

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6072375号  
(P6072375)

(45) 発行日 平成29年2月1日(2017.2.1)

(24) 登録日 平成29年1月13日(2017.1.13)

(51) Int. Cl. F 1  
**C 2 2 B 11/00 (2006.01)** C 2 2 B 11/00 1 0 1  
**C 2 2 B 3/26 (2006.01)** C 2 2 B 3/26

請求項の数 3 (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願2016-539401 (P2016-539401)	(73) 特許権者	512122034
(86) (22) 出願日	平成26年6月26日 (2014.6.26)		北京工業大学
(65) 公表番号	特表2016-540126 (P2016-540126A)		中華人民共和国 北京 100124 チャオヤン ディストリクト ピンリーユアン 100
(43) 公表日	平成28年12月22日 (2016.12.22)		
(86) 国際出願番号	PCT/CN2014/080778	(74) 代理人	100102532
(87) 国際公開番号	W02015/180224		弁理士 好宮 幹夫
(87) 国際公開日	平成27年12月3日 (2015.12.3)	(74) 代理人	100194881
審査請求日	平成28年3月7日 (2016.3.7)		弁理士 小林 俊弘
(31) 優先権主張番号	201410241155.4	(72) 発明者	シー シャオリ
(32) 優先日	平成26年5月31日 (2014.5.31)		中華人民共和国 北京 100124 チャオヤン ディストリクト ピンリーユアン 100
(33) 優先権主張国	中国 (CN)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 溶媒抽出法により貴金属である白金、パラジウムを効率よく濃縮回収する方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

イソペンチルアルコールを抽出剤とし、2-メトキシフェニルチオウレアを抽出助剤として、貴金属である白金、パラジウムを含有する原料液を抽出濃縮する方法であって、操作ステップが

(1) 貴金属である白金、パラジウムを含有する原料液に2-メトキシフェニルチオウレア-塩酸溶液を加え、原料液の酸度、即ち、H<sup>+</sup>濃度が3~5mol/Lとなるように調節し、均一に振り、静置させて水相原液とし、当該水相原液に含有される白金、パラジウムの濃度が0.01~5mg/Lであるステップと、

(2) 所定の量のイソペンチルアルコールを量り取って、有機相とするステップと、

(3) 有機相と水相原液を1:1~1:2.5の体積比で分液ロートに加え、1~5minで振動した後、それを取り出し静置して分液させて、ラフィネート及び分液後の有機相を得て、分液後の有機相を逆抽出して、再度分液して逆抽出液を得て、貴金属の抽出濃縮が完成するステップと

を有することを特徴とする溶媒抽出法により貴金属である白金、パラジウムを効率よく濃縮回収する方法。

【請求項 2】

前記の抽出助剤としての2-メトキシフェニルチオウレアの塩酸溶液のHCl濃度が2.5~6mol/Lであり、前記2-メトキシフェニルチオウレアの質量分率が0.01%~0.5%であることを特徴とする請求項1に記載の溶媒抽出法により貴金属である白

10

20

金、パラジウムを効率よく濃縮回収する方法。

【請求項 3】

前記の配合された 2 - メトキシフェニルチオウレア - 塩酸溶液と得られた水相原液との体積比率は 1 : 2 ~ 1 : 5 であることを特徴とする請求項 1 に記載の溶媒抽出法により貴金属である白金、パラジウムを効率よく濃縮回収する方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、貴金属である白金、パラジウムを濃縮回収 (enriching and recovering) することに用いる溶媒抽出体系に関し、溶媒抽出法で貴金属である白金、パラジウムを他の卑金属と分離抽出させることにより、貴金属である白金、パラジウムを濃縮回収する目的を達成でき、資源回収の技術分野に属する。

10

【背景技術】

【0002】

経済の発展及び社会の進歩に伴い、貴金属の求めがますます大きくなる。貴金属、特に白金族金属は、石油化学工業、排気ガスの浄化、電子技術などの各分野に広く応用されている。白金族金属は地殻における埋蔵量が少ないが、貴金属が含まれている廃棄資源、例えば、廃棄電子素子などにおいて、かなりの含有量の貴金属である白金、パラジウムが含まれている。二次資源から貴金属である白金、パラジウムを回収することは、供給不足を部分的に解消することができる。各分野の発展に伴い、生成された貴金属である白金、パラジウムの二次資源も増加しつつある。従って、貴金属である白金、パラジウムが含まれている廃棄物をリサイクルして資源化させることは、我が国の社会経済の発展に伴って重大な課題となっている。

