



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

Voxidov B.R. [0009-0001-4373-5731], *Mamaraimov G'.F.* [0009-0009-3847-9655],
Yandashev A.A. [0009-0002-9683-3201]

Voxidov B.R. - t.f.d., prof, Navoiy davlat konchilik va texnologiyalar universiteti, **Mamaraimov G'.F.** – katta o'qituvchi, Navoiy davlat konchilik va texnologiyalar universiteti, **Yandashev A.A.** – assistant, Navoiy davlat konchilik va texnologiyalar universiteti.

Annotatsiya. Bugungi kunda O'zbekiston sharoitida "OKMK" AJ tasarrufidagi kam miqdorda nodir metallar saqlagan texnogen chiqindilarni qayta ishlash va ulardan nodir va qimmatbaho metallarni ajratib olishning kompleks texnologiyasi mavjud emas. "OKMK" AJ tarkibidagi platina, palladiy va rodiy 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 va sanoat chiqindilaridan platina va palladiyni mis qizil shlamalaridan ajratib olish imkoniyatlari muhokama qilinadi. Bu ishda platina va palladiyni tanlab eritish usullarining samaradorligi aniqlanadi, shuningdek, platina guruhi metallarini eritish, qayta tiklash usullari va ularni turli zararli qo'shimchalardan tozalash usullariga ham alohida e'tibor beriladi. Tadqiqotlar natijasida ko'p bosqichli tozalovchi qayta ishlash jarayonlari bilan platina va palladiyni 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.

Аннотация. Сегодня в условиях Узбекистана отсутствует комплексная технология переработки техногенных отходов и извлечения редких и драгоценных металлов на АО «АГМК» с небольшими количествами редких металлов. Наличие в АО «АГМК» техногенных отходов, содержащих платину, палладий и родий, указывает на то, что завод может управлять производственной отраслью, перерабатывая отходы в течение нескольких лет без переработки руды. В данной статье рассматривается возможность объединения продуктов обогащения отходов металлургического производства и извлечение 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, восстановления платиновых металлов и методам их очистки из различных примесей. Разработана глубокая гидromеталлургическая комплексная технология извлечения платины и палладия с многоступенчатыми процессами рафинирования.

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

Annotation. Today, in the conditions of Uzbekistan, there is no complex technology for the processing of industrial waste and the extraction of rare and precious metals at the JSC "AGMK" with small amounts of rare metals. The presence of man-made waste containing platinum, palladium and rhodium in AGMK JSC indicates that the plant can manage the production industry, processing waste for several years without processing ore. This article discusses the possibility of combining the products of enrichment of metallurgical waste and the extraction of platinum and palladium from industrial waste - copper red mud. In this work, the effectiveness of methods for selective leaching of platinum and palladium is determined, and attention is also paid to the methods of dissolution, reduction of platinum metals and methods of their purification from various impurities. A deep hydrometallurgical complex technology for the extraction of platinum and palladium with multistage refining processes has been developed.

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

Kirish

Hozirgi vaqtda dunyo amaliyotida kon-metallurgiya sanoati ko'p yillar davomida to'plangan sanoat chiqindilarini qayta ishlash tendentsiyasi yuzaga keldi. Sababi ayni damda metallning boshlang'ich yuqori miqdorga ega bo'lan navlari va oson qayta



ishlanadigan rudalar mavjud bo'lgan konlarning zaxiralari deyarli tugab bormoqda. Bu konditsion rudalarni qayta ishlash hajmining kamayishiga va sanoat chiqindilari, qiyin boyitiluvchi rudalar va balansdan tashqari past navli chiqindilarni qayta ishlashga jalb qilinish ehtiyojini tug'dirdi. Shuningdek, jahon bozorida metallarning 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 xom ashyoni 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, sohalar 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 baxolanadi. Bu texnogen chiqindilar tarkibini asosan mis ishlab chiqarish sanoatining boyitish fabrikasi (1-MBF, 2-MBF) chiqindilari, mis ishlab chiqarish sanoati keklari va mis eritish zavodi shamlari ko'rinishida uchraydi. Shuningdek, qattiq turdagi texnogen chiqindilarga Chodak kon boshqarmasi boyitish chiqindilari va Qolmaqir konining sulfidli va oksidli balansdan tashqari chiqindilari mansub hisoblanadi. 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 metallarni ajratib olish vazifasi naqadar muhimligini ko'rsatadi. Ushbu mavzuning dolzarbligi mahalliy va xorijiy olimlarni texnogen xom ashyolardan kompleks foydalanish, maksimal takomillashtirilgan texnologiyalarni ishlab chiqish va PGM ishlab chiqarish uchun texnogen chiqindilarni kompleks qayta ishlash sohasidagi tadqiqotlarni kuchaytirishga yo'naltirilgan.

