

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **202291995** (13) **A1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**

(43) Дата публикации заявки
2023.04.28

(22) Дата подачи заявки
2022.06.30

(51) Int. Cl. **C01F 17/212** (2020.01)
C01F 17/10 (2020.01)
C22B 3/14 (2006.01)
C22B 3/44 (2006.01)

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НЕРАДИОАКТИВНОГО ОКСИДА СКАНДИЯ ИЗ
СКАНДИЙСОДЕРЖАЩЕГО КОНЦЕНТРАТА**

(31) **2021/0609.1**

(32) **2021.10.11**

(33) **KZ**

(96) **KZ2022/038 (KZ) 2022.06.30**

(71) Заявитель:
**АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
"НАЦИОНАЛЬНАЯ
АТОМНАЯ КОМПАНИЯ
"КАЗАТОМПРОМ" (KZ)**

(72) Изобретатель:

**Ибраев Бауржан Мухтарханович,
Кылышканов Манарбек Калымович,
Ярошенко Наталья Николаевна,
Хлебникова Ирина Анатольевна,
Екимова Светлана Владимировна
(KZ)**

(74) Представитель:

Толыбаев Ж.М. (KZ)

(57) Изобретение относится к металлургии цветных металлов, а именно к технологии извлечения скандия из техногенных и продуктивных скандийсодержащих растворов, образующихся после извлечения урана, с последующим получением черного концентрата. Сущность изобретения: в способе получения нерадиоактивного оксида скандия из скандийсодержащего концентрата согласно изобретению в процессе последовательного селективного выщелачивания радиоактивных элементов достигается очистка от радиоактивных примесей. При последующем выщелачивании скандия из дезактивированного концентрата с использованием карбонатных растворов отделяются нерастворимые макропримеси. Осаждение скандия из раствора с последующей прокалкой позволяет получать чистый нерадиоактивный оксид скандия с содержанием целевого компонента до 94,1%, пригодного для прямого получения алюмо-скандиевой лигатуры или металлического скандия. Техническим результатом является упрощение технологии получения чистого нерадиоактивного оксида скандия.

A1

202291995

202291995

A1

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НЕРАДИОАКТИВНОГО ОКСИДА СКАНДИЯ ИЗ СКАНДИЙСОДЕРЖАЩЕГО КОНЦЕНТРАТА

ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

Изобретение относится к области химии и металлургии, а именно к технологии извлечения скандия из скандийсодержащих концентратов – промежуточных продуктов переработки продуктивных сернокислых растворов, образующихся при извлечении урана и других металлов методом подземного скважинного выщелачивания.

УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

Известен способ получения оксида скандия [Патент RU 2069181, Дата публикации патента: 20.11.1996 г. «Способ получения оксида скандия». Волков В.В., Курявский Ю.], по следующей технологии:

- растворение скандийсодержащего концентрата в минеральной (соляной, серной, азотной) кислоте;
- отделение осадка сульфата скандия от раствора, промывка осадка;
- растворение осадка сульфата скандия в воде, контрольная фильтрация;
- осаждение из раствора малорастворимых соединений скандия, например, гидроксида и/или оксалата;
- промывка, сушка и прокаливание малорастворимого соединения скандия с получением товарного оксида скандия (99,0%).

Недостатком известного способа является значительный процент общих потерь скандия (до 11 %), которые обусловлены тем, что промывку осадка сульфата скандия проводят раствором серной кислотой, в котором растворимость скандия достаточно высокая, что способствует его вымыванию. Также данный способ не обеспечивает необходимую степень дезактивации скандийсодержащего концентрата в случае его получения из растворов маточника сорбции урана.