20

【0003】

貴金属を濃縮回収する方法が多いが、沈殿することを主とする伝統的な白金族金属の分離抽出方法は、過程が冗長、収率が低下、コストが高く、操作も複雑である。溶媒抽出分離方法の優越性が現れた後、当該方法で白金族金属を抽出・純化することは注目されている。溶媒抽出技術は、工程が簡単、分離の効果が優れ、貴金属の収率が高く、生産操作性が安全、各物質に対しての適用性及び融通性が高く、処理のキャパシティが大きく、自動化を実現し易いなどの利点を有するため、国内外の学者に白金族金属を分離抽出するためのハイテクノロジーであると認められる。

30

【0004】

しかしながら、溶媒抽出の過程において、廃棄資源に含有された成分の複雑性のため、従来では、貴金属と卑金属を分離濃縮することは複雑の過程であり、卑金属が存在することは、貴金属の抽出回収に影響し、回収過程が複雑化、エネルギー消費を上げ、環境を汚染しやすく、効率が低く、コストが高いなどの欠点を引き起こす。

【発明の概要】

【0005】

本発明の目的は、既存の方法の欠点を克服して、簡単且つ取り扱いやすい、貴金属である白金、パラジウムを効率よく濃縮抽出できる溶媒抽出方法の体系を提供することである。

40

【0006】

本発明は、イソペンチルアルコールを抽出剤とし、2 - メトキシフェニルチオウレアを抽出助剤とし、相応の工程により、貴金属である白金、パラジウムを濃縮回収して、効率が高く、貴金属の抽出分離純化過程の繋がりに有利である。

【0007】

前記の目的を実現するための、本願の操作ステップは下記の通りである。

イソペンチルアルコールを抽出剤とし、2 - メトキシフェニルチオウレアを抽出助剤として、貴金属である白金、パラジウムを含有する原料液を抽出濃縮する方法であって、操作ステップが

50

(1) 貴金属である白金、パラジウムを含有する原料液に2-メトキシフェニルチオウレア-塩酸溶液を加え、原料液の酸度、即ち、 $H^+$ 濃度が $3 \sim 5 \text{ mol/L}$ となるように調節し、均一に振り、静置させて水相原液とし、当該水相原液に含有される白金、パラジウムの濃度が $0.01 \sim 5 \text{ mg/L}$ であるステップと、

(2) 所定の量のイソペンチルアルコールを量り取って有機相とするステップと、

(3) 有機相と水相原液を $1:1 \sim 1:2.5$ の体積比で分液ロートに加え、 $1 \sim 5 \text{ min}$ で振動した後、それを取り出し静置し分液させて、ラフィネート及び分液後の有機相を得て、分液後の有機相を逆抽出し、再度分液して逆抽出液を得て、貴金属の抽出濃縮が完成するステップと

を有することを特徴とする溶媒抽出法により貴金属である白金、パラジウムを効率よく濃縮回収する方法である。

10

更に、前記の抽出助剤としての2-メトキシフェニルチオウレアの塩酸溶液の $HCl$ 濃度が $2.5 \sim 6 \text{ mol/L}$ であり、前記2-メトキシフェニルチオウレアの質量分率が $0.01\% \sim 0.5\%$ である。

更に、前記の配合された2-メトキシフェニルチオウレア-塩酸溶液と得られた水相原液との体積比率は $1:2 \sim 1:5$ である。

#### 【0008】

分液された有機相を逆抽出し、逆抽出が終了した後に再度分液して逆抽出液及び逆抽出後の有機相を得て、逆抽出後の有機相が抽出に引き続き用いられる。

ラフィネート及び逆抽出液を希釈してICPにより抽出結果を測定する。

20

本発明に記載の抽出体系は工程が簡単、分離濃縮率が高く、貴金属の抽出分離純化過程の繋がりに有利である。

#### 【0009】

前記抽出剤がイソペンチルアルコールであり、2-メトキシフェニルチオウレアが抽出助剤である。

前記2-メトキシフェニルチオウレア-塩酸溶液の塩酸濃度が $2.5 \sim 6 \text{ mol/L}$ であり、2-メトキシフェニルチオウレアの質量分率が $0.01\% \sim 0.5\%$ であり、溶液の調製過程中、 $25 \sim 50$  の水浴において攪拌することが溶解に有利である。

前記の加えられた2-メトキシフェニルチオウレア-塩酸溶液と得られた水相原液との体積比率が $1:2 \sim 1:5$ であり、得られた水相原液に含有された白金、パラジウムの濃度が $0.01 \sim 5 \text{ mg/L}$ である。

