



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2006139578/15, 07.11.2006

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
07.11.2006

(45) Опубликовано: 20.09.2008 Бюл. № 26

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: GB 990966 A, 05.05.1965. RU 2226500 C1, 10.04.2004. GB 385235 A, 22.12.1932. ГОРОНОВСКИЙ И.Т. и др. Краткий справочник по химии. - Киев: Наукова думка, 1974, с.351-352. SU 45600 A1, 31.01.1936. GB 385235 A, 22.12.1932. US 2399178 A, 30.04.1946. БОЛЬШАКОВ К.А. и др. Химия и технология редких и рассеянных элементов. - М.: Высшая школа, 1976, ч.1, (см. прод.)

Адрес для переписки:
634050, г.Томск, пр-кт Ленина, 30, Томский политехнический университет

(72) Автор(ы):

Андреев Артем Андреевич (RU),
Дьяченко Александр Николаевич (RU),
Крайденко Роман Иванович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
Томский политехнический университет (RU)

RU
2
3
3
3
8
9
1
C
2

(54) СПОСОБ РАЗЛОЖЕНИЯ БЕРИЛЛИЕВЫХ КОНЦЕНТРАТОВ

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано при переработке бериллиевых руд и концентратов. Способ разложения бериллиевого концентрата включает его смешивание с фторидом аммония и последующее нагревание полученной смеси до температуры 320-400°C при нормальном атмосферном давлении. При этом отделяют кремний путем сублимационной отгонки

гексафторсиликата аммония, а образующийся твердый осадок растворяют в воде. Полученный бериллийсодержащий раствор фильтруют и проводят его очистку от примесей, добавляя аммиачную воду и повышая pH до значения 8,5 с получением раствора фторида бериллия. Изобретение позволяет уменьшить количество реагентов, расходуемых на разложение бериллиевого концентрата.

(56) (продолжение):

с.192-197. ДАРВИН ДЖ., БАДДЕРИ ДЖ. Бериллий. - М.: Издательство иностранной литературы, 1962, с.18-65.

RU
2
3
3
3
8
9
1
C
2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: **2006139578/15, 07.11.2006**

(24) Effective date for property rights: **07.11.2006**

(45) Date of publication: **20.09.2008 Bull. 26**

Mail address:
**634050, g.Tomsk, pr-kt Lenina, 30, Tomskij
politekhnikeskij universitet**

(72) Inventor(s):
**Andreev Artem Andreevich (RU),
D'jachenko Aleksandr Nikolaevich (RU),
Krajdenko Roman Ivanovich (RU)**

(73) Proprietor(s):
**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie
vysshego professional'nogo obrazovanija
Tomskij politekhnikeskij universitet (RU)**

(54) **METHOD OF DECOMPOSITION OF BERYL CONCENTRATES**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention can be used in processing of beryl ores and concentrates. Method of decomposition of beryl concentrate includes its mixing with ammonium fluoride and further heating of the obtained mixture to temperature of 320-400°C at normal atmospheric pressure. Silicon is separated by means of sublimation distillation of

ammonium hexafluosilicate, hard sediment produced being dissolved in water. Obtained beryl-containing solution is filtered, purified from admixtures, ammonia water is added and pH is increased to value of 8.5, with obtaining solution of beryl fluoride.

EFFECT: reduction of the number of reagents used for decomposition of beryl concentrate.

2 ex

RU 2 3 3 3 8 9 1 C 2

RU 2 3 3 3 8 9 1 C 2

Изобретение относится к химической технологии редких элементов и может применяться при переработке бериллиевых руд и концентратов.

Известен способ разложения бериллиевого концентрата (берилла) с помощью серной кислоты с последующим разделением бериллия и алюминия, основанный на различном поведении их сульфатов в растворе сульфата аммония [Химия и технология редких и рассеянных элементов, ч.1. Под ред. К.А.Большакова. Учебное пособие для вузов. Изд. 2-е, переаб. и доп. М.: «Высшая школа», 1976, - с.197-201]. Недостатком метода является необходимость предварительного щелочного или термического активирования берилла.

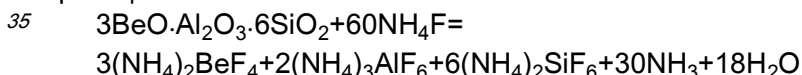
Известен способ получения фторида бериллия с помощью фтористого водорода [Патент РФ №2104934]. Сущность способа: прокаленный оксид бериллия гидрофторируют фтористым водородом при невысокой температуре 300-340°C. Подачу фтористого водорода осуществляют в периодическом режиме. При отключении подачи осуществляют перемешивание и перемещение продукта. Недостатком способа является периодичность процесса и необходимость перемешивания и перемещение продукта.

