



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113293301 B

(45) 授权公告日 2022. 05. 03

(21) 申请号 202110559263.6
(22) 申请日 2021.05.21
(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 113293301 A

C22B 11/02 (2006.01)
C22B 11/00 (2006.01)
C22B 3/34 (2006.01)
C22B 3/38 (2006.01)
B22F 9/22 (2006.01)

(43) 申请公布日 2021.08.24
(73) 专利权人 北京科技大学
地址 100083 北京市海淀区学院路30号
专利权人 北京科技大学顺德研究生院

审查员 赵业青

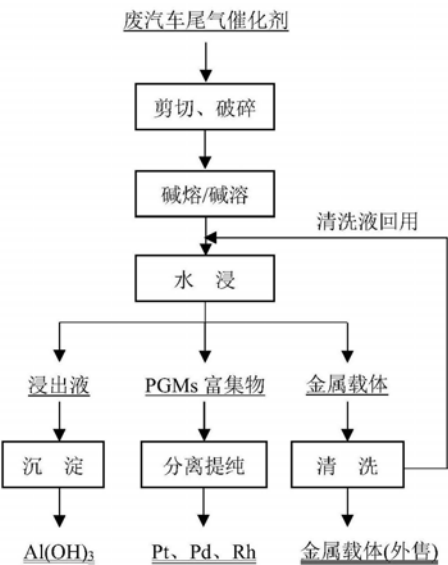
(72) 发明人 丁云集 张深根
(74) 专利代理机构 北京市广友专利事务所有限
责任公司 11237
代理人 张仲波

(51) Int. Cl.
C22B 7/00 (2006.01)
C22B 1/02 (2006.01)

权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称
一种金属载体废汽车尾气催化剂回收铂族金属的方法

(57) 摘要
本发明涉及铂族金属 (PGMs) 回收技术领域, 提供了一种金属载体废汽车尾气催化剂回收铂族金属的方法。该方法包括如下步骤: 将金属载体废汽车尾气催化剂破碎、剪切成片, 然后将片状废催化剂碱熔或碱溶选择性溶解 Al_2O_3 涂层, 实现金属载体、PGMs和 Al_2O_3 涂层高效分离, 片状金属载体清洗后售, PGMs富集物经分离提纯得到纯度为99.99%以上的Pt、Pd、Rh产品。本发明不需溶解载体实现PGMs的高效回收, 具有物耗能耗低、PGMs回收率高、成本低等特点, 适合于工业化生产。



1. 一种金属载体废汽车尾气催化剂回收铂族金属的方法, 其特征在于, 所述方法包括如下步骤:

(1) 破碎、剪切: 首先将金属载体废汽车尾气催化剂破碎、剪切成片;

(2) 碱熔/碱溶: 将片状废催化剂与碱混合, 将混合物置于炉内碱熔焙烧后水浸; 或者不经过焙烧, 直接将片状废催化剂加入到碱液中溶解浸出;

(3) 富集分离: 从浸出液中分离不溶的片状金属载体, 清洗后外售; 过滤分离浸出液和PGMs富集物;

(4) 提纯: PGMs富集物经分离提纯得到Pt、Pd、Rh产品;

所述步骤(1)中废汽车尾气催化剂剪切成 $1-20\text{cm}^2$ 的片状物;

所述步骤(4)中PGMs富集物经提纯得到99.99%以上Pt、Pd、Rh产品;

所述步骤(2)中的碱为氢氧化钠、氢氧化钾、碳酸钠、碳酸钾中的任一种或两种以上;

所述步骤(2)中需要焙烧时, 碱熔过程中碱与废汽车尾气催化剂质量比为 $0.5:1-2:1$, 温度为 $600-1000^\circ\text{C}$, 碱熔时间为 $30-240\text{min}$;

所述步骤(2)中不经过焙烧时, 碱溶过程固液比 $1:3-1:10$, 温度为 $30-95^\circ\text{C}$, 碱溶时间为 $30-180\text{min}$;

所述步骤(4)所述PGMs富集物分离具体提纯步骤为:

①酸解: 首先采用王水或 $\text{HCl}+\text{NaClO}_3$ 溶解PGMs富集物, 得到PGMs溶液;

②除杂: 采用阳离子交换树脂去除PGMs溶液中 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Na^+ 杂质离子;

③提纯Pd: 经纯化后的PGMs溶液调节 H^+ 浓度 $0.1-2.0\text{mol/L}$, 用二异戊基硫醚萃取Pd, 有机相与溶液体积比 $0.5:1-2:1$, 萃取温度 $20-60^\circ\text{C}$; 然后采用 $0.1-2.0\text{mol/L}$ 氨水反萃, 反复萃取2-4次, 最后用甲醛还原获得99.99%的Pd;

④提纯Pt: 调节萃Pd余液 H^+ 浓度 $2.0-6.0\text{mol/L}$, 采用磷酸三丁酯萃取Pt, 有机相与溶液体积比 $2:1-6:1$, 萃取温度 $40-70^\circ\text{C}$; 然后采用 $2.0-6.0\text{mol/L}$ 盐酸反萃, 反复萃取2-4次, 最后用甲醛还原获得99.99%的Pt;

⑤提纯Rh: 萃Pt余液用氯化铵饱和溶液沉淀Rh获得 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$, 用无水乙醇洗涤2-3次; 洗净后的 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$ 在 $600-1000^\circ\text{C}$ 下煅烧2-4h, 再通氢还原得到Rh粉, Rh粉分别用 HCl 、 HF 反复煮沸2-3次, 最后用去离子水洗涤、烘干最终得到99.99%的Rh;

采用所述方法PGMs回收率大于99%。

一种金属载体废汽车尾气催化剂回收铂族金属的方法

技术领域

[0001] 本发明属于再生铂族金属领域,特别涉及从金属载体废汽车尾气催化剂回收铂族金属的方法。

背景技术

[0002] 汽车尾气催化剂作为铂族金属最大的应用领域之一,每年消耗45%铂、65%钯和85%铑。因此,废汽车尾气催化剂也是铂族金属最重要的二次资源。我国是汽车产量和保有量最大的国家,2020年,我国机动车保有量超过3.5亿量,报废量约1000万辆,PGMs资源量达到15-20吨,经济价格超过100亿元。

[0003] 报废汽车尾气催化剂回收铂族金属的主要方法有等离子熔炼法、火法氯化与挥发法、金属捕集法、加压氰化法、活性组分溶解法等。上述方法主要针对堇青石载体的催化剂,技术比较成熟,但并不适用于金属载体汽车尾气催化剂。目前,每年约有15万支的金属载体失效汽车尾气催化剂等待处理,铂族金属储量不可忽视。

[0004] 中国发明专利(申请号:201510285196.8)公开了一种失效金属载体汽车尾气催化剂直接高温熔化,然后通过快速冷却或雾化喷粉获得颗粒细小的合金,再加酸选择性浸出贱金属,经过过滤和洗涤,获得铂族金属精矿,实现铂族金属高效富集。此方法利用金属载体作为铂族金属捕集剂,不需要加任何捕集剂,工艺流程操作简单,铂族金属回收率高,但富集比低,后续贱金属浸出物耗高,废水量大,环境负担重。为不溶解金属载体,中国发明专利(申请号:201410476555.3)公开了通过破碎、超声将铂族金属从铁载体上分离,获得含铂族金属的粉体,再通过高温焙烧粉体,最后在反应釜中用 $\text{HCl}+\text{Cl}_2$ 浸出铂族金属。该方法虽然不用溶解铁载体,但超声法剥离铂族金属效率低,回收率低。

发明内容

[0005] 针对现有金属载体废汽车尾气催化剂回收过程载体全溶物耗能耗高、超声-酸浸回收率低等问题,本发明提供了一种低成本、高效绿色剥离铂族金属的方法,采用碱熔或碱溶解金属载体表层氧化铝涂层,不溶解金属载体直接剥离富集铂族金属。

[0006] 本发明采用如下技术方案:

[0007] 一种金属载体废汽车尾气催化剂回收铂族金属的方法,其特征在于,所述方法包括如下步骤:

