УДК 669.3.347:543.8

А.Г.ТОРГАШЕВ, Л.В.ВОЛКОВ, Е.М.СОЛОВЬЕВ
ОАО «Институт Гипроникель», Санкт-Петербург

РАЗРАБОТКА УСКОРЕННЫХ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ПАВ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ ПО ОПТИМИЗАЦИИ КОЛЛОИДНОГО РЕЖИМА ЭЛЕКТРОРАФИНИРОВАНИЯ МЕДИ

Разработана вольт-амперометрическая экспресс-методика определения концентрации тиомочевины и клея в серно-кислых электролитах рафинирования меди с использованием простой ячейки и обычного стабилизированного источника постоянного тока. Методика прошла испытания в лабораторном и промышленном масштабах.

The voltammetry express-technique of thiourea and glue concentration definition in acidic copper sulphate electrolyte with use of standard cell and stabilized rectifier is developed. The technique has been tested in laboratory and industrial scales.

Перспективными направлениями совершенствования процесса электрорафинирования являются отработка коллоидного режима, форма подаваемого тока, организация рациональной системы циркуляции растворов, конструкция ванн и электродов и некоторые другие.

Одной из основных проблем отечественных заводов является отсутствие экспресс-методики постоянного контроля уровня добавок ПАВ в медном электролите, во многом определяющего качество выпускаемой продукции.

Разработанная в институте «Гипроникель» методика определения концентрации клея и тиомочевины (ТМ) в медных серно-кислых растворах (МВИ ЛГП № 104) предусматривает снятие катодных поляризационных кривых на предварительно протравленном в концентрированной азотной кислоте медном электроде в промышленном электролите (суммарная кривая) с последующим окислением тиомочевины перекисью водорода и повторным снятием поляризационной кривой (так называемая «клеевая кривая»). По размеру отклонения первой кривой от второй при заданной плотности тока определяется концентрация ТМ, а по отклонению второй от эталонной (снятой в электролите без ПАВ), – концентрация клея. Перед этим, естественно, необходимо построить градуировочные кривые на основании данных, полученных в растворах с известными концентрациями данных ПАВ.

Указанная методика не лишена ряда недостатков. Например, требует дорогостоящего специального оборудования (потенциостат, сложная в подготовке и обслуживании электрохимическая ячейка), высокой квалификации оператора-аналитика, неприемлемо большого времени на выполнение одного измерения.

С целью устранения этих недостатков была предпринята попытка упрощения методики путем измерения напряжения после включения тока определенного значения в простой ячейке с использованием в качестве источника тока обычного выпрямителя. Ячейка представляет собой термостатированный (с двойными стенками) стакан на 100 мл, верхнюю крышку-держатель электродов – медный катод размером 8 × 25 мм и кольцевой анод (вдоль стенок стакана) площадью 60 см^2.

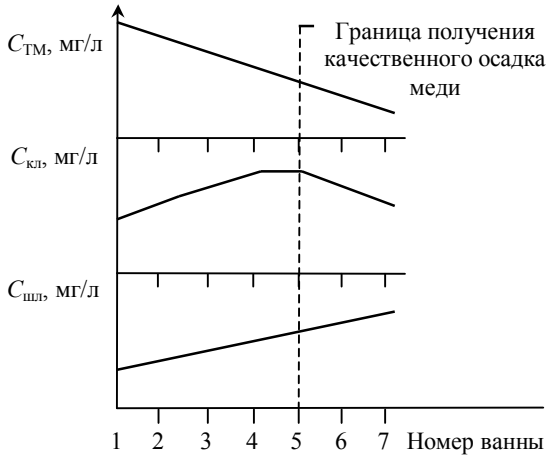
В ходе проведения экспериментов выяснилось, что перенапряжение осаждения меди при 25 °С, плотности тока 100 А/м^2 и межэлектродном расстоянии 25 мм составляет около 80 % от общего напряжения на ячейке, к тому же применяемые ПАВ практически не оказывают влияния на анодную

поляризацию. Данный факт позволил отказаться от электрода сравнения, что никак не сказалось на точности и воспроизводимости результатов. Для уменьшения влияния анодного процесса был использован анод с поверхностью, в 15 раз превышающей площадь катода.

Было обнаружено, что при первом включении тока перенапряжение осаждения меди (пропорциональное замеряемому напряжению на ячейке) превышает устанавливающееся впоследствии перенапряжение в несколько раз. При повторном включении подобного не происходит. Изучение данного эффекта показало, что первоначальное перенапряжение является функцией концентрации ТМ, в то время как установившееся напряжение от ее содержания практически не зависит, но является функцией концентрации клея. Однако плохая воспроизводимость результатов на начальном этапе не позволила воспользоваться этим обстоятельством. С целью улучшения воспроизводимости была исследована зависимость перенапряжения от предварительной подготовки поверхности катода.

Выяснилось, что условием воспроизводимости (помимо одинаковой площади поверхности) является состояние поверхности катода. При его просушивании перед каждым опытом воспроизводимость напряжения в момент включения тока резко возрастала, что вызвано, по-видимому, взаимодействием ТМ с окисной пленкой, образующейся в этом случае на медном катоде.

Указанные закономерности и легли в основу новой методики определения концентрации клея и ТМ в электролитах рафинирования меди. Чувствительность ее не



Распределение концентрации тиомочевины, клея и шлама по длине полублока ванн при идеальной ритмичности дозирования ПАВ (время прохождения блока электролитом – 2 ч 10 мин)

уступает ранее разработанной, а при определении ТМ даже выше. Методика была использована при проведении укрупненно-лабораторных испытаний, где показала хорошие результаты, совпадающие с полученными по стандартной методике.

На комбинате «Североникель» проведена работа по оптимизации коллоидного режима (уточнение требуемого расхода тиомочевины и клея) в условиях повышенного содержания серной кислоты в медном электролите с использованием ускоренной методики определения концентрации ПАВ. На основании полученных закономерностей (см. рисунок) по распределению концентрации ПАВ по длине промышленных блоков ванн выданы рекомендации по корректировке норм расхода добавок ПАВ при промышленном электролизе и оптимальной длине блоков (не более пяти ванн в линии).