

На правах рукописи

АБДУСАЛОМОВ АБДУЗОХИДХУЖА АБДУЖАББОР УГЛИ

**СОРБЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ ПАЛЛАДИЯ
ИЗ РЕНИЙСОДЕРЖАЩИХ СЕРНОКИСЛО-
ХЛОРИДНЫХ РАСТВОРОВ**

05.17.02 – Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов

А В Т О Р Е Ф Е Р А Т

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва – 2013

Работа выполнена на кафедре технологии редких элементов и наноматериалов на их основе Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева»

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор
Трошкина Ирина Дмитриевна
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», профессор кафедры технологии редких элементов и наноматериалов на их основе

Официальные оппоненты: доктор технических наук, профессор
Палант Алексей Александрович
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова» Российской академии наук, ведущий научный сотрудник лаборатории физико-химических основ металлургии цветных и редких металлов

доктор химических наук, профессор
Михайличенко Анатолий Игнатьевич
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», заведующий кафедрой технологии неорганических веществ

Ведущая организация: Федеральное государственное унитарное предприятие
«Государственный научно-исследовательский институт цветных металлов «ГИНЦВЕТМЕТ»

Защита состоится 19 декабря 2013 года в 16-00 часов на заседании диссертационного совета Д 212.204.09 в Российском химико-технологическом университете имени Д.И. Менделеева (125480, Москва, ул. Героев Панфиловцев, дом 20, корпус 1) в конференц-зале ИМСЭН-ИФХ.

С диссертацией можно ознакомиться в Информационно-библиотечном центре Российского химико-технологического университета имени Д.И. Менделеева.

Автореферат диссертации разослан «___» ноября 2013 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
кандидат технических наук

Растунова И.Л.

Общая характеристика работы

Актуальность темы. Среди редких металлов, применение которых в значительной степени определяет научно-технический прогресс в авиакосмической и нефтеперерабатывающей отраслях, рений занимает одно из ведущих мест.

В мировой практике рений, наименее распространенный в земной коре элемент, получают попутно при комплексной переработке сульфидных молибденовых и медных, реже полиметалльных урановых руд.

Республика Узбекистан находится на пятом-шестом месте в мире по запасам рения, в минерально-сырьевой базе рения основное место занимают медно-молибденовые месторождения, которые отличаются повышенной комплексностью с выявленной в последние годы значительной долей платиновых металлов. В 1999 г. в концентратах медно-молибденового производства (Алмалыкский горно-металлургический комбинат) обнаружен новый для руд Узбекистана минерал – теллурид палладия с примесью платины (меренскиит) состава $(Pd, Pt)Te_2$.

Рений концентрируется в одном из основных продуктов переработки сульфидного медно-молибденового сырья – промывной серной кислоте, циркулирующей в системе мокрой очистки металлургических газов. Из сернокислых растворов его извлекают гидрометаллургическими методами, в том числе сорбционным с использованием синтетических гранулированных ионитов различного типа. Технологические приемы попутного извлечения палладия при переработке ренийсодержащей промывной серной кислоты отсутствуют.

Цель работы – разработка сорбционных процессов селективного извлечения и концентрирования палладия из сернокисло-хлоридных ренийсодержащих растворов.

Для достижения поставленной цели в работе решались следующие задачи:

- опробование и выбор сорбентов, позволяющих эффективно извлекать палладий из сернокисло-хлоридных растворов;

- определение равновесных и динамических характеристик сорбции палладия из сернокисло-хлоридных растворов выбранными материалами;
- выявление условий разделения палладия и рения с использованием выбранных сорбционных материалов;
- расчет динамических параметров сорбции палладия выбранными материалами;
- разработка сорбционного способа извлечения палладия при комплексной переработке ренийсодержащей промывной серной кислоты.

Научная новизна работы. Впервые проведены систематические исследования сорбционных характеристик синтетических гранулированных ионитов при сорбции палладия из ренийсодержащих сернокисло-хлоридных растворов, моделирующих растворы промывной серной кислоты.

Установлено, что изотермы сорбции палладия из сернокисло-хлоридных растворов, содержащих рений, комплексообразующими ионитами Леватит ТР 207 и ТР 214, а также углеродным сорбентом, модифицированным политетрафторэтиленом УС-ПТФЭ, имеют линейный характер и описываются уравнением Генри.

По динамическим данным рассчитаны кинетические коэффициенты β и D при сорбции палладия комплексообразующими ионитами Леватит ТР 207 и ТР 214 и Пьюролайт D 4384 и выявлен ее смешаннодиффузионный характер.

