

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)(11) 공개번호 10-2023-0068356
(43) 공개일자 2023년05월17일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B01J 37/30 (2006.01) B01J 21/04 (2006.01)
B01J 23/42 (2006.01) B01J 37/00 (2006.01)
B01J 37/04 (2006.01) B01J 37/08 (2006.01)
B01J 49/50 (2017.01)

(52) CPC특허분류

B01J 37/30 (2013.01)
B01J 21/04 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2022-0149827

(22) 출원일자 2022년11월10일

심사청구일자 2022년11월10일

(30) 우선권주장

1020210153574 2021년11월10일 대한민국(KR)

(71) 출원인

한국기술교육대학교 산학협력단

충청남도 천안시 동남구 병천면 충절로 1600 (한
국기술교육대학교내)

(72) 발명자

조남준

충청남도 천안시 서북구 불당25로 8 불당호반써밋
플레이스센터시티 306동 2006호

이학수

충청남도 천안시 동남구 풍세로 770 청당마을신도
브래뉴아파트 101동 1403호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인태동

전체 청구항 수 : 총 5 항

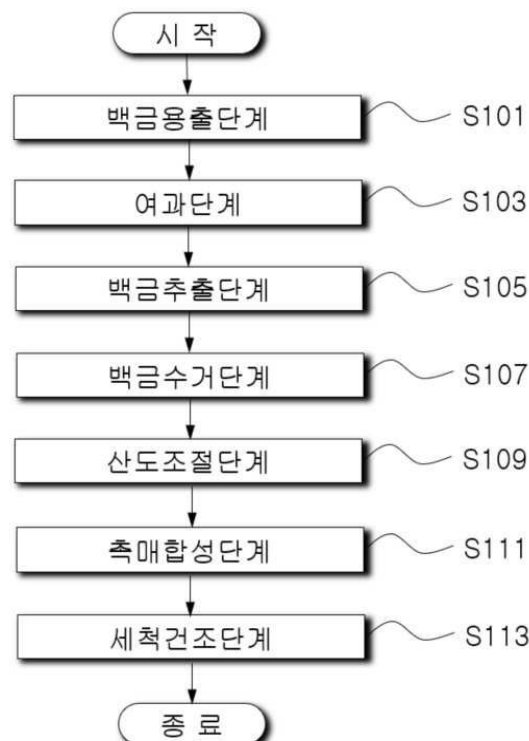
(54) 발명의 명칭 폐촉매를 이용한 백금촉매의 합성방법

(57) 요약

본 발명은 폐촉매를 이용한 백금촉매의 합성방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 폐촉매에 증류수와 염산을 혼합하여 백금을 용출하는 백금용출단계, 상기 백금용출단계를 통해 백금이 추출된 혼합물을 이온교환수지로 여과하는 여과단계, 상기 여과단계를 통해 불순물이 제거된 용액에 염산을 혼합하고 백금추출수지를 통과시켜 백금을

(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



추출하는 백금추출단계, 상기 백금추출단계를 통해 상기 백금추출수지에 추출된 백금을 증류수로 분리하여 수거하는 백금수거단계, 상기 백금수거단계를 통해 수거된 백금용액에 염산을 혼합하여 산도를 조절하는 산도조절단계, 상기 산도조절단계를 통해 산도가 조절된 백금용액에 알루미늄을 혼합하고 가열하여 침착시키는 촉매합성단계 및 상기 촉매합성단계를 통해 합성된 백금촉매를 세척한 후에 가열하여 건조하는 세척건조단계로 이루어진다.

상기의 과정으로 이루어지는 백금촉매의 합성방법은 폐촉매를 재활용하여 친환경적이며, 공정이 단순하고 공정시간이 짧을 뿐만 아니라, 폐수발생량이 적은 효과를 나타낸다.

