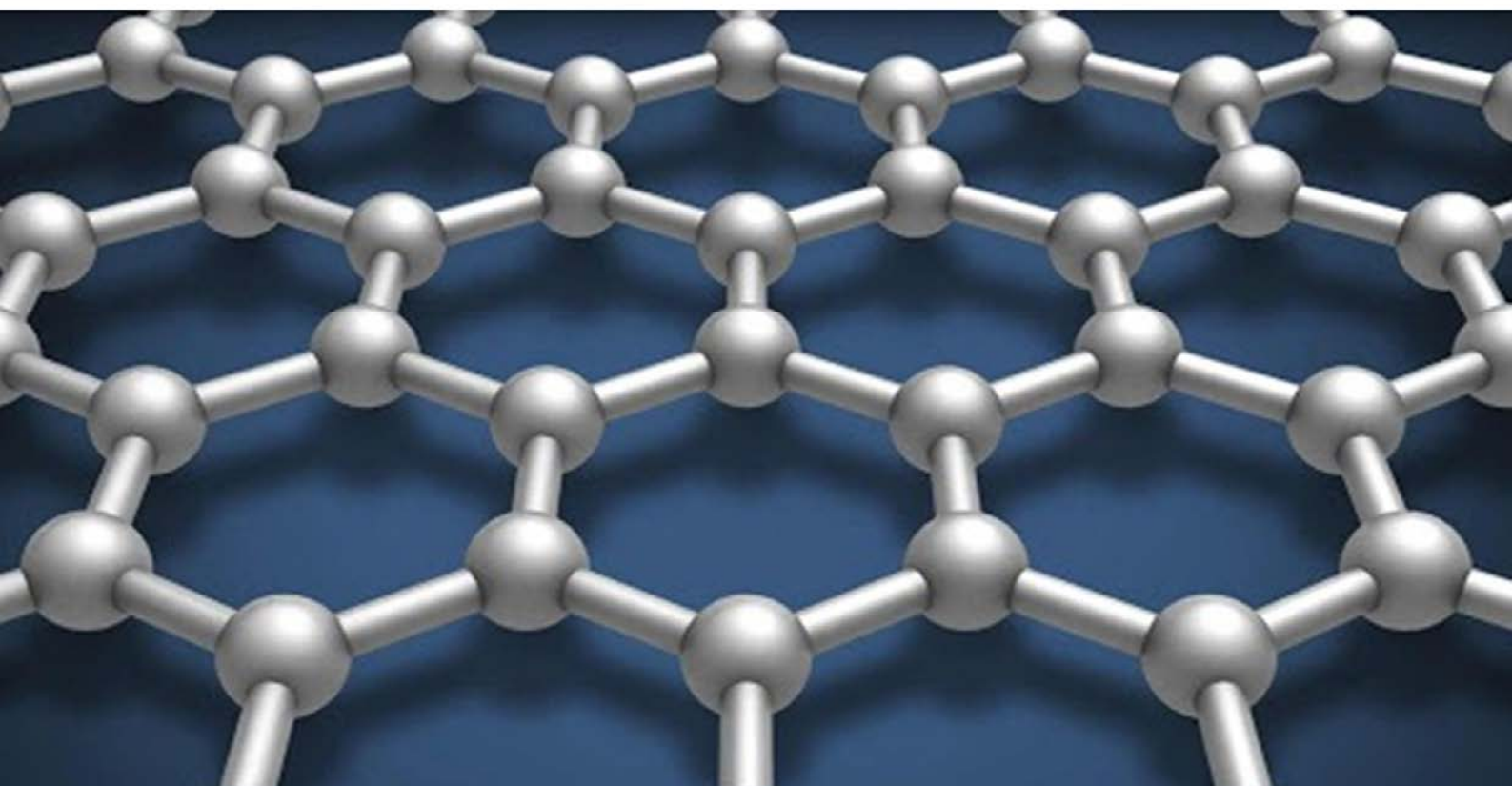


Ўзбекистон

Kompozitsion **M**ateriallar

Ilmiy-texnikaviy va amaliy jurnali



Ўзбекский научно-технический и производственный журнал
Композиционные материалы

извлечение золота повышается до 95,77 %. При цианировании кека сернокислотной обработки

огарка сульфидного концентрата извлечение золота в раствор составило 96,27 %.

