



UDC: 669.054.8

MIS SANOATI TEXNOGEN CHIQINDILARIDAN PLATINA VA PALLADIY AJRATIB OLIISH TEXNOLOGIYASINI TADQIQ QILISH

Vohidov Baxriddin Raxmidinovich,
texnika fanlari bo'yicha falsafa doktori (PhD),
Navoiy davlat konchilik instituti «Metallurgiya» kafedrası dotsenti,
e-mail: golf.87@mail.ru;

Hasanov Abdurashid Soliyevich,
t.f.d., professor,
«OKMK» AJ bosh muhandisining fan bo'yicha o'rinbosari

***Annotatsiya.** Bugungi kunda O'zbekiston sharoitida "OKMK" AJ tasarrufidagi kam miqdorda nodir metallar saqlagan texnogen chiqindilarni qayta ishlash hamda ulardan nodir va qimmatbaho metallar ajratib olishning kompleks texnologiyasi mavjud emas. "OKMK" AJ tarkibidagi platina, palladiy va rodiiy tarkibli texnogen chiqindilarining mavjudligi kombinatni bir necha yilga rudani qayta ishlamasdan, chiqindilarni qayta ishlash hisobiga ishlab chiqarish sanoatini amalga oshirishi mumkinligini ko'rsatadi. Ushbu maqolada metallurgiya chiqindilarini boyitish mahsulotlarini birlashtirish hamda sanoat chiqindilaridan platina va palladiyni mis qizil shlamlaridan ajratib olish imkoniyatlari tahlil qilinadi. Shuningdek, platina va palladiyni tanlab eritish usullarining samaradorligi aniqlanadi, platina guruhi metallarini eritish, qayta tiklash usullari va ularni turli zararli qo'shimchalardan tozalash usullariga alohida e'tibor beriladi. Tadqiqotlar natijasida ko'p bosqichli tozalovchi qayta ishlash jarayonlari bilan platina va palladiy ajratib olishning chuqur gidrometallurgik kompleks texnologiyasi ishlab chiqildi.*

***Kalit so'zlar:** texnogen chiqindi, palladiy, kuydirish, tiklash, selektiv cho'kma, shoh arog'ida eritish, toblash, kompleks texnologiya.*

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ПЛАТИНЫ И ПАЛЛАДИЯ ИЗ ТЕХНОГЕННЫХ ОТХОДОВ МЕДНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Вохидов Бахриддин Рахмидинович,
доктор философии по техническим наукам (PhD),
доцент кафедры «Металлургия»
Навоийского государственного горного института;

Хасанов Абдурашид Солиевич,
доктор технических наук, профессор,
заместитель главного инженера по науке АО «АГМК»

***Аннотация.** Сегодня в условиях Узбекистана в АО «АГМК» отсутствует комплексная технология переработки техногенных отходов с небольшими количествами редких металлов и их извлечения. Наличие в АО «АГМК» техногенных отходов, содержащих платину, палладий и родий, дает потенциал заводу заниматься производственной деятельностью, перерабатывая отходы в течение нескольких лет, без переработки руды. В данной статье рассматривается возможность объединения продуктов обогащения отходов*



металлургического производства и извлечения платины и палладия из техногенных отходов – медного красного шлама. В работе определена эффективность методов селективного выщелачивания платины и палладия, а также уделено внимание способам растворения и восстановления платиновых металлов и методам их очистки от различных примесей. Разработана глубокая комплексная гидрометаллургическая технология извлечения платины и палладия с многоступенчатыми процессами рафинирования.

Ключевые слова: техногенные отходы, палладий, обжиг, восстановление, селективное осаждение, царско-водочное выщелачивание, прокатка, комплексные технологии.

INVESTIGATION OF THE TECHNOLOGY FOR EXTRACTING PLATINUM AND PALLADIUM FROM INDUSTRIAL WASTE PRODUCED BY THE COPPER INDUSTRY

Vokhidov Bakhridin Rakhmidinovich,

Doctor of Philosophy in Engineering, Assistant professor in the Metallurgy Department of the Navoi State Mining Institute;

Khasanov Abdurashid Solievich,

Doctor of Technical Sciences, Deputy Chief Engineer for Science of JSC “AGMK”

Abstract. Nowadays, in the given conditions of Uzbekistan, there is hardly any comprehensive technology either for processing of industrial waste or extraction of rare and precious metals at the JSC “AGMK” with small amounts of rare metals. The presence of the man-made waste containing platinum, palladium and rhodium in AGMK JSC indicates that the plant can manage the industry, having been processing the waste for several years without recycling the ore. This article discusses the feasibility of combining the products of enrichment of metallurgical waste and of extracting of platinum and palladium from industrial waste - copper red mud. This work defines the effectiveness of methods for selective leaching of platinum and palladium as well as it focuses on methods of dissolution, reduction of platinum metals and their purification from various impurities. A fundamental hydrometallurgical comprehensive technology for extraction of platinum and palladium with multistage refining processes has been developed as a result of the research.

Keywords: industrial waste, palladium, roasting, recovery, selective precipitation, aqua leaching, calcination, integrated technologies.

Kirish

Bugungu kunda dunyo amaliyotida kon-metallurgiya sanoatidagi ko‘p yillar davomida to‘plangan sanoat chiqindilarini qayta ishlash tendensiyasi yuzaga keldi. Sababi ayni damda metallning boshlang‘ich yuqori miqdorga ega bo‘lgan turlari va oson qayta ishlanadigan rudalar mavjud bo‘lgan kon zaxiralari deyarli tugab bormoqda. Bu konditsion rudalarni qayta ishlash hajmining kamayishi va sanoat chiqindilari, qiyin boyitiluvchi rudalar va balansdan tashqari past navli chiqindilarni qayta ishlashga jalb qilish ehtiyojini tug‘dirdi. Shu-

ningdek, jahon bozorida metallar narxining oshib borishi murakkab konchilik va iqlim sharoitlarida foydali qazilma konlarining qimmatbaho metallar miqdori kam bo‘lgan taqdirda ham konni o‘zlashtirish, shuningdek, texnogen mineral resurslarni qayta ishlashga jalb etish uchun qulay sharoit yaratadi.

Yangi iqtisodiy sharoitlarda O‘zbekiston yer osti boyliklaridan foydalanish strategiyasini qayta ko‘rib chiqishga juda muhtoj. Texnogen xomashyoni qayta ishlashga jalb etish muammosi respublika uchun muhim bo‘lib, qayta tiklanmaydigan mineral resurslar tejashni o‘z



ichiga oladi. 2020-yil 3-dekabr kuni O'zbekiston Respublikasi Prezidenti raisligida fan va innovatsiyalarni rivojlantirishda oliy ta'lim muassasalari, ilmiy tashkilotlar, soha va hududlar oldida turgan ustuvor vazifalarga bag'ishlangan kengaytirilgan videoselektor yig'ilishi bo'lib o'tdi. Mazkur yig'ilish bayonnomasining 95-sonli 16-bandida manfaatdor idora va tashkilotlarga Navoiy va Olmaliq kon-metallurgiya kombinatlarining texnogen chiqindilaridan oltin, kumush, rangli va nodir metallarni ajratib olish texnologiyasini ishlab chiqish va bu borada amaliy ishlarni boshlash vazifasi topshirildi.