Tadqiqotda mis va mis-nikel shlamlarini qayta ishlash bo'yicha jahon tajribasi taqdim etilgan va umumlashtirilgan bo'lib, bu texnologik, iqtisodiy va ekologik jihatdan takomillashtirilgan texnologiyalarni ishlab chiqishni talab etadi [2, 432-6.]. 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 metallarni 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 shlamdan va elektroliz jarayonidagi chiqindi elektrolitlardan metallarni ajratib olishning kompleks tadqiqotlari (pirometallurgiya usullari bilan qayta ishlash, metallarni xlrlash, 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 keyingi 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 metallarini 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 palladiyni ajratib olish jarayonlarini to'liqroq tadqiq qilish lozimligini anglatadi. Ayni shu maqsadda tadqiqotchilar tomonidan yangi texnologik sxema ishlab chiqilgan (3-rasmga qarang). Ishning maqsadi - texnogen chiqindilar tarkibidan tozalangan palladiy kukuni va platinaning yarim mahsulotini shoharog'ida eritish orqali ajratib olishning yangi texnologiyasini ishlab chiqish. Tadqiqot ob'ekti sifatida "Olmaliq kon-metallurgiya kombinati" AJ mis eritish sanoati texnogen chiqindilari hisoblangan qizil shlamlari olingan.

Tadqiqot usullari

Mis shlamining tarkibi va palladiyni 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 metallarining miqdori va shakli rentgen fazali tahlil usullarida 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/min doimiy detektor aylanish tezligida foydalandik. (ω /20-bog'lanish) va skanerlash burchagi 4 dan 80° gacha o'zgarib turildi. Mis elektrolit shlamlarining elektrolizidan 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 cho'qqisida ko'rindi. Qayta ishlash texnologiyalari natijasida olingan palladiy kukunining 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; rodiy, oltin, temir va nikel har biri 0,001 dan 0,1% gacha; kumush, kremniy, alyuminiy, mis, magniyning har biri 0,001 dan 0,02% gacha [6, 27-b.]. Olingan palladiy kukunining kimyoviy tarkibi natijalari 6-jadvalda keltirilgan.

Tadqiqotlarni asoslash

Chiqindi elektrolit eritmalaridan palladiyni ajratib olish uchun quyidagi operatsiyalar 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 qismini ajratiladi. Platinani cho'ktirgandan so'ng, eritma ammiakli suv bilan Fe, Cu, Ni metallaridan cho'ktirishga yo'naltiriladi. Filtrlangandan so'ng, 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 palladiyni olish uchun tozalanadi [7, 7-b.].





Eksperimentlar metodikasi

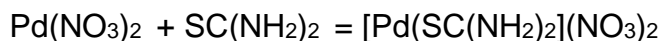
Palladiy-tiokarbamidli kompleksini cho'ktirish jarayoni 15-30 daqiqa davomida aralashtirgichli titan reaktorida amalga oshiriladi. Cho'kma tushgandan so'ng, cho'kma filtr orqali filtrlanadi, pH = 5 gacha distillangan suv bilan yuviladi, vakuum ostida quritiladi va maydalanadi, so'ngra termik parchalash orqali qimmatbaho metallar yuzasi ochiladi. Palladiyli kompleksning termal parchalanishi bo'yicha tajribalar Snol markali mufel laboratoriya pechida o'tkazildi. Ushbu ishning maqsadi mahsulotning to'liq parchalanishi, zarrachalar yuzasini ochish, gaz fazasi harorati va tarkibining parchalanish xarakteriga ta'sirini o'rganish hisoblanadi. Termik ishlov berishdan chiqqan maxsulot yanchish qurilmasida yanchiladi. Keyin palladiyli maxsulot titanli reaktorda gidrazin eritmasi bilan ishlov beriladi. Keyin 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 platinaning eruvchanlik darajasining jarayon davomiyligiga 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 qizdirish bilan amalga oshiriladi. Qimmatbaho metallar eritma tarkibiga o'tgandan so'ng, mahsulotning erimagan qismi filtrlanadi va kek shaklida chiqindiga chiqariladi. Tadqiqotlar natijasida platina cho'ktiruvchisi sifatida ammoniy xlorid tanlandi, u eritmada faqat platinani cho'ktiradi, palladiy esa eritmada qoladi. Eritma 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 soatda amalga oshiriladi. Hosil bo'lgan platina cho'kmasi filtrlash yo'li bilan eritmada 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'shimchalardan (Fe, Cu, Ni va boshq.) tozalashga jo'natildi. Xloropaldozamin titanli reaktorda xlorid kislotasi qo'shilgan holda cho'ktiriladi. XPZ(Xloropaldozamin) cho'ktirilgandan so'ng, eritma filtrlanadi va filtrlash va quritishdan keyin cho'kma toblash uchun yuboriladi, chiqindi eritmalar neytrallashtirish 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 jarayoni distillangan suv, limon kislotasi va chumoli kislotasi orqali yuvilib tozalik darajasi oshiriladi [9, 220-b.].

