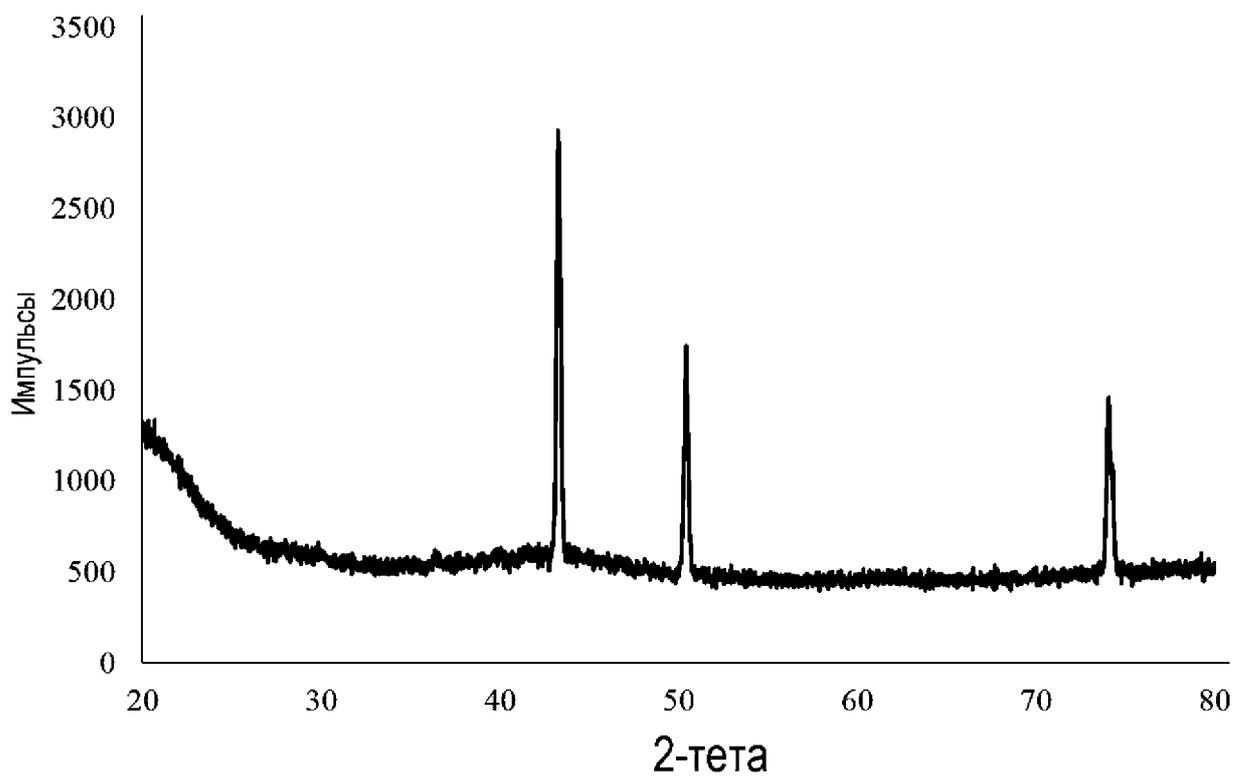
Фиг. 12А



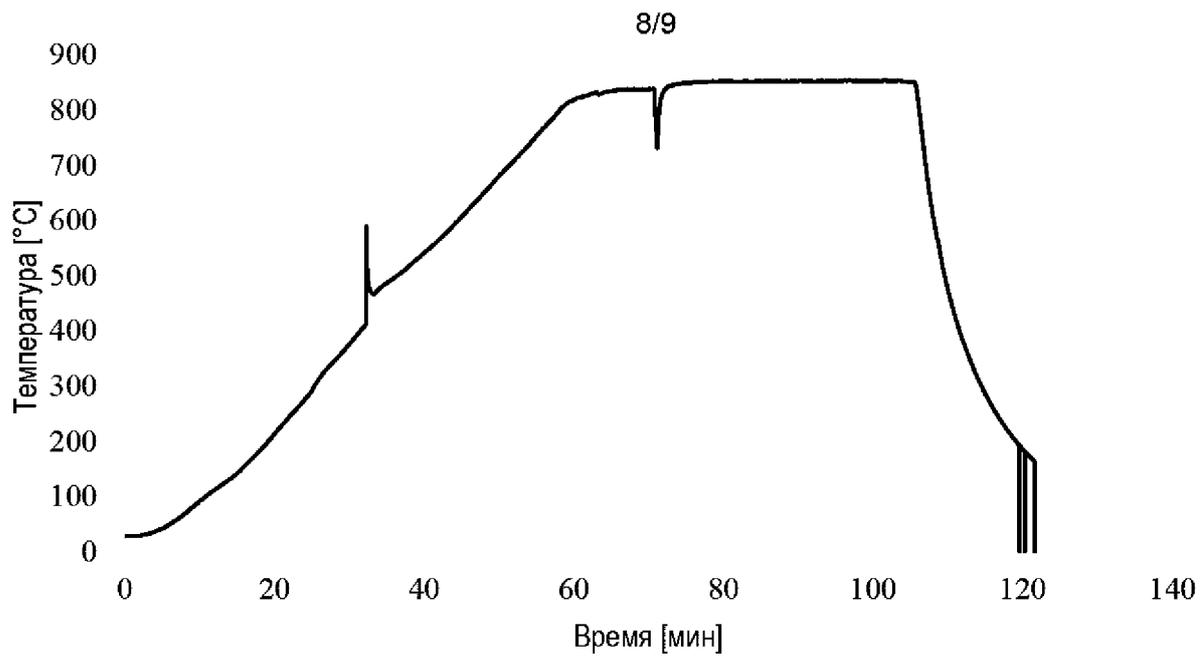
