



(19) RU⁽¹¹⁾ 2 101 373⁽¹³⁾ C1
(51) МПК⁶ C 22 B 11/00, 11/02

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 93049621/02, 27.10.1993

(46) Дата публикации: 10.01.1998

(56) Ссылки: Обзорная информация. Серия "Производство тяжелых цветных металлов. Производство металлов платиновой группы за рубежом". - М.: Цветметинформация, 1975, с. 41 - 53. Синицын Н.М. и др. Металлургия осмия. - Алма-Ата, Наука, 1981, с. 167 - 170. Масленицкий И.Н., Чугаев Л.В., Борбат В.Ф. Металлургия благородных металлов. - М.: Металлургия, 1987, с. 409 - 414.

(71) Заявитель:

Акционерное общество "Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов"

(72) Изобретатель: Ермаков А.В.,

Дмитриев В.А., Пирогов С.М., Богданов В.И., Тимофеев Н.И., Никифоров С.В.

(73) Патентообладатель:

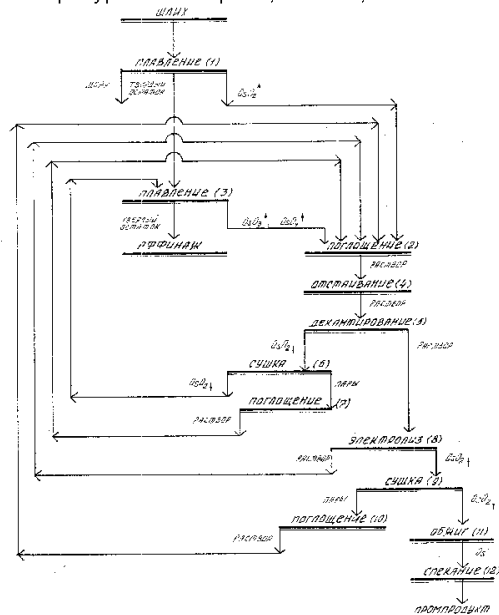
Акционерное общество "Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов"

(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ОСМИЯ ИЗ ШЛИХОВОЙ ПЛАТИНЫ

(57) Реферат:

Использование: касается способов извлечения осмия из шлиховой платины, основанных на вскрытии шлиха методами гидрометаллургии. Сущность: способ включает нагрев шлиховой платины в инертной атмосфере до расплавления при 2023-2123K и выдержку при этой температуре 0,25-0,33 ч в присутствии шлака, с получением осмийсодержащего твердого остатка, нагрев его до расплавления и перегрев при 2173-2373K и изотермическую выдержку 0,83-1,00 ч, с выделением газообразных оксидов осмия в обеих стадиях нагрева. Все газообразные оксиды улавливаются в поглотительных растворах с дальнейшим получением металлического осмия, выделением промежуточных продуктов извлечения и возвращением их на повторное использование. Повышение степени извлечения происходит за счет полноты вскрытия шлиховой платины и полного извлечения осмия в газовую фазу за счет физико-химического воздействия на осмийсодержащий материал при высоких

температурах. 1 з.п.ф-лы, 3 табл., 1 ил.





(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 101 373** ⁽¹³⁾ **C1**
 (51) Int. Cl.⁶ **C 22 B 11/00, 11/02**

RUSSIAN AGENCY
 FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 93049621/02, 27.10.1993

(46) Date of publication: 10.01.1998

(71) Applicant:
 Aktsionernoe obshchestvo "Ekaterinburgskij
 zavod po obrabotke tsvetnykh metallov"

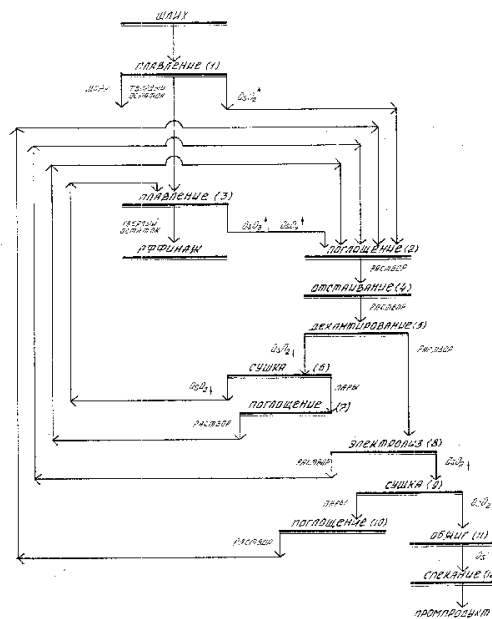
(72) Inventor: Ermakov A.V.,
 Dmitriev V.A., Pirogov S.M., Bogdanov
 V.I., Timofeev N.I., Nikiforov S.V.

