

ISSN 2091-5527

№ 4/2025

O'zbekiston

Kompozitsion **M**ateriallar

Ilmiy-texnikaviy va amaliy jurnali



Узбекский научно-технический и производственный журнал

Композиционные материалы

27 ТОПЛИВО МИНЕРАЛЬНОЕ, НЕФТЬ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕГОНКИ; БИТУМИНОЗНЫЕ ВЕЩЕСТВА; ВОСКИ МИНЕРАЛЬНЫЕ

2711 Газы нефтяные и углеводороды жидкие и газообразные прочие:



Рис.1. Пример наименования в товарной номенклатуре

В предыдущих исследованиях было предложено совершенствовать ТН ВЭД в части подсубпозиции – 27090010 «Газовый конденсат природный», группы 2709 «Нефть сырая и нефтепродукты сырые, полученные из битуминозных пород»; раздела 27 «Топливо минеральное, нефть и продукты их перегонки; битуминозные вещества; воски минеральные», а именно детализировать и включить новые товарные группы 2709001002 – нестабильный газовый конденсат; 2709001003 –

дезтанизованный газовый конденсат; 2709001004 – газоконденсатная смесь [5].

Однако, всесторонний анализ и дополнительное изучение различных групп товарной позиции позволяет переосмыслить сделанные выводы, и учитывая происхождение газовых конденсатов совершенствовать ТН ВЭД в части группы 2711 «Газы нефтяные и углеводороды газообразные прочие:» включив в название этой группы изменения и включить терминологию «...в жидком состоянии...» (рис.1) в котором будут отражены новые товарные группы: 2711 31 0000 – газовый конденсат; 2711 31 0001 – нестабильный газовый конденсат; 2711 31 0002 – дезтанизованный газовый конденсат; 2711 31 0003 – газоконденсатная смесь; 2711 31 0009 – прочие.

Выводы:

1. Проведены всесторонние исследования компонентного состава нефтерастворенного газа в скважине месторождения «Уртабулак».
2. Рекомендованы детализированные кодовые номера по товарной номенклатуре внешнеэкономической деятельности для газового конденсата и группы газоконденсатов, которые отличаются по составу и степени обработки, а также по химическому составу и происхождению.

ЛИТЕРАТУРА

1. РН 39.0.0-24 Инструкция о порядке проведения промысловых и лабораторных определений содержания сероводорода в газе разведочных скважин.
2. ГОСТ 22387.2 Газы горючие природные. Методы определения сероводорода и меркаптановой серы.
3. Нарижная В.Е. Природные газы Средней Азии. М., Недра, 1976.
4. Основы технического регулирования и стандартизации: учеб. пособие / А. С. Верещагина, Г. В. Тарануха. – Комсомольск-на-Амуре: ФГБОУ ВПО «КНАГТУ», 2015. – 72 с.
5. Мирсагатова М., Содикова М.Р., Абдумавлянова М.К. Комплексные промысловые и лабораторные исследования газового конденсата (состав, физико-химические свойства) и подходы к его идентификации и классификации // Universum: технические науки: электронный научный журнал, 2025. 10(139).

ИССЛЕДОВАНИЕ ОСАЖДЕНИЯ ПЛАТИНЫ В ВИДЕ КОМПЛЕКСНОГО СОЕДИНЕНИЯ

Усманкулов О.Н.

д.ф.т.н. (PhD) главный специалист, Министерство горнодобывающей промышленности и геологии, РУз

Аннотация. В данной статье приведены результаты исследований по очистке платинового порошка от примесей. Выбраны оптимальные технологические параметры по результатам очистки палладия и других цветных металлов из порошка путем выщелачивания. Разработана новая, экономически выгодная технология по очистке платинового порошка от примесей. Приведен химический состав очищенного порошка и выбрана в качестве восстановителя оксида палладия муравьиная кислота для дальнейшего растворения раствором азотной кислоты. Приведены результаты всех проведенных испытаний и по ним выбраны оптимальные технологические параметры по очистке платинового порошка и разработана новая технологическая схема извлечения платинового порошка.

Ключевые слова: электролит, химическая свойства, хлорид аммония, платина, аффинаж, восстановление, палладий, осаждение, царская-водка, раствор, фильтрация, промывка.

Введение. Платина в составе руды присутствует в составе следующих минералов: Инсизваит $PtBi_2$ – встречается в виде включений халькопирите и в сростках с атоцитом. Формы зерен неправильные, размеры до 6 мкм. Химический состав, мас. %: Pt-28,0-29,91; Bi-62,96-65,1; Pd-2,16-4,8; Te-4,97; Sn-2,1[1]. 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[2,3].

