



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2 Patentgesetz

(19) DD (11) 231 224 A3

4(51) C 22 B 7/00
C 22 B 11/04
C 01 G 55/00

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21) WP C 22 B / 252 360 5

(22) 27.06.83

(45) 24.12.85

(71) VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht“, 4220 Leuna 3, DD

(72) Birke, Peter, Dr. sc. nat. Dipl.-Chem.; Becker, Karl. Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Neubauer, Hans-Dieter, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren zur Trennung von Iridium und Platin

(57) Das Ziel der Erfindung ist ein technologisch vereinfachtes und ökonomisches Verfahren zur Trennung von Platin und Iridium aus technischen Stoffgemischen (Edelmetallschrott). Die Aufgabe, ein vereinfachtes Verfahren zur Trennung von Platin und Iridium zu entwickeln, wird gelöst, indem das Stoffgemisch in heißer konzentrierter Salzsäure unter Einleiten von Chlor gelöst, Iridium zunächst mit einer Lösung, die 0,1 bis 0,4 m an Formaldehyd und 0,1 bis 0,5 m an Natriumacetat ist, zur dreiwertigen Stufe reduziert wird, das Platin anschließend aus dieser Lösung mit elementarem Aluminium abgetrennt und das Iridium aus dem Filtrat gewonnen wird. Das Verfahren eignet sich zur selektiven Trennung von Platin und Iridium aus den entsprechenden löslichen Verbindungen. Ein bevorzugtes Anwendungsgebiet ist die Aufarbeitung verbrauchter Katalysatoren.

Erfindungsanspruch:

Verfahren zur Trennung von Platin und Iridium aus technischen Stoffgemischen, die Verbindungen dieser Elemente bzw. diese Elemente selbst enthalten, durch Lösen des Stoffgemisches in heißer konzentrierter Salzsäure unter Einleiten von Chlor und selektives Ausfällen von Platin, **gekennzeichnet dadurch**, daß in jeweils an sich bekannter Weise Iridium bei einer Temperatur von 323 bis 353 K und einem pH-Wert von 4 bis 7 mit einer Lösung, die 0,1 bis 0,4 m an Formaldehyd und 0,1 bis 0,5 m an Natriumacetat ist, zur dreiwertigen Stufe reduziert wird, das Platin anschließend aus dieser Lösung mit elementarem Aluminium bzw. Aluminiumstäben ausgefällt und abgetrennt, das Iridium im Filtrat mit Wasserstoffperoxid oxydiert, in dieser Form an einem basischen Anionenaustauscher bei einer Temperatur oberhalb 323 K angelagert, der Ionenaustauscher mit verdünnter Salzsäure und anschließend mit Wasser bei Temperaturen von 333 bis 363 K gewaschen, das Iridium erneut reduziert, mit 4 bis 8 molarer Salzsäure bei 333 bis 373 K eluiert und im Eluat gegebenenfalls mit Wasserstoffperoxid zur vierwertigen Stufe oxydiert wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Trennung von Iridium und Platin aus Stoffgemischen, die Verbindungen dieser Elemente in ihrer höchsten Wertigkeitsstufe und gegebenenfalls noch andere Schwermetalle wie Eisen, Nickel oder Blei enthalten.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Die Trennung von Iridium und Platin aus Gemischen, die z. T. mit weiteren Schwermetallen verunreinigt in verschiedenen Bereichen der Industrie als sogenannter „Edelmetallschrott“ anfallen, und ihre quantitative Rückgewinnung ist aus der Sicht der Verfügbarkeit und Preise dieser Elemente eine wirtschaftliche Notwendigkeit.

Zur Rückgewinnung dieser beiden Wertmetalle sind einige Verfahren bekannt, die sich verschiedener Praktiken bedienen.

So beschreibt die DE-OS 2454647 eine Trennung aus salzsaurer Lösung durch Einsatz von Anionenaustauscherharzen in verschiedenen Austauscherstufen. Dieses Verfahren ist technisch aufwendig und hat ferner den Nachteil, daß andere Metalle, die als Verunreinigung in der salzsäuren Lösung der Edelmetalle enthalten sind, nur durch zusätzliche Arbeitsschritte abzutrennen sind.

Die DE-AS 2555879 empfiehlt zur Aufarbeitung platin- und iridiumhaltiger Katalysatoren ebenfalls einen salzsäuren Aufschluß mit nachfolgendem Ionenaustausch. Das Iridium wird dann auf dem Anionenaustauscher selektiv reduziert, mit Salzsäure eluiert und der Ionenaustauscher zur Gewinnung des Platins verascht. Dieses Verfahren hat den Nachteil, daß eine sehr verdünnte Lösung von Iridiumchlorwasserstoffsäure anfällt und ein relativ hoher Verbrauch an Austauscherharz besteht. Ferner sind die Aufbereitung der verdünnten Iridiumchlorwasserstoffsäure und die Veraschung des Anionenaustauschers ebenfalls zusätzliche und aufwendige Arbeitsstufen.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist ein technologisch vereinfachtes und ökonomisches Verfahren zur Trennung von Platin und Iridium aus technischen Stoffgemischen (Edelmetallschrott).

