



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

248 521

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 18 06 85
(21) PV 4441-85

(51) Int. Cl.7
C 22 B 11/04

(40) Zveřejněno 12 06 86
(45) Vydáno 01 07 88

(75)
Autor vynálezu

KÁLALOVÁ ELIŠKA doc. ing. CSc.,
MASTNÝ LIBOR ing., PRAHA,
BUMBOVÁ MARCELA ing., TŘEBONĚ

(54)

Způsob separace platiny a rhenia z roztoků po zpracování
použitých reformovacích katalyzátorů

Separace spočívá v tom, že se vzácné kovy ve formě chloroplaticitých a rhenistanových iontů sorbují na silně bazický anex v OH^- formě z kyselých chloridových roztoků o pH 3,5 až 4 a po skončení sorpční periody se separují jednotlivé ionty vzácných kovů zastoupené ve směsi postupnou elucí 0,1 až 1,0 M kyselinou dusičnou a 2 až 10 M chlorovodíkovou.

Vynález se týká způsobu separace vzácných kovů platiny a rhenia z roztoků po zpracování použitých reformovacích katalyzátorů pomocí iontoměniče.

Problém získávání platiny a rhenia z vyčerpaných katalyzátorů tohoto typu je řešen různými způsoby. Je známo elektrostatické odlučování oxidů z povrchové vrstvy vyžíhaného katalyzátoru. Známé jsou dále postupy rozpouštění katalyzátoru s platinou a rheniem zakotvenými na povrchu oxidu hlinitého v koncentrované kyselině sírové při vyšší teplotě a tlaku /145 °C; 0,4 MPa/. Platina zůstává v nerozpustném zbytku a rhenium v roztoku síranu hlinitého, z něhož je izolováno sorpcí na báze zický anex a poté eluováno kyselinou chlorovodíkovou koncentrace 5 až 8 mol l⁻¹. K izolaci rhenia z roztoku síranu hlinitého je navrhována také extrakce s použitím substituovaných aminů v organických rozpouštědlech. Nerozpustný zbytek obsahující platinu se chloruje v roztoku kyseliny chlorovodíkové nebo se rozpouští v lučavce královské při 80 °C a platina se izoluje jako kyselina chloroplatičitá.

Aplikuje se rovněž alkalický rozkladný proces, při němž se z katalyzátoru rozpouští rhenium koncentrovaným roztokem sody v autoklávu při 180 až 220 °C. Jiná metoda využívá k odstranění rhenia z nosiče tvorbu těkavých oxidů, žíhá-li se deaktivovaný katalyzátor v proudu vzduchu na 800 až 900 °C. Tvořící se oxid rhenistý je absorbován ve vodě nebo je srážen na stěnách křemenné trubice.

Platina a rhenium zakotvené na povrchu kysličníku hlinitého jsou převáděny, podle jiného postupu, na rozpustné sloučení-

ny působením chloridu unlicitého v proudu vzduchu nebo chloru ve směsi s oxidem uhličitým při zvýšené teplotě.

Rhenium se získává z katalyzátoru také elektrochemickým způsobem v roztoku chloridu sodného při 60 °C. Granule kysličníku hlinitého s platinou na povrchu zůstávají téměř beze změny, rhenium přechází do roztoku jako rhenistanový ion a izoluje se z chloridových roztoků sorpcí na anexu. Eluce se provádí 5% roztokem amoniaku. Z eluátu se po odpaření získá krystalický rhenistan amonný.

Používané metody izolace vzácných kovů jsou nejen z hlediska energetického a ekonomického, ale i z pohledu ekologického nevýhodné. Přednosti nemá ani technologicky náročná kapalinová extrakce katalyticky aktivních vzácných kovů substituovanými aminy v roztocích toxických organických rozpouštědel.

Nevýhody používaných metod překonává způsob podle vynálezu, který spočívá v tom, že se tyto kovy obsažené v roztoku ve formě rhenistanového a platičitého iontu po zpracování katalyzátoru sorbují na silně bazický anex v OH^- formě a postupnou elucí kyselinou dusičnou o koncentraci 0,1 až 1 mol l^{-1} se získá platičitý iont a další elucí kyselinou chlorovodíkovou o koncentraci 2 až 10 mol l^{-1} se získá rhenistanový iont. Sorpční chloridové roztoky obsahující anionty rhenistanové a chloroplatičité musí mít definovanou aciditu, upravenou roztokem amoniaku na hodnotu $\text{pH} = 3,5$ až 4. Tímto způsobem se dají platičité a rhenistanové ionty velmi snadno separovat. Celý proces vazby iontů na anex a jejich vytěsnění je kvantitativní.

Při průtoku sorpčního roztoku sloupcem anexu platičité ionty již zčásti prochází a zbývající se z pryskyřice velmi snadno vymyjí vodou a zředěnou kyselinou dusičnou o koncentraci 0,1 až 1,0 mol l^{-1} . Rhenistanové ionty se veškeré zachytí na ionexu a desorbují se až v další fázi poté, co je z nápně vytěsněna platina. Rhenistanové ionty se eluují kyselinou chlorovodíkovou o koncentraci 2 až 10 mol l^{-1} . Použije-li se koncentrovanější kyselina, zmenší se objem elučního roztoku.

Eluáty platiny a rhenia, podle potřeby zkoncentrované, mohou být použity k nanesení na nosič a přípravě nového katalyzátoru nebo lze získat po neutralizaci krystalický rhenistan.

Navržený ionex pracuje při teplotě prostředí, průtok lze realizovat samospádem a proces nevyžaduje drahé, méně běžné nebo dokonce toxické chemikálie. Používaný ionex je snadno dostupný.

Celý postup je v dalším dokumentován příkladem.

Příklad

Objem 150 ml kyselého chloridového roztoku s obsahem 16 mg Pt a 18 mg Re byl neutralizován amoniakem na hodnotu $\text{pH} = 3,8$ a sorbován na koloně světlosti 18 mm s náplní 30 ml silně bazického anexu převedeného roztokem o koncentraci 1 mol l^{-1} NaOH v OH^- formu. Výška sloupce vlhkého anexu činila 120 mm.

Na anex se vázalo veškeré rhenium /18 mg/. Z celkového obsahu sorbované platiny volně prošlo sloupcem náplně 8,2 mg /51 %/, z adsorbovaného množství bylo vymyto objemem 100 ml vody 5,6 mg Pt /35 %/ a zbývajících 2,2 mg Pt /14 %/ kyselinou dusičnou koncentrace $0,5 \text{ mol l}^{-1}$.

Po vytěsnění platiny bylo eluováno na anexu vázaných 18 mg Re objemem 200 ml roztoku koncentrace 8 mol l^{-1} HCl.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

248 521

Způsob separace platiny a rhenia z roztoků po zpracování použitých reformovacích katalyzátorů pomocí iontoměničů, vyznačující se tím, že se vzácné kovy ve formě chloroplaticitých a rhenistanových iontů sorbují na silně bazický aniont v OH^- formě z kyselých chloridových roztoků, jejichž acidita je upravena amoniakem na pH 3,5 až 4, sorbované ionty kovů se postupně eluuje 0,1 až 1 M kyselinou dusičnou a 2 až 10 M chlorovodíkovou.