

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН  
КАЗАХСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ  
УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ К. И. САТПАЕВА

ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ И ОБОГАЩЕНИЯ

## МАТЕРИАЛЫ

Международной научно-практической конференции  
ЭФФЕКТИВНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА ЦВЕТНЫХ,  
РЕДКИХ И БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ



Алматы 2018 Almaty

**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН  
КАЗАХСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ  
УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ К. И. САТПАЕВА  
ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ И ОБОГАЩЕНИЯ**

**Металлургия ғылымы мен өнеркәсібінің мәселелеріне және белгілі  
ғалым металлург, ҚР ҰҒА корреспондент мүшесі,  
Қазақстан Республикасы Мемлекеттік сыйлығының иегері  
Болат Балтақайұлы Бейсембаевті еске алуға арналған  
«Түсті, сирек және асыл металдарды өндірудің тиімді технологиялары»  
атты Халықаралық ғылыми-практикалық конференцияның**

**МАТЕРИАЛДАРЫ**

**МАТЕРИАЛЫ**

**Международной научно-практической конференции  
«Эффективные технологии производства цветных, редких и  
благородных металлов», посвященной проблемам металлургической  
науки и промышленности и памяти известного ученого-металлурга,  
члена-корреспондента Академии наук РК,  
лауреата Государственной премии Республики Казахстан  
Булата Балтакаевича Бейсембаева**

**PROCEEDINGS**

**of International scientific and practical conference  
“The Effective Technologies of Non-Ferrous,  
Rare and Precious Metals Manufacturing” devoted to the metallurgy  
science and industry concerns and in memory of well-known scientist  
of metallurgy, Associate Member of the National Academy  
of Sciences of Kazakhstan, the honoree of the State Prize of the  
Republic of Kazakhstan Bulat Baltakayevich Beisembayev**

**Алматы 2018**

**УДК 669**  
**ББК 34.3**  
**Э94**

**Ответственный редактор:** д.т.н., проф. Кенжалиев Б.К.

**Жауапты редактор:** т.ғ.д., проф. Кенжалиев Б.К.

**Редакционный совет:** д.т.н., проф. Кенжалиев Б.К., д.т.н., проф. Загородняя А.Н., д.т.н. Квятковский С.А., к.т.н. Кульдеев Е.И., к.х.н. Темирова С.С., PhD Касымова Г.К.

**Редакциялық алқа:** т.ғ.д., проф. Кенжалиев Б.К., т.ғ.д., проф. Загородняя А.Н., т.ғ.д. Квятковский С.А., т.ғ.к. Көлдеев Е.И., х.ғ.к. Темирова С.С., PhD Касымова Г.К.

**«Эффективные технологии производства цветных, редких и благородных металлов»:** Материалы Межд. научно-практ. конф. / Сост.: к.х.н. Темирова С.С., к.т.н. Кульдеев Е.И., Садыкова Т.С. – Алматы, 2018. – 440 с.

**«Түсті, сирек және асыл металдарды өндірудің тиімді технологиялары»:** Халықар. ғыл. практ. конф. материалдары / Құраст.: х.ғ.к. Темирова С.С., т.ғ.к. Көлдеев Е.И., Садыкова Т.С. – Алматы, 2018. – 440 б.

**ISBN 978-601-323-132-7**

В Материалах конференции «Эффективные технологии производства цветных, редких и благородных металлов» представлены результаты фундаментальных и прикладных исследований в области металлургии цветных, редких и благородных металлов, обогащения минерального и техногенного сырья, получения высокочистых металлов и перспективных материалов, а также разработки новых и усовершенствования существующих технологических схем, процессов и аппаратов.

Материалы конференции предназначены для ученых и специалистов, работающих в области переработки минерального сырья и материаловедения.

«Түсті, сирек және асыл металдарды өндірудің тиімді технологиялары» атты конференцияның материалдарында түсті, сирек және асыл металдар металлургиясы, минералдық және техногенді шикізаттарды байыту, тазалығы жоғары металдар мен келешегі зор материалдарды алу, сонымен қатар жаңа технологиялық схемаларды, үрдістерді және аппараттарды жасап шығару және олардың бұрыннан келе жатқан түрлерін жетілдіру салаларындағы іргелі және қолданбалы зерттеулердің нәтижелері келтірілген.

Конференция материалдары материалтану және минералды шикізаттарды өңдеу саласында жұмыс жасайтын ғалымдар мен мамандарға арналған.

