

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Некоммерческое акционерное общество «Казакский национальный исследовательский
технический университет имени К.И. Сатпаева»

Горно-металлургический институт им. О.А. Байконурова

УДК 669.243.8:542.61(043)

На правах рукописи

Зейлгабиденова Дина Мурсалкызы


МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

На соискание академической степени магистра

Название диссертации Изучение экстракции никеля из модельных растворов
смесями трибутилфосфата и фенолсодержащих реагентов

Направление подготовки 7M07204 – Metallургия и обогащение полезных
ископаемых


Научный руководитель
канд. техн. наук


Усольцева Г.А.
« 14 » 06 2023 г.

Рецензент
д-р техн. наук



Квятковский С.А.
« 14 » 06 2023 г.

Нормоконтроль
канд. техн. наук


Коныратбекова С.С.
« 14 » 06 2023 г.

ДОПУЩЕН К ЗАЩИТЕ
НАО «КазНТУ им.К.И.Сатпаева»
Горно-металлургический институт
им. О.А. Байконурова

ДОПУЩЕН К ЗАЩИТЕ
Заведующая кафедрой МПТиТСМ
доктор PhD, канд. техн. наук,
ассоц. профессор


Чепуштанова Т.А.
« 14 » 06 2023 г.

Алматы 2023

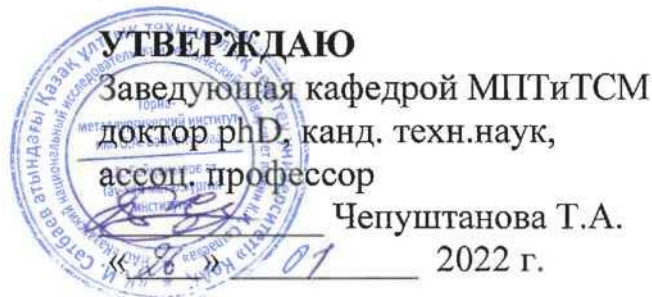
МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ
КАЗАХСТАН

Некоммерческое акционерное общество «Казахский национальный
исследовательский технический университет имени К.И. Сатпаева»

Горно-металлургический институт им. О.А. Байконурова

Кафедра «Металлургические процессы, теплотехника и технология
специальных материалов»

7M07204 – Metallurgy and enrichment of useful minerals



ЗАДАНИЕ
на выполнение магистерской диссертации

Магистранту *Зейлгабиденовой Дине Мурсалкызы*

Тема: *Изучение экстракции никеля из модельных растворов смесями трибутилфосфата и фенолсодержащих реагентов*

Утверждена приказом ректора от «02» ноября 2021 г. № 1779–М

Срок сдачи законченной диссертации: «01» июня 2023 г.

Исходные данные к магистерской диссертации: *характеристика экстрагентов; методики анализа на никель*

Перечень подлежащих разработке в магистерской диссертации вопросов:

а) современное состояние проблемы экстракционного извлечения никеля из водных растворов;

б) экспериментальная часть;

в) расчет затрат на проведение исследований;

г) безопасность и охрана труда;

з) приложение А. Оттиск статьи по теме исследований

Перечень графического материала, (с точным указанием обязательных чертежей): *демонстрационный материал с результатами исследований представить на 15-17 слайдах.*

Рекомендуемая основная литература:

1 Резник И.Д., Ермаков Г.П., Шнеерсон Я.М. Никель. - М.: Наука и технологии. - 2000. - В 3-х томах. – Т. 1. – 617 с.




2 Ванг Л.Ю., Ли М.С. Синергетическая экстракция Со(II) над Ni(II) из хлоридных растворов смесью Суанех 301 и LIX 63 // Цветные металлы. – 2017. – № 5. – С. 17-27.

ГРАФИК
подготовки магистерской диссертации

Наименование разделов, перечень разрабатываемых вопросов	Сроки представления научному руководителю	Примечание
Введение	20.09.2022 г.	
Современное состояние проблемы экстракционного извлечения никеля из водных растворов	20.12.2022 г.	
Экспериментальная часть	24.04.2023 г.	
Расчет затрат на проведение исследований	20.05.2023 г.	
Безопасность и охрана труда	26.05.2023 г.	
Заключение	03.06.2023 г.	

Подписи

консультантов и нормоконтролера на законченную магистерскую диссертацию с указанием относящихся к ним разделов диссертации

Наименование раздела	Консультанты, И.О.Ф. (уч. степень, звание)	Дата подписания	Подпись
Расчет затрат на проведение исследований	Г.А. Усольцева, канд. техн. наук	14.06.2023	
Безопасность и охрана труда	Г.А. Усольцева, канд. техн. наук	14.06.2023	
Нормоконтролер	С.С. Коньратбекова, канд. техн. наук	14.06.2023	

Научный руководитель  Усольцева Г.А.

Задание принял к исполнению обучающийся  Зейлгабиденова Д. М.

Дата

«26» января 2022 г.

АНДАТПА

Бұл магистрлік диссертация тапсырмадан, кіріспеден, әдебиеттерге аналитикалық шолудан, эксперименттік бөлімнен, қорытындыдан, әдебиеттер тізімінен тұрады. Диссертациялық жұмыс 71 бетте көрсетілген, 21 сурет пен 10 кестеден тұрады.

Диссертацияның мақсаты-алкилфенол шайырлары мен олардың трибутилфосфат қоспаларына негізделген экстрагенттермен никель алу процесін зерттеу.

Жұмыстың тақырыбы-сулы ерітінділерден никельді экстракция және кейінгі реэкстракция әдісімен алу процесі.

Зерттеу нысаны-никель тұздарының модельдік ерітінділері, алкилфенол шайырлары мен олардың трибутилфосфат қоспаларына негізделген экстрагенттер.

Диссертация никельді алу процесін зерттеу және синергизмнің мүмкін құбылысын анықтау бойынша эксперименттердің нәтижелерін ұсынады.

Никель рН сілтілі аймағындағы алкилфенол шайырларына негізделген экстрагенттермен сулы ерітінділерден тиімді алынатыны анықталды. "Октофор 10S" сауда маркалы шайыр негізіндегі экстракциялық жүйеге трибутилфосфаттың қосылуы никельді алу максимумының рН бейтарап аймағына ауысуын тудырады, бұл салада 109 бірлікті құрайтын оң синергетикалық әсерге қол жеткізеді.

Сондай-ақ, жұмыста зерттеу жүргізуге арналған экономикалық шығындар ұсынылған, қышқыл, тұз және аммиак ерітінділері мен органикалық реагенттерді қолдану арқылы қауіпсіз жұмыс істеудің негізгі принциптері келтірілген.

АННОТАЦИЯ

Настоящая магистерская диссертационная работа состоит из задания, введения, аналитического обзора литературы, экспериментальной части, заключения, списка литературы. Диссертационная работа изложена на 71 странице, содержит 21 рисунок и 10 таблиц.

Целью диссертационной работы является исследование процесса экстракции никеля экстрагентами на основе алкилфенольных смол и их смесей с трибутилфосфатом.

Предметом работы является процесс извлечения никеля из водных растворов методом экстракции и последующей реэкстракции.

Объект исследований – модельные растворы солей никеля, экстрагенты на основе алкилфенольных смол и их смесей с трибутилфосфатом.

В диссертационной работе представлены результаты экспериментов по изучению процесса экстракции никеля и установлению возможного явления синергизма.

Установлено, что наиболее эффективно никель извлекается из водных растворов экстрагентами на основе алкилфенольных смол в щелочной области рН. Добавление в экстракционную систему на основе смолы торговой марки «Октофор 10S» трибутилфосфата вызывает сдвиг максимума извлечения никеля в нейтральную область рН с достижением в этой области положительного синергетического эффекта, составившего 109 единиц.

В работе также представлены экономические затраты на проведение исследований, приведены основные принципы безопасной работы с использованием кислотных, солевых и аммиачных растворов и органических реагентов.

ANNOTATION

This master's thesis consists of a task, an introduction, an analytical review of the literature, an experimental part, a conclusion, a list of references. The dissertation work is presented on 71 pages, contains 21 figures and 10 tables.

The purpose of the dissertation is to study the process of nickel extraction by extractants based on alkylphenol resins and their mixtures with tributyl phosphate.

The subject of the work is the process of extracting nickel from aqueous solutions by extraction and subsequent re-extraction.

The object of research is model solutions of nickel salts, extractants based on alkylphenol resins and their mixtures with tributyl phosphate.

The dissertation work presents the results of experiments on the study of the nickel extraction process and the establishment of a possible phenomenon of synergism.

It was found that nickel is most effectively extracted from aqueous solutions by extractants based on alkylphenol resins in the alkaline pH region. The addition of tributyl phosphate to the extraction system based on the resin of the trademark "Octophor 10S" causes a shift of the maximum nickel extraction to the neutral pH region with the achievement of a positive synergistic effect in this area, amounting to 109 units.

The paper also presents the economic costs of conducting research, provides the basic principles of safe operation using acid, salt and ammonia solutions and organic reagents.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	9
1 Современное состояние проблемы экстракционного извлечения никеля из водных растворов	12
1.1 Запасы и месторождения никелевых руд	12
1.2 Химические свойства никеля	14
1.3 Методы переработки никелевых руд	16
1.4 Извлечение никеля из водных растворов методом экстракции различными экстрагентами	18
2 Экспериментальная часть	25
2.1 Исходные вещества, материалы и реагенты	25
2.2 Методика приготовления водных растворов хлорида никеля	29
2.3 Методика выполнения исследований	29
2.4 Термодинамическое обоснование экстракционного извлечения никеля из водных растворов хлорида никеля	31
2.5 Экстракционное извлечение никеля из водных растворов экстрагентами на основе фенолсодержащих смол	33
2.5.1 Влияние pH водной фазы на экстракцию никеля экстрагентами на основе фенолсодержащих смол	34
2.5.2 Влияние интенсивности перемешивания на экстракцию никеля экстрагентами на основе фенолсодержащих смол	36
2.5.3 Влияние продолжительности экстракции на извлечение никеля экстрагентами на основе фенолсодержащих смол	37
2.6 Реэкстракция никеля из полученных экстрактов на основе фенолсодержащих смол	39
2.7 Экстракция никеля трибутилфосфатом	40
2.7.1 Влияние pH водной фазы на извлечение никеля в фазу экстрагента на основе трибутилфосфата	41
2.7.2 Влияние продолжительности экстракции на извлечение никеля в фазу экстрагента на основе трибутилфосфата	42
2.8 Поисковые опыты по реэкстракции никеля из экстракта на основе трибутилфосфата	43
2.9 Экстракция никеля смесью трибутилфосфата и экстрагента на основе смолы Октофор 10S	43
3 Расчет затрат на выполнение исследований	47
4 Безопасность и охрана труда	52
4.1 Организация безопасной работы в лаборатории	52
4.2 Анализ опасных и вредных производственных факторов	52

4.3	Обеспечение безопасности при работе в лаборатории	53
	Заключение	56
	Перечень принятых сокращений, терминов	59
	Список использованных источников	60
	Приложение А. Оттиски опубликованных научных трудов	63

ВВЕДЕНИЕ

Современное состояние научно-технической проблемы. Известно, что никель переходит в водные растворы в ходе выщелачивания. В раствор никель извлекается селективно, при этом некоторые примеси, например железо остаются в кеке. Вместе с никелем в раствор может переходить и кобальт и таким образом возникает необходимость разделения данных металлов [1], [2], [3].

В то же время известно, что эти металлы можно извлекать из водных растворов экстракционными методами [4], [5], [6], [7]. Экстракция как процесс для разделения этих металлов использовалась с давних времен. В качестве экстрагентов могут применяться карбоновые кислоты и амины, экстрагенты на основе алкилфенольных смол [10], [11], [12].

Актуальность работы. В настоящее время в Республике Казахстан имеются относительно небольшие запасы никелевых руд, однако они считаются очень бедными по содержанию никеля в сравнении с другими странами, и могут перерабатываться гидрометаллургическим методом. Одним из таких методов может быть экстракционное извлечение никеля из растворов выщелачивания. Одновременно может быть извлечен кобальт, который также является востребованным металлом на мировом рынке. Это следует учитывать, так как возврат вторичных металлов в производство является наиболее перспективным на фоне ухудшения качества рудного сырья.

Цель работы – исследование процесса экстракции никеля экстрагентами на основе алкилфенольных смол и их смесей с трибутилфосфатом.

Задачи работы:

- изучение влияния ряда технологических факторов на процесс извлечения никеля экстрагентами на основе алкилфенольных смол;
- изучение экстракции никеля экстрагентом на основе трибутилфосфата;
- изучение экстракции никеля смесью экстрагентов на основе алкилфенольных смол и трибутилфосфата;
- оценка возможности реэкстракции никеля из полученных экстрактов;
- установление возможного синергетического эффекта и выдача рекомендаций по использованию смесей экстрагентов в гидрометаллургии никеля.

Научная новизна работы состоит в установлении возможности экстракции никеля смесями экстрагентов на основе алкилфенольных смол и трибутилфосфата с выявлением синергетического эффекта.

В ходе исследований получены *новые научно-технические результаты:*

– сравнительный анализ экстракции никеля экстрагентами на основе фенолсодержащих смол показал, что при изучении влияния рН максимальное извлечение никеля достигается экстрагентом на основе Октофор–10S (97,6 %). Такое извлечение приходится на рН = 8,98. Практически все зависимости имеют максимум в щелочной области рН. Без явного максимума в условиях проведения экспериментов протекает экстракция никеля экстрагентом на основе смолы Яррезин Б. Хуже всего экстрагирует никель смола 101Л, хотя кривая тоже имеет максимум в области рН около 9;

– опытные данные, полученные при реэкстракции никеля растворами соляной кислоты из экстрактов фенолсодержащих смол показали, что во всех случаях при концентрации соляной кислоты более 20 г/л восходящие кривые практически не изменяют наклон, то есть извлечение из органической фазы за одну ступень реэкстракции растет очень медленно. Наилучшие результаты получены при реэкстракции никеля соляной кислотой из экстрактов на основе смол Яррезин Б и Октофор 10S;

– при экстракции никеля смесью трибутилфосфата и экстрагента на основе смолы марки Октофор 10S область оптимума по извлечению никеля сдвинулась в сторону меньших значений рН водной фазы, извлечение составило около 99 %. То есть налицо имеется положительный синергетический эффект при рН в интервале значений от 6,3 до 7,5 при использовании такой смеси реагентов. Расчет синергетического эффекта производили относительно экстрагента на основе смолы марки Октофор 10S. Его величина составила 109 единиц для области рН 6,3 – 7,5;

– реэкстракцию никеля из фазы смешанного экстрагента с успехом можно проводить раствором хлорида натрия. Извлечение в реэкстракт при этом составило 95,4 %.

Теоретическая и методологическая основы работы. Настоящая дипломная работа основана на теоретических знаниях о процессе экстракции металлов экстрагентами различного типа, состоянии никеля в водных растворах и методах получения никеля. При выполнении исследований по теме дипломной работы были использованы методики экстракции и реэкстракции, методика комплексонометрического анализа водных растворов на содержание никеля, соблюдались техника безопасной работы с химическими реагентами различного типа, а также правила выполнения экономических расчетов расходов по теме исследований.

Практическая база выполнения дипломной работы. Дипломная работа выполнена с использованием оборудования и реактивов, составляющих материально – техническую базу исследовательских лабораторий кафедры «Металлургические процессы, теплотехника и технология специальных материалов» Института промышленной инженерии и металлургии и научно – технического библиотечного фонда КазННТУ имени К.И. Сатпаева.

Обоснование необходимости выполнения работы. Выполнение работы по извлечению никеля из водных растворов методом экстракции является

необходимым, так как его извлечение из бедных продуктивных и промежуточных растворов является перспективным направлением исследований в области извлечения никеля из бедных руд.

Основные положения, выносимые на защиту:

- термодинамический анализ состояния никеля в водных растворах и прогнозирование процесса экстракции никеля из водных растворов;
- результаты изучения влияния технологических факторов на процесс извлечения никеля экстрагентами на основе алкилфенольных смол;
- изучение экстракции никеля смесью экстрагентов на основе алкилфенольной смолы марки Октофор 10S и трибутилфосфата;
- оценка возможности реэкстракции никеля из полученных экстрактов;
- установление возможного синергетического эффекта и выдача рекомендаций по использованию смесей экстрагентов в гидрометаллургии никеля.

1 Современное состояние проблемы проблемы экстракционного извлечения никеля из водных растворов

1.1 Запасы и месторождения никелевых руд

Никель довольно распространен в природе – его содержание в земной коре составляет около 0,01 % (масс.). Никель содержится в среднем, масс. %: в растениях – $5 \cdot 10^{-5}$, в морских животных – $1,6 \cdot 10^{-4}$, в наземных животных – $1 \cdot 10^{-6}$, в человеческом организме – $1 - 2 \cdot 10^{-6}$.

Основные минералы никеля [1]: пентландит $[(\text{Fe}, \text{Ni})_9\text{S}_8]$, никелин (NiAs), магнитный колчедан $[(\text{Fe}, \text{Ni}, \text{Cu})\text{S}]$, гарниерит $[(\text{Mg}, \text{Ni})_6(\text{Si}_4\text{O}_{11})(\text{OH})_6 \cdot \text{H}_2\text{O}]$, хлоантит $[(\text{Ni}, \text{Co}, \text{Fe})\text{As}_2]$, мышьяково–никелевый блеск (герсдорфит) (NiAsS).

Мировые запасы никеля оцениваются в 200 млн. тонн. По земной поверхности, искомые руды располагаются неравномерно, поэтому из всех стран, где добывают никелевую руду, выделяют несомненных лидеров.

Крупнейшими в мире запасами никелевых руд обладает Австралия (24,3 %), а также Новая Каледония (административно-территориальное образование Франции) – 16,2 %. В мире в числе прочих стран, недра которых богаты никелем, можно отметить Бразилию, Россию (далее – РФ), Кубу и Индонезию.

На долю этих лидеров приходится более 50 % всего мирового запаса, оставшуюся часть делят между собой 18 стран.

Более 39 месторождений силикатных никелевых руд располагаются на территории Казахстана в регионе Актюбинской области недалеко от границы с Россией. Эти месторождения не относятся к богатым, но строительство на месторождениях обогатительных фабрик при добывающем производстве позволяет выгодно обрабатывать руду с содержанием никеля в 1 %.

Основные месторождения никеля в Казахстане находятся в Восточно – Казахстанской, Карагандинской и Алматинской областях. Наиболее крупные месторождения – это Ушкульское, Курултауское, Майский ГОК, Воркутинское и другие.

Казахстан имеет значительные минеральные ресурсы, в которых сосредоточено порядка 1,5 млн тонн никеля (1,4 – 2 % от общемировых запасов) и 100 тыс. тонн кобальта (1,4 % от общемировых запасов). Практически 100 % никеля и кобальта находится в окисдно – силикатных никель-кобальтовых (латеритных) рудах со средним содержанием никеля 0,9 – 1,01 % и кобальта 0,05 – 0,06 %. По содержанию никеля в руде Казахстан значительно уступает основным странам, имеющим значительные запасы никеля [2].

По данным Государственного научно-производственного объединения промышленной экологии «Казмеханобр», суммарные запасы никеля в балансовых запасах составляют 1 839,77 тыс. тонн и 983,13 тыс. тонн в

забалансовых запасах. С учетом балансовых и забалансовых запасов количество никеля в Казахстане составляет 2 822,9 тыс. тонн, а кобальта 146,97 тыс. тонн. Глубина залегания рудных тел изменяется от 0,3 до 45 м. Общие запасы никеля в Казахстане можно оценивать на уровне 3 – 3,2 млн тонн, кобальта на уровне 160 – 170 тыс. тонн.

Вместе с тем, казахстанские никелевые запасы сформированы из 45 месторождений большая часть которых мелкие с низким качеством руды (низким содержанием полезных ископаемых) и только на 8-ми из разведанных месторождений запасы никеля превышают 60 тыс. тонн (период разработки месторождения 6 лет при среднегодовой добычи никеля в объеме 10 тыс. тонн), что является основной причиной того, что никельсодержащие месторождения в Казахстане до сих пор не разрабатывались. Учитывая объем разведанных и прогнозных запасов АО «Тау – Кен Самрук» отмечает, что запасы никеля по сравнению с другими имеющимися полезными ископаемыми в Казахстане (залежи золота, меди, бокситов, марганца, хромитов, железа, вольфрама) уступают по возможностям в ресурсном обеспечении масштабных проектов в данном секторе. То есть, месторождения латеритных руд в Казахстане относятся к разряду средних и мелких, что не позволяет сокращать издержки на создание производств за счет эффекта масштаба [2].

В Казахстане имеется опыт объединения компаний в консорциум для реализации совместного проекта (ТОО «Кызыл – Каин Мамыт», ТОО «ГРК «Койтас», ТОО «Корпорация «Азия Инвест»), имеются компании с иностранным участием (ТОО «ГРК «Казахстанский никель»).

