

4. Алиева Р. А. Сорбционно-фотометрическое определения палладия в полиметаллической руде / Р. А. Алиева, У. М. Абилова, С. З. Гамидов, Ф. М. Чырагов // Journal Baku Engineering University «chemistry vs biology». – 2013. – № 2. – Р. 132–138.

5. Алиева Р. А. Спектрофотометрическое определение палладия в висмутополиметаллической руде / Р. А. Алиева, У. М. Абилова, Ф. М. Чырагов // Аналитика и контроль. – 2011. – Т. 15. – № 4. – С. 457–462.

6. Aliyeva R. A. Determination of lead(II) in liver corpse of a slaughtered cattle with preconcentration on a chelating sorbent / R. A. Aliyeva, N. S Huseynova, U. M. Abilova, G. B. İskandarov, F. M. Chiragov // Am. J. Anal. Chem. – 2016. – V. 7. – № 8. – Р. 617.

7. Наканиси К. Инфракрасные спектры и строение органических соединений / К. Наканиси. – Москва : Мир, 1965. – 214 с.

8. Коростылев П. П. Приготовление растворов для химико-аналитических работ / П. П. Коростылев. – Москва : Наука, 1964. – 261 с.

9. Беллами Л. Инфракрасные спектры сложных молекул / Л. Беллами. – Москва : Иностран. лит., 1963. – 590 с.

УДК 661.183.123.6 : 544.726

ДЕСОРБЦИЯ НИКЕЛЯ С ХЕЛАТНЫХ ИОНООБМЕННЫХ СМОЛ

Курдюмов В. Р., Тимофеев К. Л., Воинков Р. С., Субботина И. Л.

АО «Уралэлектромедь, г. Верхняя Пышма, Россия

Аннотация. В работе представлены результаты исследований процесса десорбции ионов никеля (II) с хелатного органического синтетического сорбента Lewatit MonoPlus TP 207 с функциональными группами иминодиуксусной кислоты. В ходе ее выполнения было изучено влияние концентрации и расхода раствора серной кислоты на процесс регенерации ионообменной смолы, насыщенной ионами металла, в проточном и циклическом режимах. Было установлено, что проточная регенерация является более предпочтительной, чем циклическая, поскольку обеспечивает более высокое извлечение никеля (II) из фазы ионита при одинаковых количествах использованного элюента. На основании полученных данных был подобран оптимальный режим регенерации исследованного хелатного ионообменника, который может быть использован при промышленном внедрении сорбционной технологии очистки промышленных растворов и сточных вод от цветных металлов.

Ключевые слова: никель, ионообменная смола, хелатный ионит, десорбция, регенерация, элюент, элюат.

Введение

В процессах глубокого извлечения ионов цветных металлов из промышленных растворов и сточных вод зачастую применяют хелатные иониты макропористого типа с иминодиуксусными, биспиколиламинными и аминофосфоновыми группами, такие как Lewatit MonoPlus TP 207, Lewatit MonoPlus TP 220, Purolite S930, Purolite S950, Amberlite IRC748,

Dowex M4195 и прочие [1–5]. Важное свойство данных ионообменных смол – возможность управления их селективностью по отношению к извлекаемым ионам путем изменения внешних условий, в частности pH жидкой фазы [6]. Однако если сорбционные свойства хелатных смол при извлечении ионов цветных металлов исследованы достаточно подробно, то вопросу их последующей регенерации (десорбции поглощенных примесей) уделено мало внимания в литературе.

В представленной работе приведены результаты исследований по регенерации хелатной ионообменной смолы на примере известного синтетического органического сорбента Lewatit MonoPlus TP 207 с функциональными группами иминодиуксусной кислоты, насыщенного ионами никеля (II). Цель работы – оценка влияния концентрации и расхода элюента на эффективность десорбции поглощенных ионов в проточном и циклическом режимах регенерации смолы.