**УДК 669**  
**ББК 34.3**

**ISBN 978-601-323-132-7**

© АО «ИМиО», 2018

# ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ПЕРРЕНАТА АММОНИЯ, РЕНИЕВОЙ КИСЛОТЫ И ИЗОТОПА ОСМИЙ-187 ИЗ ТЕХНОГЕННЫХ ОБРАЗОВАНИЙ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ, УРАНОВОЙ ОТРАСЛИ И ВТОРИЧНОГО СЫРЬЯ, РАЗРАБОТАННЫЕ В ИНСТИТУТЕ МЕТАЛЛУРГИИ И ОБОГАЩЕНИЯ

<https://doi.org/10.31643/2018-7.20>

**\*Загородняя А.Н.,<sup>1</sup> Абишева З.С.,<sup>1,2</sup> Агапова Л.Я.<sup>1</sup>**

ORCID: 0000-0002-8252-8954      0000-0002-4506-0694      0000-0001-9180-7296

<sup>1</sup>АО «Институт металлургии и обогащения», Алматы, Казахстан, \*alinazag39@mail.ru;

<sup>2</sup>НАО «Казахский национальный исследовательский технический университет имени К. И. Сатпаева», Алматы, Казахстан

**Аннотация.** В работе приведен качественный и количественный составы растворов от пирометаллургической переработки некондиционного молибденового концентрата, медной шихты, от вскрытия пылей агломерации свинцового производства, фильтратов после сорбционного извлечения урана из растворов подземного выщелачивания урансодержащих руд и от электрохимического вскрытия отходов жаропрочных сплавов. Описаны разработанные и внедренные в производство технологические схемы извлечения рения с получением товарной продукции из перечисленных техногенных образований и изотопа осмий-187 из маточных растворов твердофазной реэкстракции рения и межфазных взвесей. Технологии извлечения рения из растворов базируются на сорбционных и экстракционных процессах; получения марочного перрената аммония - перекристаллизации, мембранного электродиализа и сорбции; технология вскрытия отходов жаропрочных сплавов – на электрохимических процессах. Технология получения изотопа осмий-187 – на процессах осаждения, возгонки и восстановления.

Медь в Казахстане получают в Балхаше, начиная с первой половины прошлого столетия до настоящего времени из руд различных месторождений, содержащих и содержащих наряду с целевым металлом рений, молибден, изотоп осмий-187 и другие ценные металлы [1]. До 1990 г. попутно получали кондиционный и некондиционный молибденовые концентраты. При пирометаллургической переработке некондиционных молибденовых концентратов, медной шихты рений и осмий переходят в различные техногенные образования: в пыли, промывные растворы и шламы. Пыли и шламы основу, которых составляет свинец, отправляли на Шымкентский свинцовый завод. В них также присутствовал и рений в количествах от 0,008 до 0,018 мас. %. При агломерации свинцовой шихты рений концентрировался в пылях электрофильтров до 0,05 мас. %. Рений также содержится и в урансодержащих рудах, при выщелачивании которых методом подземного скважинного выщелачивания, он совместно с ураном частично переходит в растворы [2-4]. При этом концентрация его в растворах не превышает 0,5 мг/дм<sup>3</sup>.

Пионером в области разработки технологий извлечения рения из перечисленных техногенных образований и изотопа осмий-187 из техногенных образований от переработки жезказганского концентрата является Институт металлургии и обогащения (ИМиО).

Технологии извлечения рения из растворов (кроме первого промышленного производства, 1948 г.) базируются на сорбционных и экстракционных процессах; получения перрената аммония и рениевой кислоты – на мембранном электродиализе; технология вскрытия отходов жаропрочных сплавов – на электрохимических процессах. Осмия – на процессах отгонки, осаждения и восстановления. Сорбционные технологии включают следующие основные операции: сорбция рения на слабоосновных анионитах, промывка насыщенного анионита от исходного раствора, элюирование рения водным раствором аммиака, выпаривание аммиачных ренийсодержащих элюатов,

кристаллизация черного перрената аммония. Экстракционные – экстракция рения раствором триалкиламина в керосине с добавлением высших спиртов, промывка экстракта от исходного раствора, твердофазная рекстракция с получением черного перрената аммония. Получение из черновой соли товарной осуществляют перекристаллизацией, методом мембранного электродиализа и сорбцией.

Разработке любой технологии предшествовал большой объем выполненных теоретических и технологических исследований перечисленных процессов.

Основопологающей операцией всех разработанных технологий является извлечение рения из растворов, состав которых весьма разнообразен и зависит от сырья и способов его переработки (таблица 1). Из таблицы 1 видно, что растворы различаются как по кислотности, элементному составу, так и по количественному их содержанию. Содержание рения в них колеблется от 0,48 мг/дм<sup>3</sup> до 1 г/дм<sup>3</sup>.