АО «Казцинк» (входит в корпорацию Glencore Xstrata Plc) намерено построить на базе месторождений Кимперсайской группы (Актюбинская область) предприятие кучного выщелачивания никеля мощностью 500 тыс. тонн руды с выработкой никеля до 3,89 тыс. тонн и кобальта 116 тонн в год. Предварительно проект оценивается в 15 млрд тенге (82,4 млн долл. США). Согласно общедоступным данным, по заказу ТОО «Казцинк» ТОО «Иргиредмет» завершил испытания и разработал технологический регламент для дальнейшего проектирования предприятия кучного выщелачивания окисленных никелевых руд месторождений Кимперсайской группы. В ходе испытаний извлечение никеля в концентрат составило более 73 %.

Производство никеля в Казахстане осуществляется компанией "ЕРТІС", которая является крупнейшим производителем никеля в стране. В 2020 году компания произвела около 21 тысячи тонн никеля [2].

Кроме того, Казахстан является важным производителем других металлов, таких как уран, медь, золото и другие. Наличие значительных запасов металлов делает Казахстан важным игроком на мировом рынке сырья.

Таким образом, в Республике Казахстан имеются запасы никелевых руд, но они относятся к категории бедных руд и скорее всего будут

перерабатываться гидрометаллургическим методом. Поэтому может встать вопрос об извлечении и концентрировании никеля из полученных продуктивных растворов. Это возможно с использованием методов экстракции и ионного обмена. По предварительным данным, содержание никеля в растворах может достигать 1 – 5 г/л, что является достаточным для извлечения никеля методом экстракции [3].

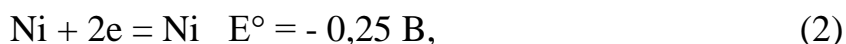
1.2 Химические свойства никеля

Никель – металл серебристо белого цвета с едва заметным коричневатым оттенком, очень тягучий, ковкий, легко поддается прокатке, ферромагнитен, но в меньшей степени, чем железо. Плотность никеля 8,85 – 8,9 г/см³. Никель высокой чистоты (99,94 %) имеет температуру плавления 1455 °С. В электрохимическом ряду напряжения никель находится правее кобальта, нормальный потенциал – 0,250 В.

Никель проявляет только восстановительные свойства. На воздухе покрыт оксидной пленкой. Взаимодействует с разбавленными кислотами с выделением водорода:



образуя в растворе аквакатионы никеля $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$; полуреакция



характеризуется значением стандартного потенциала $E^\circ = -0,25 \text{ В}$ [4].

Металлический никель при комнатной температуре в отсутствие влаги устойчив к действию кислорода и галоидов, при нагревании до 500°С слегка окисляется на воздухе и разлагает воду, выделяя водород. Порошкообразный никель, полученный дистилляцией из амальгам или электролизом, слабо пирофорен.

Никель – малоактивный металл, при комнатной температуре вода на него не действует. В разбавленных минеральных кислотах (HCl, H₂SO₄) растворяется медленно, легче растворим в азотной кислоте. Концентрированная азотная кислота пассивирует металл, как и железо. Щелочи, сода, поташ в водных растворах и в расплавах не действуют на никель. Никель способен взаимодействовать с окисью углерода, образуя карбонилы.

Известно несколько оксидов никеля. Оксид никеля (II), NiO — порошок светлого зеленовато желтого цвета, растворимый в азотной кислоте при нагревании и в растворе аммиака. После прокаливании при высокой температуре оксид NiO не растворяется в щелочах (аммиаке) и минеральных

кислотах [5].

Известны соли никеля (II) практически со всеми обычными анионами. Растворимые в воде соли никеля, такие как сульфат NiSO_4 , нитрат $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ и другие, при кристаллизации из водных растворов образует кристаллогидраты зеленого цвета. Безводные соли часто имеют желтый цвет с разными оттенками, например, фторид NiF_2 , хлорид NiCl_2 , бромид NiBr_2 и цианид $\text{Ni}(\text{CN})_2$ никеля. Иодид никеля NiI_2 черного цвета. Большинство солей никеля хорошо растворимо в воде. Практически нерастворимы карбонат $\text{NiCO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, сульфид NiS , ортофосфат никеля $\text{Ni}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ и силикат Ni_2SiO_4 [6].

Комплексообразующие свойства никеля (0) проявляются в образовании карбонила. Атом никеля проявляет свойства комплексообразователя, молекула CO свойства сильного лиганда. Никель имеет электронную конфигурацию $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^8 4s^2$. 3d – подуровень имеет 2 неспаренных электрона, под влиянием сильного лиганда происходит спаривание электронов и в образовании связей с 4 лигандами по донорно-акцепторному механизму принимают участие вакантные 4s– и 4p– орбитали [7].

В соответствии со стремлением к образованию устойчивой 18 – электронной оболочки атом никеля предоставляет 10 электронов и 8 электронов – 4 молекулы лиганда.



Оксид никеля NiO проявляет слабовыраженные амфотерные свойства с преобладанием основных свойств [7].

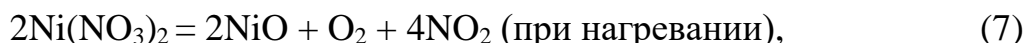
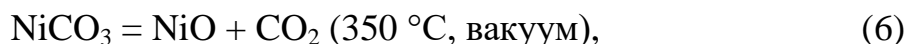
Окислительные свойства никеля (II) проявляются при сплавлении с углеродом:



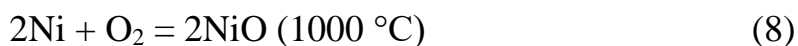
и при взаимодействии с водородом при нагревании:



Оксид никеля образуется при разложении карбоната или нитрата:



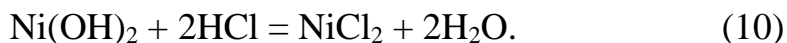
а также при нагревании металлического никеля на воздухе:



Гидроксид никеля (II) $\text{Ni}(\text{OH})_2$ не растворяется в воде; имеет яблочно – зеленую окраску, термически неустойчив:



проявляет слабые амфотерные свойства ($\text{IP}(\text{Ni}(\text{OH})_2) = 1,6 \cdot 10^{-14}$):
Основные свойства:



Кислотные свойства:



Гидроксид никеля (II) $\text{Ni}(\text{OH})_2$ – проявляет амфотерные свойства, реагирует с разбавленными кислотами, щелочами при спекании, является слабым восстановителем [8].

1.3 Методы переработки никелевых руд

Переработку никелевого сырья можно проводить как пиро –, так и гидрометаллургическими способами. В нашей стране и за рубежом около 85 % от общего выпуска меди и никеля приходится на пирометаллургические процессы, и в ближайшее время эта тенденция вряд ли изменится [8].

В настоящее время для переработки никелевых руд разработаны и реализованы в промышленной практике различные технологические схемы, которые в зависимости от физико – химических методов вскрытия рудных минералов, можно разделить на три группы:

- пирометаллургические технологии;
- комбинированные пиро – гидрометаллургические технологии;
- гидрометаллургические технологии.

На долю пирометаллургических процессов приходится около 39 % никеля, получаемого из окисленных никелевых руд, соответственно, 61 % дают гидрометаллургические и комбинированные технологии.

Выбор способа переработки определяется, главным образом, химическим и минералогическим составами руд: для переработки магнезиальных руд в большинстве (75 %) случаев применяется пирометаллургический способ переработки, для железистых руд – гидрометаллургические способы.

Пирометаллургические схемы предусматривают либо шахтную плавку на штейн с последующим его конвертированием в фэйнштейн и сквозным

извлечением никеля на уровне 70 – 80 %, либо восстановительную электроплавку на ферроникель (или никелистый чугун) с последующим рафинированием и извлечением до 90 % никеля и 85 % кобальта в конечный продукт. Однако оба варианта эффективны для относительно богатых руд. Руды, подходящие для производства богатого ферроникеля: содержание никеля более 2,2 %, отношение $Fe:Ni = (5 - 6):1$; бедный ферроникель может быть произведен из руд с содержанием Ni не менее 1,5 % и высоким отношением $Fe:Ni = (6 - 12):1$; плавка на штейн требует не менее 1,5 % по сумме никеля и кобальта, $(Fe:Ni) > 6$, $SiO_2:MgO = 1,8 - 2,2$, с невысоким содержанием оксида магния и кремнезема, но высоким содержанием железа.

За рубежом плавкой на ферроникель перерабатывают, в основном, высокосортные гарниеритовые руды ($> 1,2$ % Ni). Перспективным направлением развития пирометаллургической переработки никелевых руд является использование процесса Ausmelt для латеритовых руд. Технологию Ausmelt можно использовать при производстве большинства цветных металлов, а также при производстве ферросплавов, железа и стали [13].

Современные пиро–гидрометаллургические схемы переработки никелевых руд включают два основных технологических передела: восстановительный обжиг исходной руды с целью её подготовки для выщелачивания (пирометаллургический передел) и выщелачивание огарка с последующей переработкой многокомпонентных растворов методами современной гидрометаллургии: осаждение, сорбция, экстракция, электролиз и т.д., обеспечивающими получение очищенных товарных продуктов цветных металлов [10], [11].

Современные гидрометаллургические схемы переработки никелевых руд основаны на процессах прямого (без предварительной подготовки руды обжигом) выщелачивания никеля и кобальта раствором серной кислоты, которое может быть осуществлено в двух вариантах. В первом варианте обработку сырья кислотой проводят в автоклавных условиях (автоклавная сернокислотная технология), во втором варианте обработку никелевых руд осуществляют в режиме кучного или подземного выщелачивания (геотехнологические способы), которые в настоящее время находятся в стадии разработки и подготавливаются к промышленному применению [12].

Выщелачивание никелевых руд ведут растворами серной кислоты концентрацией 50 – 100 г/дм³, что позволяет извлечь в раствор никель, а также железо и магний, но при этом образуется кремниевая кислота.

Сложность промышленного использования метода кучного и подземного выщелачивания, в особенности для бедных никелевых руд с низким содержанием никеля (менее 1 %), связана с тем, что при прямом сернокислотном выщелачивании образуются сложные растворы – с низкой концентрацией целевого металла – никеля (около 1 г/дм³), и высокими концентрациями металлов-примесей: Fe до 10 г/дм³; Mg до 15 г/дм³, а также Si, Al, Cr, Mn и т.п. в довольно ощутимых концентрациях.

Основными процессами для переработки подобных растворов являются методы экстракции и сорбции.

1.4 Извлечение никеля из водных растворов методом экстракции различными экстрагентами

Никель является 24–м по распространенности элементом в земной коре с концентрацией 0,008 % по массе. Этот металл коммерчески применяется в различных отраслях промышленности, таких как нержавеющая сталь, гальванопокрытие, керамика, магниты, аккумуляторы и катализаторы [29].

Экстракция растворителем является одним из наиболее универсальных методов, используемых для извлечения широкого спектра ионов металлов из водной среды. Этот процесс основан на принципе, согласно которому растворенное вещество может распределяться в определенном соотношении между двумя несмешивающимися растворителями [29].

Он также используется в аналитических методах для определения следов катионов тяжелых металлов.

В атомной промышленности уран (VI) извлекают из азотнокислых растворов трибутилфосфатом (ТБФ), разведенным в органическом растворителе [30]. Как правило, водную фазу, содержащую катион, приводят в контакт с органической фазой, содержащей хелатирующий агент, который способен экстрагировать катион на границе раздела вода – растворитель. Многочисленные работы были посвящены описанию различных систем с различными растворителями и экстрагентами: как правило, наиболее эффективными экстрагентами являются соединения, содержащие атомы азота или кислорода, которые способны образовывать химические связи с катионом.

Основными хелатирующими агентами являются D2ЕНРА (ди–2–этилгексилфосфорная кислота) или РС–88 А (моно–2–этилгексильный эфир 2–этилгексилфосфоновой кислоты) для экстракции Ni(II) или Co(II) [30].

D2ЕНРА – кислотный экстрагент, предлагающий как донорные, так и акцепторные участки водородной связи, в то время как ТБФ, нейтральный экстрагент, предлагает только один акцепторный участок на молекулу.

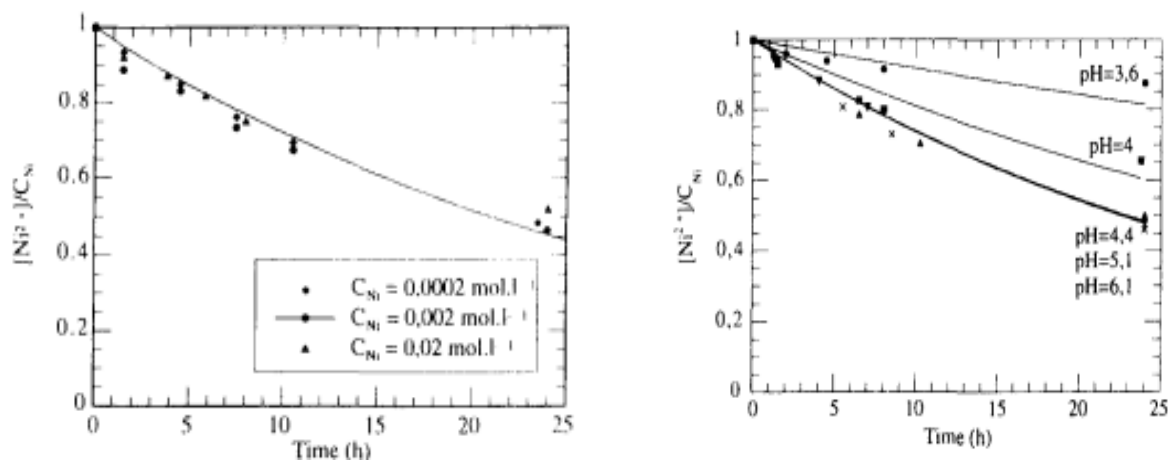


Рисунок 1 – Изменение доли Ni(II)

Основными факторами, определяющими процесс экстракции Ni(II) через мембрану экстрагентом D2ЕНРА, являются рН водного раствора, концентрации катионов и экстрагента. Изменения доли Ni(II), остающейся в питательной воде, представлены на рисунках 1 для концентрации экстрагента в 0,05 моль (ч).

Наблюдалось различное поведение в зависимости от того, был ли рН ниже или выше предельного значения, которое составляет порядка 4 – 5 для концентраций никеля в диапазоне нескольких миллимолярных.

При низких значениях рН наблюдалось, что уменьшение доли Ni(II), остающейся в сырье, зависит от этого значения рН. Напротив, при высоких значениях рН уменьшение оставшейся фракции Ni не зависит от рН, более того, оно не зависит от начальной концентрации Ni.

Также предполагается, что скорость переноса никеля через мембрану может быть ограничена различными явлениями, природа которых зависит от концентрации различных реагентов и от рН среды.

Влияние рН исходного раствора позволяют точно определить, какой этап транспортировки является ограничивающим. Показано, что эти результаты согласуются с ограничением потока Ni(II), кинетикой реакции в кислой среде и ограничением в щелочной среде, либо путем диффузии Ni(II) в водном диффузионном слое, или диффузией комплекса, и/или диффузией экстрагента внутри пористой мембраны [30].

Латеритовая руда является одним из наиболее важных запасов никеля и кобальта наряду с большим количеством железа и небольшим количеством алюминия, марганца, магния и других элементов. Около 70% мировых запасов никеля на суше находится в виде латеритных руд [14]. Отделение и извлечение кобальта и никеля из латеритной руды широко исследовалось с помощью гидрометаллургических процессов.

Кислотное выщелачивание под высоким давлением (HPAL) никелевых латеритных руд приводит к получению растворов, содержащих Ni, Co, Mn,

Mg и Ca. Отделение Ni и Co от Mn, Ca и Mg было достигнуто с помощью осаждения смешанными сульфидами (MSP) и осаждения смешанными гидроксидами с последующим повторным выщелачиванием [28].

В области экстракции растворителем была проделана большая работа по разработке краткого, экономичного и интегрированного процесса извлечения кобальта и никеля.

Cyanex 272 продемонстрировал отличные результаты при разделении Co(II) и Ni(II), при этом коэффициент разделения достигал 6972 [15]. Однако сложность разделения Co(II) и Mn(II) ограничивает применение Cyanex 272. В процессе, разработанном Ритси и др. [16], Cyanex 272 использовали для извлечения Co(II) и Mn(II) при pH = 4,5, оставляя Ni(II) и Mg(II) в растворе. И затем разделение Co(II) и Mn(II) проводили с помощью Versatic 10 в диапазоне pH 6,8 – 7,0. Стало известно что Ni(II) может быть селективно экстрагирован поверх Ca(II) и Mg(II) при pH 6,5 с помощью Versatic 10 с последующим выделением Co(II) и Ni(II) из отпарного раствора [17].

Cyanex-272 представляет собой катионный кислый экстрагент, выделяющий протоны в процессе экстракции [27].

Основным недостатком процесса Cyanex 272/Versatic 10 является сложность отделения основных примесей, таких как Mg(II) и Mn(II), от Ni(II) либо Cyanex 272, либо Versatic 10 [18], [19].

Таким образом, дальнейшее извлечение для получения чистого Ni(II), соответственно, необходимы определенные стадии. Кроме того, процесс Cyanex 272/Versatic 10 следует проводить в относительно высоком диапазоне pH (около 5 для Cyanex 272 и выше 6 для Versatic 10).

Процесс Горо является еще одним коммерчески применяемым процессом экстракции растворителем для извлечения Ni(II) из латеритной руды Горо [21]. В этом процессе предлагается одновременное извлечение Co(II) и Ni(II) поверх Mn(II) и Mg(II) из сульфатных растворов с помощью Cyanex 301.

Удаление Co(II) и Ni(II) достигается 6 моль/л раствора HCl. Удаление Co(II) и Ni(II) достигается 6 моль/л раствора HCl. Из загруженного полосового раствора проводили отделение Co(II) и Ni(II). По сравнению с процессом Cyanex 272/Versatic 10, эффективная экстракция Ni(II) может быть получена при более низком диапазоне pH (pH ниже 2) с помощью Cyanex 301 благодаря более низкому значению pH Cyanex 301 [22].

Основным недостатком этого процесса является то, что используются два различных вида экстрагентов и кислая среда.

Основываясь на процессе Горо, данный процесс был улучшен, при помощи использования только Cyanex 301 для извлечения Ni(II) высокой чистоты из раствора для выщелачивания никелевой латеритной руды, содержащей Co(II), Ni(II), Mg(II), Mn(II), Ca(II), Al(III) и железо.

Этот процесс имеет ряд преимуществ перед другими разработанными процессами в следующих аспектах:

- не было необходимости корректировать исходный pH раствора для выщелачивания;
- Co(II) и Ni(II) одновременно экстрагировали Mg(II), Mn(II), Ca(II), Al(III) с помощью Cyanex 301;
- селективное удаление Co(II) и Ni(II) из загруженной органики было получено при использовании растворов HCl различной концентрации.

Однако основным недостатком этого процесса Cyanex 301 заключается в трудности, связанной с удалением Ni(II) из загруженного Cyanex 301. Хотя для удаления Ni(II) из загруженного Cyanex были протестированы различные виды реагентов 301, для удаления Ni(II) был необходим раствор HCl в количестве 10 моль/л [23]. В дальнейшем также была использована смесь Cyanex 301 и ТБФ для повышения эффективности удаления Ni(II). Исследовано влияние состава смеси на извлечение и отгонку ионов металлов.

Было обнаружено, что экстракция Ni(II) улучшается и полное удаление Ni(II) становится возможным при более низких концентрациях растворов HCl после добавления ТБФ в Cyanex 301. Был разработан способ извлечения Ni(II) из раствора хлоридного выщелачивания латеритовой руды путем экстракции этой смесью. Было проведено сравнение процессов с использованием одного Cyanex 301 и смеси Cyanex 301 и ТБФ на основе результатов периодического моделирования для противоточной экстракции и отпаривания.

Хлоридный раствор для выщелачивания латеритовой руды содержал большое количество двухвалентного железа (90 г/л) вместе с кобальтом, никелем, магнием, марганцем, кальцием и алюминием, pH этого раствора для выщелачивания составляет около – 0,5. При этом двухвалентное железо было полностью удалено экстракцией растворителем смесью D2ЕНРА и ТБФ после окисления до трехвалентного железа [20].

Рафинат, не содержащий железа, состоял из Co (II), Ni (II), Mg (II), Mn(II), Ca(II) и Al(III) со значением pH около 1. Синтетический раствор, имитирующий рафинат, после экстракции железа, был приготовлен с помощью растворения необходимого количества хлоридов металлов в неионизированной воде.

На рисунке 2 показана экстракция Co (II) и Ni (II) растворителем смесью Cyanex 301 и ТБФ при начальном значении pH 1. Ось X на рисунке 2 представляет мольную долю Cyanex 301 в смесях.

Общую концентрацию смеси поддерживали на уровне 1,5 моль/л.