Методика исследований

Насыщение ионита Lewatit MonoPlus TP 207 (далее TP 207) никелем осуществляли путем пропускания через него раствора никеля серноокислого (1 г/дм^3) до момента выравнивания концентраций ионов металла на входе и выходе из сорбционной колонки. Далее ионит был отмыт дистиллированной водой и загружен для десорбции в колонки в количестве по 20 см^3 . Для регенерации использовали растворы серной кислоты различной концентрации, подачу и варьирование расхода которых осуществляли при помощи перистальтического насоса. Содержание ионов никеля (II) в элюате определяли методом атомно-абсорбционной спектрометрии.

В первой части исследований был изучен проточный режим регенерации, заключающийся в непрерывном пропускании элюента через загрузку ионообменной смолы. Концентрацию кислоты варьировали в пределах 5–20 % (большее увеличение концентрации не рекомендуется производителем ионита), а ее расход – в пределах 0,5–2,0 у.о./ч. Температура элюента была постоянной во всех экспериментах – $25 \text{ }^\circ\text{C}$.

Во второй части исследований был изучен циклический режим регенерации, заключающийся в порционном пропускании элюента через загрузку ионообменной смолы с его сбором в приемную емкость и повторным возвратом на регенерацию. Концентрацию кислоты также варьировали в пределах 5–20 %, а ее количество в каждом цикле – в пределах 0,5–2,0 у.о. Температура элюента была равной $25 \text{ }^\circ\text{C}$ во всех экспериментах.

Результаты и их обсуждение

В результате анализа проб элюатов, полученных при регенерации ионита TP 207, была установлена динамика изменения содержания ионов никеля (II), а также определена степень (эффективность) десорбции металла из твердой фазы смолы для проточного и циклического режимов.

Данные по десорбции никеля (II), полученные в случае проточной регенерации ионита TP 207 при расходе раствора элюента 1 у.о./ч и изменении его концентрации от 5 до 20 %, представлены на рис. 1 и 2.

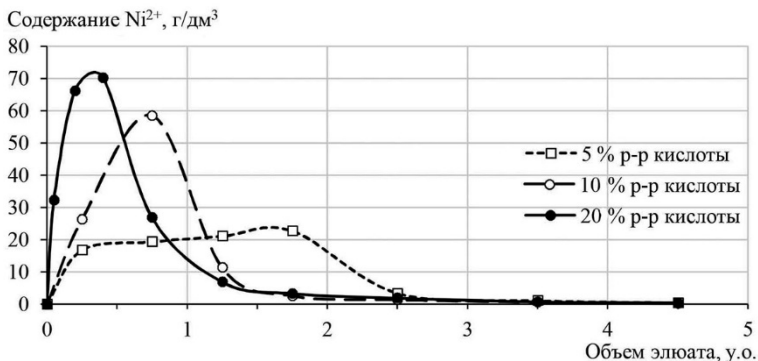


Рис. 1. Динамика изменения содержания Ni^{2+} в элюате при варьировании концентрации H_2SO_4 в элюенте в процессе проточной регенерации TP 207

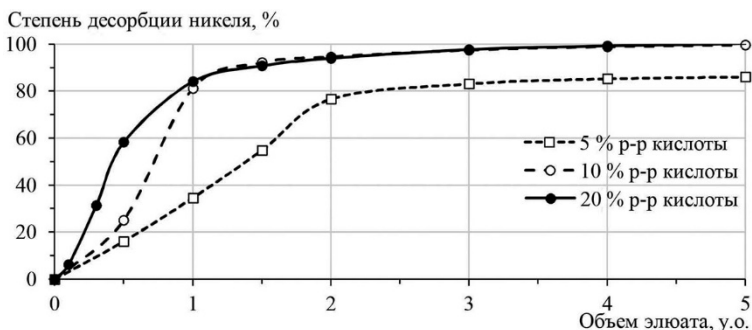


Рис. 2. Динамика изменения степени десорбции Ni нарастающим итогом при варьировании концентрации H_2SO_4 в процессе проточной регенерации TP 207

Данные по десорбции никеля (II), полученные в случае проточной регенерации ионита TP 207 при концентрации элюента 20 % и варьировании его расхода от 0,5 до 2,0 у.о./ч, представлены на рис. 3 и 4.