[0008] (1) 破碎、剪切:首先将金属载体废汽车尾气催化剂破碎、剪切成片;

[0009] (2) 碱熔或碱溶:将片状废催化剂与碱混合,将混合物置于炉内碱熔焙烧后水浸;或者不经过焙烧,直接将片状废催化剂加入到碱液中溶解浸出;

[0010] (3) 富集分离:从浸出液中分离不溶的片状金属载体,清洗后外售;过滤分离浸出液和PGMs富集物;

[0011] (4) 提纯:PGMs富集物经分离提纯得到Pt、Pd、Rh产品。

[0012] 进一步地,所述步骤(1)中废汽车尾气催化剂剪切成 $1-20\text{cm}^2$ 的片状物。

[0013] 进一步地,所述步骤(2)中的碱为氢氧化钠、氢氧化钾、碳酸钠、碳酸钾中的任一种或两种以上。

[0014] 进一步地,所述步骤(2)中需要焙烧时,碱熔过程中碱与废汽车尾气催化剂质量比为0.5:1-2:1,温度为600-1000℃,碱熔时间为30-240min。

[0015] 进一步地,所述步骤(2)中不经过焙烧时,碱溶过程固液比1:3-1:10,温度为30-95℃,碱溶时间为30-180min。

[0016] 进一步地,所述PGMs富集物分离提纯步骤为:

[0017] ①酸解:首先采用王水或 $\text{HCl}+\text{NaClO}_3$ 溶解PGMs富集物,得到PGMs溶液;

[0018] ②除杂:采用阳离子交换树脂去除PGMs溶液中 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Na^{+} 等杂质离子;

[0019] ③提纯Pd:经纯化后的PGMs溶液调节 H^{+} 浓度0.1-2.0mol/L,用二异戊基硫醚萃取Pd,有机相与溶液体积比0.5:1-2:1,萃取温度20-60℃;然后采用0.1-2.0mol/L氨水反萃,反复萃取2-4次,最后用甲醛还原获得99.99%的Pd;

[0020] ④提纯Pt:调节萃Pd余液 H^{+} 浓度2.0-6.0mol/L,采用磷酸三丁酯萃取Pt,有机相与溶液体积比2:1-6:1,萃取温度40-70℃;然后采用2.0-6.0mol/L盐酸反萃,反复萃取2-4次,最后用甲醛还原获得99.99%的Pt;

[0021] ⑤提纯Rh:萃Pt余液用氯化铵饱和溶液沉淀Rh获得 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$,用无水乙醇洗涤2-3次;洗净后的 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$ 在600-1000℃下煅烧2-4h,再通氢还原得到Rh粉,Rh粉分别用 HCl 、 HF 反复煮沸2-3次,最后用去离子水洗涤、烘干最终得到99.99%的Rh。

[0022] 进一步地,采用所述方法PGMs回收率大于99%。

[0023] 本发明通过分析金属载体废汽车尾气催化剂中铂族金属赋存状态和负载形式,提出了采用碱熔或碱溶法剥离铂族金属的方法,不仅实现了铂族金属的高效低成本回收,还避免了溶解金属载体,物耗能耗低、环境友好,为金属载体废催化剂铂族金属的回收提供了新思路和新方法。

[0024] 本发明原理如下:

[0025] 基于金属载体汽车尾气催化剂制备工艺的特点,即PGMs负载于金属载体表层的 Al_2O_3 涂层,本发明提供的方法利用该特点,以碱熔或碱溶方法选择性溶解 Al_2O_3 涂层,金属载体与PGMs不与碱发生化学反应,实现PGMs、金属载体、 Al_2O_3 涂层高效分离,避免了金属载体的溶解的同时提高了PGMs的回收率。

[0026] 本发明有益效果为:

[0027] (1) 本发明所述方法实现了金属载体废汽车尾气催化剂全组分资源化利用;

[0028] (2) 本发明所述方法采用碱熔或碱溶方法选择性溶解 Al_2O_3 涂层,实现了PGMs、金属载体、 Al_2O_3 涂层高效分离,具有成本低、物耗能耗低、PGMs分离效果高等优点;