ЛИТЕРАТУРА:

1. Стрельцова А. А., Соколова А.Д., Фролова И.В. Технологические особенности до извлечения вольфрама из хвостов обогащения// Химия и химическая технология в XXI веке: материалы XVII Международной научно- практической конференции студентов и молодых ученых имени профессора Л.П. Кулёва: в 2 т., Томск, 17-20 Мая 2016. - Томск: ТПУ, 2016 - Т. 1 - С. 93-95.
2. Хамидуллаев Б.Н., Ахмедов Х., Нурмухамедов И.С., Хабибуллаева Г.Р. Разработка технологической схемы обогащения проб золотосодержащий руды участка Междуречье месторождения Кызылалма. Материалы Международный научно-тех. конфер. «Интеграция науки и практики как механизм эффективного развития геологической отрасли Республики Узбекистан» 2016. Часть 2 с.138-140.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЫШЕНИЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ ИЗ ОТРАБОТАННЫХ ЭЛЕКТРОЛИТОВ

А.С. Хасанов, О.Н. Усманкулов, И.С. Умаралиев, Б.Т. Бекмуратов

Введение. В Узбекистане создана мощная минерально-сырьевая база, являющаяся основой развития экономики страны, которую составляют сегодня более 1800 месторождений и около 1000 перспективных проявлений полезных ископаемых, 118 видов минерального сырья, из которых 65 осваиваются. [1].

В условиях АО «Алмалыкский ГМК» драгоценные металлы получают из медных шламов. Золота рафинируют методом электролиза, после электролиза осуществляют доосаждение золота осадительными реагентами. В составе этого обеззолоченного раствора содержатся 100-500 мг/л платины и палладия. Для извлечения платины и палладия из растворов, полученных после осаждения золота отбирается проба, с целью определения содержания платины, серебра, золота и палладия. Исходный сбросной раствор ЦАЗиС МПЗ АГМК содержит палладий от 40 – до 200 мг/л, содержание азотной кислоты 150 мг/л, содержание Au, Ag достигает до 50 мг/л. По ранее разработанной схеме исходный раствор осаждается тиомочевинным раствором в течение 6-8 часов, осадок отделяют от ненужного раствора и через нутч-фильтр

фильтруют. Полученный осадок отправляют на обжиг в течение 4-5 часов. Огарок направляется на ручное истирание, после чего продукт промывают 5 % азотнокислым раствором в течение 4-5 часов при температуре 60-70 °С. Далее отмытый от промывного раствора до рН=5 палладиевый продукт поступает на флюсовый обжиг при 300-400 °С в течение 4-5 часов, полученный огарок пройдя через истирание снова поступает на промывку азотнокислым раствором.

В конечном счете, на протяжении всех 52 процессов производится 5 раз промывка азотнокислым раствором и столько же раз отмывка от промывного раствора, 5 раз - истирание, 5 раз - сушка и обжиг, 7 раз – фильтрация, 6 раз - осаждение и восстановление, 2 раза - азотнокислосое выщелачивание.

Общая продолжительность процесса составляет 54-60 часов, но при этом извлечение основного металла (палладия) очень низкое и составляет 55-65 %, чистота получаемого палладиевого порошка не превышает 74-80 %. Технологическая схема довольно сложная и сопутствует с максимальными потерями по металлу.

