УКРАЇНА

(19) UA (11) 36293 (13) U

(51) МПК (2006)
C25C 1/00
C22B 11/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ

ОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під відповідальність власника патенту

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ПОРОШКУ ПАЛАДІЮ З ПАЛАДІЄВМІСНОГО БРУХТУ

(21) u200804530
(22) 09.04.2008
(24) 27.10.2008
(46) 27.10.2008, Бюл.№ 20, 2008 р.
(72) БАЙРАЧНИЙ БОРИС ІВАНОВИЧ, UA, ЛЯШОК ЛАРИСА ВАСИЛІВНА, UA, ОРЄХОВА ТЕТЯНА ВАСИЛІВНА, UA, АФОНІНА ІРИНА ОЛЕКСАНДРІВНА, UA
(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ", UA

(57) Спосіб отримання порошку паладію з паладієвмісного брухту, який включає вилуговування хімічне або електрохімічне з наступним одержанням дихлордіамінпаладію та відновленням його електролізом з розділеним анодним і катодним просторами, який **відрізняється** тим, що відновлення проводять в пульпі кристалічного дихлордіамінпаладію в розчині 2-3 М хлоридної кислоти, який додатково містить відновник - форміатну кислоту, при температурі 50-60 °С і густині струму 60-65 А/дм^2.

1

Корисна модель відноситься до гідроелектрометалургії благородних металів і може бути використана для отримання порошку паладію з паладієвмісного брухту.

Відомий спосіб отримання афінованого паладію з технічної солі транс-дихлордіамінпаладію [1]. Спосіб передбачає розчинення технічної першої солі транс-дихлордіамінпаладію в аміачній воді, очистку розчина від домішок обробкою пульпи розчином солі ортофосфорної кислоти у вигляді розчина, відокремлення осаду домішок фільтрацією, дією HCl осадження з розчину чистої другої солі транс-дихлордіамінпаладію, прокалювання солі до металу. У результаті такої обробки зростає чистота отриманого порошку паладію, але кількість оборотних вод при цьому збільшується. Крім того, дихлордіамінпаладій не можливо повністю вилучити з розчину, що приводить до втрати паладію, при цьому втрата металу може бути 10% та вище. До того ж при прокалюванні солі дихлордіамінпаладію частина паладію уноситься разлагаючимися парами, при цьому втрати паладію при отримані невеликих кількостей металу (1...10г) можуть досягати 20%.

Відомий також електрохімічний спосіб вилучення паладію з матеріалів, які його містять [2]. Цей спосіб був взятий як найближчий аналог. Відновлення паладію ведуть електроекстракцією з розчину, одержаного розчиненням кристалічного транс-дихлордіамінпаладію у 5-6 М хлорводневій кислоті, при заданому потенціалі і температурі 25-30°С.

2

Недоліком існуючого способу вилучення порошку паладія є недостатня швидкість процесу. При заданій температурі 25-30°С електроліз протікає достатньо повільно.

Таким чином, задачею корисної моделі є підвищення швидкості проведення електролізу і збільшення продуктивності процесу.

Технічний результат досягається тим, що відзнакою від відомого способу, який включає електроекстракцію з розчину, одержаного розчиненням кристалічної солі транс-дихлордіамінпаладію у 5-6 М хлорводневій кислоті при заданому потенціалі і температурі 25-30°С, пропонується вести електроліз паладію з розчину вказаної солі паладію у 2-3 М хлорводневій кислоті, який додатково містить форміатну кислоту, при температурі 50-60°С.

Електроекстракція паладію з розчину 2-3 М хлорводневої кислоти при температурі 50-60°С дозволяє збільшити швидкість процесу вилучення порошку паладію з розчину. Принциповою відзнакою запропонованого процесу отримання паладію від відомого є те, що в якості відновника використовують форміатну кислоту, яка одночасно прискорює швидкість процесу і збільшує ступінь вилучення порошку. Форміатну кислоту додають у кількості, яка відповідає залишковій концентрації іонів паладію. Необхідна кількість розраховується по реакції. Необхідний оптимальний мінімум складає 0,4-0,5г/л. Якщо концентрація форміатної кислоти буде менш ніж оптимальна, її буде не вистачати для повного відновлення паладію. Концентрація більш ніж 0,5-0,6г/л буде надлишко-

(19) UA (11) 36293 (13) U

вою.