По данным зарубежного сырьевого потенциала МПГ свидетельствует об обратном - существуют большие возможности наращивания производства платиноидов в ЮАР и увеличения добычи палладия в США и Канаде (на 20-40 т ежегодно до 2020 г.). Это в определенной мере означает, что Россию могут потеснить на мировом рынке МПГ, где РФ является ведущим партнером[4].

В настоящее время потребность к металлам платиновой группы увеличивается, поэтому целью данной работы является разработка экономически эффективной технологии избирательного извлечения и очистка платинового порошка от примесей.

Экспериментальную часть. Получены результаты экспериментальных анализов на основе методов фотокolorиметрии, потенциометрии и ИК-Фурье спектроскопия, приведены результаты атомно-абсорбционного, гранулометрического и рентгенофазового анализа, проведены технологические тестирования по результатам укрупненных лабораторных экспериментов и технологических исследований, полупромышленных и опытно-промышленных испытаний. Лабораторные анализы во время исследование определены содержания платины в основном в жидкой фазе. Когда платиновые элементы находятся в растворе или могут быть переведены в раствор, применяется атомно-абсорбционный метод. Этот метод анализа требует более простой спектральной и регистрирующей аппаратуры, чем эмиссионный анализ. Оптимальная область измеряемых концентраций платиновых металлов (в мкг/мл): платина 10-100, палладий 15-100, родий 10-200, иридий 100-2000, осмий 20-200. Ошибка атомно-абсорбционного метода определения в оптимальной области измеряемых концентраций составляет 1,0-0,2%, т.е. ниже, чем в случае эмиссионного анализа [5].

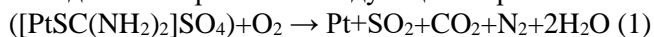
Платина хорошо растворяется в растворе «царская водка», в исходном электролите

платина присутствует в виде комплекса $H_2[PtCl_6]$ [6]. На основе нескольких проведенных полупромышленных опытов разработана новая технология по извлечению платины из растворов аффинажа золота. Разработанная технология составляет из следующих операций:

- осаждение платины разбавленной серной кислотой в присутствии тиомочевины
- фильтрация осадка
- осаждение палладия из фильтрата
- промывка и сушка платинового осадка
- прокаливание платинового осадка
- ручное истирание
- очистка полученного порошка от примесей

После прокаливания и истирания получен платиновый порошок содержанием в нем платины 86,2%. По результатам анализов было определено что, платиновое комплексное соединение при прокатке не было полностью разложено. После этого были проведены несколько лабораторных испытаний с целью определения оптимальной температуры для полного разложения платинового комплекса. Платиновый осадок прокаливали при температурах 600–700–800–900–1000 °C разложением до элементарной платины.

Лабораторные опыты по прокаливанию проводили в муфельной печи при разных температурах. Прокаливание вещества проводили, постепенно повышая температуру, и во избежании потерь тигли закрывали крышкой. Если прокаливаемое вещество содержало органические компоненты, сначала при слабом нагревании сжигали органическую часть так, чтобы не образовалось пламя. Эту операцию осуществляли в открытом тигле, а после обугливания вещества закрывали тигель крышкой. Разложение комплексного соединения протекает следующим образом:



В результате проведенных опытов по прокатке были получены платиновые порошки разного цвета и разной массы. Результаты анализов по этим порошкам сведены в таблицу 1.

Лабораторные опыты показали, что высокотемпературный обжиг дает возможность полностью разложить платину до металлического состояния с образованием чистейшего порошка. Прокаливания проводились в разных температурах и с разными продолжительностями времени в муфельной печи. Воздействие температуры на степень разложения комплексов платины показано в следующей рисунке (рис. 1).

Таблица 1.