Известен способ получения оксида скандия [Патент RU 2257348, 27.07.2005 г «Способ получения оксида скандия». Курявский Ю.П., Чижов Н.Н., Черный С.А. и др.], согласно которому проводят растворение скандийсодержащего концентрата в минеральной кислоте (соляной, серной, азотной); очистку скандиевого раствора от примесей путем обработки растворов сульфатсодержащим неорганическим соединением и затем хлоридом бария; обработку очищенного скандиевого раствора щелочными реагентами, в частности NH_4OH , с получением малорастворимых соединений скандия: оксигидрата или гидрооксокарбоната

скандия; фильтрование пульпы для отделения скандиевого осадка от раствора; обработку осадка муравьиной кислотой; отделение осадка формиата скандия от маточного раствора; промывку осадка муравьиной кислотой, сушку и прокалку осадка с получением товарного оксида скандия чистотой 99,99 %.

К недостаткам известного способа относятся его многостадийность, в частности, для удаления примесей на первом этапе в скандиевый раствор вводят сульфатсодержащие неорганические соединения и хлорид бария, а затем проводят дополнительную обработку осадка оксигидрата скандия муравьиной кислотой.

Известен способ извлечения оксида скандия из скандийсодержащих концентратов, принятый за прототип [Химия и технология редких и рассеянных элементов. Ч.2. под редакцией К.А. Большакова. Учебное пособие для вузов. М: Высшая школа, 1976. С 21.], в котором для отделения от Fe, Mn, Al и Ca предлагается использовать способность гидроокиси скандия растворяться в растворах соды и карбоната аммония. В частности, согласно данному источнику информации с повышением температуры карбонатного раствора растворимость $\text{Sc}(\text{OH})_3$ понижается, а при увеличении концентрации карбонатной составляющей в растворе – повышается. Для более полного извлечения скандия рекомендуется исходный раствор с концентрацией оксидов 15-25 г/л нейтрализовать содой или аммиаком до значений $\text{pH}=2$, а затем постепенно, перемешивая, вливать его в равный объем 20 %-ного раствора соды при комнатной температуре. После отделения осадка примесей раствор подкисляют соляной кислотой, кипятят для удаления CO_2 и аммиаком осаждают гидроокись скандия.

К недостаткам известного способа относятся отсутствие операции по удалению радиоактивных элементов (в случае их наличия в концентрате) и необходимость получения исходного раствора с концентрацией оксидов скандия более 15 г/л.

СУЩНОСТИ ИЗОБРЕТЕНИЯ

В основу предложенного изобретения поставлена задача разработать эффективный способ очистки соединений скандия от радиоактивных примесей, с последующим извлечением скандия из скандийсодержащих материалов, характеризующийся упрощением аппаратурно-технологической схемы и повышением производительности процесса.

Техническим результатом изобретения является решение поставленной задачи радиоочистки соединений скандия и повышения степени извлечения скандия из скандийсодержащего сырья при снижении операционных и капитальных затрат за счет предварительного удаления радиоактивных элементов из скандийсодержащего концентрата, повышения степени извлечения скандия при подборе оптимальных параметров его выщелачивания из дезактивированного концентрата, обеспечивающих

сдвиг равновесия реакции в сторону образования растворимых комплексных соединений скандия с карбонат-ионами и селективный переход скандия в раствор на фоне примесей железа, алюминия и кремния, которые в процессе выщелачивания образуют нерастворимые гидроксиды и отделяются от скандийсодержащего раствора при фильтрации выщелоченного материала. При этом техническим результатом заявляемого изобретения является получение более чистого нерадиоактивного оксида скандия.

Заявляемый технический результат достигается тем, что способ извлечения скандия, согласно изобретению, включает последовательное выщелачивание из скандийсодержащего концентрата радиоактивных элементов карбонатным раствором, фильтрацию, выщелачивание скандия карбонатным раствором, удаление нерастворимого осадка макропримесей, перевод скандия в осадок аммиачным раствором, фильтрацию, промывку осадка водой, прокаливание с получением осадка оксида скандия. При этом в отличие от выбранного прототипа проводится предварительное удаление радиоактивных элементов, после удаления нерастворимого осадка скандий из фильтрата осаждают аммиачной водой в виде гидроксида скандия, отфильтровывают, промывают полученный осадок водой, прокаливают гидроксид скандия для получения оксида скандия с чистотой до 94,1 % масс. При этом предпочтительно прокалку гидроксида скандия проводить при температуре не ниже 650°C.

