



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
C22B 11/00 (2019.08); C22B 3/44 (2019.08)

(21)(22) Заявка: 2019127789, 04.09.2019

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
04.09.2019

Дата регистрации:
22.01.2020

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 04.09.2019

(45) Опубликовано: 22.01.2020 Бюл. № 3

Адрес для переписки:

248000, г. Калуга, пл. Старый торг, 9, ФГУ
Калужский ЦНТИ, Зав. патентно-
лицензионным отделом, патентному
поверенному рег. N 387 Стригаевой Л.С.

(72) Автор(ы):

Федосеев Игорь Владимирович (RU),
Васекин Василий Васильевич (RU),
Марамыгина Мария Вячеславовна (RU),
Ровинская Наталья Валентиновна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федосеев Игорь Владимирович (RU),
Васекин Василий Васильевич (RU),
Марамыгина Мария Вячеславовна (RU),
Ровинская Наталья Валентиновна (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2693285 C1, 02.07.2019. RU
2353684 C2, 27.04.2009. RU 2136770 C1,
10.09.1999. KR 100758877 B1, 14.09.2007. DE
4042030 A, 02.07.1992.

(54) Способ извлечения платины из технической соли гексахлороплатината аммония

(57) Реферат:

Изобретение относится к гидрометаллургии платиновых металлов. Извлечение платины из технической соли гексахлороплатината аммония включает приготовление водной пульпы гексахлороплатината аммония и обработку ее монооксидом углерода СО при интенсивном перемешивании, атмосферном давлении и температуре 60°C до полного растворения соли. Осадок платины и палладия отделяют, после чего ведут обработку раствора H_2PtCl_4 хлором и отделяют осадок чистой соли гексахлороплатината аммония с последующим прокаливанием, вызывающим восстановление палладия и осаждение платины в количестве 5-10%. Приготавливают повторно пульпу технической соли гексахлороплатината аммония,

в которую добавляют фильтрат, представляющий собой полученный на предыдущей стадии раствор H_2PtCl_4 , в количестве, необходимом для получения в смешанной пульпе соотношения Pt (II): Pt(IV) равного 2%. Смешанную пульпу повторно обрабатывают монооксидом углерода СО, повторяя при этом все операции предыдущей стадии. Осаждают чистую соль гексахлороплатината аммония, а осадок отфильтровывают и промывают на фильтре 10% водным раствором хлористого аммония. После высушивания и прокаливания получают пластичную платиновую губку. Изобретение повышает качество получаемого продукта в виде пластичной платиновой губки как по содержанию примесей, так и по пластичности. 1 табл., 2 пр.

RU 2 711 762 C1

RU 2 711 762 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C22B 11/00 (2006.01)
C22B 3/44 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C22B 11/00 (2019.08); *C22B 3/44* (2019.08)

(21)(22) Application: **2019127789, 04.09.2019**

(24) Effective date for property rights:
04.09.2019

Registration date:
22.01.2020

Priority:

(22) Date of filing: **04.09.2019**

(45) Date of publication: **22.01.2020** Bull. № 3

Mail address:

**248000, g. Kaluga, pl. Staryj torg, 9, FGU
Kaluzhskij TSNTI, Zav. patentno-litsenziionnym
otdelom, patentnomu poverennomu reg.N 387
Strigaevoj L.S.**

(72) Inventor(s):

**Fedoseev Igor Vladimirovich (RU),
Vasekin Vasilij Vasilevich (RU),
Maramygina Mariya Vyacheslavovna (RU),
Rovinskaya Natalya Valentinovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Fedoseev Igor Vladimirovich (RU),
Vasekin Vasilij Vasilevich (RU),
Maramygina Mariya Vyacheslavovna (RU),
Rovinskaya Natalya Valentinovna (RU)**

(54) **METHOD OF EXTRACTING PLATINUM FROM AN INDUSTRIAL SALT OF AMMONIUM HEXACHLOROPLATINATE**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: invention relates to hydrometallurgy of platinum metals. Extraction of platinum from industrial salt of ammonium hexachloroplatinate involves preparation of water pulp of ammonium hexachloroplatinate and its treatment with carbon monoxide with CO under intense stirring, atmospheric pressure and temperature of 60 °C until complete dissolution of the salt. Sediment of platinum and palladium is separated, followed by treatment of solution H₂PtCl₄ chlorine and separating precipitate of pure ammonium hexachloroplatinate salt with subsequent calcination causing palladium reduction and platinum deposition in amount of 5–10 %. Pulp of industrial salt of ammonium hexachloroplatinate is

repeatedly prepared, into which a filtrate is added, which is a solution of H₂PtCl₄ obtained at the previous step, in an amount required to obtain ratio Pt (II) : Pt (IV) in mixed pulp is equal to 2 %. Mixed pulp is re-treated with carbon monoxide CO, repeating all operations of the previous stage. Pure salt of ammonium hexachloroplatinate is precipitated, and the precipitate is filtered and washed on filter with 10 % aqueous solution of ammonium chloride. After drying and calcination, a plastic platinum sponge is obtained.

