



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

254592

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 22 B 11/04

(22) Přihlášeno 17 02 86

(21) PV 1089-86.X

(40) Zveřejněno 14 05 87

(45) Vydáno 15 09 88

(75)

Autor vynálezu

NOVOTNÝ JIŘÍ ing., KISS FRANTIŠEK ing., ZÁVODNÁ IVANKA RNDr.,
MARČÍKOVÁ LUDMILA, BOHUMÍNSKÁ MONIKA ing., KUDLÁČEK ALEŠ ing.,
RŮŽIČKA DAG Pharm. dr., HÁJEK EDUARD RNDr., BRNO

(54) Regenerace platiny z odpadů

Způsob regenerace platiny z odpadů, který spočívá v tom, že k určitému množství odpadu s obsahem platiny ve formě roztoku nebo suspenze se přidá určité množství hořčíku, tato směs se při daném pH a teplotě míchá, popřípadě se na ni působí ultrazvukovými vlnami určité frekvence a vyloučená platina se izoluje. Do směsi je možné přidat látky omezující tvorbu pěny, jako např. minerální olej, vyšší alkoholy nebo polymetylsiloxany. Ve srovnání s doposud používanými postupy je výtěžek podle vynálezu mnohem vyšší, u některých sloučenin, např. s obsahem síry jako bigandu se jedná o první možný způsob redukce platiny.

Vynález se týká způsobu regenerace z odpadních roztoků a suspenzí obsahujících platinu. Odpady vznikají např. při výrobě biologicky aktivních koordinačních sloučenin platiny.

Charakteristickým znakem těchto odpadů je různorodost složení zahrnující anorganické, organokomplexní i polymerní formy sloučenin dvojmocné a čtyřmocné platiny, což nese s sebou závažné problémy při zpětném získávání platiny jako kovu. Známé prostupy regenerace platiny používané pro podstatně jednodušší systémy (N. G. Klučnikov: Příručka anorganických syntéz, SVTL Bratislava 1957, Chemical Abstracts 67/102) nejsou vhodné, protože jen část platiny obsažená zejména ve formě jednoduchých sloučenin se působením běžně používaných redukčních činidel a postupů získává zpět jako platinová čerň nebo zrcadlo. Redukce platiny ze sloučenin obsahujících například jako bigand sítu je známými způsoby prakticky nemožná.

Přestože koordinační sloučeniny platiny se již několik let vyrábí a používají při léčbě některých zhoubných onemocnění nebyl v dostupné veřejné ani patentové literatuře nalezen postup zpětného získávání platiny z odpadů syntetického, galenického či biologického charakteru.

Zpětné získávání platiny z těchto odpadů podle vynálezu řeší způsob regenerace platiny z odpadů obsahujících např. anorganické a/nebo aorganokomplexní a/nebo polymerní sloučeniny dvojmocné a/nebo čtyřmocné platiny vyznačený tím, že se k 1 hmotnostnímu dílu odpadu s obsahem platiny 5 mg až 300 g/l ve formě roztoku anebo suspenze 0,001 až 0,5 hmotnostních dílů hořčíku, reakční směs se při pH 0,5 až 14, s výhodou 2 až 5, a teplotě 5 až 95 °C, s výhodou 55 až 90 °C, míchá, popřípadě se na reakční směs působí zvukovými vlnami o frekvenci 10 až 500 kHz a vyloučená platina se izoluje. S výhodou se dále postupuje tak, že do reakční směsi se přidává $1 \cdot 10^{-4}$ až $1 \cdot 10^{-1}$ hmotnostních dílů látek omezujících tvorbu pěny, například minerální olej, vyšší alkoholy, polymetylsiloxany apod.

Postup podle vynálezu umožňuje zpětně získávat platinu i z velmi zředěných roztoků i koncentrovaných roztoků a suspenzí, obsahujících také jiné příměsi organického a anorganického původu. Regenerovaná platina izolovaná např. filtrací po promytí kyselinou a přežháním dosahuje čistoty minimálně 95 %, přičemž prakticky celá příměs je tvořena anorganickým popelem, snadno odstranitelným při opakovaném zpracování platiny na její koordinační sloučeninu.

P ř í k l a d 1

2 000 g odpadního roztoku lékové formy cis-diamin-dichloroplatinatého komplexu, obsahujícího 2 g platiny, se zahřeje na teplotu 40 °C. Přidá se 20 g hořčíkových hoblin a reakční směs se míchá po dobu 8 hodin. Během reakce se přidávkem kyseliny chlorovodíkové udržuje pH reakční směsi v rozmezí 4 až 6. Vzniklá kovová platina se izoluje v roztoku filtrací. Dále se čistí povařením po dobu 1 hodiny v 1 molárním roztoku kyseliny chlorovodíkové a po promytí vodou se žihá při 800 °C. Získá se 1,9 g platiny. Filtrát po regeneraci obsahuje maximálně $5 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$ zbytkové vázané platiny.

