

Е. Г. БОЧЕВСКАЯ^{1*}, З. С. АБИШЕВА¹, А. Н. ЗАГОРОДНЯЯ¹, Т. Н. АЙТКАЛИЕВ²,
Ж. Ж. ЖУМАБЕКОВ², Э. А. САРГЕЛОВА¹

¹АО «Центр наук о Земле, металлургии и обогащения», Алматы, *elena_bochevskaya@mail.ru

²РГП «Жезказганредмет», Жезказган

ОСАЖДЕНИЕ ОСМИИ И РЕНИЯ ИЗ СТОЧНЫХ ВОД МЕДНОГО ПРОИЗВОДСТВА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РАЗЛИЧНЫХ РЕАГЕНТОВ - ОСАДИТЕЛЕЙ¹

В статье представлены результаты экспериментов по выбору оптимальных условий максимального осаждения осмия и рения из сточных вод. Изучено влияние концентрации, продолжительности и температуры на процесс осаждения Os и Re различными реагентами – тиосульфатом и сульфидом натрия. Выявлено, что основным фактором, влияющим на степень извлечения осмия и рения в осадок при оптимальном количестве добавляемых реагентов, является температура. Изучен вещественный состав осадков, выделенных из сточных вод медного производства тиосульфатом и сульфидом натрия. Установлено, что оба реагента коллективно осаждают осмий и рений из растворов при выбранных оптимальных условиях: добавление тиосульфата натрия из расчета получения его концентрации в растворе 2,0 г/дм³ или сульфида натрия - 3,0 г/дм³, температура – 90 °С, продолжительность перемешивания - 2 ч. Степень извлечения осмия составляет ~ 80, рения ~ 60 %.

Ключевые слова: сточные воды, осаждение, осмий, рений, извлечение, осадок.

Введение. Осадительные способы концентрирования и выделения осмия и рения используются в гидрометаллургическом производстве для извлечения металлов из растворов [1-3]. Осадить вещества из растворов можно тремя различными способами: вытеснением, изменением водородного показателя (концентрации ионов водорода) или путем образования нерастворимых соединений [4].

В настоящей работе приведены результаты исследований по влиянию физико-химических параметров на осаждение осмия и рения из сточных вод медного производства тиосульфатом и сульфидом натрия.

Экспериментальная часть. Объект исследований - сточные воды медного производства.

Реагенты: тиосульфат натрия 5-водный квалификации «чда», ГОСТ 27068-86; сульфид натрия 9-водный квалификации «хч», ТУ 6-09-01-313-75.

Методика проведения эксперимента. Опыты проводили в герметичной термостатированной ячейке, снабженной обратным холодильником и механической мешалкой «OST basic», обеспечивающей фиксированное число оборотов - 900 об/мин. Раствор в ячейке нагревали до заданной температуры. Объем исследуемого раствора 0,2 дм³. Затем в горячий раствор приливали рассчитанный объем раствора реагента - осадителя. Всю систему перемешивали в течение 2 ч, за исключением опытов по влиянию продолжительности на процесс осаждения металлов. Далее пульпу фильтровали и анализировали полученный фильтрат на содержание осмия и рения.

Осаждение металлов проводили предварительно подготовленными растворами тиосульфата

или сульфида натрия с концентрацией 200 г/дм³. В связи с тем, что соли на свету разлагаются, на каждый опыт по осаждению готовили свежий раствор.

Методы анализа. Концентрацию осмия в растворах определяли спектрофотометрически по методике [5], рения - колориметрированием [6].

Осадки, полученные при выбранных оптимальных условиях, анализировали атомно-эмиссионным полуколичественным спектральным, рентгенофазовым и ИКС методами анализа.

Рентгенофазовый анализ производился на аппаратах «Дрон-4» и D8 Advance «Bruker» с кобальтовым анодом. Расшифровку дифрактограмм и расчет межплоскостных расстояний проводили с помощью программного обеспечения EVA. Расшифровка проб и поиск фаз - по программе «Search/match» с использованием базы данных карточек ASTM. Идентификация соединений по публикациям [7-9].