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die aus dem Ziel der Erfindung resultierende Aufgabe der Entwicklung eines vereinfachten Verfahrens zur Trennung von Platin und Iridium aus technischen Stoffgemischen, die Verbindungen dieser Elemente bzw. diese Elemente selbst enthalten, wurde durch Lösen des Stoffgemisches in heißer konzentrierter Salzsäure unter Einleiten von Chlor und selektives Ausfällen von Platin gelöst, indem erfindungsgemäß in jeweils an sich bekannter Weise, Iridium bei einer Temperatur von 323 bis 353 K und einem pH-Wert von 4 bis 7 mit einer Lösung, die 0,1 bis 0,4 m an Formaldehyd und 0,1 bis 0,5 m an Natriumacetat ist, zur dreiwertigen Stufe reduziert wird, das Platin anschließend aus dieser Lösung mit elementarem Aluminium bzw. Aluminiumstäben ausgefällt und abgetrennt, das Iridium im Filtrat mit Wasserstoffperoxid oxydiert, in dieser Form an einem basischen Anionenaustauscher bei einer Temperatur oberhalb 323 K angelagert, der Ionenaustauscher mit verdünnter Salzsäure und anschließend mit Wasser bei Temperaturen von 333 bis 363 K gewaschen, das Iridium erneut reduziert, mit 4 bis 8 molarer Salzsäure bei 333 bis 379 K eluiert und im Eluat gegebenenfalls mit Wasserstoffperoxid zur vierwertigen Stufe oxydiert wird.

Dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Trennung von Platin und Iridium aus technischen Stoffgemischen lassen sich gegebenenfalls verschiedene Aufbereitungsverfahren voranstellen. So kann ein verbrauchter Katalysator, der Platin, Rhenium und/oder Iridium sowie Al_2O_3 und gegebenenfalls als Verunreinigungen weitere Schwermetalle, wie Eisen und Nickel, enthalten kann durch Anwendung eines alkalischen Aufschlußverfahren und Verwendung von Ionenaustauscherharzen behandelt werden. Dabei wird zunächst die Katalysatormasse in an sich bekannter Weise im Autoklaven bei 423 bis 473 K in konzentrierter Natronlauge gelöst, aus der Natriumaluminatlauge das Rhenium in Form von Perrhenat an einen stark basischen Anionenaustauscher gebunden, von diesem durch heiße konzentrierte Salzsäure als Perrheniumsäure eluiert und aus der rheniumfreien

Natriumaluminiumlauge durch Fällen gegen eine saure Komponente Aluminiumoxidhydrat gewonnen. Der das Platin und Iridium enthaltende Rückstand wird dann erfindungsgemäß weiterbehandelt.

Das erfindungsgemäße Verfahren löst alle in der Aufgabe gestellten Probleme. Es gestattet eine technisch leicht zu realisierende Trennung der Verbindungen des Iridiums und Platins mit nur einer Ionenaustauscherstufe.

Alle während des Aufbereitungsvorganges anfallenden Stoffe können im Produktionsprozeß erneut verwendet werden.

Ausführungsbeispiel

Eine salzsäure Lösung, die 11,3 g Platin und 0,87 g Iridium enthielt, wurde bei einer Temperatur von 333 K mit der Reduktionslösung versetzt, die 0,25 m an Formaldehyd und 0,2 m an Natriumacetat war und einen pH-Wert von 4,6 aufwies, und zwei Stunden bei dieser Temperatur belassen. Nach dem Erkalten wurde dieses Gemisch mit 6 m Salzsäure angesäuert. In die klare Lösung wurden Aluminiumstäbe eingetragen, und unter lebhafter Wasserstoffentwicklung schied sich selektiv das Platin ab. Nach Abtrennung des Platins erfolgte die Zugabe von 30%iger Wasserstoffperoxidlösung zum Filtrat. Ein Überschuß an Wasserstoffperoxid wurde verkocht. Die Lösung wurde so verdünnt, daß das Aciditätsniveau einen pH-Wert von etwa 1,5 aufwies. Unter Rühren wurde in diese Lösung, die eine Temperatur von etwa 333 K aufwies, stark basischer Ionenaustauscher in der Chloridform vom Typ SBW eingetragen, von dem die Hexachloroiridiumsäure selektiv gebunden wurde. Der Waschvorgang erfolgte zunächst mit 0,1 m Salzsäure und anschließend mit entionisiertem Wasser.

Der auf die beschriebene Weise beladene und gewaschene Ionenaustauscher wurde mit dem doppelten Volumen der oben angegebenen Reduktionslösung versetzt und bei 60°C zwei Stunden gerührt. Dabei war eine Farbänderung des Austauscherharzes von rotbraun nach gelbgrün zu beobachten. Der Waschvorgang mit entionisiertem Wasser erfolgte bei 298 K, bis das Waschwasser natriumfrei war. Die Elution des Iridiums wurde bei 333 K mit 6 m Salzsäure in einer Austauschersäule vorgenommen. In der salzsäuren, iridiumhaltigen Lösung wurde das Iridium mit 30%iger Wasserstoffperoxidlösung zur Oxydationsstufe +4 oxidiert. Diese Hexachloroiridiumsäurelösung war völlig platinfrei und enthielt in den analytischen Fehlergrenzen sämtliches Iridium. Das durch selektive Ausfällung mit Aluminium quantitativ gewonnene Platin enthielt 30 ppm Iridium. Eine nochmalige Behandlung des Rohplatins in der angegebenen Weise ergab iridiumfreies Platin.