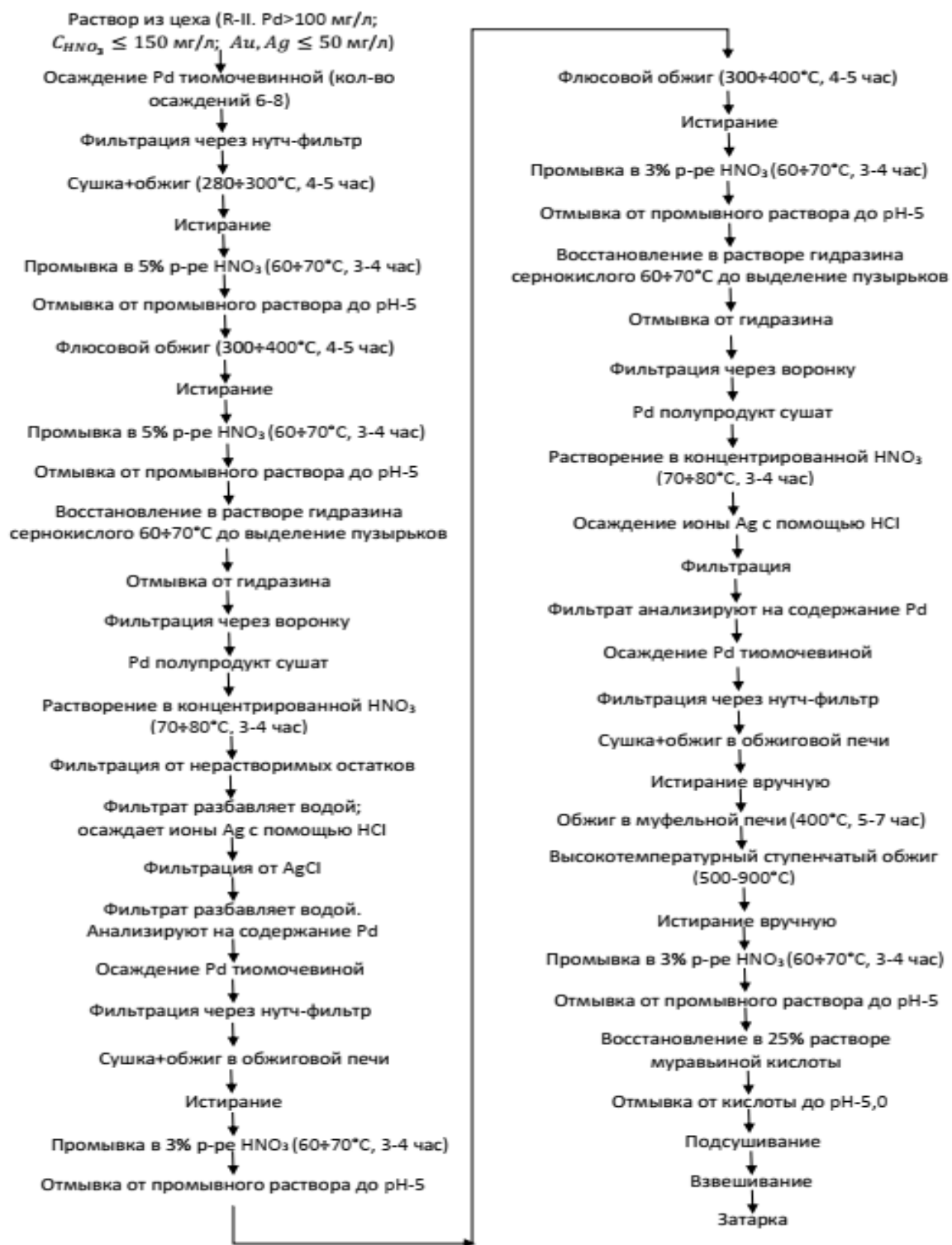


Рис.1 Существующая технологическая схема получения палладия

Данные недостатки, привели к необходимости проведения исследований по поиску оптимальных подходов к разработке новой технологии получения аффинированного палладиевого порошка. В результате исследования была разработана совершенно новая инновационная технологическая схема,

не имеющая аналогов в странах СНГ, состоящая из 17 операций и продолжительностью цикла 24-26 часов.

При этом рентабельное извлечение достигает уже при содержании палладия 50 мг/л в растворе и составляет более 84% (против 55-65 % по ранее разработанной схеме) [2].



Рис. 2 Технологическая схема осаждения и восстановления палладия

Во-первых, необходимо учесть важность выбора реагента для осаждения палладия из отработанных растворов. Известно несколько способов выделения палладия из растворов, в том числе с использованием процесса осаждения, однако, как правило, при этом используются хлоридные, фторидные, тиомочевинные или роданидные растворы. Металлический палладий хорошо растворяется в растворах азотной кислоты, поэтому его

выделение из таких растворов путем осаждения в виде металла встречает серьезные трудности.

Исследования по определению оптимального осадителя палладия из отработанного электролита. Лабораторные опыты были проведены с несколькими реагентами при разных концентрациях палладия в растворах (50-150 мг/л). В ходе экспериментов был опробован тиомочевинный раствор и изучен расход реагента при осаждении палладия.

Таблица 1
Результаты опытов осаждения палладия тиомочевинным раствором из растворов с различным содержанием палладия

№	Содержание Pd в растворе, мг/л	Расход тиомочевины, гр	Содержание Pd в остаточном растворе, мг/л	Содержание Pd в остатке, %	Извлечение Pd в осадок (E), %
1	50	2	5,2-11,5	8,15	78,12
2	50	3	5,4-9,5	8,41	81,27
3	75	4	10,7-14,3	12,78	82,15
4	75	4,3	10,1-12,25	13,56	83,67
5	87	5	10,3-13,5	18,51	86,73
6	87	5,3	8,7-9,94	20,69	88,92
7	105	6	8,5-12,6	20,99	91,33
8	105	6,2	7-9,51	21,52	92,75
9	127	7	4,13-7,67	22,45	94,63
10	127	7,5	4,25-5,71	27,27	96,05

В результате проведенных исследований определена степень извлечения палладия в осадок. Данные опытов показаны в таблице 1. По результатам исследований выявлено, что в качестве оптимального реагента для осаждения палладия и других МПГ целесообразно выбрать тиомочевинный раствор.

Также была произведена серия опытов по осаждению палладиотиомочевинного комплекса. Процесс осаждения палладиотиомочевинного комплекса производился в титановом реакторе при включенной мешалке в течении 15-30 минут.