Таблица 1 – Химический состав ренийсодержащих производственных растворов

Элемент	Химический состав растворов от переработки молибденового, медного, свинцового, уранового сырья и от вскрытия отходов жаропрочных сплавов						
	молибденовое		медное		свинцовое	урановое	сплавы
	маточный раствор от осаждения СаМоО4	раствор газоочистки	промывная серная кислота		растворы от вскрытия пылей свинцового завода	фильтраты сорбции урана	растворы от вскрытия
			БГМК	БМЗ			
концентрация, г/дм <sup>3</sup>							
1	2	3	4	5	6	7	8
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	pH - 3	20-100	124,3 - 286,0	37,66 – 76,44	20,5	pH-2,03	90-100
Re	0,035	0,1-1,0	0,050 – 0,185	0,0049 – 0,012	0,08	48·10 <sup>-5</sup>	0,60-1,14
Zn	He обн.	следы	1,0 – 5,1	0,053 – 0,38	100,0		
Cu	0,0024	следы	0,092 – 0,260	0,0005 – ,0026	0,02		
Cd		следы	0,03 – 0,068	0,0072; 0,04	23,7		
Fe	0,0003	следы	0,088 – 0,82	0,0012; 0,0072	0,6	Fe <sup>3+</sup> - ,11; Fe <sup>2+</sup> - 0,43	
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	14,1				110,5	8,7	
As	He обн.	1x10 <sup>-3</sup>	1,14 – 1,3	0,212 - 2,73	3,2		
Se	He обн.	1x10 <sup>-3</sup>	Сл. – 0,02	0,021 – 0,041			
Pb			0,0 – 0,007	0,0042 – 0,0086			
Mn			0,0016 – 0,01	0,001			
Sb			0,006 – 0,03	0,0007 - 0,0012			
K	0,17		0,0077- 0,31	0,007; 0,020			
Na			0,62 – 1,65	0,25; 0,38			
Mo	0,023	0,5-6,0	0,0003	0,0002 – 0,0004			

продолжение таблицы

1	2	3	4	5	6	7	8
SiO <sub>2</sub>			0,004- 0,015	0,48 – 0,63		0,05	
Cl	22,72	0,1- 0,3	1,89 – 3,64	0,196 – 0,225	10,0 – 30,0	1,12	
Bi			0,016	0,0003; 0,0076			
Te				0,0006; 0,0007			
Os				0,0001			
Tl					0,2		
In					0,1		
Mg						0,10	
Al						0,29	0,49-0,62
P						0,006	
NO <sup>3-</sup>						0,63	20
Ca	He обн.					0,42	
U						0,002	
Ni							7,02-10,98
Co							1,52-2,54
Cr							0,56-0,73
Mo							0,14-0,44
W							0,02-0,06

**Рений.** Работы по рению начались в ИМиО в 1944 г., проводятся по настоящее время. Их инициатором была О. А., Суворова последователями - К. Б. Лебедев, Е. И. Пономарева, А. Н. Загородняя, А. М. Бикинцев, З. С. Абишева, Л. Я. Агапова.

Первое промышленное производство рения в бывшем Советском союзе было налажено в 1948 г. из пылей Балхашского горно-металлургического комбината, образующихся при обжиге некондиционных молибденовых концентратов, в результате совместной работы сотрудников ИМиО, комбината и Государственного института редких металлов [5]. Технология включала следующие операции: спекание с оксидом кальция, выщелачивание спека водой, выпаривание растворов, осаждение черновой соли перрената калия, перекристаллизация. Степень извлечения рения из пылей в перренат калия колебалась от 80 до 87,5 %, из концентрата - 7 %. Низкая степень извлечения послужила основанием для прекращения работы этой технологии. Рений стали извлекать из маточных растворов от осаждения молибдата кальция и из промывных растворов системы газоочистки с применением сорбционных процессов по самостоятельным технологиям. В качестве сорбентов использовали уголь КАД, аниониты АН-1 (для извлечения молибдена) и АН-2ф (для извлечения рения). Однако несмотря на существенный прорыв, разработанная технология была очень громоздкой, трудоемкой и затратной.

Уголь КАД и анионит АН-2ф были задействованы и в технологии получения перрената аммония из растворов от промывки металлургических газов от плавки медной шихты и конвертирования штейна (производственная терминология: промывная серная кислота), разработанной и внедренной сотрудниками комбината в 1963 г. Эта технология, не смотря на высокую степень извлечения рения из растворов (98 %), также была не лишена недостатков (частая замена угля, низкая динамическая обменная емкость АН-2ф) [6].

Над усовершенствованием схем извлечения рения из растворов молибденового и медного производств работали производственники комбината совместно с учеными бывшего Советского союза, в том числе и Казахстана. Необходимо отметить, что в это время начались интенсивные работы по синтезу ионитов. В институте группа

сотрудников под руководством К. Б. Лебедева провела большую научно-исследовательскую работу по выбору анионитов, выпускаемых в промышленном масштабе и синтезируемых в научных учреждениях и пригодных для извлечения рения из указанных растворов, и десорбции из них рения водным раствором аммиака. В результате в 1969 г. впервые в мировой практике разработана и внедрена в производство сорбционная технология селективного извлечения рения из молибденсодержащих растворов с использованием анионита АН-21 гелевой структуры с высоким содержанием дивинилбензола [7]. Внедрение её привело к повышению извлечения рения, к сокращению расхода соды, серной кислоты в три раза, ликвидировало применение сульфата свинца и угля КАД. Замена анионита АН-2ф в технологии извлечения рения из промывной серной кислоты на анионит АН-21 гелевой и пористой структур [6-8], внедрение которых происходило поэтапно, позволила сократить расход аммиака, увеличить концентрацию рения в элюатах, направляемых на выпаривание. И, как следствие, сократить энергозатраты более чем в 2 раза, а также количество анионита задействованного в технологическом процессе. В начале 90-х годов прошлого столетия из-за отсутствия сырья извлечение рения в Балхаше, было прекращено, позднее и серной кислоты.

