

团 体 标 准

T/QGCML 931—2023

废旧氨氧化制硝酸用铂催化网提纯工艺

Purification process of platinum catalyzed net for producing nitric acid from waste ammonia oxidation

2023-06-16 发布

2023-06-30 实施

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 化学试剂 2

6 要求 2

7 提纯工艺流程 2

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国城市工业品贸易中心联合会提出并归口。

本文件起草单位：太原华盛丰贵金属材料有限公司、太原化学工业集团有限公司、山西华阳新材料股份有限公司。

本文件主要起草人：白晓宇、孟晋斌、安江辉、赵振东、蔡罗康、王舜邦、吕兴、马刚、任志强、关政、白磊、梁建伟、聂艳君、李慧、杨岚、刘晓伟、卫荣荣、孟志宇、孙志伟、裴少琳。

废旧氨氧化制硝酸用铂催化网提纯工艺

1 范围

本文件规定了废旧氨氧化制硝酸用铂催化网提纯工艺的术语和定义、一般要求、原理、化学试剂、提纯工艺流程。

本文件适用于废旧氨氧化制硝酸用铂催化网的提纯生产加工过程。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 394.1 工业酒精
GB/T 622 化学试剂盐酸
GB/T 626 化学试剂硝酸
GB/T 629 化学试剂 氢氧化钠
GB/T 658 化学试剂氯化铵
GB/T 678 化学试剂 乙醇（无水乙醇）
GB/T 1266 化学试剂 氯化钠
HG/T 3259 工业水合肼

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

废旧氨氧化制硝酸用铂催化网提纯 purification of waste ammonia oxidation to nitric acid with platinum catalytic net

从废旧氨氧化制硝酸用铂催化网中回收贵金属。

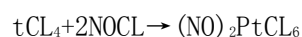
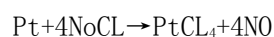
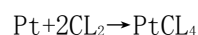
4 原理

4.1 提纯原理

将残网用王水溶解。使贵金属成为络合阴离子，贱金属成为阳离子。通过阳离子树脂交换达到提纯的目的。提纯后的贵金属溶液还原成金属粉，再烧结成块。

4.2 化学反应

4.2.1 王水溶解： $\text{HNO}_3 + 3\text{HCl} \rightarrow \text{Cl}_2 + \text{NOCl} + 2\text{H}_2\text{O}$



4.2.2 赶酸： $(\text{NO})_2\text{PtCl}_6 + 2\text{HCl} \rightarrow \text{H}_2\text{PtCl}_6 + 2\text{NOCl}$

- 4.2.3 转钠盐: $\text{H}_2\text{PtCl}_6 + 2\text{NaCl} \rightarrow \text{Na}_2\text{PtCl}_6 + 2\text{HCl}$
- 4.2.4 离子交换: $\text{R-H} + \text{NaCl} \rightarrow \text{R-Na} + \text{HCl}$
 $3\text{R-Na} + \text{FeCl}_3 \rightarrow \text{R}_3\text{Fe} + 3\text{NaCl}$
- 4.2.5 水合肼还原: $\text{H}_2\text{PtCl}_6 + \text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Pt} + 6\text{HCl} + \text{H}_2\text{O} + \text{N}_2$
- 4.2.6 酸性还原: $\text{Na}_2\text{PdCl}_6 + 4[(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}] \rightarrow \text{Pd} \downarrow + 2\text{NaCl} + 4\text{NH}_4\text{Cl} + 2\text{N}_2 \uparrow + 4\text{H}_2\text{O}$

5 化学试剂

所需化学试剂如下所示:

- 盐酸: 应符合 GB/T 622 的规定;
- 硝酸: 应符合 GB/T 626 的规定;
- 氯化钠: 应符合 GB/T 1266 的规定;
- 氢氧化钠: 应符合 GB/T 629 的规定;
- 氯化铵: 应符合 GB/T 658 的规定;
- 无水乙醇: 应符合 GB/T 678 的规定;
- 工业酒精: 应符合 GB/T 394.1 的规定;
- 工业水合肼: 应符合 HG/T 3259 的规定。

6 要求

6.1 人员要求

人员要求如下:

- 岗位人员应知道本岗位工艺介质的种类、性质及其防护措施,并能正确进行急救;
- 岗位人员应知生产现场防护器材,消防器材的具体存放位置,并能正确的使用,妥善保管;
- 对个人防护器材要妥善保管,会正确使用,接班时要带到岗位上备用;
- 在事故状态时要坚守岗位,及时正确的进行处理,同时向上级汇报;
- 配酸时,必须先将蒸馏水倒入烧杯,然后再倒入 HCl;
- 气焊工作及氧气瓶的保管,应按照气焊工操作法严格执行;
- 下班时应将所有原料、在制品、成品等全部放入保险柜,并检查生产用煤气关闭、泄漏情况,做好清洁工作;
- 各种电器设备不得私自乱动,有问题时可以联系有关电气人员进行修理。