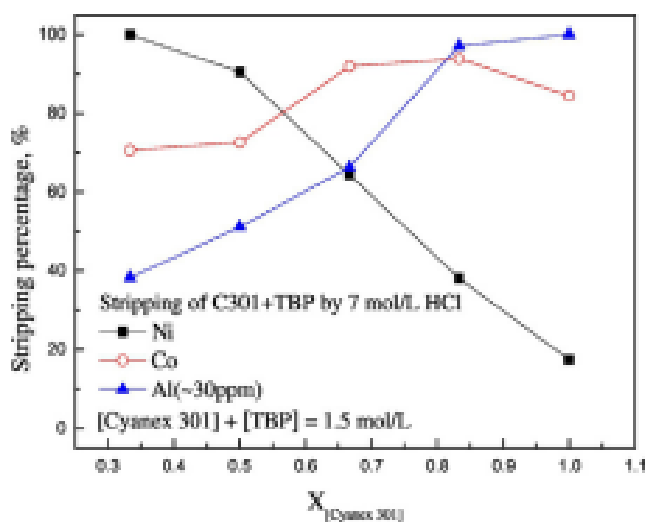


Рисунок 2 – Влияние мольной доли Суанех 301 в смеси Суанех 301 + ТБФ на удаление Co (II) и Ni (II) раствором HCl – 7 моль/л

Результаты показали, что ТБФ не может извлекать ионы металлов в существующих условиях, и существует оптимальная молярная доля Суанех 301 для извлечения Ni(II). С увеличением мольной доли Суанех 301 извлечение Ni(II) увеличилось и достигло максимального процента извлечения (70,4 %) при мольной доле Суанех 301, равной 0,67 (1 моль/л Суанех 301 + 0,5 моль/л ТБФ), а затем постепенно снижался.

Содержание Ni(II) составляло 70,4 % при 1 моль/л Суанех 301 + 0,5 моль/л ТБФ, в то время как при 1 моль/л Суанех 301 в тех же экспериментальных условиях составляло 27,3 %. Это означает, что смесь Суанех 301 и ТБФ привела к синергетическому извлечению Ni(II). Было установлено, что оптимальным составом этой смеси для экстракции Ni(II) является молярная доля Суанех 301 от 0.67.

Чтобы определить оптимальный органический состав для удаления Ni(II), было исследовано влияние мольной доли Суанех 301 на удаление Co(II) и Ni(II) из загруженной смеси раствором 7 моль/л HCl.

Удаление Ni(II) резко уменьшалось с увеличением мольной доли Суанех 301 в смеси. По сравнению с характеристиками удаления смеси с одним Суанех 301 на 7 моль/л HCl, эффективность удаления Ni(II) была значительно улучшена при использовании смеси Суанех 301 и ТБФ [24].

Процент удаления из одного Суанех 301 с 7 моль/л HCl составил 10,5 % для Ni(II) и 87,9 % для Co(II). В то время как при тех же условиях из 1 моль/л Суанех 301 + 0,5 моль/л ТБФ он составил 64,4 % для Ni(II) и 91,9 % для Co(II), соответственно.

Также были определены оптимальные условия для эффективного извлечения и отгонки Ni. Считалось, что молярная доля Co(II) и Ni(II) в Суанех 301 составляет 0,67, т.е. 1 моль/л Суанех 301 + 0,5 моль/л ТБФ. С 1 моль/л Суанех 301 + 0,5 моль/л ТБФ, процент извлечения Ni(II) составил

70,4 % соответственно. Более того, эффективное удаление Ni(II) из загруженных 1 моль/л Суанех 301 и 0,5 моль/л ТБФ было достигнуто с помощью 7 моль/л HCl при проценте удаления 64,4 %.

Поведение при удалении Co(II), Ni(II) и Al(III) из загруженной смеси 1 моль/л Суанех 301 + 0,5 моль/л ТБФ, содержащей 0,40 г/л Co(II), 10,35 г/л Ni(II) и 27,7 мг/л Al(III) изучали путем варьирования концентрации HCl от 1 до 9 моль/л.

Процент удаления Ni(II), равный 64,4 %, был получен при использовании 7 моль/л HCl.

Дополнительно были построены изотермы экстракции Co(II) и Ni(II) с использованием смеси Суанех 301 и ТБФ.

Изотермы экстракции были построены для определения количества стадий путем изменения объемного соотношения O/V от 1/5 до 7/1 при сохранении других экспериментальных параметров постоянными. В качестве органической фазы использовали смесь 1 моль/л Суанех 301 и 0,5 моль/л ТБФ, полученные изотермы экстракции показаны на рисунке 3.

После разделения обе фазы были проанализированы на предмет концентраций каждого металла, и была построена диаграмма McCabe-Thiele (рисунок 3). Результаты показывают, что полное удаление Co(II) из загруженного Суанех 301 + ТБФ может быть достигнуто за две стадии противоточной очистки при соотношении фаз O/V, равном 1/2 [25].

Чтобы подтвердить это, был проведен двухэтапный эксперимент по моделированию противоточной партии при соотношении O/V, равном 3, с использованием 1 моль/л Суанех 301 + 0,5 моль/л ТБФ [26].

Исходная жидкость содержала 14,90 г/л Ni(II), 0,76 г/л Co(II), 1,41 г/л Al(III), 2,06 г/л Mg(II), 1,50 г/л Mn(II) и 0,55 г/л Ca(II). Соответствующий рафинат содержал 0,54 г/л Ni(II), 0,01 г/л Co(II), 1,38 г/л Al(III) и все Mg(II), Mn(II), Ca(II). Для исследования по удалению была приготовлена загруженная органическая фаза, содержащая 0,25 г/л Co(II), 4,79 г/л Ni(II) и 0,01 г/л Al(III).

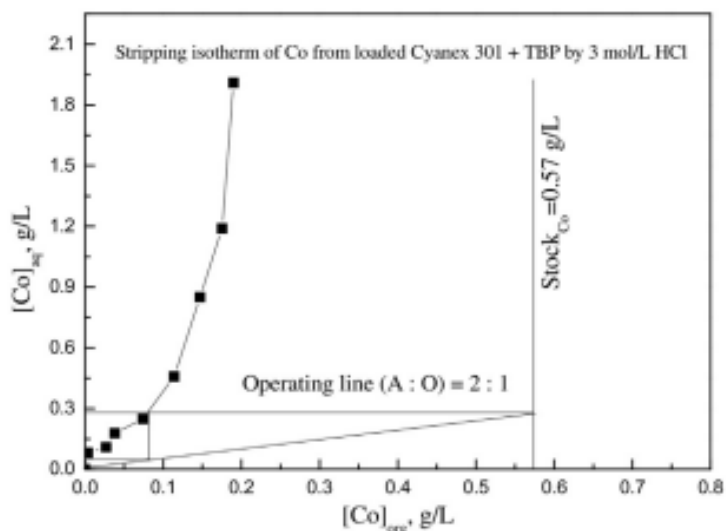


Рисунок 3 – График McCabe – Thiele для удаления Co(II) из загруженного Cyanex 301 + ТВФ с использованием 3 моль/л HCl

Была получена оптимальная молярная доля Cyanex 301 в смеси для эффективного извлечения и отгонки Co(II) и Ni(II). В этом процессе Co(II) и Ni(II) одновременно экстрагировали поверх Mg(II), Mn(II), Ca(II) и Al(III) с 1 моль/л Cyanex 301 + 0,5 моль/л ТВФ.

Основное усовершенствование процесса Cyanex 301 + ТВФ заключается в успешном снижении концентрации HCl с 10 до 7 моль/л для эффективного удаления Ni(II) при сохранении существенных преимуществ однократного процесса Cyanex 301 [26].

Выводы по разделу 1:

- в ионном виде никель может находиться в кислых и аммиачных растворах; в аммиачных растворах образует комплексы;
- ионы никеля легко гидролизуются, могут присутствовать в водных растворах в виде гидроксокомплексов или выпадать в осадок в виде гидроксидов и малорастворимых солей;
- основной метод получения никеля в настоящее время – пирометаллургический, однако окисленные руды перерабатывают чаще всего методами гидрометаллургии;
- экстракционным методом никель может быть извлечен из водных растворов в зависимости от класса применяемых экстрагентов, к числу которых следует отнести экстрагенты на основе алкилфенольных смол;
- при экстракции никеля смесями экстрагентов может проявиться синергетный эффект, в результате которого повышается извлечение никеля в органическую фазу;
- рекстракция никеля чаще всего проводится растворами неорганических кислот.

2 Экспериментальная часть

2.1 Исходные вещества, материалы и реагенты

Исследования в рамках настоящей магистерской диссертации посвящены экстракционному извлечению никеля из водных растворов и поиску возможных синергетических смесей растворов фенолсодержащих смол в керосине и трибутилфосфата. Поэтому, прежде всего, необходимо остановиться на свойствах исходных реагентов, которые использовались в данной работе для получения экстрагентов:

– фенолсодержащие смолы производимые в Российской Федерации:

1) смола торговой марки «Октофор 10S»;

2) смола торговой марки «Яррезин Б»;

3) смола торговой марки «101К»;

4) смола торговой марки «101Л»;

– трибутилфосфат;

– керосин авиационный;

– изооктанол.

Физико – химические свойства фенолсодержащих смол, регламентируемые техническими условиями РФ, представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Технические характеристики фенолсодержащих смол

Показатель	Торговая марка смолы			
	«Октофор 10S»	«Яррезин Б»	«101К»	«101Л»
Внешний вид смолы	Монолит или куски	Куски размером не более 150 мм	Однородные твердые, хрупкие куски размером не более 150 мм	
Цвет смолы	Темно-коричневый	Прозрачные в тонком изломе светло-желтого цвета	Прозрачные в тонком изломе светло-желтого до коричневого цвета	
Температура размягчения, °С	Не ниже 70	80 – 100	75 – 85	55 – 65
Массовая доля серы, %	Не менее 10	–	–	–
Массовая доля свободного фенола, %	Не дано	3	2	2
Массовая доля золы, %	Не более 0,2	0,1	Не дано	Не дано

Продолжение таблицы 1

Показатель	Торговая марка смолы			
	Октофор 10S	Яррезин Б	101К	101Л
Массовая доля влаги, %	1 – 1,5	1,5	2	2
Молекулярная масса, г/моль	1150	460	534	424
Растворимость в органических растворителях	Бензин, ксилол, керосин, уайт – спирт	Бензин (1:4), ксилол или этилацетат (1:1)	Смесь бензина и этилацетата (1:2) или ксилоле	Растворимость при 20 0С в авиационном бензине (1:1)

Все перечисленные фенолсодержащие смолы представляют собой продукты поликонденсации с формальдегидом:

- Октофор 10S – дисульфида алкилфенола;
- Яррезин Б – паратретбутилфенола;
- 101К – п-третичного бутилфенола в щелочной среде;
- 101Л – п-третичного бутилфенола в щелочной среде при сплавлении с тунговым маслом.

Примерные структурные формулы смол представлены на рисунке 4.

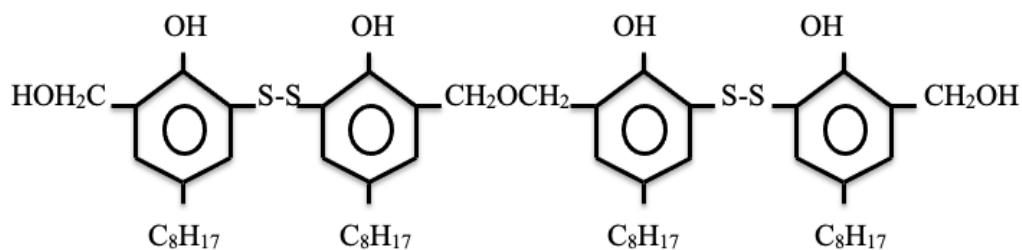
Как видно из структурных формул, смолы могут быть использованы в качестве экстрагентов, так как имеют ионообменные группы и группы с элементами, способными к хелатообразованию с металлами. Именно структура смол и была отправной точкой при выборе этих продуктов, используемых в лакокрасочной промышленности, в качестве материалов для приготовления экстрагентов. Все указанные смолы растворялись в очищенном авиационном керосине, но с разной продолжительностью растворения. Наблюдения по растворению смол в керосине приведены в таблице 2.

Экстрагент готовили следующим образом:

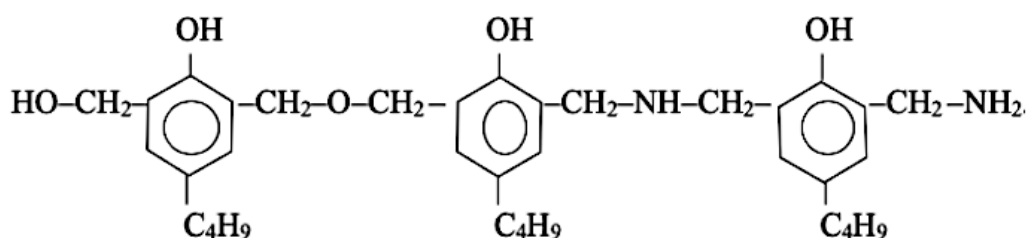
- измельчали смолу до крупности минус 1,5 мм;
- взвешивали навеску смолы, соответствующую массе 0,25 моль;
- в ½ от требуемого объема смеси (0,5 л) керосина и изооктилового спирта (растворитель, содержание изооктилового спирта – 15 об. %) небольшими порциями добавляли навеску смолы и растворяли до полного визуального растворения, при необходимости добавляли смесь растворителя;
- доводили объем получаемого экстрагента до 1 литра и переносили полученный раствор в емкость для хранения.

Для приготовления смесей трибутилфосфата и растворов смол смешивали заданные объемы между собой, маркировали и также переносили

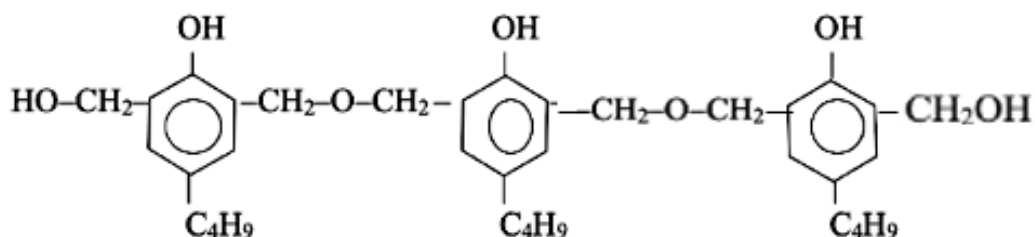
в емкости для хранения. Работу с экстрагентами начинали на следующий день, поскольку экстрагент должен быть совершенно однородным.



Октофор 10S



Яррезин Б



101К и 101К (длина цепи для смол разная)

Рисунок 4 – Структурные формулы фенолсодержащих смол

Помимо реагентов для приготовления экстрагентов использовали следующие реактивы:

- 1) $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$;
 - 2) H_2SO_4 ;
 - 3) HCl ;
 - 4) NH_4OH ;
 - 5) трилон Б;
 - 6) индикатор «Мурексид»;
 - 7) NaCl ;
 - 8) NaOH ;
 - 9) буферные растворы для рН-метрии (рН – 1,68; 6,86 и 9,18).
- Все химические реактивы имели чистоту не ниже марки «Ч».

Таблица 2 – Характер растворения фенолсодержащих смол в керосине

Торговая марка смолы	Продолжительность растворения 0,25 молей смолы в 1 л керосина, мин	Наличие нерастворенного остатка	Цвет раствора смолы в керосине
Октофор 10S	123 – 125	Не имеется	Коричневый с зеленоватым оттенком
Яррезин Б	88 – 93	Не имеется	Светло–желтый
101К	70 – 73	Небольшое количество	Темно–желтый
101Л	60 – 66	Не имеется	Темно–желтый

В таблице 3 перечислено химическая посуда и необходимое оборудование.

Таблица 3 – Химическая посуда и оборудование

Наименование химической посуды	Краткая характеристика	Наименование оборудования	Марка оборудования
Мерные стаканы	Стекло, объем 400 и 50 мл	Магнитная мешалка	Heidolph MR Hei – Standard
Колбы конические	Стекло, объем 1000 и 100 мл	Делительная воронка	Стекло, без марки
Резиновая груша	Резина, полезный объем 50 и 100 мл	Лабораторный штатив	Металл, без марки
Пипетки Мора	Стекло, объем 5 и 10 мл	pH-метр	pH – 101М
Конические воронки	Стекло, диаметр 5, 7 и 15 мм	Аналитические весы	Меттлер Толодо
Ступка с пестиком	Алундовая, максимальная масса для растирания 50 г	Встряхиватель на 10 конических колб объемом 500 мл	MX – 300
Мерные колбы	Стекло, объем 1000 мл и 100 мл	Поуавтоматическая бюретка для титрования	VITLAB continuous

Прочие материалы, используемые в ходе исследований:

- 1) стеклянные палочки;
- 2) бумажные фильтры (желтая лента, диаметр 80 мм);
- 3) индикаторная бумага для рН–метрии.

2.2 Методика приготовления водных растворов хлорида никеля

Базовый водный раствор хлорида никеля готовили из расчета в нем концентрации 20 г/л никеля. Для приготовления такого раствора использовали шестиводный хлорид никеля – $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Это желтовато – зеленый порошок, который растворим в воде, спирте и эфире.

Молекулярная масса $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ составляет 237,69 г/моль. Необходимую навеску для приготовления базового раствора рассчитывали используя пропорцию:

- 237,69 г/моль $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ соответствует 58,69 г/моль Ni;
- x г $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ соответствует 20 г Ni;

$$x = \frac{20 \cdot 237,69}{58,69} = 80,9 \text{ г } \text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}. \quad (12)$$

Навеску взвешивали на аналитических весах и количественно переводили в мерную колбу на 1000 мл. Растворяли навеску в дистиллированной воде, для стабилизации раствора добавляли соляную кислоты в количестве 10 мл/л получаемого раствора, при необходимости раствор фильтровали и проводили анализ на содержание в нем никеля.

Полученный раствор хлорида никеля переливали для хранения в стеклянную бутылку с притертой крышкой.

2.3 Методика выполнения исследований

Подготовка рН-метра к работе. рН–метр подготавливали и калибровали в соответствии с методикой, прилагаемой к прибору. Буферные растворы использовали для отладки и калибровки показаний рН – метра, после чего определяли системную и относительную ошибки прибора. Системная ошибка составляла ΔpH (среднее) = + 0,13. Относительная ошибка с учетом шкалы рН – метра (14):

$$x = \frac{0,13}{14} * 100 = 0,93 \% . \quad (13)$$

Методика определения содержания никеля в водных растворах. Содержание никеля в растворах определяли методом объемного титрования с использованием 0,1 г-экв/л раствора Трилоном Б и индикатором «Мурексид» до изменения окраски титруемого раствора от желтой до сине – фиолетовой (рисунок 5).

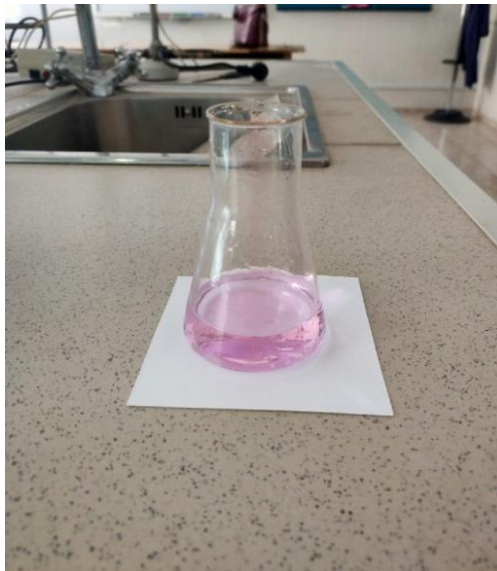


Рисунок 5 – Никельсодержащий раствор после завершения титрования

Нормальность раствора NiCl_2 ($C_n(\text{NiA})$) рассчитывали по формуле:

$$C_n(\text{NiA}) = C_n(\text{Тр Б}) * V(\text{Тр Б}) / V(\text{NiA}), \quad (14)$$

где $V(\text{NiA})$ – объем раствора соли никеля для анализа, мл;

$V(\text{Тр Б})$ – объем Трилона Б на титрование, мл;

$C_n(\text{Тр Б})$ – концентрация Трилона Б (г*экв/л).

Полученный результат пересчитывают на содержание никеля в растворе его соли исходя из того, что

$$1 \text{ г-экв} (\text{NiA}) = M(\text{NiA})/z, \quad (15)$$

где z – заряд иона металла.

$C(\text{Ni}^{+2})$ (г/л) определяли согласно отношению:

1 г-экв/л (NiA) соответствует 58,69/2 г/л Ni^{+2} ,

$C_n(\text{NiA})$ соответствует X г/л Ni^{+2} .

Анализ проводили дважды, результаты титрования заносили в рабочий журнал.

Методика выполнения экстракции и реэкстракции никеля. Экстракцию никеля из модельных водных растворов проводили при перемешивании порций экстрагента и никельсодержащего раствора в стеклянных стаканах

емкостью 400 мл с помощью магнитного сердечника и магнитной мешалки в пропорциях, требуемых в каждом конкретном опыте. Разделение водной и органической фаз производили с использованием стеклянной делительной воронки соответствующего объема.

Реэкстракцию проводили при контактировании полученного экстракта никеля с раствором реагента, который выбирался в качестве реэкстрагента (растворы неорганических кислот). Водную фазу перед анализом фильтровали через бумажный фильтр для очистки от возможных капель экстрагента.