С 2006 г. на завод вновь стал поступать Жезказганский концентрат. В 2008 г возобновлено производство серной кислоты по технологии «Комитекс». При этом промывные растворы без циркуляции и отстаивания от шлама сбрасываются на очистные сооружения. Ежедневно сбрасывается от 700 до 1400 м<sup>3</sup> пульпы. По инициативе ИМиО осуществлен мониторинг за поведением рения. Концентрация его в растворах при стабильном оптимальном режиме колеблется от 6,5 до 12 мг/дм<sup>3</sup>, концентрация H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> – от 60 до 80 г/дм<sup>3</sup>, количество шлама в пульпе от 0,080 до 0,600 г/дм<sup>3</sup> [9]. Предварительные расчеты показали, что только с промывной серной кислотой теряется 2 – 3 тонны рения в год. Для растворов с такой незначительной концентрацией рения была разработана сорбционная технология его извлечения с использованием анионита А170 пористой модификации фирмы Пьюролайт. Для определения технологических параметров всех операций технологии выполнен большой объем экспериментальных работ [10-13]. Технология проверена в полупромышленном масштабе [14]. По результатам испытаний составлен технологический регламент для проектирования. Рассчитанная себестоимость 1 кг перрената аммония при численности работников – 62.

Разработаны и внедрены на РГП «Жезказганредмет» технологии получения перрената аммония из техногенного продукта экстракционной технологии извлечения рения из промывной серной кислоты (технология разработана ГИНЦВЕТМетом [15]) - межфазных взвесей и осмиевого концентрата. Сущность технологии извлечения рения из взвесей заключается в репульсации продуктов в органическом растворителе с переводом триалкиламина, содержащего рений, в растворитель и далее по экстракционной технологии [16, 17]. Из концентрата – в спекании с оксидом кальция, выщелачивании спека в растворе серной кислоты и далее по экстракционной технологии.

Как было сказано выше, ренийсодержащие пыли и шламы отправлялись на Шымкентский свинцовый завод. В начале 70-х годов по инициативе член-корр. АН Каз. ССР Е. И. Пономаревой были начаты работы по рению на этом заводе. Коллективом сотрудников лаборатории под её непосредственным руководством проанализировано на рений сырье, входящее в состав шихты, изучено распределение рения по продуктам агломерационного, сернокислотного и редкометального цехов. При вскрытии пылей в растворы переходило всего лишь 15 % рения от содержания в пылях. Несмотря на низкое извлечение рения, растворы явились основным источником получения рения на заводе. Нужно отметить, что по своему составу растворы существенно отличались от растворов промывной серной кислоты медных заводов (таблица 1). Выполнен большой объем теоретических и технологических исследований по сорбционному, экстракционному и

осадительным методам извлечения рения из растворов от вскрытия пылей методами сульфатизации и прямой гидрометаллургии. В результате впервые в мировой практике в 1974 г. организовано производство перрената аммония из этих растворов по сорбционной технологии с применением анионита АН-21 [7]. Однако изменение состава пылей привело к увеличению содержания хлорид-ионов в растворе до 35 г/дм<sup>3</sup>, которые практически полностью депрессировали сорбцию рения. По этой причине сорбционная технология была заменена на экстракционную. В качестве экстрагента использовали триалкиламин. В процессе проведения работ по экстракционному извлечению рения из растворов и реэкстракции его из экстракта выяснилось, что совместно с рением экстрагируются цинк, кадмий в виде хлоридных анионных комплексов, которые при реэкстракции образуют малорастворимые комплексные соли рения состава  $[\text{Me}(\text{NH}_3)_4(\text{ReO}_4)_2]$ . Найдены условия получения из них перрената аммония. Экстракционная технология также была внедрена в производство в 1984. Образование малорастворимых комплексных солей рения и возможность получения из них простым способом перрената аммония были использованы для разработки технологии извлечения рения из маточных растворов, которые ранее возвращались в «голову» процесса [18]. Разработанная технология внедрена на Шымкентском свинцовом заводе и в РГП «Жезказганредмет».

Совместно с сотрудниками экспериментального цеха завода была разработана и внедрена технология гидрометаллургического вскрытия пылей с использованием в качестве окислителя марганцевого концентрата. Что привело к повышению извлечения Re до 91 %, Cd до 85,2 %, Zn до 92,3 %, Tl до 91,8 [19]. Металлы за исключением цинка извлекались по прежним технологиям. Цинк осаждали фосфорной кислотой с получением её солей.

Рений также содержится и в полиэлементных урансодержащих рудах. В некоторых урансодержащих месторождениях Казахстана по подсчетам геологов содержится 100 т рения [3, 4]. Однако первые работы по рению в урановой отрасли были проведены ИМиО на одном из рудников Узбекистана, руководство которого обратилось с просьбой заняться извлечением рения. Сотрудниками института были установлены продукты его максимального концентрирования и разработано семь вариантов технологий. Сорбционно-экстракционная технология извлечения рения из анионита и маточных растворов от осаждения солей урана с применением реагентов и оборудования основной технологии извлечения урана из растворов подземного выщелачивания руд (ПВ) без значительных капитальных затрат в 1986 г. внедрена в производство и функционирует по настоящее время [20], описана в книге [2]. К сожалению, из-за распада Союза связь с рудником прервана. Однако его сотрудники, насколько нам известно, вовлекли в сферу производства другой техногенный ренийсодержащий продукт – фильтраты сорбции урана. Таким образом, впервые в мировой практике по нашей технологии осуществляется извлечение рения из растворов ПВ, в которых его содержится всего лишь 0,25 – 0,35 мг/дм<sup>3</sup>.