Результаты опытов по разложению осадка Pt

№	T _{прокаливания} , °C	Время прокаливания, h	Масса полученного порошка (исходная масса пробы 50 г)	Степень разложения Pt осадка, %
1	600	0,5	38,0	69,8
2	650	0,5	36,6	72,5
3	700	1,0	35,6	73,2
4	750	1,0	35,2	75,5
5	800	1,0	29,5	89,1
6	850	1,2	29,8	90,0
7	900	1,25	29,1	90,2
8	950	1,25	26,7	99,99
9	1000	1,25	26,8	99,99

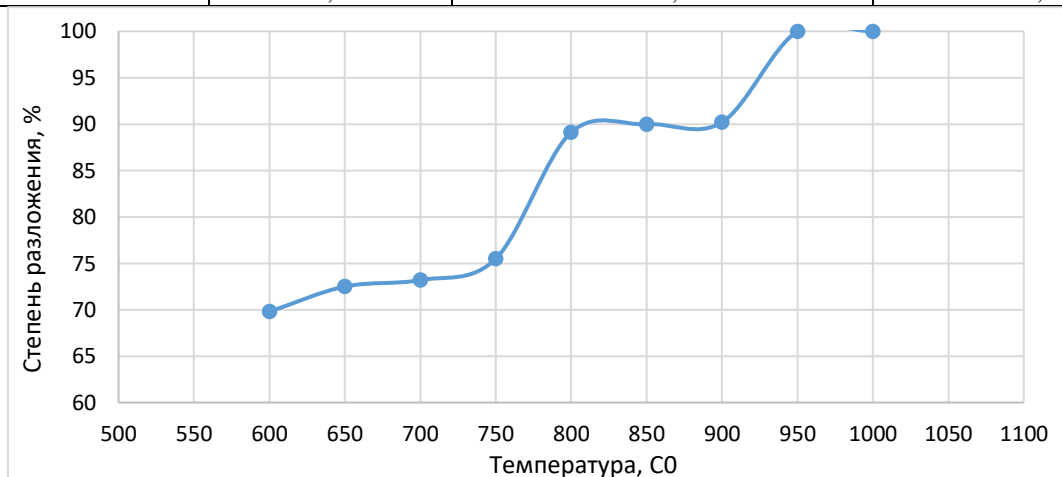


Рис. 1. Зависимость степени разложения комплексов платины от изменение температуры

В результате проведенных опытов по прокалке достигли нужного результата, платиновое комплексное соединение полностью разложено. Полученные платиновые после прокалки порошки сданы на анализ для определения химического состава. По результатам спектрального анализа было определено что, в составе платинового порошка присутствуют 1-1,5% палладия и до 0,1-1,0 % других цветных металлов.

Перед началом работы немного о физико-химических свойствах палладия. Палладий является наиболее химически активным из платиновых металлов. Не реагирует с водой, разбавленными кислотами, щелочами, раствором аммиака. Реагирует с горячими концентрированными серной и азотной кислотами, в отличие от других платиновых металлов. Может быть переведён в раствор анодным растворением в соляной кислоте [7].

Как было выше сказано палладий в отличие от платины хорошо растворяется в азотной и серной кислотах, а также большинство цветных металлов и их оксиды которые могут присутствовать в составе платинового порошка [8]. Именно на основе этих свойств была разработана технология по очистке порошка путем выщелачивания. По разработанной технологии были проведены несколько лабораторных опытов. Для очистки платинового порошка из палладия и других цветных металлов путем выщелачивания испытывали растворы серной кислоты разных концентрации. В термостойкие стаканы налили растворы серной кислоты и подогрели до 70°C на электроплите. Затем в каждый стакан в одинаковом количестве (Т:Ж=1:4) добавили неочищенного платинового порошка. Результаты опытов приведены в таблице № 2.

Таблица 2

Результаты опытов по выщелачиванию палладия и цветных металлов из платинового порошка

Номер опыта	Концентрация H ₂ SO ₄ , %	До выщелачивания		После выщелачивания	
		Содержание Pd в порошке, %	Σ содержание цветных металлов(CuFeNi и др) в порошке, %	Содержание Pd в порошке, %	Σ содержание цветных металлов(CuFeNi и др) в порошке, %
1	20	1,31	0,63	1,24	0,26
2	25	1,23	0,61	1,20	0,11
3	30	1,25	0,58	1,10	0,05
4	35	1,25	0,55	1,06	0,02
5	40	1,28	0,74	1,05	0,01

На основе полученных результатов исследований выявлено, что воздействие серной кислоты на цветные металлы и палладий разные, в зависимости от концентрации. Воздействие

серной кислоты на цветные металлы и палладий при разных концентрациях показано на рисунке 2.

