

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

253906

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 01 G 55/00

(22) Prihlášené 29 04 85

(21) (PV 3092-85)

(40) Zverejnené 31 08 85

(45) Vydané 15 10 88

(75)

Autor vynálezu

DOLEŽEL PAVEL ing., BRATISLAVA, BREZOVCKÝ JÁN ing., ŠALA,
KOVÁCS LUDOVÍT ing., ŠAMORÍN, GÁLA MARIÁN ing., ŠALA

(54) Spôsob izolácie paládia z roztokov z výroby a regenerácie
paládiových katalyzátorov

1

2

Riešenie sa týka spôsobu izolácie paládia z roztokov vznikajúcich pri výrobe a regenerácii paládiových katalyzátorov, pričom paládium sa kontinuálne vyzráža vodorozpustnou soľou 2-merkaptobenzotiazolu a vzniknutá zrazenina sa následne separuje známymi spôsobmi.

Vynález sa týka spôsobu izolácie paládia z roztokov vznikajúcich pri výrobe a regenerácii paládiových katalyzátorov, obsahujúcich uvedený drahý kov, kontinuálnym vyzrážaním paládia vodorozpustnou soľou 2-merkaptobenzťiazolu a následnou separáciou vzniknutej zrazeniny známymi spôsobmi.

Pri manipulácii s roztokmi obsahujúcimi paládium vo veľmi nízkej koncentrácii, ktoré vznikajú pri výrobe a regenerácii paládiového katalyzátora, resp. pri spracovaní odpadových vôd z procesov regenerácie, je potrebné paládium izolovať a vrátiť späť do procesu. Uvedené zriedené Pd roztoky majú často charakter odpadov, pričom obsah drahého kovu neumožňuje ich likvidáciu, resp. robí ju mimoriadne nákladnou. V prípade väčšieho množstva takto znečistených roztokov je potom výber vhodnej metódy na izoláciu drahého kovu veľmi problematický.

Doterajšie pokusy izolovania paládia do formy vhodnej pre jeho ďalšie spracovanie a regeneráciu sú založené na primárnom prevedení odpadových roztokov obsahujúcich paládium na chloridové roztoky, alebo na prevedení paládia do roztokov kyselín. Boli tiež robené pokusy izolácie paládia z odpadových vôd chemisorpciou.

Nevýhodou uvedených riešení je to, že prítomné nečistoty, najmä tuhé častice a úlety komplikujú, resp. znemožňujú ich aplikáciu.

Prevedenie paládia na chloridový roztok vyžaduje ešte ďalšie spracovanie, obdobne ako jeho prevedenie do kyselín. To znamená, že ich priama aplikácia nie je možná. Pri chemisorpcii sa kladú vysoké nároky na príslušný sorbent, ktorý sa ničí vplyvom prítomných komponentov, najmä tuhých častíc a dôležitá je i jeho cena. Ďalšie problémy vznikajú s vytesňovaním zakotvenej fázy, resp. s ďalším spracovaním eluátov.

Pri zrážadlách je problém s ich selektivitou.

Teraz sa zistilo, že uvedené nedostatky odstraňuje spôsob izolácie paládia z odpadových vôd podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že paládium sa kontinuálne vyzráža vodorozpustnou soľou 2-merkaptobenzťiazolu pri pH menšom ako 2,5 a vzniknutá zrazenina sa následne separuje známymi spôsobmi. Na separáciu je výhodné použiť flotáciu kombinovanú s filtráciou, resp. odstreďovaním flotačnej peny. Po odfiltrovaní sa filtračný koláč (paládiová pena) spáli na paládiový koncentrát.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že celý

proces alebo jeho časť sa uskutočňuje kontinuálne.

Výhodou uvedeného spôsobu izolácie paládia je najmä použitie flotácie, ktorá umožňuje znížiť nároky na filtračné operácie, lebo stačí filtrovať iba vyflotovanú paládiovú penu. Uvedený postup je výhodný najmä pri veľkých objemoch kvapalín a kontinuálnom vedení procesu.

Nasledujúce príklady osvetľujú, ale neobmedzujú predmet vynálezu.

Príklad 1

Roztok z regenerácie paládia so zvyškovým obsahom Pd 29,1 mg/kg odpadovej vody, s obsahom železa 150 mg/kg odpadovej vody s hodnotou pH = 1 a s prietokom 0,2 kilogramov/min sa zrážal kontinuálne amónnou soľou 2-merkaptobenzťiazolu s koncentraciou 8,7 % hmotnosti s peničom o obsahu 2 % hmotnosti. Prietok zrážadla bol 25 g za minútu. Po flotácii klesla koncentrácia paládia vo vode na 0,45 mg/kg, čo predstavuje výťažok 98,45 %. V paládiovej pene bol zistený obsah železa v množstve 10^{-3} percenta hmotnosti. Na flotáciu sa použil dvojkomorový flotátor s objemom komory 12 l.

Príklad 2

V diskontinuálnom usporiadaní sa k 300 centimetrového³ roztoku elektrolytu z regenerácie Pd s obsahom Pd 9,15 mg/l a hodnotu pH = 1 pridalo 1,6 cm³ roztoku amónnej soli 2-merkaptobenzťiazolu s koncentraciou 6,5 %. Suspenzia sa po 15 min sfiltrovala cez fritu 84. Vo filtráte bola koncentrácia Pd pod medzou stanovenia analytickej metódy, t. j. 0,1 mg Pd/l. To predstavuje výťažok 98,9 %.

Príklad 3

Roztok z regenerácie paládia s obsahom Pd 73,19 mg/kg odpadovej vody s hodnotou pH = 2, s prietokom 240 l/h kontinuálne zrážal sa amónnou soľou 2-merkaptobenzťiazolu s koncentraciou 7 % hmotnosti, s peničom o obsahu 1,56 %. Prietok zrážadla bol 9,32 l/h. Po flotácii a filtrácii klesla koncentrácia Pd vo vode na 0,62 mg/kg, čo predstavuje výťažok 99,2 %.

Ako flotátor bol použitý štvorkomorový flotátor s objemom komory 120 l, na filtráciu vyflotovanej peny kalolis.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob izolácie paládia z roztokov z výroby a regenerácie paládiových katalyzátorov obsahujúcich uvedený drahý kov vyznačujúci sa tým, že paládium sa vyzráža vodorozpustnou soľou 2-merkaptobenzotiazol-

u pri pH menšom ako 2,5 a vzniknutá zrazenina následne sa separuje.

2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že celý proces alebo jeho časť sa uskutočňuje kontinuálne.