Установлена возможность частичного элюирования палладия с углеродного сорбента, модифицированного политетрафторэтиленом.

Практическая ценность работы. Определены сорбционно-десорбционные характеристики комплексообразующих ионитов Леватит ТР 207 и ТР 214, импрегната Пьюролайт D 4384, а также углеродного сорбента, модифицированного политетрафторэтиленом, применительно к извлечению палладия и рения из сернокисло-хлоридных минерализованных растворов, формирующих базу данных, необходимых при разработке технологических способов, направленных на повышение комплексности использования медных и медно-молибденовых руд.

Разработан метод совместного извлечения микроколичеств палладия и рения из промывной серной кислоты с использованием углеродного сорбента, модифицированного политетрафторэтиленом, с последующим разделением их на стадии десорбции.

Разработан метод селективного извлечения палладия комплексообразующим ионитом Леватит TP 207 или TP 214 из серноокисло-хлоридных растворов.

Проведенные испытания сорбционного извлечения палладия углеродным сорбентом УС-ПТФЭ из растворов промывной серной кислоты, образующейся при переработке медно-молибденовых руд (Республика Узбекистан) показали, что сквозная степень извлечения палладия за один цикл сорбции-десорбции, составила 58,9 %.

Апробация работы. Основные результаты работы докладывались на V Научно-технической конференции «Научно-инновационное сотрудничество» (Москва, МИФИ, 2006), Международной конференции «Теоретические аспекты использования сорбционных и хроматографических процессов в металлургии и химической технологии» (Екатеринбург, 2006), VII Международном симпозиуме по технецию и рению (Москва, 2011), Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов» (Москва, 2011, 2012), Международной конференции по химической технологии ХТ'12 (Москва, 2012), VIII Международном конгрессе молодых ученых по химии и химической технологии «МКХТ-2012».

Публикации. По теме диссертации опубликовано 12 печатных работ, в том числе 3 статьи в журналах, включенных в перечень рекомендованных ВАК РФ.

На защиту выносятся:

1. Сорбционные характеристики активных углей и модифицированного углеродного сорбента, а также комплексообразующих ионитов Леватит и Пьюролайт, полученные при извлечении палладия из ренийсодержащих серноокисло-хлоридных растворов.

2. Методы совместного сорбционного извлечения палладия и рения из

сернокисло-хлоридных растворов.

3. Методы разделения палладия и рения при сорбции из сернокисло-хлоридных растворов.

4. Результаты испытаний сорбции палладия из ренийсодержащей промывной серной кислоты.

Личный вклад автора состоит в проведении экспериментальной работы, обработке полученных данных, обсуждении и обобщении результатов экспериментов. Все эксперименты и расчеты выполнены непосредственно автором.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, шести глав, выводов, библиографического списка (183 наименования). Диссертация изложена на 124 страницах машинописного текста, содержит 30 рисунков и 24 таблицы.

Основное содержание работы

Во введении дано обоснование актуальности темы исследований и сформулированы цели и задачи работы, решаемые для их выполнения.

Глава 1. Обзор литературы. Обобщены данные по химическому поведению палладия и рения в водных растворах, а также по сорбционным методам их выделения и концентрирования. Анализ литературных сведений показал, что информация по извлечению микроколичеств палладия из ренийсодержащих сернокисло-хлоридных растворов отсутствует.

Глава 2. Методы анализа. Определение палладия в растворах осуществляли фотоколориметрическим методом и методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (X-7 ICP-MS, Thermo Elemental, США). Определение рения в растворах проводили кинетическим и фотоколориметрическим (с использованием роданида аммония в качестве комплексообразователя) методами с использованием спектрофотометра КФК-3КМ. Содержание примесей в пробах промывной кислоты определяли методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICAP-61, Thermo Jarrell Ash, США). Значение pH раствора определяли с помощью pH – метра фирмы «Mettler Toledo». Обработку данных осуществляли с

использованием программ «Origin» и Microsoft Excel.

Методики проведения экспериментов. Приведены методики проведения экспериментов для изучения равновесных и динамических характеристик сорбции металлов.

Характеристика используемых сорбционных материалов. В работе изучали сорбционную способность к палладию и рению активных углей, получаемых из каменноугольного сырья фирмой NINGXIA HUI AUTONOMOUS REGION IMP. AND EXP. CORP. (Китай) (табл. 1), а также модифицированного активного угля, покрытого политетрафторэтиленом УС-ПТФЭ (Россия).