Tadqiqot natijalari va ularning tahlili

Palladiyni eritmalardan ajratishning bir necha usullari ma'lum, shu jumladan cho'ktirish jarayonidan foydalanish uchun eritmalar ham turlicha, masalan xlorid, ftorid, tiokarbamid yoki rodanid eritmaları qo'llaniladi. Metall palladiy nitrat kislotasi eritmalarida oson eriydi, shuning uchun uni bunday eritmalardan metall shaklida cho'ktirish orqali ajratib olish jiddiy qiyinchiliklar tug'diradi [10, 55-b.]. Tadqiqotlar shuni ko'rsatdiki, tiokarbamid eritmasi palladiy va boshqa PGMIlarni cho'ktirish uchun optimal reagentdir. Tajribalar tasdiqlaganidek, tiokarbamid eritmaları bilan o'zaro ta'sirlashganda nodir metallar cho'kma hosil qiladi, ulardan farqli o'laroq faolroq bo'lgan rangli metallar esa eriydi va



eritmaga o'tib, asosiy qimmatbaho komponentlarni cho'kmada qolishini ta'minlaydi [11, 11-b.]:



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

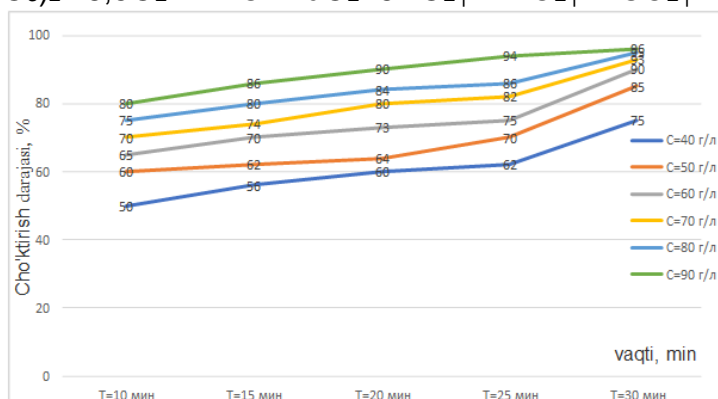
1-jadval

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

No	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 eritmasining 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 min; tiokarbamid sarfi 2-6 kg/kg; E = 96-98%.

Laboratoriya tadqiqotlari natijalariga ko'ra, hosil bo'lgan palladiy-tiokarbamid kompleksida 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 minut. Palladiy-tiokarbamid kompleksi dastavval pechga yuklanadi 300°C quritiladi va keyin harorat 500-600 °C yetganda parchalanish boshlanadi, jarayon davomiyligi 3-4 soat davom etadi. Termik parchalanish jarayonida palladiy cho'kmasi quyidagi reaksiyada parchalanadi [13, 32-b.].



1-rasm. Qimmatbaho komponent cho'ktirish darajasining jarayon davomiyligiga va tiokarbamid eritmasining 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 maxsulotni 600 °Cda kuydirish orqali erishiladi. Buning sababi shundaki, yuqori haroratli kuydirish palladiy kompleksini metall holatga to'liq parchalash va metallarning sirtini ochish va natijada palladiyning shoh-arog'i eritmasida erish darajasini oshirish imkonini beradi.