2.4 Термодинамическое обоснование экстракционного извлечения никеля из водных растворов хлорида никеля

Термодинамическое обоснование экстракционного извлечения никеля проводили путем анализа диаграмм Пурбе, построенных с помощью программы термодинамических расчетов HSC Chemistry 5.11. Выбор концентрации никеля сделан на основании литературных данных по экстракции никеля из водных растворов. Для анализа были выбраны 3 диаграммы Пурбе для систем: Ni – Cl – H₂O, Ni – S – H₂O и Ni – N – H₂O (рисунки 6 – 9). Диаграммы построены для температуры 25 °С, поскольку предполагается проводить процессы экстракции и реэкстракции при комнатной температуре.

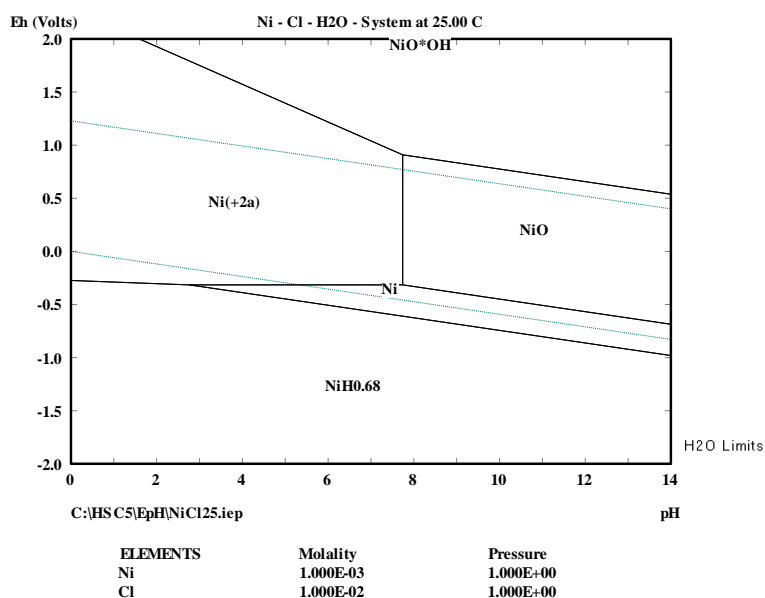


Рисунок 6 – Диаграмма Пурбе для Ni – Cl – H₂O

В системе Ni – Cl – H₂O (рисунок 6) наблюдается только одна область, где никель может существовать в виде ионов. Она располагается в виде многоугольника, расположение которого можно характеризовать в координатах рН–потенциал в виде: $0 \leq \text{pH} \leq 7,9$; $-0,25 \text{ В} \leq \text{Eh} \leq +2,0 \text{ В}$. То есть катион никеля Ni⁺² существует в кислой и близкой к нейтральному значению рН средах, в большей мере для его устойчивого существования в системе требуется окислитель.

В системе Ni – S – H₂O (рисунок 7) также имеется только один ион никеля – Ni⁺², однако область его существования значительно меньше за счет образования в системе гидратированного сульфата никеля NiSO₄*4H₂O, растворимость которого в водных растворах мала. Пределы по рН сохраняются, по потенциалу несколько сужаются: $-0,10 \text{ В} \leq \text{Eh} \leq +2,0 \text{ В}$.

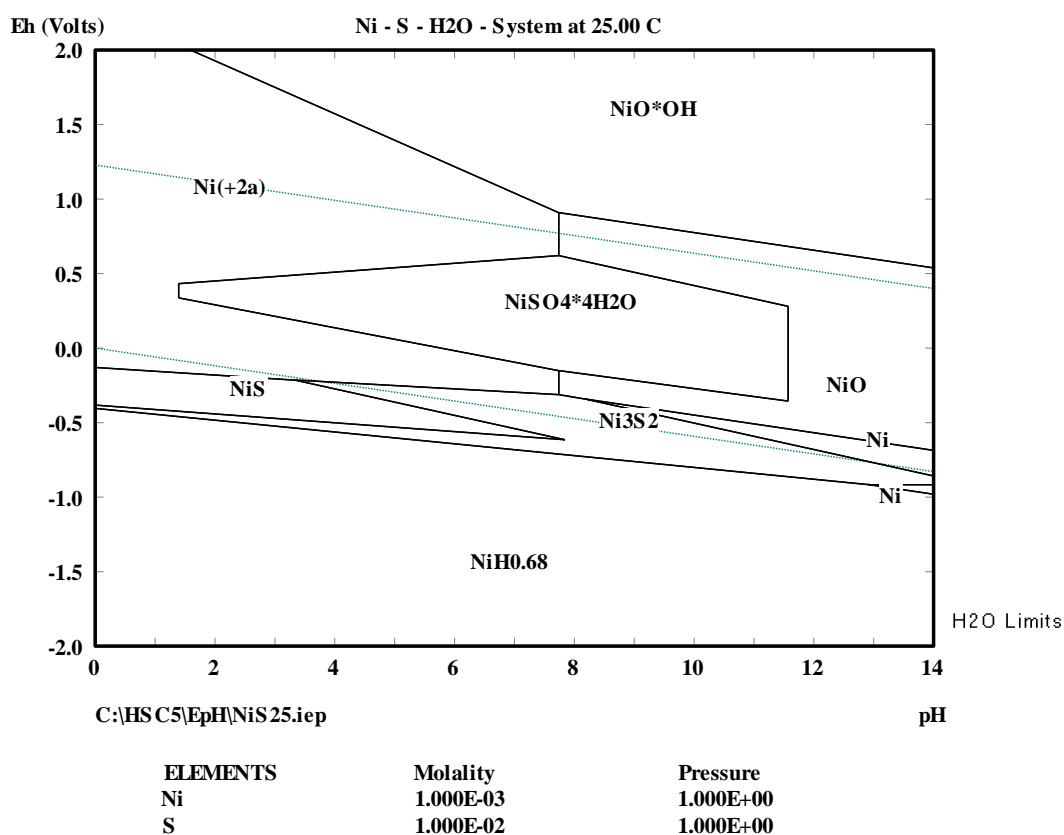


Рисунок 7 – Диаграмма Пурбе для Ni – S – H₂O

В системе Ni – N – H₂O (рисунок 8) в наличии имеется все тот же ион Ni⁺² и появляется комплексный ион никеля Ni(NH₃)₆⁺². Области существования ионов следующие:

- Ni⁺²: $0 \leq \text{pH} \leq 7,9$; $-0,25 \text{ В} \leq \text{Eh} \leq +2,0 \text{ В}$;
- Ni(NH₃)₆⁺²: $11,0 \leq \text{pH} \leq 14,0$; $-0,9 \text{ В} \leq \text{Eh} \leq -0,1 \text{ В}$.

Таким образом, для системы Ni – N – H₂O необходимо рассматривать экстракцию никеля в более широком интервале рН и потенциалов.

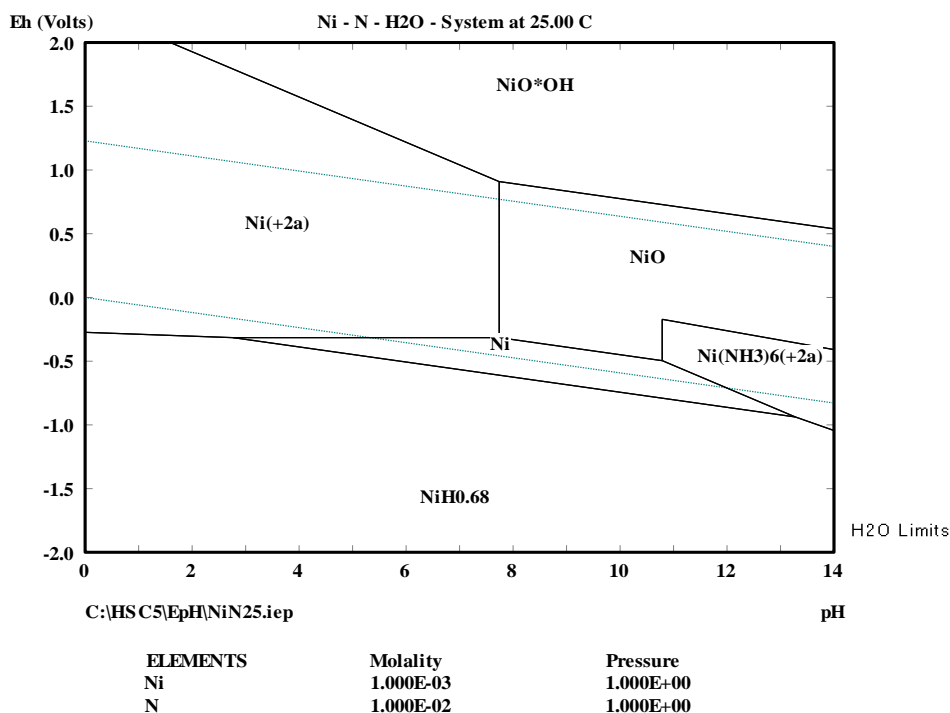


Рисунок 9 – Диаграмма Пурбе для Ni – N – H₂O

Гипотеза, которая поставлена на основании данного термодинамического анализа: наиболее вероятно, что никель следует извлекать из водных растворов методом экстракции в солянокислых и аммиачных средах. В случае сернокислых сред возможны потери никеля в виде твердого гидратированного сульфата никеля NiSO₄*4H₂O, который к тому же может вызывать крадообразование.

Из литературных источников известно, что олигомеры, полученные методом поликонденсации фенолов с альдегидами являются нестойкими в азотнокислых средах, поэтому экстракция никеля из азотнокислых сред экстрагентами на основе фенолсодержащих смол вряд ли возможна.

2.5 Экстракционное извлечение никеля из водных растворов экстрагентами на основе фенолсодержащих смол

В настоящей магистерской диссертации изучалось влияние следующих технологических факторов:

- рН водной фазы;
- продолжительность экстракции;
- интенсивность перемешивания, выраженная через скорость вращения магнитного сердечника при перемешивании фаз с помощью магнитной мешалки;

- концентрация никеля в водной фазе;
- природа фенолсодержащего экстрагента;
- температура, при которой реализовали процесс экстракции никеля.

Во всех экспериментах было выбрано соотношение фаз Ж_В:Ж_О = 1:1, поскольку при данном соотношении легко сравнивать между собой все получаемые данные. Концентрация никеля была одинаковой в рамках изучения одного и того же фактора, кроме случая изучения влияния концентрации никеля в водном растворе на процесс извлечения никеля экстрагентами различной природы.

Для проведения процесса экстракции брали по 50 мл раствора хлорида никеля с требуемой концентрацией и 50 мл экстрагента. Изучение влияния технологических параметров на процесс экстракции никеля производили методом пассивного эксперимента, т.е. поочередно варьировался только 1 параметр на фоне постоянного значения других.

2.5.1 Влияние рН водной фазы на экстракцию никеля экстрагентами на основе фенолсодержащих смол

Условия проведения экспериментов:

- скорость перемешивания фаз – 600 об./мин;
- продолжительность экстракции – 20 мин;
- концентрация никеля в растворе – 2,41 г/л;
- концентрация фенолсодержащих смол в составе экстрагента составляла 0,25 моль/л;
- рН водной фазы варьировали от 2,5 до 9,8;
- температура, при которой осуществляли процесс экстракции – 25 °С.

После экстракции давали экстракционной системе время на расслоение, которое фиксировали в рабочем журнале, после чего фазы разделяли с помощью делительной воронки. Водную фазу фильтровали через бумажный фильтр и анализировали на содержание в ней никеля.

Полученные в результате экспериментов данные представлены на рисунках 10 и 11. Результаты показали, что максимальное извлечение никеля достигается экстрагентом на основе Октофор – 10S (97,6 %). Такое извлечение приходится на рН = 8,98. Практически все зависимости имеют максимум в щелочной области рН. Без явного максимума в условиях проведения экспериментов протекает экстракция никеля экстрагентом на основе смолы Яррезин Б. Хуже всего экстрагирует никель смола 101Л, хотя кривая тоже имеет максимум в области рН около 9.

Такой ход кривых можно объяснить тем, что достижение рН в щелочной области осуществляли с помощью растворов гидроксида аммония. На эту область рН как раз приходится образование аммиачных комплексов никеля. В то же время известно, что данные экстрагенты способны извлекать

молекулы аммиака из водных растворов. Поэтому в сильнощелочной среде может идти конкурирующая экстракция молекул аммиака, и происходит снижение извлечения никеля.

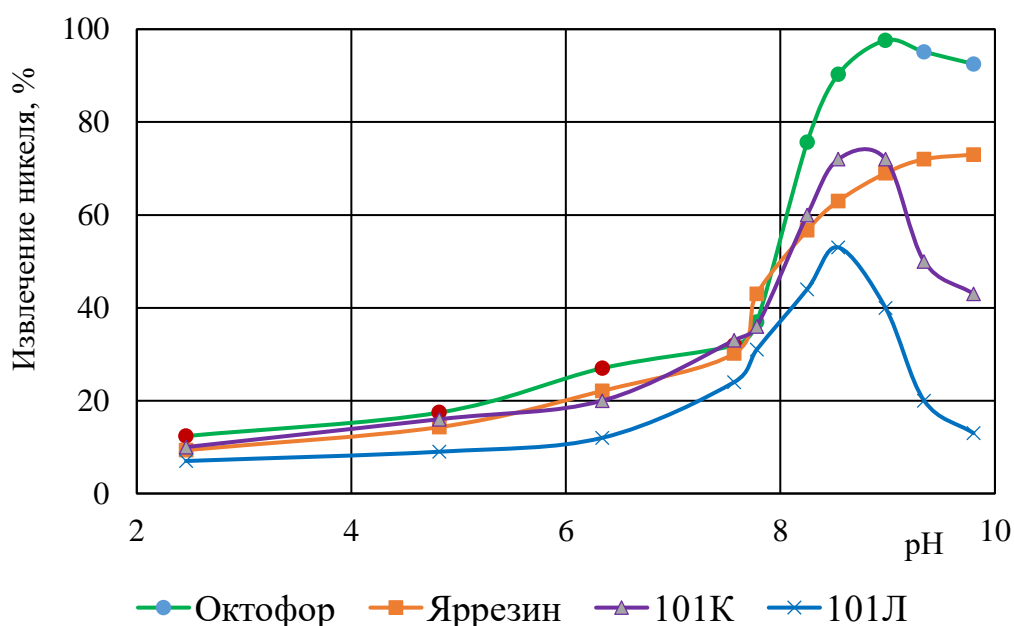


Рисунок 10 – Влияние pH водной фазы на экстракционное извлечение никеля экстрагентами на основе фенолсодержащих смол

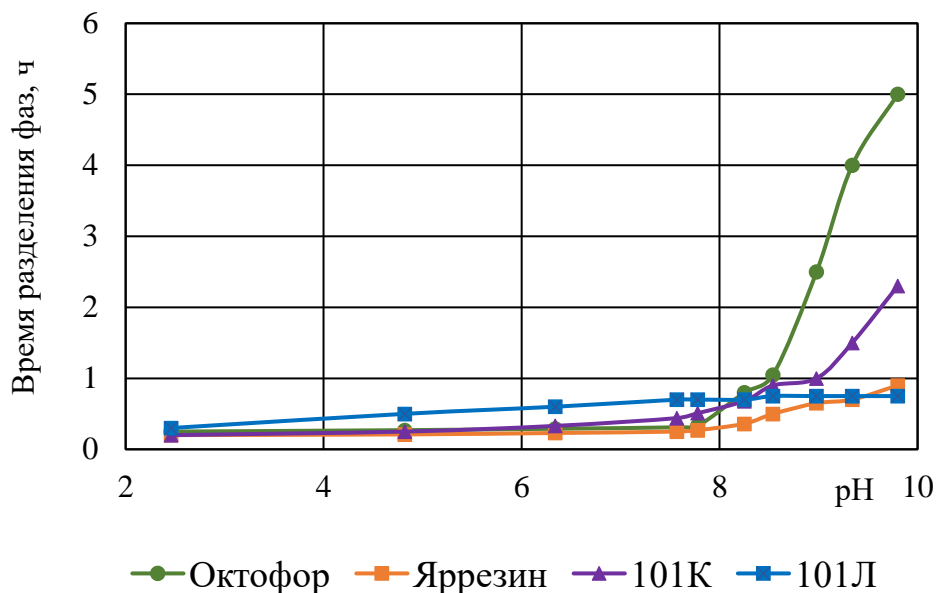


Рисунок 11 – Влияние pH водной фазы на время разделения фаз при экстракции никеля экстрагентами на основе фенолсодержащих смол

Анализ данных по времени разделения фаз в зависимости от рН водной фазы показал, что хуже всего разделение фаз протекает в щелочной области, причем сложнее всего это происходит в случае с экстрагентом на основе смолы Октофор – 10S.

2.5.2 Влияние интенсивности перемешивания на экстракцию никеля экстрагентами на основе фенолсодержащих смол

В случае массообменных процессов интенсивность перемешивания способствует росту скорости процессов за счет роста скорости внешней диффузии, то есть подвода и отвода исходных веществ и продуктов реакции на границе раздела фаз.

Условия проведения экспериментов:

- продолжительность экстракции – 20 мин;
- соотношение водной и органической фаз $J_B:J_O = 1:1$;
- концентрация никеля в растворе – 2,41 г/л;
- концентрация фенолсодержащих смол в составе экстрагента составляла 0,25 моль/л;
- рН водной фазы – 8,5;
- температура, при которой осуществляли процесс экстракции – 25 °С.
- скорость вращения магнитного сердечника варьировали следующим образом (об./мин): 100, 200, 300, 500 и 750.

Полученные результаты представлены на рисунках 12 и 13.

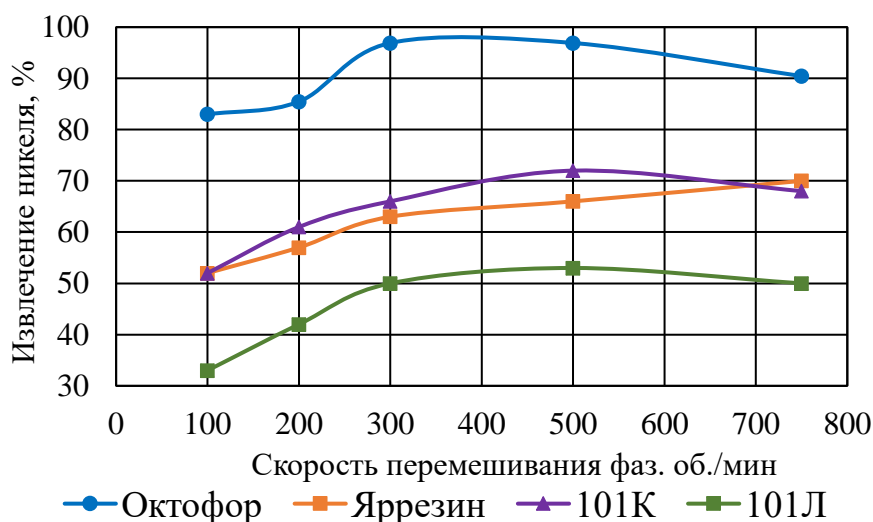


Рисунок 12 – Влияние скорости перемешивания экстракционной смеси на степень извлечения никеля в органическую фазу

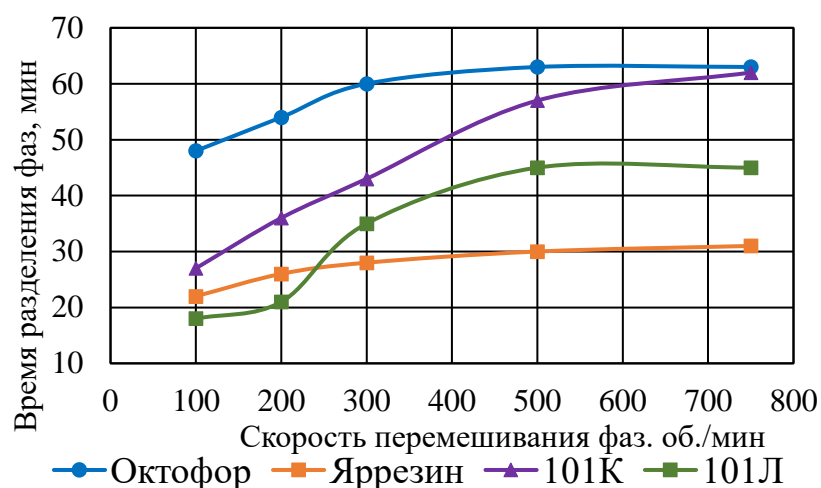


Рисунок 13 – Влияние скорости перемешивания экстракционной смеси на время разделения фаз при экстракции никеля экстрагентами на основе фенолсодержащих смол

Как следует из данных на рисунке 13, характер зависимостей извлечения никеля от интенсивности перемешивания для всех испытуемых экстрагентов одинаковый. Максимум извлечения никеля приходится на интервал скорости вращения сердечника от 300 до 600 об./мин.

Исходя из данных на двух рисунках следует сделать вывод, что интенсивности перемешивания равной 300 об./мин достаточно для осуществления экстракции никеля экстрагентами на основе фенолсодержащих смол. Тем более, что при более высокой скорости перемешивания ухудшается разделение фаз.

