

铂铑合金火法精炼除铁研究

陈召伟 徐震

山东玻纤集团股份有限公司

DOI:10.12238/jpm.v6i10.8487

[摘要] 本文针对铂铑合金熔炼过程中吹氧除铁的火法精炼进行了试验研究, 此研究对于提高铂铑合金提纯效率, 加快铂金周转有重要意义。

[关键词] 铂铑合金; 火法精炼; 氧化除铁

Research on the removal of iron from platinum rhodium alloy by pyrometallurgical refining

Chen Zhaowei Xu Zhen

Shandong Fiberglass Group Co., Ltd

[Abstract] This article conducts experimental research on the pyrometallurgical refining of platinum rhodium alloy by blowing oxygen to remove iron during the smelting process. This research is of great significance for improving the purification efficiency of platinum rhodium alloy and accelerating platinum turnover.

[Key words] Platinum rhodium alloy, pyrometallurgical refining, oxidation, and iron removal

引言

铂铑合金漏板是玻璃纤维生产中的重要部件, 在漏板 1~2 年的使用过程中, 铂铑合金会被铁、铜、铝、碳、砷、铅等贱金属污染。漏板更换下来清洗掉玻璃和耐火材料后, 如果直接熔炼投入二次使用, 贱金属杂质会极大的影响铂铑合金的高温性能, 降低漏板使用寿命。现在通常的做法是漏板清洗过后, 通过湿法冶金分离提纯或不分离提纯工艺祛除铂铑合金中的贱金属杂质^[1], 然后再进行漏板生产。此方法虽然能有效的祛除合金中的各种杂质元素, 但提纯过程中产生的大量废水、废气对环境有污染, 并且提纯周期也比较长(不分离提纯一般要 7 天左右)。在生产实践中, 对旧漏板杂质元素分析发现, 漏板主要被铁元素污染(如表 1 所示)。本文拟针对火法精炼除铁作试验研究, 此方法对于提高铂铑合金提纯效率, 加快铂金

周转, 减少铂金周转量有重要意义。

1. 试验方法

将取样后的铂铑合金(微量元素含量如表 1)制备成截面 30~40mm×30~40mm 重量 1~1.5kg 的条料, 条料埋在盛满 A 砂(粒度 80~100 目)的感应熔炼炉内熔炼, 熔炼过程中往熔体表面吹氧气, 流量为 8~12L/min, 吹氧熔炼 15~30 分钟后, 取出金属, 取样分析。样品杂质含量用 VARIAN 715-ES ICP 光谱仪分析。

2. 试验结果

火法精炼前金锭 407 熔融状态下取样 4071#、4072#, 金锭 412 相同条件下取样 4121#、4122#; 吹氧除铁后 407 再次取样 4371#、4372#, 412 取样 4381#、4382#。407、412 金锭是由旧漏板清洗后直接熔炼而成。从 ICP 分析数据(如表 1 所示)。



图1 吹氧熔炼后被A包裹的金锭



图2 金锭及其包裹A内壁

表1 提纯前铂铑合金杂质含量 (%)

含量 试样	Pt	Pd	Rh	Ir	Au	Ag	Cu	Fe	Ni	Al	Pb	Si
4071#		0.004	4.93	0.003	0.0009	0.002	0.003	0.043	0.0002	0.002	0.001	0.002
4072#		0.004	5.04	0.0009	0.0001	ND	0.002	0.0393	0.0005	0.002	0.00002	0.001
4121#		0.005	5.53	0.005	0.0009	0.0008	0.004	0.017	0.0005	0.002	0.0001	0.002
4122#		0.005	5.85	0.003	0.0003	0.002	0.004	0.0173	0.001	0.001	0.0004	0.001

表2 吹氧熔炼后铂铑合金杂质含量 (%)

含量 试样	Pt	Pd	Rh	Ir	Au	Ag	Cu	Fe	Ni	Al	Pb	Si
4371#		0.002	4.90	0.002	0.001	0.0009	0.002	0.003	0.0006	0.0003	0.0004	0.002
4372#		0.004	5.17	0.001	0.0001	0.0003	0.002	0.003	0.0003	0.0002	0.0009	0.002
4381#		0.003	5.06	0.003	0.001	0.0004	0.005	0.004	0.0002	0.005	0.0005	0.001
4382#		0.004	5.25	0.004	0.0002	0.0008	0.003	0.004	0.0006	0.007	0.0006	0.001

