УДК 669.015.2:21/23

Комплексное использование минерального сырья. № 3. 2014

Н. С. АРЕШИНА, А. Г. КАСИКОВ*

*Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И. В. Тананаева Кольского научного центра Российской академии наук, г. Апатиты, Россия, * areshina@chemy.kolasc.net.ru*

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕДЕНИЯ И КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ ПРИ УТИЛИЗАЦИИ ПРОДУКТОВ СЕРНОКИСЛОТНОГО ОТДЕЛЕНИЯ КОМБИНАТА «СЕВЕРОНИКЕЛЬ» КОЛЬСКОЙ ГМК

Исследовано распределение благородных металлов в процессах переработки промежуточных продуктов сернокислотного отделения медно-никелевого производства: промывной серной кислоты, газоходных конденсатов и селеновых кеков. Установлены закономерности экстракции осмия смесью третичного амина и октанола из газоходных конденсатов. Показано, что совместная экстракционная переработка промывной серной кислоты и газоходных конденсатов позволяет сконцентрировать большую часть осмия в органической фазе. Установлено, что при получении технического селена из селеновых кеков благородные металлы, за исключением серебра, концентрируются в остатках сульфитного вскрытия. Исследовано влияние природы реагента гидрохимического обогащения на отделение цветных металлов от селеновой основы и установлено, что использование сернокислого раствора хлорида натрия позволяет перевести основную часть серебра в раствор. Из фильтрата гидрохимического обогащения серебро предложено извлекать сорбционным способом на хелатообразующем катионите Purolite S920.

Ключевые слова: благородные металлы, осмий, серебро, экстракция, концентрирование.

Введение. Технология переработки сульфидного медно-никелевого сырья на комбинате «Североникель» ОАО «Кольская ГМК» ориентирована в основном на получение никеля, меди и кобальта, тогда как благородные металлы извлекаются попутно. В результате пирометаллургической переработки медного и никелевого концентратов часть благородных металлов переходит в газовую фазу и перераспределяется по продуктам газоочистки, что ведет к их техногенному рассеянию. В связи с этим снижение потерь благородных металлов является важной составляющей повышения комплексности использования медно-никелевого сырья.

Ранее нами было показано, что в технологии комбината «Североникель» в наибольшей степени с продуктами газоочистки теряются серебро и осмий [1]. Основная часть осмия, как известно, переходит в газовую фазу при обжиге никелевых и медных концентратов и затем поглощается растворами промывной серной кислоты, которую в настоящее время направляют на сорбционную очистку от цинка. При сорбции цинка на анионообменной смоле АМП необратимо сорбируется до 40 % содержащегося в растворах осмия [2]. Отработанную смолу перерабатывали с целью извлечения из нее осмия методом гидротермальной отгонки в виде его тетраоксида [3, 4]. Известен еще ряд способов, предусматривающих концентрирование осмия [5-7], однако они не позволяют утилизировать весь объем промывной кислоты в действующем производстве после извлечения этого металла, так как не обеспечивают комплексную переработку растворов. Более эффективной является экстракционная технология, позволяющая регенерировать серную кислоту из промывных растворов, которая обеспечивает не только получение солей осмия и рения, но и производство очищенной H_2SO_4 [8].

Помимо растворов промывной серной кислоты в сернокислотном отделении комбината «Североникель» образуются сильнокислые газоходные конденсаты и селеновые кеки. Авторами предложены схемы утилизации продуктов газоочистки [9, 10], некоторые из которых реализованы на практике. На рисунке 1 показаны действующие и перспективные процессы утилизации промежуточных продуктов мокрой очистки газов.

Селеновые кеки, самопроизвольно осаждающиеся из растворов сернокислотного отделения, содержат селен преимущественно в форме элементного и в настоящее время подлежат складированию или транспортировке на переработку за пределы предприятия. Как правило, этот промежуточный продукт рассматривается в качестве источника получения селена [11, 12], в то время как вопросы распределения и концентрирования благородных металлов при переработке селеновых кеков освещены в литературе недостаточно и ограничены исследованиями по концентрированию осмия [13, 14].

В данной работе обобщены полученные данные по распределению благородных металлов при переработке растворов и кеков сернокислотного отделения и предложены варианты их концентрирования.