(52) CPC특허분류

B01J 23/42 (2013.01)

B01J 37/0018 (2013.01)

B01J 37/009 (2013.01)

B01J 37/04 (2013.01)

B01J 37/08 (2013.01)

B01J 49/50 (2017.01)

임달효

광주광역시 북구 월동로 50 무등파크2차 202동
1703호

(72) 발명자

신태섭

충청남도 천안시 서북구 불당2로 9 불당LH1단지
104동 1706호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1345332573
과제번호	202100610001
부처명	교육부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	사회맞춤형산학협력선도대학육성사업(LINC+)
연구과제명	빅데이터 기반 지능형 하수처리장 방류수질 예측 시스템 개발
기 여 율	1/1
과제수행기관명	한국기술교육대학교 산학협력단
연구기간	2021.03.15 ~ 2021.11.15

명세서

청구범위

청구항 1

폐촉매에 증류수와 염산을 혼합하여 백금을 용출하는 백금용출단계;
 상기 백금용출단계를 통해 백금이 추출된 혼합물을 이온교환수지로 여과하는 여과단계;
 상기 여과단계를 통해 불순물이 제거된 용액에 염산을 혼합하고 백금추출수지를 통과시켜 백금을 추출하는 백금추출단계;
 상기 백금추출단계를 통해 상기 백금추출수지에 추출된 백금을 증류수로 분리하여 수거하는 백금수거단계;
 상기 백금수거단계를 통해 수거된 백금용액에 염산을 혼합하여 산도를 조절하는 산도조절단계;
 상기 산도조절단계를 통해 산도가 조절된 백금용액에 알루미나를 혼합하고 가열하여 침착시키는 촉매합성단계;
 및
 상기 촉매합성단계를 통해 합성된 백금촉매를 세척한 후에 가열하여 건조하는 세척건조단계;로 이루어지는 것을 특징으로 하는 폐촉매를 이용한 백금촉매의 합성방법.

청구항 2

청구항 1에 있어서,
 상기 백금용출단계는 폐촉매 100 중량부에 증류수 15 내지 25 중량부 및 염산 1800 내지 2200 중량부를 혼합하고 180 내지 220℃의 온도에서 2 내지 3시간 동안 반응하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 폐촉매를 이용한 백금촉매의 합성방법.

청구항 3

청구항 1에 있어서,
 상기 여과단계에서 사용된 이온교환수지는 황산으로 처리하여 재생되는 것을 특징으로 하는 폐촉매를 이용한 백금촉매의 합성방법.

청구항 4

청구항 1에 있어서,
 상기 산도조절단계는 상기 백금수거단계를 통해 수거된 백금용액에 염산을 혼합하되,
 백금용액에 함유된 염산의 농도가 2M이 되도록 질량농도가 35 내지 37%인 염산을 혼합하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 폐촉매를 이용한 백금촉매의 합성방법.

청구항 5

청구항 1에 있어서,
 상기 촉매합성단계는 상기 산도조절단계를 통해 산도가 조절된 백금용액 100 중량부에 알루미나 25 내지 35 중량부를 혼합하고 110 내지 130℃에서 50 내지 70분 동안 가열한 후에, 650 내지 750℃의 온도에서 50 내지 70분 동안 가열하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 폐촉매를 이용한 백금촉매의 합성방법.

발명의 설명

기술 분야

- [0001] 본 발명은 폐촉매를 이용한 백금촉매의 합성방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 폐촉매를 재활용하여 친환경적이며, 공정이 단순하고 공정시간이 짧은 뿐만 아니라, 폐수발생량이 적은 효과를 나타내는 폐촉매를 이용한 백금촉매의 합성방법에 관한 것이다.

배경 기술

- [0003] 백금족 금속(platinum group metals)은 전이금속 중 백금(Pt), 루테튬(Ru), 오스뮴(Os), 로듐(Rh), 이리듐(Ir), 팔라듐(Pd)을 말한다. 백금족 금속은 용해온도가 매우 높고, 화학적 침식에 대한 내식성이 뛰어나지만 아니라, 환원 촉매작용 등 독특한 화학적 특성을 갖고 있다.
- [0004] 백금족 금속의 세계 년 평균 생산량은 200톤 정도로서, 90% 이상이 남아프리카공화국과 구 소련에서 생산되고 있으며, 캐나다가 약 6%, 남미, 미국, 호주 및 일본 등지에서 소량 생산되고 있다. 이들 백금족 금속은 백금족 금속회로 등의 전기전자산업 분야 외에 자동차용 촉매와 석유화학공업용 촉매로 이용되고 있다. 이들 촉매와 부품은 사용하는 시간이 경과함에 따라 그 성능이 저하되고 최종적으로 수명을 다하여 폐기되지만, 특히 백금족 금속은 고가이며 전량을 수입하고 있기 때문에 이를 회수하여 재이용하는 것이 경제적으로 크게 이로운 뿐만 아니라, 자원의 유효한 활용에 큰 역할을 할 수 있다.
- [0005] 종래 백금족 금속의 회수 방법은 침출 후 혼합되어 있는 백금족 이온 용액을 선택성이 있는 추출제를 사용하여 용매추출을 한 후 선택적으로 추출된 백금족 금속이온을 탈거제를 이용하여 탈거를 하고 백금족 금속이온을 환원제를 사용하여 백금족 금속형태로 환원시켜 주는 방법이 이용되고 있다. 그러나, 백금족 금속마다 사용되는 추출제, 탈거제, 환원제가 다르며 매우 복잡하고 긴 공정으로 회수 효율이 매우 낮다는 문제가 있으며, 또한 종래 기술에서 백금족에 선택성을 갖는 추출제는 매우 고가이고 선택성이 좋지 않아 추출효율이 매우 낮은 문제점이 있었다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0007] (특허문헌 0001) 한국특허등록 제10-0869535호(2008.11.13.)
(특허문헌 0002) 한국특허등록 제10-1678225호(2016.11.15.)

