



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114196836 A

(43) 申请公布日 2022. 03. 18

(21) 申请号 202111484064.X

(22) 申请日 2021.12.07

(71) 申请人 泸西县扩铂贵金属有限公司

地址 651400 云南省红河哈尼族彝族自治州泸西县工业园无浪重化工片区

(72) 发明人 王成成 段世雄 施秋杰 杨斌

朱富贵 李国庆

(74) 专利代理机构 重庆憨牛知识产权代理有限公司

公司 50261

代理人 文科

(51) Int. Cl.

G22B 11/00 (2006.01)

G22B 3/06 (2006.01)

G22B 3/44 (2006.01)

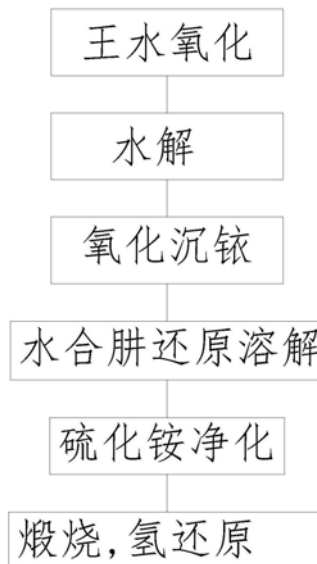
权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种含铍料液中贵金属杂质的脱除方法

(57) 摘要

本发明涉及贵金属冶金技术领域,具体为一种含铍料液中贵金属杂质的脱除方法,包括以下步骤:S1,王水氧化:用强氧化剂把含铍料液中的有机物氧化除去;S2,水解:王水氧化分解有机物过程中少量有机物未被分解,同时铍废液中有大量可溶性盐,通过水解除去残余有机物和大部分的可溶性盐;S3,氧化沉铍;S4,水合肼还原溶解;S5,硫化铵净化;S6,煅烧,氢还原;通过针对物料的特殊性质用王水氧化破坏有机物,实现溶液介质的转型避免了铍难溶解的问题,在铍粉的生产过程中直接煅烧氯铍酸生产铍粉,减少了铍的分散与损失,运用了加入亚氧化剂后用氯化铵沉淀铍的特性将贵、贱金属巧妙除去,使所制铍粉纯度较好回收率高达99.95%。



1. 一种含铱料液中贵金属杂质的脱除方法,其特征在于:包括以下步骤:

S1,王水氧化:用强氧化剂把含铱料液中的有机物氧化除去;

S2,水解:王水氧化分解有机物过程中少量有机物未被分解,同时铱废液中有大量可溶性盐,通过水解除去残余有机物和大部分的可溶性盐;

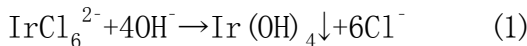
S3,氧化沉铱:将含铱溶液转入蒸发锅中加热煮沸,边浓缩边加氧化剂:双 H_2O_2 、 H_3NO_3 ,然后加氯化铵,铱沉淀完全,赶酸过滤,用15%氯化铵溶液洗至浅色,抽干 $(\text{NH}_4)\text{IrCl}_6$;沉铱母液重新沉淀,此过程只需加少量的氧化剂,不需加 NH_4Cl ,沉铱完全后过滤用15%的 NH_4Cl 洗至无色,两次的 $(\text{NH}_4)\text{IrCl}_6$ 合并,母液存放回收,一次沉铱完毕,待做一次水合肼还原;

S4,水合肼还原溶解:将 $(\text{NH}_4)\text{IrCl}_6$ 沉淀加水浆化,调节 $\text{pH}=1\sim 15$,加热煮沸,轻轻搅拌,加水合肼还原溶液,溶解完全,用氨水调节 $\text{pH}=2\sim 2.5$,煮沸 $1\sim 2\text{h}$,冷却,过滤,滤渣存放,滤液待做一次硫化;

