

(19)



Евразийское
патентное
ведомство

(21) 202292062 (13) A1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2022.10.24(22) Дата подачи заявки
2020.12.18(51) Int. Cl. C22B 3/44 (2006.01)
C22B 3/00 (2006.01)
C22B 11/02 (2006.01)
C22B 1/02 (2006.01)
C22B 1/04 (2006.01)(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ МЕТАЛЛОВ ПЛАТИНОВОЙ ГРУППЫ ИЗ
КАТАЛИЗАТОРОВ, СОДЕРЖАЩИХ КАРБИД КРЕМНИЯ

(31) 20151085.6

(32) 2020.01.10

(33) EP

(86) PCT/EP2020/087265

(87) WO 2021/140012 2021.07.15

(71) Заявитель:
ЮМИКОР (BE)

(72) Изобретатель:

Краувельс Дирк, Ван Ромпе Тим,
Вербрюгген Хильке (BE)

(74) Представитель:

Поликарпов А.В., Соколова М.В.,
Путинцев А.И., Черкас Д.А., Игнатьев
А.В., Билык А.В., Дмитриев А.В.,
Бучака С.М., Бельтюкова М.В. (RU)

(57) Изобретение относится к способу извлечения металлов платиновой группы из содержащих эти металлы катализаторов, в состав которых входит карбид кремния. В частности, способ извлечения металлов платиновой группы, присутствующих в таких катализаторах наряду с карбидом кремния, включает этапы приготовления металлургической шихты путем смешивания содержащих металлы платиновой группы катализаторов с оксидами железа в количестве, достаточном для окисления по меньшей мере 65% карбида кремния, и подачи металлургической шихты и шлакообразователей в плавильную печь, работающую в условиях, допускающих образование расплава железа, содержащего металлы платиновой группы, и жидкого шлака. Получают выходы металлов платиновой группы от хороших до отличных.

A1

202292062

202292062

A1

СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ МЕТАЛЛОВ ПЛАТИНОВОЙ ГРУППЫ ИЗ КАТАЛИЗАТОРОВ, СОДЕРЖАЩИХ КАРБИД КРЕМНИЯ

Настоящее изобретение имеет отношение к способу извлечения металлов платиновой группы (PGM), присутствующих в катализаторах, содержащих металлы платиновой группы, в состав которых входит карбид кремния (SiC).

Такими соединениями, содержащими металлы платиновой группы, могут быть отработанные автомобильные катализаторы (SAC), содержащие каталитические дизельные сажевые фильтры (с-DPF). В основном в с-DPF используется три разных материала подложки: карбид кремния (SiC), титанат алюминия и кордиерит ($2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$). Дизельные двигатели легковых машин чаще оборудованы фильтрами, содержащими SiC. Для дизельных двигателей, работающих в тяжелых условиях эксплуатации (HDD), в основном используется кордиерит, хотя такие двигатели комплектуются и фильтрами, содержащими карбид кремния. Растущая популярность SiC как материала подложки связана с его отличной термостойкостью, увеличивающей срок службы катализатора.

Известный способ, пригодный для извлечения металлов платиновой группы из катализаторов, содержащих металлы платиновой группы, заключается в плавлении катализаторов с образованием шлака и металлической фазы: металлы платиновой группы накапливаются в металлической фазе, которую затем можно дополнительно перерабатывать для концентрирования и отделения металлов платиновой группы. Однако SiC, присутствующий в катализаторах, содержащих металлы платиновой группы, трудно вступает в реакцию и растворяется. Это связано с его химической инертностью и высокой температурой плавления, составляющей около 2700°C . Кроме того, он относительно легкий и имеет свойство всплывать на поверхность плавильной ванны.

Непрореагировавший SiC удерживает часть металлов платиновой группы в шлаке, тем самым уменьшая их переход в металлическую фазу, где они должны накапливаться. Этот недостаток усугубляется, если относительное количество SiC в катализаторах превышает 2,5%, и особенно когда оно превышает 5%.

Тем не менее, в JP 2011032510 описан способ извлечения золота и/или элементов платиновой группы из веществ на основе SiC, в которых содержание SiC превышает 2,5%. Используется двухэтапный процесс.