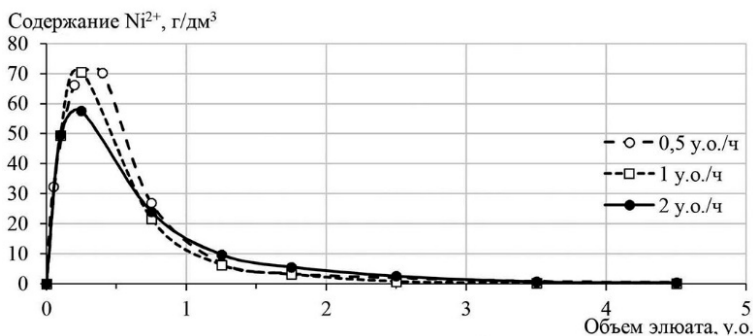


Рис. 3. Динамика изменения содержания Ni^{2+} в элюате при варьировании расхода элюента в процессе проточной регенерации ТР 207

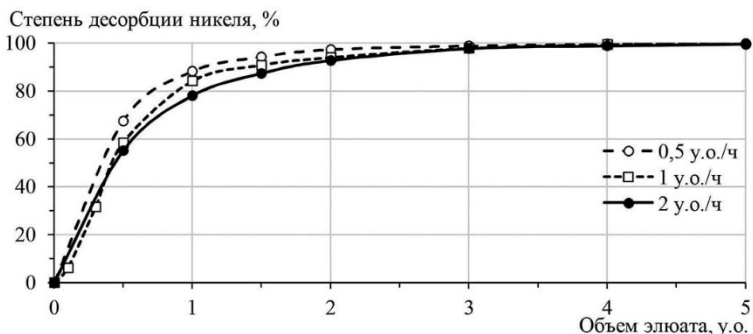


Рис. 4. Динамика изменения степени десорбции Ni нарастающим итогом при варьировании расхода элюента в процессе проточной регенерации ТР 207

На основании результатов, полученных при проточной регенерации ионита ТР 207 сернокислым элюентом, были сделаны следующие выводы:

- Эффективность десорбции никеля из фазы смолы зависит в основном от концентрации кислоты в элюенте. Так при использовании 5 %-ного раствора кислоты извлечение никеля достигает 85,3 %, 10 %-ного – 98,7 %, 20 %-ного – 99,3 % после пропускания 5 у.о. с расходом 1 у.о./ч.

- Наиболее «богатые» по ионам никеля (II) элюаты могут быть получены при регенерации смолы 20 %-ным раствором элюента в период пропускания первого у.о.: максимальное и среднее содержание ионов металла в элюате составит 70,3 и 44,1 г/дм³, соответственно, при степени десорбции 84,2 %. Несколько меньшие значения данных показателей могут быть достигнуты при использовании 10 %-ного раствора: 58,6 и 42,5 г/дм³, соответственно, при степени десорбции 81,3 %.

- Удельный расход элюента в меньшей степени влияет на десорбцию никеля из фазы смолы. Так при пропускании 5 у.о. 20 %-ного раствора кислоты с расходом 0,5 у.о./ч извлечение металла достигло 98,9 %, 1 у.о./ч –

98,8 %, 2 у.о./ч – 98,4 %. При этом отличаются максимальные и средние содержания ионов в первой, наиболее «богатой» по металлу, порции элюата: при 0,5 у.о./ч – 70,6 и 46,1 г/дм³, соответственно; при 1 у.о./ч – 70,3 и 44,1 г/дм³, соответственно; при 2 у.о./ч – 57,6 и 40,8 г/дм³, соответственно.

Данные по десорбции никеля (II), полученные в случае циклической регенерации ионита ТР 207 при объеме элюента в каждом цикле 1 у.о. и изменении его концентрации от 5 до 20 %, представлены на рис. 5 и 6. Ступенчатая форма графических зависимостей связана с определением усредненной концентрации компонентов в каждом цикле (каждой порции элюата), а не в конкретной точке, как в случае с проточной регенерацией.

