

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **048225**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента
2024.11.08

(21) Номер заявки
202291995

(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**

(43) **2023.04.28**

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

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

(56) 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 с. 4-5, с. 7 абзацы 1-2 снизу, с. 17 последний абзац, с. 18 абзацы 3-4, с. 19-21

RU-C1-2069181
RU-C2-2692709
RU-C1-2608033
CN-A-110482589

(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 заключается в способе получения нерадиоактивного оксида скандия из скандийсодержащего концентрата, включающем обработку концентрата раствором карбоната аммония, удаление нерастворимых примесей, кипячение для декарбонизации раствора с последующим осаждением гидроксида скандия аммиачной водой, отличающемся тем, что перед операцией извлечения скандия исходный концентрат дезактивируют в две стадии путем последовательного растворения радиоактивных примесей: на первой стадии - урансодержащих соединений, на второй стадии - торийсодержащих соединений в растворах карбоната аммония с концентрацией 10 г/л. Техническим результатом является упрощение технологии получения чистого нерадиоактивного оксида скандия.

B1

048225

048225

B1

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 прокаливание 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. 4.2. 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.

Сущность 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 предложен способ получения нерадиоактивного оксида скандия из скандийсодержащего концентрата, включающий обработку концентрата раствором карбоната аммония, удаление нерастворимых примесей, кипячение для декарбонизации раствора с последующим осаждением гидроксида скандия аммиачной водой, отличающийся тем, что перед операцией извлечения скандия исходный концентрат дезактивируют в две стадии путем последовательного растворения радиоактивных примесей: на первой стадии - урансодержащих соединений, на второй стадии - торийсодержащих соединений в растворах карбоната аммония с концентрацией 10 г/л. 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 мас.%, 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 ч; температура процесса - 30°C. 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 (и.о.). Полученные результаты приведены в табл. 1.

Таблица 1

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

Выщелачивающий агент	Sc	Th	U	Масса н.о.
(NH₄)₂CO₃	79,7	65,2	51,9	74
Na ₂ CO ₃	16,9	51,2	70,8	64
NaHCO ₃	3,1	71,6	61,3	90

Согласно результатам, приведенным в табл. 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 мас.%, 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 ч, концентрация раствора (NH₄)₂CO₃ - 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 табл. 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 табл. 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 мас.% обрабатывали в растворе (NH₄)₂CO₃ с концентрацией 10 г/л, при соотношении Т:Ж=1:10-20 в

течение 3,5 ч 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 табл. 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 табл. 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 ч. 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°C до уменьшения значений pH раствора с 9-11 единиц до 7 единиц. В декарбонизированный раствор вводили 24 мас.% 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 прокаливали при температуре более 650°C. 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 мас.%, 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 (NH₄)₂CO₃ с концентрацией 10 г/л, при соотношении Т:Ж=1:10 в течение 4 ч, 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 ч. После отделения нерастворимого осадка макропримесей водную фазу, содержащую соединения скандия, декарбонизировали при температуре 75°C до уменьшения значений pH раствора с 9-11 единиц до 7 единиц. В декарбонизированный раствор вводили 24 мас.% 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, прокаливали при температуре более 650°C. 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 ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ получения нерадиоактивного оксида скандия из скандийсодержащего концентрата, включающий обработку концентрата раствором карбоната аммония, удаление нерастворимых примесей, декарбонизацию раствора с последующим осаждением гидроксида скандия аммиачной водой, отличающийся тем, что перед операцией извлечения скандия исходный концентрат дезактивируют в две стадии путем последовательного растворения радиоактивных примесей: на первой стадии - урансодержащих соединений, на второй стадии - торийсодержащих соединений в растворах карбоната аммония с концентрацией 10 г/л.



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2