Экспериментальна часть. *Методика проведения исследований.* Объектами исследований являлись растворы промывной серной кислоты, газоходных конденсатов и селеновые кеки, отобранные в сернокислотном отделении комбината «Североникель» ОАО «Кольская ГМК», а также модельные растворы осмия. Растворы осмия готовили путем поглощения раствором серной кислоты газообразного OsO_4. Восстановленные формы осмия готовили по методике, описанной в работе [15]. Раствор серной кислоты, содержащий Cl^--ионы или без них, предварительно насыщали SO_2, затем вводили водный раствор OsO_4, нагревали смесь в течение 20 мин., после чего охлаждали ее до комнатной температуры. Экстракцию осмия проводили в делительных воронках при температуре 20±0,5 ^{0}C с перемешиванием на механическом встряхивателе смесями, рекомендованными для регенерации серной кислоты (30-40 об.% третичного амина в октаноле) [8], экстрагент предварительно переводили в сульфатную форму.

Содержание осмия в растворах определяли спектрофотометрическим методом на фотоэлектрическом колориметре КФК-3 по интенсивно-

Рисунок 1 – Действующие и перспективные методы переработки промежуточных продуктов

сти окраски комплекса $Os(NH_2CSNH_2)_6^{3-}$ [16], образовавшегося в поглотителе после избирательной дистилляции осмия с применением сернокислого раствора бихромата калия.

Для определения благородных металлов в селеновых продуктах разработаны методики, позволяющие учитывать специфику анализируемых образцов. Образцы на селеновой основе анализировали с применением методов атомно-эмиссионной спектрометрии и масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, а также методов пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии после микроволнового автоклавного вскрытия, предотвращающего потерю летучих компонентов при разложении. Определения благородных металлов проводили на масс-спектрометре ELAN 9000 DRC-e (Perkin-Elmer, США). Для осмия была разработана соответствующая методика, учитывающая особенности его поведения в растворах [10].

Обсуждение результатов. *Распределение осмия при утилизации растворов сернокислотного отделения.* Комплексное опробование растворов газоочистки сернокислотного отделения показало, что содержание осмия в них находится на уровне 3-8 мг/дм^3 (таблица 1).

Эксперименты на модельных растворах показали, что в общем случае коэффициенты распределения осмия при экстракции смесью третичного амина и октанола снижаются с ростом концентрации серной кислоты. Так, в таблице 2 представлены коэффициенты распределения осмия (D) при экстракции смесью 30 об.% ТАА и октанола-2 из сернокислых растворов с различным солевым фоном: концентрация $Os_{исх.}$ = 12 мг/дм^3, О:В = 1:10, τ = 15 мин., где растворы 1, 2 без насыщения SO_3^{2-}, при этом концентрация Cl^-_1 = 0 г/дм^3, концентрация Cl^-_2 = 9,6 г/дм^3; растворы 3, 4 насыщены SO_3^{2-}, при этом концентрация Cl^-_3 = 0 г/дм^3, концентрация Cl^-_4 = 9,6 г/дм^3.

Такая зависимость обусловлена, очевидно, как образованием плохо экстрагируемых комплексных сульфитных и хлоридных соединений осмия, так и соэкстракцией серной кислоты. Следует отметить, что при концентрации H_2SO_4 выше 700 г/дм^3 затрудняется расслаивание фаз, поэтому технологически приемлемыми следует считать более разбавленные растворы кислоты.

В растворах, содержащих хлоридные соединения осмия, коэффициент распределения снижался с ростом концентрации серной кислоты

Таблица 1 – Средние содержания серной кислоты и элементов в промывной кислоте (ПК) и газоходных конденсатах (ГК) комбината «Североникель»

Вид раствора	Содержание, г/дм^3						
	H_2SO_4	Cu	Ni	Fe	Se	Os	Cl^-
ПК медного производства	296	14,80	6,0	3,1	$4,1\cdot10^{-3}$	$3,2\cdot10^{-3}$	15,10
ПК никелевого производства	406	1,12	1,7	0,6	$15,1\cdot10^{-3}$	$5,1\cdot10^{-3}$	0,90
ПК «смешанная»	420	6,83	12,0	4,0	$5,6\cdot10^{-3}$	$4,8\cdot10^{-3}$	1,00
ГК газохода медного производства	1313	0,48	1,92	0,36	$24,0\cdot10^{-3}$	$8,0\cdot10^{-3}$	0,01
ГК камеры смешивания газов	1026	0,65	2,7	1,0	$33,0\cdot10^{-3}$	$3,0\cdot10^{-3}$	0,30

Согласно литературным данным, осмий может находиться в растворах газоочистки в виде различных соединений Os(II), Os(IV) и Os(VI), образуя сульфатные, сульфитные и хлоридные полиядерные комплексы [15, 17, 18]. Распределение между этими формами зависит от концентрации серной кислоты, сульфитных и хлоридных ионов. Кроме того, в растворах первоначально может присутствовать OsO_4, поступающий с газовым потоком.