Позднее сотрудниками института на одном из предприятий «Казатомпрома» было изучено распределение рения по технологии переработки растворов ПВ с получением желтого кека [21], проведены работы по уточнению технологических параметров извлечения рения из фильтратов сорбции урана на анионите, применяемом на данном предприятии, по ранее разработанной нами технологии для Узбекистана. В итоге были внесены некоторые изменения в ранее разработанную сорбционно-экстракционную технологию. Усовершенствованная сорбционно-экстракционная технология проверена в полупромышленном масштабе. [22]. Но эта технология, не смотря на хорошие результаты, не лишена недостатков. Основной из них - экстракционный передел. Ранее нами для рудника Узбекистана была разработана, но не проверена в полупромышленном масштабе сорбционно-сорбционная технология с использованием анионита АН-21. Так как выпуск этого анионита в России был прекращен, то технологические параметры всех



операций технологии уточнены для анионита А170 пористой модификации фирмы Пьюролайт, как показали наши исследования, аналога анионита АН-21 [23, 24]. Технология с использованием этого анионита проверена в полупромышленном масштабе [25]. По результатам испытаний составлен технологический регламент, рассчитана себестоимость 1 кг соли. Аналогов сорбционно-сорбционной технологии в мире на сегодняшний день нет.

В институте проводятся работы и по повышению качества перрената аммония. Товарная соль жестко нормируется по 13 элементам (таблица 2), в зависимости от их содержания соль согласно ГОСТу маркируется как АР-1, АР-0, АР-00.

Таблица 2 – Химический состав перрената аммония различных марок согласно ГОСТу - 31411-2009

Марка	Содержание, % (мас.)													
	%	x10 <sup>-3</sup>												
	Re	Al	Fe	K	Ca	Si	Mg	Mn	Cu	Mo	Na	Ni	S	P
АР-00	69,3	0,5	0,5	1,0	1,0	1,0	0,20	0,1	0,05	0,5	0,5	0,2	2,0	1,0
АР-0	69,1	0,5	0,5	5,0	1,0	1,0	0,20	0,1	0,10	0,5	1,0	0,5	2,0	
АР-1	69,0	2,0	1,0	10,0	3,0	2,0	2,00	2,0	1,00	10,0	2,0	2,0	5,0	

Независимо от технологии извлечения рения из растворов и их состава конечным продуктом её является черновой перренат аммония. Причем содержание примесей в нем зависит от химического состава раствора. Элементы-примеси, регламентируемые ГОСТом, в основном остаются в маточном растворе при получении черновой соли. Традиционным промышленным способом получения марочной соли из черновой является одноступенчатая или многоступенчатая перекристаллизация. Однако этот способ не всегда гарантировал получение марочной соли, не говоря о получении соли высшей марки. Как показала практика, трудноудаляемым элементом является калий. В институте выполнен большой объем исследований по очистке черновой соли от калия перекристаллизацией, сорбцией и мембранным электродиализом [26-30]. Сопоставительный анализ всех методов получения марочной соли из черновой показал, что перекристаллизацией можно получить соль марки АР-0, сорбцией – АР-00, мембранным электродиализом – соль чище, чем АР-00. Электродиализный метод внедрен на Шымкентском свинцовом заводе, в урановой отрасли Узбекистана, в РГП «Жезказганредмет», сорбционный - в РГП «Жезказганредмет». Исследования по применению мембранного электродиализа в технологии рения инициированы членом-корреспондентом Академии наук Казахстана Е. И Пономаревой. Её учеником кан. тех. наук А. М. Бикеневым совместно с сотрудниками конструкторского бюро института разработан уникальный аппарат без использования платины, который успешно эксплуатируется и в настоящее время.

В последние годы в институте, как и мире, проводятся исследования по вовлечению в сферу производства рения вторичного сырья, в частности, ренийсодержащих отходов жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) – лопатки турбин авиационных двигателей и электростанций. Отходы представлены компактными кусками размером от 2 до 20 см различной формы. Сплавы – многокомпонентная система, содержащая, мас. %: например, 2,99 Re, 54,04 Ni, 11,54 Co, 7,25 Al, 6,27 Cr, 3,94 Ta, 4,38 W, 0,98 Mo, 1,93 Si. Проблема их переработки заключается в сложности перевода металлов в раствор. В институте разработан электрохимический способ вскрытия отходов, включающий их анодное растворение в сернокислотном растворе с добавкой азотной кислоты [31]. В этих условиях рений извлекается в раствор на 80 – 90 %, а никель, кобальт, хром и алюминий свыше 90 %. В анодный шлам переходят практически полностью вольфрам, тантал, гафний и до 80 % молибдена. При химическом вскрытии шлама в сернокислых растворах с добавками пероксида водорода или азотной кислоты до 95 % рения, никеля и кобальта, присутствующее в шламе, можно перевести в раствор. Из объединенных растворов от