2.5.3 Влияние продолжительности экстракции на извлечение никеля экстрагентами на основе фенолсодержащих смол

Данный фактор при реализации процессов экстракции является одним из основных, в том случае, если экстракция лимитируется внешней диффузией. Поэтому предстояло выяснить, какая продолжительность экстракции является оптимальной для каждого из испытуемых нами экстрагентов.

Условия проведения экспериментов:

- соотношение водной и органической фаз $J_B:J_O = 1:1$;
- концентрация никеля в растворе – 2,4 г/л;
- концентрация фенолсодержащих смол в составе экстрагента составляла 0,25 моль/л;
- рН водной фазы – 8,5;
- температура, при которой осуществляли процесс экстракции – 25 °С.

– скорость вращения магнитного сердечника – 300 об./мин;
 – продолжительность экстракции составляла 2, 5, 10, 15 и 20 минут.
 Экспериментальные данные представлены на рисунках 14 и 15.

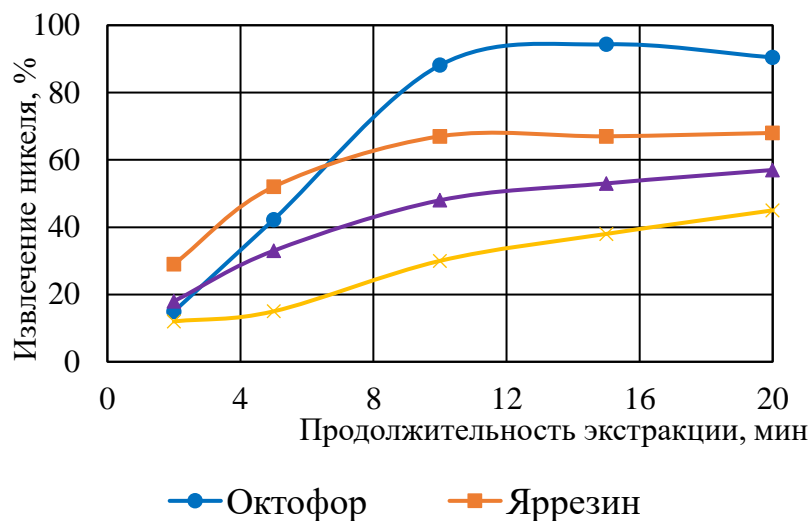


Рисунок 14 – Влияние продолжительности экстракции никеля на степень извлечения никеля в органическую фазу

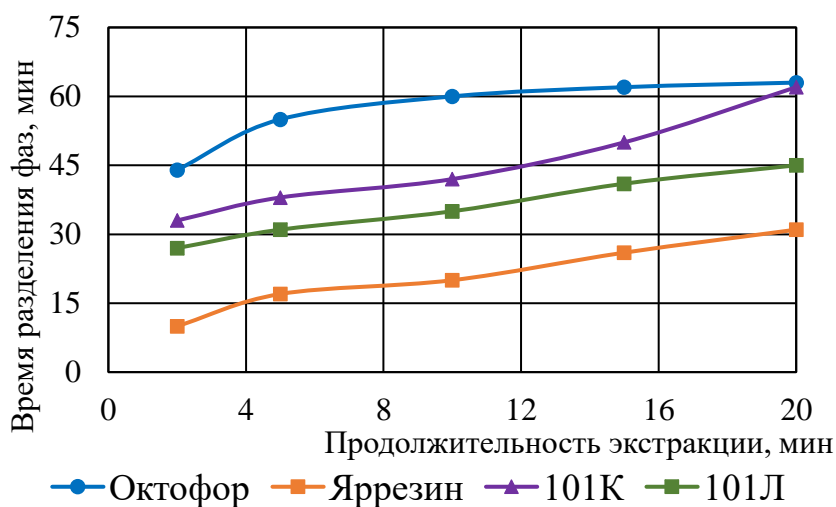


Рисунок 15 – Влияние продолжительности экстракции никеля на время разделения фаз

Анализ зависимостей показал, что для достижения достаточных результатов по извлечению никеля в органическую фазу требуется не более 15 минут (свыше 15 минут наблюдается дальнейший рост продолжительности расслаивания фаз на фоне мало изменяющегося извлечения никеля).

2.6 Реэкстракция никеля из полученных экстрактов на основе фенолсодержащих смол

Для изучения процесса реэкстракции были проведены поисковые опыты, в которых использовали в качестве реэкстрагентов воду, растворы соляной и серной кислот, а также раствор хлорида натрия. Во всех случаях соотношение фаз при реэкстракции было 1:1, продолжительность реэкстракции – 30 минут, концентрация кислот и хлорида натрия в составе реэкстрагента – 20 г/л, интенсивность перемешивания составляла 300 об./мин. Результаты поисковых опытов показаны в таблице 4.

Таблица 4 – Результаты поисковых опытов по реэкстракции никеля из экстрактов на основе фенолсодержащих смол

Показатель	Исходная смола в составе экстрагента			
	Октофор 10S	Яррезин Б	101К	101Л
Реэкстрагент – вода				
Степень извлечения никеля в реэкстракт, %	2,1	2,7	1,8	1,2
Продолжительность разделения фаз, мин	5	5	4	6
Реэкстрагент – соляная кислота				
Степень извлечения никеля в реэкстракт, %	92,3	97,0	88,6	85,3
Продолжительность разделения фаз, мин	3	5	4	4
Реэкстрагент – серная кислота				
Степень извлечения никеля в реэкстракт, %	83,7	88,1	72,4	63,2
Продолжительность разделения фаз, мин	6	6	8	4
Реэкстрагент – раствор хлорида натрия				
Степень извлечения никеля в реэкстракт, %	45,0	36,2	27,8	33,4
Продолжительность разделения фаз, мин	3	3	5	5

Исходя из полученных данных был сделан выбор в пользу соляной кислоты. Предстояло выяснить, какова должна быть оптимальная концентрация соляной кислоты. Результаты исследований по влиянию концентрации соляной кислоты на процесс реэкстракции никеля из экстрактов на основе фенолсодержащих смол представлены на рисунке 16.

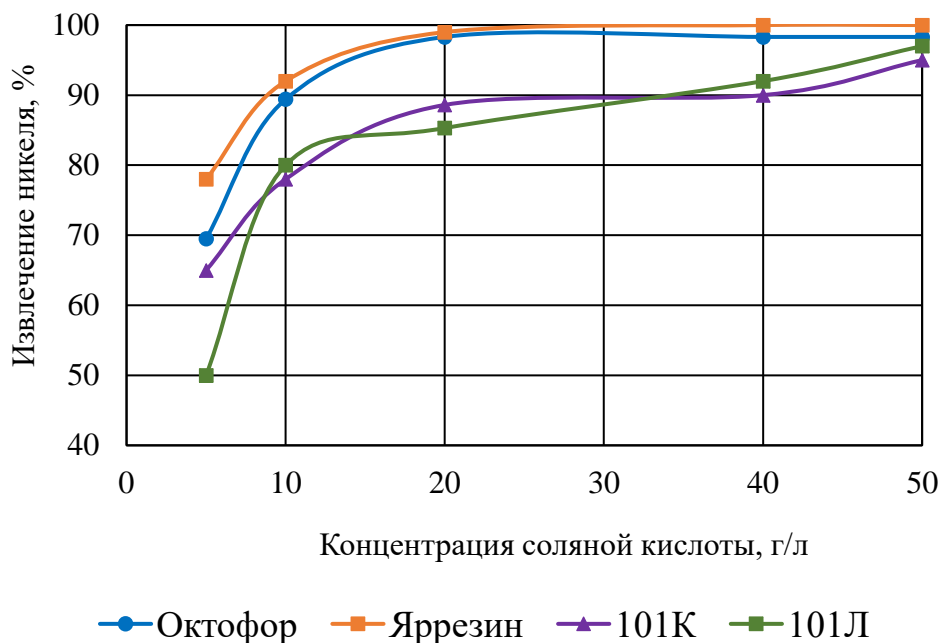


Рисунок 16 – Влияние концентрации соляной кислоты на степень реэкстракции никеля из экстрактов на основе фенолсодержащих смол

Опытные данные, полученные при реэкстракции никеля растворами соляной кислоты из экстрактов фенолсодержащих смол показали, что во всех случаях при концентрации соляной кислоты более 20 г/л восходящие кривые практически не изменяют наклон, то есть извлечение из органической фазы за одну ступень реэкстракции растет очень медленно. Наилучшие результаты получены при реэкстракции никеля соляной кислотой из экстрактов на основе смол Яррезин Б и Октофор 10S.

2.7 Экстракция никеля трибутилфосфатом

Известно, что трибутилфосфат не используется обычно в процессах экстракции никеля, поэтому предстояло выяснить его свойства по извлечению никеля из водных растворов. Основными факторами, которые были нами рассмотрены по извлечению никеля трибутилфосфатом являлись рН водной фазы и продолжительность экстракции. Общие условия

проведения экспериментов по экстракции никеля трибутилфосфатом были следующие:

- соотношение водной и органической фаз $J_{\text{В}}:J_{\text{О}} = 1:1$;
- концентрация никеля в растворе – 2,4 г/л;
- концентрация трибутилфосфата в составе экстрагента – 25 об. %;
- температура, при которой осуществляли процесс экстракции – 25 °С;
- скорость вращения магнитного сердечника – 300 об./мин.

Продолжительность экстракции составляла 2, 5, 10, 15 и 20 минут, рН водной фазы варьировали в пределах от 2 до 9 рН.

2.7.1 Влияние рН водной фазы на извлечение никеля в фазу экстрагента на основе трибутилфосфата

Варьирование рН поддерживали в том же интервале, что и для фенолсодержащих смол. Продолжительность экстракции никеля раствором трибутилфосфата в керосине составляла 20 минут. Полученные результаты представлены на рисунке 17.

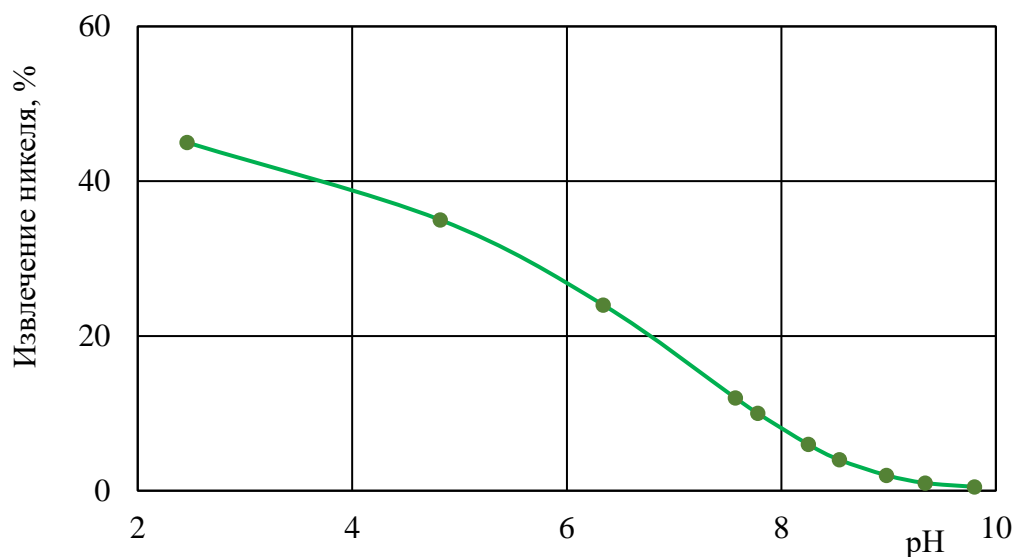


Рисунок 17 – Влияние рН водной фазы на степень извлечения никеля при экстракции трибутилфосфатом

Как видно из полученной зависимости, кривая извлечения представляет собой нисходящую кривую с максимумом в начальной точке исследований. Причем степень извлечения никеля трибутилфосфатом не велика. Наблюдения показали, что во всем интервале рН продолжительность разделения фаз практически не изменяется и составляет в среднем 8 минут.

Так как степень извлечения падает с ростом рН водной фазы, было решено уточнить влияние концентрации соляной кислоты в составе водной фазы на степень извлечения никеля в фазу трибутилфосфата. Концентрацию соляной кислоты варьировали в пределах от 0,1 до 6 моль/л. Полученные экспериментальные данные представлены на рисунке 18.

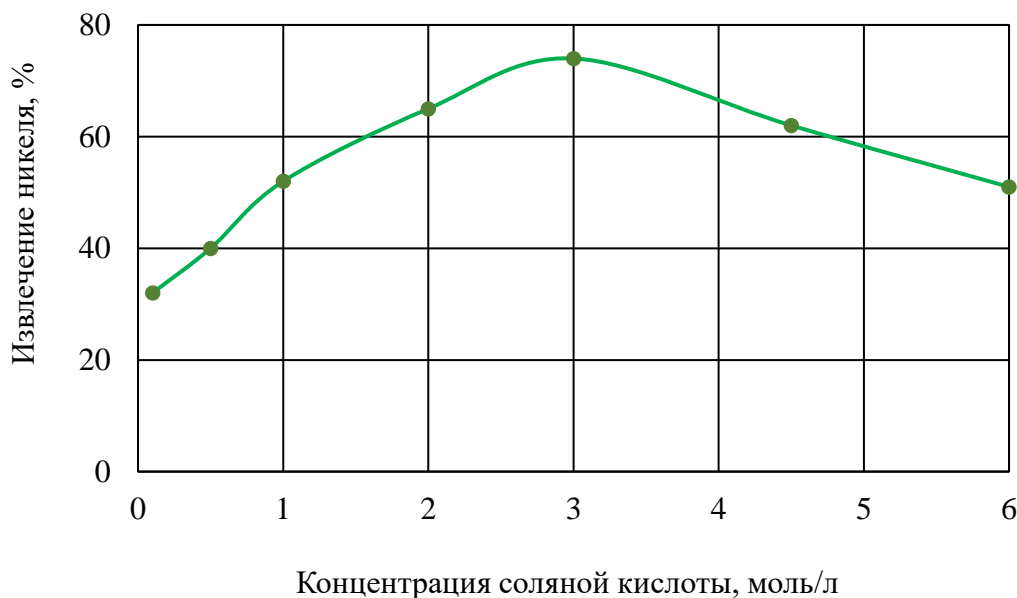


Рисунок 18 – Влияние концентрации соляной кислоты в составе водной фазы на степень извлечения никеля в фазу трибутилфосфата

Как видно на рисунке 18, кривая извлечения никеля в фазу трибутилфосфата из растворов с высокой концентрацией соляной кислоты имеет явный максимум в области концентрации соляной кислоты 3 моль/л.

2.7.2 Влияние продолжительности экстракции на извлечение никеля в фазу экстрагента на основе трибутилфосфата

Условия проведения экспериментов:

- соотношение водной и органической фаз $J_B:J_O = 1:1$;
- концентрация никеля в растворе – 2,4 г/л;
- концентрация трибутилфосфата в составе экстрагента – 25 об. %;
- температура, при которой осуществляли процесс экстракции – 25 °С;
- скорость вращения магнитного сердечника – 300 об./мин;
- концентрация соляной кислоты в водной фазе – 3 моль/л;
- продолжительность экстракции составляла 2, 5, 10, 15 и 20 минут.

Результаты экспериментов представлены на рисунке 19.

Как следует из приведенных данных, для успешной экстракции никеля из фазы ТБФ достаточно 10 минут.

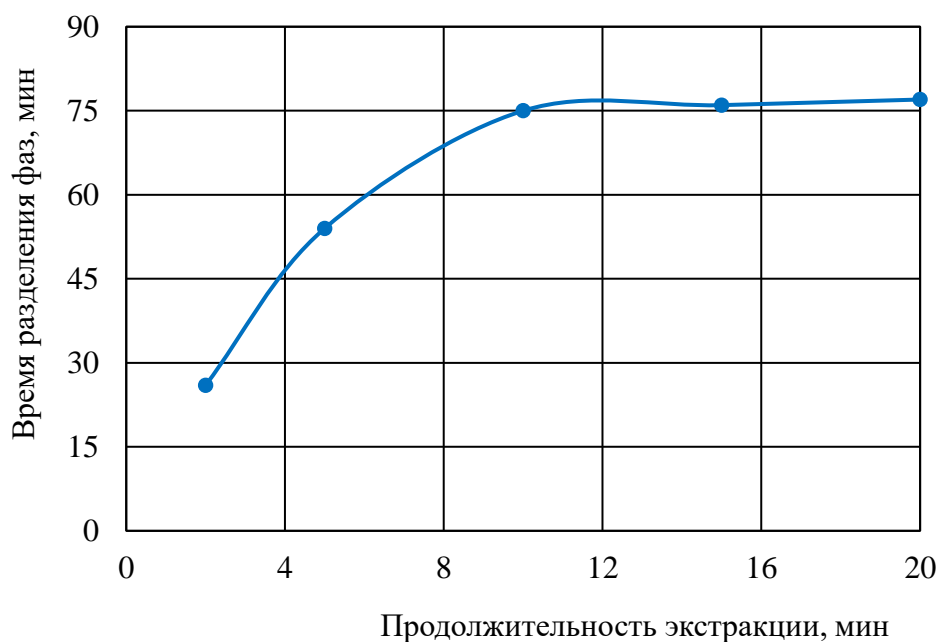


Рисунок 19 – Влияние продолжительности экстракции никеля на степень извлечения никеля в фазу трибутилфосфата

2.8 Поисковые опыты по реэкстракции никеля из экстракта на основе трибутилфосфата

Были сделаны поисковые опыты по реэкстракции никеля соляной кислотой, раствором хлорида натрия и водой.

Степень реэкстракции составила 73 % в случае использования раствора соляной кислоты 8 моль/л.

При реэкстракции горячей водой (температура 50 °С) степень реэкстракции никеля составила 98 %. Однако почти сразу в водном реэкстракте появлялся рыхлый светло-зеленый осадок, внешне идентичный гидроксиду никеля.

При реэкстракции никеля 0,5 моль/л раствором хлорида натрия в реэкстракт извлекалось около 97 % никеля. Раствор был достаточно стоек в течение трех дней, затем также, как в случае реэкстракции горячей водой, выпадал рыхлый светло-зеленый осадок.

2.9 Экстракция никеля смесью трибутилфосфата и экстрагента на основе смолы Октофор 10S

Рассмотренные выше зависимости позволяют сузить круг поиска оптимума при экстракции никеля смесями трибутилфосфата и фенолсодержащих реагентов. Кроме того, при изучении возможного явления синергизма было решено остановиться на одном из экстрагентов, содержащих фенольную смолу – Октофор 10S, поскольку именно при использовании этого реагента были достигнуты самые высокие показатели.

Общими условиями проведения исследований были:

- соотношение водной и органической фаз $J_{\text{В}}:J_{\text{О}} = 1:1$;
- концентрация никеля в растворе – 2,4 – 2,5 г/л;
- температура, при которой осуществляли процесс экстракции – 25 °С;
- скорость вращения магнитного сердечника – 300 об./мин;
- продолжительность экстракции – 20 минут;
- концентрация Октофор 10S в экстрагенте – 0,25 моль/л.

В рамках данного раздела эксперименты проводили концентрации ТБФ в растворе экстрагента 25 об. %.

При экстракции никеля варьировали pH водной фазы, при этом получили данные, которые сравнивали с теми, что были получены при экстракции ТБФ и экстрагентами на основе Октофор 10S. Результаты опытов в сравнении с чистыми экстрагентами представлены на рисунке 20.

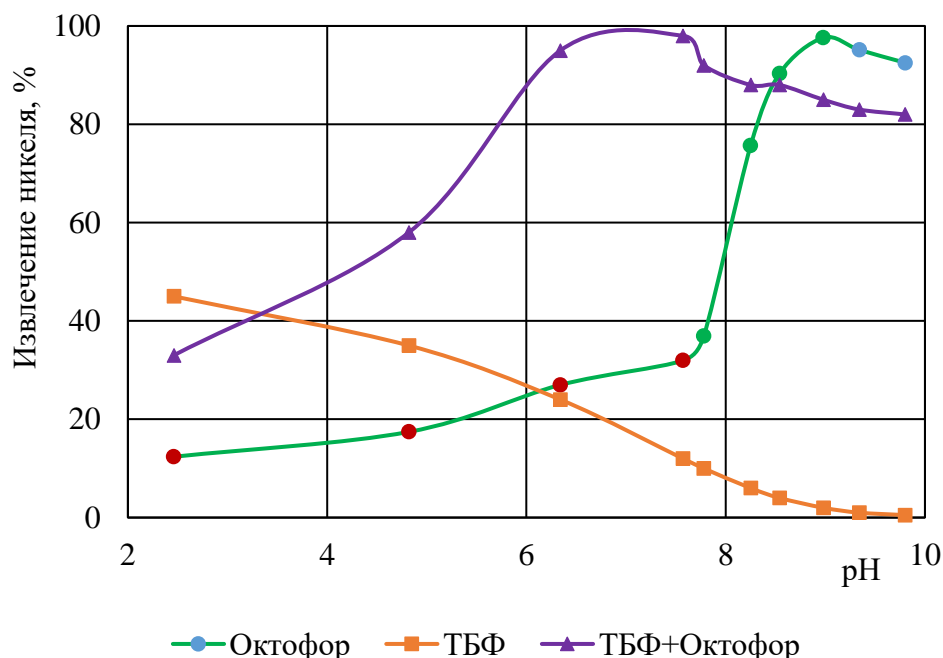


Рисунок 20 – Данные по экстракции никеля экстракционной смесью на основе ТБФ + Октофор 10S в сравнении с экстракцией чистыми экстрагентами

Как видно из приведенных на рисунке 16 данных, область оптимума по извлечению никеля сдвинулась в сторону меньших значений рН водной фазы и составила около 99 %. То есть налицо имеется положительный синергетический эффект при рН в интервале значений от 6,3 до 7,5 при использовании такой смеси реагентов.