“Olmaliq KMK” AJ sharoitida mis va rux ishlab chiqarish jarayonida hosil bo'lgan texnogen chiqindilarning umumiy miqdori 1,5 mlrd tonnaga yaqin deb baholanadi. Bu texnogen chiqindilar, asosan, mis ishlab chiqarish sanoatining boyitish fabrikasi (1-MBF, 2-MBF) chiqindilari, mis ishlab chiqarish sanoati keklari va mis eritish zavodi shlamlari ko'rinishida uchraydi. Shuningdek, qattiq turdagi texnogen chiqindilarga Chodak kon boshqarmasi boyitish chiqindilari va Qolmaqir konining sulfidli va oksidli balansdan tashqari chiqindilari mansubdir. Bugungi kunda nodir va qimmatbaho metallar hisoblangan oltin, kumush va platina, palladiy kabi metallarning ushbu texnogen chiqindilar tarkibida uchrashi va ularga bo'lgan talabning jahon bozorida yuqori bo'lishi texnogen chiqindilardan qimmatbaho metallar ajratib olish vazifasi naqadar muhimligini ko'rsatadi. Ushbumavzuning dolzarbligimahalliy va xorijiy olimlarning texnogen xomashyolardan kompleks foydalanish, maksimal takomillashtirilgan texnologiyalar ishlab chiqish va PGM ishlab chiqarish uchun texnogen chiqindilarni kompleks qayta ishlash sohasidagi tadqiqotlarini kuchaytirishga yo'naltirilgan.

Tadqiqotda mis va mis-nikel shlamlarini qayta ishlash bo'yicha jahon tajribasi keltirilgan bo'lib, bu texnologik, iqtisodiy va ekologik jihatdan takomillashtirilgan texnologiyalar ishlab chiqishni talab etadi [2, 432-b.]. Rudalar, mahsulotlar va chiqindilarning mineral, moddiy tarkibi va mineralogik xususiyatlariga qarab, PGM ajratib olishning quyidagi usullari qo'llanilishi samaraliligi asoslanadi: shlamning hosil bo'lishini o'rganish, shlamni boyitish,

kuydirish, sulfat kislotasida eritish, elektrolizlash, eritish va qimmatbaho metallar ajratib olish. Biroq ushbu usullarning aksariyati asosiy metallning yuqori darajada olinishini ta'minlamaydi. Shu sababli jahon amaliyotida texnogen elektrolitlarni qayta ishlashning noan'anaviy usullarini sanoat miqyosida ishlab chiqish va joriy etish bo'yicha keng qamrovli tadqiqotlar olib borilmoqda. Bu esa mis-nikel ishlab chiqarish qoldiqlaridan qimmatbaho metallarni to'liq va toza ajratib olish imkonini beradi [3, 29-b.].

Mavjud ishlar tahlili asosida shuni ta'kidlash joizki, olimlar tomonidan PGMni o'z ichiga olgan shlam va elektroliz jarayonidagi chiqindi elektrolitlardan metallar ajratib olishga oid kompleks tadqiqotlar (pirometallurgiya usullari bilan qayta ishlash, metallarni xlorlash, elektrolizlash, nitrat kislota bilan ishlov berish va boshqalar) olib borilgan.

“Norilsk Nikel” KMKda platina va palladiy ishlab chiqarishda qo'llaniladigan usullarni tahlil qilish va jahon ishlab chiqaruvchilarining amaliy tajribasi [4, 58-61] platinoid guruhi metallari saqlagan elektrolitlardan shoh arog'i eritmasida tanlab eritish bilan ajratib olish mumkinligini ko'rsatadi. Shuningdek, keyingi platina va palladiyni selektiv cho'ktirish jarayonlari bilan alohidalash va tozalash usullari bilan ajratib olish sanoatning eng muhim yo'nalishlaridan biri bo'lib, bu ishning dolzarbligi yanada oshiradi. Bir vaqtning o'zida platina va palladiyni tanlab cho'ktirish va ularni eritish yo'li bilan ajratish yuqori tejamkor va barcha platina guruhi metallarining tayyor boyitmalarga to'liq o'tishini ta'minlaydi, ammo jarayonning asosiy kamchiligi platinaning palladiydan ajralishi muammoli holatni keltirib chiqaradi [5, 122-b.].

Yuqoridagi uslublar kamchiliklarining mavjudligi texnogen chiqindilardan platina va palladiy ajratib olish jarayonlarini to'liqroq tadqiq qilishni taqozo etadi. Ayni shu maqsadda tadqiqotchilar tomonidan yangi texnologik sxema ishlab chiqilgan (3-rasm).

Ishning maqsadi texnogen chiqindilar tarkibidan tozalangan palladiy kukuni va platina yarim mahsulotini shoh arog'ida eritish orqali ajratib olishning yangi texnologiyasini ishlab chiqishdir.



Tadqiqot obyekti sifatida “Olmalik kon-metallurgiya kombinati” AJ mis eritish sanoati texnogen chiqindilari hisoblangan qizil shamlari olingan.

Material va metodlar

Mazkur tadqiqot mis shlamining tarkibi va palladiyning qaytarilish usullarini o'rganish, uni tanlab eritish, cho'ktirishning turli usullari va toblash jarayonlarini tadqiq qilishga asoslangan. Shu maqsadda XRD-6100 (Shimadzu, Yaponiya) apparatida mis shlami tarkibidagi nodir metallar miqdori va shakli rentgen fazali tahlil usullari yordamida aniqlandi. Biz Pd K_{α} -nurlanishdan (β -filtr, Pd, 1,348 tok rejimi va quvur kuchlanishi 30 Ma, 30 kV) 0,02 gradus qadam bilan 4 grad/daq. doimiy detektor aylanish tezligidan foydalandik ($\omega/20$ - bog'lanish) va skanerlash burchagi 4 dan 80° gacha o'zgarib turdi. Mis elektrolit shlamlarining elektrolizdan keyingi nodir metallar va PGM miqdorining difraktogrammasi olindi. Natijada shlamda metallarning juda katta miqdori borligi aniqlandi: oltin – 2,556; 1,648 A⁰ va palladiy metall 2,7 A⁰. Qayta ishlash texnologiyalari natijasida olingan palladiy kukuni tahlili esa atom emissiya spektroskopiyasi usulida amalga oshirildi. Buning uchun ARL 31000 atom emissiya spektroskopidan foydalanildi. Palladiy kukuni tarkibida quyidagi qo'shimcha metallar borligi aniqlandi: platina, iridiy, ruteniy, surma, rux va qo'rg'oshin – 0,003 dan 0,1% gacha; rodii, oltin, temir va nikel – har biri 0,001 dan 0,1% gacha; kumush, kremniy, alyuminiy, mis, magniy – har biri 0,001 dan 0,02% gacha [6, 27-b.]. Olingan palladiy kukunining kimyoviy tarkibi natijalari 6-jadvalda keltirilgan.

