

На титрование 1 мл раствора NH_4HF_2 израсходовано 8,4 мл 1 н. раствора NaOH , а на раствор после ионного обмена – 3,6 мл. Содержание F-иона в каждом из растворов соответственно равно 0,1596 г и 0,0684 г. Откуда следует вывод, что на 20 г смолы сорбируется 0,0912 г F-иона.

Возвращаясь к вольфрамсодержащему раствору, можно определить, что если вольфрам в виде фторсодержащего иона сорбируется на 80%, то для свободный F-ион должно приходиться 20%. Тогда из проведенных экспериментов следует, что на 20 г смолы может содержать

ся 0,3648 г F-иона в свободном виде.

Из теоретических данных следует, что содержание F-иона в случае $\text{WO}_2\text{F}_5^{3-}$ на смоле будет сорбироваться 0,9817 г, $\text{WO}_2\text{F}_4^{2-}$ – 0,7853 г, в WO_2F_3^- – 0,5890 г. Тогда содержание F-иона в свободном виде на смоле должно составлять 0,3483 г, если вольфрам сорбируется в виде $\text{WO}_2\text{F}_5^{3-}$; 0,5447 г – $\text{WO}_2\text{F}_4^{2-}$; 0,7410 г – WO_2F_3^- .

Полученное значение говорит о том, что наиболее вероятно присутствие на смоле фторсодержащего иона вида $\text{WO}_2\text{F}_5^{3-}$.

Список литературы

1. ГОСТ 4518-75. Реактивы. Аммоний фтористый. Технические условия. – Москва: Изд-во стандартов, 1998. – 8с.

ИССЛЕДОВАНИЕ СПОСОБА ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ ПРОДУКТОВ ФТОРИРОВАНИЯ ВОЛЬФРАМСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ ПРИ ИЗМЕНЕНИИ КИСЛОТНОСТИ СРЕДЫ

Т.В. Чернова

Научный руководитель – к.т.н., ассистент А.Д. Киселёв

Национальный исследовательский Томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, tanyachernova23@gmail.com

Получение реактивов и материалов (товарной продукции) с заданным элементным составом является важной задачей химической промышленности. В зависимости от дальнейшей области применения химического продукта устанавливаются требования по его чистоте, включающие нормативы и ограничения как по общему содержанию примесей, так и по содержанию специфических примесей. Паравольфрамат аммония (ПВА), используемый как промежуточное соединение в металлургии вольфрама, является одним из таких примеров, когда чистота реактива по международным стандартам должна быть не менее 99,99% (CAS № 11120-25-5). Из-за специфики состава и технологии переработки вольфрамсодержащего сырья устанавливаются особые требования к ПВА по содержанию примесей молибдена, железа, титана, алюминия и кремния.

Существующие технологии переработки вольфрамсодержащих концентратов с помощью солянокислого вскрытия успешно решают задачу получения ПВА заданного состава, тем не менее, области применения солянокислотных схем ограничены и чувствительны к составу исходно-

го сырья – технологически целесообразно перерабатывать концентраты шеелитовые (CaWO_4) с низким содержанием целевых примесей.

Так же известны способы переработки шеелитовых концентратов, предусматривающие взаимодействие сырья с растворами бифторида аммония [1] или расплавами фторида аммония с последующим водным выщелачиванием, при котором достигается высокая степень извлечения вольфрама из раствора в виде фтораммонийного комплекса (диокситривольфрамата аммония).

Недостаток указанных способов аналогичен ранее описанному – эффективность в полной мере оправдана для вскрытия «чистого» шеелита. Современные шеелитовые месторождения помимо основного компонента содержат ряд контролируемых в конечной продукции примесей (Mo, Fe, Ti, Al, Si). Данные компоненты в процессе вскрытия образуют фторсодержащие соединения различной растворимости, которые регистрируются в растворах после выщелачивания в количестве выше нормативных показателей, установленных для конечной продукции. В качестве мер по дальнейшей очистке растворов рассматриваются: дробное выщелачивание, пе-

рекристаллизация, высаливание и осаждение.

В настоящей работе предлагается рассмотреть способ очистки, заключающийся в увеличении эффективности протекания процесса растворения диокситривольфрамата аммония и сопутствующего осаждения примесей с помощью контролируемого уровня pH выщелачивающего раствора.

В ходе проведенных исследований использовался фторированный продукт, полученный путем спекания шеелит-ферберитового концентрата с повышенным содержанием примесей (Mo – 0,2 %, Fe₂O₃ – 10 %, TiO₂ – 2 %, Al₂O₃ – 1,8 %, SiO₂ – 1 %) с бифторидом аммония при 180 °С в течение 2 часов (степень вскрытия не менее 95 %). Методика исследования основана на выщелачивании навески фторированного продукта в водном растворе аммиака с варьируемой концентрацией (от 5 % до 25 % масс.); достижение заданной кислотности среды (pH от 4 до 7,5) осуществлялось варьируемым количеством приливаемого раствора; процесс проводился при непрерывном перемешивании; время

проведения процесса ограничивалась достижением стабильного уровня заданной кислотности среды в течение не менее 10 минут; определение содержания примесей в полученных растворах осуществлялось с помощью элементного анализа на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой Thermo iCAP 6300 Duo.

В ходе проведенных исследований установлено, что оптимальными условиями проведения стадии растворения диокситривольфрамата аммония в растворе аммиака являются: показатель кислотности среды (pH)=6,5, концентрации аммиака 5 %, соотношения тв.фаза:раствор 1:2, что соответствует чистоте растворенного диокситривольфрамата аммония по целевым примесям не менее 95,28 % масс. Основные примеси Mo – 0,2 %, Ti – 3 %, Si – 1,5 % масс. Содержание примесей Fe – 0,005 %, Al – 0,002 %.

Установлено, что с увеличением pH среды выше 6,5 начинает протекать реакция гидролиза диокситривольфрамата аммония, что выходит за рамки задач проводимых исследований.

Список литературы

1. Велешко Н.А., Раков Э.Г., Ягодин Г.А. // Труды Московского химико-технологического институт им. Д. И. Менделеева, 1977.– №97.– С.30–32.

АММОНИЙНОЕ ВЫЩЕЛАЧИВАНИЕ ВОЛЬФРАМСОДЕРЖАЩЕГО ПРОДУКТА, ПОЛУЧЕННОГО С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ФТОРАММОНИЙНОЙ ТЕХНОЛОГИИ

Ю.П. Шестакова, А.Ю. Эдокова

Научный руководитель – к.т.н., ассистент А.Д. Киселёв

Национальный исследовательский Томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, shestakovayuliya@bk.ru

Вольфрам является одним из самых тугоплавких металлов, что позволяет использовать его в областях, связанных с высокими температурами. Важной областью применения чистого вольфрама и его сплавов является электротехническая промышленность [1]. В связи с широким спектром применения вольфрама, возросла необходимость получения его в чистом виде. В Томском политехническом университете, на кафедре химической технологии рассеянных, радиоактивных, редких элементов разрабатывается технология переработки вольфрамового концентрата с использованием аммиачного вы-

щелачивающего реагента. Разработанный метод отличается своей малостадийностью, что является его преимуществом перед существующими технологиями количественного выделения вольфрама из фтораммонийных растворов [2]. Целью данной технологии является выделение вольфрама, очищенного от примесей Mn, Si, Fe, Ti, Zr.

Для проведения выщелачивания вольфрамосодержащего продукта использовался водный раствор аммиака с различной концентрацией. Процесс осуществляется при интенсивном перемешивании фракции, содержащей фторирован-