Таблица 1

Характеристики активных углей, получаемых из каменноугольного сырья

Уголь (АУ)	Зольность не более, %	Влага не более, %	Прочность не менее, %	Емкость по йоду, мг·г ⁻¹	Плотность, г·см ⁻³
АУ-1	14,58	3,26	93,5	1007	474
АУ-4	8,12	2,55	93,6	1058	435
АУ-5	8,64	2,72	94,2	1026	485

В качестве синтетических сорбентов использовали слабоосновные аниониты: АН-105 (с группами циклогексиламина) (Россия), Леватит МР 62 (с группами третичного амина) (фирма Ланксес, Германия), Пьюролайт А 170 (с аминогруппами) (фирма Пьюролайт, Великобритания); амфолит ВП-14КР (с пиридиниевыми и карбоксильными группами) (Россия); комплексообразующие иониты: Леватит ТР 207 (с иминодиацетатными группами), Леватит ТР 214 (с группами тиомочевины); импрегнаты: Пьюролайт D 4384 (экстрагент Аликват 336) и Пьюролайт MN 202 (экстрагент триалкиламин).

Глава 3. Закономерности сорбции палладия и рения активными углями из сернокислых растворов. Изучены сорбционно-десорбционные характеристики по отношению к палладию и рению активных углей (табл. 2 и 3).

Наилучшими сорбционными-десорбционными характеристиками по отношению к палладию и рению обладает активный уголь АУ-1.

Таблица 2

Распределение палладия при сорбции активными углями из сернокислых растворов (100 г/л) и десорбции раствором аммиака (8 %)

Условия: исходная концентрация палладия - 20 мг/л, концентрация хлорид-ионов - 2 г/л; соотношение фаз Т:Ж - 1:500 (г:мл) (сорбция), 1:60 (г:мл) (десорбция)

Уголь	Сорбция			Десорбция	
	Емкость, мг·г ⁻¹	Коэффициент распределения, см ³ ·г ⁻¹	Степень сорбции, %	Коэффициент распределения, г·дм ⁻³	Степень десорбции, %
АУ-1	3,5	538	35,2	1,8	10,1
АУ-4	2,8	389	28,4	4,1	8,8
АУ-5	1,9	235	19,3	1,6	8,7

Таблица 3

Распределение рения при сорбции активными углями из сернокислых растворов (100 г/л) и десорбции раствором аммиака (8 %)

Условия: исходная концентрация рения - 20 мг/л, концентрация хлорид-ионов - 2 г/л; соотношение фаз Т:Ж - 1: 500 (г : мл) (сорбция), 1: 60 (г : мл) (десорбция)

Уголь	Сорбция			Десорбция	
	Емкость, мг·г ⁻¹	Коэффициент распределения, см ³ ·г ⁻¹	Степень сорбции, %	Коэффициент распределения, г·дм ⁻³	Степень десорбции, %
АУ-1	4,5	800	45,1	20,4	55,0
АУ-4	4,0	667	40,2	17,0	50,1
АУ-5	3,8	613	38,1	16,3	49,5

Коэффициенты распределения рения и палладия K_d , рассчитанные по отношению равновесной емкости АУ по металлу к равновесной концентрации его в растворе, при сорбции этим АУ составили 800 и 538 см³·г⁻¹, соответственно.

Рассчитанные по отношению коэффициентов распределения металлов K_d (табл. 2 и 3) коэффициенты разделения рения и палладия $\beta_{\text{Re/Pd}}$ при сорбции активными углями увеличиваются в ряду: АУ-1 (1,49) < АУ-4 (1,71) < АУ-5 (2,61).

Установлено (табл. 2), что степень десорбции палладия аммиачными растворами не превышает 10,1 %, что позволяет на стадии элюирования рения (при степени его десорбции 55%) разделить металлы и получить палладийсодержащий концентрат, который можно переработать термически.

Сорбция палладия и рения из сернокислых растворов эффективно протекает на модифицированном углеродном сорбенте УС-ПТФЭ. Коэффициент распределения палладия составил $7114 \text{ см}^3 \cdot \text{г}^{-1}$, рения – $829 \text{ см}^3 \cdot \text{г}^{-1}$, коэффициент разделения этих элементов на стадии сорбции – 8,6. Степень десорбции палладия аммиачным раствором (8 %) не превысила 8 %. Несмотря на то, что модифицирование углеродного сорбента политетрафторэтиленом несколько облегчает процесс элюирования палладия, основная часть его остается в сорбенте и может быть извлечена термическим путем после его отработки.

Глава 4. Извлечение палладия и рения из сернокисло-хлоридных растворов сорбентами различного типа.