В химическом плане технология дезактивации скандийсодержащего концентрата основана на способности скандия и радиоактивных элементов (урана, тория и дочерних продуктов их распада) образовывать растворимые карбонатные комплексы, в то время как основные макрокомпоненты черного скандийсодержащего концентрата - железо, алюминий, натрий, кремний и другие показывают свою инертность в условиях карбонизации концентрата.

Варьируя условия карбонатной обработки скандийсодержащего концентрата возможно предварительное удаление радиоактивных элементов из концентрата.

**ОСУЩЕСТВЛЕНИЕ ЗАЯВЛЯЕМОГО СПОСОБА ПОДТВЕРЖДАЕТСЯ
СЛЕДУЮЩИМИ ПРИМЕРАМИ.**

Пример 1. Навески скандийсодержащего концентрата массой 10 г, с содержанием скандия до 0,32 % масс., полученного при осаждении скандия натрием кремнефтористым, помещали в стаканы объемом 2 дм³ и добавляли карбонатсодержащие растворы: карбонат натрия, гидрокарбонат натрия и карбонат аммония. Выщелачивание скандия проводили в следующих условиях: соотношение Т:Ж=1:50÷100; концентрация агента - 10 г/дм³; продолжительность процесса выщелачивания - 24 часа; температура процесса - 30 °С. При растворении концентрата скандия в указанных условиях преобладающее количество

примесей оставалось в нерастворимом состоянии. В полученных после выщелачивания растворах анализировали концентрацию скандия, урана и тория, рассчитывая количество компонента, перешедшего в растворимое состояние в (%), а также массу нерастворимого остатка (н.о.). Полученные результаты приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Влияние различных выщелачивающих агентов на концентрацию компонентов в растворе (% от исходного количества)

Выщелачивающий агент	Sc	Th	U	Масса н.о.
$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$	79,7	65,2	51,9	74
Na_2CO_3	16,9	51,2	70,8	64
NaHCO_3	3,1	71,6	61,3	90

Согласно результатам, приведенным в таблице 1, наиболее эффективным выщелачивающим агентом является карбонат аммония, применение которого в указанных условиях позволяет перевести в раствор до 80 % скандия. Необходимо особо отметить, что в указанных условиях в раствор переходит преобладающая часть радиоактивных элементов: 65 % тория и 52 % урана, однако, применение данного агента позволяет отделить основную часть примесей, которые не образуют растворимые соединения при контакте с карбонатом аммония.

Пример 2. Навески скандийсодержащего концентрата массой 10 г, с содержанием скандия до 0,32 % масс., полученного при осаждении скандия натрием кремнефтористым, помещали в стаканы объемом 2 дм³ и добавляли раствор карбоната аммония в количествах, удовлетворяющих массовое соотношение Т:Ж=1:10 ÷100. Выщелачивание скандия проводили в следующих условиях: продолжительность процесса - 24 часа, концентрация раствора $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ – 5÷10 г/дм³.

После обработки концентрата в указанных выше условиях нерастворимый осадок отделяли от водной фазы посредством фильтрации с использованием бумажного фильтра. В полученных после выщелачивания растворах анализировали концентрацию скандия, урана, тория и железа. Результаты эксперимента приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Влияние количества выщелачивающего агента (карбоната аммония) на концентрацию компонентов в растворе, %

Соотношение Т:Ж	Sc	Th	U	Fe
1:100	79,7	65,2	51,9	0,04
1:50	10,7	15,6	56,6	0,54
1:25	0,8	5,8	66,0	0,90
1:20	0,2	4,2	74,5	0,68
1:10	0,1	0,8	77,8	0,02

Согласно данным, представленным в таблице 2, при воздействии раствора карбоната аммония с содержанием 10 г/дм³ при соотношении Т:Ж = 1:10 из скандийсодержащего концентрата удаляется более 77 % урана.