Фиг. 12В



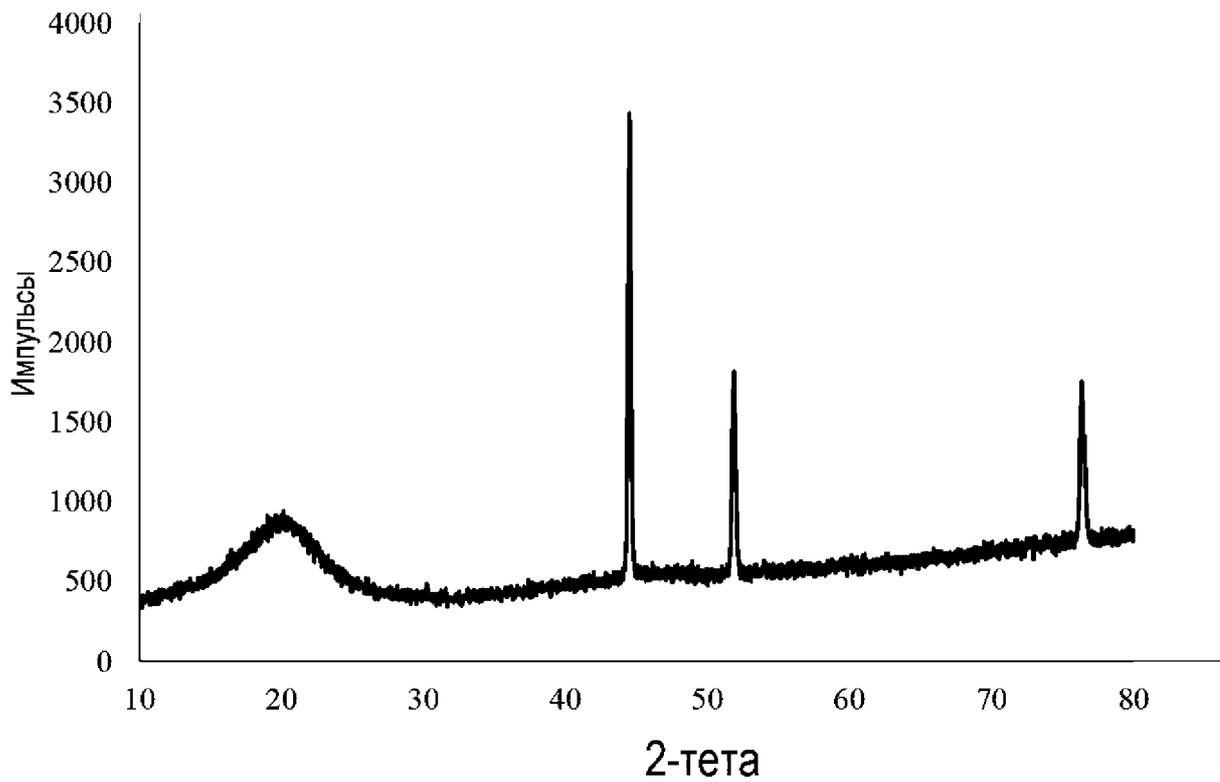
Фиг. 13А



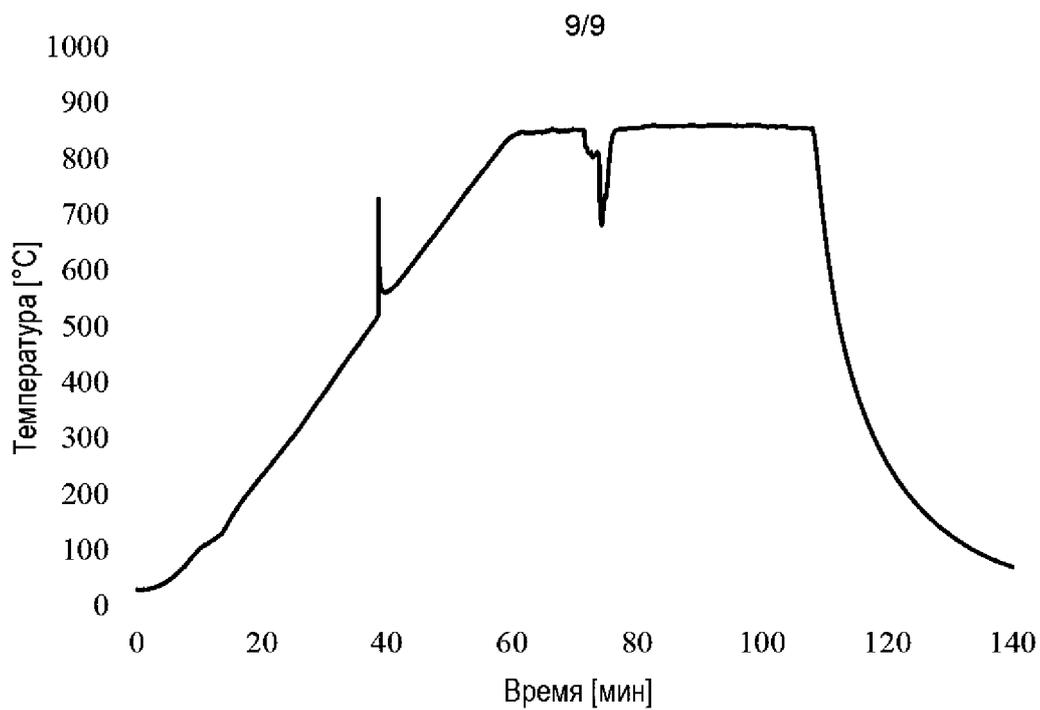