На первом этапе вещество на основе SiC расплавляют и окисляют в первой печи в присутствии оксида щелочного металла, карбоната щелочного металла и/или гидроксида щелочного металла и оксида, содержащего оксид щелочного металла в качестве основного компонента, и, факультативно, металлической меди. Об относительно высоком потенциале

окисления свидетельствует значительная доля Cu , которая переходит в шлак. Эта потеря Cu со шлаком является существенным недостатком. Шлак действительно необходимо отделить и на втором этапе в восстановительной среде извлекать содержащуюся в нем медь. На упомянутом втором этапе оксид металла, полученный на первом этапе, плавится и восстанавливается во второй печи вместе с восстановителем и металлической медью или оксидом меди. Шлак окислительной печи представляет собой щелочесодержащий шлак.

Упомянутый двухэтапный процесс занимает довольно много времени, а используемые оксиды щелочных металлов могут вызывать потери металлов платиновой группы со шлаком. Эти потери становятся еще более вероятными с увеличением основности шлака, как, например, описано в Morita et al. (Transactions of the Institutions of Mining and Metallurgy: Section C, Mineral Processing and Extractive Metallurgy, Vol. 123, 29-34, 2014) или Wiraseranee et al. (The Japan Institute of Metals and Materials, Materials Transactions, Vol. 55, 1083-1090, 2014).

В CN108441647 и у Zhiwei et al. (JOM: Journal of Metals 69 (9), pages 1553-1562, 2017) описано, что добавками оксида железа можно собирать металлы платиновой группы. Однако в этих документах отсутствуют сведения о возможности обработки SiC и не упоминается проблема препятствования больших количеств SiC извлечению металлов платиновой группы.

В настоящее время установлено, что по меньшей мере один из вышеуказанных недостатков может быть устранен путем одноэтапной плавки, даже если содержание SiC в катализаторах, содержащих металлы платиновой группы, значительно выше 2,5%. Условием для получения хорошего выхода металлов платиновой группы является использование достаточного количества соединения оксида железа, смешанного перед плавкой с катализаторами, содержащими металлы платиновой группы.

В частности, способ извлечения металлов платиновой группы, присутствующих в катализаторах, содержащих металлы платиновой группы и SiC , включает этапы приготовления металлургической шихты путем смешивания катализаторов, содержащих металлы платиновой группы, с оксидом железа в количестве, достаточном для окисления по меньшей мере 65% SiC , и подачи металлургической шихты и шлакообразователей в плавильную печь, работающую в условиях, пригодных для образования жидкого ферросплава, содержащего металлы платиновой группы. На этом этапе материал, содержащий SiC , окисляется оксидом железа, которое восстанавливается до металлического железа, собирающего металлы платиновой группы.

В предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения упомянутый катализатор, содержащий металлы платиновой группы, включает в себя отработанные

автомобильные катализаторы и/или отработанные каталитические дизельные сажевые фильтры.

Термин «металлы платиновой группы» означает элементы Ru, Rh, Pd, Os, Ir и Pt.

Термин «количество, достаточное для окисления 65% SiC» подразумевает, что это количество достаточно для окисления по меньшей мере 65% SiC, присутствующего в исходном материале, принимая во внимание стехиометрическое соотношение. Стехиометрическое соотношение может быть рассчитано из уравнения ожидаемой реакции, посредством которой железо восстанавливается до металлической формы, например, в соответствии с:

$\text{SiC} + \text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{SiO}_2 + \text{CO} + 2 \text{Fe}$ при использовании гематита или $4 \text{SiC} + 3 \text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow 4 \text{SiO}_2 + 4 \text{CO} + 9 \text{Fe}$ при использовании магнетита. Определить уравнение реакции для других оксидов железа не составляет трудностей для специалиста.

В окислительно-восстановительных условиях, преобладающих на этапе плавления, в данном случае предполагается, что оксид железа окисляет SiC по существу до SiO_2 и CO. Этот CO, покидая расплав, может быть дополнительно окислен до CO_2 , т.е. при контакте с окружающим воздухом.

Термин «сплав железа, содержащий металлы платиновой группы» означает, что металлы платиновой группы, присутствующие в исходном материале, в значительной степени переходят в сплав железа. Предпочтительным является выход металлов платиновой группы не менее 80%, причем этот показатель определяется как суммарный выход относительно общего количества всех присутствующих в исходном материале металлов платиновой группы.