Tadqiqot natijalari

Chiqindi elektrolit eritmalaridan palladiy ajratib olish uchun quyidagi amaliyot bajarildi: palladiy-tiokarbamid kompleksini tiokarbamid eritmasida cho'ktirish, mahsulotni filtrlash, mahsulotni 500-600 °C da va 2-3 soat davomida kuydirish, hosil bo'lgan kuyindini yanchish va gidrazin eritmasi bilan qaytarish, qaytarilgan mahsulotni distillangan suv bilan yuvish, keyin 100-110 °C haroratda quritish, quritilgan mahsulotni zar suvi eritmasida eritish. Palladiy eritma fazasiga o'tgach, filtrlash orqali mahsulotning erimagan qismi ajratiladi. Platina

cho'ktirilgandan so'ng eritma ammiakli suv bilan Fe, Cu, Ni metallaridan cho'ktirishga yo'naltiriladi. Filtrlangach, cho'kma qoldiq omboriga tushadi, filtrlangan ammoniy xloroplatinat HCl bilan erimaydigan xloropalladozamin (XPZ)ga cho'ktiriladi, filtrlash va yuvishdan so'ng XPZ 600-900 °C da toblanadi va metall palladiy olish uchun tozalanadi [7, 7-b.].

Ekspirimentlar metodikasi

Palladiy-tiokarbamidli kompleksni cho'ktirish jarayoni 15-30 daqiqa davomida aralashtirgichli titan reaktorida amalga oshiriladi. Cho'kma tushgandan keyin cho'kma filtr orqali filtrlanadi, pH = 5 gacha distillangan suv bilan yuviladi, vakuum ostida quritiladi va maydalanadi, so'ngra termik parchalash orqali qimmatbaho metallar yuzasi ochiladi. Palladiyli kompleksning termal parchalanishiga doir tajribalar Snol markali mufel laboratoriya pechida o'tkazildi. Ushbu tadqiqotning maqsadi mahsulotning to'liq parchalanishi, zarrachalar yuzasini ochish, gaz fazasi harorati va tarkibining parchalanish xarakteriga ta'sirini o'rganish hisoblanadi. Termik ishlov berishdan chiqqan mahsulot yanchish qurilmasida yanchiladi. Keyin palladiyli mahsulotga titanli reaktorda gidrazin eritmasi bilan ishlov beriladi. Shundan so'ng eritma 2-4 soat davomida 60-80 °C haroratgacha qizdirilib, gidrazin eritmasi bilan aralashtiriladi, metall palladiyli cho'kmasi ajratiladi va eritmada qolgan palladiy konsentratsiyasi tahlil qilinadi. Qaytarilish jarayoni tugagandan so'ng palladiy oraliq mahsuloti gidrazin qoldiqlarini olib tashlash uchun distillangan suv bilan yaxshilab yuviladi va 100-110 °C haroratda quritishga qo'yiladi [8, 167-b.].

Palladiy va platina eruvchanlik darajasining jarayon davomiyligi va shoh arog'i sarfiga bog'liqligini aniqlash bo'yicha tajribalar quyidagicha amalga oshirildi: quritilgan palladiy mahsuloti kichik qismlarga bo'linib, V – 0,05 m³ hajmli qizdirilgan idishga quyiladi. Unda nitrat va xlorid kislotasi aralashmasi oldindan tayyorlanadi. Zar suvi sarfi 100 g palladiy kukuni uchun 2 litrni tashkil qiladi. Eritma 1-2 soat davomida doimiy qizdiriladi.

Qimmatbaho metallar eritma tarkibiga o'tgandan so'ng mahsulotning erimagan qismi filtrlanadi va kek shaklida chiqindiga chiqarila-



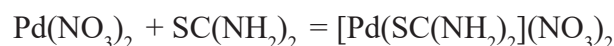
di. Tadqiqotlar natijasida platina cho'ktiruvchisi sifatida ammoniy xlorid tanlandi: u eritmadan faqat platinani cho'ktiradi, palladiy esa eritmada qoladi. Eritmaga mexanik aralashtirish bilan reaktorda oz miqdorda ammoniy xlorid bilan ishlov beriladi va platina cho'kmaga tushiriladi. O'tkazilgan tajribalarga ko'ra, cho'ktirish davomiyligi 1-2 soatni tashkil qiladi. Hosil bo'lgan platina cho'kmasi filtrlash yo'li bilan eritmadan ajratiladi va qolgan eritmaning tarkibi tahlil qilinadi. Dastlabki va yakuniy natijalarni tahlil qilish asosida platinani cho'ktirishning to'liqligi aniqlandi. Cho'ktirilgan platina cho'kmasi tozalangan platina olish uchun keyingi qayta ishlashga yuboriladi. Palladiyni o'z ichiga olgan qolgan eritma qo'shimchalaridan (Fe, Cu, Ni va boshq.) tozalashga jo'natildi. Xloropaldozamin titanli reaktorda xlorid kislota qo'shilgan holda cho'ktiriladi. XPZ (Xloropaldozamin) cho'ktirilgandan so'ng eritma filtrlanadi. Filtrlash va quritishdan keyin cho'kma toblashga, chiqindi eritmalar esa neytrallash uchun yuboriladi. Xloropaldozamin haroratni asta-sekin 600 °C dan 900 °C haroratgacha oshirish orqali parchalanadi va metall palladiyni olish uchun toblanadi. Toblangandan so'ng palladiy kukuni qo'lda yanchiladi va oxirgi tozalash jarayonida distirlangan suv, limon kis-

lotasi va chumoli kislotasi orqali yuvilib, tozalik darajasi oshiriladi [9, 220-b.].

Tadqiqot natijalari tahlili

Palladiyni eritmalaridan ajratishning bir necha usullari mavjud. Shu jumladan, cho'ktirish jarayonida foydalaniladigan eritmalar ham turlicha. Masalan, amaliyotda xlorid, fluorid, tiokarbamid yoki rodanid eritmaları qo'llaniladi. Metall palladiy nitrat kislota eritmalarida oson eriydi. Shuning uchun uni bunday eritmalaridan metall shaklida cho'ktirish orqali ajratib olish jiddiy qiyinchiliklar tug'diradi [10, 55-b.].