Таблица 2 – Коэффициенты распределения (D) осмия при экстракции смесью ТАА – октанол

$C_{H_2SO_4}$, г/дм^3	Коэффициент распределения, D			
	1	2	3	4
100	105,0	61,0	–	61,0
300	100,0	42,3	13,4	31,8
500	51,6	31,4	8,9	26,7
700	46,8	19,7	7,2	21,8
900	13,0	13,8	7,4	17,0
1200	7,8	8,2	11,6	7,7

от 61 до 8,2 (максимальная степень извлечения 85,9 %), наличие диоксида серы в растворе, содержащем Cl^- способствовало частичному восстановлению осмия с образованием менее экстрагируемых форм осмия во всем диапазоне концентраций (коэффициент распределения составил 31,8 – 7,7).

Введение диоксида серы в модельный раствор, не содержащий хлорид-ион, при низких концентрациях H_2SO_4 приводило к восстановлению осмия с частичным переходом его в твердую фазу. При более высоких концентрациях серной кислоты, вероятно, происходило преимущественное образование инертных сульфитных соединений [18], обладающих низкой способностью к экстракции (D = 13,4 – 7,2), что сопровождалось значительным снижением степени извлечения осмия (до 40 %). Максимальная степень извлечения осмия наблюдалась при экстракции его тетраоксида из сульфатного раствора, однако и в этом случае с повышением концентрации серной кислоты коэффициенты распределения существенно снижались, вероятно, из-за высокой соэкстракции серной кислоты.

Извлечение осмия из реальных растворов промывной кислоты, содержащей хлорид-ион, составило 50-60 %, в то время как экстракция из сильнокислых газоходных конденсатов, предварительно разбавленных до $C_{H_2SO_4}$ = 700 г/дм^3, не превышала 10-12 %, что хорошо коррелирует с модельными растворами.

В условиях действующего производства концентрация SO_4^{2-}, SO_3^{2-} и Cl^- в растворах газоочистки варьируются в широких пределах, однако соотношение объемов растворов промывной кислоты и конденсатов в пользу первых позволяет обеспечить необходимый для более эффективной экстракции осмия анионный фон растворов. В ходе укрупненных лабораторных испытаний при соотношении объемов растворов промывной кислоты и конденсатов 1:10 степень извлечения осмия в экстракт составила 57,6-58,3 %. Таким образом, газоходные конденсаты могут быть вовлечены в процесс экстракционной регенерации серной кислоты, что обеспечит попутное концентрирование осмия из всех растворов газоочистки сернокислотного отделения.

При разбавлении конденсатов в некоторых случаях наблюдалось образование взвеси селена, вероятно, из-за агрегации коллоидных частиц селена красной модификации при уменьшении концентрации серной кислоты. Изучение поведения осмия при самопроизвольном выпадении селена, а также его осаждении серосодержащим реагентом (Na_2SO_3), показало, что с селеновой твердой фазой может соосаждаться 25-30 % осмия, при этом содержание осмия в осадках составило 0,13 – 1,10 мас.%.

В процессе глубокой очистки растворов от селена методом цементации на медьсодержащих реагентах, в качестве которых использовали медную стружку или цементную медь комбината «Североникель», более 90 % осмия остается в растворе, после чего этот элемент поступает с очищенными растворами в один из технологических процессов и рассеивается по промежуточным продуктам основной технологии. Таким образом, процесс утилизации растворов путем регенерации серной кислоты с точки зрения концентрирования осмия является более эффективным. Следует отметить, что предварительное фильтрование растворов и пульп перед экстракцией позволит не только исключить попадание селена в сернокислый реэкстракт, но и дополнительно сконцентрировать осмий в селеновом продукте, который, очевидно, можно направить на совместную переработку с селеновыми кеками.