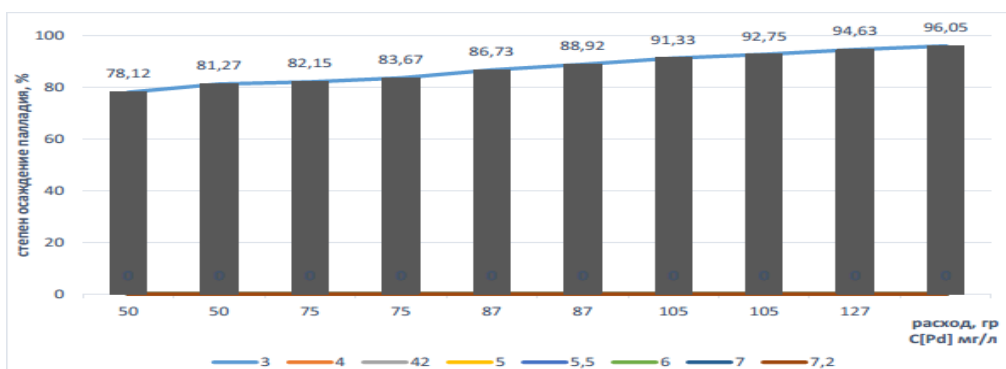
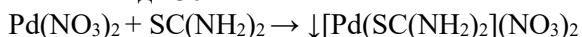


Рис.3 Зависимость степени осаждение палладия от концентрации палладия в отработанном электролите и расхода тиомочевинного раствора

Время отстоя тиомочевинного комплекса составляет до 30мин.



Результаты опытов показывают, что если концентрация палладия в отработанном электролите больше, то расход тиомочевинны для осаждения тоже увеличивается, а палладий больше выпадает в осадке, что обуславливает

увеличение его степени извлечения в осадок. Результаты опытов приведены в таблице 2.

Как подтверждает производственная практика, именно благородные металлы образуют осадки при взаимодействии с тиомочевинными растворами, когда как более активные цветные металлы растворяются в них и переходят в состав раствора, освобождая основной ценный компонент.

Таблица 2

Результаты опытов осаждения палладия тиомочевинным раствором при разных продолжительностях процесса

Время осаждения T, мин	Концентрация тиомочевинного раствора, г/л						Максимальное извлечение в осадок E, %
	C=40 г/л	C=50 г/л	C=60 г/л	C=70 г/л	C=80 г/л	C=90 г/л	
10	50	60	65	70	75	80	80
15	56	62	70	74	80	86	86
20	60	64	73	80	84	90	90
25	62	70	75	82	86	94	94
30	75	85	90	93	95	96	96
35	75	85	90	93	95	96	96

Выявлено, что на процесс осаждения палладия, также влияет концентрация тиомочевинного раствора и продолжительность процесса. Из графика кривых видно (рис.4), что при концентрации

тиомочевинного раствора 70-90г/л достигается максимально высокая степень осаждения палладия-94-96%. Таким образом оптимальная продолжительность осаждения составляет 25-30 мин [2].

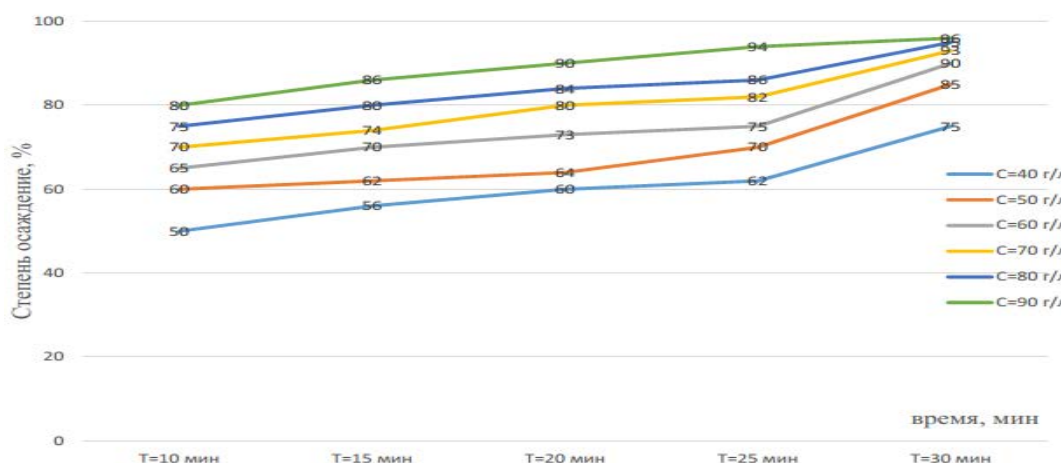


Рис. 4. Зависимость степени осаждения ценного компонента от продолжительности процесса и концентрации тиомочевинного раствора

По результатам лабораторных исследований можно сделать вывод, что в образованном палладиотиомочевинном комплексе содержание палладия повышается до 1500-2000 гр по палладию, при этом степень обогатимости увеличивается в 100 раз. После осаждения осадок фильтруется через нутч-фильтр, промывается дистиллированной водой до pH=5, подсушивается под вакуумом и, пройдя измельчение в ступке, направляется в процесс обжига.