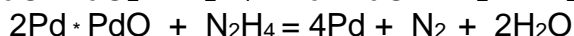
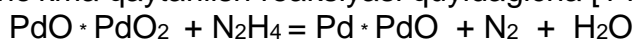
2-jadval

Kuydirish haroratining $t = 300-600\text{ }^{\circ}\text{C}$ palladiyning shoh arog'l eritmasida erish darajasiga bog'liqligini o'rganish natijalari

No	Kuydirish harorati, $t, \text{ }^{\circ}\text{C}$	Kuydirishdan keying kuyindi massasi, (boshlang'ich namuna massasi 50 gr)., gr	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'idagi 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 darajasining pasayishiga olib keladi. Ushbu xulosaga asoslanib, palladiyning o'z ichiga olgan mahsulot uchun termal parchalanish optimal harorati 550-600°C oralig'ida tanlandi.

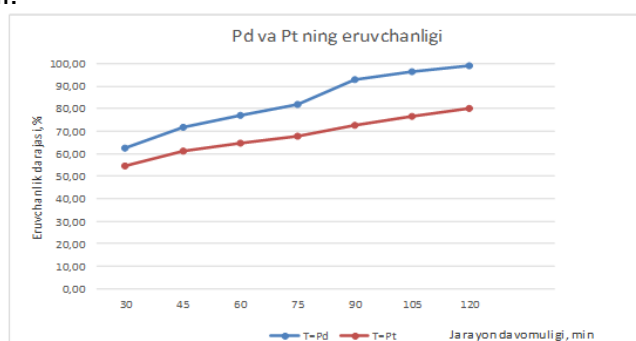
Adabiyotlar tahlili shuni ko'rsatdiki, reagentning eng kam sarflanishi, arzonligi va palladiy oksidining yuqori darajada tiklanishi gidrozin eritmasi bilan ta'minlanadi. Tavsiya etilgan ishlab chiqilgan texnologiyaning laboratoriya sinovlari, kengaytirilgan laboratoriya sharoitida jarayonning davomiyligi 2-4 soatni tashkil etdi. Dastlabki va olingan maxsulotlardagi metal miqdorini tahlil qilish natijalariga ko'ra, palladiyning qaytarilishining to'liqligi taminlandi. Cho'kma qaytarilish reaksiyasi quyidagicha [14, 18-b.].



Palladiyning 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 qurutiladi. Mavjud texnologiyaga ko'ra, palladiy nitrat kislotasi bilan bir necha marta eritiladi, ammo bu texnologiya o'zini oqlamadi, bu fakt palladiyning ajratib olish darajasini oshirishning zar suvida eritish jarayonisiz amalga oshirib bo'lmasligini isbotladi. Olib borilgan tajriba sinovlari natijasida yangi texnologik sxema



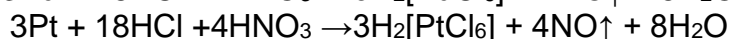
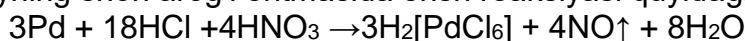
ishlab chiqildi (3-rasmga qarang), buning natijasida platina va palladiyni erish darajasini ko'tarishga va ajratib olish umumiy darajasini keskin oshirishga erishildi [15, 80-b.]. Tajribalarga ko'ra, eritish jarayonining davomiyligi oshishi bilan metallarning eruvchanlik darajasi oshadi, chunki palladiy va platinaning shoh arog'ida eruvchanligi jarayonning kinetikasi bilan bog'liq. Palladiyning erish darajasi platinaning eruvchanlik darajasidan yuqori ekanligini quyidagi diagrammadan ko'rish mumkin (2-rasmga qarang). Bu palladiyning umumiy tiklanishi platinanikidan yuqori ekanligi bilan izohlanadi. Eruvchanlikka ta'sir qiluvchi asosiy omillar shoh arog'i eritmasining konsentratsiyasi va uning sarfidir. Eksperimental ravishda aniqlandiki, eritish vaqtining oshishi bilan eritmaning sarfi ortadi, buning natijasida eritmadagi palladiy konsentratsiyasi oshadi va jarayonning davomiyligi 120 minut 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-rasmga qarang) platinoid guruhidagi metallarning, xususan, platina va palladiyning eruvchanligini oshirilishini ko'rsatadi.



2-rasm. Jarayon davomiyligi va shoh arog'i eritmasining platina va palladiyni eruvchanlikka 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 metallarning miqdori aniqlandi, ular tarkibiga past konsentratsiyali Fe, Cu, Ni, Au, Ag borligi ko'rinadi [16, 253-b.].