Общий выход металлов платиновой группы, составляющий по меньшей мере 80%, обычно достигается при использовании оксида железа в количестве, достаточном для окисления 65% карбида кремния. Однако предпочтителен и более высокий общий выход, например, 98% или 99%. При известном уровне техники может быть необходимо количество оксида железа, достаточное для окисления по меньшей мере 80% SiC.

Использование количества оксида железа значительно меньше стехиометрического соотношения, например, менее 65%, может повлечь за собой неполное окисление SiC и, таким образом, уменьшение выхода металлов платиновой группы. Общий выход металлов платиновой группы ниже 80% считается недостаточным, а выходы не менее 98%, считаются отличными.

Можно использовать и большие количества оксида железа, но превышение стехиометрических соотношений более чем на 200% считается невыгодным не только с экономической точки зрения, но и вследствие образования большого количества железа в

сплаве и, соответственно, излишнему разбавлению металлов платиновой группы. На практике небольшой стехиометрический избыток оксида железа, например, от 10% до 20%, может быть более предпочтительным для обеспечения полного замещения SiC, а также для предотвращения чрезмерного разбавления.

Для достижения высоких общих выходов металлов платиновой группы, предпочтительно при минимальных используемых количествах оксида железа, перед плавкой необходимо смешивать оксид железа с содержащими карбид кремния и металлы платиновой группы катализаторами. Очевидно, что высвобождаемый из оксида железа кислород легче окисляет SiC до SiO_2 и CO, если во время плавки оба реагента непосредственно взаимодействуют.

Еще одним преимуществом настоящего изобретения является отсутствие в процессе обработки пенообразования и увеличение вязкости шлака.

Предпочтительный вариант осуществления настоящего изобретения включает дополнительный этап шлакования части присутствующего в сплаве железа путем продувания через расплав кислорода, тем самым дополнительно концентрируя металлы платиновой группы в расплаве железа.

В предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения в плавильную печь подают соединение никеля, при осуществлении дополнительного этапа шлакования по меньшей мере большей части железа путем продувания расплава кислородом, тем самым концентрируя металлы платиновой группы в расплаве никеля или смеси никеля с железом. Исходный сплав железа и никеля, т.е. перед продуванием расплава кислородом, предпочтительно содержит примерно от 5% до 20% никеля. По меньшей мере 50% железа, присутствующего в расплаве, затем окисляется и переходит в шлак. Значения окислительно-восстановительного потенциала выбирают такими, чтобы никель оставался в металлическом состоянии. Этот дополнительный этап преобразования может привести к получению сплава с более высокой концентрацией металлов платиновой группы.

В предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения содержание SiC составляет более 2,5% катализаторов, содержащих металлы платиновой группы. Новый способ особо применим для переработки катализаторов с содержанием SiC значительно выше упомянутых 2,5%, например, более 5% или более 10%, которые являются неоптимальными для большинства известных способов извлечения. Новый способ подходит и для обработки собственно с-DPF на основе SiC, обычно содержащих около 90% SiC или более.

В предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения катализаторы, содержащие металлы платиновой группы, в состав которых входит SiC,

вместе с оксидом железа, составляют более 80% металлургической шихты. Металлургическая шихта может факультативно содержать шлакообразователи, такие как известь и песок, которые могут быть добавлены в смесь катализатора и оксида железа в соответствующем количестве для образования шлака с температурой перехода в жидкую фазу около 1500°C на диаграмме состояния тройной системы CaO-SiO₂-Al₂O₃. Общее количество шлакообразователей должно предпочтительно не превышать 20% от всей смеси, чтобы сохранить непосредственное взаимодействие SiC с оксидом железа.

Еще один вариант осуществления настоящего изобретения включает дополнительный этап отделения сплава, содержащего металлы платиновой группы, от шлака. Разделение сплава и шлака может быть выполнено путем выпуска расплава.

В предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения оксиды железа выбирают из группы, содержащей Fe₃O₄, или Fe₂O₃, а также соли CaFeO₄ или K₂FeO₄. Оксиды других металлов, например, NiO, CuO или Cu₂O, в предлагаемом способе могут служить той же цели, поскольку они также подходят для концентрирования металлов платиновой группы. Однако из практических и экономических соображений предпочтительны оксиды металлов с более высоким процентным содержанием кислорода, например, 1 моль Fe₂O₃ достаточен для окисления 1 моля SiC, в то время как для тех же целей потребуется 3 моля CuO или NiO.

Катализатор дробят и перемалывают до размера частиц, предпочтительно проходящих через сито 10 меш (2 мм), более предпочтительно проходящих через сито 18 меш (1 мм); альтернативно частицы предпочтительно имеют d₅₀ меньше 2000 мкм, более предпочтительно меньше 1000 мкм, наиболее предпочтительно меньше 500 мкм. При необходимости оксид железа перемалывают до частиц подобного размера. Далее катализатор смешивают с оксидом железа, обычно с использованием механических средств. Показателем однородности смеси служит равномерная окраска смеси.

Полученную смесь, представляющую собой металлургическую шихту, обычно добавляют к жидкой фазе шлака, содержащего от 10% до 40% Al₂O₃, от 20% до 60% SiO₂, от 10% до 40% CaO и от 0% до 15% MgO, расплавленного в восстановительной атмосфере, т. е. при pO₂, от 10⁻¹² атм до 10⁻¹⁴ атм (1•10⁻⁷ — 1•10⁻⁹ Па), предпочтительно приблизительно 10⁻¹³ атм (1•10⁻⁸ Па), так что вещество на основе SiC окисляется, а оксид железа восстанавливается. Теоретические расчеты показывают, что возможно производить процесс в диапазоне pO₂ от 10⁻¹⁰ атм (1•10⁻⁵ Па) до 10⁻¹⁷ атм (1•10⁻¹² Па). Однако работа за пределами предпочтительного диапазона pO₂ от 10⁻¹² атм (1•10⁻⁷ Па) до 10⁻¹⁴ атм (1•10⁻⁹ Па), например, от 10⁻¹⁰ атм (1•10⁻⁵ Па) до 10⁻¹¹ атм (1•10⁻⁶ Па) или от 10⁻¹⁵ атм (1•10⁻¹⁰ Па) до 10⁻¹⁶ атм (1•10⁻¹¹ Па), экономически нецелесообразна и может также

привести к необходимости дополнительных этапов очистки, не нужных в случае предлагаемого способа.

Шлаковая фаза может быть продута N_2 для улучшения перемешивания и обеспечения того, что смесь оксида железа и катализатора будет переведена в расплав.

Пример 1

В этом эксперименте оксид железа добавляют к катализаторам, содержащим металлы платиновой группы и SiC, в стехиометрическом соотношении 1:1, т.е. 1 моль Fe_2O_3 на 1 моль SiC.

750 г шлакообразующего флюса, содержащего 34 % SiO_2 , 26% Al_2O_3 , 14% CaO и 7% MgO, расплавляют и нагревают до температуры $1550^\circ C$ в атмосфере N_2 . После того как смесь полностью расплавлена, в шлак вдувается газообразный азот со скоростью 50 л/ч.

560 г катализатора, содержащего металлы платиновой группы ($d_{50} = 100$ мкм), содержащего 42% SiC, 30% SiO_2 , 20% Al_2O_3 , 0,6% CaO, 3% MgO, 1741 млн^{-1} Pt, 1114 млн^{-1} Pd и 41 млн^{-1} Rh, смешивают с 954 г Fe_2O_3 ($d_{50} 250$ мкм) до получения однородной смеси (Таблица 1). Затем эту смесь загружают порциями, примерно по 50 г за один раз с 5-минутными перерывами между добавлениями, чтобы смесь растворилась и произошла реакция. После того, как все загружено, продолжают продувку газообразным азотом со скоростью 50 л/ч в течение 2 часов. После этого печь выдерживают при температуре $1550^\circ C$ в течение 30 минут, чтобы обеспечить разделение фаз.

Образуется 559,8 г расплава железа высокой плотности, содержащего металлы платиновой группы (нижний слой) и 1567 г шлака низкой плотности (верхний слой) (Таблица 2). Расплав железа содержит 98% Fe, 0,7% C, 1730 млн^{-1} Pt, 1111 млн^{-1} Pd и 41 млн^{-1} Rh. Таким образом, сплав железа собирает металлы платиновой группы с общим выходом более 99%.