Инфракрасные спектры поглощения снимали на ИК-Фурье спектрометре «Avatar 370» в спектральном диапазоне 4000 – 250 см⁻¹ от препаратов в виде суспензии из материала пробы и вазелинового масла в окнах KRS-5. Приставка для эксперимента «Transmission E.S.P.».

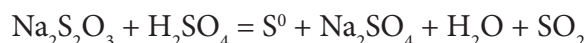
Результаты и их обсуждение. Влияние физико-химических факторов на осаждение Os и Re из сточных вод тиосульфатом натрия Na₂S₂O₃. Изучено влияние концентрации Na₂S₂O₃ в исходном растворе, продолжительности и температуры на осаждение Re и Os из сточных вод, содержащих 49,0 г/дм³ H₂SO₄, 0,3 Re и 0,35 Os мг/дм³. Результаты экспериментов представлены в таблице 1.

¹ В работе принимали участие Г.С. Рузахунова, И.А. Сапуков, Л.У. Аманжолова (АО «ЦНЗМО»)

Таблица 1 - Влияние различных параметров на концентрацию и извлечение в осадок Os и Re в процессе их осаждения $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Параметр	Концентрация в фильтрате, мг/дм ³		Извлечение в осадок, %	
	Os	Re	Os	Re
Влияние концентрации $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в растворе, г/дм³ (температура - 90 °С; время – 2 ч)				
1,0	0,070	0,30	80,11	3,55
1,5	0,041	0,30	86,70	4,00
2,0	0,060	0,13	80,40	57,97
2,5	0,048	0,13	86,83	59,17
3,0	0,054	0,14	82,53	54,92
5,0	0,062	0,13	82,36	56,67
Влияние продолжительности, ч (температура – 90 °С; концентрация в растворе $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ после его введения - 2,0 г/дм³)				
0,5	0,127	0,26	65,11	16,80
1,0	0,098	0,30	73,01	17,98
1,5	0,101	0,25	72,06	19,17
2,0	0,070	0,15	80,91	49,50
3,0	0,087	0,15	75,93	50,00
4,0	0,110	0,15	69,72	51,20
5,0	0,103	0,15	73,40	51,50
Влияние температуры, °С (концентрация в растворе $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ после его введения-2,0 г/дм³; время-2 ч)				
25	0,168	0,29	52,00	3,33
40	0,192	0,28	45,14	6,67
60	0,204	0,26	42,01	13,33
80	0,168	0,25	52,48	16,67
90	0,070	0,15	80,91	50,00

Влияние концентрации $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ изучали на примере растворов, содержащих, г/дм³: 1,0, 1,5, 2,0, 2,5, 3,0, 5,0 при температуре 90 °С в течение 2 ч. При добавлении $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в раствор визуально через несколько минут фиксировали резкое помутнение последнего, и изменение во времени его цвета - от светло-желтого к практически черному. После продолжительного перемешивания раствор становился прозрачным. Это можно объяснить началом формирования осадка и его укрупнением. Осаждение сопровождалось характерным запахом диоксида серы, что объясняется разложением $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в кислой среде по реакции Вакенродера²:



Как видно из таблицы 1, увеличение концентрации $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ от 1,0 до 5,0 г/дм³ практически не влияет на извлечение Os в осадок, оно меняется от 80,11 до 86,83 %. На извлечение рения в осадок увеличение концентрации $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ от 1,0 до 1,5 г/дм³ тоже не влияет, в среднем он переходит в него на 4 %, то есть практически весь Re остается в растворе. С дальнейшим ростом концентрации тиосульфата натрия в растворе от 2,0 до 5,0 г/дм³ извлечение рения в осадок не меняется и остается на уровне ~

60 %. В дальнейших экспериментах с целью коллективного извлечения металлов тиосульфат натрия вводили в раствор из расчета получения концентрации в нем 2,0 г/дм³.

