



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 27.05.78 (P. 207168)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 11.02.80

Opis patentowy opublikowano: 5.10.1982

Int. Cl.² C22B 11/06
C01G 55/00

CZYTELNIĄ

Urzedu Patentowego

Twórca wynalazku: Iwona Nagrodzka

Uprawniony z patentu: Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przerobu Metali
Szlachetnych, Warszawa (Polska)

Sposób otrzymywania stopów platynowo-rodowych oraz platyny z materiału zanieczyszczonego irydem

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania stopów platynowo-rodowych i platyny z materiału zanieczyszczonego irydem z jednoczesnym oczyszczeniem od irydu na drodze chemicznej.

Stopy platynowo-rodowe jak i platyna są szeroko stosowane w wielu dziedzinach przemysłu np. jako katalizatory różnych procesów chemicznych, jako różnego rodzaju elementy aparatury i urządzeń technicznych, termopary itp. Jednakże obecność irydu w stopach platynowo-rodowych lub w platynie znacznie ogranicza zakres ich wykorzystania. Iryd ze względu na swoje własności, zbliżone do własności platyny, jest bardzo trudny do usunięcia, szczególnie bez oddzielania rodu od platyny. Duże trudności występują, gdy materiałem wyjściowym do otrzymania stopu platynowo-rodowego i platyny są odpadowe materiały, w postaci stałej lub roztworów, zawierające obok platyny lub stopu platynowo-rodowego również iryd. Materiały platynowo-rodowe zawierające iryd rozdziela się na poszczególne składniki, które oczyszcza się do wymaganych czystości.

Znane jest hydrolityczne oddzielanie irydu i rodu od platyny w obecności bromianu sodowego.

W opisie patentowym ZSRR nr 292462 jest przedstawiony sposób oddzielania platyny od innych platynowców na drodze działania na wodne roztwory zawierające platynę, rod i iryd kwasem siarkowym, w wyniku czego tworzą się kompleksy siarczanowe, powodujące w reakcji z siarczkiem

2

amonowym powstanie trudnorozpuszczalnego osadu platyny.

Inny sposób oddzielania od siebie i oczyszczania platyny, rodu i irydu polega na działaniu drugorzędowymi i trzeciorzędowymi aminami.

Okazało się jednak, że można oddzielić iryd nie tylko od platyny, ale także stopów platynowo-rodowych bez rozdzielania ich na podstawowe składniki, co jest szczególnie przydatne w przypadku np. regeneracji zużytych katalizatorów.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że odkwaszony roztwór kwasu chloroirydowego ogrzewany z mocznikiem tworzy bezbarwny roztwór, z którego nie można wyredukować irydu przez działanie mrówczanem amonowym lub aldehydem mrówkowym.

W sposobie według wynalazku materiały zawierające oprócz stopu platynowo-rodowego lub platyny również iryd, rozpuszcza się w wodzie królewskiej lub przez chlorowanie, zaś otrzymane roztwory kwasów chloroplatynowców odkwasza się przez oddestylowanie kwasu solnego, wytrąca pallad i złoto substancjami strącającymi, usuwa metale nieszlachetne na drodze wymiany kationowej na żywicach jonowymiennych, a następnie działa w temperaturze 60–100°C najpierw mocznikiem lub jego pochodnymi, co powoduje utworzenie trwałego, rozpuszczalnego związku irydu, a potem mrówczanem amonowym lub aldehydem mrówkowym, przez co wyredukowuje się platynę

z rodem lub platynę, przy czym iryd pozostaje w roztworze.

Wyredukowaną platynę z rodem lub platynę odsącza się, przemywa, suszy, a następnie topi uzyskując czysty stop PtRh lub platynę. Dla osiągnięcia optymalnych efektów w sposobie według wynalazku stosuje się 0,2—1 g mocznika na 1 g platyny lub platyny z rodem gdyż stosowanie większych ilości mocznika powoduje straty rodu w składzie stopowym oraz obniżenie wydajności PtRh.

Przedmiot wynalazku jest bliżej objaśniony w przykładach wykonania, które jednakże nie ograniczają zakresu jego stosowania.

Przykład I. Materiał zawierający 10 części wagowych PtRh10 i 0,1% irydu rozpuszcza się w 90 ml wody królewskiej, dodaje 20 ml kwasu solnego celem usunięcia tlenków azotu, a następnie oddestylowuje kwas solny. Pozostałość rozpuszcza się w 90 ml wody destylowanej i wytrąca pallad oraz złoto przez dodanie dwumetylogliksymu. Wytrącony osad odsącza się, a przesącz rozcieńcza 150 ml wody destylowanej. Otrzymany roztwór kwasów chloroplatynowcowych przepuszcza się przez kolumnę wypełnioną kationitem, na którym zatrzymuje się metale nieszlachetne. Do oczyszczonego roztworu dodaje się 4 g mocznika i roztwór ogrzewa się w temperaturze 80°C. W dalszej kolejności do schłodzonego roztworu dodaje się 10 g mrówczanu amonowego rozpuszczonego w 20 ml wody i ogrzewa do temperatury wrzenia, która utrzymuje się w ciągu 4 godzin.

Wytrąconą platynę z rodem odsącza się, dokładnie przemywa zakwaszoną wodą, suszy, praży w temperaturze 800°C i topi. Otrzymuje się stop PtRh-10 o zawartości około 50 ppm Ir.

Przykład II. Materiał zawierający 10 części wagowych platyny i 0,1% irydu, analogicznie jak w przykładzie I rozpuszcza się w wodzie królewskiej, usuwa tlenki azotu przez dodanie kwasu solnego i oddestylowuje kwas solny. Pozostałość rozpuszcza się w wodzie i wytrąca pallad oraz złoto przez dodanie dwumetylogliksymu. Wytrącony osad odsącza się, a przesącz rozcieńcza 150 ml wody. Otrzymany roztwór przepuszcza się przez kolumnę wypełnioną kationitem. Do oczyszczonego roztworu kwasu chloroplatynowego dodaje się 10 g mocznika i roztwór ogrzewa się do 100°C. Następnie do schłodzonego roztworu dodaje się 10 g mrówczanu amonowego, rozpuszczonego w 20 ml wody i ogrzewa do temperatury wrzenia, którą utrzymuje się w ciągu 4 godzin.

Wytrąconą platynę odsącza się, dokładnie przemywa zakwaszoną wodą i suszy w temperaturze 120°C. Otrzymuje się platynę w postaci proszkowej o zawartości około 50 ppm Ir.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania stopów platynowo-rodowych oraz platyny z materiału zanieczyszczonego irydem, polegający na rozpuszczaniu tych materiałów, przygotowaniu wodnych, odkwaszonych roztworów kwasów chloroplatynowcowych, oczyszczaniu ich od innych metali prócz irydu, wyredukowaniu platyny z rodem lub platyny i stopieniu ich lub pozostawieniu w postaci proszkowej, **znamienny tym**, że wodne, odkwaszone roztwory kwasów chloroplatynowcowych poddaje się najpierw działaniu mocznika lub jego pochodnych w temperaturze 60—100°C, korzystnie w ilości 0,2—1 g na 1 g stopu platynowo-rodowego lub platyny, a następnie działaniu mrówczanu amonowego lub aldehydu mrówkowego.