анодного вскрытия отходов ЖНС и шламов рений извлекают экстракцией с получением перрената аммония. Разработана конструкция электролизера и изготовлен полупромышленный электролизер объемом 100 дм<sup>3</sup>. На РГП «Жезказганредмет» проведены полупромышленные испытания. Получены перренат аммония, концентрат тугоплавких редких металлов и никель-кобальтовый концентрат. РГП «Жезказганредмет» планирует внедрить разработанную технологию.

**Осмий.** Другим металлом, представляющим особенную ценность, является изотоп осмий-187. Ученые Института геологических наук Академии наук Казахской ССР, которые обнаружили рений и осмий в рудах Казахстана [1], разработали комплекс аналитических методик количественного определения осмия в рудах и технологических продуктах и изотопный анализ осмия в обогащенных пробах и впервые в мировой практике получили первые граммы изотопа осмий-187 из минерального сырья (свинцовых шламов сернокислотного производства Балхашского горно-металлургического комбината). Это позволило рассматривать руды Жезказгана как источник получения моно изотопа осмий-187. Однако исследования с момента его открытия носили эпизодический характер, не уделялось должного внимания разработке технологий, позволяющих осуществить промышленное производство изотопа осмий<sup>187</sup>.

Систематические фундаментальные и прикладные исследования по химии и технологии природного изотопа осмий-187 проводятся в ИМиО с 1974 г. по инициативе член корр. АН Каз. ССР Е. И. Пономаревой под руководством З. С. Абишевой. За это время выполнен большой комплекс работ: изучено поведение его по всем переделам металлургического и сернокислотного цехов и редкометального производства; выявлены промпродукты его максимального концентрирования (рафинаты, маточные растворы, межфазные взвеси экстракционной технологии и шламы сернокислотного производства). К наиболее перспективным продуктам с точки зрения извлечения осмия отнесены маточные растворы и межфазные взвеси. Выполнен большой объем исследований по формам нахождения осмия в промывной серной кислоте, маточных растворах, межфазных взвесах. Это позволило установить причину частичного перехода осмия в осадок, как и рения при промывке металлургических газов, низкого извлечения осмия на стадии экстракции рения.

С использованием данных теоретических исследований были разработаны и внедрены самостоятельные технологии извлечения осмия из маточных растворов и межфазных взвесей в виде различных по составу осадков [32-34].

В 1995 г. впервые в мировой практике было организовано промышленное производство изотопа осмий-187 на РГП «Жезказганредмет» из маточных растворов, в 2011 – из межфазных взвесей. Металл получают и в настоящее время. На базе института в 1979 г. и 1981 г. было проведено два Всесоюзных совещания по химии анализу и технологии осмия и его соединений и издана монография «Металлургия осмия» [35], давшие толчок для интенсификации исследований этого металла и его изотопа в СССР.

Разработанные и реализованные технологии защищены 80 авторскими свидетельствами СССР и патентами Казахстана, 7 из которых внедрены в производство. Внедрение в производство разработок ИМиО по рению и осмию на заводах Казахстана и Узбекистана стало возможным благодаря активной поддержке производителей и их непосредственного участия.

## ЛИТЕРАТУРА

- 1 Калинин С.К., Файн Э.Е. Распространение рения в природных объектах. - Алма-Ата: Наука, 1977. 109 с.
- 2 Лаверов Н.П., Абдульманов И.Г., Бровин К.Г. и др. Подземное выщелачивание полиэлементных руд /Под ред. Н. П. Лаверова. М.: Академия горных наук, 1998. 446 с.
- 3 Сушко С.М., Берикболов Б.Р., Долгополов В.Ф., Желнов В.П. Урановые месторождения Казахстана, перспективы их промышленного освоения и поисков // Сб.

докл. IV Межд. научно-практ. конф. «Актуальные проблемы урановой промышленности». Алматы, 2006. С. 4-10.

4 Савченко Г.А. Распределение рения на эксплуатируемых месторождениях урана Чу-сарысуйского региона в связи с проблемой их комплексной отработки // Сб. докл. II Межд. научно-практ. конф. «Актуальные проблемы урановой промышленности». Алматы, 2002. С. 166–172.

5 Лебедев К.Б. Рений. М.: Научно-техническое издательство литературы по черной и цветной металлургии, 1963. 208 с.

6 Палант А. А., Трошкина И. Д., Чекмарев А. М., Костылев А. И. Технология рения. Москва, 2015. 328 с.

7 Иониты в цветной металлургии /Лебедев К.Б., Казанцев Е.И., Розманов В.М., Пахолков В.С., Чемезов В.А.; Под ред. К.Б. Лебедева. - М.: Металлургия, 1975. - 352 с.

