

ROMANIA

(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
București



(11) Nr. brevet: **110055 B1**
(51) Int.Cl.⁶ C 01 G 55/00;
C 22 B 11/00

(12)

BREVET DE INVENTIE

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **94-01800**

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: **08.11.94**

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(30) Prioritate:

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
29.09.95 BOPI nr. 9/95

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 70830, 98785; JP 54/051991, 61/11.0731

(45) Data eliberării și publicării brevetului:
BOPI nr.

(71) Solicitant: S.C. Nitramonia S.A., Făgăraș, județul Brașov, RO

(73) Titular: (71)

(72) Inventatori: Avram Constantin, Penescu Gabriel, Pop-Coman Mihai, RO

(54) Procedeu de recuperare a platinei și rodiului

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu de recuperare a platinei și rodiului, de pe utilaje casate, prin tratarea utilajelor dezmembrate, cu soluție de acid clorhidric 28%, sub agitare, realizată prin barbotarea de gaz inert, obținându-se, prin filtrare, un șlam care se tratează, în continuare, cu acid clorhidric 18% și se filtrează, șlamul separat fiind

tratat, în continuare, cu apă regală, până la sec, apoi se reia reziduul cu soluție de HCl 5% și, din ultimul filtrat, se separă platina și rodiul, prin cementare cu pulberi metalice, de preferință cu pulbere de aluminiu.

Revendicări: 1

RO 110055 B1



Prezenta invenție se referă la un procedeu de recuperare a platinei și rodiului de pe utilaje casate, care se pierd în procesele tehnologice ce folosesc catalizatori de platină sau platină-rodiiu.

Se cunoaște un procedeu de recuperare a platinei din nămolurile depuse în instalațiile de fabricare a acidului azotic, în care nămolurile sunt tratate sub agitare cu apă regală, până la evaporarea completă (RO 98785).

Se cunoaște, de asemenea, un procedeu de recuperare a platinei și rodiului de înaltă puritate din deșeuri de aliaje de platină-rodiiu, prin dezagregări repetate cu apă regală și eliminarea excesului de acid azotic prin tratări repetate cu acid clorhidric, rezultând acizi cloro complecși de platină-rodiiu (RO 70830).

De asemenea, se cunoaște un procedeu de regenerare a catalizatorilor (Pt, Pd, Rh) în care catalizatorii uzați sunt și introduși într-un acid anorganic, spre exemplu acid clorhidric, acid fosforic etc. și anhidride ale acestor acizi, timp de câteva minute până la câteva ore, apoi se spală cu apă (JP 54/051991).

Totodată, este cunoscut un procedeu de recuperare a platinei și paladiului din catalizatori în care catalizatorul uzat ce conține Pt și Pd este adăugat la o soluție de HCl și HNO₃, pentru a extrage Pt și Pd la mai mult de 60°C, apoi separat cu o soluție puternic acidă și în exces de pulbere de Fe pentru a realiza reacția de reducere (JP 61/0731).

Dezavantajele procedeelor cunoscute constau în faptul că gradul de recuperare a platinei și rodiului nu sunt foarte ridicate, cheltuielile sunt mari, iar puritatea nu este deosebit de avansată.

Procedeu, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate, prin aceea că realizează tratarea utilajului dezmembrat cu soluție de acid clorhidric 28% concentrație, cu adaos de 1% acid fosforic și după separarea fazelor tratarea șlamului rezultat cu soluție de acid clorhidric 18%, după care, după trarea cu apă regală, se reia reziduul cu soluție de acid clorhidric 5%, în soluția clorhidrică purificată prin filtrare, cementarea platinei și rodiului se realizează, de preferință, cu pulbere de aluminiu.

Invenția prezintă avantaje prin aceea că asigură un grad mare de recuperare a platinei

și a rodiului de pe utilajele casate; este împiedicată trecerea masivă a fierului în soluție prin formarea la suprafața materialului a unei pelicule de fosfați insolubili, se obține un produs de puritate minimum 90%, exprimat în metale nobile.

În continuare, se prezintă un exemplu concret de realizare.

Se extrag dintr-un reactor dezafectat de oxidare a amoniacului 2,5 kg de țevă din serpentinele recuperatoare de căldură. Se taie în bucăți și se introduc într-un pahar berzelius. Se adaugă 800 ml acid clorhidric 28%, cu adaos 1% acid fosforic, pentru a împiedica trecerea masivă a fierului în soluție.

Prezența unor oxidanți, cum este oxigenul din aer, favorizează într-o mică măsură solubilizarea acestora, pentru aceasta atacul chimic se realizează sub "pernă" de azot care se barbotează în vasul de reacție. Prin barbotarea azotului în lichid se obține o agitare a acestuia care ajută la desprinderea stratului superficial de metale nobile.

După circa 2 h se scot inelele și se filtrează lichidul.

Prin filtrare, se separă un șlam care conține metale nobile alături de importante cantități de metale comune, care se îndepărtează în continuare prin tratare la cald, 50 ... 60°C, cu 100 ml acid clorhidric 18% sub atmosferă de gaz inert, realizată prin barbotare de azot.

După circa 10 min, se filtrează, se spală cu apă caldă precipitatul rămas pe filtru, iar, în continuare, acesta este tratat cu 150 ml apă regală în scopul solubilizării platinei și a rodiului sub formă de acid hexacloroplatinic, H₂/PtCl₆/ și respectiv acid hexaclororodii, H₃/RhCl₆. Atacul cu apă regală se face la fierbere și se continuă până la sec.

Reziduul format este reluat la cald, 50 ... 60°C, cu 150 ml acid clorhidric 5%, soluția formată este separată de insolubile prin filtrare.

Din filtrat se separă platina și rodiiu în stare metalică, prin cementare cu aluminiu pulbere. Reacția este exotermă și pentru a evita ambalarea reacției, dozarea aluminiului se face în porțiuni mici cu intervale de așteptare între două dozări, sub agitare puternică.

Aluminiul se dozează în exces față de

necesarul teoretic pentru a asigura o separare completă a platinei și a rodiului.

Excesul de aluminiu se solubilizează prin tratare cu acid clorhidric 10%.

Platina și rodiul separat se spală cu apă fierbinte, pentru îndepărtarea sărurilor și se usucă la 105°C.

Revendicare

Procedeu de recuperare a platinei și rodiului de pe utilaje casate, prin tratarea utilajelor dezmembrate cu soluție de acid clorhidric, sub agitare realizată prin barbotarea de gaz inert, obținându-se prin filtrare un șlam care se tratează în continuare cu acid clorhidric

și se filtrează, șlamul separat fiind tratat în continuare cu apă regală până la sec, după care reziduul se reia cu soluție de acid clorhidric și din ultimul filtrat se separă platina și rodiul prin cementare, **caracterizat prin aceea că realizează** tratarea utilajului dezmembrat cu soluție de acid clorhidric 28% concentrație, cu adaos de 1% acid fosforic și după separarea fazelor, tratarea șlamului rezultat cu soluție de acid clorhidric 18%, după care după tratarea cu apă regală, se reia reziduul cu soluție de acid clorhidric 5% și în soluția clorhidrică purificată prin filtrare, cementarea platinei și rodiului se realizează, de preferință, cu aluminiu pulbere.

Președintele comisiei de examinare: **chim. Iliescu Octavian**
Examinator: **ing. Petolescu Ruxandra**