EFFECT: invention improves the quality of the obtained product in the form of a plastic platinum sponge both in content of impurities and plasticity.

1 cl, 1 tbl, 2 ex

Изобретение относится к гидрометаллургии платиновых металлов и позволяет усовершенствовать процесс очистки технической соли гексахлороплатината аммония (ГХПА) и повысить качество получения целевого продукта - платины.

5 Известен «Способ очистки технической соли гексахлороплатината аммония», включающий перевод платины в раствор и осаждение чистой соли, отличающийся тем, что осуществляют растворение исходной технической соли в водной пульпе обработкой гидразином при рН 1-2 и температуре 89-90°C, а осаждение чистой соли ведут путем окислительной обработки раствора хлором до потенциала 550-600 мВ. Авт. св-во СССР №1408738, МПК: C01G 55/00 от 06.11.85 г.

10 Известен «Способ извлечения платиновых металлов из растворов аффинажного производства», включающий сорбцию из хлоридных растворов, отличающийся тем, что сорбцию ведут из хлоридных растворов в динамическом режиме с использованием в качестве сорбента слабоосновного поликонденсационного анионита с матрицей на основе эпоксиполиамина, затем проводят деструкцией насыщенного анионита путем 15 обработки концентрированной азотной кислотой и полученный азотно-кислый раствор, содержащий платиновые металлы, направляют на аффинаж.

Патент РФ на изобретение №2188247 МПК: C22B 11/00; опубл. 2002.08.27

Известен «Способ получения аффинированного палладия из хлоридных платинопалладиевых растворов, включающий осаждение соли платины раствором 20 хлорида аммония, фильтрацию осадка, аффинаж палладия, отличающийся тем, что платинопалладиевый раствор перед осаждением соли платины обрабатывают раствором хлората натрия до значения окислительно-восстановительного потенциала 800-900 мВ при нагревании до 70-90°C.

Патент РФ на изобретение №2194085, МПК: C22B 11/00; опубл. 2002.12.10

25 Известен «Способ переработки растворов-промпродуктов аффинажного производства металлов платиновой группы», включающий осаждение палладия из раствора тетраамминпалладохлорида в виде палладозаммина (ПЗА) соляной кислотой, осаждение родия из раствора его натриевого гексанитрита хлоридом аммония в виде аммонийно-натриевого гексанитрита родия, отделение осадков ПЗА и АНГ родия 30 фильтрацией, доизвлечение благородных металлов из маточных растворов аффинажа МПГ методами цементации неблагородными элементами, отличающийся тем, что маточный раствор от осаждения палладозаммина нейтрализуют аммиаком до установления рН в пределах от 1 до 5, нейтрализованный раствор отфильтровывают от осадка и используют в качестве хлорида аммония при осаждении АНГ родия.

35 Патент РФ на изобретение №2194085, МПК: C22B 11/00; опубл. 2002.12.10

Известен «Способ извлечения платины из хлоридных растворов», содержащих платину и палладий, примеси других металлов платиновой группы и неблагородных элементов, включающий осаждение малорастворимой соли хлороплатината аммония при перемешивании с использованием в качестве осадителя растворов, содержащих 40 хлорид аммония, и разделение продуктов осаждения фильтрацией, При этом раствор, подлежащий осаждению платины, нагревают до 40-95°C, нагревание продолжают в процессе перемешивания и разделению фильтрацией подвергают разогретую пульпу.