Влияние продолжительности процесса (0,5, 1,0, 1,5, 2,0, 3,0, 4,0, 5,0 ч) практически не оказывает действия на степень извлечения осмия в осадок (таблица 1). В то время как переход рения в осадок увеличивается, и, начиная от 2 до 5 ч, держится на уровне ~ 50 %.

Увеличение температуры от 25 до 90 °С способствует переходу осмия в осадок от 52,0 до 80,90 % (таблица 1). Ощутимое влияние температуры на извлечение рения становится заметным при ее повышении до 90 °С, о чем свидетельствует изменение его концентраций от 0,3 до 0,15 мг/дм³. При росте температуры от 25 до 60 °С концентрация рения меняется незначительно.

Проведенные исследования позволили выбрать оптимальные условия коллективного осаждения металлов из сточных вод медного производства: введение $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ из расчета получения концентрации 2,0 г/дм³, температура – 90 °С, продолжительность - 2 ч.

Влияние физико-химических факторов на осаждение Os и Re из сточных вод сульфидом

Волынский Н.П. Тиосерная кислота. Политионаты. Реакция Вакенродера. - М.: Наука, 1971. – 100 с.

Таблица 2 - Влияние различных параметров на концентрацию и извлечение в осадок Os и Re в процессе их осаждения Na₂S

Параметр	Концентрация в фильтрате, мг/дм ³		Извлечение в осадок, %	
	Os	Re	Os	Re
Влияние концентрации Na₂S в растворе, г/дм³ (температура - 90 °С; время – 2 ч)				
1,0	0,053	0,12	79,51	60,00
3,0	0,048	0,11	81,48	63,33
3,5	0,057	0,11	76,24	63,33
4,0	0,050	0,12	80,04	60,00
4,5	0,048	0,11	80,80	63,33
5,0	0,060	0,11	75,88	63,33
5,5	0,050	0,11	79,54	63,33
6,0	0,055	0,12	77,59	60,00
9,0	0,065	0,12	73,95	60,00
12,0	0,043	0,12	81,51	60,00
15,0	0,062	0,11	72,92	63,33
Влияние продолжительности, ч (температура – 90 °С; концентрация в растворе Na₂S после его введения - 3,0 г/дм³)				
0,5	0,094	0,12	60,83	60,00
1,0	0,086	0,11	64,17	63,33
1,5	0,067	0,11	72,08	63,33
2,0	0,058	0,10	75,83	66,67
3,0	0,048	0,15	80,00	50,00
4,0	0,050	0,14	79,17	53,33
5,0	0,050	0,12	79,13	60,00
Влияние температуры, °С (концентрация в растворе Na₂S после его введения - 3,0 г/дм³; время – 2 ч)				
25	0,151	0,11	38,61	63,33
40	0,158	0,13	35,37	56,67
60	0,122	0,11	50,55	63,33
80	0,101	0,12	59,28	60,00
90	0,048	0,12	81,48	60,00

натрия Na₂S. Эта серия опытов проведена на растворах, содержащих H₂SO₄ 46,6 г/дм³, Re 0,3 и Os 0,24 мг/дм³. Изучено влияние концентрации Na₂S в исходном растворе, продолжительности и температуры на осаждение Re и Os. Результаты исследований представлены в таблице 2.

Влияние концентрации изучали на растворах, содержащих от 1,0 до 15,0 г/дм³ Na₂S, при 90 °С в течение 2 ч. При добавлении этого реагента в сточные воды помутнения не наблюдалось, но окраска его со временем изменялась до темно-коричневой. После продолжительного перемешивания выделяется осадок черного цвета, раствор становится прозрачным. Осаждение сопровождалось выделением сероводорода.