[0029] (3) 本发明所述方法获得的PGMs富集物中PGMs富集倍数高,减少了后续分离提纯的物耗能耗;

[0030] (4) 本发明所述萃取提纯PGMs直收率高,获得的PGMs产品纯度99.99%以上。

附图说明

[0031] 图1所示为本发明实施例一种金属载体废汽车尾气催化剂全组分利用的方法工艺流程图。

具体实施方式

[0032] 下文将结合具体附图详细描述本发明具体实施例。应当注意的是,下述实施例中描述的技术特征或者技术特征的组合不应当被认为是孤立的,它们可以被相互组合从而达到更好的技术效果。在下述实施例的附图中,各附图所出现的相同标号代表相同的特征或者部件,可应用于不同实施例中。

[0033] 本发明实施例一种金属载体废汽车尾气催化剂全组分利用的方法工艺流程图如图1所示,所述方法将金属载体废汽车尾气催化剂破碎、剪切成片,然后将片状废催化剂碱熔或碱溶选择性溶解 Al_2O_3 涂层,实现金属载体、PGMs和 Al_2O_3 涂层高效分离,片状金属载体清洗后外售,PGMs富集物经分离提纯得到纯度为99.99%以上的Pt、Pd、Rh产品。

[0034] 以下结合具体实施例对本发明的实现进行详细描述:

[0035] 实施例1

[0036] 将金属载体废汽车尾气催化剂剪切成 1cm^2 的片状物,与质量比为0.5:1的氢氧化钠混匀,混合物经 600°C 焙烧240min。以固液比1:3在 30°C 下溶解焙烧产物获得PGMs富集物和金属载体,溶解时间为180min。采用王水在 80°C 下溶解PGMs,再利用732阳离子交换树脂去除PGMs溶液中 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Na^+ 等杂质离子。

[0037] 经纯化后的PGMs溶液调节 H^+ 浓度 0.1mol/L ,用二异戊基硫醚萃取Pd,有机相与溶液体积比0.5:1,萃取温度 20°C ;然后采用 0.1mol/L 氨水反萃,反复萃取4次,最后用甲醛还原获得99.99%的Pd。调节萃Pd余液 H^+ 浓度 2.0mol/L ,采用磷酸三丁酯萃取Pt,有机相与溶液体积比2:1,萃取温度 40°C ;然后采用 2.0mol/L 盐酸反萃,反复萃取2次,最后用甲醛还原获得99.99%的Pt;萃Pt余液用氯化铵饱和溶液沉淀Rh获得 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$,用无水乙醇洗涤3次;洗净后的 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$ 在 600°C 下煅烧2h,再通氢还原得到Rh粉,Rh粉分别用HCl、HF反复煮沸3次,最后用去离子水洗涤、烘干最终得到99.99%的Rh。

[0038] 实施例2

[0039] 将金属载体废汽车尾气催化剂剪切成 5cm^2 的片状物,与质量比为1:1的氢氧化钾混匀,混合物经 700°C 焙烧200min。以固液比1:4在 50°C 下溶解焙烧产物获得PGMs富集物和金属载体,溶解时间为140min。采用王水在 90°C 下溶解PGMs,利用732阳离子交换树脂去除PGMs溶液中 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Na^+ 等杂质离子。

[0040] 经纯化后的PGMs溶液调节 H^+ 浓度 0.5mol/L ,用二异戊基硫醚萃取Pd,有机相与溶液体积比1:1,萃取温度 30°C ;然后采用 0.5mol/L 氨水反萃,反复萃取4次,最后用甲醛还原获得99.99%的Pd。调节萃Pd余液 H^+ 浓度 3.0mol/L ,采用磷酸三丁酯萃取Pt,有机相与溶液体积比3:1,萃取温度 50°C ;然后采用 3.0mol/L 盐酸反萃,反复萃取3次,最后用甲醛还原获得99.99%的Pt;萃Pt余液用氯化铵饱和溶液沉淀Rh获得 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$,用无水乙醇洗涤3次;洗净后的 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$ 在 700°C 下煅烧3h,再通氢还原得到Rh粉,Rh粉分别用HCl、HF反复煮沸3次,最后用去离子水洗涤、烘干最终得到99.99%的Rh。