Таблица 1: Состав исходного материала

Исходный материал	Масса (г)	Pt (млн^{-1})	Pd (млн^{-1})	Rh (млн^{-1})	FeO_3 (%)	SiC (%)	SiO_2 (%)	Al_2O_3 (%)	CaO (%)	MgO (%)
Шлак	750						34	26	14	7
Шихта	1514	644	412	15	63	15	11	7	0.2	1

Таблица 2: Состав продуктов

Продукт	Масса (г)	Pt (млн^{-1})	Pd (млн^{-1})	Rh (млн^{-1})	Fe (%)	C (%)	SiO_2 (%)	Al_2O_3 (%)	CaO (%)	MgO (%)
Шлак	1567	<5	<5	<5	9		45	32	6	4
Слиток	5598	1730	1111	41	98	0.7				

Пример 2

Оксид железа добавляют к катализаторам, содержащим металлы платиновой группы и SiC в количестве несколько меньшем стехиометрического соотношения, т.е. 0,8 моль Fe_2O_3 на 1 моль SiC.

750 г шлакообразующего флюса, содержащего 34 % SiO_2 , 26% Al_2O_3 , 14% CaO и 7% MgO, расплавляют и нагревают до температуры 1550°C в атмосфере N_2 . После того как смесь полностью расплавится, шлак продувают газообразным азотом со скоростью 50 л/ч.

560 г катализатора, содержащего металлы платиновой группы ($d_{50} = 100$ мкм), который содержит 42% SiC, 30% SiO_2 , 20% Al_2O_3 , 0,6% CaO, 3% MgO, 1741 млн^{-1} Pt, 1114 млн^{-1} Pd и 41 млн^{-1} Rh, смешивают с 763 г Fe_2O_3 ($d_{50} 250$ мкм) до получения однородной смеси.

Затем эту смесь загружают порциями, примерно по 50 г за один раз с 5-минутными перерывами между добавлениями, чтобы смесь растворилась и произошла реакция. После того, как все загружено, продолжают продувку газообразным азотом со скоростью 50 л/ч в течение 2 часов. После этого печь выдерживают при температуре 1550°C в течение 30 минут, чтобы обеспечить разделение фаз.

Образуется 370,1 г расплава железа высокой плотности, содержащего металлы платиновой группы (нижний слой) и 1638 г шлака малой плотности (верхний слой). Расплав железа содержит 87% Fe, 1,6% C, 2585 млн^{-1} Pt, 1659 млн^{-1} Pd и 62 млн^{-1} Rh. Таким образом, сплав железа собирает металлы платиновой группы с общим выходом более 98%.

Самые большие выходы получают при смешивании Fe_2O_3 с SiC в стехиометрическом соотношении, но и использование Fe_2O_3 в количестве несколько меньшем стехиометрического также способно собирать металлы платиновой группы с удовлетворительным выходом.

Сравнительный пример 3

К катализаторам, содержащим металлы платиновой группы и SiC добавляют оксид железа в количестве менее стехиометрического соотношения, т.е. 0,6 моль Fe_2O_3 на 1 моль SiC.

750 г шлакообразующего флюса, содержащего 34% SiO_2 , 26% Al_2O_3 , 14% CaO и 7% MgO, плавят и нагревают до температуры 1550°C в атмосфере N_2 . После полного расплавления смеси, шлак продувают газообразным азотом со скоростью 50 л/ч.

560 г катализатора, содержащего МПГ ($d_{50} 100$ мкм), содержащего 42% SiC, 30% SiO_2 , 20% Al_2O_3 , 0,6% CaO, 3% MgO, 1741 млн^{-1} Pt, 1114 млн^{-1} Pd и 41 млн^{-1} Rh, смешивают с 572 г Fe_2O_3 ($d_{50} = 250$ мкм) до получения однородной смеси.