Распределение благородных металлов в процессе переработки селеновых кеков. Предложенная ранее схема получения технического селена из кеков сернокислотного отделения включает их гидрохимическое обогащение для отделения основной массы примесей цветных металлов, сульфитное вскрытие обогащенного продукта и осаждение технического селена [10].

Исходный кек, отобранный в сернокислотном отделении комбината «Североникель», содержал, мас.%: Se – 46,0; Cu – 0,9; Ni – 16,0; Fe – 1,0; Pb – 0,17. Водная отмывка кека при соотношении твердой и жидкой фаз 1:20, температуре 80±5 ^{0}C в течение 1 ч позволила получить продукт, содержащий, мас.%: Se – 72,0; Cu – 0,6; Ni – 15,0; Fe – 0,4; Pb – 0,23. Для удаления свинца использовали водный раствор хлорида натрия (C_{NaCl} = 145-290 г/дм^3), что обеспечило снижение содержания этого элемента в продукте до <0,1 мас. %. Установлено, что при выщелачивании свинца в раствор переходит, в зависимости от концентрации соли, 19-30 % серебра. Вскрытие остатка гидрохимического обогащения проводили 20 %-ным раствором сульфита

Таблица 3 – Содержание благородных металлов в продуктах переработки селенового кека газоочистки (C_{Se} = 46,0 мас.%), где 1 – исходный кек; 2 – остаток гидрохимического обогащения; 3 – остаток сульфитного вскрытия

№	Содержание элементов, масс.%							
	Ag	Au	Pt	Pd	Ru	Rh	Ir	Os
1	1,88·10-1	2,82·10-4	1,35·10-3	6,70·10-3	9,37·10-4	3,17·10-5	6,53·10-4	4,11·10-2
2	1,76·10-1	4,21·10-4	2,00·10-3	1,00·10-2	1,47·10-3	4,73·10-5	9,90·10-4	6,14·10-2
3	4,98·10-1	1,17·10-3	5,46·10-3	2,70·10-2	4,21·10-3	1,32·10-4	3,50·10-3	1,73·10-1

натрия при температуре кипения и соотношении Т:Ж = 1:10, что позволило извлечь в раствор более 99,5 % селена с целью его осаждения в виде технического продукта.

Анализ на содержание благородных металлов, выполненный масс-спектрометрическим методом (таблица 3), показал, что за исключением серебра, благородные металлы при переработке кеков концентрируются в остатке гидрохимического обогащения, а затем в остатке сульфитного вскрытия. Однако по содержанию благородных металлов остаток сульфитного вскрытия не является достаточно богатым концентратом, а также учитывая его незначительные объемы, индивидуальная переработка остатка нецелесообразна.

Согласно данным рентгенофазового анализа, остаток сульфитного вскрытия состоит преимущественно из оксида никеля(II), поэтому он может быть переработан в действующем процессе обжига никелевого концентрата в печах «кипящего слоя». При этом платиновые металлы будут концентрироваться в огарке, а осмий с газовой фазой будет поступать в сернокислотное отделение и улавливаться промывной серной кислотой.

С целью исключения рассеивания серебра по продуктам технологии исследовано влияние природы реагента гидрохимического обогащения на отделение цветных металлов от селеновой основы (таблица 4). При использовании сернокислого раствора NaCl степень извлечения серебра в раствор существенно повысилась, вероятно, за счет перевода в раствор соединений, ассоциированных с нерастворимыми в воде формами цветных металлов.

Для концентрирования серебра были опробованы иониты компании Purolite International Limited и установлено, что наиболее эффективно применение хелатного комплексообразующего сорбента Purolite S920, содержащего тиомочевинные группы (таблица 5). Элюирование серебра из усредненных навесок фазы ионита S920 проводили растворами хлороводородной и азотной кислот различной концентрации, в том числе с добавлением комплексообразователей, а также раствором тиосульфата натрия. Степень извлечения серебра во всех случаях при t = 22±0,5 °С не превышала 30 %, повышение температуры до 70±0,5 °С позволило десорбировать 73,4-75,3 % серебра раствором хлороводородной кислоты (C_{HCl} = 3,03 моль/дм³) и получить чистый серебросодержащий раствор, свободный от примесей цветных металлов.