(73) Proprietor:
 Aktsionernoe obshchestvo "Ekaterinburgskij
 zavod po obrabotke tsvetnykh metallov"

(54) **METHOD OF RECOVERING OSMIUM FROM PLACER PLATINUM**

(57) Abstract:

FIELD: precious metal recovery.
 SUBSTANCE: placer platinum is heated under inert atmosphere to be molten at 2023-2123 K and is held at that temperature for 0.25 to 0.33 h in presence of slag resulting in formation of solid residue. The latter is melted, overheated to 2173-2373 K and isothermally held for 0.83 to 1 h to release gaseous osmium oxides in the both heating steps. All oxides are trapped in absorption solutions and then converted into metal osmium, while intermediate recovery products are isolated and recycled. Increased degree of osmium recovery is due to more completely opening placer platinum and completely transferring osmium into gas phase at high temperatures. EFFECT: increased osmium recovery. 2 cl, 1 dwg, 3 tbl



Изобретение относится к области цветной металлургии, а именно к способам получения благородных металлов, и может быть использовано для извлечения осмия из шлиховой платины.

Известны гидрометаллургические способы переработки платиносодержащего сырья, направленные на извлечение металлов платиновой группы, включая осмий [1]

Недостатком известных способов является их большая трудоемкость и длительность технологического процесса за счет большой продолжительности химического взаимодействия составляющих шлиховой платины с действующими на нее реагентами, а также недостаточная степень извлечения осмия в раствор из-за невозможности полного вскрытия шлиха методами гидрометаллургии, и невысокая чистота по осмию промпродукта вследствие выделения осмия из сложных по составу растворов.

Известен также способ извлечения осмия из шлиховой платины гидрометаллургическим методом, включающий нагрев осмийсодержащего материала в присутствии окислителя с образованием газообразных оксидов осмия и их последующее улавливание в поглотительных растворах, дальнейшее получение металлургического осмия [2] Нагрев осмийсодержащего материала в присутствии окислителя осуществляют путем воздействия подогретой до кипения "царской водки" (смеси концентрированных HNO_3 и HCl) на продукт спекания осмистого иридия с перекисью бария с образованием газообразного тетраоксида осмия (OsO_4) и его последующее улавливание в поглотительном растворе - растворе щелочи, который является исходным продуктом для выделения осмийсодержащего осадка. Отгонка OsO_4 продолжается 3-4 ч. Дальнейшее получение металлического осмия осуществляют путем выделения осмийсодержащего осадка, получаемого вследствие обработки щелочного раствора осмия на холоде кристаллическим хлористым аммонием. По окончании осаждения соединения осмия отделяют фильтрованием, промывают и сушат. Перевод осмия в металлическое состояние осуществляют прокаливанием полученного осадка в восстановительной атмосфере.

Недостатком способа является невысокая степень извлечения осмия из-за того, что процесс спекания осмийсодержащего материала с перекисью бария не позволяет разрушить осмистый иридий за одну операцию. Кроме того, при выделении из поглотительных растворов осмийсодержащего остатка в случае недостатка химических реагентов, например, хлористого аммония, не происходит количественного осаждения осмия и он остается в растворе. Напротив, при избытке хлористого аммония образуются хорошо растворимые аммиакаты осмия. Это также резко снижает выход осмия в осадок. При этом осмистые осадки содержат значительные количества других драгоценных металлов из-за неполного вскрытия шлиха.

Известен также наиболее близкий аналог способ извлечения осмия из шлиховой платины [3]