P ř í k l a d 2

Do 2 000 g odpadního roztoku popsaného v příkladu 1 se přidá 5 g hořčíku. Roztok se míchá v ultrazvukovém poli o frekvenci 25 kHz po dobu jedné hodiny. Poté se přidá 5 g hořčíku, upraví se pH roztoku na 4 kyselinou chlorovodíkovou a operace se třikrát opakuje. Izolace platiny se provádí stejně jako v příkladu 1.

P ř í k l a d 3

Do 2 000 g odpadního roztoku popsaného v příkladu 1 se přidá 20 g hořčíkových pilin a pH reakční směsi se upraví na 12 pomocí hydroxidu sodného. Poté se na reakční směs působí ultrazvukovými vlnami o frekvenci 200 kHz za současného míchání po dobu 3 hodin. Izolace platiny se provádí stejně jako v příkladu 1.

P ř í k l a d 4

2 000 g odpadního roztoku, obsahujícího 10 g platiny ve formě cis-diamin-dichloro-trans-dihydro platičitého komplexu a 2 až 10 hmotnostních procent peroxidu vodíku se zahřeje na 80 °C a za míchání se během hodiny postupně přidá 10 g hydrazinhydrátu. Poté se pH reakční směsi sníží na 4 přidávkem kyseliny chlorovodíkové a během 10 hodin se do reakční směsi za míchání přidá postupně 60 g hořčíku a pH reakční směsi se přidávkem kyseliny malonové udržuje v rozmezí 3 až 7. Dále se postupuje dle příkladu 1. Získá se 9,9 g platiny. Filtrát po regeneraci obsahuje maximálně 5 mg.l⁻¹ zbytkové platiny.

P ř í k l a d 5

2 500 g odpadního roztoku, obsahujícího 20 g platiny ve formě cis-diamin-dichloro-platnatého komplexu a cis-diamin-1,1-cyklobutandikarboxylátového komplexu a jejich rozkladných produktů, 1 000 g etanolu a 100 g dimetylsulfoxidu, se zahřeje na 70 až 75 °C a za míchání se postupně během 12 hodin přidá 90 g hořčičkových hoblin a pH reakční směsi se přidávkem kyseliny chlorovodíkové udržuje na hodnotě 2 až 4. Do reakční směsi se během reakce přidává protipěnová emulze dimetyl polysiloxanu tak, aby pění reakční směsi bylo omezeno na vrstvu pěny tloušťky 0,5 cm. Po ukončení reakce se pH reakční směsi upraví na hodnotu 2 a dále se postupuje podle příkladu 1. Získá se 19,5 g platiny. Filtrát po regeneraci obsahuje maximálně 5 mg.l⁻¹ zbytkové platiny.

P ř í k l a d 6

35 kg odpadního roztoku po syntéze cis-diamin-dichloroplatnatého komplexu, obsahujícího 17 g platiny, 1 hmotnostní procento thiosíranových asančních roztoků a 5 hmotnostních procent organických sloučenin, se okyselí kyselinou chlorovodíkovou na hodnotu pH 0,5 a přidá se 200 g hořčíku. Poté se do reakční směsi během 12 hodin postupně přidá 700 g hořčíku a 7 kg kyseliny chlorovodíkové, přičemž se udržuje hodnota pH roztoku 2 až 5, a teplota 65 až 85 °C. Dále se postupuje dle příkladu 5. Získá se 16,5 g platiny. Filtrát po regeneraci obsahuje 5 mg.l⁻¹ zbytkové platiny.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob regenerace platiny z odpadů vyznačující se tím, že se k 1 hmotnostnímu dílu odpadu s obsahem platiny 5 mg až 300 g/l ve formě roztoku a/nebo suspenze přidá 0,001 až 0,5 hmotnostních dílů hořčíku, reakční směs se při pH 0,5 až 14, s výhodou 2 až 5, a teplotě 5 až 95 °C, s výhodou 55 až 90 °C, míchá, popřípadě se na reakční směs působí ultrazvukovými vlnami o frekvenci 10 až 500 kHz a vyloučená platina se izoluje.

2. Způsob podle bodu 1 vyznačený tím, že se do reakční směsi přidá 1.10⁻⁴ až 1.10⁻¹ hmotnostních dílů látek omezujících tvorbu pěny, například minerální olej, vyšší alkoholy a polymetylsiloxany.