Пример 3. Навеску скандийсодержащего концентрата массой 10 г, с содержанием скандия до 0,32 % масс., обрабатывали в растворе $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ с концентрацией 10 г/л, при соотношении Т:Ж=1:10÷20 в течение 3,5 часов в две стадии. После первой стадии дезактивации посредством фильтрации отделили осадок, который направили на вторую стадию дезактивации. В полученных фильтратах анализировали концентрацию скандия, урана и тория. Результаты экспериментов приведены в таблице 3.

Таблица 3– Количество (%) Sc, U и Th, извлекаемых в водную фазу при 2-х стадийной обработке скандийсодержащего концентрата

Стадии обработки концентрата	Sc	Th	U
1 стадия	0,07	0,4	77,3
2 стадия	0,10	36,4	20,3
Сумма	0,17	36,8	97,6

Из результатов, представленных в таблице 3, следует, что применение двух стадийной обработки раствором карбоната аммония позволяет удалить из концентрата более 97% урана и более 36 % тория, при этом суммарные потери скандия - 0,17 %.

Пример 4. Навеску дезактивированного в две стадии концентрата скандия обрабатывали раствором карбоната аммония с содержанием 10 г/л при соотношении Т:Ж=1:10÷100 в течение 3 часов. После отделения нерастворимого осадка макропримесей в водной фазе количество растворимых веществ составило, % от исходного содержания в концентрате: скандия - 95,4; тория - 3,7; урана - 1,6; железа - 0,04. Раствор после выщелачивания скандия декарбонизировали при температуре 75 °С до уменьшения значений рН раствора с 9÷11 единиц до 7 единиц. В декарбонизированный раствор вводили 24 % масс. аммиачную воду в количестве 0,03 дм³ на 1 дм³ декарбонизированного раствора и выдерживали до формирования осадка гидроксида скандия. Осадок гидроксида скандия промывали водой для удаления из него остатков фильтрата и адсорбированных примесей прокачивали при температуре более 650 °С. В полученном оксиде скандия состава, %: Sc₂O₃ - 94,05; Na₂O – 3,89; SiO₂ - 0,88; CaO - 0,98, уровень суммарной удельной активности составлял 0,211 кБк/кг.

Пример 5. Навеску скандийсодержащего концентрата массой 10 г, с содержанием скандия до 0,04 % масс., полученного после десорбции скандия фтористоводородной кислотой с последующим осаждением соединений скандия раствором карбоната натрия обрабатывали водой с целью удаления водорастворимых фтористых солей натрия при соотношении Т:Ж=1:10÷50, при этом из концентрата удаляется 7 % урана. Обесфторенный концентрат обрабатывали в растворе $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ с концентрацией 10 г/л, при соотношении Т:Ж=1:10 в течение 4 часов, что способствовало удалению из концентрата более 40 % урана. Навеску дезактивированного в две стадии концентрата скандия обрабатывали раствором

карбоната аммония с содержанием 10 г/л при соотношении Т:Ж=1:100 в течение 3 часов. После отделения нерастворимого осадка макропримесей водную фазу, содержащую соединения скандия, декарбонизировали при температуре 75 °С до уменьшения значений рН раствора с 9÷11 единиц до 7 единиц. В декарбонизированный раствор вводили 24 % масс. аммиачную воду в количестве 0,03 дм³ на 1 дм³ декарбонизированного раствора и выдерживали до формирования осадка гидроксида скандия. Осадок гидроксида скандия промывали водой для удаления из него остатков фильтрата и адсорбированных примесей, прокачивали при температуре более 650 °С. В полученном продукте содержание оксида скандия составляло 94,1 %, с уровнем значений α -активности составило 0,173 кБк/кг, β -активности - 0,102 кБк/кг (суммарная удельная активность - 0,275 кБк/кг).