Известный способ включает двухстадийный нагрев осмийсодержащего материала: на первой стадии шлиховой платины с получением осмийсодержащего твердого остатка, на второй стадии полученного остатка в присутствии окислителей с образованием газообразных оксидов осмия в обеих стадиях и их последующее улавливание в поглотительных растворах, дальнейшее получение металлического осмия с выделением промежуточных продуктов извлечения и возвращение их на повторное использование. Нагревание осмийсодержащего материала осуществляют в две стадии традиционным способом переработки шлиховой платины ее растворением в "царской водке". При этом, в раствор переходят многие платиновые металлы и примеси. Однако осмий в этих условиях переходит в газообразный оксид OsO_4 . В начале шлихи растворяют без подогрева, так как реакция растворения протекает энергично, а затем (через 4-5 ч) подогревают до 383-393K, что ускоряет процесс растворения, который заканчивается через сутки. При этом образуется осмийсодержащий твердый остаток, который спекают с перекисью бария. При этом образуются растворимые в кислоте оксиды платиновых металлов, при обработке спека соляной кислотой все платиновые металлы, кроме осмия, переходят в раствор. Осмий образует газообразный оксид OsO_4 , который улетучивается вместе с парами воды. Для этого осуществляют нагрев осмийсодержащего твердого остатка в присутствии окислителя спек вводят в подогретую соляную кислоту. Растворение проводят при 373-403K с непрерывным перемешиванием. Отгонка осмия продолжается 3-4 ч. Образующиеся в обеих стадиях газообразные оксиды осмия улетучиваются вместе с парами воды и впоследствии улавливаются в поглотительных щелочных растворах. Для этого газы пропускают через поглотители с раствором NaOH , которые улавливают OsO_4 . Дальнейшее получение металлического осмия ведут путем выделения из поглотительных растворов осмийсодержащего осадка за счет их химической обработки. Перевод осадка в собственно металлическое состояние ведут путем его прокаливания в восстановительной атмосфере с получением технического осмия, который затем окисляют кислородом, выделяя промежуточный продукт извлечения газообразный оксид осмия OsO_2 и возвращают его на повторное использование.

Однако, известный способ извлечения осмия из шлиховой платины имеет следующие недостатки:

в процессе ряда операций происходит частичная потеря газообразных оксидов осмия: растворение осмийсодержащего материала в "царской водке" приводит к образованию легко летучего OsO_4 , что переводит весь, не связанный в осмистый иридий, осмий с парами кислоты в газ. Уловить этот осмий крайне сложно, так как служащий для этой цели щелочной раствор быстро нейтрализуется парами кислоты. Поэтому уже на этой стадии извлечения теряется 20-30% осмия, присутствующего в шлиховой платине в отдельной

металлической фазе, т.е. степень извлечения осмия недостаточно велика;

неполное разрушение одной составляющей шлиховой платины осмистого иридия, отличающегося высокой химической стойкостью, связанное с недостаточно высокой температурой нагрева шлиха, не позволяет полностью перевести осмий в другую составляющую шлиха твердый раствор платины, из которого возможно его более легкое и полное извлечение, что также снижает степень извлечения осмия из шлиховой платины;

наличие неблагородных примесей, в т.ч. железа, на всех стадиях извлечения осмия в связи с их присутствием в составе нерастворимого остатка шлиховой платины после ее нагрева в "царской водке", даже при наличии фильтрации, с целью отделения неблагородных металлов, не позволяет получить осмий достаточно высокой чистоты и приводит к необходимости многократного возвращения промежуточных продуктов извлечения, например окисленного технического осмия, на повторное использование;

потеря и загрязнение растворов в процессе поглощения и осаждения осмийсодержащих продуктов приводит к снижению степени извлечения и чистоты осмия, увеличивает его безвозвратные потери;

применение гидрометаллургического метода вскрытия шлиха занимает значительное время осуществления технологического процесса, которое обусловлено длительным протеканием химического взаимодействия составляющих шлиховой платины с химическими реактивами, что значительно увеличивает продолжительность процесса.

Задачей, на решение которой направлено заявляемое изобретение, является повышение чистоты и степени извлечения осмия при снижении его безвозвратных потерь и сокращении продолжительности процесса.

Поставленная задача достигается за счет технического результата, который может быть получен при осуществлении изобретения: более полного вскрытия шлиховой платины путем разрушения всего осмистого иридия и полного перехода осмия в составе оксидов в газовую фазу, а также образования осмийсодержащих и примесных соединений в строго определенные периоды извлечения за счет регламентирования температурного и временного воздействия на осмийсодержащие материалы.

Поставленная задача достигается тем, что в способе извлечения осмия из шлиховой платины, включающем двухстадийный нагрев осмийсодержащего материала: на первой стадии шлиховой платины, с получением осмийсодержащего твердого остатка, на второй стадии полученного остатка в присутствии окислителя с образованием газообразных оксидов осмия в обеих стадиях, и их последующее улавливание в поглотительных растворах, дальнейшее получение металлического осмия с выделением промежуточных продуктов извлечения и возвращение их на повторное использование, согласно изобретению, нагрев шлиховой платины ведут до ее расплавления

при 2023-2123K и выдерживают при этой температуре 0,25-0,33 ч в присутствии шлака, а нагрев осмийсодержащего твердого остатка ведут до его расплавления и перегрева при 2173-2373K и изотермически выдерживают 0,83- 1,00 ч.