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



Qimmatbaho metallar eritma tarkibiga o'tgandan so'ng, mahsulotning erimagan qismi filtrlanadi va chiqindi shaklida chiqariladi. Keyinchalik metalli eritmadan platina olish uchun keyingi tajribalar o'tkazildi. Shu maqsadda platina cho'ktiruvchisi sifatida ammoniy xlorid eritmasi tanlandi, u eritmadan faqat platinani cho'ktiradi, palladiy esa eritmada qoladi. Eritma mexanik aralashtirma reaktorda oz miqdorda ammoniy xlorid bilan ishlov beriladi. Tajribalar jarayonida ma'lum bo'ldiki, jarayonning davomiyligi qancha uzoq bo'lsa, ammoniy xlorid eritmasi shunchalik ko'p sarflanadi, shu bilan birga platinaning tanlab cho'kish darajasi ham ortadi. Eksperimentlar natijalari 3-jadvalda keltirilgan.

3-jadval

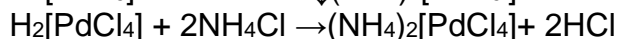
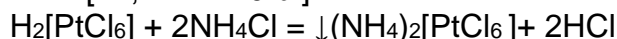
Ammoniy xlorat bilan platina cho'ktirish jarayonining optimal rejimi va davomiyligini aniqlash bo'yicha tajribalar natijalari

No	Cho'ktirish vaqti, min	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

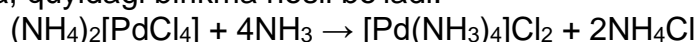


4	120	20	28	80,23
5	150	25	30	86,72
6	160	30	30	86,68

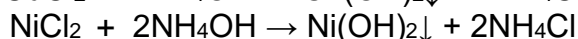
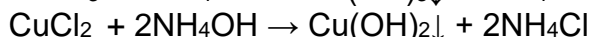
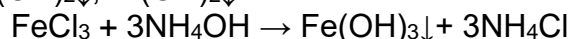
3-jadvaldan ko'rinib turibdiki, platinaning cho'kish vaqtining 150 minutdan ortiq ortishi tiklanishning yuqorilanishini taminlamaydi, shuning uchun optimal cho'ktirish vaqti 150 min. tanlandi. Maksimal tiklanishni beruvchi reagentning minimal sarfi 25 litrni tashkil qildi. Eksperimentlar natijalari sanoatda joriy qilish uchun asos qilib olindi va cho'ktirish vaqtida tetraxloropalladiy kislotasi eritmada qolib, cho'kma ammoniy geksaxlorplatinat (IV) shaklida tushishini ko'rsatdi [17, 212-220 b.].



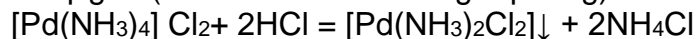
Palladiy eritmasini qo'shimchalardan tozalashning eng maqbul usullarini aniqlash uchun bir qator tajribalar o'tkazildi. Ammiak asta-sekin eritmaga kiritildi. Agar ammoniy gidroksid miqdori ko'paytirilsa, quyidagi birikma hosil bo'ladi:



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: $Fe(OH)_3\downarrow$, $Cu(OH)_2\downarrow$, $Ni(OH)_2\downarrow$.



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



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



Tajribalar natijalariga ko'ra palladiy xlorid kislotasi eritmasida cho'ktirishning optimal rejimlari aniqlandi: HCl ning sarfi 100 g palladiy kukuniga 1 litr, cho'kma muhiti pH = 1-2. Palladiy va platinaning cho'kish maqbul ko'rsatkichlari 4-jadvalda ko'rsatilgan.