6.2 提纯要求

提纯要求如下:

- 投料前对容器进行检查;
- 投料盘和包料纸清扫干净;
- 赶酸转钠盐时,不能过早加入盐酸,以免影响赶酸效果。转钠盐时要缓慢,防止溢出。氯化钠不要有块状;
- 赶酸转钠盐时必须加入热水,勿加冷水,以防瓶子炸裂;
- 溶解残网用的王水必须现配;
- 还原贵金属时,加水合肼要缓慢,以防溶液冒出。

7 提纯工艺流程

提纯的流程见图1所示,主要流程如下:

- 废旧残网回收回来后,分成小块、烘干,加水和王水,加入量以(一般为 5ml/g),电加热至微沸,保持微沸至残网完全溶解;
- 将王水溶解液加热浓缩至糖浆状,加入盐酸,此过程会产生酸雾气,边加热边加酸,直至无酸雾气体溢出(黄色刺激性气体溢出)为止。再加入氯化钠(以物料的 65%);

- c) 加入热的蒸馏水煮沸溶液，使盐完全溶解，然后自然冷却；用 10%NaOH 调 PH=1，用蒸馏水稀释到贵金属浓度约 10g/L，将调好 PH 的原液进行过滤；液体调 PH=1.5~2.0 待树脂交换用；过滤渣为王水不溶渣，等进一步处理；
- d) 将过滤完调好 PH 的液体用树脂交换，控制流速 150-350ml/min。最后用去离子水冲洗，直到树脂变白，恢复原样。冲洗后的溶液导入缸中，测量 $\text{Fe}^{3+} \leq 0.005\%$ （三价铁离子和 SCN^- 生成一系列红色络合物，所以用 KSCN 检测）；
- e) 导入另一容器，搅拌均匀，分析主元素及杂质元素的含量，合格后进行还原；
- f) 将还原容器开始升温，并开启搅拌器，同时加入水合肼，待母液无色、变清、变亮，停止加水合肼和加热，加入 20%NaOH（视情况而定），调至 PH=7~9，用蒸馏水淋洗粉，直到用硝酸银溶液检测无氯离子；
- g) 将还原好的贵金属粉转入洗氯容器内，然后用蒸馏水洗氯离子，直到用 10%的 AgNO_3 检查无沉淀时，放入蒸发皿中；
- h) 洗去氯后的粉放入烘箱 200℃烘干 2h；
- i) 把烘干的粉装入氧化铝坩埚中放入高温炉内 1000℃烧结 2h；
- j) 烧结成块后供后半部加工使用。

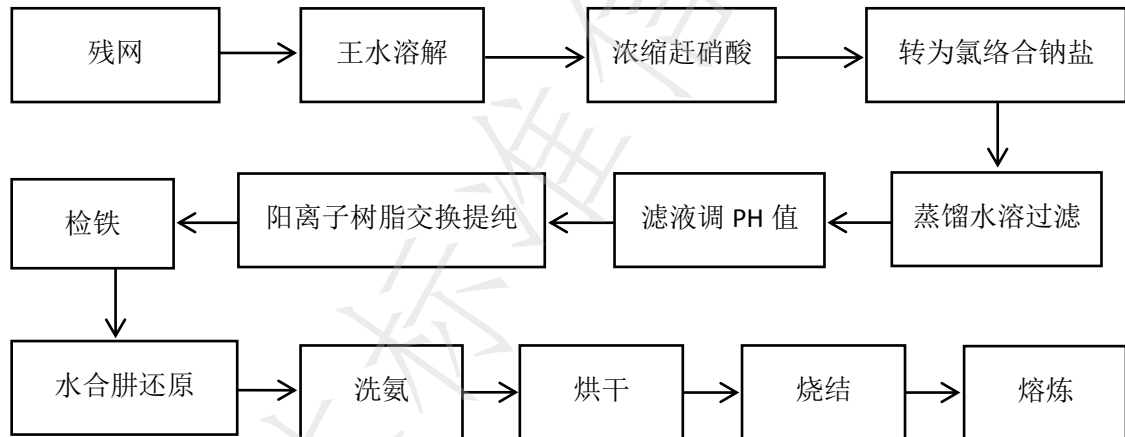


图1 工艺流程图