Таблица 4 – Влияние природы реагента на отделение цветных металлов от селеновой основы (t = 80±5 °С, τ = 1 ч, Т:Ж – 1:20, C_{NaCl} = 145 г/дм³, $C_{H_2SO_4}$ = 100 г/дм³)

Реагент	Извлечение в раствор, %					
	Ag	Pb	Cu	Fe	Ni	Se
H_2O	29,2	89,5	30,7	5,5	51,8	≤0,02
H_2SO_4	98,3	88,0	56,0	34,8	62,3	≤0,02

Таблица 5 – Средние значения извлечения серебра из растворов гидрохимического обогащения кеков по результатам пяти параллельных экспериментов (C_{Ag} = 58,4 мг/дм³, $C_{H_2SO_4}$ = 100 г/дм³, C_{NaCl} = 145 г/дм³, t = 25±0,5 °С, масса навески – 5 г, Т:Ж = 1:10)

Ионит	A 530	PFA460/5783	A 510	S920
Извлечение из раствора, τ = 1 ч	76,4	71,2	71,2	89,7
Извлечение из раствора, τ = 2 ч	78,2	74,1	71,8	98,6

Выводы. Изучено распределение осмия в процессах утилизации некондиционных растворов сернокислотного отделения: промывной серной кислоты и газоходных конденсатов. Ус-

тановлено, что в экстракционном процессе регенерации серной кислоты из объединенных растворов в экстракт извлекается 57,6-58,3 % осмия, в то время как в процессе глубокой очистки растворов от селена методом цементации на медьсодержащем реагенте 90 % этого металла остается в растворе. С применением масс-спектрометрического метода установлено, что при переработке селеновых кеков на технический селен благородные металлы, за исключением серебра, концентрируются в остатках сульфитного вскрытия, которые предложено направлять в никелевое производство на операцию обжига с целью предотвращения потерь благородных металлов. Определены условия глубокого извлечения серебра в раствор гидрохимического обогащения селеновых кеков, выбран катионит для концентрирования этого элемента из раствора.

ЛИТЕРАТУРА

1 Касиков А.Г., Арешина Н.С., Громов П.Б., Хомченко О.А., Пономарев А.А. Извлечение осмия и серебра из промпродуктов и отходов комбината «Североникель» // Цветные металлы. – 2000. – № 10. – С. 19-22.

2 Алексеева Р.К., Хатеева Т.Г. Утилизация промывной серной кислоты сернокислотного цеха комбината «Североникель» // Цветные металлы – 1972. – № 12. – С. 61-62.

3 Пат. 2044084 РФ, МПК6 С22В 11/00. Способ переработки осмийсодержащих продуктов / Грейвер Т.Н., Кассациер Э.Л., Вергизова Т.В., Худяков В.М., Хайдов В.В., Ломоносов В.Н., Кулакова А.А. Опубл. 20.09.95, Бюл. № 26.

4 Пат. 2131939 РФ, МПК6 С22В 11/00, 3/24. Способ извлечения осмия из ионообменной смолы / Касиков А.Г., Арешина Н.С., Громов П.Б. Опубл. 20.06.99, Бюл. № 17.

5 Синицын Н.М., Кунаев А.М., Пономарева Е.И., Боднарь Н.М., Пичков В.Н., Абишева З.С., Зайцев В.П. Металлургия осмия. – Алма-Ата: Наука КазССР, 1981. – 186 с.

6 Mayboroda A., Troshkina I.D., Chekmarev A.M. and Lang H. Solvent extraction of osmium(IV) from sulfuric acid solutions in the presence of chloride ions // Hydrometallurgy. – 2003. – № 68 – P. 141-150.

7 Пат. 2291840 РФ, МПК C01G 47/00, 55/00 (2006.01) Способ извлечения осмия и рения из промывной серной кислоты / Касиков А.Г. Арешина Н.С., Петрова А.М. Опубл. 20.01.2007, Бюл. № 2.

8 Касиков А.Г., Арешина Н.С., Кудряков М.В., Хомченко О.А. Комплексная переработка промывной серной кислоты медно-никелевого производства экстракционным способом // Химическая технология. – 2004. – № 6. – С. 25-31.

9 Арешина Н.С., Касиков А.Г., Мальц И.Э., Зенкевич Т.Р. Извлечение селена из продуктов газоочистки ОАО «Кольская ГМК» // Цветные металлы – 2011. – № 11. – С. 62-65.

10 Арешина Н.С., Касиков А.Г., Дрогобужская С.В., Волчек К.М. Гидрометаллургическая переработка селеновых кеков медно-никелевого производства // Химическая технология. – 2013. – № 11. – С. 651-657.