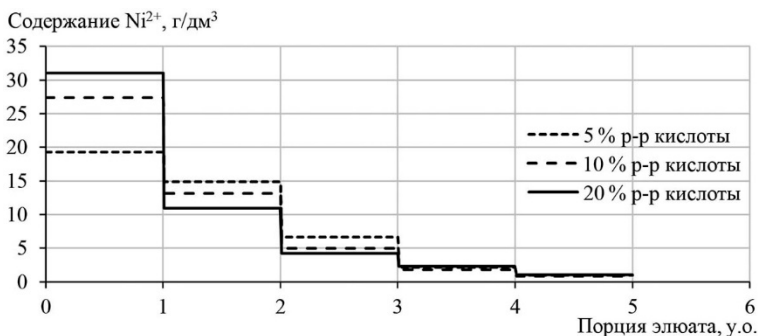


Рис. 5. Динамика изменения содержания Ni²⁺ в элюате при варьировании концентрации H₂SO₄ в элюенте в процессе циклической регенерации ТР 207

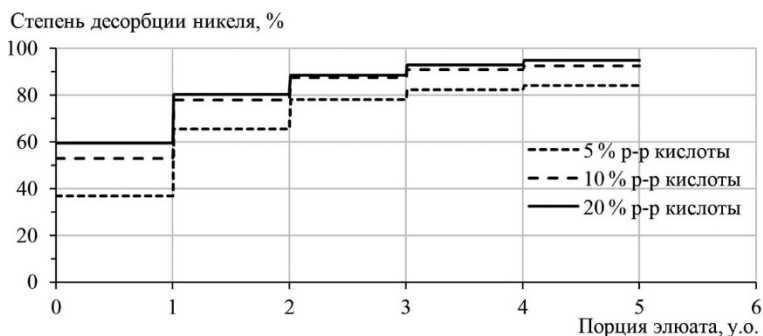


Рис. 6. Динамика изменения степени десорбции Ni нарастающим итогом при варьировании концентрации H₂SO₄ в процессе циклической регенерации ТР 207

Данные по десорбции никеля (II), полученные в случае циклической регенерации ионита ТР 207 при концентрации элюента 20 % и варьировании его объема в цикле от 0,5 до 2,0 у.о., представлены на рис. 7 и 8.

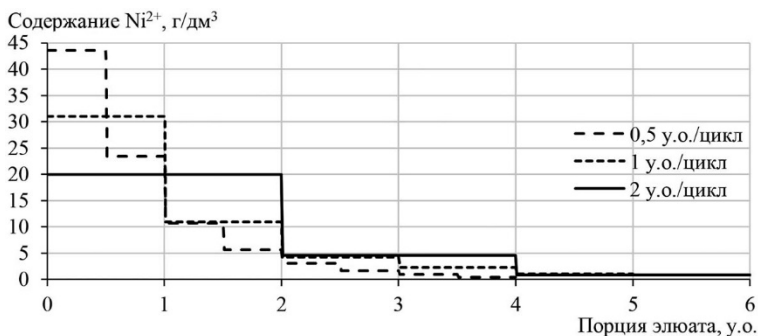


Рис. 7. Динамика изменения содержания Ni^{2+} в элюате при варьировании расхода элюента в процессе циклической регенерации ТР 207

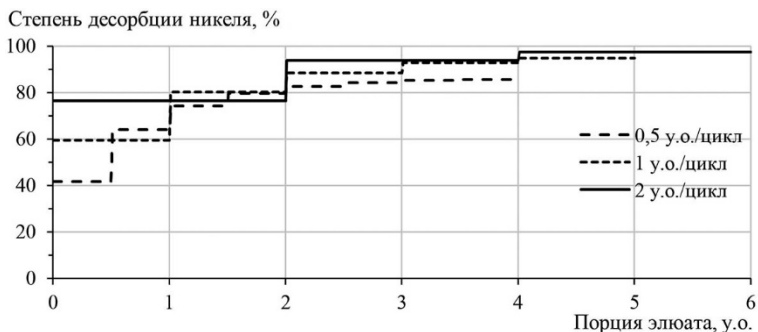


Рис. 8. Динамика изменения степени десорбции Ni нарастающим итогом при варьировании расхода элюента в процессе циклической регенерации ТР 207

На основании результатов, полученных при циклической регенерации ионита ТР 207 сернокислым элюентом, были сделаны следующие выводы:

- Эффективность десорбции никеля из фазы смолы при циклическом режиме регенерации также зависит от концентрации кислоты в элюенте, как и при проточной. Так при использовании 5 %-ного раствора кислоты извлечение металла достигает 84,0 %, 10 %-ного – 92,4 %, 20 %-ного – 94,9 % после 5 циклов регенерации и при объеме элюента в каждом цикле 1 у.о.