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0008] 본 발명의 목적은 폐촉매를 재활용하여 친환경적이며, 공정이 단순하고 공정시간이 짧은 뿐만 아니라, 폐수발생량이 적은 효과를 나타내는 폐촉매를 이용한 백금촉매의 합성방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0010] 본 발명의 목적은 폐촉매에 증류수와 염산을 혼합하여 백금을 용출하는 백금용출단계, 상기 백금용출단계를 통해 백금이 추출된 혼합물을 이온교환수지로 여과하는 여과단계, 상기 여과단계를 통해 불순물이 제거된 용액에 염산을 혼합하고 백금추출수지를 통과시켜 백금을 추출하는 백금추출단계, 상기 백금추출단계를 통해 상기 백금추출수지에 추출된 백금을 증류수로 분리하여 수거하는 백금수거단계, 상기 백금수거단계를 통해 수거된 백금용액에 염산을 혼합하여 산도를 조절하는 산도조절단계, 상기 산도조절단계를 통해 산도가 조절된 백금용액에 알루미나를 혼합하고 가열하여 침착시키는 촉매합성단계 및 상기 촉매합성단계를 통해 합성된 백금촉매를 세척한

후에 가열하여 건조하는 세척건조단계로 이루어지는 것을 특징으로 하는 폐촉매를 이용한 백금촉매의 합성방법을 제공함에 의해 달성된다.

[0011] 본 발명의 바람직한 특징에 따르면, 상기 백금용출단계는 폐촉매 100 중량부에 증류수 15 내지 25 중량부 및 염산 1800 내지 2200 중량부를 혼합하고 180 내지 220℃의 온도에서 2 내지 3시간 동안 반응하여 이루어지는 것으로 한다.

[0012] 본 발명의 더 바람직한 특징에 따르면, 상기 여과단계에서 사용된 이온교환수지는 황산으로 처리하여 재생되는 것으로 한다.

[0013] 본 발명의 더욱 바람직한 특징에 따르면, 상기 산도조절단계는 상기 백금수거단계를 통해 수거된 백금용액에 염산을 혼합하되, 백금용액에 함유된 염산의 농도가 2M이 되도록 질량농도가 35 내지 37%인 염산을 혼합하여 이루어지는 것으로 한다.

[0014] 본 발명의 더욱 더 바람직한 특징에 따르면, 상기 촉매합성단계는 상기 산도조절단계를 통해 산도가 조절된 백금용액 100 중량부에 알루미늄 25 내지 35 중량부를 혼합하고 110 내지 130℃에서 50 내지 70분 동안 가열한 후에, 650 내지 750℃의 온도에서 50 내지 70분 동안 가열하여 이루어지는 것으로 한다.

발명의 효과

[0016] 본 발명에 따른 폐촉매를 이용한 백금촉매의 합성방법은 폐촉매를 재활용하여 친환경적이며, 공정이 단순하고 공정시간이 짧을 뿐만 아니라, 폐수발생량이 적은 탁월한 효과를 나타낸다.

도면의 간단한 설명

[0018] 도 1은 본 발명에 따른 폐촉매를 이용한 백금촉매의 합성방법을 나타낸 순서도이다.

도 2는 본 발명에 따른 폐촉매를 이용한 백금촉매의 합성방법을 나타낸 공정도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0019] 이하에는, 본 발명의 바람직한 실시예와 각 성분의 물성을 상세하게 설명하되, 이는 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 발명을 용이하게 실시할 수 있을 정도로 상세하게 설명하기 위한 것이지, 이로 인해 본 발명의 기술적인 사상 및 범주가 한정되는 것을 의미하지는 않는다.

