



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2005134524/02, 09.11.2005

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
09.11.2005

(45) Опубликовано: 20.01.2007 Бюл. № 2

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2090632 C1, 20.09.1997. FR 2355780
A1, 20.01.1978. JP 57079135 A, 18.05.1982. US
4041126 A, 09.08.1977. GB 1533542 A,
29.11.1978. DE 2302150 A1, 26.07.1973. US
3437431 A, 08.04.1969.

Адрес для переписки:

117571, Москва, пр-кт Вернадского, 86, МИТХТ,
отдел защиты интеллектуальной собственности

(72) Автор(ы):

Волчкова Елена Владимировна (RU),
Буслаева Татьяна Максимовна (RU),
Кравченко Валерий Васильевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Московская государственная академия тонкой
химической технологии им. М.В. Ломоносова
(RU)

(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ПАЛЛАДИЯ ИЗ КИСЛЫХ РАСТВОРОВ ЭКСТРАКЦИЕЙ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области гидрометаллургии цветных и благородных металлов, в частности, к извлечению палладия из кислых растворов экстракцией. Техническим результатом является повышение извлечения палладия из кислых растворов в широком интервале кислотности, увеличение емкости экстрагента по металлу. В качестве экстрагента используется смесь следующего состава (об.%): 10-15 5-(1,1,3,3-тетраметилбутил)-2-

оксibenзофеноноксима, 4-7 триалкиламина ($C_7H_{15}-C_9H_{19})_3N$), 8-10 изооктилового спирта в органическом растворителе. Использование данного экстрагента обеспечивает повышение извлечения палладия из концентрированных кислых растворов (до 8 моль/л HCl и 6 моль/л HNO_3) до 97,0-99,9% и повышение емкости органической фазы по металлу (до 10 г/л). Экстрагент рекомендуется для извлечения палладия из растворов с высокой кислотностью и высоким исходным содержанием металла. 1 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

C22B 11/00 (2006.01)**C22B 3/30** (2006.01)(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2005134524/02, 09.11.2005**(24) Effective date for property rights: **09.11.2005**(45) Date of publication: **20.01.2007 Bull. 2**

Mail address:

**117571, Moskva, pr-kt Vernadskogo, 86,
MITKhT, otdel zashchity intellektual'noj
sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Volchkova Elena Vladimirovna (RU),
Buslaeva Tat'jana Maksimovna (RU),
Kravchenko Valerij Vasil'evich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Moskovskaja gosudarstvennaja akademija tonkoj
khimicheskoj tehnologii im. M.V. Lomonosova (RU)**

(54) **METHOD FOR EXTRACTION RECOVERY OF PALLADIUM FROM ACID SOLUTIONS**

(57) Abstract:

FIELD: hydrometallurgy of non-ferrous and precious metals, in particular, extraction recovery of palladium from acid solutions.

SUBSTANCE: method involves using extractant such as mixture of following components, % by volume: 10-15% of 5-(1,1,3,3-tetramethyl butyl)-2-oxybenzophenoxime; 4-7% of trialkyl amine (C₇H₁₅-C₉H₁₉)₃N; 8-10% of isooctyl alcohol in organic solvent. Utilization of the given extractant provides for an increase in extraction recovery of palladium from concentrated acid

solutions (up to 8 mol/l of HCl and 6 mol/l of NNO₃) of up to 97.0-99.9% and increase in metal capacity of organic phase (up to 10 h/l). Extractant is preferably used for extraction recovery of palladium from solutions having increased acidity and high initial metal content.

EFFECT: increased efficiency in extraction recovery of palladium from acid solutions within wide range of acidity values and increased metal capacity of extractant.

1 tbl, 2 ex

Изобретение относится к области гидрометаллургии цветных и благородных металлов, в частности, к извлечению палладия из кислых растворов экстракцией.