При переработке отходящих газов медно-молибденового производства образуются сернокислые растворы, содержащие хлорид-ионы. Сорбцию палладия проводили из раствора, моделирующего их состав, г/дм^3 : серная кислота – 100, хлорид-ионы – 2,0. В сернокисло-хлоридных растворах палладий существует в виде устойчивого $[\text{PdCl}_4]^{2-}$ -иона, поэтому для его извлечения использовали аниониты и комплексообразующие иониты, в том числе сорбирующие рений в виде перренат-иона ReO_4^- (табл. 4).

Установлено, что коэффициент распределения рения уменьшается в ряду сорбентов: Пьюролайт MN 202 > Пьюролайт D 4384 > АН-105 > Пьюролайт А 170 > ВП-14 КР > УС-ПТФЭ (табл. 4).

Как видно из табл. 5, коэффициент распределения палладия уменьшается в ряду сорбентов: Пьюролайт D 4384 > Леватит ТР 214 > Леватит ТР 207 > АН-105 > УС-ПТФЭ > Пьюролайт А 170 > Пьюролайт MN 202 > Леватит МР 62.

Таблица 4

Сорбция рения из серноокисло-хлоридных растворов

Условия: $Re_{исх} = 20$ мг/л; соотношение фаз сорбента к раствору Т : Ж = 1 : 500

Сорбент	Емкость ионита по рению, E_{Re}		Коэффициент распределения K_d , см ³ /г	Степень сорбции, %
	мг/г	$\cdot 10^{-2}$ ммоль/г		
Пьюролайт А 170	9,3	5,0	6166	92,5
Пьюролайт MN 202	9,9	5,3	499000	99,9
Пьюролайт D 4384	9,5	5,1	9500	95,0
АН-105	9,4	5,0	8195	94,3
ВП-14 КР	8,1	4,3	2166	81,3
УС-ПТФЭ	6,9	3,7	1131	69,4

Данные по сорбции палладия из модельных серноокисло-хлоридных растворов, полученные в статических условиях, представлены в табл. 5.

Таблица 5

Сорбция палладия из серноокисло-хлоридных растворов

Условия: $Pd_{исх} = 24$ мг/л; соотношение фаз Т:Ж = 1:500

Сорбент	Емкость ионита по палладию, E_{Pd}		Коэффициент распределения K_d , мл/г	Степень сорбции, %
	мг/г	$\cdot 10^{-2}$ ммоль/г		
Леватит ТР 207	12,0	11,3	39800	98,8
Леватит МР 62	1,4	1,3	62,8	11,2
Леватит ТР 214	12,0	11,2	39800	98,8
Пьюролайт А 170	3,8	3,5	224,5	31,0
Пьюролайт MN 202	2,8	2,6	150,5	23,1
Пьюролайт D 4384	12,0	11,2	39800	98,7
АН-105	8,4	7,8	1110	69,0
УС-ПТФЭ	7,6	7,1	829,7	61,9

Десорбцию палладия изучали реagentным методом с использованием растворов аммиака (8 %) и соляной кислоты. Степень десорбции палладия аммиачным раствором с комплексообразующих ионитов Леватит не превысила 4,4 %, с импрегната Пьюролайт D 4384 она составила 65,5 %. Результаты по десорбции палладия раствором соляной кислоты представлены в табл. 6.

Таблица 6

Десорбция палладия с сорбентов различного типа раствором соляной кислоты

Условия: концентрация соляной кислоты – 4 моль/л, соотношение фаз

$T : Ж = 1 : 60$ (г : мл)

Сорбент	Исходная емкость сорбента по палладию, мг/г	Концентрация палладия в элюате, мг/л	Kd, г/см ³	Степень десорбции, %
Леватит TP 207	12,0	139,5	39,0	70,1
Леватит TP 214	12,0	<0,1	-	-
Пьюролайт А 170	3,8	4,1	1,2	6,6
Пьюролайт MN 202	2,8	21,6	14,3	46,3
Пьюролайт D 4384	12,0	29,2	2,9	14,7
АН-105	8,4	21,1	3,0	15,2
УС-ПТФЭ	7,6	10,6	1,5	8,4

Элюирование палладия раствором соляной кислоты наиболее эффективно протекает с ионита Леватит TP 207. Степень десорбции за один контакт составила более 70,0 %. Для десорбции палладия с комплексообразующего ионита TP 214 использовали раствор тиомочевины (60 г/л) в соляной кислоте (1 моль/л). Степень десорбции палладия составила 69,0 %.