Как видно из таблицы 2, металлы осаждаются коллективно. Причем увеличение концентрации сульфида натрия в изучаемом диапазоне практически не сказывается на их извлечении из раствора. Но осмий осаждается ~ на 80 %, рений – на 60 %. Разброс численных значений металлов – следствие точности методик их определения. В дальнейших экспериментах сульфид натрия вводили в раствор из расчета получения концентрации в нем 3,0 г/дм³.

Продолжительность перемешивания изучали в диапазоне 0,5 - 5,0 ч. Из таблицы 2 видно, что увеличение продолжительности от 0,5 до 2 ч приводит к возрастанию осаждения осмия, но незначительно, а по истечении 2 ч – не влияет. Степень извлечения

осмия в осадок 75 - 80 %. Однако этот фактор в изученных пределах не влияет на осаждение рения: степень его извлечения в среднем составила ~ 60 %. Учитывая сказанное, в дальнейших экспериментах перемешивание растворов осуществляли в течение 2 ч.

Как видно из таблицы 2, температура оказывает разное влияние на осаждение металлов, так ее увеличение приводит к повышению осаждения Os от 38,61 до 81,48 %, но не влияет на осаждение рения (60 %).

На основании экспериментальных данных определены оптимальные условия осаждения осмия и рения из сточных вод: введение Na₂S из расчета получения концентрации 3,0 г/дм³, температура – 90 °С, продолжительность перемешивания - 2 ч.

Изучение вещественного состава осадков, выделенных из сточных вод медного производства тиосульфатом и сульфидом натрия. Осадки, полученные при выбранных оптимальных условиях - черного цвета, тонкодисперсные, рассыпчатые. При длительном хранении на воздухе становятся влажными (гигроскопичны). Осадки изучены атомно-эмиссионным полуквантитативным спектральным, рентгенофазовым и ИКС методами анализа.

Как видно из таблицы 3, осадки отличаются содержанием рения: в первом - ≥0,03, во втором – ~0,01 % (масс.), т.е. рения в три раза меньше. Линии Os_I⁹ 2909,06 и Os_I⁹ 3058,66 перекрываются линиями

Таблица 3 – Результаты атомно-эмиссионного полуколичественного спектрального анализа осадков, полученных из сточных вод медного производства

Вид	Содержание, % (масс.)										
	Re	Cu	Hg	As	Cd	Sn	Zn	Fe	Bi	Mg	Pb
Атомно-эмиссионный полуколичественный спектральный метод											
Осадок 1*	≥0,03	++	>0,01	+	≥0,03	нет	~0,1	≤1,0	~1,0	>0,1	≥1,0
Осадок 2**	~0,01	++	не обн.	+	≥0,03	≥0,01	>0,1	≤0,3	≤0,003	>0,003	≥0,3
Содержание, % (масс.)											
	Si	Cr	Na	Mn	Ni	Ti	Ca	Sb	Ag	Al	
Осадок 1	>0,3	~0,01	≤1,0	≤0,003	~0,01	~0,03	нет	≥0,3	≥0,001	~0,3	
Осадок 2	нет	нет	≤1,0	>0,001	нет	нет	~0,01	≥0,3	нет	нет	
Примечания: 1 - * осадок, полученный осаждением из сточных вод тиосульфатом натрия, 2 - ** осадок, полученный осаждением из сточных вод сульфидом натрия, 3 - + много, 4 - ++ очень много.											

рения, поэтому содержание осмия не определено. В обоих осадках, как видно из таблицы 3, содержится очень много меди и мышьяка, по $\geq 0,03$ Cd, 0,1 Zn, 1,0 Na, 0,3 Sb. В осадке 2 в отличие от осадка 1 не обнаружены: ртуть, кремний, хром, никель, титан, серебро и алюминий, но содержится по 0,001 % галлия и ванадия. В осадке 1 отсутствует олово, кальций, но есть серебро и алюминий.