8 Abisheva Z.S. Zagorodnyaya A.N. Hydrometallurgy in rare metal production technology in Kazakhstan // Hydrometallurgy. 2002. - Vol. 63. – N 1. - P. 55-63.

9 Абишева З.С., Загородняя А.Н., Шарипова А.С., Садыканова С.Э., Сукуров Б. М. Качественный и вещественный составы осадков, содержащихся в растворах от промывки металлургических газов медного производства // Матер. II-ой Межд. Казахстанско-Российской конф. по химии и химической технологии. Караганда, 2012. - Т. 1. - С. 30-33.

10 Загородняя А. Н., Абишева З. С., Садыканова С. Э., Шарипова А. С. Подготовка растворов от промывки металлургических газов медного производства для сорбционного извлечения из них рения // Матер. II-ой Межд. Казахстанско-Российской конф. по химии и химической технологии. Караганда. 2012. Т. 1. С. 138-142.

11 Загородняя А.Н., Абишева З.С., Боброва В.В., Садыканова С.Э. Слабоосновные аниониты АН-21, А170 для извлечения рения из различных сред // Комплексное использование минерального сырья. 2011. - № 3. - С. 22-30.

12 Абишева З.С., Загородняя А.Н., Бектурганов Н.С., Оспанов Е.А., Оспанов Н.А. Исследование сорбции рения из производственных растворов промывной серной кислоты Балхашского медеплавильного завода на анионите А170 // Цветные металлы. 2012. - № 7. - С. 57-61.

13 Загородняя А.Н., Абишева З.С., Шарипова А.С., Садыканова С.Э. Получение перрената аммония из кислых сточных вод от промывки металлургических газов переработки медной шихты // Комплексное использование минерального сырья. - 2014. - № 2. - С. 57-63.

14 Загородняя А.Н., Абишева З.С., Шарипова А.С., Жумабеков Ж.Ж. Полупромышленные испытания сорбционной технологии извлечения рения из сточных вод от промывки металлургических газов Балхашского медного завода // Цветные металлы. 2016. - № 1. - С. 49-53.

15 Виноградова М.А., Фоминых Е.Г., Гаврилова М.И. и др. Экстракционное извлечение рения из промывной кислоты, получаемой на базе металлургических газов медеплавильного производства / В кн. «Экстракция и сорбция в металлургии молибдена, вольфрама и рения». М. 1971, - С. 71-77.

16 Садыканова С.Э., Загородняя А.Н., Абишева З.С., Букуров Т.Н. Извлечение металлов из межфазных взвесей //Матер. научн.-практ. конф. Научное наследие Е.Букетова. - Петропавловск, 2005. - Т. 2. – С. 67 – 71.

17 Zagorodnyaya A.N., Abisheva Z.S., Sadykanova S.E., Bobrova V.V., Sharipova A.S. The characterization and origins of interphase substances (cruds) in the rhenium solvent extraction circuit of a copper smelter //Hydrometallurgy. 2010. Vol. 104. № 2. P. 308 -312.

18 Загородняя А.Н., Абишева З.С., Пономарева Е.И., Тулекбаева А.К. применение солей переходных металлов II группы в технологии получения перрената аммония // Цветная металлургия. - 1998. - № 11-12. - С. 21-25.

19 Тулекбаева А. К., Устимов А. М., Загородняя А. Н., Колосов Б. В. Гидрометаллургическая переработка пылей свинцового производства совместно с марганцевой рудой // Цветные металлы. 1994. - № 5. - С. 19-22.

20 Загородняя А. Н., Абишева З. С., Пономарева Е. И., Боброва В. В. Комбинированная сорбционно-экстракционно-электродиализная технология получения