Обжиг (термическое разложение) кека. В процессе разложения палладия тиомочевинным комплексом при медленном повышении температуры постепенно начинается разложение драгметалла и образование металлического палладия и органической фазы взаимодействующей с кислородом (окисляется до окисного состояния и улетучивается). Чтобы этот процесс разложения происходил в желаемом направлении, в обжиговой печи поддерживается необходимая температура для термического разложения.

Поступающий, в обжиговой агрегат, материал нагревается, за счет тепла корпуса печи и горячих печных газов. Под воздействием температуры начинается воспламенение (подразумевается такая температура, при достижении которой разложение комплекса палладия идет настолько интенсивно, что выделяющееся при

этом тепло становится достаточным для самопроизвольного протекания процесса по всей массе материала). Показатели обжига зависят от целого ряда факторов, важнейшими из которых являются: минералогический состав материала, температура процесса, скорость подачи дутья, концентрация в нем кислорода, крупность частиц шихты и интенсивность ее перемешивания, а также температура нагреваемого воздуха.

Порядок выполнения работы. Опыты окислительного обжига проводились при температуре при 300-600 °С. При высоких температурах удаляются органические соединения, углеродсодержащие газы, влага, окиси азота, серы и сернистых соединений.

Пробы подготавливаются разных размеров и взвешиваются на технических весах в необходимом количестве. Печь нагревается до необходимой температуры (до T-300 °С, примерно 30 мин), затем пробы засыпаются в тигли и ставятся во внутрь печи. После загрузки в печь контролируется температура, подача воздуха и фиксируется время начала работы. После окончания заданного времени, огарок вынимается из печи и охлаждается, затем проба взвешивается и определяют выход огарка. В последствии определяется влияние температуры обжига на растворение палладия в царской водке. Результаты эксперимента описаны в таблице 3.

Таблица 3

Результаты опытов термического разложения кеков для определения оптимального температурного режима печи

№	T обжига, °С	Масса огарка после обжига, гр (исх. масса пробы 50гр)	Степень растворимости Pd в царско-водочном растворе
1	300	43	70,25
2	300	42	71,43
3	350	41	73,78
4	350	40	72,52
5	400	40	80,19
6	400	39	81,56
7	450	37	84,57
8	450	35	85,11
9	500	27	88,78
10	525	26	89,23
11	550	25	94,27
12	550	24	96,63
13	600	25	95,34
14	600	25	95,21

Лабораторным экспериментом определено, что максимальное растворение палладия 95,34 % достигается при обжиге кека при 600 °С. Это объясняется тем, что высокотемпературный обжиг дает возможность

полному разложению палладия до металлического состояния и вскрытию поверхности металлов и, как следствие, повышению степени растворения палладия в царско-водочном растворе.

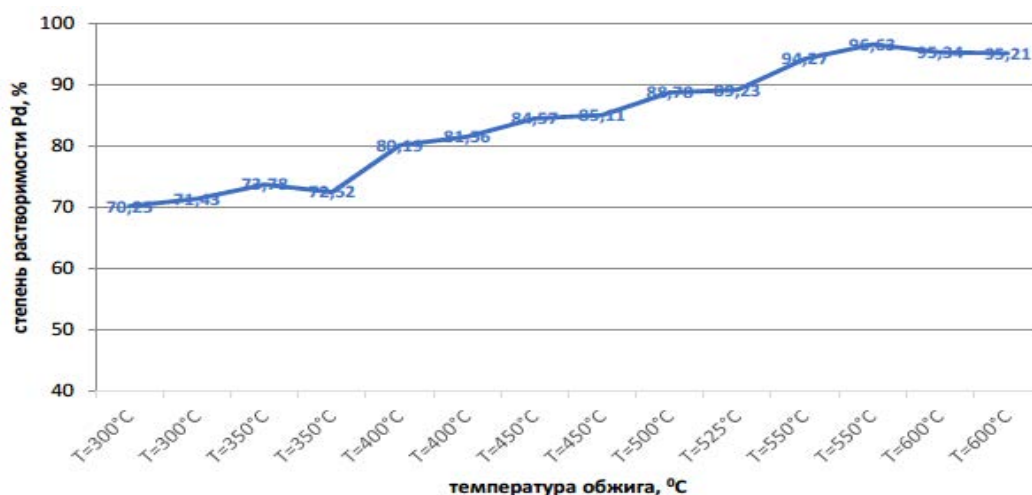
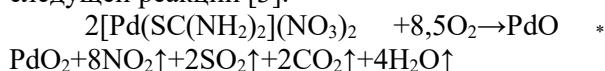