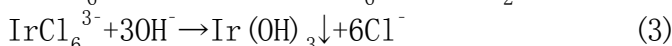
S5,硫化铵净化:水合肼还原溶液加盐酸调节 $\text{pH}=1.0\sim 1.5$,加热至 80°C ,加硫化铵 $320\sim 360\text{mL}$ (稀释)调 $\text{pH}=2.5\sim 3.0$,煮沸 2h ,冷却存放 20h 以上,后过滤,滤纸用弱酸洗至无色,抽干,滤液待做二次氧化沉铱,硫化渣存放;

S6,煅烧,氢还原:纯净的 $(\text{NH}_4)\text{IrCl}_6$ 晶体装入石英舟内在电炉中于 600°C 煅烧数小时,生成三氯化铱和氧化铱的黑色混合物,这时用惰性气体赶尽炉内空气,再通氢气进行还原,温度继续升至 900°C 还原 2h 然后降温,停止通氢气后亦需用惰性气体保护,待炉温降至室温取出铱粉用王水煮沸 2h 反复 $2\sim 3$ 次水洗至 pH 中性,再用 HF 溶液煮沸 2h ,反复 $2\sim 3$ 次,水洗至 $\text{pH}=7$ 烘干即得纯度为99.95%的铱粉。

2. 根据权利要求1所述的一种含铱料液中贵金属杂质的脱除方法,其特征在于:所述S2废液中铱的水解反应如下:



由于 $\text{Ir}(\text{IV})$ 和 $\text{Ir}(\text{IV})$ 是一种动态平衡,只要条件稍微变化,随着溶液氧化还原电位降低溶液中 $\text{Ir}(\text{IV})$ 就会更多变为 $\text{Ir}(\text{IV})$,用 NaOH 溶液调整 pH 时,部分铱发生如下反应:



控制溶液中铱的质量浓度为 15g/L , $\text{pH}=1.0$,加入一定量的 NaBrO_3 煮沸 30min ,用10%的 NaOH 溶液调节 $\text{pH}=6.0$;再加入一定质量浓度的 NaBrO_3 溶液煮沸 10min 用10%的 NaOH 溶液调节 $\text{pH}=8\sim 9$;冷却过滤滤液体积为 51L ,呈淡紫色,铱的质量浓度为 0.61g/L ;滤液中的铱含量为 31.11g ,铱分散率为 4.47% ;由于分散在水解母液中的铱为有机铱化合物滤液经盐酸酸化后用锌置换效果较差;水解渣为黑色的 $\text{Ir}(\text{OH})_4(\text{IrO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O})$ 和 $\text{Ir}(\text{OH})_3(\text{Ir}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O})$ 混合沉淀,用盐酸溶解。

3. 根据权利要求1所述的一种含铱料液中贵金属杂质的脱除方法,其特征在于:所述S3中按照以下方式进行:(1)水解渣溶解液的酸度控制在 $1\sim 3\text{mol/L}$,酸度过低加入氧化剂不反应,酸度过高,氧化剂反应剧烈;(2) NH_4Cl 加入量:此时溶液含铂、钨、铈、铱及贱金属加 NH_4Cl 将铈铱同时沉淀为铵盐,贱金属及金留在母液中;(3)沉铱:排除贱金属杂质,判断铱是否沉淀完全,看溶液是否色浅或气泡变为白色。

4. 根据权利要求1所述的一种含铱料液中贵金属杂质的脱除方法,其特征在于:所述S4

按照以下方式进行：(1) 水合肼的加入量：加水合肼时，轻轻搅拌，缓慢滴加，直至水合肼不反应为止，此过程水合肼的用量约为1000~200mL，水可以溶解少量的 $(\text{NH}_4)\text{IrCl}_6$ 大部分靠水合肼还原溶液，同时贵贱金属杂质部溶解，留在渣中经过滤除去。