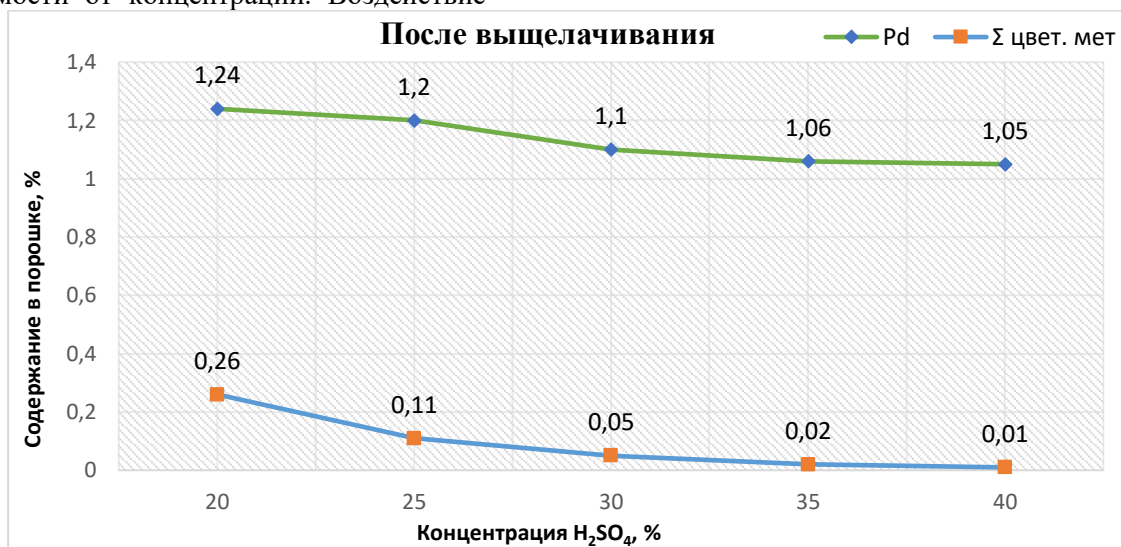


Рис.2. Воздействие серной кислоты на цветные металлы и палладий при разных концентрациях

Проводили опыты по очистке платинового порошка гидрометаллургическим способом с такими же технологическими параметрами,

однако в качестве растворителя применили вместо серной кислоты растворы азотной кислоты разных концентраций.

Таблица 3.

Результаты опытов по выщелачиванию палладия и цветных металлов из платинового порошка

Номер опыта	Концентрация HNO ₃ , %	До выщелачивания		После выщелачивания	
		Содержание Pd в порошке, %	Σ содержание цветных металлов(CuFeNi и др) в порошке, %	Содержание Pd в порошке, %	Σ содержание цветных металлов(CuFeNi и др) в порошке, %
1	20	1,31	0,63	0,86	0,05
2	25	1,23	0,61	0,80	0,04
3	30	1,25	0,58	0,69	0,025
4	35	1,25	0,55	0,61	0,014
5	40	1,28	0,74	0,58	0,01

По госту общее содержание металлов платиновой группы (Pd, Rh, Ir, Ru) в составе платинового порошка не должно превышать 0,05 % а цветных металлов 0,025 %.

Воздействие азотной кислоты на цветные металлы и палладий при разных концентрациях показано на рисунке 3.