4-jadval

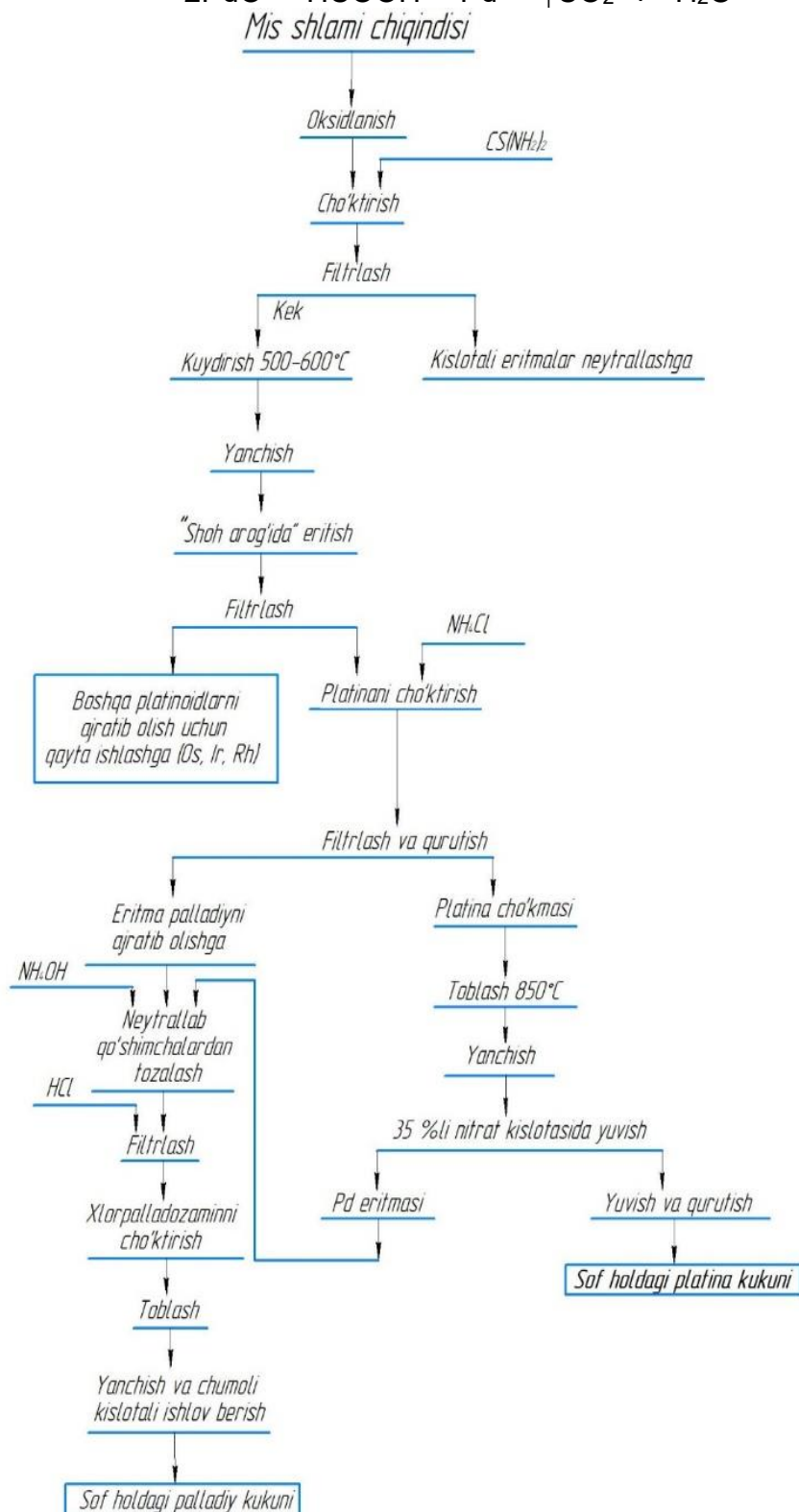
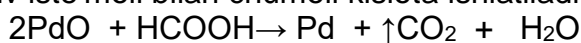
Palladiy cho'ktirishning maqbul omillarini o'rganish tajriba natijalari

№	Cho'tirish vaqti, min	Xlorid kislotasi sarfi 100 gr Pd olish uchun, l	HCl konsentratsiyasi, %	Cho'kmada palladiy miqdori, %	Palladiy 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 kelib chiqadiki, 100 g palladiy cho'ktirish uchun 1 litr xlorid kislotasi sarflanadi, optimal jarayon vaqti esa 30 minutni tashkil qiladi. Jarayonni davom ettirish palladiyning cho'kishining pasayishiga va xlorid kislotasi iste'molining oshishiga olib keladi. Palladozamin xlorid kislotasi bilan cho'ktirish jarayonida gidratlar filtrlash yo'li bilan ajratiladi, qolgan komplekslar parchalanadi va affinaflanadigan metallning



cho'kishiga xalaqit bermaydi. Agar jarayonning davomiyligi 40 minutgacha oshsa, u holda xlorid kislotasi iste'moli 1,25 litrgacha oshadi. Gap shundaki, cho'kmaga tushgan palladiy asta-sekin yana xlorid kislotada eriy boshlaydi. Palladiy oksidini tiklash uchun 100 g Pd kukuni uchun 200 ml reaktiv iste'moli bilan chumoli kislota ishlatiladi [19, 261-263b].