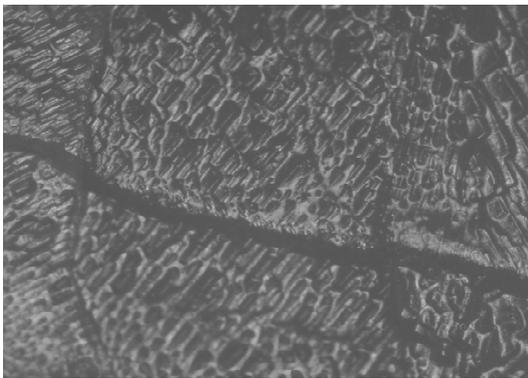


图3 A包裹层内壁100倍放大图

漏板使用后, 被铁不同程度污染(金锭407铁含量平均为0.041%, 金锭412铁含量平均为0.017%), 其他杂质含量很低。

对比铂簇金属产品标准^{[2][3]}可以看出, 除铁含量超标以外, 其他杂质元素含量满足HPt-2要求, 符合漏板制作对材料纯度的要求。

一次吹氧除铁后, 从分析数据(如表2所示)可以看出, 试样4371#、4382#即金锭407铁含量已经降到0.003%, 试样4381#、4382#即金锭412铁含量已经降到0.004%, 均已高于HPt-2要求, 除铁效果明显。

3.机理分析

对比表1和表2数据可以看出, 除铁含量变化显著之外, 其他杂质元素含量均没有明显变化, 说明吹氧精炼对其他杂质

元素并没有作用。

在吹氧精炼过程中, 铂铑合金熔体在 A 砂中不断下沉, 并最终形成一个梨形 A 砂壳 (如图 1 所示), 金属凝固后位于梨形包裹的底部 (如图 2 所示)。

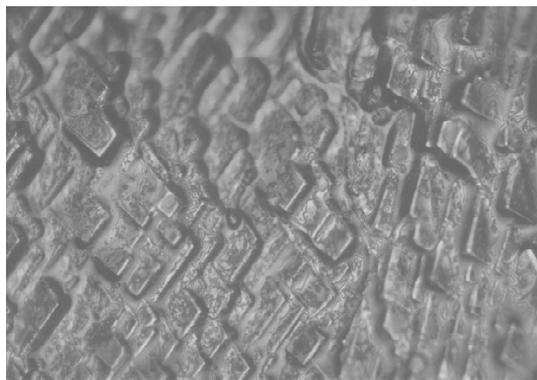


图 4 A 包裹层内壁 200 倍放大图



图 5 铁含量较高时的砂壳内壁



图 6 充分除铁后的砂壳内壁

从上到下颜色不断变浅, 内壁与金属接触部分很光滑, A 砂已经被烧结。结合图 3、图 4 分析, 可以得出:

铂铑合金中的铁在氧化气氛下, 被氧化生成黑色 Fe_3O_4 , 并被吸附在 A 的内壁上 (如图 3 所示)。吹氧精炼的前期, 铂铑合金中铁含量高, 氧化形成的较多 Fe_3O_4 吸附在 A 砂中, 所以熔炼口颜色较黑。熔炼过程中, 熔融状态的金属以一定的速度不断下沉, 吸附在 A 砂壳内壁上的 Fe_3O_4 与铂铑合金分离出来, 这样就起到了除铁的作用。金属下沉过程中, 铂铑合金中的铁含量越来越少, A 砂壳吸附的 Fe_3O_4 也越来越少, 因此砂壳内壁颜色也越来越浅, 逐渐变成 A 的白色。

在生产实践中可以根据上述原理结合 A 砂壳内壁颜色的深浅判断除铁是否充分。如果吹氧精炼后 A 砂壳内壁底部颜色还是较黑 (如图 5 所示), 说明铁含量仍然较高, 除铁不完全, 还需要继续吹氧精炼。图 6 是图 5 金锭经过二次火法精炼充分除铁后的砂壳内壁。

从图 4 可以看出, 砂壳内壁的 A 的仍然呈颗粒状, 并没有被熔化, 只是被轻微烧结。

铂、铑在高温氧化气氛下也会生成相应的氧化物, 但在较低的温度下又会分解为单质铂、铑^[3]。因此火法精炼中铂铑并不会氧化损失, 熔炼过程中的损耗主要表现为极少部分的熔体会渗透 A 砂壳中, 形成小颗粒铂铑合金与砂壳粘在一起。根据熔炼统计, 这种损耗基本在千分之一以下, 并且砂中的金属可以集中回收。

[参考文献]

[1]徐学章 铂铑合金提纯技术及减少铑的损耗措施 中国物质再生 1997 年第 11 期

[2]王永录 刘正华 金、银及铂簇金属再生回收 中南大学出版社 2005 年 6 月第一版

[3]卢宜源 宾万达 贵金属冶金学 中南大学出版社 2004 年 4 月第 1 版