Кроме того, получение металлического осмия осуществляют путем отстаивания поглотительных растворов, их последующего декантирования с выделением загрязненного примесями осмийсодержащего осадка и возвращением его в головку процесса, и с получением осмийсодержащего раствора, который затем подвергают электролизу с выделением свободного от примесей осмийсодержащего осадка, который переводят в металлическое состояние путем обжига, при этом полученные при выделении осмия поглотительные растворы возвращают в цикл извлечения.

Известно, что в шлиховой платине осмий находится в трех формах: в виде твердого раствора в других благородных металлах (платине), в виде отдельной фазы осмистого иридия (осмирида) и в виде включений практически чистого металлического осмия. Предлагаемый способ позволяет осуществить глубокое вскрытие шлиховой платины и извлечь осмий из всех ее составляющих. При проведении первой стадии нагрева, которая сопровождается расплавлением шлиха, происходит извлечение осмия за счет окисления его металлической фазы с образованием газообразного оксида OsO_2 . В предлагаемых температурно-временных режимах окисляется почти весь металлический осмий. Газообразные, загрязненные примесями, способные образоваться при данной температуре оксиды осмия OsO_2 за счет создания инертной атмосферы выделяются не в полном объеме, что специально направлено на сохранение осмия в обрабатываемом материале на данной стадии извлечения.

Это необходимо для получения на последующих стадиях нагрева более растворимых в щелочном растворе форм газообразных оксидов осмия. Параметры режима первой стадии нагрева осмийсодержащего материала необходимы и достаточны для разрушения осмистого иридия, который отличается более высокой химической стойкостью, чем твердый раствор осмия в платине, что и определяет необходимость его полного разрушения в целях более глубокого извлечения осмия.

Иридий и осмий имеют неограниченную растворимость в платине в твердом и жидком состоянии. Поэтому нагревание шлиховой платины до расплавления при температуре 2023-2123K в течение 0,25-0,33 ч позволяет разрушить осмистый иридий и перевести осмий из данного соединения в твердый раствор платины.

Кроме того, на данной стадии обработки образуется шлаковая фаза, возникает шлаковая система на основе SiO_2 , CuO , FeO , MgO , в которую переходят примеси, содержащиеся в твердом растворе платины. Образовавшаяся оксидная фаза на основе FeO находится в равновесии с жидким металлом на основе платины, что определяет предельную концентрацию примесей и кислорода в основном материале. Осуществляя очистку шлиховой платины от

примесей, образующийся шлак, кроме того, покрывает поверхность расплава, защищая ее от воздействия газовой среды печи, тем самым уменьшая образование загрязненного примесями труднорастворимого газообразного оксида OsO_2 . Шлаковая фаза на первой стадии нагрева, кроме того, необходима для того, чтобы на второй стадии она не препятствовала удалению Os с поверхности расплава. Уменьшение температуры нагрева менее 2023K не позволяет провести полное образование шлаковой фазы и, как следствие, обеспечить переход в нее неблагоприятных элементов, что снижает чистоту извлекаемого металла, увеличивает безвозвратные потери осмия в составе образующегося нерастворимого осадка OsO_2 и увеличивает продолжительность процесса извлечения за счет необходимости многократной очистки OsO_2 от примесей. Неполное разрушение осмистого иридия при снижении температуры нагрева уменьшает степень извлечения осмия.

Увеличение температуры нагрева более 2123K приводит к интенсивному переходу шлака в стенки тигля. Снижение количества шлака приводит к наличию свободной поверхности расплава, интенсивному образованию нерастворимого OsO_2 и обеднению расплава по осмию на данной стадии извлечения. Это снижает чистоту извлекаемого металла и степень окончательного извлечения осмия. Кроме того, возможно разрушение тигля и уход из него металла, что может привести к значительным безвозвратным потерям осмия и других платиновых металлов. Уменьшение времени выдержки расплава менее 0,25 ч ведет к неполному разрушению осмистого иридия и, как следствие, снижению степени извлечения осмия, а также к недостаточному переходу в шлак и элементов пустой породы, что загрязняет расплав и снижает чистоту извлекаемого осмия.

Увеличение времени выдержки более 0,33 ч не приводит к увеличению степени перехода в шлаковую фазу железа и пустой породы, но одновременно резко увеличивает степень перехода осмия в газовую фазу в виде OsO_2 , что является неблагоприятным фактором: снижает степень извлечения осмия на последующих этапах переработки осмийсодержащего материала. Возгон осмия при дальнейшей технологии выпадает в осадок вместе с пылью и другими составляющими газовой фазы над расплавом, например Zn, Pb, Si, Ag, Ru, что снижает чистоту осмия и степень его извлечения при дальнейшей обработке осадка.