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



Taklif etilayotgan texnologiya jarayonning davomiyligini qisqartirishi aniqlandi, bu amaliyotda katta hajmdagi chiqindini qayta ishlash uchun muhim omil hisoblanadi. Olingan kukun juda oz miqdorda Pb, Sn va boshqa metall aralashmalarini saqlaydi. Uni qo'shimchalardan tozalash uchun biz kukunni limon kislotasi bilan qayta ishlaymiz (limon kislotasining 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-rasmga qarang). Bunda palladiyning 1 litrda 50 mg.ni tashkil etgan eritmalaridan 84% gacha ajralish darajasi bilan palladiyni maksimal ajratib olish ta'minlandi. Natijada palladiyning massa ulushi 99,5-99,94% holda bo'lgan tozalangan va affinajlangan palladiy kukuni hosil bo'ldi (5-jadvalga qarang).

5-jadval

Affinajlangan palladiy kukunining fizik-kimyoviy tahlil natijalari

Namun a №	Maxsul ot nomi	Ulushi, %										
		Pd	Pt	Rh	Ir	Ru	Au	Pb	Fe	Si	Sn	Al
10	Pd kukuni	99, 90	0,0 036	0,03 12	0,000 3	0,00 38	0,00 68	0,00 26	0,001 19	<0,00 01	<0,0001	0,0 002
		Ulushi, %										
		Sb	Ag	Mg	Zn	Cu	Ni	Mn	Cr	Co	Ca	
		0,0 025	0,0 244	0,00 03	<0,00 01	0,00 55	0,00 12	0,00 01	0,000 4	0,000 5	0,0006	
Namun a №	Maxsul ot nomi	Ulushi, %										
		Pd	Pt	Rh	Ir	Ru	Au	Pb	Fe	Si	Sn	Al
11	Pd kukuni	99, 94	0,0022	0,03 10	0,000 3	0,00 39	0,00 32	<0,00 01	0,005 5	<0,00 01	<0,0 001	0,0 003
		Ulushi, %										
		Sb	Ag	Mg	Zn	Cu	Ni	Mn	Cr	Co	Ca	
		0,0 022	<0,000 1	0,00 01	<0,00 01	0,00 50	0,00 12	0,000 1	0,000 6	0,000 5	0,00 04	

Ishlatilgan elektrolitlarni qayta ishlashning zamonaviy kompleks usullaridan foydalanish natijasida chiqindilar tarkibidan platina va palladiyni to'liq ajratib olishni oshirishga olib keladi. Texnologiya ekologik nuqtai nazardan ham maqsadga muvofiq bo'lib, texnogen chiqindilarni qayta ishlash natijasida chiqindilar yig'ilgan yerlar bo'shatiladi va atrof muhitga tasiri kamayadi, shuningdek qo'shimcha qimmatbaho metallarni ajratib olish hisobiga iqtisodiy samaradorlikka erishiladi [20, 38-b.].

Ushbu texnologiyaning joriy etilishi, shubhasiz, platina va palladiyni qo'shimcha ajratib olinishi hisobiga ijobiy iqtisodiy (7764547682,08 so'm) samara beradi va sanoat chiqindilari to'plangan joylarda ekologik vaziyatni yaxshilanishiga olib keladi.

Xulosa

Tavsiya etilgan texnologiyaning afzalliklari quyidagilardan iborat: olingan palladiy kukunining yuqori tozaligi, kam energiya sarfi, yuqori mahsuldorlik, reagentlarning tejamliligi va platina guruhi metallarini yuqori darajada kompleks ajratib olinishi. Tadqiqotlar natijalariga ko'ra quyidagi ilmiy yangiliklarga erishildi va xulosalarni chiqarish mumkin:



- texnogen chiqindi hisoblangan chiqindi elektrolitlardan palladiyni 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 va 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 ortiriladi.