Были изучены равновесные характеристики сорбции палладия комплексообразующими ионитами Леватит, импрегнатами Пьюролайт, а также углеродным сорбентом УС-ПТФЭ. Для описания полученных линейных изотерм сорбции в исследованном диапазоне концентраций палладия, использовали уравнение Генри. Значения констант Генри приведены в табл. 7.

Значения констант Генри при сорбции палладия из сернокисло-хлоридных растворов

Сорбент	Диапазон концентраций палладия, мг/л (10^{-3} ммоль/л)	Константа Генри, мл/г	Коэффициент корреляции, R^2
Леватит МР 62	4,2-5,2 (40-500)	99±5	0,9532
Леватит ТР 207	0,1-1,2 (0,9-11,3)	31400±3100	0,9022
Леватит ТР 214	0,1-0,8 (0,9-7,2)	42500±2100	0,9664
Пьюролайт А 170	3,1-45,0 (29,1-423)	207±10	0,9546
Пьюролайт D 4384	0,1-0,9 (0,8-8,0)	39900±1900	0,9662
Пьюролайт MN 202	3,8-53,6 (35,7-503,7)	121±6	0,9423
УС-ПТФЭ	2,1-27 (19,7-253,7)	687±34	0,9661

Константы Генри увеличиваются в ряду сорбентов: Леватит МР 62 < Пьюролайт MN 202 < Пьюролайт А 170 < УС-ПТФЭ < Леватит ТР 207 < Пьюролайт D 4384 < Леватит ТР 214.

Глава 5. Динамика сорбционно-десорбционного извлечения палладия из ренийсодержащих сернокисло-хлоридных растворов.

Для изучения динамики сорбции и десорбции металлов был приготовлен модельный раствор следующего состава, г/л: серная кислота, 100; хлорид-ион, 2; рений, $2 \cdot 10^{-2}$; палладий, $2 \cdot 10^{-2}$. Выходные кривые снимали в стеклянной колонке диаметром $7 \cdot 10^{-3}$ м, высотой сорбционного слоя – $8,5 \cdot 10^{-2}$ м при скорости пропускания исходного раствора – 4 ч^{-1} . Выходные кривые сорбции палладия комплексобразующими ионитами Леватит ТР 207 и Леватит ТР 214 представлены на рис. 1, а динамические характеристики в табл. 8.

Полная динамическая обменная емкость ионита Леватит ТР 207 по палладию составляет $164,3 \text{ моль/м}^3$, а ионита Леватит ТР 214 – $469,8 \text{ моль/м}^3$.

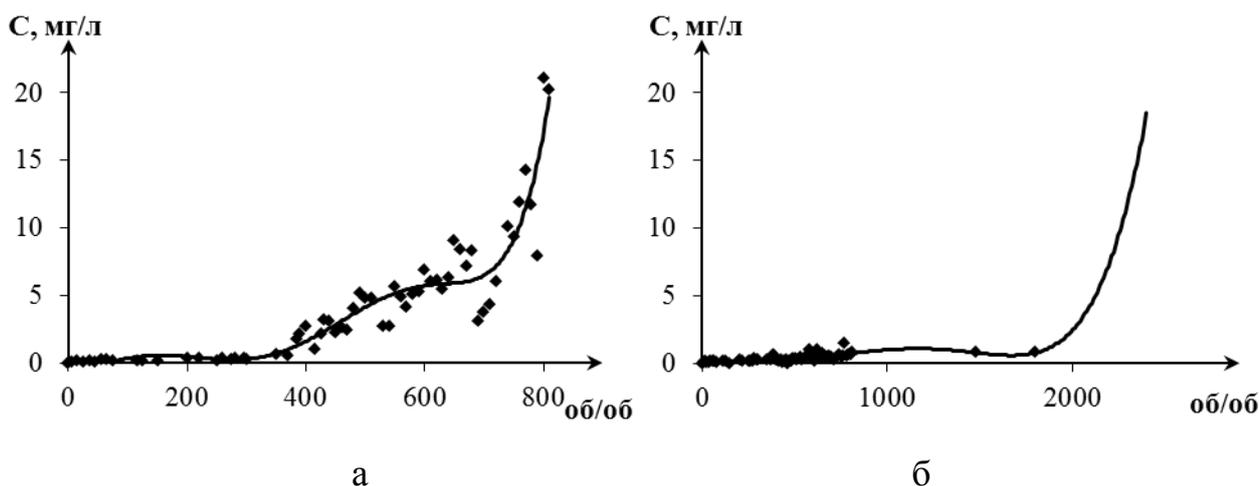


Рис. 1. Выходные кривые сорбции палладия из ренийсодержащих сернокисло-хлоридных растворов комплексообразующими ионитами:

а) Леватит TP 207, б) Леватит TP 214

Таблица 8

Динамические характеристики сорбции палладия ионитами Леватит TP 207 и Леватит TP 214 из ренийсодержащих сернокисло-хлоридных растворов

Металл	Число колоночных объемов до полного насыщения	ПДОЕ по металлу, моль/м ³
Комплексообразующий ионит Леватит TP 207		
Палладий	810	164,3
Рений	600	20,0
Комплексообразующий ионит Леватит TP 214		
Палладий	2000	469,8
Рений	625	46,7

Экспериментальные выходные кривые сорбции палладия комплексообразующими ионитами Леватит TP 207, TP 214 и Пьюролайт D 4384 сравнивали по номограмме с теоретическими выходными кривыми, рассчитанными для внешней и внутренней диффузии и линейного участка изотермы. Значения коэффициентов диффузии палладия приведены в табл. 9. Поскольку величина N находится в интервале от 1 до 100, то сорбция этими ионитами протекает в смешаннодиффузионной области.

Данные расчета кинетических коэффициентов диффузии

Скорость пропускания раствора w , $\text{см}^3/\text{ч}$	Коэффициент внешней диффузии β , с^{-1}	Коэффициент внутренней диффузии D , $\text{см}^2/\text{с}$	Оценка относительного вклада внешней и внутренней диффузии H
Леватит TP 207			
16,3	0,028	$1,2 \cdot 10^{-10}$	7,0
Леватит TP 214			
16,3	0,029	$6,5 \cdot 10^{-11}$	13,3
Пьюролайт D 4384			
15,4	0,022	$8,3 \cdot 10^{-11}$	7,8

Выходные кривые элюирования палладия и рения с ионитов Леватит представлены на рис. 2.

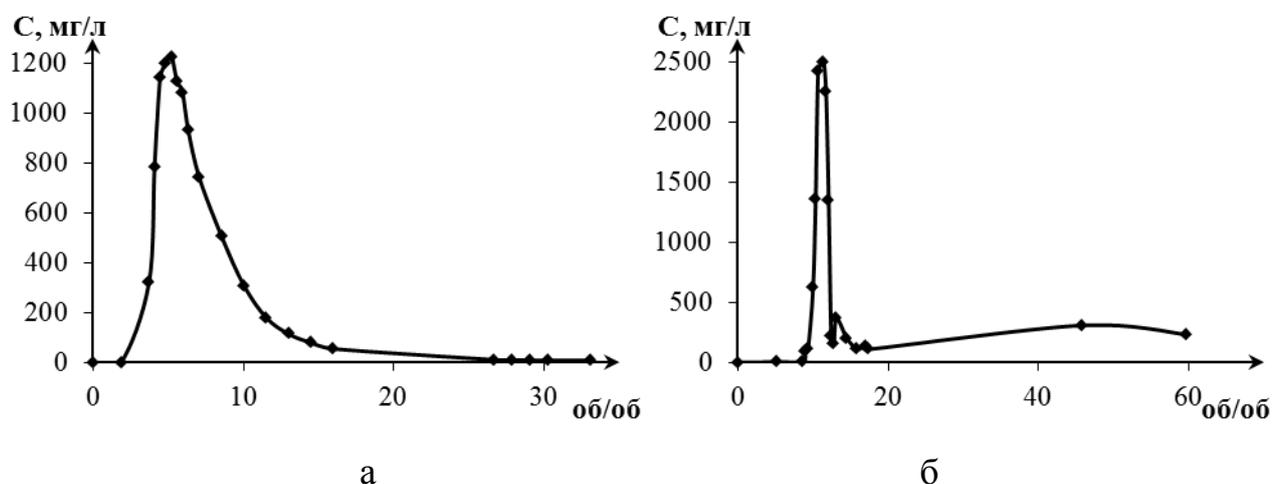


Рис. 2. Выходная кривая десорбции палладия: а) раствором соляной кислоты (4 моль/л) с ионита Леватит TP 207, б) раствором тиомочевины (60 г/л) в соляной кислоте (1 моль/л) с ионита Леватит TP 214.

Они имеют отчетливый пик (рис. 2) имеет, что позволяет при десорбции с ионита Леватит TP 207 (рис. 2а) получить элюат с концентрацией палладия 1,25 г/л при степени концентрирования за один цикл сорбции-десорбции 50, а при элюировании с ионита Леватит TP 214 (рис. 2б) – 2,5 г/л при степени 100.

Глава 6. Сорбционное извлечение палладия из ренийсодержащей промывной серной кислоты.