11 Грейвер Т.Н., Зайцева И.Г., Косовер В.М. Селен и теллур. – М., Металлургия, 1977. – 296 с.

12 Коровин С.С., Букин В.И., Федоров П.И., Резник А.М. Редкие и рассеянные элементы. Химия и технология. – М.: МИСИС, 2003, книга III. – 440 с.

13 Большаков К.А., Синицин Н.М., Данилов С.Р., Боднарь Н.М., Ревин В.П. Способы обогащения осмиевых концентратов // Сб. трудов: Химия, технология, анализ и перспективы применения осмия и его соединений, Алма-Ата: Наука, 1979. – С. 184-192.

14 Тер-Оганесянц А.К., Грабчак Э.Ф., Глазков В.Б., Кирпиченков С.Л., Дылько Г.Н. О получении осмиевых концентратов в ЗФ ГМК «Норильский никель» // Цветные металлы. – 2004. – № 11. – С. 57-60.

15 Mayboroda A., Lang H., Troshkina I.D. and Chekmarev A.M. Behavior of Os(IV) aquachloro and aquachlorohydroxo complexes in solvent extraction from sulphuric acid media. Proceeding of the international Solvent Extraction Conference, ISEC, Cape Town, South Africa, 2002. – P. 928-933.

16 Гинзбург С.И., Езерская Н.А., Прокофьева И.В., Федоренко Н.В., Шленская В.И., Бельский Н.К. Аналитическая химия платиновых металлов. – М.: Наука, 1972. – 403 с.

17 Большаков К.А., Синицин Н.М., Боднарь Н.М., Борисов В.В., Данилов С.Р., Зайцев В.П., Макаров С.А., Соломонова А.С. Химия осмия в сульфитных и сульфито-селенитных системах // Сб. трудов: Химия, технология, анализ и перспективы применения осмия и его соединений, Алма-Ата: Наука, 1979. – С. 84-91.

18 Абишева З.С., Боднарь Н.М., Букуров Т.Н., Буслаева Т.М., Блайда И.А. Поведение осмия при экстракции рения из сернокислых растворов // Цветные металлы. – 1994. – № 9. – С. 33-35.

REFERENCES

1 Kasikov A.G., Areshina N.S., Gromov P.B., Khomchenko O.A., Ponomarev A.A. *Tsvetnye metally*, **2000**, *10*, 19-22 (in Russ).

2 Alekseeva R.K., Khateeva T.G. *Tsvetnye metally*, **1972**, *12*, 61-62 (in Russ).

3 *Pat. 2044084 RU. Sposob pererabotki osmiisoderzhashchikh produktov.* Greiver T.N., Kassatsier E.L., Vergizova T.V., Hudjakov V.M., Hajdov V.V., Lomonosov V.N., Kulakova A.A., opubl. **20.09.95**. 26 (in Russ).

4 *Pat. 2131939 RU. Sposob izvlecheniya osmiya iz ionoobmennoi smoly.* Kasikov A.G., Areshina N.S., Gromov P.B. opubl. **20.06.99**, 17 (in Russ).

5 Sinitsyn N.M., Kunaev A.M., Ponomareva E.I. Bondar' N.M., Pichkov V.N., Abisheva Z.S., Zajcev V.P. *Metallurgiya osmiya*, Alma-Ata: Nauka. **1981**. 186 (in Russ).

6 Mayboroda A., Troshkina I.D., Chekmarev A.M. and Lang H. *Hydrometallurgy*, **2003**, *68*, 141-150 (in Eng).

7 *Pat. 2291840 RU. Sposob izvlechenlla osmiya i renlya iz promyvnoi sernoi kisloty*. Kasikov A.G. Areshina N.S., Petrova A.M., opubl. **20.01.2007**, *2* (in Russ).

8 Kasikov A.G., Areshina N.S., Kudriakov M.V., Khomchenko O.A. *Khimicheskaya tekhnologiya*, **2004**, *6*, 25-31 (in Russ).

9 Areshina N.S., Kasikov A.G., Mal'ts I.E., Zenkevich T.R. *Tsvetnye metally*, **2011**, *11*, 62-65 (in Russ).

10 Areshina N.S., Kasikov A.G., Drogobuzhskaia S.V., Volchek K.M. *Khimicheskaya tekhnologiya*, **2013**, *11*, 651-657 (in Russ).