5. 根据权利要求1所述的一种含铱料液中贵金属杂质的脱除方法，其特征在于：所述S5中按照以下方式进行：加硫化氨主要净化除铑、铂，经过3~4次氧化还原净化、硫化后，硫化液加1~1.5L盐酸调至整个溶液浓度为1~3mol/L，加氧化剂沉铱，铱沉淀完后用10%氯化铵水溶液洗至浅色，抽干，得到纯净的 $(\text{NH}_4)\text{IrCl}_6$ 晶体。

一种含铱料液中贵金属杂质的脱除方法

技术领域

[0001] 本发明涉及贵金属冶金技术领域,具体为一种含铱料液中贵金属杂质的脱除方法。

背景技术

[0002] 铱由于价格高、产量少,除特殊使用外通常只作为添加元素使用。因此贵金属铱在生产和提炼过程中往往伴随着其他元素很难得到纯度较高的合格铱粉。传统的铱回收工艺都很难溶解金属铱。本方案中提出一种一种含铱料液中贵金属杂质的脱除方法,铱的溶解造液的工艺,可以使铱的溶解率大幅提高,同时通过氧化浸出、氯化铵沉铱,硫化氢净化等工艺提纯,得到纯度较高的铱粉。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种含铱料液中贵金属杂质的脱除方法,以解决上述背景技术中提出的技术问题。

[0004] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:

[0005] 一种含铱料液中贵金属杂质的脱除方法,包括以下步骤:

[0006] S1,王水氧化:用强氧化剂把含铱料液中的有机物氧化除去;

[0007] S2,水解:王水氧化分解有机物过程中少量有机物未被分解,同时铱废液中有大量可溶性盐,通过水解除去残余有机物和大部分的可溶性盐;

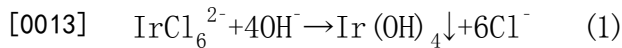
[0008] S3,氧化沉铱:将含铱溶液转入蒸发锅中加热煮沸,边浓缩边加氧化剂:双 H_2O_2 、 H_3NO_3 ,然后加氯化铵,铱沉淀完全,赶酸过滤,用15%氯化铵溶液洗至浅色,抽干 $(NH_4)IrCl_6$;沉铱母液重新沉淀,此过程只需加少量的氧化剂,不需加 NH_4Cl ,沉铱完全后过滤用15%的 NH_4Cl 洗至无色,两次的 $(NH_4)IrCl_6$ 合并,母液存放回收,一次沉铱完毕,待做一次水合肼还原;

[0009] S4,水合肼还原溶解:将 $(NH_4)IrCl_6$ 沉淀加水浆化,调节 $pH=1\sim 15$,加热煮沸,轻轻搅拌,加水合肼还原溶液,溶解完全,用氨水调节 $pH=2\sim 2.5$,煮沸 $1\sim 2h$,冷却,过滤,滤渣存放,滤液待做一次硫化;

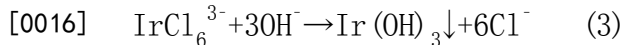
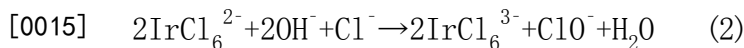
[0010] S5,硫化铵净化:水合肼还原溶液加盐酸调节 $pH=1.0\sim 1.5$,加热至 $80^\circ C$,加硫化铵 $320\sim 360mL$ (稀释)调 $pH=2.5\sim 3.0$,煮沸 $2h$,冷却存放 $20h$ 以上,后过滤,滤纸用弱酸洗至无色,抽干,滤液待做二次氧化沉铱,硫化渣存放;