Кроме того, уменьшение времени выдержки расплава приводит к увеличению безвозвратных потерь за счет необходимости многократных перечисток, а увеличение продолжительности выдержки расплава к длительности всего процесса извлечения.

При нагревании полученного осмийсодержащего твердого остатка до расплавления и перегрева при температуре 2173-2373K и изотермической выдержке в течение 0,83-1,00 ч происходит полное извлечение осмия в виде газообразных оксидов OsO_2 , OsO_3 , OsO_4 из расплава. Следует отметить, что, если при проведении

первой стадии нагрева осмийсодержащего материала, окисляющийся металлический осмий выступает в виде самостоятельной фазы с активностью, равной 1, то процесс возгонки газообразных оксидов становится возможным уже при 1373-1473K и практически заканчивается при 1773K. При второй стадии нагрева, за счет предварительного растворения осмистого иридия в матрице платины, его активность резко снижается, что заставляет поднимать температуру процесса до 2173-2373K с тем, чтобы поднять парциальное давление оксидов и создать тем самым условия для их полного выделения. Заявляемый диапазон температур нагрева обеспечивает наибольшую вероятность появления форм оксидов OsO_3 и OsO_4 , которые хорошо растворяются в обычно применяемых для извлечения металлов щелочных растворах, что является важным фактором для дальнейшего извлечения осмия.

Снижение температуры нагрева расплава на второй стадии ниже 2173K приводит к более благоприятному образованию нерастворимой формы оксида OsO_2 и меньшей степени образования хорошо растворимой формы оксида OsO_4 , что является нежелательным, учитывая, что щелочные поглотительные растворы являются основным исходным продуктом для выделения и очистки осмия. В этом случае степень извлечения осмия уменьшится, чистота осмия также понизится за счет большего количества загрязненного примесями OsO_2 , а при этом дополнительно возрастает продолжительность процесса извлечения из-за многофазовой очистки OsO_2 и увеличиваются безвозвратные потери осмия вследствие недостаточности парциального давления газов.

Повышение температуры более 2373K резко повышает переход в газовую фазу других платиновых металлов палладия в виде металла, родия в виде оксида, а также золота, что является нежелательным, так как снижает степень извлечения осмия при последующих операциях и приводит к потерям других платиновых металлов. Кроме того, это снижает чистоту извлекаемого осмия, увеличивает длительность процесса очистки и приводит к его безвозвратным потерям. При этом условии в составе газовой фазы снижается количество хорошо растворимого оксида OsO_3 . Уменьшение времени выдержки менее чем 0,83 ч не позволяет пройти полному выделению газообразных оксидов, что является нежелательным для полноты степени извлечения осмия. При этом увеличивается продолжительность процесса извлечения из-за необходимости осуществления многостадийности извлечения чистого осмия и возможны безвозвратные потери осмия из-за неполноты его извлечения из расплава.

Увеличение времени выдержки расплава более 1,00 ч при нагреве осмийсодержащего материала на второй стадии не приводит к увеличению степени извлечения осмия, а позволяет осуществляться возгонке других составляющих расплава, что снижает степень извлечения осмия и его чистоту. При этом возрастает длительность процесса извлечения из-за дополнительных циклов

перечистки промежуточных соединений осмия, что повышает также вероятность его безвозвратных потерь.

Кроме того, получение металлического осмия осуществляют путем отстаивания поглотительных растворов, их декантирования и электролиза. При этом, выделенный в результате этих операций свободный от примесей осмийсодержащий осадок переводят в металлическое состояние путем обжига. Эти признаки, являющиеся развивающимися отличительными признаками основного пункта формулы, связаны с отличительными признаками основного пункта таким образом, что имеют техническое значение только при их использовании, не являясь в то же время необходимыми для осуществления изобретения, зафиксированного в основном пункте формулы.

Получение металлического осмия за счет извлечения его из поглотительных растворов основано на физических и химических явлениях без применения загрязняющих поглотительные растворы химических реактивов: разделении растворов по плотности отстаивании и декантировании, а также проведении электролиза за счет прохождения электрического тока через поглотительный раствор, и непосредственно связано именно с тем свободным от примесей твердым остатком, который получается на первой стадии нагрева. Кроме того, за счет применяемых режимов на второй стадии нагрева достаточно большой объем способных выделиться в этих условиях газообразных оксидов осмия требует для наиболее полного извлечения осмия высокой чистоты проведения именно отстаивания, декантирования и электролиза, как операций, способных достаточно быстро и в полном объеме извлечь осмий в отличие от вяло протекающих с традиционным использованием химических реактивов операций извлечения осмия.