Расчет синергетического эффекта производили относительно экстрагента на основе смолы марки Октофор 10S.

Его величина составила 109 единиц для области рН 6,3 – 7,5.

Реэкстракцию никеля провели по аналогии с трибутилфосфатом раствором хлорида натрия. Извлечение в реэкстракт составило 95,4 %.

Выводы по разделу 2:

– на основании термодинамического анализа диаграмм Пурбе для никельсодержащих систем сделан вывод, что никель следует извлекать из водных растворов методом экстракции в солянокислых и аммиачных средах. В случае сернокислых сред возможны потери никеля в виде твердого гидратированного сульфата никеля $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, который к тому же может вызывать крадообразование.

– из литературных источников известно, что олигомеры, полученные методом поликонденсации фенолов с альдегидами являются нестойкими в азотнокислых средах, поэтому экстракция никеля из азотнокислых сред экстрагентами на основе фенолсодержащих смол вряд ли возможна;

– сравнительный анализ экстракции никеля экстрагентами на основе фенолсодержащих смол показал, что при изучении влияния рН максимальное извлечение никеля достигается экстрагентом на основе Октофор – 10S (97,6 %). Такое извлечение приходится на рН = 8,98. Практически все зависимости имеют максимум в щелочной области рН. Без явного максимума в условиях проведения экспериментов протекает экстракция никеля экстрагентом на основе смолы Яррезин Б. Хуже всего экстрагирует никель смола 101Л, хотя кривая тоже имеет максимум в области рН около 9;

– анализ данных по времени разделения фаз в зависимости от рН водной фазы показал, что хуже всего разделение фаз протекает в щелочной области, причем сложнее всего это происходит в случае с экстрагентом на основе смолы Октофор–10S;

– интенсивности перемешивания равной 300 об./мин достаточно для осуществления экстракции никеля экстрагентами на основе фенолсодержащих смол, тем более, что при более высокой скорости перемешивания ухудшается разделение фаз;

– для достижения достаточных результатов по извлечению никеля в органическую фазу требуется продолжительность экстракции не более 15 минут (свыше 15 минут наблюдается дальнейший рост продолжительности расслаивания фаз на фоне мало изменяющегося извлечения никеля);

– опытные данные, полученные при реэкстракции никеля растворами соляной кислоты из экстрактов фенолсодержащих смол показали, что во всех случаях при концентрации соляной кислоты более 20 г/л восходящие кривые практически не изменяют наклон, то есть извлечение из органической фазы за одну ступень реэкстракции растет очень медленно. Наилучшие результаты получены при реэкстракции никеля соляной кислотой из экстрактов на основе смол Яррезин Б и Октофор 10S;

– степень извлечения никеля в области рН от 2,8 до 9 трибутилфосфатом не велика (не более 45 %). Наблюдения показали, что во всем интервале рН продолжительность разделения фаз практически не изменяется и составляет в среднем 8 минут;

– кривая извлечения никеля в фазу трибутилфосфата из растворов с высокой концентрацией соляной кислоты имеет явный максимум в области концентрации соляной кислоты 3 моль/л, при которой извлечение никеля составляет 74 %;

– поисковые опыты по реэкстракции никеля из показали, что раствор хлорида натрия может быть с успехом использован для реэкстракции никеля из фазы экстракта на основе трибутилфосфата;

– при экстракции никеля смесью трибутилфосфата и экстрагента на основе смолы марки Октофор 10S область оптимума по извлечению никеля сдвинулась в сторону меньших значений рН водной фазы, извлечение составило около 99 %. То есть налицо имеется положительный синергетический эффект при рН в интервале значений от 6,3 до 7,5 при использовании такой смеси реагентов. Расчет синергетического эффекта производили относительно экстрагента на основе смолы марки Октофор 10S. Его величина составила 109 единиц для области рН 6,3 – 7,5;

– реэкстракцию никеля из фазы смешанного экстрагента с успехом можно проводить раствором хлорида натрия. Извлечение в реэкстракт при этом составило 95,4 %.

3 Расчет затрат на выполнение исследований

В состав экономической части настоящей дипломной работы входит расчет затрат на проведение исследований производится по формуле [27]:

$$Z = Z_1 + Z_2 + Z_3 + Z_4 + Z_5, \quad (16)$$

где Z – затраты на проведение исследований

Z_1 – затраты на основные и вспомогательные материалы;

Z_2 – затраты на электроэнергию;

Z_3 – затраты на холодную воду;

Z_4 – заработная плата;

Z_5 – амортизационные отчисления.

Затраты на основные и вспомогательные материалы приведены в таблице 5, в их числе – затраты на химические реагенты, химическую посуду и материалы для исследований.

Таблица 5 – Затраты на основные и вспомогательные материалы

Наименование материалов	Расход материалов	Стоимость единицы, тг	Общая стоимость, тг
Мерная колба (1000 мл), шт.	2	800	1600
Коническая колба (100 мл), шт.	10	800	8000
Стакан (400 мл), шт.	3	800	2400
Стакан (50 мл), шт.	5	300	1500
Бюретка (25 мл), шт.	1	3000	3000
Бутыль (1000 мл), шт.	3	400	1200
Стеклянная палочка, шт.	2	50	100
Коническая воронка, шт.	3	400	1200
Алундовая ступка с пестиком, шт.	1	6000	6000
Мензурка (50 мл), шт.	2	800	1600
Мензурка (500 мл), шт.	1	1500	1500
Мензурка (1000 мл), шт.	1	2200	2200
Пипетка Мора (1 мл), шт.	1	200	200
Пипетка Мора (5 мл), шт.	1	500	500
Пипетка Мора (10 мл), шт.	1	600	600
Делительная воронка, шт.	4	4500	18000
Хлорид аммония, кг	0,1	1000	100
Хлорид никеля ($NiCl_2 \cdot 6H_2O$), кг	0,8	1200	960
Хлорид калия, кг	0,1	1070	107
Серная кислота, л	0,5	1500	750
Соляная кислота, л	0,5	700	350

Продолжение таблицы 5

Наименование материалов	Расход Материалов	Стоимость единицы, тг	Общая стоимость, тг
Фиксанал «Трилон Б», шт.	1	4500	4500
Водный раствор аммиака, л	0,2	2300	460
Буферный раствор 1 (рН = 1,68)	0,5	2300	1150
Буферный раствор 2 (рН = 6,86)	0,5	1700	850
Буферный раствор 3 (рН = 9,18)	0,5	2700	1350
Керосин, л	2,0	625	1250
Октофор 10 S, кг	0,3	3900	1170
Яррезин Б, кг	0,3	3500	1050
ТБФ, кг	0,3	4000	1200
Бутанол – 2, л	0,5	3000	1500
Мурексид, кг	0,01	170000	3400
Индикаторная бумага, шт	1	1500	1500
Итого З ₁ :			71247

Расчет затрат на электроэнергию. В данной работе электричество потребляют механическая мешалка, рН – метр, аналитические весы и дистиллятор. Работа выполнялась в дневное время, поэтому затрат электроэнергии на освещение не было.

Затраты на электроэнергию приведены в таблице 6.

Таблица 6 – Затраты на электроэнергию

Наименование оборудования	Мощность, кВт/ч	Время работы, ч	Количество затраченной электро- энергии, кВт	Тариф на электро- энергию, тг	Затраты на электро- энергию, тг
Механическая мешалка	0,5	60	30	19,17	575,1
рН–метр	0,01	30	0,6		11,5
Дистиллятор	1,0	90	90		1725,3
Аналитические весы	0,01	30	0,6		11,5
Спектрофото– метр	0,5	20	10		191,7
Итого З ₂ :					2515,1

Расход холодной воды. Расходы воды на мытье химической посуды и приготовление растворов составили 15 м³. Тариф на холодную воду и канализацию составляет 161,13 тенге, тогда потребление холодной воды с учетом затрат на канализацию будет составлять:

$$Z_3 = 15 \cdot 161,13 = 2416,95 \text{ тг.} \quad (17)$$

Расчет амортизационных отчислений. Норму (H_a) определяют по сроку службы оборудования согласно формуле [28], [29]:

$$H_a = 100/V, \quad (18)$$

где V – срок службы оборудования.

Расчет стоимости оборудования и амортизационных отчислений приведен в таблице 7.

Таблица 7 – Амортизационные отчисления на оборудование (Z_4)

Наименование Оборудования	Срок службы, лет	Количество	Цена, тыс. тг	Годовая стоимость, тг	H_a , %	Годовая сумма амортизации (А), тг
Магнитная мешалка	10	1	400000	400000	10	40000
pH-метр	10	1	160000	160000	10	16000
Дистиллятор	10	1	350000	350000	10	35000
Аналитические весы	10	1	500000	500000	10	50000
Спектрофотометр	10	1	2000000	2000000	10	200000
Итого за год:				3410000		341000

Поскольку работа выполнялась в течение 6 месяцев, то за этот период амортизационные отчисления составили:

$$341000:12*6 = 47360 \text{ тенге.} \quad (19)$$

Расчет заработной платы и социальных отчислений произведен для научного руководителя дипломной работы и представлен в таблице 8.

Общие затраты на исследования рассчитаны по формуле (16), сведены в таблицу 19 и представлены на рисунке 21.

Таблица 8 – Расходы на заработную плату и начисления (З₅)

Количество работающих	Заработная плата на 1 магистерскую диссертацию, тг	Социальные отчисления (21 %), тг	Начисления в фонд занятости (2 %), тг	Всего, тг
2	5700,0	1197,0	114,0	7010,0

Таблица 9 – Общие затраты на научно-исследовательскую работу

Наименование затрат	Сумма затрат, тг	Доля затрат, %
Основные и вспомогательные материалы (З ₁)	71247	54,57
Электричество (З ₂)	2515,1	1,92
Холодная вода и канализация (З ₃)	2416,95	1,86
Амортизационные отчисления за 6 месяцев работы (З ₄)	47360,00	36,28
Заработная плата (З ₅)	7010,00	5,37
Итого затрат (З):	130549,05	100



Рисунок 21 – Затраты на проведение исследований по теме магистерской диссертации

Как следует из представленных расчетов на выполнение исследований в рамках магистерской диссертации основную часть затрат составляют расходы на основные и вспомогательные материалы – 71247 тг (54,57 %).

Выводы по разделу 3:

– основным видом затрат на выполнение исследований являются расходы на основные и вспомогательные материалы, их доля в сумме затрат – 56,8 %;

– затраты на основные и вспомогательные материалы могут быть снижены при аккуратной работе (стеклянная посуда будет использована в последующих исследованиях) и при использовании математического планирования, при котором сократится число опытов и анализов.

4 Безопасность и охрана труда

4.1 Организация безопасной работы в лаборатории

Магистерская диссертация выполнялась в лаборатории спецкурсов кафедры «Металлургические процессы, теплотехника и технология специальных материалов» Института промышленной инженерии и металлургии. (ГМК, ауд. 302). В ходе выполнения исследований были соблюдены требования Трудового Кодекса Республики Казахстан и нормативной базы по технике безопасности и охране труда [30], [32].

Лаборатория, в которой выполнялась работа, отвечала всем требованиям безопасности, в лаборатории имеется приточно-вытяжная вентиляция, освещение днем обеспечивается за счет наличия 4 больших окон, вечером – с помощью люминисцентных ламп, количество которых достаточно, чтобы проводить исследования. Оборудование находится в исправном состоянии и по своему функциональному назначению соответствует теме дипломной работы.

Перед выполнением исследований студенты и сотрудники проходят вводный и текущий инструктажи по технике безопасности. И только затем допускаются работать с электрическим током, химическими реактивами, электронагревательным оборудованием. При выполнении настоящей дипломной работы имеются средства индивидуальной защиты: хлопчатобумажный халат для обеспечения защиты работающего от попадания химических реактивов на одежду и кожу, резиновые перчатки для защиты кожи рук, резиновые груши для отбора проб водных растворов, щипцы для работы с нагретыми предметами [33].

4.2 Анализ опасных и вредных производственных факторов

При выполнении данной работы возможно получение следующих производственных травм: получение химических ожогов и отравлений при работе с растворами кислот, раствором гидроксида аммония, органических соединений, солей никеля и поражение электрическим током при контакте с неисправным электрооборудованием.

Для профилактики профессиональных заболеваний большое значение имеет установление предельно допустимых концентраций вредных веществ. Предельно – допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны, которой считается согласно ГОСТ 12.1.005-2004 пространство высотой до 2 метров от уровня или площадки, на которой находится место постоянного пребывания работающих [34], а также характеристика используемых в работе химических реактивов представлены в таблице 10. Как следует из приведенных данных, наиболее опасными веществами,

применяемыми в настоящих исследованиях являются соли никеля и раствор гидроксида аммония, которые относятся ко второму классу опасности.

Таблица 10 – Токсикологическая характеристика химических реактивов, используемых в работе

Наименование вещества, его характеристика	Класс опасности	Характеристика воздействия на организм	Агрегатное состояние	ПДК, мг/м ³
Раствор аммиака (NH ₄ OH)	4	Раздражают дыхательные пути, вызывают ожог кожных покровов и слизистых оболочек рта и носа	Жидкость	20
Серная кислота (H ₂ SO ₄)	4		Жидкость	5
Соляная кислота (HCl)	4		Жидкость	5
Керосин	4	Приводит к ожогам слизистых оболочек и органов, потемнению кожи	Жидкость	300
Изобутанол (C ₄ H ₉ O)	4	Раздражает слизистые оболочки, поражает зрение и паренхиматозные органы	Жидкость	10
Соли никеля (NiSO ₄ *6H ₂ O, NiCl ₂ *6H ₂ O)	1	Высокотоксичен, является раздражителем и аллергеном	Твердое	0,005
Смола Октофор–10S	4	Пыль смолы при измельчении является аллергеном и раздражителем верхних дыхательных путей	Твердое	5
ТБФ	4	При вдыхании вызывает слабость, головокружение, нарушение ритма дыхания.	Жидкость	0,5

4.3 Обеспечение безопасности при работе в лаборатории

Противопожарные мероприятия. В лаборатории имеются в наличии все необходимые средства для тушения пожара: огнетушители, песок, инвентарь. Обеспечен доступ к действующим водопроводным раковинам и

гидрантам. В КазНИТУ имени К.И. Сатпаева действуют следующие организационные противопожарные мероприятия: запрещение курения, запрещение пользования открытым огнем, разработка планов эвакуации людей и имущества из помещений, обучение персонала мерам пожарной безопасности.

При возникновении пожара необходимо выключить вентиляцию и электроприборы, обеспечить прекращение подачи в помещение горючих газов и кислорода, удалить из помещения горючие вещества, ценные бумаги и оборудование; немедленно сообщить в пожарную охрану по телефону 101; одновременно с принятием всех мер, приступить к ликвидации пожара имеющимися первичными средствами пожаротушения [35].

Обеспечение безопасности при работе с химическими реактивами. Вещества, способные вызвать отравление относятся к токсичным. Токсичные вещества проникают в организм тремя путями: через дыхательные пути, через пищеварительный тракт и через кожу [29]. Предотвратить их проникновение можно, если работать в вытяжном шкафу при включенной вентиляции. Едкие растворы и твердые отходы собирали в специальные емкости, к которым их потом нейтрализовали. При работе с кислотами и щелочами соблюдали специальные правила. Растворы в пипетки набирали с помощью специальных груш.

Обеспечение безопасности при работе с электроприборами [35], [37]. Безопасная работа с электрооборудованием может быть обеспечена при соблюдении следующих правил его подготовки и эксплуатации:

- устройство и условия эксплуатации электрооборудования в химических лабораториях должны соответствовать требованиям действующих Правил устройства электроустановок;
- питание электроприборов кабинета (лаборантской) химии должно осуществляться от щита с разделительными трансформаторами, подсоединенного к электрическому вводу через защитное – отключающее устройство;
- химические лаборатории должны быть оснащены оборудованием промышленного производства. Запрещается использовать самодельные приборы;
- все электрооборудование, электроинструменты при напряжении свыше 42 В, а также оборудование и механизмы, которые могут оказаться под напряжением, должны быть надежно занулены;
- в случае перебоев подачи электроэнергии все электроприборы должны быть немедленно выключены;
- штепсельные розетки, вилки, применяемые для напряжения 42 В, по конструктивному исполнению должны отличаться от обычных штепсельных соединений, предназначенных для напряжения 220 В, и исключать возможность включения вилок на 42 В в штепсельные розетки на 220 В;
- все розетки в химической лаборатории должны быть промаркированы с указанием подаваемого напряжения;

- запрещается подавать на лабораторные столы напряжение переменного тока выше 42 В и постоянного – выше 110 В;
- все токоведущие элементы электрических приборов должны быть надежно защищены от случайных прикосновений;
- запрещается использовать выключатели, штепсельные розетки для подвешивания плакатов;
- при эксплуатации электронагревательных приборов необходимо следить за тем, чтобы их установка исключала непосредственную близость легковоспламеняющихся веществ, материалов, предметов и конструкций;
- запрещается работать на неисправных электрических приборах и установках. О всех обнаруженных дефектах в изоляции проводов, о неисправности штепсельных вилок, розеток и т.п., а также занулении следует немедленно сообщить администрации;
- запрещается переносить включенные электроприборы и оставлять их без надзора;
- запрещается загромождать подходы к электрическим устройствам;
- осмотр и чистка электроприбора производятся при его отключении от сети (особенно в опытах по электролизу);
- после подготовки прибора к опыту и сборки электрической схемы она должна быть проверена учителем, и только после этого можно включить прибор в сеть;
- перед включением прибора в сеть необходимо убедиться, соответствует ли напряжение, на которое рассчитан прибор, напряжению сети;
- нельзя пользоваться для включения прибора аппаратным шнуром без вилки, т.к. при этом можно легко получить электрический удар;
- при получении нового электроприбора необходимо прежде всего внимательно изучить инструкцию и, в случае неясности некоторых вопросов, получить консультацию у электрика;
- все электронагревательные приборы должны иметь теплоизолирующие ножки, и их нужно устанавливать на жаростойкие подставки;
- все электроприборы необходимо оберегать от сырости и особенно от наличия в атмосфере, где они хранятся, паров соляной и других кислот;
- запрещается брать электрические приборы голыми руками! В случае попадания на электрический прибор влаги его необходимо немедленно обесточить. Возобновить эксплуатацию прибора возможно лишь после его полного высыхания.

Выводы по разделу 4:

- в работе рассмотрены анализ опасных и вредных производственных факторов и безопасные приемы работы при условии обеспечения пожаробезопасности, соблюдении правил техники безопасности при работе с химическими реагентами и электроприборами.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе выполнения магистерской диссертационной работы выполнены все задачи, цель работы достигнута, в частности:

1) критический анализ литературных данных показал, что:

– в ионном виде никель может находиться в кислых и аммиачных растворах, причем в аммиачных растворах никель образует комплексы;

– ионы никеля легко гидролизуются, могут присутствовать в водных растворах в виде гидроксокомплексов или выпадать в осадок в виде гидроксидов и малорастворимых солей;

– экстракционным методом никель может быть извлечен из водных растворов при разном рН водной фазы в зависимости от класса применяемых экстрагентов, к числу которых следует отнести экстрагенты на основе алкилфенольных смол;

– при экстракции никеля смесями экстрагентов может проявиться синергетный эффект, в результате которого повышается извлечение никеля в органическую фазу;

– реэкстракция никеля чаще всего проводится растворами неорганических кислот;

2) результаты, полученные в экспериментальной части, показали, что:

– на основании термодинамического анализа диаграмм Пурбе для никельсодержащих систем сделан вывод, что никель следует извлекать из водных растворов методом экстракции в солянокислых и аммиачных средах. В случае серноокислых сред возможны потери никеля в виде твердого гидратированного сульфата никеля $\text{NiSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, который к тому же может вызывать крадообразование.