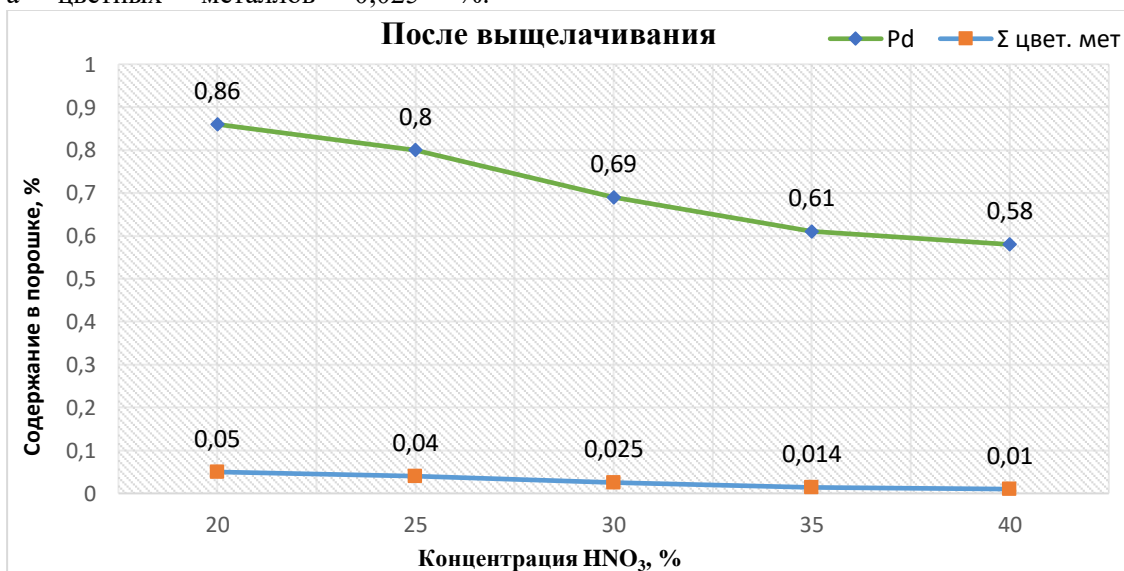


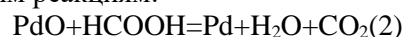
Рис.3. Воздействие азотной кислоты на цветные металлы и палладий при разных концентрациях

Множество проведенных опытов по очистке платинового порошка гидрометаллургическим способом прошли безрезультатно. В результате проведенных опытов при применении в качестве очищающего реагента серную кислоту платиновый порошок был очищен от 12 % палладия и от 96,4% цветных металлов. В результате проведенных опытов используя в качестве очищающего реагента азотную кислоту платиновый порошок был очищен от 51,2 % палладия и от 98,4 % цветных металлов. После этого провели фазовый анализ очищенного порошка в результате которого было выявлено что основная часть нерастворенного палладия в виде оксида. С целью модернизации технологии по очистке порошка были изучены параметры окисления палладия. По данным палладиевый порошок При нагревании на воздухе устойчив до ~300 °С и выше 850 °С; в диапазоне 300...850 °С тускнеет из-за образования на поверхности плёнки оксида палладия PdO[9].

Применяли разные восстановители для восстановления палладия который окисляется при прокалке до элементарного состояния, так как оксид палладия не растворяется в неорганических кислотах даже в царской водке.

По теоретическим данным в качестве восстановителя выбрана муравьиная кислота. Муравьиная кислота, подобна альдегидам и в отличие от других карбоновых кислот, легко окисляется окислителями.

Для восстановления оксида палладия в составе платинового порошка был приготовлен 30% ный раствор муравьиной кислоты. В термостойкий стакан наливали приготовленный раствор муравьиной кислоты и нагрели до 50 °С на электрической плите. Далее в эквивалентном количестве порциями добавляли в стакан платинового порошка в течение часа. Восстановления оксида палладия протекает следующим реакциям:



После процесса восстановления промыли би дистиллированной водой и сушили платинового порошка. Затем еще были проведены лабораторные опыты по очистке порошка способом выщелачивания раствором азотной кислоты. Для выполнения опытов взято анализированные дубликаты порошки в одинаковом количестве. Данные проведенных опытов приведены в таблице 4.

таблица 4

Номер опыта	Концентрация HNO ₃ , %	До выщелачивания			После выщелачивания		
		Содержание Pd в порошке, %	Σ содержание цветных металлов(CuFeNi и др) в порошке, %	Степень чистоты Pt, %	Содержание Pd в порошке, %	Σ содержание цветных металлов(CuFeNi и др) в порошке, %	Степень чистоты Pt, %
1	20	1,31	0,63	98,2	0,17	0,05	99,74
2	25	1,23	0,61	98,0	0,11	0,046	99,80
3	30	1,25	0,58	98,11	0,08	0,04	99,84
4	35	1,25	0,55	97,96	0,06	0,012	99,91
5	40	1,28	0,74	98,08	0,06	0,01	99,92

По результатам проведенных опытов можно сказать что при очистке платинового порошка важно знать в виде какого соединения

содержатся примеси. Воздействие азотной кислоты на примеси показано на рисунках 4 и 5.