На основании полученных равновесных и динамических характеристик исследованных сорбентов разработаны способы:

- совместного извлечения палладия и рения из промывной серной кислоты с использованием углеродного сорбента УС-ПТФЭ или импрегната Пьюролайт D 4384 с последующим разделением на стадии десорбции;
- селективного извлечения палладия из сернокисло-хлоридных растворов после извлечения рения с использованием ионитов Леватит ТР 207 и ТР 214.

Проведены испытания сорбционного извлечения палладия углеродным сорбентом УС-ПТФЭ, имеющего наименьшую стоимость среди выбранных материалов, из реальных растворов промывной серной кислоты, образующейся при переработке медно-молибденовых руд (Республика Узбекистан). Методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой и методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой был определен состав промывной кислоты (промпродукта переработки медных руд Узбекистана) по основным и примесным компонентам. Содержание основных компонентов составило: серная кислота, 98,5 г/л; хлорид-ионы, 2 г/л; рений, 10–20 мг/л; палладий, 0,05–0,1 мг/л.

При извлечении палладия модифицированным углеродным сорбентом УС-ПТФЭ в статических условиях из раствора промывной серной кислоты, содержащей после корректировки концентрации 20,0 мг/л палладия и 12,5 мг/л рения, были получены следующие показатели: емкость сорбента по палладию и рению составила 7,6 и 6,9 мг/г, степень извлечения – 62 и 70 % соответственно. Осуществление десорбции рения аммиачным раствором (8 %) при соотношении фаз 1:60 (г : мл) позволило получить элюат, в который перешло 5 % палладия и 60 % рения. Палладий (95 %) остается на сорбенте, который после полной отработки его в сорбционно-десорбционном рениевом переделе (не менее 10 циклов), направляется на аффинаж. Сквозная степень извлечения палладия, рассчитанная по данным испытаний за один цикл сорбции-десорбции, составила 58,9 %.

Технико-экономическая оценка эффективности сорбционного извлечения палладия из ренийсодержащей промывной серной кислоты с использованием углеродного сорбента УС-ПТФЭ показала, что ожидаемый экономический эффект при условной производительности 10000 м³/год с учетом извлечения рения составляет 7,6 млн. руб. в год.

Выводы

1. Среди изученных активных углей (Китай) лучшими сорбционно-десорбционными характеристиками при извлечении палладия и рения из сернокисло-хлоридных растворов с концентрацией 100 г/л по серной кислоте обладает уголь АУ-1 (коэффициенты распределения рения и палладия составили 800 и 538 см³·г⁻¹, соответственно), использование которого позволяет разделить рений и палладий на стадии элюирования аммиачным раствором.

2. Рассчитаны коэффициенты распределения палладия и рения при сорбции модифицированным углеродным сорбентом УС-ПТФЭ (7114 см³·г⁻¹ и 829 см³·г⁻¹, соответственно). Коэффициент разделения β составил 8,6. Степень десорбции палладия аммиачным раствором (8 %) не превысила 8 %.

3. Изотермы сорбции палладия комплексообразующими ионитами Леватит ТР 207 и ТР 214 из сернокисло-хлоридного раствора линейны в интервале его равновесных концентраций $(0,1 \div 1,0) \cdot 10^{-2}$ ммоль/дм³ и описываются уравнением Генри с константой К (31465±3147) см³/г ($R^2 - 0,9022$) и (42563±2128) см³/г ($R^2 - 0,9664$), соответственно.

4. Изучена динамика сорбции палладия ионитами Леватит ТР 207 и ТР 214 из ренийсодержащих сернокисло-хлоридных растворов (100 г/л по серной кислоте). Полная динамическая обменная емкость по палладию этих ионитов составила 164,3 и 469,8 моль/м³, соответственно. Степень концентрирования палладия ионитом Леватит ТР 207 при элюировании раствором соляной кислоты (4 моль/л) достигла 50, а ионитом Леватит ТР 214 при элюировании раствором тиомочевины (60 г/л) в соляной кислоте (1 моль/л) – 100.

5. С использованием модели динамики для внешне- и внутридиффузионной кинетики и линейного участка изотермы определены

коэффициенты диффузии палладия при сорбции ионитами Леватит TP 207 и TP 214, а также Пьюролайт D 4384; относительный вклад внешней и внутренней диффузии H , находящийся в интервале от 1 до 100, свидетельствует о протекании сорбции этими ионитами в смешаннодиффузионной области.