[0021] 본 발명에 따른 폐촉매를 이용한 백금촉매의 합성방법은 폐촉매에 증류수와 염산을 혼합하여 백금을 용출하는 백금용출단계(S101), 상기 백금용출단계(S101)를 통해 백금이 추출된 혼합물을 이온교환수지로 여과하는 여과단계(S103), 상기 여과단계(S103)를 통해 불순물이 제거된 용액에 염산을 혼합하고 백금추출수지를 통과시켜 백금을 추출하는 백금추출단계(S105), 상기 백금추출단계(S105)를 통해 상기 백금추출수지에 추출된 백금을 증류수로 분리하여 수거하는 백금수거단계(S107), 상기 백금수거단계(S107)를 통해 수거된 백금용액에 염산을 혼합하여 산도를 조절하는 산도조절단계(S109), 상기 산도조절단계(S109)를 통해 산도가 조절된 백금용액에 알루미늄을 혼합하고 가열하여 침착시키는 촉매합성단계(S111) 및 상기 촉매합성단계를 통해 합성된 백금촉매를 세척한 후에 가열하여 건조하는 세척건조단계(S113)로 이루어진다.

[0023] 상기 백금용출단계(S101)는 폐촉매에 증류수와 염산을 혼합하여 백금을 용출하는 단계로, 폐촉매 100 중량부에 증류수 15 내지 25 중량부 및 염산 1800 내지 2200 중량부를 혼합하고 180 내지 220℃의 온도에서 2 내지 3시간 동안 반응하여 이루어지는데, 이때, 상기 반응은 가압식 반응기를 이용하여 이루어지는 것이 바람직하다. 또한, 상기 염산은 질량농도가 37%인 것을 사용하는 것이 바람직하다.

[0024] 상기의 과정을 통해 이루어지는 백금용출단계(S101)를 거치면, 폐촉매가 용해되어 폐촉매에 함유된 백금성분이 용출되는데, 상기 염산의 함량이 1800 중량부 미만이면 상기의 효과가 미미하며, 상기 염산의 함량이 2200 중량부를 초과하게 되면 상기의 효과는 크게 향상되지 않으면서 염산폐수의 양이 지나치게 증가하기 때문에 바람직

하지 못하다.

