



Республика Таджикистан

(19) **TJ** (11) **423**

(51) МПК **6 C07C 43/263, 303/26, 43/295, 217/84, 217/86, 69/76, 323/20, 323/36, A01N 37/12, 31/14**

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(12) **Описание изобретения** К ПАТЕНТУ

(21) 96000282

(22) 20.07.1996

(46) Бюл. 44 (4), 2006

(71)(73) Сумитомо Кемикал Компани, Лимитед, (JP)

(72) Нориясу Сакамото, Масая Сузуки, Казунори Цусима, Кимитоси Умеда, (JP)

(54) СПОСОБ ОТДЕЛЕНИЯ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ ДРУГ ОТ ДРУГА И ОТ НЕБЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ

(56) 1. Гиллебранд В.Ф. и др. Практическое руководство по неорганическому анализу. Химическая литература, 1957

2. RU 2137854 C1 (Открытое акционерное общество «Уралкалий»), 20.09.1999

3. RU 2038287 C1 (Государственный научно-исследовательский и проектный институт азотной промышленности и продуктов органического синтеза), 27.06.1995

4. RU 2158774 C2 (Шведчиков А.П., Понизовский А.З., Понизовский Л.З., Старобинский В.Я., Крючков С.П., 10.11.2000

(57) Разработан способ отделения благородных металлов Au, Ag, Pt, Pd, Rh, Ir, Os и Ru от суммы неблагородных металлов осадительно-комплексобразовательными и окислительно-восстановительными реакциями. Для отделения щелочных и щелочноземельных металлов от благородных и тяжелых неблагородных металлов в анализируемый раствор вводят хлорид железа (III) при pH=9,5, в результате щелочные и щелочноземельные металлы переходят в раствор. К осадку добавляют 30 мл 2н. NaNO₂, перемешивают и нагревают до 80°C, при этом платиновые металлы и серебро в виде нигритных комплексов переходят в раствор. Золото восстанавливается до металлического состояния и остается в твердой фазе с гидроксидами неблагородных металлов. К раствору нитритов добавляют HCl (1:1) и нагревают до сухих солей, растворяют осадок в 50 мл воды. Серебро оседает в виде хлорида и отделяется от платиновых металлов. Из хлорсоединения отделяют платиновые металлы дробным осаждением до металлического состояния действием специфических восстановителей.

Изобретение относится к области аналитической химии и металлургии благородных металлов и посвящается методам отделения благородных металлов друг от друга и от суммы неблагородных металлов осадительно-комплексобразовательными и окислительно-восстановительными реакциями.

Известен способ отделения платиновых металлов от неблагородных металлов гидролитическим осаждением их в растворах, содержащих платиновые металлы в виде комплексных нитритов (В.Ф. Гиллебранд и другие - Практическое руководство по неорганическому анализу. Из-во «Химическая литература, - М., 1957, с. 378). Суть этого метода заключается в том, что при обработке раствора содержащий хлорсоединения платиновых металлов нитритом натрия, эти

соединения превращаются в растворимые комплексные нитриты. Такое превращение и регулирование pH в условиях гидролитического осаждения позволяет отделить платиновые металлы от некоторых тяжелых неблагородных металлов в областях pH близких к нейтральным.

К недостаткам этого способа относятся:

- не приводятся сведения об отделении платиновых металлов от каких именно тяжелых металлов и о количественных соотношениях отделяемых металлов;
- нет сведений об отделении золота и серебра от неблагородных металлов и не указано о возможности отделения благородных металлов друг от друга и выделения их в виде свободного металла.

Сущность изобретения заключается в разработке способа отделения благородных металлов золота Au, серебра Ag платины Pt палладия Pd, родия Rh, иридия Ir, осмия Os, рутения Ru друг от друга и от тяжелых металлов (Fe, Co, Ni, Mn, Al, Zn, Cu, Cd, Hg, Ti, Zr, V, Mo, W и др.), а также от щелочных и щелочноземельных металлов.

Способ осуществляется путем введения в анализируемый раствор содержащий все указанные металлы в миллиграммовых или граммовых количествах, растворимый соль железа (III) - например, хлорид железа FeCl_3 в расчете 15,5-17,5 мг Fe^{3+} на 50-60 мл анализируемого раствора и действием раствора едкого натрия создают значение водородного показателя $\text{pH}=9,5-10,0$. При этом все тяжелые благородные и неблагородные металлы оседают и соосаждаются с гидроксидом железа $\text{Fe}(\text{OH})_3$ и отделяются от щелочных и щелочноземельных металлов, которые переходят в раствор.