Операция обжига в заявляемом технологическом процессе также применяется как операция, характерная для твердофазного спекания чистого материала, а именно: чистого осмийсодержащего осадка OsO_2 . Кроме того, полученные при выделении осмия поглотительные растворы возвращают в цикл извлечения, что повышает степень извлечения осмия, уменьшает его безвозвратные потери.

Рассматриваемые признаки заявляемого изобретения, отличные от признаков наиболее близкого аналога в своей совокупности и вместе с общими для данных объектов признаками, обеспечивают получение указанного технического результата как во всех, так и в частных случаях их использования. Поэтому предлагаемое изобретение является новым.

Предлагаемое изобретение соответствует изобретательскому уровню. Рассматривая совокупность его существенных признаков, можно отметить, что оно не следует явным образом из известного уровня техники. Поскольку отличительные признаки представляют собой количественные характеристики изобретения (режимы способа), то такие признаки не могут рассматриваться в отрыве от признака, к которому они относятся, и в отрыве от

объекта в целом. Учитывая это, следует отметить, что среди объектов того же назначения известной технологии с той же совокупностью существенных признаков не обнаружено. Закономерностей между количественными изменениями температурно-временных характеристик и получаемым техническим результатом не выявлено.

Следовательно, из уровня техники не выявлено аналогичного влияния отличительных признаков изобретения на технический результат.

На чертеже показана схема извлечения осмия из шлиховой платины.

Предлагаемый способ реализуется следующим образом. Берут 10 кг осмийсодержащего материала измельченной шлиховой платины и помещают в оксидный тигель, установленный в индуктор высокочастотной плавильной установки типа В ЧИЗ-100. Над тиглем смонтирована система пыле- и газоулавливания, состоящая из кварцевой или алундовой ампулы, вакуумной аппаратуры и поглотителей с раствором щелочи и подсоединенная к форвакуумному насосу типа НВЗ-20. После включения высокочастотной установки и системы улавливания газов осуществляют первую стадию нагрева осмийсодержащего материала производят нагрев шлиховой платины (1) за счет возникающих в ней вихревых токов до температуры 2023-2123К, что сопровождается расплавлением шлиха. Расплав выдерживают при этой температуре в течение 0,25-0,33 ч. Нагрев и выдержка шлиховой платины осуществляется в инертной атмосфере: подача воздушного дутья не производится, система газоулавливания герметизируется. Эти действия направлены на уменьшение возможности появления формы оксида осмия OsO_2 , способного образовываться при этой температуре. Этот оксид является прочным, загрязненным примесями, нерастворимым в щелочах, обычно используемых для извлечения металлов. Уменьшение выделения осмия в форме оксида OsO_2 обеспечивает большее сохранение его в твердом растворе платины и увеличивает вероятность и степень его извлечения в форме более растворимых в щелочах оксидов на следующей стадии обработки осмийсодержащего материала. Однако, даже в условиях инертной атмосферы, недостатка кислорода, газообразный оксид OsO_2 все-таки образуется. Затем осуществляется улавливание (2) образовавшихся газообразных оксидов осмия: через вакуумную систему они поступают в щелочной поглотительный раствор. Газообразный оксид OsO_2 поглощается щелочным раствором и вместе с имеющимися в газовой фазе примесями выпадает в осадок. На этом этапе в газовую фазу переходит в виде OsO_2 10% от исходного содержания осмия в шлиховой платине. На этом окисление осмия прекращается. Это определяется тем, что исчерпывается количество окисляемого в данных условиях чистого металлического осмия в составе шлиха, составляющего лишь 5-10% общего содержания в нем этого компонента. Кроме того, в данный период технологического цикла добавляют флюс и в верхней части

расплава образуется шлаковая фаза на основе оксидов железа. Она защищает поверхность металлического расплава от окисления, а именно: препятствует нежелательному образованию OsO_2 и позволяет максимально удалить из расплава неблагородные составляющие, прежде всего железо. Кроме того, в процессе плавки происходит разрушение осмистого иридия и переход осмия в твердый раствор платины.