- [0026] 상기 여과단계(S103)는 상기 백금용출단계(S101)를 통해 백금이 추출된 혼합물을 이온교환수지로 여과하는 단계로, 상기 여과단계(S103)에서는 이온교환수지로 양이온교환수지를 사용하는 것이 바람직하며, 상기와 같이 양이온교환수지를 통해 상기 백금용출단계(S101)를 통해 백금이 추출된 혼합물에 함유된 칼슘 이온(Ca^{2+}), 마그네슘 이온(Mg^{2+}), 철 이온(Fe^{2+}) 및 나트륨 이온(Na^{+}) 등과 같은 불순물이 제거된다.
- [0027] 이때, 상기 여과단계(S103)에서 사용된 이온교환수지는 황산으로 처리하여 상기 여과단계에서 사용될 수 있도록 재생되는 것이 바람직하며, 상기 황산은 질량농도가 4%인 것을 사용하는 것이 바람직하며, 이온교환수지의 재생은 이온교환수지를 통해 방출되는 칼슘 이온, 마그네슘 이온, 철 이온 및 나트륨 이온 등과 같은 불순물의 함량이 50ppm이하가 될때까지 이루어지는 것이 바람직하다.
- [0029] 상기 백금추출단계(S105)는 상기 여과단계(S103)를 통해 불순물이 제거된 용액에 염산을 혼합하고 백금추출수지를 통과시켜 백금을 추출하는 단계로, 이때, 상기 염산용액은 상기 불순물이 제거된 용액 내에 염산의 농도가 2M을 나타내도록 혼합되는 것이 바람직하다.
- [0031] 상기 백금수거단계(S107)는 상기 백금추출단계(S105)를 통해 상기 백금추출수지에 추출된 백금을 증류수로 분리하여 수거하는 단계로, 상기 백금추출단계(S105)를 통해 백금추출수지에 추출된 백금을 증류수를 이용하여 물리적으로 분리하는 과정으로 이루어진다.
- [0033] 상기 산도조절단계(S109)는 상기 백금수거단계(S107)를 통해 수거된 백금용액에 염산을 혼합하여 산도를 조절하는 단계로, 상기 백금수거단계(S107)를 통해 수거된 백금용액에 질량농도가 35 내지 37%인 염산을 혼합하되, 수거된 백금용액 내 염산의 농도가 2M이 되도록 혼합하는 것이 바람직하다.
- [0035] 상기 촉매합성단계(S111)는 상기 산도조절단계(S109)를 통해 산도가 조절된 백금용액에 알루미나를 혼합하고 가열하여 침착시키는 단계로, 상기 산도조절단계(S109)를 통해 용액 내 염산의 농도가 2M로 조절된 백금용액 100 중량부에 알루미나 25 내지 35 중량부를 혼합하고 교반하여 혼합물을 제조하고, 제조된 혼합물을 110 내지 130℃에서 50 내지 70분 동안 가열한 후에, 650 내지 750℃의 온도에서 50 내지 70분 동안 가열하는 과정으로 이루어지는 것이 바람직하다.
- [0036] 상기의 촉매합성단계(S111)를 통해 혼합되는 알루미나는 본 발명을 통해 제조되는 백금촉매의 담체(Carrier)로서 작용하게 되며, 상기의 온도 및 시간 동안 가열되는 과정을 통해 액상 성분은 모두 증발되어 알루미나를 담체로 하는 백금촉매가 제조된다.
- [0038] 상기 세척건조단계(S113)는 상기 촉매합성단계(S111)를 통해 합성된 백금촉매를 세척한 후에 가열하여 건조하는 단계로, 상기 촉매합성단계(S111)를 통해 합성된 백금촉매의 온도가 100℃ 미만으로 냉각되면, 증류수로 백금촉매의 표면을 세척하여 이물질을 제거한 후에, 110 내지 130℃의 온도로 25 내지 35분 동안 가열하여 백금촉매의 표면에 잔존하는 증류수를 제거하는 과정으로 이루어진다.
- [0039] 상기의 과정으로 이루어지는 세척건조단계(S113)를 거치면, 제조된 백금촉매의 표면에 잔존하는 이물질이 제거되어 순도가 향상된 백금촉매가 제공될 수 있다.
- [0041] 따라서, 본 발명에 따른 폐촉매를 이용한 백금촉매의 합성방법은 폐촉매를 재활용하여 친환경적이며, 공정이 단순하고 공정시간이 짧을 뿐만 아니라, 폐수발생량이 적은 효과를 나타낸다.

부호의 설명

[0043]

S101 ; 백금용출단계

S103 ; 여과단계

S105 ; 백금추출단계

S107 ; 백금수거단계

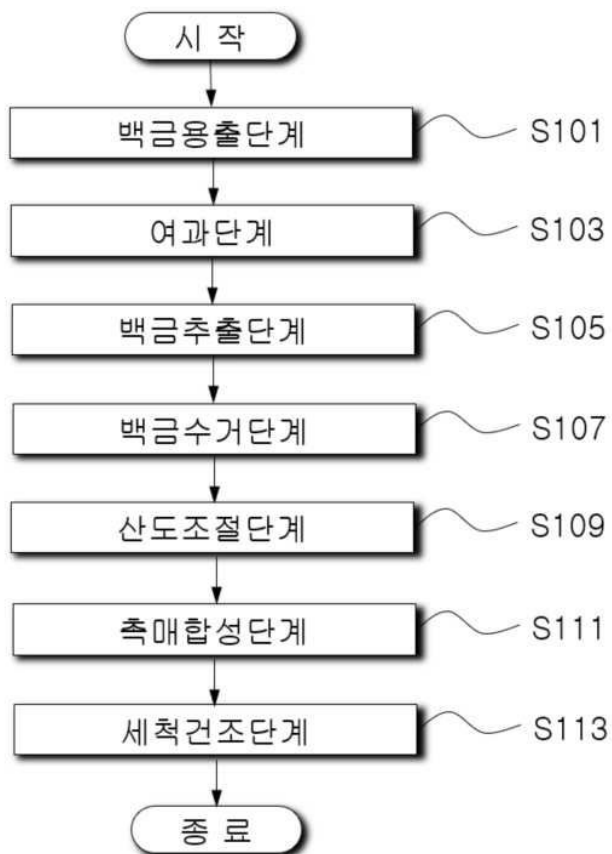
S109 ; 산도조절단계

S111 ; 촉매합성단계

S113 ; 세척건조단계

도면

도면1



도면2