Различный качественный состав обоих осадков обусловлен использованием различных реагентов – осадителей, в результате чего осаждаются разные соединения элементов; количественное содержание элементов – выходом осадка.

Рентгенофазовый анализ. Расшифровка дифрактограмм, снятых на приборе Дрон-4, показала, что в осадках в основном содержатся As_2O_3 , $CuSO_4 \cdot 3H_2O$, $CuSO_4 \cdot H_2O$; в незначительных количествах – Cu_3AsS_4 , S, $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, $FeSO_4 \cdot H_2O$, CuS и PbS. Идентифицировать соединения осмия в них не представилось возможным из-за низкого содержания металла. Очевидно, и соединения рения, присутствующие в осадке, также рентгеноаморфны.

Расшифровка дифрактограмм, снятых на приборе D8 Advance (Bruker) с кобальтовым анодом, показала, что наряду с вышеперечисленными фазами в осадках содержатся сульфиды рения и осмия – ReS_2 , Re_2S_7 и OsS_2 .

ИК-спектроскопический анализ. В ИК-спектрах осадков обнаружены группы SO_4^{2-} (1191, 1121, 1068, 677, 627 и 593 cm^{-1}) и HSO_4^- (1191, 1068, 1015, 867 cm^{-1}) [7, 10, 11], соединения As_2O_3 (804, 481 и 346 cm^{-1}) [12], Cu_2O – (627 cm^{-1}) [13], α - $FeSO_4$, $Fe_2(SO_4)_3 \cdot 9H_2O$ и $Fe_2SO_4(OH) \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$ (1191, 1121, 1068, 1015, 670, 627, 481 cm^{-1}) [14]. Присутствуют комплексы типа M- OSO_3 (1174, 1090, 1021, 628 и 462 cm^{-1}) [7]. Соединения осмия не идентифицируются вследствие их малых содержаний.

Полосы в длинноволновой области спектра при волновых числах 323 и 299 cm^{-1} попадают в диапазон проявления связей Me-O и Me-S. Из

публикации [15] известно, что в неорганических соединениях одинарная связь Re – S имеет длину 0,23 - 0,24 нм, в спектре пробы связи такой длины соответствует интенсивная полоса с максимумом при волновом числе 319 cm^{-1} . Однако отсутствие эталонов (сульфидов рения и осмия) не позволяет однозначно произвести идентификацию. Полосы воды $\nu(OH)$ –3453 cm^{-1} и $\delta(HOH)$ –1616 cm^{-1} .

Кроме группировок неорганических соединений присутствуют группировки алифатических углеводородов CH_2 (полосы валентных колебаний (ν)- 2923, 2853 cm^{-1} , деформационных (δ) - 1457, 1375 cm^{-1} [8]. Наличие органических веществ в осадках объясняется тем, что в сточных водах медного производства после экстракционного извлечения рения концентрация водорастворимых органических веществ (первичных и вторичных аминов, которые содержатся в промышленном экстрагенте) составляет ~ 24 мл/дм³.

Выводы. Выявлено, что основным фактором, влияющим на степень извлечения осмия и рения в осадок при оптимальном количестве добавляемых реагентов, является температура. В присутствии тиосульфата натрия увеличение температуры до 90 °C способствует переходу осмия в осадок ~ на 81, рения ~ 50 %. В присутствии сульфида натрия температура оказывает разное влияние на осаждение металлов, так ее увеличение приводит к повышению степени извлечения Os от 39 до 81 %, но не влияет на осаждение рения ~ 60 %.

Установлено, что в осадках, выделенных из сточных вод тиосульфатом и сульфидом натрия, основными фазами являются As_2O_3 , $CuSO_4 \cdot 3H_2O$, $CuSO_4 \cdot H_2O$; в незначительных количествах содержатся Cu_3AsS_4 , S, $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, $FeSO_4 \cdot H_2O$, CuS и PbS. Кроме того присутствуют сульфиды рения и осмия – ReS_2 , Re_2S_7 и OsS_2 .

