

- проведение расчета материального баланса процесса выщелачивания для определения расхода выщелачивающего агента;
- определение оптимальных условий для проведения процесса;
- исследование составов, полученных после выщелачивания образцов.

В качестве выщелачивающего агента была выбрана серная кислота, что было обусловлено химическими свойствами извлекаемого элемента [2]. При проведении расчета материального баланса был определен коэффициент расхода кислоты относительно перерабатываемого сырья.

Процесс выщелачивания проводили в агитаторе при различных условиях: изменением pH в интервале 0–12, различной скорости перемешивания и температуре. Стоит отметить, что независимо от подобранных условий, в системе оставалась непрореагировавшая часть шлама в виде осадка, которая отделялась от раствора фильтрованием, просушивалась и идентифици-

ровалась проведением рентгенофазового анализа.

Полученные рентгенограммы указывали на наличие в осадке кремния и хрома, соотношение которых в пересчете на оксиды составило 2 : 3 соответственно. Однако, наличие у раствора зеленого цвета указывало на наличие ионов  $\text{Cr}^{3+}$  в жидкой части.

На данный момент исследование в данной области не завершено. Однако, в ходе выполнения работы, были получены следующие промежуточные результаты:

- проведен расчет материального баланса процесса выщелачивания для определения расхода выщелачивающего агента;
- определены оптимальные условия для проведения процесса;
- исследованы составы полученных после выщелачивания образцов.

Дальнейшее исследование будет направлено на получение концентрата с повышенным содержанием хрома.

### Список литературы

1. *Неорганические соединения хрома: Справочник / Сост.: Рябин В.А., Киреева М.В., Берг М.А. и др. – Л.: Химия, 1981. – 208 с.*
2. *Неорганическая химия: в 3 т. / под ред. Ю.Д. Третьякова. – Т.3: Химия переходных элемен-*

*тов. – Кн.2: учебник для студ. высш. учеб. заведений / [А.А. Дроздов, В.П. Зломанов, Г.Н. Мазо, Ф.М. Спиридонов]. – М.: Издательский центр «Академия», 2007. – 400 с.*

## ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ПАЛЛАДИЯ С ТЕТРАФТОРБРОМАТОМ КАЛИЯ

А.М. Шакимова

Научный руководитель – к.х.н., доцент Р.В. Оствальд

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, ats29@tpu.ru*

В последнее время во всем в мире и в России, в частности, быстрыми темпами растет производство электроники различного назначения, следовательно, растет и объем выработанной электроники [1]. Подобные отходы пригодны для переработки с целью извлечения не только железа и меди, но и благородных и редкоземельных металлов.

Традиционные методы извлечения благородных металлов имеют ряд недостатков. В качестве альтернативы можно использовать фториды галогенов или их соединения с щелочными и щелочноземельными металлами, обеспечивающие минимальное количество стадий

и полноту окисления. Наиболее широкое распространение получил тетрафторбромат калия.

В данной работе было исследовано окисление палладия тетрафторброматом калия в открытой системе термогравиметрическим методом с совмещенной калориметрией на анализаторе SDT Q600 (TA Instruments, США).

Подготовка образца проводилась в сухом герметичном боксе в атмосфере осушенного аргона. Соотношение реагентов выбиралось согласно стехиометрии реакции ( $\text{Me}:2\text{KBrF}_4 \text{ M}$ ), что составило 0,007 г и 0,026 г, соответственно. Смесь нагревалась от 20 до 500 °С со скоростью нагрева 10 градусов в минуту в потоке аргона.

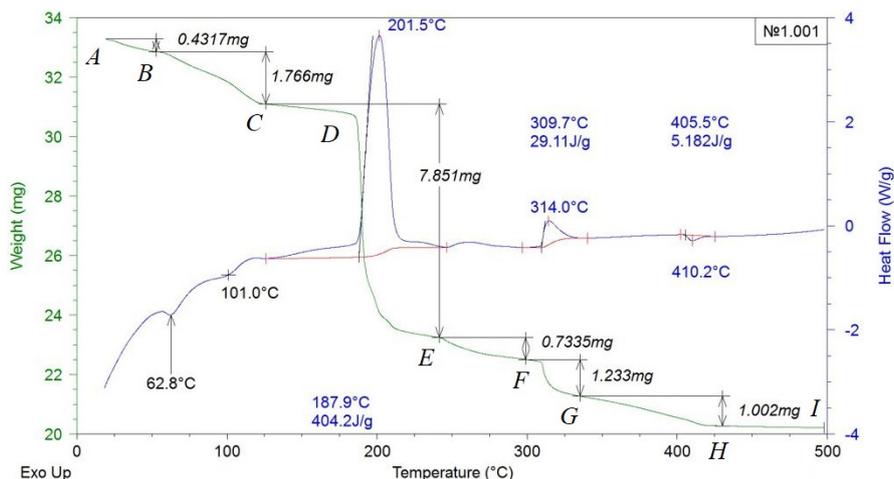
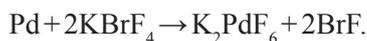


Рис. 1. Термограмма взаимодействия Pd с  $KBrF_4$  (соотношение 1 : 2 M)

При данной температуре палладий должен переходить в гексафторопалладат калия по реакции [2]:



Результаты термогравиметрического анализа смеси палладия и тетрафторбромата калия представлены на рисунке 1.

На кривой изменения теплового потока (синяя кривая) отражены три эндотермических и два экзотермических эффекта. Первые два эндотермических эффекта, наблюдаемые при температурах 62,8 и 101 °С, можно отнести к процессу удаления газообразных продуктов из пор фторбромата, в том числе брома и трифторида брома.

Экзотермические эффекты, наблюдаемые при 201,5 и 314 °С, указывают на многостадийность процесса фторирования и образование соединений палладия с промежуточными степенями окисления (участок DE на кривой изменения массы соответствует образованию  $KPdF_3$ , участок EF –  $K_2PdF_5$ , участок FG –  $KPdF_6$ ).

Основной экзотермический эффект наблюдается при температуре 201,5 °С (максимум пика), он соответствует началу процесса

фторирования палладия, что подтверждается уменьшением массы образца. Последний эндотермический эффект с температурой 410,2 °С предположительно относится к разложению остаточных количеств тетрафторбромата калия.

Масса полученного продукта по термограмме составляет 0,02011 г, что соответствует стехиометрически рассчитанной массе  $K_2PdF_6$  (0,02021 г).

В ходе проведенных исследований было определено, что процесс фторирования палладия в открытой системе при 500 °С является многостадийным и в промежуточных продуктах палладий проявляет степень окисления 2+ и 3+. Процесс фторирования начинается при температуре 187,9 °С, заканчивается при 335 °С. Суммарный тепловой эффект многостадийной реакции составил 433,31 Дж/г.

Также было доказано, что тетрафторбромат калия обладает достаточной окислительной способностью для перевода металлического палладия в четырехвалентное состояние при температуре ниже температуры разложения и образования трифторида брома.

### Список литературы

1. Baldé C.P., Forti V., Gray V., Kuehr R., Stegmann P. *The Global E-waste Monitor 2017.*– Tokyo: UNU Press, 2017.– 116 p.
2. Ivlev S.I., Malin A.V., Karttunen A.J., Ostvald R.V., Kraus F. // *Journal of Fluorine Chemistry*, 2019.– V.218.– P.11–20.