[0011] S6,煅烧,氢还原:纯净的 $(NH_4)IrCl_6$ 晶体装入石英舟内在电炉中于 $600^\circ C$ 煅烧数小时,生成三氯化铱和氧化铱的黑色混合物,这时用惰性气体赶尽炉内空气,再通氢气进行还原,温度继续升至 $900^\circ C$ 还原 $2h$ 然后降温,停止通氢气后亦需用惰性气体保护,待炉温降至室温取出铱粉用王水煮沸 $2h$ 反复 $2\sim 3$ 次水洗至 pH 中性,再用 HF 溶液煮沸 $2h$,反复 $2\sim 3$ 次,水洗至 $pH=7$ 烘干即得纯度为 99.95% 的铱粉。

[0012] 作为本发明优选的方案,所述S2废液中铱的水解反应如下:



[0014] 由于 $\text{Ir}(\text{IV})$ 和 $\text{Ir}(\text{IV})$ 是一种动态平衡, 只要条件稍微变化, 随着溶液氧化还原电位降低溶液中 $\text{Ir}(\text{IV})$ 就会更多变为 $\text{Ir}(\text{IV})$, 用 NaOH 溶液调整 pH 时, 部分铱发生如下反应:



[0017] 控制溶液中铱的质量浓度为 15g/L , $\text{pH}=1.0$, 加入一定量的 NaBrO_3 煮沸 30min , 用 10% 的 NaOH 溶液调节 $\text{pH}=6.0$; 再加入一定质量浓度的 NaBrO_3 溶液煮沸 10min 用 10% 的 NaOH 溶液调节 $\text{pH}=8\sim 9$; 冷却过滤滤液体积为 51L , 呈淡紫色, 铱的质量浓度为 0.61g/L ; 滤液中的铱含量为 31.11g , 铱分散率为 4.47% ; 由于分散在水解母液中的铱为有机铱化合物滤液经盐酸酸化后用锌置换效果较差; 水解渣为黑色的 $\text{Ir}(\text{OH})_4(\text{IrO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O})$ 和 $\text{Ir}(\text{OH})_3(\text{Ir}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O})$ 混合沉淀, 用盐酸溶解。

[0018] 作为本发明优选的方案, 所述 S3 中按照以下方式进行: (1) 水解渣溶解液的酸度控制在 $1\sim 3\text{mol/L}$, 酸度过低加入氧化剂不反应, 酸度过高, 氧化剂反应剧烈; (2) NH_4Cl 加入量: 此时溶液含铂、钯、铑、铱及贱金属加 NH_4Cl 将铑铱同时沉淀为铵盐, 贱金属及金留在母液中; (3) 沉铱: 排除贱金属杂质, 判断铱是否沉淀完全, 看溶液是否色浅或气泡变为白色。

[0019] 作为本发明优选的方案, 所述 S4 按照以下方式进行: (1) 水合肼的加入量: 加水合肼时, 轻轻搅拌, 缓慢滴加, 直至水合肼不反应为止, 此过程水合肼的用量约为 $1000\sim 200\text{mL}$, 水可以溶解少量的 $(\text{NH}_4)\text{IrCl}_6$ 大部分靠水合肼还原溶液, 同时贵贱金属杂质部溶解, 留在渣中经过滤除去。

[0020] 作为本发明优选的方案, 所述 S5 中按照以下方式进行: 加硫化氨主要净化除铑、铂, 经过 $3\sim 4$ 次氧化还原净化、硫化后, 硫化液加 $1\sim 1.5\text{L}$ 盐酸调至整个溶液浓度为 $1\sim 3\text{mol/L}$, 加氧化剂沉铱, 铱沉淀完后用 10% 氯化铵水溶液洗至浅色, 抽干, 得到纯净的 $(\text{NH}_4)\text{IrCl}_6$ 晶体。

[0021] 与现有技术相比, 本发明的有益效果是:

[0022] 本发明中, 通过针对物料的特殊性质用王水氧化破坏有机物, 实现溶液介质的转型避免了铱难溶解的问题, 在铱粉的生产过程中直接煅烧氯铱酸生产铱粉, 减少了铱的分散与损失, 运用了加入亚氧化剂后用氯化铵沉淀铱的特性将贵、贱金属巧妙除去, 使所制铱粉纯度较好回收率高达 99.95% 。