[0041] 实施例3

[0042] 将金属载体废汽车尾气催化剂剪切成 10cm^2 的片状物,与质量比为3:1的碳酸钠混匀,混合物经 800°C 焙烧120min。以固液比1:5在 30°C 下溶解焙烧产物获得PGMs富集物和金属载体,溶解时间为180min。采用王水在 95°C 下溶解PGMs,再利用732阳离子交换树脂去除PGMs溶液中 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Na^+ 等杂质离子。

[0043] 经纯化后的PGMs溶液调节 H^+ 浓度 2.0mol/L ,用二异戊基硫醚萃取Pd,有机相与溶液体积比 $2:1$,萃取温度 60°C ;然后采用 2.0mol/L 氨水反萃,反复萃取4次,最后用甲醛还原获得99.99%的Pd。调节萃Pd余液 H^+ 浓度 5.0mol/L ,采用磷酸三丁酯萃取Pt,有机相与溶液体积比 $5:1$,萃取温度 60°C ;然后采用 6.0mol/L 盐酸反萃,反复萃取3次,最后用甲醛还原获得99.99%的Pt;萃Pt余液用氯化铵饱和溶液沉淀Rh获得 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$,用无水乙醇洗涤3次;洗净后的 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$ 在 1000°C 下煅烧4h,再通氢还原得到Rh粉,Rh粉分别用HCl、HF反复煮沸2次,最后用去离子水洗涤、烘干最终得到99.99%的Rh。

[0044] 实施例4

[0045] 将金属载体废汽车尾气催化剂剪切成 15cm^2 的片状物,与质量比为 $2:1$ 的碳酸钾混匀,混合物经 1000°C 焙烧30min。以固液比 $1:3.5$ 在 60°C 下溶解焙烧产物获得PGMs富集物和金属载体,溶解时间为100min。采用王水在 70°C 下溶解PGMs,再利用732阳离子交换树脂去除PGMs溶液中 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Na^+ 等杂质离子。

[0046] 经纯化后的PGMs溶液调节 H^+ 浓度 1.5mol/L ,用二异戊基硫醚萃取Pd,有机相与溶液体积比 $1.5:1$,萃取温度 45°C ;然后采用 1.5mol/L 氨水反萃,反复萃取3次,最后用甲醛还原获得99.99%的Pd。调节萃Pd余液 H^+ 浓度 4.0mol/L ,采用磷酸三丁酯萃取Pt,有机相与溶液体积比 $5:1$,萃取温度 60°C ;然后采用 4.0mol/L 盐酸反萃,反复萃取3次,最后用甲醛还原获得99.99%的Pt;萃Pt余液用氯化铵饱和溶液沉淀Rh获得 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$,用无水乙醇洗涤3次;洗净后的 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$ 在 900°C 下煅烧3h,再通氢还原得到Rh粉,Rh粉分别用HCl、HF反复煮沸3次,最后用去离子水洗涤、烘干最终得到99.99%的Rh。

[0047] 实施例5

[0048] 将金属载体废汽车尾气催化剂剪切成 20cm^2 的片状物,以固液比 $1:10$ 的氢氧化钠溶液在 30°C 下溶解选择性剥离PGMs,碱溶时间为180min。采用盐酸和氯酸钠在 90°C 下溶解PGMs富集物,再利用732阳离子交换树脂去除PGMs溶液中 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Na^+ 等杂质离子。

[0049] 经纯化后的PGMs溶液调节 H^+ 浓度 0.5mol/L ,用二异戊基硫醚萃取Pd,有机相与溶液体积比 $0.5:1$,萃取温度 35°C ;然后采用 0.5mol/L 氨水反萃,反复萃取3次,最后用甲醛还原获得99.99%的Pd。调节萃Pd余液 H^+ 浓度 3.0mol/L ,采用磷酸三丁酯萃取Pt,有机相与溶液体积比 $4:1$,萃取温度 70°C ;然后采用 3.0mol/L 盐酸反萃,反复萃取3次,最后用甲醛还原获得99.99%的Pt;萃Pt余液用氯化铵饱和溶液沉淀Rh获得 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$,用无水乙醇洗涤3次;洗净后的 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$ 在 700°C 下煅烧3h,再通氢还原得到Rh粉,Rh粉分别用HCl、HF反复煮沸3次,最后用去离子水洗涤、烘干最终得到99.99%的Rh。