Спосіб, згідно з корисною моделлю, реалізують наступним чином.

Приклад.

Електроекстракцію паладію з одержаного розчину здійснюють у електролізері з розділеним анодним та катодним простором, з нерозчинним анодом (наприклад, графітовим) та катодом з нержавіючої сталі.

В якості католіту використовують 50г сухої кристалічної солі дихлордіамінпаладію (в перерахунку на метал - 63г/л) і 2М хлоридної кислоти. Анодний простір заповнюють розчином 2М хлориду натрію.

Електроліз проводять у дві стадії. Перша стадія процесу відбувається при потенціалі 1,3-1,4 В на допоміжному катоді при малій густині струму. У потенціостатичному режимі висаджуються присутні домішки неблагородних металів. Закінчення першої стадії електролізу встановлюють по результатам аналізів. Допоміжний катод з осадком дістають з електролізера. Електроліт фільтрують.

Другу стадію електролізу ведуть у потенціостатичному режимі при потенціалі 1,6-1,65В з робочим катодом з нержавіючої сталі, до вмісту паладію у розчині не більше 1г/л. Електроліз ведуть при температурі 50-60°С, тривалість процесу до 60 хвилин.

Тривалість процесу залежить від вмісту іонів паладію в розчині. Електроліз проводять до концентрації паладію 1г/л. Далі додають форміатну кислоту у кількості, яка відповідає залишковій концентрації іонів паладію. Вплив концентрації форміатної кислоти в електроліті на вихід готового продукта, порошку паладія, представлений в табл. 1.

Інтервал температур 50-60°С вибраний на основі експериментальних даних. Результати дослідів наведені в табл. 2.

Вплив концентрації хлоридної кислоти на тривалість процесу і вихід за струмом паладію наведений в табл. 3.

У результаті електроекстракції одержують порошок металевого паладію чистотою 99,99%, катодний вихід за струмом 95-99%.

Таблиця 1

Концентрація форматної кислоти, г/л	Ступінь вилучення, %	Чистота паладію, %	Вихід по речовині, %
0,2	95	99,99	98,50
0,4	99	99,99	99,99
0,6	97	99,99	99,40

Таблиця 2

Температура, °С	Густина струму, А/дм^2	Тривалість процесу, хв	Вихід за струмом, %	Чистота паладію, %	Вихід по речовині, %
40	50	60	79	98,00	87,4
50	50	45	93	99,00	95,6
60	60	25	98	99,99	99,9
70	70	15	57	95,00	65,7

Таблиця 3

Концентрація хлоридної кислоти, моль/л	Густина струму, А/дм^2	Тривалість процесу, хв	Вихід за струмом, %	Чистота паладію, %	Вихід по речовині, %
1,0	50	35	67,0	99,00	73
2,0	60	15	98,0	99,99	99
3,0	60	15	96,5	99,90	98
4,0	55	20	80,6	98,50	85

Таблиця 4

Порівняльні результати

Параметр процесу	Спосіб	
	Відомий	Запропонований
Концентрація форматної кислоти, г/л	-	0,4-0,5
Концентрація хлоридної кислоти, моль/л	5-6	2-3
Температура процесу, °С	25-30	50-60
Катодна густина струму, А/дм^2	50-60	50-60
Вихід за струмом, %	90-99	95-99
Чистота паладію, %	99,99	99,99

Як видно з наведених даних, використання описаного способу отримання порошку паладію дозволяє інтенсифікувати процес вилучення металевого порошку, а також отримати паладій високої ступені чистоти при виході за струмом 95-99%.

Використання запропонованого способу отримання порошку паладію з паладійвмісного брухту дозволяє підвищити швидкість проведення електролізу і збільшити повноту вилучення метала з електроліту, внаслідок того що вилучення паладія ведуть в розчині 2-3 М хлоридної кислоти, який додатково містить відновник - форміатну кислоту, при температурі 50-60°С і густині струму 60-65А/дм^2.

Джерела інформації:

1. пат. RU №2195509 2001.03.13
2. пат. UA №32700 А 2001.02.15

Комп'ютерна верстка Л. Купенко Підписне Тираж 28 прим.

Міністерство освіти і науки України

Державний департамент інтелектуальної власності, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601