Через 0,33 ч плавку шлиховой платины прекращают, шлак скачивают, расплав охлаждают. В результате получается твердый осмийсодержащий остаток. Контроль проводят по пробе тиомочевины. Анализ образовавшейся газообразной фазы осуществляют косвенным методом по содержанию в растворе-поглотителе Os^{4+} , Os^{6+} , Os^{8+} . Степень разрушения осмистого иридия, степень перехода осмия в газообразное состояние, степень перехода в шлаковую фазу железа определяются весовым химическим атомно-абсорбционным методом анализа продуктов переработки сплава и шлака. Эти данные представлены в табл. 1 и характеризуют степень перехода осмия и неблагородных примесей в различные фазы в результате нагрева шлиховой платины до 2073К, при этом указан от их исходного содержания в шлиховой платине.

Данные сведены в табл. 1.

Уменьшение времени выдержки менее 0,25 ч снижает степень разрушения осмистого иридия и перехода железа в шлаковую форму. Увеличение времени выдержки более 0,33 ч значительно повышает степень перехода осмия в газообразных оксид OsO_2 .

Затем твердый осмийсодержащий остаток в виде слитка отделяют от шлака, содержащего оксиды неблагородных металлов, слиток измельчают при температуре 373-573К и в качестве шихты весом 5 кг вновь помещают в оксидный тигель, установленный в индуктор высокочастотной плавильной установки. Твердый осмийсодержащий остаток нагревают до расплавления и перегревают при температуре 2173-2373К. Расплав выдерживают в этом перегретом состоянии в течение 1,00 ч для завершения протекающих в нем диффузионно-кинетических процессов. При этом соотношение площади зеркала расплава к его объему составляет $0,3 \text{ м}^{-1}$ и определяется возможностью прокисления всего объема расплава за счет диффузии осмия к границе раздела жидкой и газовой фаз. Сплав нагревают в присутствии окислителя кислорода.

Состав газовой фазы над расплавом представлен в табл. 2. Анализ образовавшейся газовой фазы проводился тем же методом, что и на более ранней стадии получения газообразных оксидов. Данные подсчитаны, приняв за 100% сумму оксидов осмия, переходящих в газообразное состояние при указанных температурах. Состав газовой фазы приведен над расплавом осмийсодержащего твердого остатка, полученного при предварительном нагреве шлиховой платины до температуры 2073К и выдержке 0,33 ч.

Последующее улавливание газообразных оксидов осмия (2) осуществляют путем их

поглощения раствором щелочи. При этом OsO_2 вместе с примесями выпадает в нерастворимый осадок. Оксид OsO_3 переходит в раствор в форме шестивалентного осмия $[\text{OsO}_2(\text{OH})_4]^{2-}$ и оксид OsO_4 переходит в раствор в форме восьмивалентного осмия $[\text{OsO}_4(\text{OH})_4]^{2-}$. Дальнейшее получение металлического осмия осуществляют путем проведения ряда операций. Осмийсодержащий раствор-поглотитель от двух стадий нагрева (1) и (3) после улавливания газообразных оксидов посредством операции (2) подают на отстаивание (4), где имеются жидкая фаза, содержащая соединения 6-ти и 8-ми валентного осмия и твердая фаза 4-х валентного осмия OsO_2 , загрязненная примесями элементами. Затем осуществляют декантирование (5) операцию разделения жидкой и твердой фаз, которую производят удалением жидкой фазы с помощью вакуума в отдельную емкость. При этом удаляется до 95-97% раствора. Следующую операцию - сушку выпавшей в осадок твердой фазы (6) осуществляют при 673-773К с улавливанием (7) испаряющегося щелочного осмийсодержащего раствора, который возвращают в цикл извлечения (на операции 2,4,5).

Промежуточный продукт извлечения осмия загрязненный примесями осадок OsO_2 возвращают на повторное использование операцию нагрева (3) с последующим выделением OsO_3 и OsO_4 , которые затем улавливаются (2) в поглотителе описанным выше образом. Затем осмийсодержащий щелочной раствор с декантирования (5) передают на электролиз (8), где 6-ти и 8-ми валентный осмий восстанавливается на катоде электролизера до 4-х валентного состояния и образует свободный от примесей оксид OsO_2 , который выпадает в осадок. Раствор обедняется по осмию с $5-20 \text{ кг/м}^3$ до $0,5-0,3 \text{ кг/м}^3$. Этот раствор возвращают в цикл извлечения подают на операции (2),(4),(5),(8). Полученный осадок сушат (9), при этом испаряющийся раствор направляется на поглощение (10) и возвращается в цикл извлечения на операции (2),(4),(6).