– из литературных источников известно, что олигомеры, полученные методом поликонденсации фенолов с альдегидами являются нестойкими в азотнокислых средах, поэтому экстракция никеля из азотнокислых сред экстрагентами на основе фенолсодержащих смол вряд ли возможна;

– сравнительный анализ экстракции никеля экстрагентами на основе фенолсодержащих смол показал, что при изучении влияния рН максимальное извлечение никеля достигается экстрагентом на основе Октофор–10S (97,6 %). Такое извлечение приходится на рН = 8,98. Практически все зависимости имеют максимум в щелочной области рН. Без явного максимума в условиях проведения экспериментов протекает экстракция никеля экстрагентом на основе смолы Яррезин Б. Хуже всего экстрагирует никель смола 101Л, хотя кривая тоже имеет максимум в области рН около 9;

– анализ данных по времени разделения фаз в зависимости от рН водной фазы показал, что хуже всего разделение фаз протекает в щелочной области, причем сложнее всего это происходит в случае с экстрагентом на основе смолы Октофор–10S;

– интенсивности перемешивания равной 300 об./мин достаточно для осуществления экстракции никеля экстрагентами на основе фенолсодержащих смол, тем более, что при более высокой скорости перемешивания ухудшается разделение фаз;

– для достижения достаточных результатов по извлечению никеля в органическую фазу требуется продолжительность экстракции не более 15 минут (свыше 15 минут наблюдается дальнейший рост продолжительности расслаивания фаз на фоне мало изменяющегося извлечения никеля);

– опытные данные, полученные при реэкстракции никеля растворами соляной кислоты из экстрактов фенолсодержащих смол показали, что во всех случаях при концентрации соляной кислоты более 20 г/л восходящие кривые практически не изменяют наклон, то есть извлечение из органической фазы за одну ступень реэкстракции растет очень медленно. Наилучшие результаты получены при реэкстракции никеля соляной кислотой из экстрактов на основе смол Яррезин Б и Октофор 10S;

– степень извлечения никеля в области рН от 2,8 до 9 трибутилфосфатом не велика (не более 45 %). Наблюдения показали, что во всем интервале рН продолжительность разделения фаз практически не изменяется и составляет в среднем 8 минут;

– кривая извлечения никеля в фазу трибутилфосфата из растворов с высокой концентрацией соляной кислоты имеет явный максимум в области концентрации соляной кислоты 3 моль/л, при которой извлечение никеля составляет 74 %;

– поисковые опыты по реэкстракции никеля из показали, что раствор хлорида натрия может быть с успехом использован для реэкстракции никеля из фазы экстракта на основе трибутилфосфата;

– при экстракции никеля смесью трибутилфосфата и экстрагента на основе смолы марки Октофор 10S область оптимума по извлечению никеля сдвинулась в сторону меньших значений рН водной фазы, извлечение составило около 99 %. То есть налицо имеется положительный синергетический эффект при рН в интервале значений от 6,3 до 7,5 при использовании такой смеси реагентов. Расчет синергетического эффекта производили относительно экстрагента на основе смолы марки Октофор 10S. Его величина составила 109 единиц для области рН 6,3 – 7,5;

– реэкстракцию никеля из фазы смешанного экстрагента с успехом можно проводить раствором хлорида натрия. Извлечение в реэкстракт при этом составило 95,4 %;

3) выполненные экономические расчеты показали, что:

– основным видом затрат на выполнение исследований являются расходы на основные и вспомогательные материалы, их доля в сумме затрат – 56,8 %;

– затраты на основные и вспомогательные материалы могут быть снижены при аккуратной работе (стеклянная посуда будет использована в

последующих исследованиях) и при использовании математического планирования, при котором сократится число опытов и анализов;

4) анализ вредных и опасных факторов при выполнении исследований показал, что возможно получение химических ожогов и отравлений при работе с растворами кислот, гидроксида аммония, керосина и солей никеля, а также поражение электрическим током при контакте с неисправным электрооборудованием;

Научная и познавательная ценность выполненной магистерской диссертационной работы состоит в том, что показана возможность экстракционного извлечения никеля из водных растворов смесями экстрагентов на основе алкилфенольных смол и трибутилфосфата. При экстракции смесями экстрагентов достигается положительный синергетический эффект, равный 109 единицам. Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологий, связанных с переработкой рудного никельсодержащего сырья Республики Казахстан и при извлечении никеля из промышленных растворов и стоков.

Социальная ценность исследований заключается в возможности извлечения никеля из сточных вод различных предприятий и снижении нагрузки на окружающую среду.

ПЕРЕЧЕНЬ ПРИНЯТЫХ СОКРАЩЕНИЙ, ТЕРМИНОВ

Перечень принятых обозначений и сокращений:

- Z – затраты на проведение исследований;
- H_a – норма амортизации;
- C_n – нормальность раствора;
- $V(\text{NiA})$ – объем раствора соли никеля для анализа, мл;
- $V(\text{Тр Б})$ – объем Трилона Б на титрование, мл;
- $C_{\text{Niисх}}$ – исходная концентрация никеля, г/л;
- C_{Ni}^{B} – концентрация никеля в водной фазе, г/л;
- C_{Ni}^{O} – концентрация никеля в органической фазе, г/л;
- E – степень извлечения;
- D – коэффициент распределения металла.

Перечень терминов:

- жидкостная экстракция – процесс перевода одного или нескольких компонентов раствора из одной жидкой фазы в контактирующую и не смешивающуюся с ней другую жидкую фазу, содержащую избирательный растворитель (экстрагент);
- реэкстракция – процесс извлечения металла из экстракта в водный раствор;
- экстрагент – органическое вещество, образующее с извлекаемым металлом комплекс или соль, способные растворяться в органической фазе;
- разбавитель – органический растворитель, используемый для растворения твердых экстрагентов, для повышения растворимости экстракционного соединения в органической фазе;
- экстракт и рафинат – органическая и водная фазы после процесса экстракции;
- реэкстракт – водная фаза, полученная после процесса реэкстракции;
- степень извлечения – процент извлечения вещества в органическую фазу от общего его количества в обеих фазах;
- хлорид никеля ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) – желтовато-зеленый кристаллический порошок, растворимый в воде, спирте, эфире;
- трибутилфосфат – фосфоорганическое соединение с химической формулой $(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{PO}$;
- изооктанол – органическое соединение, химическая формула данного вещества – $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{CH}_2\text{OH}$;
- октофор 10S, яррезин Б – смолы для приготовления экстрагента;
- рН–метр – прибор для измерения водородного показателя (показателя рН), характеризующего активность ионов водорода в растворах, воде.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

- 1 Резник И.Д., Ермаков Г.П., Шнеерсон Я.М. Никель. - М.: Наука и технологии. - 2000. - В 3-х томах. – Т. 1. – 617 с.
- 2 Производство никель-кобальтовой продукции в Казахстане. Электронный ресурс - https://damu.kz/upload/iblock/51c/MarketingovoeIssledovanie_ProizvodstvoNikel_kobaltovovoyProduksiiVKazakhstane.docx
- 3 Цветная металлургия Республики Казахстан. – Электронный ресурс: https://rusmet.ru/cvetnaya_metallurgiya_respubliki_kazahstan/ Дата обращения к сайту: 25.03.2022.
- 4 В. М. Пешкова, В. М. Савостина Аналитическая химия никеля, 1966. – 5-7 с.
- 5 Н. В. Марченко, Е. П. Вершинина, Э. М. Гильдебрандт Металлургия тяжелых цветных металлов [Электронный ресурс], 2009. – 194 – 200 с.
- 6 Третьяков Ю.Д. и др. Неорганическая химия. Химия элементов: Учебник в 2 томах. Том 1/ Ю.Д. Третьяков, Л.И. Мартыненко, А.Г. Григорьев, А.Ю. Цивадзе. - 2-е изд., перераб. и доп. - М.: Изд-во МГУ; ИКЦ «Академкнига», 2007. - 537 с.
- 7 Кожина Л.Ф., Косырева И.В., Ли Е.П. Никель и его соединения: свойства и методы определения, 2017. – 8 – 12 с.
- 8 Тарасов А.В., Уткин Н.И. Общая металлургия. – М.: Металлургия, 1997. – 592 с.
- 9 Перельман Ф. М., Зворыкин А. Я. Кобальт и никель. – М.: Наука, 1975. – 215 с.
- 10 Вейзагер М.Л. Современные методы переработки окисленных никелевых руд за рубежом/ М.Л. Вейзагер, С.П. Кормилицын // Цветные металлы.– 1992.– №6. – С.11 –16
- 11 Борбат В.Ф. Новые процессы в металлургии никеля и кобальта/ В.Ф. Борбат, И.Ю. Лещ. – М.: Металлургия. – 1976. – 360 с
- 12 Набойченко С.С. Автоклавная гидromеталлургия цветных металлов / С.С. Набойченко и др. – Екатеринбург – ГОУ УГТУ – УПИ. – 2002. – 940 с
- 13 Floyd JM, Lightfoot, BW Robilliard KR, Swayn GP, Плавка никелевого латерита и прочих никелевых оксидных материалов, содержащих железо Номер Австралийского Патента 633153, действует до 10/10/2010
- 14 Фан Р., Герсон А.Р., Минералогическая характеристика индонезийских латеритов до и после атмосферного выщелачивания, 2013. –102 – 109 с.
- 15 Ритси Г.М., Хейворд Н.Л., Салинович Т., Извлечение никеля и кобальта из латеритных руд, австралийский патент №. AU–В–40890, 1996.
- 16 Цакиридис П.Э., Агацини С.Л., Способ извлечения кобальта и никеля в присутствии магния и кальция из сульфатных растворов с помощью Versatic 10 и Cyanex 272, 2004. – 535 – 543 с.

17 Престон С., Экстракция металлов карбоновыми кислотами растворителем, 1985. – 171 – 188 с.

18 Ченг С.У., Экстракция никеля и кобальта растворителем синергетическими системами, 2006. – 109–117 с.

19 Михайлович И., Краузе Э., Колтон Д.Ф., Окита Ю., Ж.П. Дутерке Ж.П., Перро Ж.Ж., Разработка нового гидрометаллургического процесса извлечения никеля и кобальта из Латеритовая руда Горо, 2000. – 124 – 130 с.

20 Ванг Л.Ю., Ли М.С., Синергетическая экстракция Co(II) над Ni(II) из хлоридных растворов смесью Cyanex 301 и LIX 63, 2017.

21 Бурже С., Яковлевич Б., Нуччароне Д., бинарные экстрагирующие системы CYANEX®301 для извлечения кобальта/никеля из кислых сульфатных растворов, 2005. – 203 – 218 с.

22 Яковлевич Б., Бурже К., Нуччароне Д., бинарные экстрагирующие системы CYANEX ® 301 для извлечения кобальта/никеля из кислых хлоридных растворов, 2004. – 25 – 36 с.

23 Флейтлих И.Ю., Пашков Г.Л., Григорьева Н.А., Никифорова Л.К., Плешков М.А., Шнеерсон Ю.М., Извлечение кобальта и никеля из сульфатной среды, содержащей кальций, марганец и магний, смесью CYANEX 301 и триалкиламина, 2011. – 782 – 799 с.

24 Лю Ю., Нам С.Х., Ли М.С., Удаление Fe(III) из загруженной смеси D2EHPA и ТБФ с серной кислотой, содержащей восстановители, 2014. – 2109 – 2113.

25 Wang, L. Y., & Lee, M. S. (2017). Recovery of Co(II) and Ni(II) from chloride leach solution of nickel laterite ore by solvent extraction with a mixture of Cyanex 301 and TBP. *Journal of Molecular Liquids*, 240, 345 – 350. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2017.05.103>

26 Haghshenas Fatmehsari, D., Darvishi, D., Etemadi, S., Eivazi Hollagh, A. R., Keshavarz Alamdari, E., & Salardini, A. A. (2009). Interaction between TBP and D2EHPA during Zn, Cd, Mn, Cu, Co and Ni solvent extraction: A thermodynamic and empirical approach. *Hydrometallurgy*, 98(1-2), 143 – 147. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2009.04.010>

27 Crundwell, F. K., Moats, M. S., Ramachandran, V., Robinson, T. G., & Davenport, W. G. (2011). Separation of Nickel and Cobalt by Solvent Extraction. *Extractive Metallurgy of Nickel, Cobalt and Platinum Group Metals*, 315 – 326. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2022.121326>

28 Cheng, C. Y., Barnard, K. R., Zhang, W., Zhu, Z., & Pranolo, Y. (2016). Recovery of nickel, cobalt, copper and zinc in sulphate and chloride solutions using synergistic solvent extraction. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 24(2), 237 – 248. <https://doi.org/10.1016/j.cjche.2015.06.002>

29 Sulaiman, R. N. R., & Othman, N. (2018). Solvent extraction of nickel ions from electroless nickel plating wastewater using synergistic green binary mixture of D2EHPA – octanol system. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 6(2), 1814 – 1820. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.02.035>

30 Study of the mechanism of Ni(II) dialysis, by extraction with D2ЕНРА, through an ultrafiltration membrane Julie Marty, Michel Persin, Jean Sarrazin* Journal of Membrane Science 137 (1997) 211 – 218 // Электронная версия на сайте 1-s2.0-S0376738897002056-main.pdf

31 Чернышева Ю.Г., Чернышев Э.А. Анализ финансово-хозяйственной деятельности предприятия. – Ростов на Дону: Экономика, 2003. – 304 с.

32 Немцев В.Н. Экономический анализ эффективности промышленного предприятия. – Магнитогорск: Наука, 2004.

33 Прусакова М. Ю. Оценка финансового состояния предприятия. Методики и приемы. – М.: Вершина, 2008. – 80 с.

34 Закон РК «О безопасности и охране труда» от 28 февраля 2004 г. // Электронная версия на сайте www.government.kz

35 Закон РК «О труде в Республике Казахстан» от 10 декабря 1999 г. // Электронная версия на сайте <http://www.government.kz>

35 Закон «О промышленной безопасности на опасных производственных объектах» от 03 апреля 2002 г. // Электронная версия на сайте <http://www.government.kz>

37 Горшкова С.И. Производственная эргономика. – М.: Медицина, 1979. – 312 с.

38 Закон «О пожарной безопасности» от 26 мая 2008 г. // Электронная версия на сайте <http://www.government.kz>

Приложение А. Оттиски опубликованных научных трудов



**"СӘТБАЕВ ОҚУЛАРЫ-2022. ҚАЗІРГІ ҒЫЛЫМИ ЗЕРТТЕУЛЕРДІҢ
ТРЕНДТЕРІ" ХАЛЫҚАРАЛЫҚ ҒЫЛЫМИ-ПРАКТИКАЛЫҚ
КОНФЕРЕНЦИЯ ЕҢБЕКТЕРІ**

12 сәуір 2022 ж.

III Том

**ТРУДЫ МЕЖДУНАРОДНОЙ НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКОЙ
КОНФЕРЕНЦИИ «САТБАЕВСКИЕ ЧТЕНИЯ – 2022. ТРЕНДЫ
СОВРЕМЕННЫХ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ»**

12 апреля 2022 г.

Том III

**PROCEEDINGS OF THE INTERNATIONAL SCIENTIFIC AND PRACTICAL
CONFERENCE "SATBAYEV CONFERENCE - 2022. TRENDS IN MODERN
SCIENTIFIC RESEARCH"**

12 April 2022

Volume III

Алматы 2022

Труды Международной научно-практической конференции «САТПАЕВСКИЕ ЧТЕНИЯ – 2022. ТRENДЫ СОВРЕМЕННЫХ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ».

- Шокпаров А.Ж.** – Член Правления - Проректор по науке и международному сотрудничеству, **председатель**
- Бактыгали Ж.К.** – Директор Департамента науки, **ответственный исполнитель**
- Сыздыков А.Х.** – Директор Института геологии и нефтегазового дела
- Рысбеков К.Б.** – Директор Горно-металлургического института
- Ускенбаева Р.К.** – Директор Института автоматизации и информационных технологий
- Елемесов К.К.** – Директор Института энергетики и машиностроения
- Куспангалиев Б.У.** – Директор Института архитектуры и строительства
- Амралинова Б.Б.** – Директор Института управления проектами
- Удербасов А.Ж.** – И.о. директора Института базового образования
- Узбаева Б.Ж.** – Директор Научной библиотеки

«Сатбаев окулары-2022. Қазіргі ғылыми зерттеулердің трендтері» = «Сатпаевские чтения – 2022. Тренды современных научных исследований» = "Satbayev conference - 2022. Trends in modern scientific research": Материалы Международной научно-практической конференции – Алматы: КазННТУ, 2022.-Том 3.239- с. – Англ., каз., рус.

ISBN 978-601-323-291-1

В сборнике рассматриваются тренды современных научных исследований следующих направлений: Науки о Земле; Актуальные вопросы биотехнологии, химической технологии и защиты окружающей среды; Энергетика и машиностроение; Инновационные технологии в геопространственной инженерии и горном деле; Прогрессивные технологии в ИКТ; Проблемы и перспективы развития архитектуры и строительной инженерии в современных условиях; Управление развитием бизнеса, проектный менеджмент и логистика; Современные тенденции преподавания базовых дисциплин в эпоху цифровой трансформации.

ISBN 978-601-323-291-1
ISBN 978-601-323-292-8

© КазННТУ им. К.И. Сатпаева, 2022 г.

ЭКСТРАКЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ НИКЕЛЯ РЕАГЕНТОМ НА ОСНОВЕ АЛКИЛФЕНОЛЬНОЙ СМОЛЫ «ОКТОФОР-10S»

Д.М. Зейлгабиденова^{ORCID}, Г.А. Усольцева^{ORCID}, А.Б. Сұлтанбаева^{ORCID}, А.Ж. Алтмышбаева^{ORCID}
Satbayev University, Казахстан, г. Алматы

* g.ussoltseva@satbayev.university

Аннотация. В статье рассматривается и доказывается возможность использования экстрагента на основе алкилфенольной смолы «Октофор-10S». Для этого было изучено влияние на процесс экстракции двух факторов: pH исходной водной фазы и продолжительности экстракции. Установлено, что извлечение никеля сильно зависит от pH водной фазы. Показано, что максимальное извлечение никеля достигается в области pH около 9. Рост pH в более щелочную область вызывает значительное увеличение времени разделения фаз, что отрицательно сказывается на извлечении никеля. В ходе исследований также установлено, что проведения процесса в течение 20 минут достаточно, чтобы в органическую фазу переходило в условиях оптимальной pH водной фазы около 90 % никеля. В качестве реэкстрагента предложено использовать раствор соляной кислоты с концентрацией 20 г/л, при использовании которого достигалось более 98 % никеля в получаемую фазу реэкстракта. Сделано предположение о хелатном механизме экстракции никеля экстрагента на основе алкилфенольной смолы «Октофор-10S».

Ключевые слова. Экстракция никеля, никельсодержащий водный раствор, алкилфенольная смола «Октофор-10S», комплексное соединение, степень извлечения, коэффициент распределения.

Введение. Республика Казахстан обладает небольшими запасы бедного никелевого рудного сырья. В основном в состав таких руд входят окисленные минералы никеля, поэтому наиболее эффективно их переработка с предварительным обогащением и последующей переработкой, причем возможно применение пирометаллургических методов с получением, например, ферроникеля [1-3]. В случае гидрометаллургической переработки извлечение и концентрирование никеля возможно при использовании методов ионного обмена и экстракции [1, 4-6]. Имеются многочисленные сведения о применении различных классов экстрагентов для извлечения никеля из водных растворов, среди них катионообменные (карбоновые кислоты), анионообменные (амины), хелатообразующие фенолсодержащие экстрагенты [7-9].

Методика исследований. Для приготовления никельсодержащего раствора использовали шестиводный хлорид никеля ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), концентрацию никеля в растворе определяли методом объемного титрования трилоном Б в присутствии индикатора «Мурексид» с добавлением аммиачного буферного раствора для создания необходимого pH при титровании. Для проведения исследований использовали растворы с концентрацией никеля 1,5-2,5 г/л. pH водных растворов регулировали с помощью соляной кислоты и аммиака концентрацией около 10 %.

В качестве реагента для приготовления экстрагента использовали алкилфенольную смолу «Октофор-10S», производимую в Российской Федерации, со структурной формулу, приведенной на рисунке 1.

Смолу предварительно измельчали и растворяли в очищенном керосине с добавлением 20 об. % бутанола, который добавляли для стабилизации получаемого экстрагента. Экстрагент имел концентрацию по смоле 0,25 моль/л, которая была выбрана на основании исследований, проведенных в Российской Федерации [8].

Экстракцию проводили в стеклянных стаканах, перемешивание осуществляли с помощью магнитной мешалки. Разделение фаз осуществляли методом отстаивания в делительных воронках. Продолжительность экстракции в разных опытах составляла 2-20 минут. Длительность разделения фаз фиксировалась с помощью секундомера и часов на мобильном телефоне.

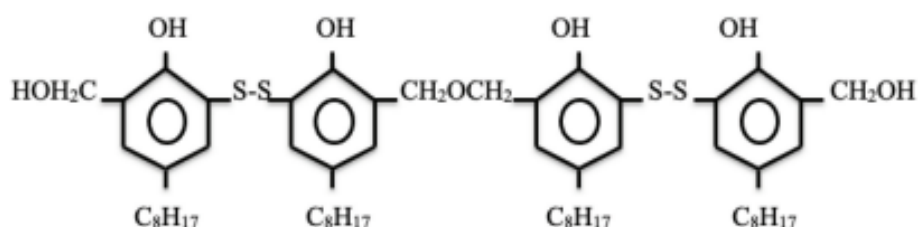


Рисунок 1 – Структурная формула алкилфенольной смолы «Октофор-10S»

Результаты и их обсуждение. Как известно, одним из основных технологических факторов при реализации процесса экстракции является pH водной фазы. Поэтому в первую очередь была изучена именно эта зависимость. Продолжительность экстракции при изучении данной зависимости составляла 20 минут. Полученные результаты показаны на рисунке 2.