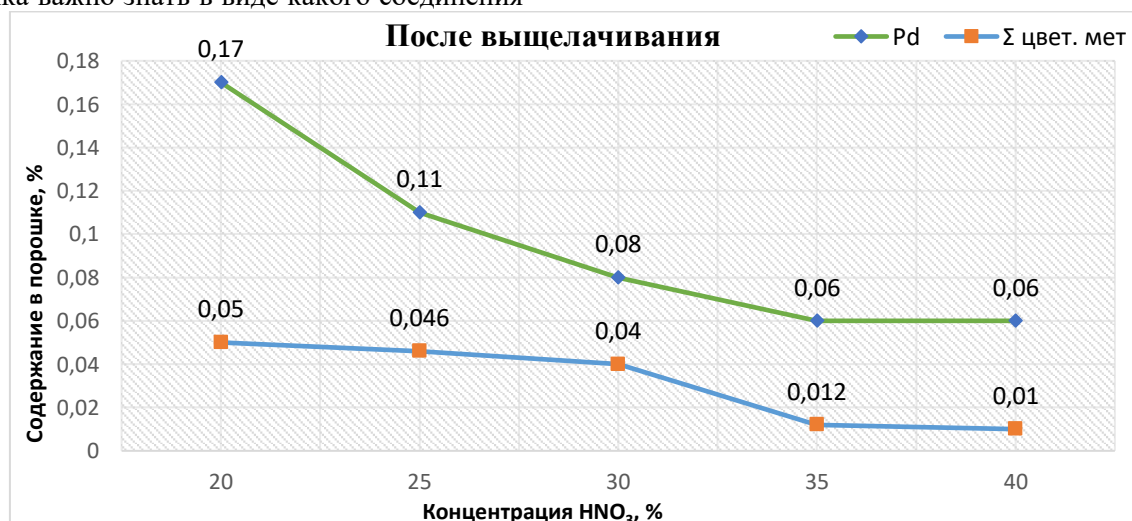


Рис.4 Зависимость содержаний примесей в порошке от концентрации азотной кислоты после промывки