Известен способ извлечения палладия из соляно-кислых растворов экстракцией три-*n*-октиламином [Kawano Y., Osada S., Shiomori K., Baba Y., Kondo K., Yoshizawa H., Hatate Y. Distribution equilibrium of palladium between aqueous hydrochloric acid solution and tri-*n*-octylamine in toluene. J. Chem. Engineering of Japan. 1995. V.28. №2. P.227-230]. Недостаток этого способа заключается в том, что количественная экстракция палладия (>95%) происходит в узком интервале кислотности исходной водной фазы, преимущественно из слабокислых сред ($C_{HCl} < 1$ моль/л), тогда как в технологии палладия, как правило, встречаются концентрированные кислые растворы.

Существуют способы экстракционного извлечения палладия из азотно- и соляно-кислых растворов с использованием реагентов класса оксиоксимов: алкилбензофеноноксима (АБФ), LIX 64N, Acorga P5000 [Буслаева Т.М., Травкин В.Ф., Кравченко В.В., Зайцева М.Г. Экстракция палладия(II) оксиоксимами. Изв. Вузов. Цветная металлургия. 1994. №1-2. С.10-14].

Известен экстракционный способ извлечения палладия с использованием также реагента класса оксиоксимов - LIX 65N [Ying-Chu Hoh, Wen-Shou Chuang, Peng-Shiung Yueh. Fundamental aspects of the extraction and stripping of palladium by LIX 65N. J. Chem. Tech. Biotechnol. 1984. V.34A. P.97-102].

Данные реагенты хотя и позволяют выделять металл из растворов с концентрацией кислот выше 1 моль/л, однако степень извлечения существенно зависит от кислотности исходного раствора и недостаточно высока, чтобы было целесообразно использовать их для выделения палладия из сильно кислых растворов. Кроме того, для данных реагентов характерна низкая скорость перехода палладия в органическую фазу и невысокая емкость органической фазы по металлу.

Наиболее близким к заявленному является способ извлечения палладия из кислых водных растворов смесью, содержащей алкилбензофеноноксим (АБФ) и алкилбензофенон (2-окси-5-изооктилбензофенон) в органическом разбавителе (керосине) при соотношении компонентов алкилбензофеноноксим:алкилбензофенон = 1:0,01-0,3 [Буслаева Т.М., Травкин В.Ф., Котенева Н.А., Кравченко В.В., Зайцева М.Г. Способ извлечения палладия из растворов. Патент РФ №2090632, кл. С 22 В 3/30. 1994].

Основным экстракционным компонентом данной смеси является АБФ, для которого характерны невысокая емкость органической фазы по металлу (не превышающая 2 г/л) и подавление экстракции металла при повышении кислотности водной фазы. Добавка алкилбензофенона в данной смеси позволяет увеличить скорость перехода палладия в органическую фазу, но практически не влияет на показатели извлечения палладия. Таким образом, указанный способ имеет следующие недостатки:

- использование данной смеси не позволяет достигать высоких показателей извлечения палладия при повышенных значениях кислотности;

- смесь обладает относительно невысокой емкостью органической фазы по металлу, не превышающей 1,5-2,0 г/л.

Техническим результатом настоящего изобретения является повышение степени извлечения палладия из соляно-кислых и азотно-кислых растворов в широком интервале кислотности (0,5-8 моль/л HCl; 0,5-6 моль/л HNO₃), увеличение емкости экстрагента по металлу.

Данный технический результат достигается тем, что палладий экстрагируют смесью реагентов следующего состава: 10-15% АБФ + 4-7% ТАА + 8-10% ИОС (концентрация дана в об. %) в керосине, где АБФ - 5-(1,1,3,3-тетраметилбутил)-2-оксибензофеноноксим; ТАА - триалкиламин ((C₇H₁₅-C₉H₁₉)₃N); ИОС - изооктиловый спирт. Добавка изооктилового спирта необходима для предотвращения образования при экстракции третьей фазы.