Показано, что при выбранных оптимальных условиях оба реагента коллективно осаждают металлы: введение $Na_2S_2O_3$ из расчета получения

его концентрации в растворе 2,0 г/дм³ или Na₂S - 3,0 г/дм³, температура – 90 °С, продолжительность перемешивания - 2 ч. Степень извлечения осмия составляет ~ 80, рения ~ 60 %.

В настоящее время сульфид натрия отнесен к ядам, поэтому его использование в промышленном масштабе будет проблематичным. В связи с этим на практике целесообразно использовать тиосульфат натрия.

ЛИТЕРАТУРА

- 1 Синицын Н.М., Кунаев А.М., Пономарева Е.И., Боднар Н.М., Абишева З.С., Зайцев В.П. *Металлургия осмия* – Алма-Ата: Казахстан, 1981. – 187 с.
- 2 Кузнецова Г.В., Андреев П.П., Середина М.И., Невский В.Н. Извлечение ценных компонентов из промывной серной кислоты // *Цветная металлургия*. – 1989. - № 11. – С. 65 – 67.
- 3 Редкие и рассеянные элементы: Химия и технология: кн. 3. Учебник для вузов. /Под ред. Коровина С. С. - М.: МИСИС, 2003. - 440 с.
- 4 Энциклопедический словарь юного химика – М., 1990. – С. 176 – 177.
- 5 Гинзбург С.И., Езерская Н.А., Прокофьева И.В., Федоренко Н.В., Шленская В.И., Бельский Н.К. Аналитическая химия платиновых металлов. Сер. аналит. хим. элементов. - М., 1972. – 616 с.
- 6 Сертифицированные методики РГП «Жезказганредмет». 2010, 50 с.
- 7 Накомото К. Инфракрасные спектры неорганических и координационных соединений. – М: Мир, 1966. – 411 с.
- 8 Сильверстейн Р., Басслер Г., Морил Т. Спектрометрическая идентификация органических соединений. – М: Мир, 1977. – 590 с.
- 9 Powder Diffraction File. Search Manual. Hanawalt Method. Inorganic. 1987. International center for diffraction data.
- 10 Большаков Г.Ф., Глебовская Е.А., Каплан З.Г. Инфракрасные спектры и рентгенограммы гетероорганических соединений. Л.: Химия, 1967
- 11 Казицина Л.А., Куплетская Н.Б. Применение УФ-, ИК- и ЯМР-спектроскопии в органической химии. - М.: Высшая школа, 1971. – 264 с.
- 12 Эталоны лаборатории физических методов анализа (ЛФМА) АО «ЦНЗМО». 2010, 400 с.
- 13 Поваренных А.С. Кристаллохимия и колебательные спектры минералов. - Киев, 1980.

14 Farmer V.C. *The infrared Spectra of Minerals*. London, 1974 - 539 p.

15 Порай-Кошиц М.А., Атовмян Л.А. Кристаллохимия и стехиометрия координационных соединений молибдена. – М.: Наука, 1974 – 232 с.