- Наиболее «богатые» по ионам никеля (II) элюаты могут быть получены при циклической регенерации смолы 10 %- или 20 %-ными растворами элюента после первых двух циклов: среднее содержание ионов металла в соответствующих порциях элюата составит 20,5 и 21,0 г/дм³, соответственно, при степени десорбции 77,9 и 80,3 %, соответственно.

- Количество элюента в цикле оказывает большое влияние на десорбцию никеля из фазы смолы. Так при 0,5 у.о. 20 %-ного раствора кислоты в цикле извлечение металла достигает 85,7 %, 1 у.о. – 92,8 %, 2 у.о. –

93,9 % после пропускания 4 у.о. элюента (выбран как сопоставимый объем для исследованных режимов).

Заключение

По итогам сравнения проточного и циклического режимов регенерации хелатного ионита с иминодиуксусными функциональными группами Lewatit MonoPlus TP 207, насыщенного ионами никеля (II), был сделан вывод, что первый является более эффективным. Это особенно заметно при использовании элюента с более высоким содержанием кислоты: при проточном режиме степень десорбции ионов металла достигла максимального значения 99,3 %, а при циклическом – 94,9 %. Вероятно, это связано с тем, что при возврате элюата в сорбционную колонку происходит некоторое смещение химического равновесия в ионообменной реакции, сопровождающей процесс десорбции, в сторону образования исходных веществ, что обусловлено уменьшением концентрации ионов водорода и увеличением концентрации ионов никеля (II).

Таким образом на основании полученных данных рекомендуется проводить регенерацию хелатных ионитов с иминодиуксусными группами, насыщенными ионами никеля (и других цветных металлов) в проточном режиме при концентрации серной кислоты в элюенте 20 % и его удельном расходе 1 у.о./ч.

Библиографический список

1. *Seggiani M.* Recovery of nickel from Orimulsion fly ash by iminodiacetic acid chelating resin / M. Seggiani, S. Vitolo, S. D'Antone // *Hydrometallurgy*. – 2006. – Vol. 81. – Iss. 1. – P. 9–14.
2. *Kang N.-H.* Recovery of nickel from sulfuric acid solution using Lewatit TP 220 ion exchange resin / N.-H. Kang, K.-H. Park, P.K. Parhi // *Journal of the Korean Institute of Resources Recycling*. – 2011. – Vol. 20. – Iss. 6. – P. 28–36.
3. Пат. 2466101 Рос. Федерация, МПК С 02F 1/42, В01J 45/00, В01J 47/02. Способ ионообменного разделения ионов меди (II) и никеля (II) : № 2466101 : заявл. 11.03.2011 : опубл. 10. 11.2012 / Гапеев А. А., Бондарева Л. П., Корниенко Т. С. [и др.] : заявитель и патентообладатель ГОУ ВПО ВГТА. – 8 с.
4. *Botelho Jr. A. B.* A review of nickel, copper and cobalt recovery by chelating ion exchange resins from mining processes and mining tailings / A. B. Botelho Jr., D. B. Dresinger, D. C. R. Espinosa // *Mining, Metallurgy & Exploration*. – 2019. – Vol. 36. – P. 199–213.
5. *Курдюмов В. П.* Сорбционное извлечение ионов никеля (II) и марганца (II) из водных растворов / В. П. Курдюмов, К. Л. Тимофеев, Г. И. Мальцев [и др.] // *Записки Горного института*. – 2020. – Т. 242. – С. 209–217.
6. *Кокотов Ю. А.* Иониты и ионный обмен / Ю. А. Кокотов. – Ленинград : Химия, 1980. – 152 с.