Tadqiqotlar shuni ko'rsatdiki, tiokarbamid eritmasi palladiy va boshqa PGMLarni cho'ktirish uchun optimal reagentdir. Tajribalar tasdiqlaganidek, nodir metallar tiokarbamid eritmaları bilan o'zaro ta'sirlashganda, cho'kma hosil qiladi. Ulardan farqli o'laroq, faolroq bo'lgan rangli metallar esa eriydi va eritmaga o'tib, asosiy qimmatbaho komponentlarning cho'kmada qolishini ta'minlaydi [11, 11-b.].



Tarkibida palladiy miqdori har xil bo'lgan tiokarbamid eritmasi bilan palladiyni cho'ktirish bo'yicha tadqiqot natijalari 1-jadvalda keltirilgan.

1-jadval

Palladiy miqdori turlicha bo'lgan tiokarbamid eritmasi bilan palladiyni cho'ktirish bo'yicha tadqiqotlar natijalari

№	Eritmadagi Pd miqdori, mg/l	Tiokarbamid (tiomachevina) sarfi, gr	Qolgan qoldiq eritmadagi Pd miqdori, mg/l	Cho'kmaga tushgan Pd miqdori, %	Pd cho'kmaga ajralish darajasi (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

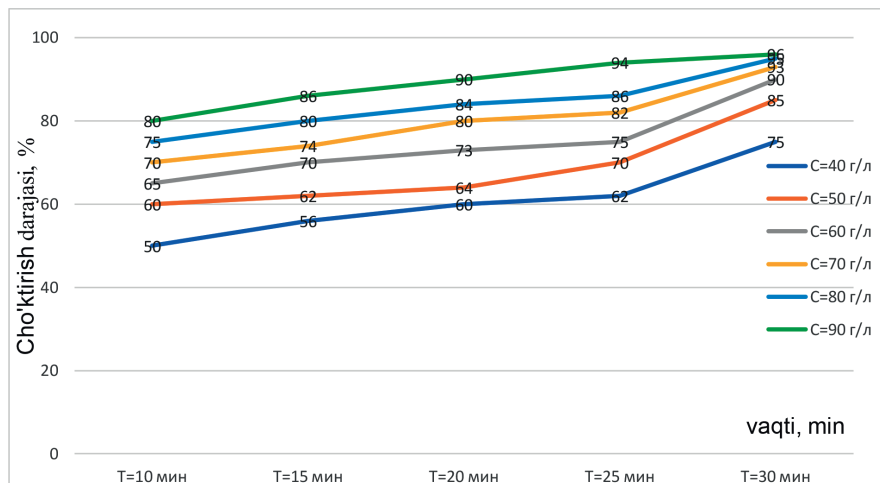
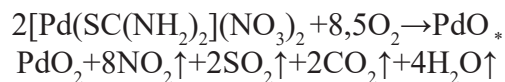
Jadvaldan ko'rinib turibdiki, palladiy va platinaning cho'ktirish jarayoniga metallar konsentratsiyasi va tiokarbamid eritmasi konsentratsiyasi, shuningdek, jarayonning davomiyligi ta'sir qiladi. Tiokarbamid eritmasining yuqori

konsentratsiyasi 70-90 g/l palladiy va boshqa qimmatli komponentlarning 98-99% gacha to'liq cho'kishiga yordam beradi. Metallarni cho'ktirish optimal rejimlari quyidagicha: $t = 25-30$ daq.; tiokarbamid sarfi 2-6 kg/kg; $E = 96-98\%$.



Laboratoriya tadqiqotlari natijalariga ko'ra, hosil bo'lgan palladiy-tiokarbamid kompleksi-da palladiy miqdori palladiy uchun 1500-2000 g gacha ko'tariladi. Bunda metallning boyish darajasi 100 martaga yetadi [12, 35-b.]. Egri chiziqlar grafigidan (1-rasmga qarang) ko'rinib turibdiki, tiokarbamid eritmasining 70-90 g/l konsentratsiyasida palladiyning eng yuqori cho'kish darajasiga erishiladi – 94-96%. Optimal cho'kish vaqti 25-30 daqiqa.

Palladiy-tiokarbamid kompleksi das-tavval pechga yuklanadi, 300 °C quritiladi va harorat 500-600 °C yetganda parchalana boshlaydi. Jarayon 3-4 soat davom eta-di. Termik parchalanish jarayonida palladiy cho'kmasi quyidagi reaksiyada parchalanadi [13, 32-b.]:



1-rasm. Qimmatbaho komponent cho'ktirish darajasining jarayon davomiyligi va tiokarbamid eritmasi konsentratsiyasiga bog'liqligi

Termik parchalanishni o'rganish natijalari palladiyning keyingi zar suvida eruvchanlik darajasining parchalanish rejimlariga bog'liqligini ko'rsatadi. Bu bog'liqlik 2-jadvalda ko'rsatilgan. Jadvaldan ko'rinib turibdiki, palladiyning maksimal 95,34% erishiga mahsulotni 600 °C da

kuydirish orqali erishiladi. Buning sababi shundaki, yuqori haroratli kuydirish palladiy kompleksini metall holatga to'liq parchalash va metallar sirtini ochish, natijada palladiyning shoh arog'i eritmasida erish darajasini oshirish imkonini beradi.

2-jadval

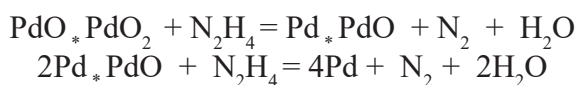
Kuydirish haroratining $t = 300-600$ °C palladiyning shoh arog'i eritmasida erish darajasiga bog'liqligini o'rganish natijalari

№	Kuydirish harorati, T, °C	Kuydirishdan keying kuyindi massasi, (boshlang'ich namuna massasi 50 g), g	Pd ning shoh arog'ida eruvchanligi, %
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



Ekspiriment natijalari shuni ko'rsatadiki, 550 °C dan past haroratlarda termal parchalanish palladiyning shoh arog'ida erishining keyingi bosqichida eruvchanlik darajasiga salbiy ta'sir qiladi. Buning sababi shundaki, parchalanadigan palladiy yana kislorod bilan oksidlana boshlaydi va bu, o'z navbatida, eritish vaqtida eruvchanlik darajasi pasayishiga olib keladi. Ushbu xulosaga asoslanib, palladiyni o'z ichiga olgan mahsulot uchun termal parchalanishning optimal harorati 550-600 °C oralig'ida tanlandi.