6. Проведение испытаний сорбционного извлечения палладия углеродным сорбентом УС-ПТФЭ из растворов промывной серной кислоты, образующейся при переработке медно-молибденовых руд (Республика Узбекистан) показало, что сквозная степень извлечения палладия, рассчитанная по данным испытаний за один цикл сорбции-десорбции, составила 58,9 %.

Список работ, опубликованных автором по теме диссертации:

1. Трошкина И.Д., Кхаинг Зо Наинг, Ушанова О.Н., Вей Пью, Абдусаломов А.А. Извлечение рения из сернокислых растворов активными углями // Журнал прикладной химии. 2006. Т. 79. Вып. 9. С. 1435-1438.
2. Абдусаломов А.А., Трошкина И.Д., Демин Ю.В., Чекмарев А.М. Сорбция рения из сернокислых молибденсодержащих растворов // Сорбционные и хроматографические процессы. 2006. Т. 6. Вып. 6. Ч. 1. С. 893-898.
3. Трошкина И.Д., Сербин А.М., Кхаинг Зо Наинг, Абдусаломов А.А., Ушанова О.Н., Демин Ю.В., Чекмарев А.М. Сорбционное извлечение рения из сернокислых растворов аминсодержащими импрегнатами // Сорбционные и хроматографические процессы. 2006. Т. 6. Вып. 6. Ч. 2. С. 1022-1027.
4. Абдусаломов А.А., Кхаинг Зо Наинг, Трошкина И.Д. Сорбция рения при комплексной переработке медных руд // Научная сессия МИФИ–2006: Сб. научных трудов. Москва: МИФИ. 2006. Т. 9. С. 56.
5. Трошкина И.Д., Сербин А.М., Кхаинг Зо Наинг, Абдусаломов А.А., Ушанова О.Н., Демин Ю.В., Чекмарев А.М. Сорбционное извлечение рения из сернокислых растворов аминсодержащими импрегнатами // Теоретические аспекты использования сорбционных и хроматографических процессов в металлургии и химической технологии: Тез. докл. Международн. конф., 31 октября – 2 ноября 2006 г. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2006. С. 71.

6. Абдусаломов А.А., Трошкина И.Д., Демин Ю.В., Чекмарев А.М. Сорбция рения из сернокислых молибденсодержащих растворов // Теоретические аспекты использования сорбционных и хроматографических процессов в металлургии и химической технологии: Тез. докл. Международн. конф., 31 октября – 2 ноября 2006 г. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2006. С. 74–75.
7. Abdusalomov A.A., Troshkina I.D., Chekmarev A.M., Ismailov N.P. Sorption of palladium from the rhenium containing sulphuric acid solution // 7th International Symposium on Technetium and Rhenium – Science and Utilization. Book of Abstracts. July 4-8, 2011, Moscow, Russia (Eds K.E. German et al.). Moscow: Publishing House GRANITSA. 2011. P. 122.
8. Абдусаломов А.А. Сорбция палладия ионитом Леватит ТР 207 из сернокислых растворов // VIII Российск. ежегодная конф. молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов». Сб. материалов. М.: ИМЕТ РАН. 2011. С. 492.
9. Abdusalomov A.A., Troshkina I.D., Chekmarev A.M., Ismailov N.P. Sorption of palladium from the rhenium containing sulphuric acid solution // 7th International Symposium on Technetium and Rhenium – Science and Utilization. Book of Proceedings. July 4-8, 2011, Moscow, Russia (Eds. K.E. German et al.). Moscow: Publishing House GRANITSA. 2011. P. 281-284.
10. Абдусаломов А.А., Трошкина И.Д. Динамика сорбции палладия(II) комплексообразующими ионитами из сернокисло-хлоридных растворов // IV Всероссийск. конф. по хим. технологии. Сб. тез. докл. М., 2012. Т. 5. С. 231-233.
11. Абдусаломов А.А., Трошкина И.Д. Сорбционное извлечение палладия из сернокислых растворов активными углями // Успехи в химии и химической технологии. Сб. научн. тр. М.: РХТУ им. Д.И. Менделеева. 2012. Т. XXVI. № 6(135). С. 123-125.
12. Абдусаломов А.А. Сорбция палладия активными углями из ренийсодержащих сульфатно-хлоридных растворов // IX Российск. ежегодная конф. молодых научн. сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов». Сб. материалов. М.: ИМЕТ РАН. 2012. С. 410.

Подписано в печать 14.11.2013 г.

Заказ №124 Объем 1,0 п.л. Тираж 100 экз.

Издательский центр РХТУ им. Д.И. Менделеева
125047 Москва, Миусская пл. 9