Свободный от примесей осмийсодержащий осадок переводят в металлическое состояние обжигом (11) в среде водорода. При этом получают металлический порошок осмия высокой чистоты 99,9%

После этого осуществляют спекание (12) высокочистого металлического порошка осмия при 1773-1873К в среде инертного газа в течение 1 ч, что обеспечивает получение губки металлического осмия для использования в качестве промпродукта. Химическая чистота, степень извлечения осмия для заявленных режимов представлены в табл.3. Данные приведены для условий нагрева шлиховой платины на первой стадии до 2073К и выдержке 0,33 ч в инертной атмосфере и нагреве осмийсодержащего твердого осадка до 2273К и выдержке 1 ч в присутствии окислителя.

Степень извлечения осмия приведена в зависимости от его содержания в шлиховой платине, а чистота по осмию определяется спектрально-эмиссионным анализом с

использованием эталонов для определения примесных элементов в металлическом осмии.

Сравнительные данные по способу наиболее близкому аналогу, также занесены в табл.3.

Анализ приведенных данных показывает, что степень извлечения осмия в заявляемом способе значительно превышает ее по сравнению с известной технологией при одновременном превышении степени чистоты извлекаемого металла.

Кроме того, сокращается более чем в 20 раз продолжительность процесса извлечения и снижаются безвозвратные потери осмия.

Предлагаемый способ извлечения осмия является замкнутой безотходной технологией с переработкой всех возникающих в цикле извлечения продуктов и может быть положен в основу экологически чистого производства.

Формула изобретения:

Способ извлечения осмия из шлиховой платины, включающий двухстадийный нагрев осмийсодержащего материала: на первой стадии шлиховой платины с получением осмийсодержащего твердого остатка, на второй стадии полученного остатка в присутствии окислителя с образованием на обеих стадиях газообразных оксидов осмия с

улавливанием их в поглотительных растворах, последующее получение металлического осмия с выделением промежуточных продуктов извлечения и возвратом их на повторное использование, отличающийся тем, что нагрев на первой стадии шлиховой платины ведут в инертной атмосфере до ее расплавления при 2023 2123K и выдерживают при этой температуре в течение 0,25 0,33 ч в присутствии полученного шлака, а нагрев на второй стадии полученного осмийсодержащего твердого остатка ведут до его расплавления и перегрева при 2173 2373K и изотермически выдерживают в течение 0,83 1,00 ч.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что получение металлического осмия осуществляют путем отстаивания поглотительных растворов, их последующего декантирования с выделением загрязненного примесями осмийсодержащего осадка и возвратом его в голову процесса и с получением осмийсодержащего раствора с последующим электролитическим выделением из него осмийсодержащего осадка, затем ведут обжиг осадка с получением металлического осмия, а полученные после выделения осмия поглотительные растворы возвращают в цикл извлечения.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

Таблица 1

Степень перехода осмия в газообразное состояние, железа в шлаковую фазу и степень разрушения осмистого иридия на первой стадии нагрева осмийсодержащего материала - шлиховой пластины.

Время выдержки в ч (мин) при T=2073°K	Степень перехода осмия в газообразное состояние (в%)	Степень разрушения осмистого иридия (в%)	Степень перехода железа в шлаковую фазу (в%)
0.16 (10)	4	90	50
0.25 (15)	5	100	75
0.33 (20)	5	100	80
0.41 (25)	8	100	80

Таблица 2

Состав образующихся газообразных оксидов осмия на второй стадии нагрева осмийсодержащего материала-нагреве осмийсодержащего твердого остатка.

Температура выдержки °K (°C) при τ=1ч	Состав газовой фазы (в%)					
	сумма OSO ₂		сумма OSO ₃		сумма OSO ₄	
	по оксиду	по OS	по оксиду	по OS	по оксиду	по OS
2073 (1800)	2,70	2,92	96,20	95,98	1,10	1,00
2173 (1900)	1,80	1,93	95,50	95,53	2,70	2,53
2273 (2000)	1,50	1,61	92,30	92,56	6,20	5,85
2373 (2100)	0,80	0,86	82,70	83,53	16,50	15,61
2473 (2200)	0,60	0,65	68,70	70,03	30,70	29,32

Таблица 3

Степень извлечения осмия и чистого промпродукта по осмию в зависимости от температурно-временных параметров способа.

Объект	I стадия нагрева		II стадия нагрева		Степень извлечения OS в раствор (в %)	Степень чистоты промпродукта по OS (в %)
	температура, °K	Время, ч	температура, °K	время, ч		
Заявляемый способ Наиболее близкий аналог	2073	0,33	2273	1	93	99,9
	393	24	403	4	60	99,0