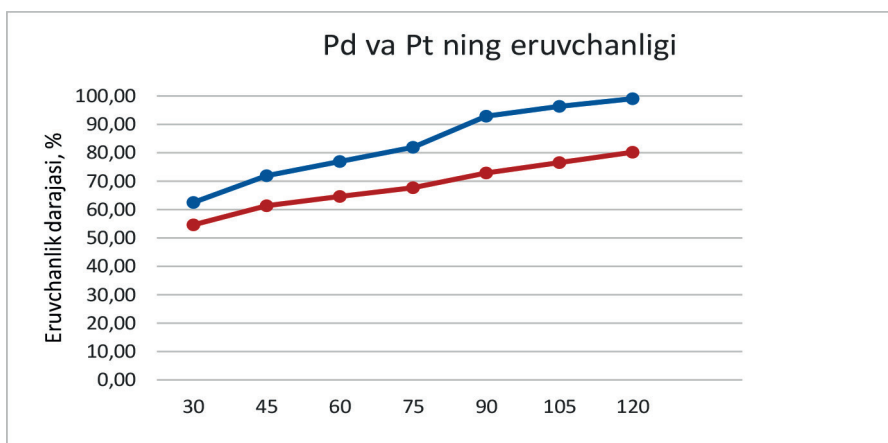
Adabiyotlar tahlilining ko'rsatishicha, reagentning eng kam sarflanishi, arzonligi va palladiy oksidining yuqori darajada tiklanishi gidrozini eritmasi bilan ta'minlanadi. Tavsiya etilgan texnologiyaning laboratoriya sinovlarining kengaytirilgan laboratoriya sharoitidagi davomiyligi 2-4 soatni tashkil etdi. Dastlabki va olingan mahsulotlardagi metall miqdorini tahlil qilish natijalariga ko'ra, palladiy qaytarilishining to'liqligi ta'minlandi. Cho'kmaning qaytarilish reaksiyasi quyidagicha [14, 18-b.]:



Palladiyni tiklash jarayoni tugagandan so'ng oraliq mahsulot gidrazin qoldiqlarini olib tashlash uchun distillangan suv bilan yaxshilab yuviladi va 100-110 °C haroratda quritishga qo'yiladi. Laboratoriya mufel pechda palladiy mahsuloti keyingi jarayonga tayyorlash uchun namlikdan quritiladi. Mavjud texnologiyaga

ko'ra, palladiy nitrat kislota bilan bir necha marta eritiladi. Biroq bu texnologiya o'zini oqlamadi, bu fakt palladiy ajratib olish darajasini oshirishni zar suvida eritish jarayonisiz amalga oshirib bo'lmashligini isbotladi. Olib borilgan tajriba sinovlari natijasida yangi texnologik sxema ishlab chiqildi (3-rasm). Buning natijasida platina va palladiyning erish darajasini ko'tarish hamda ajratib olish umumiy darajasini keskin oshirishga erishildi [15, 80-b.].

Tajribalarga ko'ra, eritish jarayonining davomiyligi oshishi bilan metallarning eruvchanlik darajasi ham oshadi, chunki palladiy va platinaning shoh arog'ida eruvchanligi jarayon kinetikasi bilan bog'liq. Palladiyning erish darajasi platinaning eruvchanlik darajasidan yuqori ekanligini quyidagi diagrammadan ko'rish mumkin (2-rasm). Bu palladiyning umumiy tiklanishi platinanikidan yuqori ekanligi bilan izohlanadi. Eruvchanlikka ta'sir qiluvchi asosiy omillar shoh arog'i eritmasi konsentratsiyasi va uning sarfidir. Eksperimental ravishda aniqlandiki, eritish vaqtining oshishi bilan eritma sarfi ham ortadi. Buning natijasida eritmadagi palladiy konsentratsiyasi oshadi va jarayon davomiyligi 120 daqiqa bo'lganda, sarf 200 g/dm³ ni tashkil qiladi va 100 g palladiy mahsulotiga 2 litr reaktiv sarflandi. Olingan natijalar asosida palladiy mahsulotini eritishning optimal rejimlari aniqlandi. Grafikning egri chiziqlari (2-rasm) platinoid guruhidagi metallar, xususan, platina va palladiyning eruvchanligi oshishini ko'rsatadi.

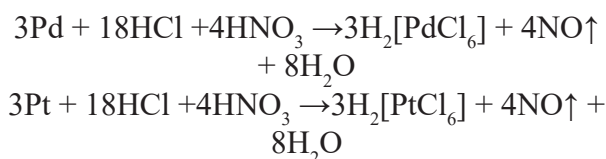


2-rasm. Jarayon davomiyligi va shoh arog'i eritmasining platina va palladiy eruvchanligiga bog'liqligi



Shu bilan birga, toblangan mahsulotda mavjud bo'lgan qo'shimcha metallar ham eritmada yuqori miqdorda eriydi va eritma tarkibiga o'tib, uni ifloslantiradi. Eritmani tahlil qilish natijasida ushbu qo'shimcha metallar miqdori aniqlandi, ular tarkibida past konsentratsiyali Fe, Cu, Ni, Au, Ag borligi ko'rindi [16, 253-b.].

Platina va palladiyning shoh arog'i eritmada erish reaksiyasi quyidagicha:



Qimmatbaho metallar eritma tarkibiga o'tgandan so'ng mahsulotning erimagan qismi filtrlanadi va chiqindi shaklida chiqariladi. Metall eritmada platina olish uchun keyingi tajribalar o'tkazildi. Platina cho'ktiruvchisi sifatida ammoniy xlorid eritmasi tanlandi: u eritmada faqat platinani cho'ktiradi, palladiy esa eritmada qoladi. Eritmaga mexanik aralashtirish reaktorda oz miqdorda ammoniy xlorid bilan ishlov beriladi.

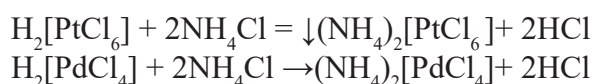
Tajribalar jarayonida ma'lum bo'ldiki, jarayon qancha uzoq davom etsa, ammoniy xlorid eritmasi shuncha ko'p sarflanadi, shu bilan birga, platinaning cho'kish darajasi ham ortadi. Natijalar 3-jadvalda keltirilgan.

3-jadval

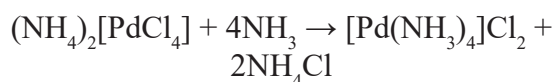
Ammoniy xlorat bilan platina cho'ktirish jarayonining optimal rejimi va davomiyligini aniqlash bo'yicha tajribalar natijalari

№	Cho'ktirish vaqti, daq.	Ammoniy xlorat sarfi, l	Cho'kmada platina miqdori, %	Platinaning cho'kmaga ajralish darajasi, %
1	30	5	16	68,56
2	60	10	20	72,21
3	90	15	26	76,89
4	120	20	28	80,23
5	150	25	30	86,72
6	160	30	30	86,68

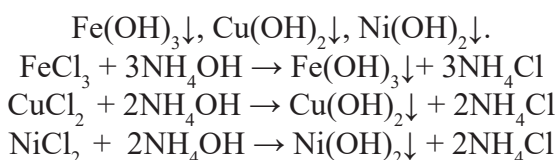
3-jadvaldan ko'rinib turibdiki, platina cho'kish vaqtining 150 daqiqadan ortishi tiklanishning oshishini ta'minlamaydi. Shuning uchun optimal cho'ktirish vaqti 150 daqiqa etib belgilandi. Maksimal tiklanishni beruvchi reagentning minimal sarfi 25 litrni tashkil qildi. Eksperimentlar natijalari sanoatda joriy qilish uchun asos qilib olindi va cho'ktirish vaqtida tetraxloropalladiy kislotasi eritmada qolib, cho'kma ammoniy geksaxloroplatinat (IV) shaklida tushishini ko'rsatdi [17, 212-220 b.].