Рис.5 Влияние температуры обжига на степень растворимости палладия в растворе царской водки

Результаты опытов и кривая графика обжига показывают, что обжиг при температуре ниже 550 °C отрицательно влияет на степень растворимости палладия в последующей стадии растворения в царской водке. Это объясняется тем, что разлагающийся палладий снова начинает окисляться кислородом и это, в свою очередь, ведет к снижению степени растворимости при выщелачивании. Опираясь на это заключение, оптимальная температура обжига для палладийсодержащего продукта выбрана в пределах 550-600 °C. Палладиотиомочевинный комплекс обжигают в муфельной печи в течении 3-4 часов при температуре 550-600 °C. При обжиге осадок палладия разлагается по следующей реакции [3]:



Считая, что до обжига в составе ПТМ имеется малое количество примесей можно предположить, что примеси из комплексной формы также разлагаются до окисленного состояния. Исходя из этого, можно сделать вывод о том, что при царско-водочном выщелачивании некоторая часть примесных соединений переходят в раствор, загрязняя при этом палладийсодержащий продукт выщелачивания. В этой связи предусмотрен ряд методов селективного извлечения группы платиноидов и разработаны методы очистки палладийсодержащего раствора от примесей.

Задачей настоящей работы является полное разложение полупродукта, вскрытие поверхности частиц и перевода их в хорошо растворимую форму. По результатам лабораторных опытов, изучено влияние температуры на разложение комплекса и увеличение производительности агрегата. Конец обжига определяется по прекращению

выделения газов. После обжига черновой палладиевый продукт подвергается истиранию для дальнейшей обработки.

Восстановление в растворе гидразина, отмывка и сушка. В ходе исследований выявлено, что в процессе восстановления палладия наиболее эффективными восстановителями являются - гидразин и сульфаминовая кислота. Необходимое количество указанных добавок зависит не от концентрации азотной кислоты (до 4 моль/л), а от количества палладия. Оптимальное соотношение между количеством добавки и содержанием палладия в растворе оказалось: для перманганата калия - 0,5-1,5 г/г; для пероксида водорода - 0,8-2,0 г/г; для гидразина - 0,1-0,3 г/г; для сульфаминовой кислоты - 0,5-2,0 г/г. Анализ литературы показал, что наименьший расход реагента, дешевизна и высокая степень восстановления окиси палладия обеспечивается раствором гидрозина [4].

С целью изучения степени восстановления окиси палладия проведены лабораторные испытания по рекомендуемой разработанной технологии в цехе научно производственного объединения НПО, продолжительность процесса составила 2-4 часа в укрупненных лабораторных условиях.

Способ осуществляют следующим образом: в герметичный сосуд, содержащий палладий, предварительно добавляют различные реагенты, способствующие более полному восстановлению металлического палладия, затем в образовавшийся палладиевый продукт вводят раствор гидразина. В результате проведенной серии опытов определили максимальную степень извлечения палладия в состав осадка. Результаты опытов приведены в таб.4.

Таблица 4

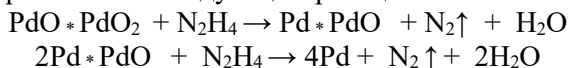
Результаты опытов осаждения палладия с гидразином для определения оптимального режима

№	Время осаждения, мин	Расход гидразина, гр.	Pd в остаточном растворе, мг/л	Pd в остатке, %	Е извлечения в остатке, %
1	20	100	20-22	16	70,25
2	30	140	20-21	20	74,39
3	60	160	18-20	26	76,12
4	90	180	16-18	28	80,46
5	120	200	14-16	30	84,89
6	150	250	10-14	32	88,43
7	180	300	11-12	34	92,16
8	210	350	8-10	36	94,78
9	240	400	4-6	40	96,27
10	250	400	4-6	40	96,25

После этого раствор перемешивают при подогреве до температуры 60-80 °С в течении 2-4 часов, отделяют выделившийся осадок металлического палладия и проводят анализ концентрации оставшегося в растворе палладия. По результатам анализа исходного и конечного растворов рассчитывают степень восстановления палладия [4].

Экспериментально установлено, что при увеличении продолжительности процесса больше расходуется раствора солянокислого гидразина в результате чего повышается степень восстановления металлического палладия. Определено оптимальное время осаждения палладия 3-4 часа, так как дальнейшее увеличение времени осаждения не повышает степени восстановления. На рисунке 57 показано влияние продолжительности времени на полноту протекания восстановления.