Фиг. 13В



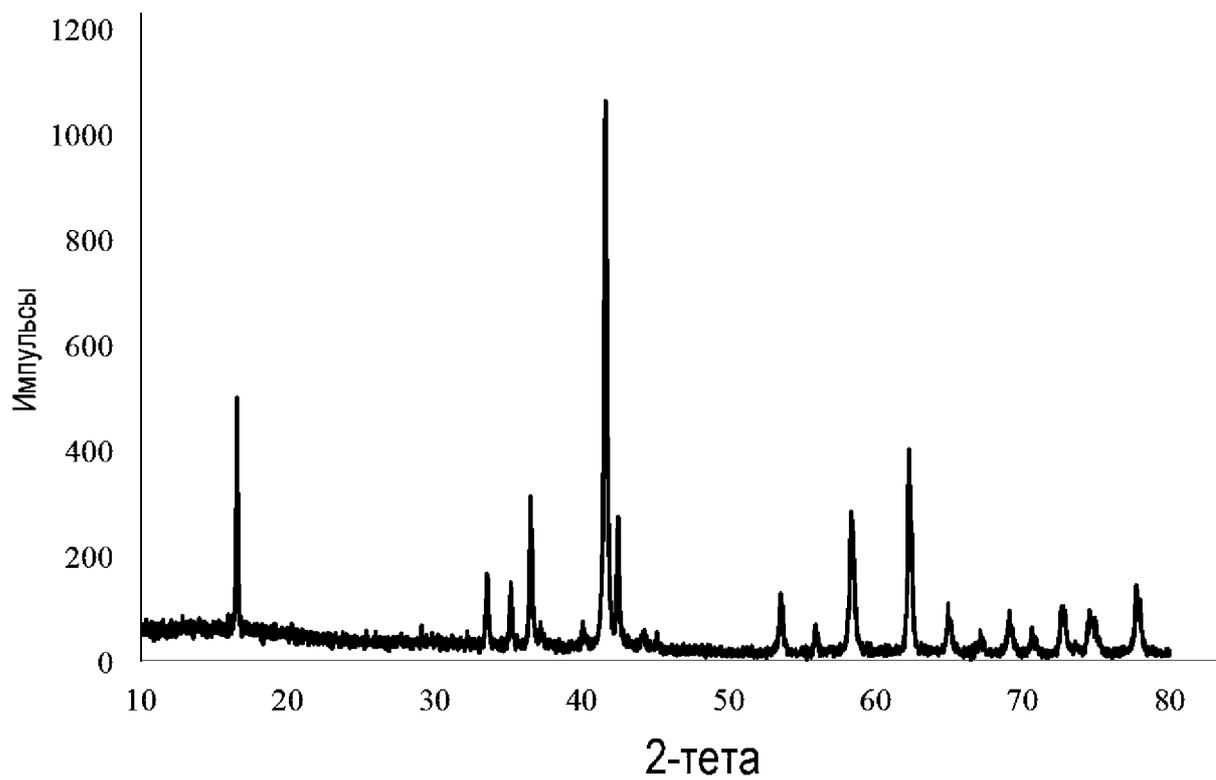
Фиг. 14А



Фиг. 14В



Фиг. 15А



Фиг. 15В