Патент РФ на изобретение №2175677, МПК: C22B 11/00; опубл. 2001.11.10

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к 45 предлагаемому в качестве изобретения техническому решению является

«Способ разделения металлов из сплава платина, палладий, родий Pt-Pd-Rh», включающий растворение сплава с получением раствора хлорокомплексов H_2PtCl_6 , H_2PdCl_4 , H_3RbCl_6 , выделение платины из получаемого раствора в форме

гексахлороплатината аммония $(\text{NH}_4)_2\text{PtCl}_6$, приготовления водной пульпы и обработку пульпы монооксидом углерода CO при атмосферном давлении и $t=60-70^\circ\text{C}$, отличающийся тем, что при достижении системой величины окислительно-восстановительного потенциала (ОВП) значения 250 мВ, обработку прекращают, отделяют выпавший осадок палладия и платины $\Sigma\text{Pd, Pt}$ от раствора, а фильтрат продолжают обрабатывать монооксидом углерода CO в прежних условиях до достижения величины окислительно-восстановительного потенциала (ОВП), равной 0 мВ, после чего отделяют выпавший осадок и прокаливают при 1000°C с получением платины Pt высокой чистоты, в дальнейшем растворы, полученные от выделения гексахлороплатината аммония $(\text{NH}_4)_2\text{PtCl}_6$ и платины Pt , смешивают и продолжают обрабатывать монооксидом углерода CO при атмосферном давлении и комнатной температуре до достижения величины окислительно-восстановительного потенциала (ОВП) системы 0 мВ, при этом отделяют выделившийся осадок порошка палладия Pd от раствора, затем оставшийся раствор обрабатывают щелочью до величины $\text{pH} \geq 8$, что приводит к выделению родия Rh в виде тонкодисперсного порошка, который после кипячения отделяют от раствора.

Патент РФ на изобретение №2693285, МПК:С22В 11/00; опубл. 02.07.2019.

Однако полученная губка платины в данном техническом решении не обладает пластичностью, необходимой для получения из нее изделий методом горячего прессования и волочения.

Техническим результатом изобретения является повышение качества получаемого продукта и получение его в виде пластичной платиновой губки.

Достижение указанного результата обеспечивается за счет того, что «Способ извлечения платины из технической соли гексахлороплатината аммония включает приготовление водной пульпы гексахлороплатината аммония и обработку ее монооксидом углерода при интенсивном перемешивании, атмосферном давлении и температуре 60°C до полного растворения соли. Затем отделяют осадок черни $\Sigma \text{Pd, Pt}$, обрабатывают раствор H_2PtCl_4 хлором и отделяют осадок чистой соли

гексахлороплатината аммония с последующим прокаливанием, вызывающим восстановление палладия и осаждение платины в количестве 5-10%. Затем повторно приготавливают пульпу технической соли гексахлороплатината аммония, в которую добавляют фильтрат, представляющий собой полученный на предыдущей стадии раствор H_2PtCl_4 в количестве, необходимом для получения в смешанной пульпе соотношения Pt(II): Pt(IV) , равном 2%. Затем смешанную пульпу повторно обрабатывают монооксидом углерода, повторяя при этом все операции предыдущей стадии. Снова осаждают чистую соль гексахлороплатината аммония, а осадок отфильтровывают и промывают на фильтре 10% водным раствором хлористого аммония и высушивают. Наконец из полученной соли также, как и на предыдущей стадии, прокаливанием дополнительно получают пластичную платиновую губку. Предлагаемый способ осуществляется следующим образом: водную пульпу гексахлороплатината аммония (ГХПА), в которой содержится хлорокомплекс Pt(II) с содержанием Pt(II) в растворе ГХПА 2% масс. от количества Pt(IV) и $\text{T:Ж}=1:10$, обрабатывают монооксидом углерода CO (барботаж) при интенсивном перемешивании и температуре 60°C . Происходит постепенное растворение соли ГХПА за счет восстановления Pt(IV) до Pt(II) по реакции:



Параллельно реакции (1) протекает реакция восстановления примеси палладия: Pd(II) до Pd(0) с соосаждением некоторого количества платины, что проявляется после

полного растворения ГХПА появлением в растворе H_2PtCl_4 осадка черни, содержащего сумму палладия и платины ($\Sigma \text{Pd,Pt}$).

Перед фильтрацией этого осадка раствор выдерживают в течении 30 мин. без подачи газа для коагуляции осадка $\Sigma \text{Pd,Pt}$. Затем повторно приготавливают пульпу технической соли гексахлороплатината аммония, в которую добавляют фильтрат, представляющий собой полученный на предыдущей стадии раствор H_2PtCl_4 , повторно обрабатывают смешанную пульпу монооксидом углерода, затем повторяют все операции предыдущей стадии, при этом осаждают чистую соль гексахлороплатината аммония, затем осадок отфильтровывают и промывают на фильтре 10% водным раствором хлористого аммония, высушивают и наконец полученную соль прокаливают при температуре 1000°C с получением в дальнейшем пластичной платиновой губки.