- перрената аммония из урансодержащих растворов //Цветные металлы. 2010. № 8. С. 59-62.
- 21 Загородняя А.Н., Абишева З.С., Садыканова С.Э., Шарипова А.С., Бочевская Е.Г. Растворы подземного выщелачивания урансодержащих руд – потенциальный источник увеличения производства перрената аммония в Казахстане // Цветные металлы. 2012. - № 2. - С. 53-60.
- 22 Загородняя А. Н., Абишева З.С., Шарипова А.С. Боброва В.В., Садыканова С.Э., Бочевская Е.Г. Таныбаева Б.А. Сорбционно-экстракционная технология получения перрената аммония из фильтратов сорбции урана / Сборник докл. VI Межд. научно-практ. конф. «Актуальные проблемы урановой промышленности». Алматы. 2010. - С. 452- 456.
- 23 Абишева З.С., Загородняя А.Н., Боброва В. В., Шарипова А.С., Садыканова С.Э. Сорбционная технология извлечения рения из урансодержащих растворов с использованием слабоосновных анионитов // Комплексное использование минерального сырья. 2011. - № 3. - С. 8-16.
- 24 Загородняя А.Н., Абишева З.С., Садыканова С.Э., Шарипова А.С. Сорбция рения и урана из растворов их совместного присутствия слабоосновным анионитом А170 .
- 25 Загородняя А.Н., Шарипова А.С., Абишева З.С., Копбаева, М.П. Полупромышленные испытания сорбционной технологии извлечения рения из фильтратов сорбции урана // Цветные металлы. 2016. - № 4. - С. 34-40.
- 26 Агапова Л.Я., Загородняя А.Н., Абишева З.С., Килибаева С.К., Алтенова А.Н. Использование электролиза для получения чистого перрената аммония из технической соли //Комплексное использование минерального сырья. 2014. № 3. С.71-77.
- 27 Загородняя А.Н., Линник К. А., Шарипова А.С., Абишева З.С, Жумабеков Ж.Ж. Сорбционная очистка растворов технического перрената аммония от элементов-примесей // Комплексное использование минерального сырья. 2015. - № 3. - С.17-26.
- 28 Zagorodnyaya A.N., Abisheva Z.S., Sadykanova S.E., Sharipova A.S. & Ata Akcil. Purification of ammonium perrenate solutions from potassium by Ion exchange // Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review.2017. - vol.38-N 5-P. 284-291.
- 29 Загородняя А.Н., Шарипова А.С., Линник К.А., Абишева З.С. Многоступенчатая перекристаллизация технического перрената аммония // Химическая технология. 2017. - № 5. - Т. 18. – С. 224-232.
- 30 Zagorodnyaya A.N., Sharipova A. S., Linnik K. A. and Abisheva Z. S. Multi-Stage Recrystallization of Crude Ammonium Perrhenate // Theoretical foundations of chemical engineering. 2018. - № 4. V. 52. - P 717-724.
- 31 Агапова Л. Я., Абишева З.С., Килибаева С.К., Яхияева Ж. Е. Электрохимическая переработка техногенных отходов ренийсодержащих жаропрочных никелевых сплавов в сернокислых растворах //Цветные металлы. 2017. № 10. - С.69-74.
- 32 Abisheva Z.S. Zagorodnyaya A.N. Bukurov T.N. Recovery of Radiogenic Osmium-187 from Sulfide Copper Ores in Kazakhstan // Platinum Metals Review. 2001.-Vol. 45. - N 3. - P.132-135.
- 33 Abisheva Z.S., Zagorodnyaya A.N., Bukurov T.N. The recovery of rhenium and radiogenic osmium from copper processing by-products // Proceedings of the Copper-Cobre 2003 5-th International Conference 2003. - Santiago, Chile. Vol. VI. - book 2. - P. 645-657.
- 34 Abisheva Z.S., Zagorodnyaya A.N., Bekturganov N.S. Recovery of osmium and rhenium from the copper ores of Kazakhstan Proceedings of the 6- th Copper-Cobre Conference. 2007, Toronto, Canada. - Vol. IV. The John Dutrizac International Symposium on Copper Hydrometallurgy. - book 2. - P. 205-218.
- 35 Синицын Н.М. и др. Металлургия осмия / Под редакцией Ю. А. Золотова. Алма-Ата: Наука, 1981. 186 с.
- 36 Лебедев К.Б. Рений. М.: Научно-техническое издательство литературы по черной и цветной металлургии, 1960. 120 с.
- 37 Lebedev K.B. The chemistry of rhenium. London: Butterworths, 1962. 145 p.
- 38 Lebedev K.B. Rhenium (second printing). Washington: Joint publications research service, 1964. 245 p.

**TECHNOLOGIES OF PRODUCTION OF AMMONIUM PERRHENATE,  
PERRHENIC ACID AND ISOTOPE OSMIUM-187 FROM TECHNOGENIC  
FORMATIONS OF NON-FERROUS METALLURGY, URANIUM INDUSTRY AND  
SECONDARY RAW MATERIALS, DEVELOPED IN THE INSTITUTE  
OF METALLURGY AND ORE BENEFICIATION**

**\*Zagorodnaya A. N.,<sup>1</sup> Abisheva Z S,<sup>1,2</sup> Agapova L. Ya.<sup>1</sup>**

ORCID: 0000-0002-8252-8954 0000-0002-4506-0694 0000-0001-9180-7296

<sup>1</sup>“Institute of Metallurgy and Ore Beneficiation” JSC, Almaty,  
Kazakhstan,\*alinazag39@mail.ru;

<sup>2</sup>“Kazakh National Research Technical University named after K. I. Satpayev” NJSC,  
Almaty, Kazakhstan

**Abstract.** *The paper presents qualitative and quantitative compositions of solutions from pyrometallurgical processing of unconditioned molybdenum concentrate, copper charge, agglomeration dusts of lead production, filtrate after sorption of uranium from solutions of underground leaching of uranium-bearing ores and from electrochemical processing of high-temperature alloy waste. Presented developed and introduced into production technological flowcharts for recovery of rhenium with the production of marketable products from the listed technogenic formations and the isotope osmium-187 from mother liquors of solid-phase rhenium extraction and interfacial suspensions. The technologies for recovery of rhenium from solutions are based on sorption and solvent extraction processes; obtaining marketable ammonium perrhenate - recrystallization, membrane electrodialysis and sorption; technology of processing the waste of high-temperature alloys - on electrochemical processes. The technology of obtaining the isotope osmium-187 - on the processes of deposition, sublimation and reduction.*