[0050] 实施例6

[0051] 将金属载体废汽车尾气催化剂剪切成 8cm^2 的片状物,以固液比 $1:8$ 的氢氧化钠溶液在 40°C 下溶解选择性剥离PGMs,碱溶时间为150min。采用盐酸和氯酸钠在 80°C 下溶解PGMs富集物,再利用732阳离子交换树脂去除PGMs溶液中 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Na^+ 等杂质离子。

[0052] 经纯化后的PGMs溶液调节 H^+ 浓度 1.2mol/L ,用二异戊基硫醚萃取Pd,有机相与溶液体积比 $1:1$,萃取温度 55°C ;然后采用 1.7mol/L 氨水反萃,反复萃取3次,最后用甲醛还原获得99.99%的Pd。调节萃Pd余液 H^+ 浓度 4.5mol/L ,采用磷酸三丁酯萃取Pt,有机相与溶液体积比 $6:1$,萃取温度 40°C ;然后采用 2.0mol/L 盐酸反萃,反复萃取3次,最后用甲醛还原获得99.99%的Pt;萃Pt余液用氯化铵饱和溶液沉淀Rh获得 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$,用无水乙醇洗涤3次;

洗净后的 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$ 在 900°C 下煅烧 2h, 再通氢还原得到 Rh 粉, Rh 粉分别用 HCl 、 HF 反复煮沸 3 次, 最后用去离子水洗涤、烘干最终得到 99.99% 的 Rh。

[0053] 实施例7

[0054] 将金属载体废汽车尾气催化剂剪切成 8cm^2 的片状物, 以固液比 1:5 的氢氧化钾溶液在 60°C 下溶解选择性剥离 PGMs, 碱溶时间为 100min。采用盐酸和氯酸钠在 70°C 下溶解 PGMs 富集物, 再利用 732 阳离子交换树脂去除 PGMs 溶液中 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Na^+ 等杂质离子。

[0055] 经纯化后的 PGMs 溶液调节 H^+ 浓度 0.2mol/L , 用二异戊基硫醚萃取 Pd, 有机相与溶液体积比 2:1, 萃取温度 35°C ; 然后采用 1.4mol/L 氨水反萃, 反复萃取 3 次, 最后用甲醛还原获得 99.99% 的 Pd。调节萃 Pd 余液 H^+ 浓度 2.5mol/L , 采用磷酸三丁酯萃取 Pt, 有机相与溶液体积比 3:1, 萃取温度 50°C ; 然后采用 4.0mol/L 盐酸反萃, 反复萃取 3 次, 最后用甲醛还原获得 99.99% 的 Pt; 萃 Pt 余液用氯化铵饱和溶液沉淀 Rh 获得 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$, 用无水乙醇洗涤 3 次; 洗净后的 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$ 在 1000°C 下煅烧 2h, 再通氢还原得到 Rh 粉, Rh 粉分别用 HCl 、 HF 反复煮沸 3 次, 最后用去离子水洗涤、烘干最终得到 99.99% 的 Rh。

[0056] 实施例8

[0057] 将金属载体废汽车尾气催化剂剪切成 12cm^2 的片状物, 以固液比 1:3 的氢氧化钠溶液在 95°C 下溶解选择性剥离 PGMs, 碱溶时间为 40min。采用盐酸和氯酸钠在 70°C 下溶解 PGMs 富集物, 再利用 732 阳离子交换树脂去除 PGMs 溶液中 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Na^+ 等杂质离子。