REFERENCES

- 1 Sinitsyn N.M., Kunaev A.M., Ponomareva Ye.I., Bodnar' N.M. Pichkov V.N., Abisheva Z.S., Zajtsev V.P. *Metallurgiya osmiya*. Alma-Ata: Nauka, **1981**, 183 (in Russ.).
- 2 Kuznetsova G. V., Andreev P. P., Sereda M.I., Nevskiy V.N. *Tsvetnaya metallurgiya*. **1989**. 11. 65–67 (in Russ.).
- 3 Redkie i rasseyannye elementy: *Khimiya i tehnologiya: kn. 3. Uchebnik dlya vuzov*. /Pod red. Korovina S.S. - M.: MISIS. **2003**, 440 (in Russ.).
- 4 *Ehnciklopedicheskiy slovar' yunogo khimika*. M., **1990**. 176–177 (in Russ.).
- 5 Ginzburg S.I., Ezerskaya N.A., Prokof'eva I.V., Fedorenko N.V., Shlenskaya V.I., Bel'skiy N.K. *Analiticheskaya khimiya platinovykh metallov. Ser. analit. khim. ehlementov*. M. **1972**. 616 (in Russ.).
- 6 *Sertifitsirovannyye metodiki RGP «Zhezkazganredmet»*, **2010**, 50 p. (in Russ.).
- 7 Nakomoto K. *Infrakrasnyye spektry neorganicheskikh i koordinatsionnykh soedinenij*. M: Mir, **1966**, 411 (in Russ.).
- 8 Sil'verstejn R., Bassler G., Moril T. *Spektrometricheskaya identifikatsiya organicheskikh soedinenij*. M: Mir, **1977**, 590 (in Russ.).
- 9 *Powder Diffraction File. Search Manual. Hanawalt Method. Inorganic*. **1987**. International center for diffraction data (in Eng.).
- 10 Bol'shakov G.F., Glebovskaya E.A., Kaplan Z.G. *Infrakrasnyye spektry i rentgenogrammy geteroorganicheskikh soedinenij*. L.: Khimiya, **1967**. 345 (in Russ.).
- 11 Kazitsina L.A., Kupletskaya N.B. *Primenenie UF-, IK- i YaMR-spektroskopii v organicheskoy khimii*. M.: Vysshaya shkola, **1971**, 264 (in Russ.).
- 12 *Ehtalony laboratorii fizicheskikh metodov analiza (LFMA) AO «CNZMO»*, **2010**, 400 p. (in Russ.).
- 13 Povarennykh A.S. *Kristallokhimiya i kolebatel'nye spektry mineralov*. Kiev, **1980** (in Russ.).
- 14 Farmer V.C. *The infrared Spectra of Minerals*. London, **1974**, 539 (in Eng.).
- 15 Poraj-Koshits M.A., Atovmyan L.A. *Kristallokhimiya i stehiometriya koordinatsionnykh soedinenij molibdena*. M.: Nauka, **1974**, 232 (in Russ.).

Түйіндеме

Мақалада ағын сулардан осмий мен ренийді максимальды бөліп алудың тиімді шарттары келтірілген. Тиосульфат және натрий сульфиді – тұндыру реагенттері арқылы осмий және ренийді бөліп алу процесіне температураның, уақыттың, концентрацияның әсер етуі қарастырылды. Осмий және ренийдің реагенттерді белгілі мөлшерде қосу арқылы тұндырындыға бөлінуіне ең маңызды фактор – температура екені анықталды. Тиосульфат және натрий сульфиді қосылған мыс өндірісінің қалдық суларынан бөлінген тұндырындының заттық құрамы зерттелді. Таңдалған тиімді шарттарда ерітінділерден осмий және ренийді екі реагенттің бірге тұндыратыны анықталды. Есеп бойынша натрий тиосульфатының ерітіндідегі концентрациясы 2,0 г/дм³ немесе натрий сульфидінің концентрациясы – 3,0 г/дм³, температура – 90 °С, араластыру ұзақтығы – 2 сағат екендігі таңдалған тиімді шарттарда ерітіндіден рений мен осмийді бірге тұндыратыны анықталды. Осмийдің бөліп алу дәрежесі ~ 80, рений ~ 60 %.

Түйін сөздер: ағын сулар, тұндыру, осмий, рений, бөліп алу, тұндырынды.