30

前記の逆抽出は、チオウレアの質量分率が $1\% \sim 5\%$ であるチオウレアの水溶液が用いられた。

#### 【発明の効果】

#### 【0010】

本発明の利点は下記のことにある。

(1) イソペンチルアルコールを抽出剤とするため、他の希釈剤が必要ではなく、工程を簡単化させる上に、コスト及び環境の保護にも優れる。

(2) 2-メトキシフェニルチオウレアを抽出助剤として水相に入れ、抽出の時に貴金属と卑金属を分離させるため、貴金属である白金、パラジウムを効率よく抽出しながら、卑金属を抽出しないという効果を達成できる。

40

(3) 本発明の体系の操作過程が簡単であり、設備に対しての要求が低く、貴金属である白金、パラジウムを抽出濃縮する効果が優れ、適用性及び融通性も高い。

#### 【発明を実施するための形態】

#### 【0011】

以下、具体的な実施例を参照することによりさらに本発明を説明する。

実施例一：

1、白金、パラジウムの濃度がそれぞれ $25 \text{ mg/L}$ である動作流体、ニッケル、銅、鉄、アルミニウム、マンガンの濃度が $400 \text{ mg/L}$ である動作流体をそれぞれ調製した。

50

35 の恒温水浴で磁気攪拌を行い、2 - メトキシフェニルチオウレアの質量分率が0.05%となるように2.5 mol/LのHCl溶液で2 - メトキシフェニルチオウレアを溶解して、0.05%の2 - メトキシフェニルチオウレア - 塩酸溶液を得た。

#### 2、水相原液の調製

実験中、グループごとに実験用水相25mlを抽出し、一つのグループを例として下記のように調製した。

ピペットで調製された白金、パラジウム、ニッケル、銅、鉄、アルミニウム、マンガンの各動作流体をそれぞれ1ml、0.05%の2 - メトキシフェニルチオウレア - 塩酸溶液を10ml取り、酸度([H<sup>+</sup>])を3 mol/Lになるように調節し、体積が25mlである水相原液を得て、均一に振って備える。水相原液における各貴金属と卑金属の含有量が表1に示される。

10

【表1】

金属	白金	パラジウム	ニッケル	銅	鉄	アルミニウム	マンガン
濃度 mg/L	1	1	16	16	16	16	16

#### 3、溶媒抽出

室温で、50mlの分液ロートに、調製された水相原液25ml及びイソペンチルアルコール有機相15mlを加え、速度変調発振器に置いて4minの抽出反応を行った。抽出が終了した後に静置分液してラフィネートを得て、有機相が分液ロートに留った。

#### 4、逆抽出

20

質量パーセント濃度が2%であるチオウレア水溶液を調製して、ピペットでそれを20ml取ってステップ3の分液後の分液ロートに入れ、その中の有機相と逆抽出する実験を行い、発振時間が5minであり、逆抽出が終了した後に分液し、逆抽出液及び逆抽出後の有機相を得た。逆抽出後の有機相をステップ3の抽出に引き続き用いて数回の使用を実現することができる。

#### 5、実験結果の分析

抽出及び逆抽出実験が終了した後、ラフィネート及び逆抽出液をICP測定し、データの分析によると、当該体系は貴金属に対しての抽出濃縮効果が顕著であり、白金、パラジウムの抽出率がそれぞれ99%、99.2%以上であり、逆抽出率がほぼ100%に近い一方、卑金属に対して抽出効果がなく、抽出率が0である。

30

【0012】

#### 実施例二：

1、白金、パラジウムの濃度がそれぞれ50mg/Lである動作流体、ニッケル、銅、鉄、錫、アルミニウム、マンガン、鉛の濃度が1000mg/Lである動作流体をそれぞれ調製した。

40 の恒温水浴で磁気攪拌を行い、2 - メトキシフェニルチオウレアの質量分率が0.2%となるように6 mol/LのHCl溶液で2 - メトキシフェニルチオウレアを溶解して、0.2%の2 - メトキシフェニルチオウレア - 塩酸溶液を得た。

#### 2、水相原液の調製

実験中、グループごとに実験用水相25mlを抽出し、一つのグループを例として下記のように調製した。

40

ピペットで調製された白金、パラジウム、ニッケル、銅、鉄、鉛、アルミニウム、マンガン、錫の各動作流体をそれぞれ1ml、0.2%の2 - メトキシフェニルチオウレア - 塩酸溶液を10ml取り、酸度([H<sup>+</sup>])を4 mol/Lになるように調節し、体積が25mlである水相原液を得て、均一に振って備える。水相原液における各貴金属と卑金属の含有量が表2に示される。