[0058] 经纯化后的 PGMs 溶液调节 H^+ 浓度 0.8mol/L , 用二异戊基硫醚萃取 Pd, 有机相与溶液体积比 1.5:1, 萃取温度 25°C ; 然后采用 2.0mol/L 氨水反萃, 反复萃取 3 次, 最后用甲醛还原获得 99.99% 的 Pd。调节萃 Pd 余液 H^+ 浓度 3.5mol/L , 采用磷酸三丁酯萃取 Pt, 有机相与溶液体积比 4:1, 萃取温度 40°C ; 然后采用 5.0mol/L 盐酸反萃, 反复萃取 2 次, 最后用甲醛还原获得 99.99% 的 Pt; 萃 Pt 余液用氯化铵饱和溶液沉淀 Rh 获得 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$, 用无水乙醇洗涤 3 次; 洗净后的 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$ 在 800°C 下煅烧 3h, 再通氢还原得到 Rh 粉, Rh 粉分别用 HCl 、 HF 反复煮沸 3 次, 最后用去离子水洗涤、烘干最终得到 99.99% 的 Rh。

[0059] 实施例9

[0060] 将金属载体废汽车尾气催化剂剪切成 14cm^2 的片状物, 以固液比 1:8 的氢氧化钠溶液在 30°C 下溶解选择性剥离 PGMs, 碱溶时间为 180min。采用盐酸和氯酸钠在 70°C 下溶解 PGMs 富集物, 再利用 732 阳离子交换树脂去除 PGMs 溶液中 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Na^+ 等杂质离子。

[0061] 经纯化后的 PGMs 溶液调节 H^+ 浓度 1.6mol/L , 用二异戊基硫醚萃取 Pd, 有机相与溶液体积比 1:1, 萃取温度 55°C ; 然后采用 1.8mol/L 氨水反萃, 反复萃取 3 次, 最后用甲醛还原获得 99.99% 的 Pd。调节萃 Pd 余液 H^+ 浓度 4.5mol/L , 采用磷酸三丁酯萃取 Pt, 有机相与溶液体积比 6:1, 萃取温度 40°C ; 然后采用 2.5mol/L 盐酸反萃, 反复萃取 3 次, 最后用甲醛还原获得 99.99% 的 Pt; 萃 Pt 余液用氯化铵饱和溶液沉淀 Rh 获得 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$, 用无水乙醇洗涤 3 次; 洗净后的 $(\text{NH}_4)\text{RhCl}_6$ 在 700°C 下煅烧 3h, 再通氢还原得到 Rh 粉, Rh 粉分别用 HCl 、 HF 反复煮沸 3 次, 最后用去离子水洗涤、烘干最终得到 99.99% 的 Rh。

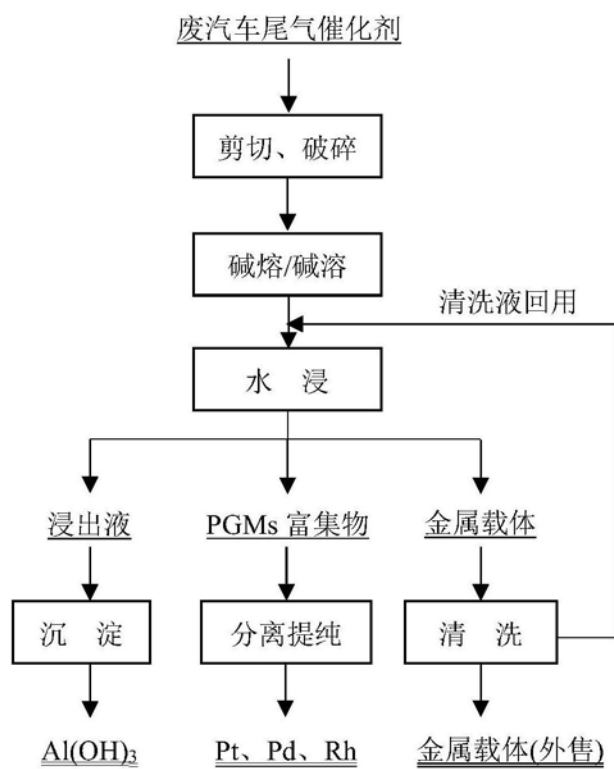


图1