Затем эту смесь загружают порциями, примерно по 50 г за один раз с 5-минутными перерывами между добавлениями, чтобы смесь растворилась и произошла реакция. После четырех добавлений ванна расплавленного металла становится незначительно вязкой. После того, как все загружено, продолжают продувку газообразным азотом со скоростью 50 л/ч в целом в течение 2 часов. После этого печь выдерживают при температуре 1550°C в течение 30 минут, чтобы обеспечить разделение фаз. В конце ванна сохраняет незначительную вязкость.

Образуется 377,9 г расплава железа высокой плотности, содержащего металлы платиновой группы (нижний слой) и 1457 г шлака малой плотности (верхний слой). Расплав железа содержит 74% Fe, 1,6% C, 1500 млн⁻¹ Pt, 1416 млн⁻¹ Pd и 54 млн⁻¹ Rh. Таким образом, сплав железа собирает Pt с выходом 58%, Pd с выходом 86% и Rh с выходом 88%. Общий выход МПГ составляет 69%, что считается неудовлетворительным.

При использовании оксида железа в количестве всего 60% от стехиометрического количества, ванна становится незначительно вязкой. Вероятно, что причиной являются непрореагировавшие твердые частицы SiC. При этом со шлаком теряется недопустимое количество металлов платиновой группы.

Сравнительный пример 4

К катализаторам, содержащим металлы платиновой группы и SiC добавляют оксид железа в количестве значительно меньше стехиометрического соотношения, т.е. 0,3 моля Fe₂O₃ на 1 моль SiC, и через смесь, вместо газообразного N₂, как в примерах 1, 2 и 3, продувают газообразный O₂.

1595 г шлакообразующего флюса, содержащего 36% SiO₂, 11% Al₂O₃, 38% CaO и 9% MgO, расплавляют и нагревают до температуры 1550°C в атмосфере N₂. Оксид Fe присутствует в недостаточном количестве, поэтому для окисления SiC в шлак вдувают газообразный O₂ в количестве, превосходящем стехиометрическое, со скоростью 100 л/час.

613 г катализатора, содержащего МПГ (d₅₀= 100 мкм), содержащего 57% SiC, 26% SiO₂, 13% Al₂O₃, 0,7% CaO, 2% MgO, 1056 млн⁻¹ Pt, 384 млн⁻¹ Pd и 11,58 млн⁻¹ Rh, смешивают с 450 г Fe₂O₃ (d₅₀= 250 мкм) до получения однородной смеси. Такое количество оксида железа составляет приблизительно 30% от необходимого для полного преобразования присутствующего в пробе SiC.

Затем эту смесь загружают порциями, примерно по 50 г за один раз с 5-минутными перерывами между добавлениями, чтобы смесь растворилась и произошла реакция. Большая часть смеси растворяется, однако небольшая часть оказывается на поверхности шлаковой фазы. Ванна расплавленного металла становится очень вязкой. Через 100 минут

продувку кислородом прекращают. Печь выдерживают при температуре 1550°C в течение 30 минут, для разделения фаз.

Образуется 3,2 г расплава железа (нижний слой) и 2642 г гетерогенной шлаковой фазы (верхний слой). Указанная гетерогенная шлаковая фаза все еще содержит капли сплава, которые невозможно отделить, например, путем выпуска, и которые, следовательно, способствуют потерям металлов платиновой группы со шлаком. Полученный сплав железа содержит 81% Fe, 2,4% Pd, но не содержит ни Pt, ни Rh. Следовательно, сплав железа собирает металлы платиновой группы с общим выходом всего 4,3%. Такой выход совершенно неудовлетворителен. Шлак вязкий и все еще содержит непрореагировавшие частицы SiC.

Кроме того, продувание смеси газообразным O₂ неэффективно для достижения того же результата, что и при использовании оксида железа.

Сравнительный пример 5

Катализаторы, содержащие металлы платиновой группы и SiC, и оксиды железа добавляют в шлак отдельно в стехиометрическом соотношении 1:1, т.е. 1 моль Fe₂O₃ на 1 моль SiC, без предварительного смешивания.

750 г шлакообразующего флюса, содержащего 34 % SiO₂, 26% Al₂O₃, 14% CaO и 7% MgO, расплавляют и нагревают до температуры 1550°C в атмосфере N₂. После того как смесь полностью расплавится, шлак продувают газообразным азотом со скоростью 50 л/ч.