Восстановление палладия сопровождается выделением газообразного азота, в связи с чем требуется соблюдать особые меры осторожности. Выделение азота протекает по следующим реакциям:



После окончания процесса восстановления палладиевый осадок тщательно

промывается дистиллированной водой от остатков гидразина, и ставится на подсушивание при температуре 100-110 °С.

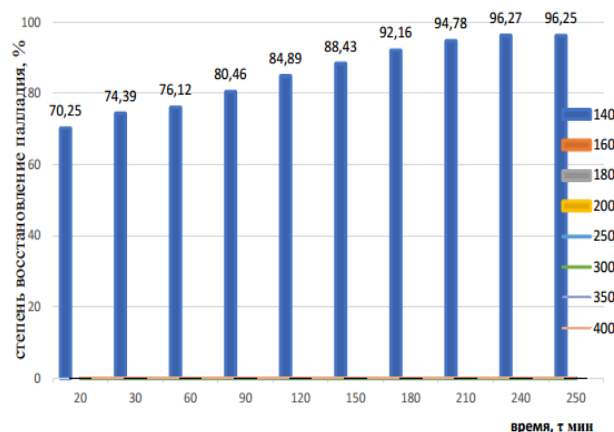


Рис. 6 Зависимость степени восстановления палладия от времени процесса и расхода гидразина на 1кг палладевого продукта

Отмывка палладия дистиллированной водой обеспечивает полное очищение от примесных веществ, а сушка способствует удалению лишней влаги. В составе осадка имеется повышенная концентрация палладия, значительное количество платины, которую в дальнейшем предусматривается извлечь как попутный ценный компонент, и незначительное количество примесей [5].

ЛИТЕРАТУРА:

1. Хасанов А.С., Усманкулов О.Н., Икрамова М.Э. Способ очистки платинового порошка от примесей. Universum: технические науки: электрон. научн. журн. 2021. 8(89). URL:
2. Vokhidov B.R., Norov A.F., Pulatova SH.B., Arabboyev F.A., Ochilova M.B., Kholmurodov F.F. Научное обоснование технологии получения чистого порошка палладия из техногенных электролитов. // XI International correspondence scientific specialized conference «International scientific review of the technical sciences, mathematics and computer science». – BOSTON. (USA), JUNE 10-11, 2019 г. – С. 56-62.
3. Хасанов А.С., Усманкулов О.Н., Икрамова М.Э., Хасанов У.А. Способ извлечения платины из растворов аффинажа золота // Горный вестник, 2021 г., 3, №86, - С. 73-77.
4. Хасанов А. С., Вохидов Б. Р., Хамидов Р.А., Сирожов Т.Т., Мамараймов Г.Ф., Хужамов У.У. Исследование повышения степени извлечения и чистоты аффинированного палладиевого порошка из сбросных растворов // UNIVERSUM. – М., 2019. – №9. – С. 20-30.