附图说明

[0023] 图1为本发明的流程图。

具体实施方式

[0024] 下面将结合本发明实施例中的附图, 对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述, 显然, 所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例, 而不是全部的实施例, 基于本发明中的实施例, 本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例, 都属于本发明保护的范围。

[0025] 为了便于理解本发明, 下面将参照相关附图对本发明进行更全面的描述, 附图中

给出了本发明的若干实施例,但是,本发明可以以许多不同的形式来实现,并不限于本文所描述的实施例。相反地,提供这些实施例的目的是使对本发明的公开内容更加透彻全面。

[0026] 除非另有定义,本文所使用的所有的技术和科学术语与属于本发明的技术领域的技术人员通常理解的含义相同。本文中在本发明的说明书中所使用的术语只是为了描述具体的实施例的目的,不是旨在于限制本发明。

[0027] 实施例:请参阅图1所示的一种含铱料液中贵金属杂质的脱除方法,包括以下步骤:

[0028] S1,王水氧化:用强氧化剂把含铱料液中的有机物氧化除去;

[0029] S2,水解:王水氧化分解有机物过程中少量有机物未被分解,同时铱废液中有大量可溶性盐,通过水解除去残余有机物和大部分的可溶性盐;

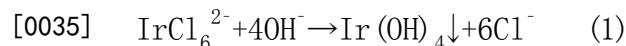
[0030] S3,氧化沉铱:将含铱溶液转入蒸发锅中加热煮沸,边浓缩边加氧化剂:双 H_2O_2 、 H_3NO_3 ,然后加氯化铵,铱沉淀完全,赶酸过滤,用15%氯化铵溶液洗至浅色,抽干(NH_4) $IrCl_6$;沉铱母液重新沉淀,此过程只需加少量的氧化剂,不需加 NH_4Cl ,沉铱完全后过滤用15%的 NH_4Cl 洗至无色,两次的(NH_4) $IrCl_6$ 合并,母液存放回收,一次沉铱完毕,待做一次水合肼还原;

[0031] S4,水合肼还原溶解:将(NH_4) $IrCl_6$ 沉淀加水浆化,调节 $pH=1\sim 15$,加热煮沸,轻轻搅拌,加水合肼还原溶液,溶解完全,用氨水调节 $pH=2\sim 2.5$,煮沸1~2h,冷却,过滤,滤渣存放,滤液待做一次硫化;

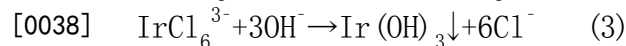
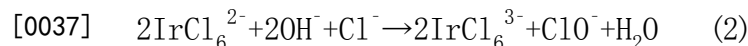
[0032] S5,硫化铵净化:水合肼还原溶液加盐酸调节 $pH=1.0\sim 1.5$,加热至 $80^\circ C$,加硫化铵320~360mL(稀释)调 $pH=2.5\sim 3.0$,煮沸2h,冷却存放20h以上,后过滤,滤纸用弱酸洗至无色,抽干,滤液待做二次氧化沉铱,硫化渣存放;

[0033] S6,煅烧,氢还原:纯净的(NH_4) $IrCl_6$ 晶体装入石英舟内在电炉中于 $600^\circ C$ 煅烧数小时,生成三氯化铱和氧化铱的黑色混合物,这时用惰性气体赶尽炉内空气,再通氢气进行还原,温度继续升至 $900^\circ C$ 还原2h然后降温,停止通氢气后亦需用惰性气体保护,待炉温降至室温取出铱粉用王水煮沸2h反复2~3次水洗至 pH 中性,再用 HF 溶液煮沸2h,反复2~3次,水洗至 $pH=7$ 烘干即得纯度为99.95%的铱粉。