560 г катализатора, содержащего металлы платиновой группы ($d_{50} < 100$ мкм), содержащего 42% SiC, 30% SiO₂, 20% Al₂O₃, 0,6% CaO, 3% MgO, 1741 млн⁻¹ Pt, 1114 млн⁻¹ Pd и 41 млн⁻¹ Rh, загружают порциями, примерно по 30 г за один раз, в шлаковую фазу. После каждого добавления измельченного катализатора в ванну с расплавом добавляют около 50 г Fe₂O₃ ($d_{50} = 250$ мкм), всего 954 г. Для растворения материалов в шлаке и реакции между порциями требуется от 5 минут до 10 минут. После 5 добавлений в верхней части ванны образуется слой пены, который остается там до конца эксперимента.

После полной загрузки продолжают продувку азотом со скоростью 50 л/ч в течение 2 часов. После этого печь выдерживают при 1550°C в течение 30 минут, для разделения фаз.

Образуется 463 г расплава железа высокой плотности, содержащего металлы платиновой группы (нижний слой) и 1691 г шлака малой плотности (верхний слой). Расплав железа содержит 98% Fe, 0,2% C, 1381 млн⁻¹ Pt, 999 млн⁻¹ Pd и 39 млн⁻¹ Rh. Таким образом, сплав железа собирает Pt с выходом 66%, Pd с выходом 74% и Rh с выходом 78%. Общий выход металлов платиновой группы составляет 69%, что считается неудовлетворительным.

Если катализаторы, содержащие металлы платиновой группы и SiC, перед подачей в металлургическую шихту не смешивать с Fe_2O_3 , наблюдается вспенивание, и окисление SiC происходит не полностью. В результате со шлаком теряется недопустимое количество металлов платиновой группы.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ извлечения металлов платиновой группы, присутствующих в содержащих их катализаторах, в состав которых входит карбид кремния, включающий этапы:

- приготовления металлургической шихты путем смешивания катализаторов, содержащих металлы платиновой группы, с оксидом железа в количестве, достаточном для окисления по меньшей мере 65% карбида кремния; а также,

- подачи металлургической шихты и шлакообразователей в плавильную печь, работающую в условиях, допускающих образование расплава железа, содержащего металлы платиновой группы, и жидкого шлака.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что содержащий металлы платиновой группы катализатор представляет собой отработанные автомобильные катализаторы и/или отработанные дизельные каталитические сажевые фильтры.

3. Способ по п. 1 или п. 2, включающий дополнительный этап перевода в шлак части железа, присутствующего в расплаве железа, путем продувки расплава кислородом, концентрируя таким образом металлы платиновой группы в образовавшемся сплаве железа.

4. Способ по п. 1 или п. 2, включающий дополнительный этап перевода в шлак основной части железа, присутствующего в расплаве железа, путем продувки расплава кислородом, отличающийся тем, что в плавильную печь подают соединение никеля, и концентрируя таким образом металлы платиновой группы в никельсодержащем сплаве или железоникелевом сплаве.

5. Способ по любому из пп. 1-4, отличающийся тем, что содержание карбида кремния в катализаторах, содержащих металлы платиновой группы, составляет более 2,5%.

6. Способ по любому из пп. 1-5, отличающийся тем, что смесь катализаторов, содержащих металлы платиновой группы, в состав которых входит карбид кремния с оксидом железа, составляет более 80% металлургической шихты.

7. Способ по любому из пп. 1-6, включающий дополнительный этап отделения расплава, содержащего металлы платиновой группы, от указанного шлака.

8. Способ по любому из пп. 1-7, отличающийся тем, что соединениями окисленного железа являются Fe_3O_4 , Fe_2O_3 , CaFeO_4 или K_2FeO_4 .

9. Способ по любому из пп. 1-8, отличающийся тем, что на этапе приготовления металлургической шихты катализаторы, содержащие металлы платиновой группы,

измельчают до частиц, имеющих d_{50} менее 2000 мкм, предпочтительно менее 1000 мкм и более предпочтительно менее 500 мкм.

10. Способ по п. 9, отличающийся тем, что оксид железа измельчают до частиц, имеющих d_{50} менее 2000 мкм, предпочтительно менее 1000 мкм, и более предпочтительно менее 500 мкм.