N.Sh. Muzaffarova, F.N. Nurqulov, A.T. Jalilov. Fosfat kislot-pentaeritrit va magniy gidroksid asosida paxta matolari uchun antipiren.....	95
К.У. Ташходжаева, Н.Дж. Тураходжаев. Повышение износостойкости поверхности деталей.....	98
М.Т. Қаршиев, А.И. Холбоева, Ф.Н. Нурқулов. Олигомер антипиренлар билан модификацияланган ёғоч материаллари юзасида олов тарқалиш индексини тадқиқ этиш.....	101
М.К. Худжаев, В.М. Шаков, Б.Б. Хасанов. Статика неосесимметричного композитного клина.....	103
Е.А. Махсетбаев, С.М. Туробжанов, А. Ибадуллаев. Модификация эластомеров вторичным сырьём производства переработки природного газа низкомолекулярным олигомерам.....	105
Б.Д. Юсупов, З.Д. Эрматов, Н.С. Дуняшин, А.С. Саидахматов, М.М. Абдурахмонов. К вопросу разработки состава газообразующей части покрытия электрода для наплавки слоя низкоуглеродистой низколегированной стали.....	108
М.М. Убайдуллаев, Ш.М. Шакиров, Ш.А. Каримов. Маҳаллий хом ашё асосида олинган аморф углеродли материалларни графитлаш технологиясини ишлаб чиқиш.....	112
Б.Н. Хамидуллаев, А.С. Хасанов, Т.О. Камолов, Д.Н. Раупова. Гидрометаллургическая переработка продуктов обогащения.....	115
А.С. Хасанов, О.Н. Усманкулов, И.С. Умаралиев, Б.Т. Бекмуратов. Исследование повышения извлечения благородных металлов из отработанных электролитов.....	118
Н.Х. Мирталипова, Н. Исаходжаева. Особенности проектирования специальной одежды из композиционных материалов, предназначенных для жаркого климата Узбекистана.....	125
Дж.С. Файзуллаев, К.С. Негматова, Р.Х. Пирматов, С.С. Негматов, М.Э. Икрамова, Т.О. Камолов. Исследование влияния технологических факторов на эксплуатационные свойства термоупрочненного металлокомпозитного арматурного проката класса А500С.....	128
А.Х. Хурсанов, С.С. Негматов, К.С. Негматова, М.Э. Икрамова, Ж.Н. Негматов, Х.Ю. Рахимов, А.Н. Бозоров, Д.Н. Раупова. Технология получения композиционных химических флотореагентов-вспенивателей на основе местного сырья и отходов производств, для применения в процессе флотации медно-молибденовых руд.....	131
О.А. Эрматова, О.Т. Пардаев, З.А. Сманова, Ф.А. Лапасова. Атроф мухит объектлари таркибидаги рух ионларини аниқлашнинг сорбцион-спектроскопик усуллари ишлаб чиқиш.....	135
4. Прикладные, экономические и экологические аспекты применения композиционных материалов	
Ш.Б. Ташбулатов, Н.Д. Тураходжаев, Ш.Н. Турахужаева, Ш.М. Чоршанбиев, Ш.Ў. Худойкулов. Технологический анализ извлечения металлических включений из производственных шлаков.....	138
N.B. Xolmirzayev, N.D. Turaxodjayev, N.M. Saidmaxamadov, N.I. Sadikova, O.X. Burxonov. 35XGSL markali po'latdan sifatli quyma mahsulotlar olish texnologiyasining taxlili.....	141
В.А. Raxmanov, F.B. Eshqurbonov, B.B. Ahatov A.P. Hamidov. Xondiza polimetall konidagi olingan ruda maydalanish darajasining ajratiladigan mis konsentrati unumiga ta'siri.....	144
Н.А. Дадамухамедова, М.Х. Ахмаджонова, М.И. Хушвактов, Ж.С. Шукуров, А.С. Тоғашаров. Получение новых комплекснодействующих дефолиантов на основе дикарбамидохлората натрия и нитрат моноэтаноламмония..	147
Г.М. Факеров, А.У. Эрқаев, Х.Т. Шарипова, Б. Мирзоев. Влияние технологических параметров на процесс экстракция гуминовых кислот из окисленных углей Шурабского месторождения.....	150
Ш.Б. Ташбулатов, Н.Д. Тураходжаев, Ш.Н. Турахужаева, Н.Х. Таджиев, Р.С. Зокиров, Ш.М. Чоршанбиев. Технология извлечения меди из медных шлаков.....	155
J.N. Xasanov, N.D. Turaxodjayev, N.M. Saidmaxamadov, F.U. Odilov, B.B. Mutalov. Yupqa devorli kulrang cho'yan quymalarni olishdagi zamonaviy texnologiyalar.....	159
К.У. Ташходжаева, Н.Дж. Тураходжаев. Применение стали в машиностроении как конструкционный материал...	162
Д.Р. Атакузиева, З.С. Алихонова, М.А. Эшмухамедов, У.К. Уринов. Получение газообразных, жидких и твердых углеводородов переработкой сельскохозяйственных отходов на энергосберегающей установке.....	166
Г.А. Хакимова, Н.А. Игамкулова, Ш.Ш. Менглиев. Улучшение эколого-эксплуатационных свойств низкооктанового бензина.....	168
З.К. Бабаев, К.К. Кудрярова, А.М. Содикова. Использование минерального сырья республики Каракалпакстан для получения тарных стекол.....	170
А.А. Кадиров, О.А. Шералиева, С.Ш. Абдуллаева. Получение гранулированного анионного ПАВ при оптимальных условиях.....	173
У.Н. Рузиев, С.Н. Расулова, В.П. Гуро, Х.Т. Шарипов, З.А. Набиева, Х.Ф. Адинаев, З.А. Мирзаев. Технология электрохимической переработки металлических отходов вольфрама.....	175
Б.И. Базаров, Р.Н. Ахматжанов, Ш.И. Алимов. Технология получения композитных автомобильных бензинов с кислородсодержащими топливными добавками.....	179
М.Р. Аскарлова, У.К. Абдурахманова, З.Ў. Абдуазимова, Н.Х. Якубова, М.Б. Гафуров. Атроф-мухит объектларидан симоб (II) ни госсиполнинг азо ҳосилалари билан аниқлаш.....	182
Б.Э. Қаршиев, А. Парпиев. Пахтани қатламда қуритиш технологик жараёнини тадқиқ этиш.....	186
5. Методы исследования, приборов и оборудований композиционных материалов	
М.А. Фоменко, Ш.Ш. Ахмадалиев. Анализ распространённых методов получения порошковых материалов.....	189