

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y PATENTU TYMCZASOWEGO

77 744

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12g, 11/10

Zgłoszono: 16.08.1972 (P. 157303)

Pierwszeństwo: _____

MKP B01j 11/10

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: **21.04.1975**

Twórcy wynalazku: Panajotis Papageorgios, Jerzy Przybyła
Uprawniony z patentu tymczasowego: Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe
„Polskie Odczynniki Chemiczne”,
Gliwice (Polska)

Sposób odzyskiwania metali szlachetnych porywanych z tlenkami azotu otrzymywanymi przez katalityczne utlenianie amoniaku

Przedmiotem wynalazku jest sposób odzyskiwania metali szlachetnych porywanych z tlenkami azotu, otrzymywanymi podczas katalitycznego utleniania amoniaku, z sorbentów wapniowych w przemyśle kwasu azotowego.

Metale szlachetne pochodzą z katalizatora procesu utleniania amoniaku, ukształtowanego najczęściej w postaci siatek ze stopu platyny z innymi metalami grupy platynowców.

Znany sposób odzysku metali szlachetnych z sorbenta wapniowego polega na jego rozpuszczeniu w kwasie azotowym, oddzieleniu szlamu zawierającego metale, który suszy się i rozdrabnia, a następnie przerobie otrzymanego koncentratu sposobem hutniczym na przykład przez stapianie z tlenkami ołowiu w obecności topników.

Stwierdzono, że w czasie rozpuszczania w kwasach mineralnych sorbentów wapniowych platyna przechodzi częściowo do roztworu w wyniku tworzenia rozpuszczalnych związków z wapniem. Powoduje to dodatkowe straty platyny, którą należy odzyskiwać z roztworu.

Celem wynalazku jest odzyskiwanie z sorbentów wapniowych metali szlachetnych z ponad 98% wydajnością w sposób prosty i niepracochłonny.

Sposobem według wynalazku cel ten osiąga się dodając do sorbenta wapniowego, zawierającego metale szlachetne, pięciokrotną ilość, w przeliczeniu na zawarte metale, reduktora trwałego w warunkach rozpuszczania sorbenta, korzystnie kwasu szczawiowego, następnie wody, w ilości takiej aby uzyskać roztwór soli wapniowej o stężeniu do 50% i w czasie mieszania powoli kwasu azotowego w ilości potrzebnej do uzyskania po zakończonym rozpuszczaniu roztworu o pH 6–7,5. Oddziela od roztworu azotanu wapniowego szlam, do którego dodaje się w 50% nadmiarze kwasu solnego otrzymując częściowo zawieszony w roztworze trudno odsączalny osad konsystencji galarety, stanowiący głównie kwas krzemowy i metale szlachetne.

Mieszanina ta jest praktycznie nieprzesączalna. Nieoczekiwanie okazało się, że oddzielenie tego osadu od roztworu przez filtrację można łatwo przeprowadzić dodając uprzednio niewielką ilość do 5% objętościowych w przeliczeniu na ilość roztworu, substancji mającej w swej strukturze cząsteczkowej grupy hydrofilowe, przykładowo dekstrynę.

Takie same efekty uzyskuje się dodając tego typu substancje do obojętnych lub kwaśnych roztworów soli

nieorganicznych i organicznych zawierających trudno odsączalne osady i zawiesiny, głównie kwasu krzemowego. Po odfiltrowaniu osad myje się wodą i rozpuszcza zawarty kwas krzemowy w roztworach wodorotlenków metali alkalicznych z dodatkiem trzykrotnej ilości gliceryny, w przeliczeniu na zawartą w osadzie platynę. Odfiltrowuje szlam metali szlachetnych, który po wysuszeniu i wyprażeniu, celem oczyszczenia metali, roztwarza się w mieszaninie kwasu solnego i wody utlenionej lub w wodzie królewskiej, a następnie oczyszcza roztwór i przerabia go na odpowiedni związek platyny lub wydziela platynę w postaci czystej sposobami znanymi. Otrzymany w czasie rozpuszczania sorbenta wapniowego azotan wapniowy przerabia się na odpowiednie sole.

Szczegółowo sposób według wynalazku przedstawiony jest w przykładzie.

P r z y k ł a d. W reaktorze umieszcza się 600 kg sorbenta wapniowego zawierającego 0,3% Pt, dodaje 9 kg kwasu szczawiowego, 1100 kg wody, a następnie mieszając, powoli 1500 kg kwasu azotowego. Oddziela od roztworu azotanu wapniowego szlam, do którego dodaje się 750 kg 20% roztworu HCl. Do powstałej mieszaniny dodaje się 90 litrów 1% roztworu wodnego dekstryny. Po odstaniu odfiltrowuje osad i dodaje do niego, celem rozpuszczenia kwasu krzemowego, 240 kg 40% roztworu wodorotlenku sodowego oraz 5,4 kg gliceryny. Osad po odfiltrowaniu, wysuszeniu i wyprażeniu, celem oczyszczenia, rozpuszcza się w wodzie królewskiej. Otrzymany roztwór kwasu chloroplatynowego oczyszcza się na złożu jonitowym i wydziela z niego platynę w ilości 1,765 kg co stanowi 98% wydajności w przeliczeniu na ilość Pt zawartą w sorbencie wapniowym.

Sposobem według wynalazku odzyskuje się metale szlachetne z sorbenta wapniowego z ponad 98% wydajnością o wysokiej czystości.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób odzysku metali szlachetnych porywanych z tlenkami azotu, otrzymanymi przez katalityczne utlenianie amoniaku, z sorbenta wapniowego, przez jego rozpuszczenie w kwasie azotowym, **znamienny tym**, że do zużytego sorbenta przed jego rozpuszczeniem w kwasie, dodaje się pięciokrotną w przeliczeniu na metale szlachetne, ilość reduktora trwałego w warunkach rozpuszczenia, następnie wody w ilości takiej aby uzyskać po rozpuszczeniu stężenie soli wapniowej poniżej 50% i w czasie mieszania powoli kwasu azotowego w ilości potrzebnej do uzyskania w końcu procesu rozpuszczania pH roztworu od 6–7,5, oddziela szlam od roztworu azotanu wapniowego i dodaje do niego kwasu solnego w 50% nadmiarze oraz do 5% objętościowych substancji zawierającej w swej strukturze cząsteczkowej grupy hydrofilowe, po czym odfiltrowuje osad, myje go i rozpuszcza zawarty w nim kwas krzemowy w wodorotlenkach metali alkalicznych w obecności gliceryny, oddziela osad, który przerabia się do czystego metalu lub odpowiedniego związku w sposób znany.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako reduktor trwały w warunkach rozpuszczania sorbenta stosuje się korzystnie kwas szczawiowy.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako substancję zawierającą grupy hydrofilowe stosuje się dekstrynę, korzystnie w postaci 1% roztworu wodnego.