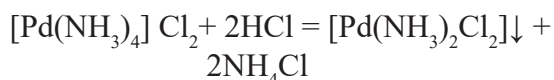
Palladiy eritmasini qo'shimchalardan tozalashning eng maqbul usullarini aniqlash uchun bir qator tajribalar o'tkazildi. Ammiak asta-sekin eritmaga kiritildi. Agar ammoniy gidroksid miqdori ko'paytirilsa, quyidagi birikma hosil bo'ladi:



Ammiakli suv palladiyga erituvchi sifatida ta'sir qiladi va shu sababli palladiy eritma fazasiga o'tadi. Eritmada ba'zi qo'shimchalar bilan o'zaro ta'sir qiluvchi ammoniy gidroksid eritmasi zararli metallarni gidroksidlar shaklida suvda erimaydigan cho'kma hosil qilib cho'kadi:



Keyinchalik dioxlorodiamminopalladiy (II) (XPZ-palladozamin)ning cho'kish va kislotali muhitning XPZ cho'kishiga ta'siri o'rganildi. Buning uchun maxsus tanlangan cho'ktirish texnologiyasi ishlab chiqilgan (3-rasm va formulalarga qarang).



Tajribalar turli konsentratsiyalarda va turli miqdorda xlorid kislota eritmasida o'tkazildi. Eksperimental ravishda HCl ning qo'shilgan miqdori ko'p bo'lmashligi kerakligi aniqlandi, chunki hosil bo'lgan kompleks yana eritma fazasiga o'tishi mumkin [18, 24-25b.].



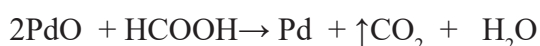
Tajribalar davomida palladiyni xlorid kislota eritmasida cho'ktirishning optimal rejimlari aniqlandi: HCl ning sarfi 100 g palladiy kukuniga 1 litr, cho'kma muhiti pH = 1-2. Palladiy va platina cho'kishining maqbul ko'rsatkichlari 4-jadvalda keltirilgan.

4-jadval

Palladiyni cho'ktirishning maqbul omillarini o'rganish tajriba natijalari

№	Cho'ktirish vaqti, daq.	Xlorid kislota sarfi, 100 g Pd olish uchun, l	HCl konsentratsiyasi, %	Cho'kmada palladiy miqdori, %	Palladiyning XPZga ajralish darajasi, %
1	10	0,20	30	40	51,8
2	15	0,25	40	50	62,9
3	20	0,50	45	60	71,4
4	25	0,75	50	70	86,7
5	30	1,0	65	80	96,8
6	40	1,25	65	65	80,7

Jadvaldan ko'rish mumkinki, 100 g palladiyni cho'ktirish uchun 1 litr xlorid kislota sarflanadi, optimal jarayon vaqti 30 daqiqani tashkil qiladi. Jarayonni davom ettirish palladiy cho'kishining pasayishi va xlorid kislota iste'moli oshishiga olib keladi. Palladozaminni xlorid kislota bilan cho'ktirish jarayonida gidratlar filtrlash yo'li bilan ajratiladi, qolgan komplekslar parchalanadi va affinajlanadigan metallning cho'kishiga xalaqit bermaydi. Agar jarayon davomiyligi 40 daqiqagacha oshsa, u holda xlorid kislota iste'moli 1,25 litrgacha ortadi. Gap shundaki, cho'kmaga tushgan palladiy asta-sekin yana xlorid kislota eriy boshlaydi. Palladiy oksidini tiklash uchun 100 g Pd kukuni uchun 200 ml reaktiv iste'moli bilan chumoli kislota ishlatiladi [19, 261-263 b.].



Taklif etilayotgan texnologiya jarayon davomiyligini qisqartirishi aniqlandi. Bu amaliyotda katta hajmdagi chiqindini qayta ishlash uchun muhim omildir.

Olingan kukun tarkibida juda oz miqdorda Pb, Sn va boshqa metall aralashmalarini saqlaydi. Uni qo'shimchalardan tozalash uchun biz kukunni limon kislota bilan qayta ishlaymiz

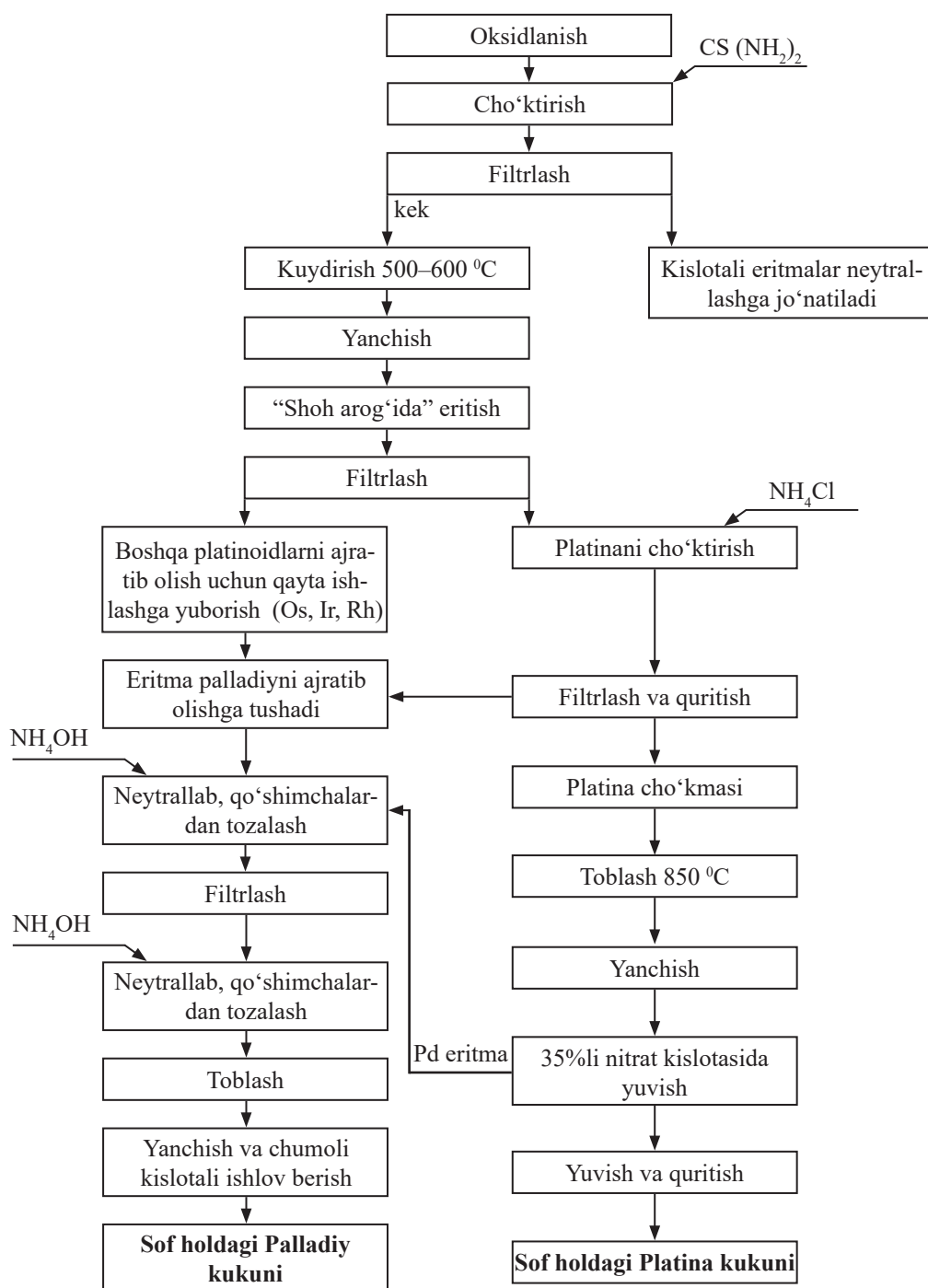
(limon kislota iste'moli 100 g Pd kukuniga 200 ml). Qo'shimchalardan tozalangandan so'ng kukun distillangan suv bilan yuviladi va mahsulot quritiladi. Natijada tozalangan Pd kukuni hosil bo'ladi.