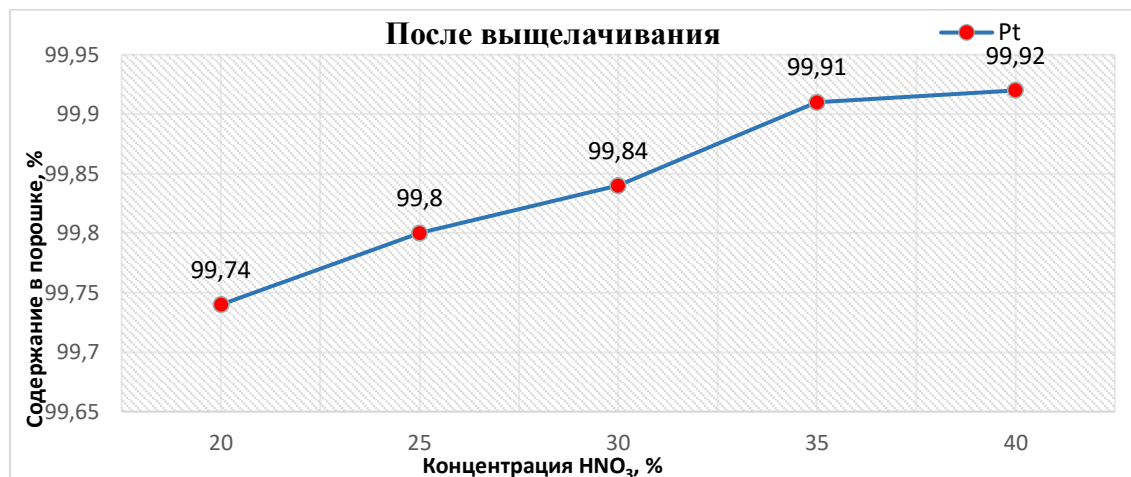


Рис.5 Зависимость степени чистоты от концентрации после промывки

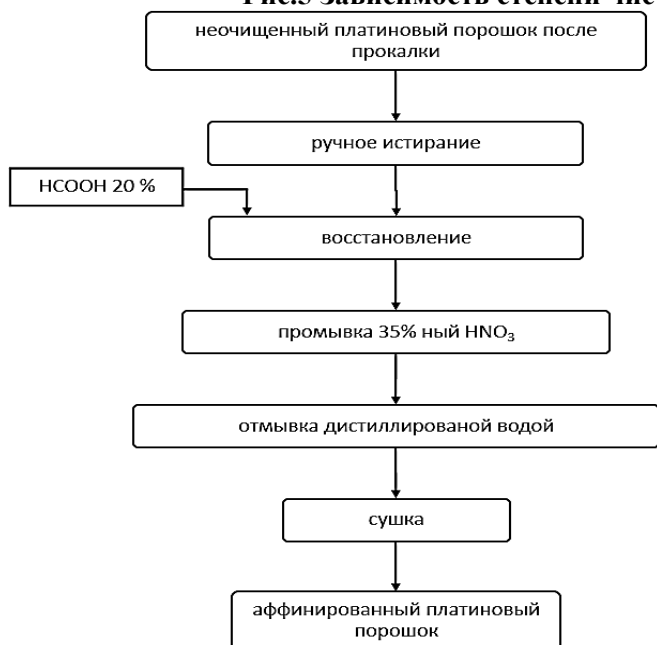


Рис.6. Технологическая схема очистки платинового порошка от примесей

В результате проведенного исследования разработана новая, эффективная, экономически выгодная и простая технология по аффинажу платинового порошка. Очистка от примесей по данной технологии осуществляется следующим образом. При получении платины используют

селективные осадители и полученные осадки (NH_4Cl , $([\text{PtSC}(\text{NH}_2)_2]\text{SO}_4)$) прокаливают при высоких температурах. После прокаливания получают

Предлагаемой технологией можно решить следующие задачи:

1. Упрощение технологии очистки платинового порошка. Данная технология состоит из 5 операций с продолжительностью циклов 4-6 часов.

2. Применение данной технологии позволяет экономить расход реагентов и других затрат.

3. Получение платины в виде порошка с массовой долей платины не менее 99,90 %.

Заключение. Исходя из полученных результатов проведенных исследований можно сказать, что рекомендуемая технология позволяет получить платиновый порошок высокой чистоты и со значительно меньшими энергетическими затратами. В мировом производстве с целью очистки от примесей платиновый порошок растворяют в царской водке и осаждают и этот цикл повторяют 2-3 раза. В данной технологии исключили операцию растворения платинового порошка в царской водке.

ЛИТЕРАТУРА:

- Турсебеков А.Х., Конеев Р.И., Санакулов К.С., Дабижа С.И., Игнатиков Е.Н. Распределение элементов платиновой группы в рудах и продуктах их переработки золотосодержащих месторождений Кураминской металлогенической зоны (Узбекистан) // Мат-лы н.конф. «Магматические, метасоматические формации и связанное с ними оруденение». Т: НУУз, 2005. С.349-351.
- Нерадовский Ю. Н. Грошев Н. Ю. Войтеховский Ю. Л. Бороздина С. В. Савченко Е. Э. О минералах платины, палладия, серебра и золота в Порьереченском титаноносном комплексе (Кольский полуостров) Текст научной статьи по специальности «Науки о Земле и смежные экологические науки» УДК 553.3+549.2+549.3+546.57(470.21)
- Турсебеков А.Х. Медно-рудные формации Узб.// Металлогения золота и меди Узб-на. Т:ИГиГ АНРУз, 2012. С.101-195.
- Петров Г.В., Шнеерсон Я.М., Андреев Ю.В. Извлечение платиновых металлов при переработке хромитовых руд. Металлургия и обогащение CYBERLENINKA DOI: 10.25515/PM1.2018.3.281
- Шарипов Х.Т., Борбат В.Ф., Даминова Ш.Ш., Кадирова З.Ч. Химия и технология платиновых металлов. Ташкент “Университет” 2018, 311 ст.
- Матулис В.Э., Рагойжа Е.Г., Серебрянская Т.В., Григорьев Ю.В., Ивашкевич О.А. Исследование строения и свойств комплексов хлорида платины (II) с (2-алкилтетразол-5-ил)уксусной кислотой методами квантовой химии и ЯМР-спектроскопии DOI: <https://doi.org/10.33581/2520-257X-2019-2-3-11>.
- Палладий // Химическая энциклопедия : в 5 т. / Гл. ред. И. Л. Кнунянц. — М.: Большая Российская энциклопедия, 1992. — Т. 3: Меди—Полимерные. — С. 440—441. — 639 с. — 48 000 экз. — ISBN 5-85270-039-8.
- Санакулов К.С., Мухиддинов Б.Ф., Хасанов А.С. Химические элементы, “Muharrir nashriyoti” Ташкент 2019г. ст. 195.