Foydalanilgan adbiyotlar ro'yxati

- [1.] Maslenskii I.N., Chugaev L.V., Borbat V.F., Nikitin M.V., Strijko L.S. Metallurgiya blagorodnix metallov. [Metallurgy of precious metals]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1987, 410 i 411, 414,415 i 416 p.
- [2.] Kotlyar Yu.A., Meretukov M.A., Strijko L.S. Metallurgiya blagorodnix metallov [Metallurgy of precious metals]. Textbook. V 2-x kn. Kn. 2 // Moskow: Ruda i metall Publ., 2005g.432 p.
- [3.] Xursanov A.X., Xasanov A.S., Abdukadirov A.A., Voxidov B.R. Texnologiya platinoidov [Platinoid technology]. Toshkent, "Muharrir" Publ., 2021y. 29, 33,88,216,217 p.
- [4.] Xursanov A.X., Xasanov A.S., Voxidov B.R. // Razrabotka texnologii polucheniya affinirovannogo palladieвого poroshka iz otrabotannix elektrolitov [Development of technology for obtaining refined palladium powder from spent electrolytes]. Available at: <http://gorniyvestnik.uz/ru/release/2019/1> // Gorniy vestnik Uzbekistana 2019g. №1 (76) 58-61.
- [5.] Xasanov A.S., Voxidov B.R. «Sovremennii problemi i innovatsionnie texnologii resheniya voprosov pererabotki texnogennix mestorojdeniy Almalikskogo GMK» [Modern problems and innovative technologies for solving the issues of processing technogenic deposits of the Almalik MMC]. I Mejdunarodnoy nauchno-prakticheskoy konferensii. Almalik Uzbekistan. Muxarrir-2019g. 122-126 st.
- [6.] Xasanov A. S., Voxidov B. R., Xamidov R.A., Sirojov T.T., Mamaraimov G.F., Xujamov U.U. // Issledovanie povishenie stepen izvlecheniya i chistoti affinirovannogo palladieвого poroshka iz sbrosnix rastvorov [Investigation of increasing the degree of recovery and purity of refined palladium powder from waste solutions]. Available at: <https://7universum.com/ru/tech/archive/category/966.UNIVERSUM:Texnicheskie nauki - Moskow, 2019. №9., p. 20-30>.
- [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 otrabotannix elektrolitov. [Investigation of the technology for extracting palladium from spent electrolytes]. Nauchno-metodicheskii jurnal "Dostizheniya nauki i obrazovaniya" 2019g. №7 (48) 5-7s., Ivanovo, Rossiyskaya Federatsiya 2019g.
- [8.] Borbat V.F. Metallurgiya platinovix metallov [Metallurgy of platinum metals]. // Moskow: Metallurgiya, 1977g.p.167.
- [9.] Xursanov A.X., Xasanov A.S., Abdukadirov A.A., Voxidov B.R. Platinoidlar texnologiyasi [Platinoid technology]. Toshkent, "Muharrir" Publ., 2020y. 220 p.
- [10.] Vokhidov B.R. Nauchnoe obosnovanie texnologii polucheniya chistogo poroshka palladiya iz texnogennix 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). June 10-11, 2019 g. p. 55-62.
- [11.] Xursanov A.X., Xasanov A.S., Abdukadirov A.A., Usmankulov O.N., Voxidov B.R., Askarov B.M., Umaraliev I.S., Abduvaitov D.S. (vsego 8 chel.). Sposob izvlecheniya affinirovannogo palladieвого poroshka ot otra-botannix elektrolitov. [Method for recovering refined palladium powder from spent electrolytes]. Patent Zayavka №IAP 20190183. Prioritet ot 30.04.2019.



- [12.] Sharipov X.T., Borbat V.F., Daminova Sh.Sh., Kadirova Z.Ch. Ximiya i texnologiya platinovix metallov. [Chemistry and technology of platinum metals]. Toshkent «Universitet» 2018g. p. 3-5., 14-17., 14-28., 35-40.
- [13.] Voxidov B.R., Xasanov A.S. // Issledovanie i razrabotka texnologii izvlecheniya metallov platinovix grupp iz texnogenogo sirya AO «AGMK». [Research and development of technology for extracting platinum group metals from technogenic raw materials of JSC "AGMK"]. XIV Mejdunarodnoy konferensii. Institut ximii i ximicheskoy texnologii Sibirskogo otdeleniya RAN, Krasnoyarsk, 6-9 sentabrya, 2021g. p. 29-32.
- [14.] Xasanov A. S., Voxidov B.R., Aripov A.R., Nemenenok B.M. Issledovanie povishenie stepen izvlecheniya affinirovannogo palladievogo poroshka iz sbrosnix rastvorov [Investigation of increasing the degree of recovery of refined palladium powder from waste solutions]. Nauchno-metodicheskiy jurnal Lite i Metallurgiya, Materialovedenie - Belorusiya, 2020g. Mart №1(78). p. 78-86. Available at: <https://lim.bntu.by/jour/issue/view/86/showToc>; doi. org/10.21122/1683-6065-2020-1-78-86.