Summary

The results of the investigation on choose of optimal conditions for maximum precipitation of osmium and rhenium from wastewater were represented in the paper. Effects of reagents concentration, process duration and temperature at precipitation of osmium and rhenium from original solution by reagent – precipitants: sodium thiosulfate and sodium sulfide were investigated. It was established, that temperature is the main factor, which influences on recovery of osmium and rhenium into precipitate at the optimal amounts of added reagents. The substantial composition of precipitates, isolated from wastewater of copper production by sodium thiosulfate and sodium sulfide, were studied. It was found that both reagents precipitate osmium and rhenium collectively from solutions at selected optimal conditions: addition of sodium thiosulfate in amounts calculated for getting its concentration in solution 2.0 g/dm³ or sodium sulfide – 3.0 g/dm³, duration of stirring - 2 h, temperature – 90 °C. Recovery of osmium is 80, rhenium is 60 %.

Keywords: wastewater, deposition, osmium, rhenium, recovery, precipitator

Поступила 20.02.2014 г.

УДК 669.4.04.003.18 (47)

Комплексное использование
минерального сырья. №1.2014.

Б.И. ДИХАНБАЕВ

Казахский агротехнический университет им. С.Сейфуллина, Астана, otrar_kz@yahoo.com

ИНТЕНСИВНОЕ ЭНЕРГОСБЕРЕЖЕНИЕ ПРИ ПЕРЕРАБОТКЕ СУЛЬФИДНЫХ СВИНЦОВЫХ КОНЦЕНТРАТОВ

Разработана новая система переработки сульфидного свинцового концентрата, включающая восстановление железа и возгонку цинка из отвальных шлаков сажеводородистой смесью (СВС) в реакторе инверсии фаз, вытеснение свинца в черновой металл из его сульфидов металлическим железом в автогенном режиме во вращающемся миксере. Предложено регенеративное использование тепловых отходов системы, нейтрализация SO₂ – содержащих газов реагентами, получаемыми внутри системы (ZnO, Fe). Реализация новой системы сократит удельный расход топлива в 3-4 раза, увеличит коэффициент использования материальных отходов в 2,5-3 раза по сравнению с традиционной системой переработки концентратов. Отходы ценных компонентов шлака (Pb, Zn, Cu, Fe) в среднем сократятся в 3 раза, использование энергии сульфидной серы повысится в 8 раз, перевод силикатной части в полезный продукт - в 6,7 раза. Ликвидируется расход технологического кислорода, коксовой мелочи и дефицитного дорогостоящего кокса.

Ключевые слова: реактор инверсии фаз, цинк, свинец, железо, отвальные шлаки, автогенный режим, тепловые отходы, сажеводородистая смесь

Введение. Вторая половина XX столетия для цветной металлургии СССР была ознаменована крупнейшими достижениями мирового масштаба в области создания процессов и агрегатов для комплексной переработки сложного металлургического сырья. Были внедрены в практику процессы факельно-циклонной, взвешенной плавки, плавка в жидкой ванне, кипящего слоя твердых частиц и другие прогрессивные технологические процессы, которые были ориентированы на переработку богатого рудного сырья.

Однако, интенсивная эксплуатация природных ресурсов человечеством приводит к катастрофическому их истощению и вынуждает к поиску новых, более совершенных технических решений и средств по безотходной переработке некондиционного, трудновскрываемого минерального и вторичного сырья.

Предложен новый способ - «слой расплава с

инверсией фаз». В отличие от технологии кипящего слоя расплава, которая работает в режиме слоя идеального смешения, слой инверсии фаз является комбинацией режимов идеального смешения и идеального вытеснения. На базе данного способа авторами создан и испытан плавильно-восстановительный агрегат «реактор инверсии фаз - трубчатая печь».

Результаты работы и их обсуждение. На основе нового способа научного познания - метода предельного энергосбережения - [1, 2] разработана тепловая схема безотходной и экологически чистой переработки сульфидных свинцовых концентратов путем прямого получения свинца из концентратов. Для расчета тепловой схемы принят следующий химический состав исходного сырья и получаемых продуктов, масс. %:

- свинцовый концентрат: Pb (45-50), Zn (4-14), Cu (до 3), S (15-20), Fe (4-15), CaO (2-10);