Keng qamrovli tadqiqotlar, jumladan, bir qator tajriba va sinovlar natijasida 17 ta operatsiyadan va umumiy jarayon davomiyligi 24-26 soatdan iborat yangi texnologik sxema ishlab chiqildi (3-rasm). Bunda palladiyning 1 litrida 50 mg.ni tashkil etgan eritmalaridan 84% gacha ajralish darajasi bilan palladiy maksimal ajratib olindi. Natijada palladiyning massa ulushi 99,5-99,94% holda tozalangan va affinajlangan palladiy kukuni hosil bo'ldi (5-jadval).

Ishlatilgan elektrolitlarni qayta ishlashning zamonaviy kompleks usullaridan foydalanish natijasida chiqindilar tarkibidan platina va palladiyni to'liq ajratib olishga erishildi. Texnologiya ekologik nuqtayi nazardan ham maqsadga muvofiq bo'lib, texnogen chiqindilarni qayta ishlash natijasida chiqindilar yig'ilgan yerlar bo'shatiladi va atrof-muhitga salbiy ta'siri kamayadi, shuningdek, qo'shimcha qimmatbaho metallar ajratib olish hisobiga iqtisodiy samaradorlikka erishiladi [20, 38-b.].



Texnogen chiqindi (mis shلامي chiqindisi)



3-rasm. Texnogen chiqindilardan platina va palladiy metallarini ajratib olishning tavsiya etilgan innovatsion texnologik sxemasi

Ushbu texnologiyani joriy etilishi, shubhasiz, platina va palladiyni qo'shimcha ajratib olish hisobiga ijobiy iqtisodiy (7 764 547 682,08

so'm) samara beradi va sanoat chiqindilari to'plangan joylarda ekologik vaziyat yaxshilanishiga olib keladi.



Affinajlangan palladiy kukunining fizik-kimyoviy tahlil natijalari

Na- muna №	Mah- sulot nomi	Ulushi, %										
		Pd	Pt	Rh	Ir	Ru	Au	Pb	Fe	Si	Sn	Al
10	Pd kukuni	99,90	0,0036	0,0312	0,0003	0,0038	0,0068	0,0026	0,00119	<0,0001	<0,0001	0,0002
		Ulushi, %										
		Sb	Ag	Mg	Zn	Cu	Ni	Mn	Cr	Co	Ca	
		0,0025	0,0244	0,0003	<0,0001	0,0055	0,0012	0,0001	0,0004	0,0005	0,0006	
Na- muna №	Mah- sulot nomi	Ulushi, %										
		Pd	Pt	Rh	Ir	Ru	Au	Pb	Fe	Si	Sn	Al
11	Pd kukuni	99,94	0,0022	0,0310	0,0003	0,0039	0,0032	<0,0001	0,0055	<0,0001	<0,0001	0,0003
		Ulushi, %										
		Sb	Ag	Mg	Zn	Cu	Ni	Mn	Cr	Co	Ca	
		0,0022	<0,0001	0,0001	<0,0001	0,0050	0,0012	0,0001	0,0006	0,0005	0,0004	

Xulosalar

Tavsiya etilgan texnologiyaning afzalliklari quyidagilardan iborat: olingan palladiy kukunining yuqori tozaligi, kam energiya sarfi, yuqori mahsuldorlik, reagentlarning tejamkorligi va platina guruhi metallarining yuqori darajada kompleks ajratib olinishi.

Tadqiqotlar natijalariga ko'ra, quyidagi ilmiy yangiliklarga erishildi va xulosalar chiqarildi:

- texnogen chiqindi hisoblangan chiqindi elektrolitlardan palladiy ajratib olish texnologiyasini amalga oshirish tartibi keltirilgan;
- birinchi marta platina guruhi metallarini texnogen chiqindilardan shoh arog'ida eritishning optimal reagentlar va parametrlari rejimlari aniqlangan;

- tayyor mahsulot olish uchun chiqindi elektrolitlarni qayta ishlashning yangi texnologik sxemasi ishlab chiqilgan;

- birinchi marta texnogen chiqindilardan palladiy va platinani to'liq cho'ktirish usullari va ularni qayta tiklash hamda ajratish usullari ishlab chiqilgan va patent olish uchun taqdim etilgan;

Shoh arog'ida eritish bo'yicha laboratoriya tadqiqotlari natijasida quyidagilar aniqlandi:

- palladiyning chegaralangan tiklanish darajasini 55% dan 84% gacha oshirish mumkinligi;
- olingan palladiy kukunining tozaligi 90% dan 99,9-99,94% gacha oshirilishi;
- yo'ldosh usulda uchrovchi qimmatbaho platina metalining ajralish darajasi ikki barobarga orttiriladi.