【表2】

金属	白金	パラジウム	ニッケル	銅	鉄	鉛	スズ	マンガン	アルミニウム
濃度 mg/L	2	2	40	40	40	40	40	40	40

50

### 3、溶媒抽出

室温で、50 ml の分液ロートに、調製された水相原液 25 ml 及びイソペンチルアルコール有機相 20 ml を加え、速度変調発振器に置いて 3 min の抽出反応を行った。抽出が終了した後に静置分液してラフィネートを得て、有機相が分液ロートに留った。

### 4、逆抽出

質量パーセント濃度が 2 % であるチオウレア水溶液を調製して、ピペットでそれを 20 ml 取ってステップ 3 の分液後の分液ロートに入れ、その中の有機相と逆抽出する実験を行い、発振時間が 5 min であり、逆抽出が終了した後に分液し、逆抽出液及び逆抽出後の有機相を得た。逆抽出後の有機相をステップ 3 の抽出に引き続き用いて数回の使用を実現することができる。

10

### 5、実験結果の分析

抽出及び逆抽出実験が終了した後、ラフィネート及び逆抽出液を ICP 測定し、データの分析によると、当該体系は貴金属に対しての抽出濃縮効果が顕著であり、白金、パラジウムの抽出率がそれぞれ 99.5 % 以上であり、逆抽出率がほぼ 100 % に近い一方、卑金属に対して抽出効果がなく、抽出率が 0 である。

#### 【0013】

#### 実施例三：

1、白金、パラジウムの濃度がそれぞれ 50 mg / L である動作流体、ニッケル、銅、鉄、錫、アルミニウム、マンガン、鉛の濃度が 1000 mg / L である動作流体をそれぞれ調製した。

20

50 の恒温水浴で磁気攪拌を行い、2 - メトキシフェニルチオウレアの質量分率が 0.5 % となるように 6 mol / L の HCl 溶液で 2 - メトキシフェニルチオウレアを溶解して、0.5 % の 2 - メトキシフェニルチオウレア - 塩酸溶液を得た。

### 2、水相原液の調製

実験中、グループごとに実験用水相 25 ml を抽出し、一つのグループを例として下記のように調製した。

ピペットで調製された白金、パラジウム、ニッケル、銅、鉄、鉛、アルミニウム、錫、マンガンの各動作流体をそれぞれ 1 ml、0.5 % の 2 - メトキシフェニルチオウレア - 塩酸溶液を 10 ml 取り、酸度 ( [ H <sup>+</sup> ] ) を 4 mol / L になるように調節し、体積が 25 ml である水相原液を得て、均一に振って備える。水相原液における各貴金属と卑金属の含有量が表 3 に示される。

30

【表 3】

金属	白金	パラジウム	ニッケル	銅	鉄	鉛	スズ	マンガン	アルミニウム
濃度 mg/L	2	2	40	40	40	40	40	40	40

### 3、溶媒抽出

室温で、50 ml の分液ロートに、調製された水相原液 25 ml 及びイソペンチルアルコール有機相 25 ml を加え、速度変調発振器に置いて 2 min の抽出反応を行った。抽出が終了した後に静置分液してラフィネートを得て、有機相が分液ロートに留った。

### 4、逆抽出

40

質量パーセント濃度が 3 % であるチオウレア水溶液を調製して、ピペットでそれを 20 ml 取ってステップ 3 の分液後の分液ロートに入れ、その中の有機相と逆抽出する実験を行い、発振時間が 5 min であり、逆抽出が終了した後に分液し、逆抽出液及び逆抽出後の有機相を得た。逆抽出後の有機相をステップ 3 の抽出に引き続き用いて数回の使用を実現することができる。

### 5、実験結果の分析

抽出及び逆抽出実験が終了した後、ラフィネート及び逆抽出液を ICP 測定し、データの分析によると、当該体系は貴金属に対しての抽出濃縮効果が顕著であり、白金、パラジウムの抽出率がそれぞれ 99.9 % 以上であり、逆抽出率がほぼ 100 % に近い一方、卑金属に対して抽出効果がなく、抽出率が 0 である。

50



---

フロントページの続き

- (72)発明者 ニエ ズオレン  
中華人民共和国 北京 100124 チャオヤン ディストリクト ピンリーユアン 100
- (72)発明者 スン シャオカイ  
中華人民共和国 北京 100124 チャオヤン ディストリクト ピンリーユアン 100
- (72)発明者 マー リーウェン  
中華人民共和国 北京 100124 チャオヤン ディストリクト ピンリーユアン 100

審査官 酒井 英夫

- (56)参考文献 中国特許出願公開第103805784(CN,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C22B 11/00  
C22B 3/26  
JSTPlus(JDreamIII)