Формула

1. Способ получения нерадиоактивного оксида скандия из скандийсодержащего концентрата, включающий операцию удаления радиоактивных примесей путем последовательной обработки водой и/или раствором карбоната аммония, отделение от концентрата фторида натрия и/или радиоактивных элементов с последующей обработкой дезактивированного концентрата раствором карбоната аммония, отделение макропримесей от скандия, выделение скандия в осадок в виде гидроксида скандия, промывку осадка водой и прокаливание гидроксида скандия до получения оксида скандия, с возвращением маточных и промывных растворов в технологический процесс на операцию приготовления выщелачивающих карбонатных растворов.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что проводится предварительная 2-х стадийная обработка скандийсодержащего концентрата водой и/или карбонатом аммония с целью удаления растворимых фтористых соединений и радиоактивных примесей.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что выделение скандия проводится из раствора с концентрацией скандия менее 1 г/л.

4. Способ по п.1, отличающийся тем, что при выделении скандия из раствора отсутствует дополнительная операция раскисления карбонатного скандийсодержащего раствора.

ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ ПОИСКЕ
(статья 15(3) ЕАПК и правило 42 Патентной инструкции к ЕАПК)

Номер евразийской заявки:

202291995

А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:

C01F 17/212 (2020.01)
C01F 17/10 (2020.01)
C22B 3/14 (2006.01)
C22B 3/44 (2006.01)

Согласно Международной патентной классификации (МПК)

Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:

Просмотренная документация (система классификации и индексы МПК)
C01F 17/00, 17/10, 17/212, C22B 3/00, 3/14, 3/44

Электронная база данных, использованная при поиске (название базы и, если, возможно, используемые поисковые термины)
EAPATIS, Espacenet, Patentscope, USPTO, RUPTO, KIPRIS, eLibrary.ru, Reaxys, ScienceDirect, Yandex

В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ

Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
Y	Химия и технология редких и рассеянных элементов, ч. II. Под ред. К.А. Большакова. Учеб. пособие для вузов. Изд. 2-е, перераб. и доп., Москва, «Высшая школа», 1976	1, 3-4
A	с. 4-5, с. 7 абзацы 1-2 снизу, с. 17 последний абзац, с. 18 абзацы 3-4, с. 19-21	2
Y	RU 2069181 C1 (НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ЭКОЛОГИЧЕСКАЯ ФИРМА «ЭКО-ТЕХНОЛОГИЯ») 1996-11-20 с. 3 правая колонка строки 46-52	1, 3-4
Y	RU 2692709 C2 (ООО «ОБЪЕДИНЕННАЯ КОМПАНИЯ РУСАЛ ИНЖЕНЕРНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР) 2019-04-19 с. 5 строки 7-8	1, 3-4
A	RU 2608033 C1 (ОАО «НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ, ПРОЕКТНЫЙ И КОНСТРУКТОРСКИЙ ИНСТИТУТ ГОРНОГО ДЕЛА И МЕТАЛЛУРГИИ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ») 2017-01-12 с. 4 строки 20-21	1-4
A	CN 110482589 A (CHINA ENFI ENG CORP) 2019-11-22 весь документ	1-4

последующие документы указаны в продолжении

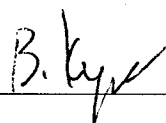
* Особые категории ссылочных документов:

«А» - документ, определяющий общий уровень техники
«D» - документ, приведенный в евразийской заявке
«E» - более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее
«O» - документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.
"P" - документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета"

«Т» - более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения
«Х» - документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности
«Y» - документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории
«&» - документ, являющийся патентом-аналогом
«L» - документ, приведенный в других целях

Дата проведения патентного поиска: **20/01/2023**

Уполномоченное лицо:
Заместитель начальника Управления экспертизы
Начальник отдела химии и медицины



А.В. Чебан