Осадок отделяют от раствора методом декантации и добавляют к нему 35-40 мл 1,5-2,0 мольный раствор нитрита натрия NaNO_2 , перемешивают раствор с осадком и нагревают до 70-80°C в течение 5-7 мин. В этих условиях Ag(I) , Pt(IV) , Pd(II) , Rh(III) , Ir(III) , Os(VI) , Ru(IV) образующие хорошо растворимые и прочные нитритные комплексы переходят в раствор, отделяясь от неблагородных металлов и золота, который под действием NaNO_2 восстанавливается до металлического золота. С помощью плотной фильтровальной бумаги отделяют осадок от раствора нитритных комплексов платиновых металлов и серебра. Для отделения металлического золота от гидроксидов неблагородных металлов к осадку в фильтре постепенно добавляют 2 нормальный раствор азотной кислоты HNO_3 до полного растворения гидроксидов неблагородных металлов. Для разделения платиновых металлов и серебра друг от друга к фильтрату, состоящему из нитритных комплексов, постепенно добавляют HCl (1:1) и нагревают до полного разрушения нитритных комплексов и образования хлоросоединения. Сухой остаток хлоросоединения растворяют в 40-50 мл дистиллированной воды, при этом серебро выпадает в виде осадка хлорида серебра AgCl и отделяется от платиновых металлов, которые переходят в раствор. Раствор отделяют от осадка AgCl и в нем производят отделение платиновых металлов Pt(IV) , Pd(II) , Rh(III) , Ir(III) , Os(VI) и Ru(IV) друг от друга.

Для отделения осмия (VI) от других платиновых металлов к полученному раствору вводят 5-6г полиэтиленовой пластинки и нагревают в водяной бане в течении 2,5-3,0 часов, в результате осмий (VI) восстанавливается до двуокиси осмия OsO_2 , сорбируется на полиэтилене и отделяется от других платиновых металлов.

Для отделения рутения (IV) от других платиновых металлов после отделения осмия, к полученному раствору добавляют азотную кислоту до содержания 10% HNO_3 в составе раствора и перегоняют рутений в виде четырехокиси рутения RuO_4 действием хлора и поглощают RuO_4 солянокислым раствором гидроксиламина $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$, при этом рутений восстанавливается до металлического состояния.

После обработки раствора хлором в растворе могут находиться Pt(IV) , Rh(III) , Ir(IV) и Pd(II) . Из этого раствора Pt(IV) и Ir(IV) оседают в виде осадков $(\text{NH}_4)_2[\text{PtCl}_6]$ и $(\text{NH}_4)_2[\text{IrCl}_6]$. Действием насыщенного раствора хлорида аммония NH_4Cl осадок отделяют от раствора Pd(II) и Rh(III) плотным беззольным фильтром и осадок прокаливают до получения губки, которую затем обрабатывают царской водкой ($\text{HCl}:\text{HNO}_3=3:1$), с целью отделения платины от иридия. При этом платина растворяется в царской водке и отделяется от металлического иридия. При

действии на полученный раствор металлического цинка Zn, платина выделяется в металлическом виде.

Для разделения Pd(II) и Rh(III), к раствору постепенно добавляют 1%-ный раствор диметилглиоксима $C_4N_2H_8O_2$ в 95%-ном этиловом спирте. При этом палладий выпадает в виде диметилглиоксимата палладия $Pd(C_4N_2H_8O_2)_2$, а Rh(III) остается в растворе. Осадок отделяют фильтрованием с беззольным фильтром, сушат и прокаливают на воздухе, затем в токе водорода H_2 и наконец 2 мин в атмосфере углекислого газа CO_2 , при этом получается металлический палладий.

Для выделения родия Rh(III) в металлическом состоянии, раствор нагревают до кипения и пропускают в раствор газообразный сероводород H_2S до полного выпадения сульфида родия Rh_2S_3 , осадок сульфида фильтруют и промывают сначала разбавленной (2:97) серной кислотой, а затем разбавленной (1:99) соляной кислотой. Фильтр с осадком переносят в фарфоровый тигель, высушивают и осторожно прокаливают и охлаждают в токе водорода, в результате получается металлический родий.

Формула изобретения

Способ отделения благородных металлов друг от друга и от неблагородных металлов, **отличающийся тем, что** такое отделение осуществляют путем использования реакции осаждения-комплексобразования и окисления-восстановления, в первой стадии к анализируемому раствору добавляют 15,5-17,5 мг Fe^{3+} и действием едкого натрия при pH=9,5-10,0 осаждают гидроксид железа (III), в результате щелочные и щелочноземельные металлы остаются в растворе, а благородные и тяжелые неблагородные металлы переходят в осадок, к осадку добавляют 25-30 мл 1,5-2,0 н. $NaNO_2$ и нагревают при 70-80 °C, при этом серебро и платиновые металлы в виде нитритных комплексов переходят в раствор, а золото в виде свободного металла остается с осадками гидроксидов неблагородных металлов, раствор нитритных комплексов при нагревании обрабатывают HCl (1:1), в результате серебро оседает в виде $AgCl$, а платиновые металлы в виде нитритных комплексов остаются в растворе и их отделяют друг от друга дробным осаждением в металлическом виде с помощью специфических реагентов - восстановителей.