Соотношение фаз при экстракции составляет 1:1, время контакта - 4-6 мин, температура комнатная. Кислотность водных фаз варьировали в интервале 0,5-8 моль/л соляной кислоты; 0,5-6 моль/л азотной кислоты. Концентрация палладия составляла 0,2-

15 г/л.

Отличительной особенностью способа является то, что в состав экстракционной смеси помимо основного компонента АБФ входит ТАА, в результате чего металл эффективно извлекается экстракцией из азотно- и соляно-кислых растворов ($E \geq 97\%$) в широком интервале кислотности (до 6-8 моль/л).

Ниже приведены примеры осуществления способа.

Пример 1.

Водные кислые растворы с концентрацией палладия 0,2 г/л и различной концентрацией соляной и азотной кислот (от 0,5 до 8 моль/л) обрабатывают смесью 10% АБФ + 5% ТАА + 9% ИОС (концентрация дана в об.%) в керосине. Для сравнения были получены данные по извлечению палладия с применением в идентичных условиях 10% АБФ и 2% 2-окси-5-изооктилбензофенона (концентрация дана в об.%) в керосине, что соответствует соотношению АБФ:алкилбензофенон = 1:0,1. Результаты экспериментов приведены в таблице.

Таблица										
Зависимость извлечения палладия из кислых растворов от кислотности исходной водной фазы										
источник	извлечение палладия, %									
	концентрация соляной кислоты, моль/л					концентрация азотной кислоты, моль/л				
	0,5	1,0	2,0	5,0	8,0	0,5	1,0	2,0	4,0	6,0
прототип	99,7	87,7	83,9	63,0	61,5	99,8	98,1	95,0	75,8	70,2
смесь	99,9	98,8	99,9	98,9	99,8	97,5	98,3	97,5	98,2	97,0

Из полученных данных видно, что при использовании в качестве экстрагента смеси реагентов извлечение палладия мало зависит от кислотности раствора и остается практически постоянным на уровне $99,0 \pm 1,0\%$ - для соляно-кислых растворов и $98,0 \pm 1,0\%$ - для азотно-кислых растворов. При использовании для экстракции смеси, предложенной в прототипе, извлечение палладия падает от 99,7% до 61,5% (из соляно-кислых растворов) и от 99,8% до 70,2% (из азотно-кислых растворов).

Пример 2.

Проводят экстракцию палладия из 0,1 моль/л соляно-кислых растворов с различной концентрацией палладия от 0,2 г/л до 15 г/л. В качестве экстрагента используют смесь 10% АБФ + 5% ТАА + 9% ИОС (концентрация дана в об.%) в керосине. При этих условиях насыщение органической фазы металлом происходит при концентрации палладия в исходном растворе выше 10 г/л. Для сравнения были получены данные по извлечению палладия с применением в идентичных условиях смеси 10% АБФ и 2% 2-окси-5-изооктилбензофенона (концентрация дана в об.%) в керосине - насыщение происходит уже при концентрации палладия $< 1,0$ г/л. Таким образом, смесь позволяет извлекать металл из концентрированных по палладию растворов с исходными концентрациями до 10 г/л.

Таким образом, применение способа обеспечивает повышение извлечения палладия из концентрированных кислых растворов до 97,0-99,9% и повышение емкости органической фазы по металлу (до 10 г/л), что делает данную смесь пригодной для извлечения палладия из растворов с высокой кислотностью и высоким исходным содержанием металла.

Формула изобретения

Способ извлечения палладия из кислых растворов, включающий экстракцию раствором органического экстрагента на основе алкилбензофеноноксима в органическом растворителе, отличающийся тем, что в качестве экстрагента используют смесь, состоящую из 5-(1,1,3,3-тетраметилбутил)-2-оксибензофеноноксима, триалкиламина и изоотилового спирта, при следующем соотношении компонентов, в об. %:

5-(1,1,3,3 -Тетраметилбутил)-2-оксибензофеноноксим 10 ± 15

Триалкиламин 4 ± 7

Изоотиловый спирт 8 ± 10

Органический растворитель До 100