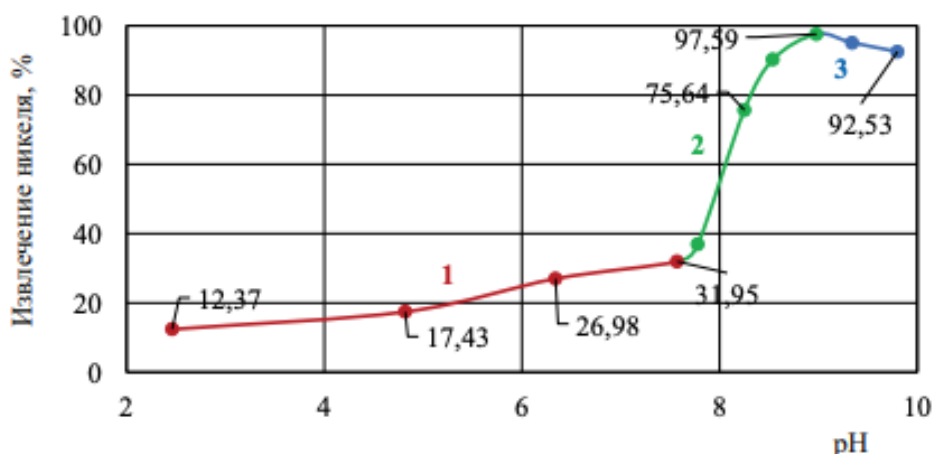


Рисунок 2 – Зависимость степень извлечения никеля при его экстракции экстрагентом на основе алкилфенольной смолы Октофор-10S от pH водной фазы

На рисунке видны три участка, характер кривой на которых определяется интервалом pH водной фазы. В кислой и нейтральной областях (участок 1) извлечение никеля весьма невелико и не достигает 40 %. В слабощелочной среде извлечение никеля быстро растет вплоть до достижения pH около 9 (участок 2). При дальнейшем повышении pH водной фазы извлечение никеля в органическую фазу начинает уменьшаться (участок 3). Такой характер кривой можно объяснить тем, что экстрагент на основе алкилфенольной смолы Октофор-10S ведет себя как типичный катионообменный реагент, когда при экстракции в водную фазу переходят катионы водорода и тем самым создают условия для сдерживания экстрагируемости никеля. По мере образования аммиачных комплексов никеля и нейтрализации избыточного количества катионов водорода, экстрагируемость никеля резко возрастает. В определенный момент, когда весь никель в водном растворе представлен в виде крупных аммиачных комплексов и появляется значительное количество свободных ионов аммония, происходит конкурирующая экстракция и часть комплексных ионов никеля вытесняется из состава экстракта ионами аммония.

Для процесса экстракции не менее важным является фактор продолжительности, поскольку он позволяет уточнить момент процесса, близкий к равновесию. Изучение экстрагируемости никеля в зависимости от продолжительности процесса осуществляли в интервале 2-30 минут. Результаты исследований представлены на рисунке 3 и в таблице 1, из которых следует, что при достижении 15-20 минут наблюдается максимум извлечения никеля.

Это может быть связано с тем, что с ростом продолжительности процесса ухудшается разделение органической и водной фаз.

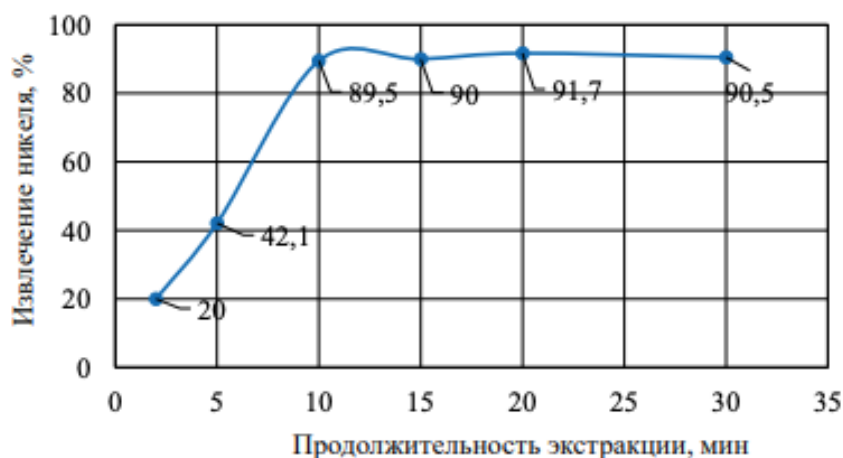


Рисунок 3 – Зависимость извлечения никеля при его экстракции экстрагентом на основе алкилфенольной смолы Октофор-10S от продолжительности

Таблица 1 – Изучение влияния продолжительности экстракционного извлечения никеля экстрагентов на основе алкилфенольной смолы Октофор-10S

Продолжительность экстракции, мин	$C_{Ni\text{ исл}}$ г/л	$C_{Ni\text{ раф}}$ г/л	$C_{Ni\text{ экстр}}$ г/л	E, %	D	Продолжительность разделения органической и водной фаз, мин
2	2,4	2,0	0,4	20,0	0,20	44
5	1,9	1,1	0,8	42,1	0,73	55
10	1,9	0,2	1,7	89,5	8,50	60
15	2,0	0,2	1,8	90,0	9,00	62
20	2,4	0,2	2,2	91,7	11,00	63
30	2,1	0,2	1,9	90,5	9,50	72

Для рекстракции никеля в качестве рекстрагента выбрали раствор соляной кислоты, так как предварительные опыты показали, что при ее использовании происходит хорошее разделение фаз. Концентрацию соляной кислоты варьировали в пределах от 5,0 до 50,0 г/л. Рекстракцию проводили в течение 20 минут в одну стадию при соотношении органической и водной фаз равном 1:1. Полученные данные показаны на рисунке 4. В этих условиях длительность разделения фаз после рекстракции составляла 12-18 минут. Как следует из полученных данных степень извлечения при концентрации соляной кислоты равной 20 г/л достигала 98,31 % и при увеличении концентрации соляной кислоты не изменялась. Поэтому пришли к выводу. Что для рекстракции никеля достаточно использовать раствор соляной кислоты с концентрацией 20 г/л.

На основании литературных данных [8], можно предположить, что образуется в органическую фазу переходит хелатный комплекс, структуру которого можно представить в виде $[Ni(NH_3)_m(H_2O)*m(HR)_2]$ (здесь m - среднее число молекул аммиака, координируемых

никелем в экстрагируемых комплексах $0 < m < 2$; H_2R – экстрагент на основе алкилфенольной смолы «Октофор-10S»). То есть положительно заряженный гидратированный аммиачный комплекс никеля обменивается на два протона гидроксильных групп экстрагента с дополнительной координацией в получаемом экстракте донорными атомами серы.

Таким образом, предполагаемый механизм экстракции – хелатный, причем при экстракции никеля из аммиачных растворов может соэкстрагироваться аммиак и вода.

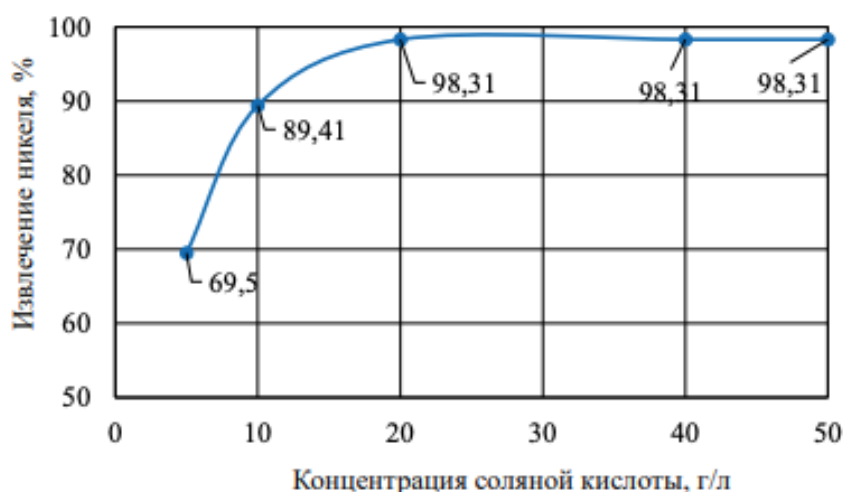


Рисунок 4 – Результаты определения необходимой концентрации соляной кислоты для реэкстракции никеля из экстракта

Выводы. Исследования экстракции никеля из водных растворов при использовании в качестве экстрагента раствор алкилфенольной смолы Октофор 10S показали, что:

1) данный экстрагент может быть использован для извлечения никеля из водных растворов;

2) степень извлечения никеля в органическую фазу очень зависит от pH исходного водного раствора никеля, причем максимум извлечения находится в области pH 8-9;

3) продолжительность экстракции никеля должна составлять 15-20 минут;

4) предполагаемый механизм экстракции – хелатный, экстракция протекает с образованием хелатных комплексов типа $[Ni(NH_3)_m(H_2O)_n * m(HR)_2]$.

В качестве реэкстрагента может быть использован раствор соляной кислоты концентрацией 20 г/л, при использовании которого достигается извлечение в водную фазу за одну ступень реэкстракции около 90 %.

ЛИТЕРАТУРА

[1] Резник И.Д., Ермаков Г.П., Шнеерсон Я.М. Никель. - М.: Наука и технологии. - 2000. - В 3-х томах. – Т. 1. – 617 с.

[2] Цветная металлургия Республики Казахстан. – Электронный ресурс: <https://rusmet.ru/cvetnaya-metallurgiya-respubliki-kazahstan/>

[3] Гасик М.И., Лякишев Н.П., Емлин Б.И. Теория и технология производства ферросплавов. - М.: Металлургия, 1988. - 784 с.

[4] Набойченко С.С., Ни Л.П., Шнеерсон Я.М. и др. Автоклавная гидрометаллургия цветных металлов. - Екатеринбург: ГОУ УГТУ-УПИ, 2002. - 940 с.

[5] Григорьева Н.А., Флейтлих И.Ю. – Экстракционные технологии переработки растворов выщелачивания окисленных никелевых руд / Материалы Международной конференции «Актуальные вопросы металлургии цветных металлов». - М., 2011. – С. 112-117.

[6] Пашков Г. Л., Флейтлик Н. Ю., Григорьева Н. А., Плешков М. А. Экстракция никеля и кобальта из растворов выщелачивания окисленных никелевых руд в системах с Суапекс 301 // Цветные металлы. – 2018. - № 8. – С. 28-34.

[7] Indje Mihaylov. Solvent extractants for nickel and cobalt: New opportunities in aqueous processing // JOM. – 2003. - Volume 55. – P.P. 38-42. – Электронная версия на сайте: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11837-003-0123-x>

[8] Букин В.И. Экстракция редких и цветных металлов олигомерами алкилфенолов и ее использование для извлечения, концентрирования и разделения элементов из нейтральных и щелочных сред: Автореф. дис... д-ра хим. наук – М.: МИТХТ им. М.В.Ломоносова, 1990. – 37 с.

[9] Preston J.S. Solvent extraction of metals by carboxylic acids // Chemistry and Industry. – 1985. – P. 322–325.

"Октофор-10s" алкилфенолды шайыр негізіндегі реагентпен никельді экстракциялық алу
Д.М. Зейлгабиденова^{ORCID}, Г.А. Усольцева^{ORCID}, А.Б. Сұлтанбаева^{ORCID}, А.Ж. Алтымышбаева^{ORCID}

Аңдатпа. Мақалада "Октофор-10s" алкилфенол шайырына негізделген экстрагентті пайдалану мүмкіндігі қарастырылады және дәлелденеді. Ол үшін экстракция процесіне екі фактордың әсері зерттелді: бастапқы су фазасының рН және экстракция ұзақтығы. Никельдің шығарылуы су фазасының рН-на байланысты екендігі анықталды. Никельдің максималды шығарылуына рН шамамен 9 аймағында қол жеткізілетіні көрсетілген. РН-ның сілтілі аймаққа өсуі фазалық бөліну уақытының едәуір артуына әкеледі, бұл никельдің шығарылуына теріс әсер етеді. Зерттеу барысында 20 минут ішінде процесті жүргізу су фазасының оңтайлы рН жағдайында никельдің шамамен 90% органикалық фазаға өту үшін жеткілікті екендігі анықталды. Реэкстрагент ретінде 20 г/л концентрациясы бар тұз қышқылының ерітіндісін пайдалану ұсынылды, оны пайдалану кезінде алынған реэкстракт фазасында никельдің 98% - дан астамы жетті. "Октофор-10s" алкилфенолды шайыры негізінде экстрагент никелін экстракциялаудың хелатты механизмі туралы болжам жасалды.

Негізгі сөздер. Никель экстракциясы, құрамында никель бар су ерітіндісі, Октофор-10s алкилфенол шайыры, күрделі қосылыс, экстракция дәрежесі, таралу коэффициенті.

Extraction of nickel by the reagent based on alkylphenol resin "Oktofor-10S"
D.M. Zeilgabidenova^{ORCID}, G.A. Ussoltseva^{ORCID}, A.B. Sultanbayeva^{ORCID}, A. Altmyshbayeva^{ORCID}

Abstract. The article considers and proves possibility of using the extractant on the basis of alkylphenol resin "Oktofor-10S". For this purpose, the influence of two factors on the extraction process was studied: the pH of the initial aqueous phase and the duration of extraction. It was found that nickel extraction strongly depends on the pH of the aqueous phase. It was shown that the maximum nickel extraction is achieved in the pH region around 9. An increase in pH to a more alkaline region causes a significant increase in the phase separation time, which has a negative effect on nickel extraction. In the course of studies it was also found that a 20-minute process is sufficient to transfer about 90 % of nickel to the organic phase under optimal pH conditions of the aqueous phase. A hydrochloric acid solution with a concentration of 20 g/l was suggested to be used as a reextractant, which achieved more than 98 % of nickel in the resulting reextract phase. The assumption of the chelate mechanism of nickel extraction of the extractant based on the alkylphenolic resin "Oktofor-10S" was made.

Keywords. Nickel extraction, nickel-containing aqueous solution, alkylphenolic resin "Oktofor-10S", complex compound, extraction degree, distribution coefficient.

<i>Масько О.Н.</i>	
АЛГОРИТМ РАСЧЕТА МАТЕРИАЛЬНОГО БАЛАНСА КАК СРЕДСТВО ПОВЫШЕНИЯ ЭФФЕКТИВНОСТИ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА ВОССТАНОВЛЕНИЯ КРЕМНИЯ В РУДНО-ТЕРМИЧЕСКИХ ПЕЧАХ.....	80
<i>Тойшыбек А. М., Байгенженов О. С., Алтмышбаева А.Ж.</i>	
МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА СОРБИЦИОННЫХ ИЗВЛЕЧЕНИЕ НИОБИЯ ИЗ ХЛОРИДНЫХ РАСТВОРОВ.....	84
<i>Зейлгабиденова Д.М., Усольцева Г.А., Султанбаева А.Б., Алтмышбаева А.Ж.</i>	
ЭКСТРАКЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ НИКЕЛЯ РЕАГЕНТОМ НА ОСНОВЕ АЛКИЛФЕНОЛЬНОЙ СМОЛЫ «ОКТОФОР-10S».....	90
<i>Ескалина К.Т., Конаратбекова С.С., Хабиев А.Т., Юлусов С.Б.</i>	
ПЕРСПЕКТИВЫ ПЕРЕРАБОТКИ ЗОЛОТОСОДЕРЖАЩИХ ТЕХНОГЕННЫХ ОТХОДОВ.....	95
<i>Ерсайынова А.А., Сейдалиева А.А., Танысбекова А.К., Усольцева Г.А.</i>	
ПОИСКОВЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ В ОБЛАСТИ ЭКСТРАКЦИИ МЕДИ РЕАГЕНТАМИ ФЕНОЛЬНОГО ТИПА.....	99
<i>Гайнуллиев А.Ә., Усольцева Г.А., Байконурова А.О.</i>	
АНОДНОЕ РАСТВОРЕНИЕ МЕДИ В МОДЕЛЬНЫХ СУЛЬФАТНЫХ РАСТВОРАХ В ПРИСУТСТВИИ ЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ	105
<i>Гайнуллиев А.Ә., Усольцева Г.А., Байконурова А.О.</i>	
АНОДНОЕ РАСТВОРЕНИЕ МЕДИ В МОДЕЛЬНЫХ СУЛЬФАТНЫХ РАСТВОРАХ В ПРИСУТСТВИИ ЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ	112
<i>Бочевская Е.Г., Шарипова А.С., Килибаева С.К.</i>	
ТЕХНОГЕННОЕ СЫРЬЕ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОЙ И ХИМИЧЕСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТЕЙ - СЫРЬЕВОЙ ИСТОЧНИК РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ.....	119
<i>Бакраева А.Н., Койжанова А.К., Токтар Г., Магомедов Д.Р., Абдылдаев Н.Н.</i>	
ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЗОЛОТА ИЗ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ ...	124
<i>Абылханов Ә.Д., Гусейнова Г.Д.</i>	
ИССЛЕДОВАНИЕ ГИДРОМЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО СПОСОБА ИЗВЛЕЧЕНИЯ НИКЕЛЯ ПЕРЕРАБОТКОЙ ОТРАБОТАННЫХ НИКЕЛЬСОДЕРЖАЩИХ КАТАЛИЗАТОРОВ.....	129
<i>Токаревич М., Грондзка-Далке М.</i>	
ВЛИЯНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АЛЮМИНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВА ALXCRSOFENI С ВЫСОКОЙ ЭНТРОПИЕЙ.....	134
<i>Куандыкова А.Н., Мамырбаева К.К., Меңдіғали Ә.Қ.</i>	
ИССЛЕДОВАНИЕ СЕЛЕКТИВНОГО РАЗДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ ИЗ СУЛЬФАТНЫХ РАСТВОРОВ.....	139
<i>Меркибаев Е.С., Чепуштанова Т. А., Мотовилов И.Ю., Луганов В.А., Темірхан С.Г.</i>	
ТЕРМИЧЕСКОЕ СУЛЬФИДИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ ОКИСЛЕННЫХ ЦИНКОВЫХ И СВИНЦОВЫХ МИНЕРАЛОВ ПИРИТОМ В ПРИСУТСТВИИ ВОССТАНОВИТЕЛЯ В ТРУБЧАТОЙ ПЕЧИ.....	144
<i>Есиркегенов М.И., Мұқанғалиева А.Ә., Алтмышбаева А.Ж., Чепуштанова Т.А., Nikoloski A.</i>	
ВЛИЯНИЕ КРАДООБРАЗОВАНИЯ НА ПРОЦЕСС ЖИДКОСТНОЙ ЭКСТРАКЦИИ МЕДИ КАЗАХСТАНСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ.....	147
<i>Чепуштанова Т.А., Луганов В.А., Меркибаев Е.С., Султанбаева А. Б., Калышев А.К., Тулегенов А.С.</i>	
ИЗУЧЕНИЕ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ И ПОРИСТОСТИ ПИРИТА И АРСЕНОПИРИТА ПРИ ТЕРМИЧЕСКОМ РАЗЛОЖЕНИИ В ПЕЧИ КИПЯЩЕГО СЛОЯ.....	152
<i>Абдурахытова Д.А., Қайлыбек Ж., Әбдімомын С. Қ., Атчабарова А.А., Токпаев Р.Р., Наурызбаев М.К.</i>	
ИЗУЧЕНИЕ УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ ШУНГИТОВОЙ ПОРОДЫ В КАЧЕСТВЕ НОСИТЕЛЯ ЭЛЕКТРОКАТАЛИЗАТОРОВ ВЫДЕЛЕНИЯ ВОДОРОДА В КИСЛОЙ СРЕДЕ.....	158
<i>Холикулов Д.Б., Ахмаджонов У.М., Эрнзаров М., Шарипов Х.Т.</i>	
ИЗВЛЕЧЕНИЕ ЗОЛОТА ИЗ ХВОСТОВЫХ ПУЛЬП И РАСТВОРОВ ЗОЛОТОИЗВЛЕКАТЕЛЬНЫХ ФАБРИК	164
<i>Гастанова А.Е., Кулдеев Е.И.</i>	
ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МАРГАНЦА И ПЕРЕРАБОТКА МАРГАНЦЕВЫХ ТЕХНОГЕННЫХ МИНЕРАЛЬНЫХ ОБРАЗОВАНИЙ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА ФЕРРОСПЛАВОВ.....	170

**ТРУДЫ МЕЖДУНАРОДНОЙ НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКОЙ КОНФЕРЕНЦИИ
«САТПАЕВСКИЕ ЧТЕНИЯ – 2022. ТRENДЫ СОВРЕМЕННЫХ НАУЧНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ»**

Том III

Подписано в печать 11.02.2022 г.

Тираж – 100 экз. Формат – 60x84x 1/16.

Бумага типогр. № 1. Уч.-изд.л. 14,9.

Заказ № 291. Цена договорная.

Издание Казахского национального исследовательского
технического университета имени К.И. Сатпаева

Издательство «*Polytech*»

г. Алматы, ул. Сатпаева, 22

ISBN 978-601-323-291-1



ISBN 978-601-323-292-8