REFERENCES

1. Masleniskij I.N., Chugaev L.V., Borbat V.F., Nikitin M.V., Strizhko L.S. Metallurgiya blagorodnyh metallov [Metallurgy of precious metals]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1987, pp. 410-411, 414-416.
2. Kotlyar Ju.A., Meretukov M.A., Strijko L.S. Metallurgiya blagorodnyh metallov [Metallurgy of precious metals. Textbook]. Moscow, Ruda i metall Publ., 2005, 432 p.
3. Hursanov A.X., Hasanov A.S., Abdukadirov A.A., Vohidov B.R. Texnologiya platinoidov [Platinoid technology]. Tashkent, Muharrir Publ., 2021, no. 29, pp. 33, 88, 216-217.
4. Hursanov A.X., Hasanov A.S., Vohidov B.R. Razrabotka texnologii poluchenija affinirovannogo palladievogo poroshka iz otrabotannyh jelektrolitov [Development of technology for



obtaining refined palladium powder from spent electrolytes]. Gornij vestnik Uzbekistana – Mountain Bulletin of Uzbekistan, 2019, no. 1 (76), pp. 58-61. Available at: <http://gorniyvestnik.uz/ru/release/2019/1/>.

5. Hasanov A.S., Vohidov B.R. Sovremennye problemy i innovacionnye tehnologii resheniya voprosov pererabotki texnogennyh mestorozhdenij Almalıyskogo GMK [Modern problems and innovative technologies for solving the issues of processing technogenic deposits of the Almalıyk MMC]. International Scientific and Practical Conference. Almalıyk, Mukharri, 2019, pp. 122-126.

6. Hasanov A.S., Vohidov B.R., Hamidov R.A., Sirozhov T.T., Mamaraimov G.F., Xuzhamov U.U. Issledovanie povyshenoy stepeni izvlecheniya i chistoti affinirovannogo palladiyevogo poroshka iz sbrosnyh rastvorov [Investigation of increasing the degree of recovery and purity of refined palladium powder from waste solutions]. UNIVERSUM, Technical science, Moscow, 2019, no. 9, pp. 20-30. Available at: <https://7universum.com/ru/tech/archive/category/966/>.

7. Xasanov A.S., Voxidov B.R., Rustamov S.U., Norov G.M., Barakaev A.M., Toshimov B.N., Turobov Sh.N. Issledovanie texnologii izvlecheniya palladiya iz otrabotannykh elektrolitov [Investigation of the technology for extracting palladium from spent electrolytes]. Scientific methodical journal “Achievements of Science and Education”, Ivanovo, Russian Federation, 2019, no. 7 (48), pp. 5-7.

8. Borbat V.F. Metallurgiya platinovix metallov [Metallurgy of platinum metals]. Moscow, Metallurgy, 1977, p.167.

9. Xursanov A.X., Xasanov A.S., Abdukadirov A.A., Voxidov B.R. Platinoidlar texnologiyasi [Platinoid technology]. Toshkent, Muharrir Publ., 2020, 220 p.

10. Vokhidov B.R. Nauchnoe obosnovanie texnologii polucheniya chistogo poroshka palladiya iz texnogenix elektrolitov [Scientific substantiation of the technology for obtaining pure palladium powder from technogenic electrolytes]. XI International correspondence scientific specialized conference «International scientific review of the technical sciences, mathematics and computer science» BOSTON. (USA), 2019. p. 55-62.

11. Hursanov A.X., Hasanov A.S., Abdukadirov A.A., Usmankulov O.N., Vohidov B.R., Askarov B.M., Umaraliev I.S., Abduvaitov D.S. Sposob izvlecheniya affinirovannogo palladiyevogo poroshka ot otra-botannyh jelektrolitov [Method for recovering refined palladium powder from spent electrolytes]. Patent № IAP 20190183. 30.04.2019.

12. Sharipov H.T., Borbat V.F., Daminova Sh.Sh., Kadirova Z.Ch. Himiya i tehnologiya platinovyh metallov [Chemistry and technology of platinum metals]. Tashkent, Universitet, 2018, pp. 3-5, 14-28, 35-40.

13. Vohidov B.R., Hasanov A.S. Issledovanie i razrabotka texnologii izvlecheniya metallov platinovyh grupp iz texnogenogo syr'ja AO «AGMK» [Research and development of technology for extracting platinum group metals from technogenic raw materials of JSC “AGMK”]. XIV-XIV International conference. Institute of Chemistry and Chemical Technology, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Krasnoyarsk, September 6, 2021, pp. 29-32.

14. Sanakulov K.S. Konceptualnye osnovy resheniya problem pererabotki texnogenogo syr'ja [Conceptual foundations for solving the problems of processing technogenic raw materials]. Modern problems and innovative technologies for solving the problems of processing technogenic deposits of the Almalıyk MMC. International scientific and practical conference, 2019. pp. 18-21.

15. Hasanov A.S., Vohidov B.R., Aripov A.R., Nemenenok B.M. Issledovanie povysheniya stepeni izvlecheniya affinirovannogo palladiyevogo poroshka iz sbrosnyh rastvorov [Investigation of increasing the degree of recovery of refined palladium powder from waste solutions]. Scientific-methodical journal Casting and Metallurgy, Materials Science - Belarus, 2020, March, no. 1 (78), pp. 78-86. Available at: <https://lim.bntu.by/jour/issue/view/86/showToc>; doi. org/10.21122/1683-6065-2020-1-78-86/.



16. Reddy B.R., Raju B., Jin Young Lee, Hyung Kyu Park. Process for the separation and recovery of palladium and platinum from spent automobile catalyst leach liquor using. Journal of Hazardous Materials, 2010, pp. 253-258.
17. Blac W. The Platinum group metals industry. Godhead Publ. Ltd. 2000, pp. 212-220.
18. Hursanov A.H., Hasanov A.S., Askarov B.M., Vohidov B.R. Sposob izvlecheniya af-finirovannogo palladievogo poroshka ot otrabotannykh jelektrolitov [Method for recovering refined palladium powder from spent electrolytes]. Tashkent, 2020. O'zbekiston Respublikasi Intelektual mulk agentligi Rasmiy axborotnomasi – Official Bulletin of the Intellectual Property Agency of the Republic of Uzbekistan, 01.10.2020, no. 10 (234), pp. 24-25.
19. Vohidov B.R., Hasanov A.S. Razrabotka sposoba ochistki palladievogo poroshka ot primesej [Development of a method for purification of palladium powder from impurities]. Science and Innovation, International Scientific and Technical Conference. Tashkent, 1 November 2019, pp. 261-263.
20. Vohidov B.R. Razrabotka texnologii poluchenija platinovykh metallov iz tehnogennykh othodov [Development of technology for obtaining platinum metals from industrial waste]. Eurasian Union of Scientists (ESU). Scientific-methodical journal, Moscow, 2020, June, no. 6 (75), pp. 38-46. DOI: 10.31618/ESU.2413-9335.2020.1.75/.

Taqrizchi: Doniyarov N.A., t.f.d., dotsent, Kimyo metallurgiya fakulteti dekani, Navoiy davlat konchilik instituti.