11 Greiver T.N., Zaitseva I.G., Kosover V.M. Selen i tellur, M: *Metallurgiya*. **1977**. 296 (in Russ).

12 Korovin S.S., Bukin V.I., Fedorov P.I., Reznik A.M. *Redkie i rasseiannye elementy. Khimiya i tekhnologiya*, M: MISIS, **2003**, *III* 440 (in Russ).

13 Bol'shakov K.A., Sinitsin N.M., Danilov S.R., Bodnar' N.M., Revin V.P. *Khimiya, tekhnologiya, analiz i perspektivy primeneniya osmiya i ego soedinenij»*, Alma-Ata: Nauka, **1979**, 184-192 (in Russ).

14 Ter-Oganesiants A.K., Grabchak E.F., Glazkov V.B., Kirpichenkov S.L., Dyl'ko G.N. *Tsvetnye metally*, **2004**, *11*, 57-60 (in Russ).

15 Mayboroda A., Lang H., Troshkina I.D. and Chekmarev A.M. *Proceeding of the international Solvent Extraction Conference, ISEC*, Cape Town, South Africa, **2002**, 928-933 (in Eng).

16 Ginzburg S.I., Ezerskaia N.A., Prokof'eva I.V., Fedorenko N.V., Shlenskaja V.I., Bel'skij N.K. *Analiticheskaia khimiia platinovykh metallov*, M: Nauka, **1972**. 403 (in Russ).

17 Bol'shakov K.A., Sinitsin N.M., Bodnar' N.M., Borisov V.V., Danilov S.R., Zajcev V.P., Makarov S.A., Solomonova A.S. *Khimiya, tekhnologiya, analiz i perspektivy primeneniya osmiya i ego soedinenij*, Alma-Ata: Nauka. **1979**, 84-91 (in Russ).

18 Abisheva Z.S., Bodnar' N.M., Bukurov T.N. Buslaeva T.M., Blajda I.A. *Tsvetnye metally*, **1994**, *9*, 33-35 (in Russ).

Түйіндеме

Мыс-никель өндірісінің күкіртқышқылды бөлімінің аралық өнімдері: шаймалы күкірт қышқылы, газарна конденсаты және селен сүзіндісін қайта өңдеу кезіндегі асыл металдардың үлестірілуі зерттелген. Газарна конденсатынан үштік амин және октанол қоспаларының көмегімен осмийді экстракция арқылы шығарудың заңдылықтары анықталды. Шаймалы күкірт қышқылы мен газарна конденсаттарының бірлескен экстрактивтік ұқсатудың нәтижесінде осмийдің басым көп бөлігі органикалық фазада шоғырланатыны анықталды. Күмістен езге асыл металдар техникалық селенді селен сүзінділерінен шығарып алу кезінде сулфиттік ашу қалдықтарында жиналатыны анықталды.Гидрохимиялық байыту кезінде күмістің ерітіндіге шығару дәрежесі реагенттің жаратылысына байланысты: натрий хлоридінің судағы ерітіндісіне-30%, ал күкірт қышқылды хлорид ерітіндісіне – 98% дан артық болып келеді.Күмісті гидрохимиялық байыту сүзіндісінен Purolite S920 хелаттүзілгіш катионитімен сорбциялау әдісімен шығару ұсынылды.

Түйін сөздер: асыл металдар,осмий, күміс, экстракция, шоғырлау.

Summary

The study concerns the distribution of precious metals in middlings of the sulfuric acid division of a copper-nickel smelter. These include the washing sulfuric acid, gas flue condensates and selenium cakes. There have been established some regularities in extracting of osmium from gas flue condensates with a mixture including tertiary amines and octanol. It has been shown that most of the osmium can be concentrated in the organic phase by co-processing the washing sulfuric acid and gas flue condensates. In the process of technical selenium extraction from selenium cakes, precious metals, except silver, were concentrated in sulphite leaching residues. Influence of nature of reagent for hydrochemical benefication on separation of non-ferrous metals from selenium base was investigated. And it was revealed that the bulk of silver can be dissolved using a sulfuric acid sodium chloride solution. It has been proposed to extract silver from the hydrochemical benefication leachate using sorption with Purolite S920 – chelating cation exchanger.

Key words: precious metals, osmium, silver, extraction, concentrating.

Поступила 17.07.201