Мардонакулов Ш.Ў., Каримов К.А., Турахужаева Ш.Н. Аллюминий–кремний қотишмаларини суюклантириш режимига кўра металл йўқотилишини аниқлашнинг математик модели	122
Panjiyev A.X., Xolliyeva Sh.O., Ziyayev R., Shodmonov B. Sirka kislotali monoetanolammoniy va karbamidammiakli selitra eritmalarining xossalarini o‘rganish	124
To‘rayeva G.S., Todjiyev J.N., Navruzov F.M., Tuliyeв B.A., Turabov N.T. Qo‘rg‘oshin(II) ionini aniqlash uchun spektroskopik usullarini tanlashning nazariy asoslari va spektrofotometriya usulining qo‘llanilishi	127
Mamurov E.T., Sarimsakov O.Sh. Linter mashinalari uchun resurstejamkor kolosnik konstruksiyasi	130
Ахмедов О.Р., Абдурахманов Ж.А., Шомуротов Ш.А., Тураев А.С. Синтез и свойства <i>n</i> -гуанидиний хитозана	133
Murtazoyev A.M., Xikmatova D.X., Bozorova Z.X. Parmalash qorishmalarining chiqindilaridan foydalanish	136
Бердияров Б.Т., Исмаилов Ж.Б., Очилдиев К.Т., Мухаметджанова Ш.А., Боймурзаева Ж.И. Восстановления обожженного цинкового концентрата в слабо-восстанавливающей газовой среде	139
6. Проблемные обзоры	
Бегентаев М.М., Кульдеев Е.И., Нурпеисова М.Б., Бек А., Низамова А.Т. Исследование и использование золошлаковых отходов в качестве вторичного сырья	143
Абед Н.С., Маматов Б.А., Исломов Ш.А., Улмасов Т.У., Негматов С.С., Ибодуллаев Т.Н., Туляганова В.С., Бозорбоев Ш.А. Исследование закономерностей влияния внешних факторов на физико-механические и виброакустические характеристики композиционных полимерных материалов ...	148
Абед Ф.Ж. Перспективы использования полимерных пленок в фармации	152
Хусанов Н.А. Тоғ-кон саноати курилмалари деталлари юзасига композицион металл кукунлари ёрдамида электроконтакт усули билан қоплама қоплаш технологияси	156
Hojiyev Sh.T., Xolikulov D.B., Xaydaraliyev X.R., Javliyev S.S., Movlanov A.S. Sulfidli rux boyitmasini piroluzit yordamida kislotali muhitda oksidlash yo‘li bilan tanlab eritish jarayonining kinetikasini tadqiq etish..	158
Raxmonova X.Q., Sultonov Sh.A. Paxta moyidagi rang beruvchi pigmentlarining o‘zgarishiga gil kukunlarini tarkibining ta’siri	161
Turakhujaeva Sh.N., Sharipov K.A., Mardonakulov Sh.U., Turakhujaeva A.N. The effect of the addition of silicon and manganese on the properties of aluminum-magnesium alloy: an overview for a comparative analysis	163
Мирсагатова М.А., Абдумавлянова М.К., Содикова М.Р. Исследования газового конденсата месторождений Узбекистана, проблемы класификации и кодирования в соответствии с ТН ВЭД	165
Усманкулов О.Н. Исследование осаждения платины в виде комплексного соединения	169
Qurbonov A.R., Yusupov F.M., Raximov X.Yu. Gaz quvurlari uchun mahalliy xomashyo asosidagi korroziyaga qarshi materiallarning fizik-kimyoviy va ekspluatasion xususiyatlarini o‘rganish	175
Dustqobilov E.N. Tabiiy gazni nordon komponentlar va oltingugurtli birikmalardan absorbtsiyasi tozalashda qo‘llaniladigan qurilmalarning asosiy turlari	178
Qurbonov A.R., Yusupov F.M., Raximov Kh.Yu. Korroziya jarayonining tezligi va xarakterini belgilovchi asosiy omillarning ta’sirini o‘rganish	184
Turonov M.Z. Qattiq qotishmali perosimon parmaning kesib ishlash jarayonida radial tebranishlarini tadqiqotlash	187
Xalikulov U.M., Parmonov G‘.M. Volfram keklar tarkibidan kalsiy nitrat (Ca(NO ₃) ₂) mineral o‘g‘iti olish texnologiyasini ishlab chiqish	190
Omonov Z.J. Ishchi qismi takomillashtirilgan arrali jinni jin samaradorligiga va mahsulot sifatiga ta’sirining tadqiqoti	193
Qurbonov A.R., Yusupov F.M., Raximov X.Yu. Mahalliy xomashyolar asosida korroziyaga qarshi materiallarning turli faktorlarga ta’sirini o‘rganish	198
Баракаев Н.Р., Шукуров Ю.У. Замонавий куриштиш усулларининг таҳлили ва сублиматция усули билан куриштишнинг афзалликлари	201