[0034] S2废液中铱的水解反应如下:



[0036] 由于 $Ir(\text{III})$ 和 $Ir(IV)$ 是一种动态平衡,只要条件稍微变化,随着溶液氧化还原电位降低溶液中 $Ir(IV)$ 就会更多变为 $Ir(\text{III})$,用 $NaOH$ 溶液调整 pH 时,部分铱发生如下反应:



[0039] 控制溶液中铱的质量浓度为15g/L, $pH=1.0$,加入一定量的 $NaBrO_3$ 煮沸30min,用10%的 $NaOH$ 溶液调节 $pH=6.0$;再加入一定质量浓度的 $NaBrO_3$ 溶液煮沸10min用10%的 $NaOH$ 溶液调节 $pH=8\sim 9$;冷却过滤滤液体积为51L,呈淡紫色,铱的质量浓度为0.61g/L;滤液中的铱含量为31.11g,铱分散率为4.47%;由于分散在水解母液中的铱为有机铱化合物滤液经盐酸酸化后用锌置换效果较差;水解渣为黑色的 $Ir(OH)_4 (IrO_2 \cdot nH_2O)$ 和 $Ir(OH)_3 (Ir_2O_3 \cdot nH_2O)$ 混合沉淀,用盐酸溶解。

[0040] S3中按照以下方式进行:(1)水解渣溶解液的酸度控制在1~3mol/L,酸度过低加

入氧化剂不反应,酸度过高,氧化剂反应剧烈;(2) NH_4Cl 加入量:此时溶液含铂、钯、铑、铱及贱金属加 NH_4Cl 将铑铱同时沉淀为铵盐,贱金属及金留在母液中;(3)沉铱:排除贱金属杂质,判断铱是否沉淀完全,看溶液是否色浅或气泡变为白色。

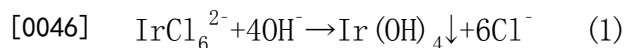
[0041] S4按照以下方式进行:(1)水合肼的加入量:加水合肼时,轻轻搅拌,缓慢滴加,直至水合肼不反应为止,此过程水合肼的用量约为1000~200mL,水可以溶解少量的 $(\text{NH}_4)\text{IrCl}_6$ 大部分靠水合肼还原溶液,同时贵贱金属杂质部溶解,留在渣中经过滤除去。

[0042] S5中按照以下方式进行:加硫化氨主要净化除铑、铂,经过3~4次氧化还原净化、硫化后,硫化液加1~1.5L盐酸调至整个溶液浓度为1~3mol/L,加氧化剂沉铱,铱沉淀完后用10%氯化铵水溶液洗至浅色,抽干,得到纯净的 $(\text{NH}_4)\text{IrCl}_6$ 晶体。

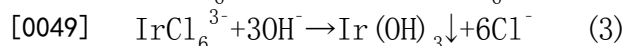
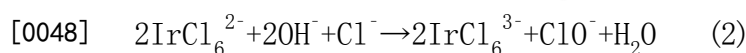
[0043] 实施例:用强氧化剂把含铱料液中的有机物氧化除去;同时实现铱溶液介质的转型避免了铱溶解造液难的问题;

[0044] 王水氧化分解有机物过程中少量有机物未被分解,同时铱废液中有大量可溶性盐,这些杂质不利于后序精炼。通过水解除去残余有机物和大部分的可溶性盐;

[0045] 废液中铱的水解反应如下:



[0047] 由于 $\text{Ir}(\text{III})$ 和 $\text{Ir}(\text{IV})$ 是一种动态平衡,只要条件稍微变化,随着溶液氧化还原电位降低溶液中 $\text{Ir}(\text{IV})$ 就会更多变为 $\text{Ir}(\text{III})$,用 NaOH 溶液调整pH时,部分铱发生如下反应:



[0050] 控制溶液中铱的质量浓度为15g/L, $\text{pH}=1.0$,加入一定量的 NaBrO_3 煮沸30min,用10%的 NaOH 溶液调节 $\text{pH}=6.0$;再加入一定质量浓度的 NaBrO_3 溶液煮沸10min用10%的 NaOH 溶液调节 $\text{pH}=8\sim 9$;冷却过滤滤液体积为51L,呈淡紫色,铱的质量浓度为0.61g/L;滤液中的铱含量为31.11g,铱分散率为4.47%;由于分散在水解母液中的铱为有机铱化合物滤液经盐酸酸化后用锌置换效果较差;水解渣为黑色的 $\text{Ir}(\text{OH})_4(\text{IrO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O})$ 和 $\text{Ir}(\text{OH})_3(\text{Ir}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O})$ 混合沉淀,用盐酸溶解;

[0051] 氧化沉铱:将含铱溶液转入蒸发锅中加热煮沸,边浓缩边加氧化剂: $2\text{H}_2\text{O}_2$ 、 H_3NO_3 ,然后加氯化铵,铱沉淀完全,赶酸过滤,用15%氯化铵溶液洗至浅色,抽干 $(\text{NH}_4)\text{IrCl}_6$;沉铱母液重新沉淀,此过程只需加少量的氧化剂,不需加 NH_4Cl ,沉铱完全后过滤用15%的 NH_4Cl 洗至无色,两次的 $(\text{NH}_4)\text{IrCl}_6$ 合并,母液存放回收,一次沉铱完毕,待做一次水合肼还原;

[0052] (1)水解渣溶解液的酸度控制在1~3mol/L,酸度过低加入氧化剂不反应,酸度过高,氧化剂反应剧烈;(2)加入双氧水的目的是破坏TBP水解渣溶液中残留的有机相,并起氧化作用;(3)先加双氧水的目的是若残存有有机相的溶解液直接加入硝酸易发生冒料现象;(4)开始加双氧水一定要缓慢并且少量,待反应不太剧烈可以加快些,分次加入,硝酸的加入方法也是如此;(5) NH_4Cl 加入量:此时溶液含铂、钯、铑、铱及贱金属加 NH_4Cl 将铑铱同时沉淀为铵盐,贱金属及金留在母液中;(6)15% NH_4Cl 溶液洗涤:铑在15% NH_4Cl 水溶液中的溶解效率最好,而铱则反而较低,但为排除铱中含有的铑杂质,可以损失部分铱,铱在15% NH_4Cl 水溶液中几乎不溶解,浓度越低铱反溶越多;(7)沉铱:排除贱金属杂质,判断铱是否沉淀完全,看溶液是否色浅或气泡变为白色。

[0053] 将 $(\text{NH}_4)\text{IrCl}_6$ 沉淀加水浆化,调节 $\text{pH}=1\sim 15$,加热煮沸,轻轻搅拌,加水合肼还原

溶液,溶解完全,用氨水调节 $\text{pH}=2\sim 2.5$,煮沸 $1\sim 2\text{h}$,冷却,过滤,滤渣存放,滤液待做一次硫化;

[0054] (1) 浆化液浓度可以高一些,因为水合肼呈碱性,加水合肼可以中和溶液中的一部分酸,酸度过低加水合肼 pH 值很容易到 $4.0\sim 4.5$; (2) 用氨水调 pH 值得目的:尽量是溶液中的钠盐减少; (3) 水合肼的加入量:加水合肼时,轻轻搅拌,缓慢滴加,直至水合肼不反应为止,此过程水合肼的用量约为 $1000\sim 200\text{mL}$,水可以溶解少量的 $(\text{NH}_4)\text{IrCl}_6$ 大部分靠水合肼还原溶液,同时贵金属杂质部溶解,留在渣中经过滤除去; (4) 溶解是否完全的检验方法:过滤少量溶液抽干,洗渣,如洗液色泽越淡,表示溶解越完全,反之代表未溶完,也可以用勺子顺锅边取少量渣用洗瓶洗涤,若洗液色浅甚至无色,也证明溶解完全;