Изобретение характеризуется следующими примерами выполнения способа. Для экспериментов использовали осадок технической соли ГХПА, выделенный их технологического раствора. Эту соль в количестве 5 г прокаливают при температуре 1000°C и в полученной платиновой губке определяют содержание палладия и родия: Pd - 0,36%; Rh - 1,04%.

Пример 1. Пульпу 5,0 г ГХПА в 50 мл воды обрабатывают монооксидом углерода путем его барботирования через раствор при интенсивном перемешивании, атмосферном давлении и температуре 60°C . Полное растворение осадка ГХПА происходит через 9 ч 15 мин. с образованием раствора H_2PtCl_4 (красная окраска) и выделением черного осадка $\Sigma \text{Pd,Pt}$.

Полученную соль прокаливают при температуре 1000°C с получением в дальнейшем пластичной платиновой губки.

Пример 2. При подготовке 5,0 г пульпы ГХПА в 50 мл воды в пульпу добавляют раствор H_2PtCl_4 , полученный по Примеру 1 в количестве, обеспечивающим определенное соотношение Pt(II) к Pt(IV) в растворе ГХПА. При это соотношение Т:Ж=1:10. Подготовленные таким образом пульпы обрабатывают монооксидом углерода в условиях, аналогичных примеру 1, и определяли время полного растворения ГХПА. Полученную соль прокаливают при температуре 1000°C с получением в дальнейшем пластичной платиновой губки, которую анализируют на содержание палладия и родия: Pd - 0,01%; Rh - 0,02%.

Остальные примеры и полученные результаты представлены в табл. 1

Из таблицы 1 видно, что наименьшее время растворения ГХПА в пульпе достигается при соотношении в растворе Pt(II): Pt(IV) не более 2%.

В примере 5 после растворения ГХПА через 69 мин. обработку монооксидом углерода продолжают еще 10 мин., после чего реактор закрывают и оставляют на 30 мин. для коагуляции выделившейся черни $\Sigma \text{Pd, Pt}$. Затем осадок отфильтровывают и промывают на фильтре 1М раствором соляной кислоты. Фильтрат, представляющий собой раствор H_2PtCl_4 , окисляют хлором до значения окислительно-восстановительного потенциала (ОВП), равного 650 мВ, и охлаждают до комнатной температуры. При этом осаждается чистая соль ГХПА. Осадок отфильтровывают и промывают на фильтре 10% водным раствором хлористого аммония. После высушивания полученную соль ГХПА прокаливают при температуре 1000°C . В результате получают пластичную платиновую губку, которую анализируют на содержание палладия и родия: Pd - 0,01%; Rh - 0,02%.

Анализ приведенных данных показывает, что предлагаемый способ позволяет повысить качество конечного продукта (платиновой губки) как по содержанию примесей, так и по пластичности.

Условия растворения ГХПА (примеры 1-5)

№ примера	Соотношение Pt(II) : Pt(IV) в пульпе, % масс.	Время полного растворения ГХПА
1	0	9 ч 15 мин.
2	1	1 ч 50 мин.
3	2	1 ч 10 мин.
4	4	1 ч 11 мин.
5	2	1 ч 9 мин.

(57) Формула изобретения

Способ извлечения платины из технической соли гексахлороплатината аммония, включающий приготовление водной пульпы гексахлороплатината аммония и обработку ее монооксидом углерода СО при интенсивном перемешивании, атмосферном давлении и температуре 60°C до полного растворения соли, отделение осадка платины и палладия, обработку раствора H_2PtCl_4 хлором и отделение осадка чистой соли

гексахлороплатината аммония с последующим прокаливанием, вызывающим восстановление палладия и осаждение платины в количестве 5-10%, отличающийся тем, что повторно приготавливают пульпу технической соли гексахлороплатината аммония, в которую добавляют фильтрат, представляющий собой полученный на предыдущей стадии раствор H_2PtCl_4 , в количестве, необходимом для получения в смешанной пульпе соотношения Pt(II): Pt(IV), равного 2%, затем смешанную пульпу повторно обрабатывают монооксидом углерода СО с повторением при этом всех операций предыдущей стадии, после этого осаждают чистую соль гексахлороплатината аммония, а осадок отфильтровывают и промывают на фильтре 10%-ным водным раствором хлористого аммония, высушивают и прокаливанием получают пластичную платиновую губку.