[0055] 水合肼还原溶液加盐酸调节 $\text{pH}=1.0\sim 1.5$,加热至 80°C ,加硫化铵 $320\sim 360\text{mL}$ (稀释)调 $\text{pH}=2.5\sim 3.0$,煮沸 2h ,冷却存放 20h 以上,后过滤,滤纸用弱酸洗至无色,抽干,滤液待做二次氧化沉铱,硫化渣存放;

[0056] (1) 加硫化氨主要净化除铈、铂, (2) 存放时间越长对净化除铈、铂杂质的效果越好;

[0057] 经过 $3\sim 4$ 次氧化还原净化——硫化后,硫化液加 $1\sim 1.5\text{L}$ 盐酸调至整个溶液浓度为 $1\sim 3\text{mol/L}$,加氧化剂沉铱,铱沉淀完后用 10% 氯化铵水溶液洗至浅色,抽干,得到纯净的 $(\text{NH}_4)\text{IrCl}_6$ 晶体;

[0058] 纯净的 $(\text{NH}_4)\text{IrCl}_6$ 晶体装入石英舟内在电炉中于 600°C 煅烧数小时,生成三氯化铱和氧化铱的黑色混合物,这时用惰性气体赶走炉内空气,再通氢气进行还原,温度继续升至 900°C 还原 2h 然后降温,停止通氢气后亦需用惰性气体保护,待炉温降至室温取出铱粉用王水煮沸 2h 反复 $2\sim 3$ 次水洗至 pH 中性,再用 HF 溶液煮沸 2h ,反复 $2\sim 3$ 次,水洗至 $\text{pH}=7$ 烘干即得纯度为 99.95% 的铱粉。

[0059] 尽管已经示出和描述了本发明的实施例,对于本领域的普通技术人员而言,可以理解在不脱离本发明的原理和精神的情况下可以对这些实施例进行多种变化、修改、替换和变型,本发明的范围由所附权利要求及其等同物限定。

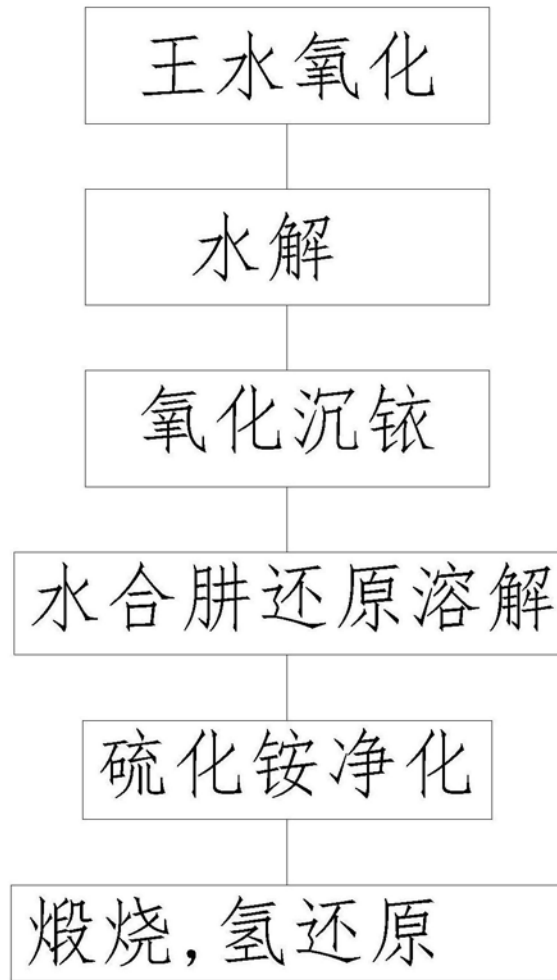


图1