Известен способ разложения бериллиевого концентрата (берилла), основанный на его взаимодействии с гексафторосиликатом натрия [Химия и технология редких и рассеянных элементов, ч.1. Под ред. К.А.Большакова. Учебное пособие для вузов. Изд. 2-е, переаб. и доп. М.: «Высшая школа», 1976, - с.192-197]. Недостатком этого способа являются высокие температуры процесса и попутное выделение токсичного тетрафторида кремния.

Известен способ-прототип, в котором предварительно диспергированную бериллийсодержащую руду смешивают с неорганической солью фторида аммония, процесс гидрофторирования ведут при давлении от 1300000 Па и выше и температуре от 200°C и выше [патент GB 990966]. Недостатком способа является повышенное давление, сложность аппаратного оформления протекания процесса.

Задачей настоящего изобретения является разработка промышленной технологии разложения бериллиевого концентрата с помощью фторида аммония. В качестве бериллиевого концентрата могут использоваться следующие минералы бериллия: берилл, хризоберилл, берtrandит, фенакит. Отличительным признаком изобретения является минимизация реагентов, расходуемых на разложение бериллиевого концентрата и его частичный возврат в цикл, а также выделение в виде второго товарного продукта осбочистого оксида кремния.

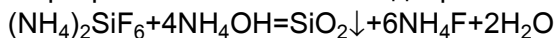
Поставленная задача достигается тем, что в качестве реагента используется фторид и бифторид аммония. Гидрофторирование берилла фторидом аммония происходит по реакции:



После проведения гидрофторирования полученную смесь фторидов нагревают в температурном интервале 320°C-400°C, при этих температурах происходит отгонка газообразного гексафторосиликата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ и избыточного фторида аммония. Нижний предел температуры ограничивается температурой возгонки гексафторосиликата аммония. Верхний предел температуры ограничивается экономическими показателями процесса и конструкционными возможностями аппаратуры, при температуре выше 400°C, в значительной степени проявляются коррозионные свойства газообразных продуктов реакции. Таким образом в виде гексафторосиликата аммония из смеси удаляется оксид кремния. В твердой фракции остаются фторид бериллия BeF_2 и фторид алюминия AlF_3 . Разделение этих фторидов возможно методом растворения. Растворимость фторида бериллия - 860 г/л, растворимость фторида алюминия 5,5 г/л. Таким образом в раствор переходит 100% фторида бериллия и около 2% фторида алюминия. В твердой фракции остается фторид алюминия. После отделения раствора фторида бериллия производится его очистка от примесей алюминия и железа. Очистка производится методом повышения pH раствора до 8,5. При pH 8,5 из раствора выпадают гидроксиды алюминия и железа. Из очищенного раствора фторида бериллия возможно получение двух продуктов - оксида бериллия и металлического бериллия. В случае получения оксида бериллия, в раствор

фторида бериллия добавляется аммиак и осаждается гидроксид бериллия. После прокаливания гидроксида получается оксид бериллия. В случае необходимости получения металлического бериллия раствор фторида бериллия упаривается, сухой фторид бериллия подвергается магнийтермическому восстановлению.

5 Важным экономическим фактором процесса является возможность регенерации большей части фторида аммония из гексафторосиликата аммония. Сублимированный гексафторосиликат аммония подвергают аммиачному гидролизу по реакции:



10 При этом в растворе остается фторид аммония, который можно направить на разложение новой партии берилла, а кремний выпадает в виде твердого оксида кремния т.н. «белая сажа», который является товарным продуктом.

В качестве бериллийсодержащего концентрата можно использовать фенакит Be_2SiO_4 , тогда разложение происходит по реакции:



15 После смешивания фторида аммония с фенакитом и нагреванием шихты до температуры выше $320^\circ C$ происходит сублимационное отделение кремния в виде гексафторосиликата аммония, в фторид бериллия остается в твердом виде.

При осуществлении заявленного способа происходит удаление из бериллиевого концентрата примесей кремния, алюминия и железа.

20 Пример 1

Навеску исходного берилла ($3BeO \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) массой 100 г шихтуют с 450 г фторида аммония. Шихту переносят в корундовый тигель и выдерживают в шахтной печи при температуре $400^\circ C$, происходит сублимационная отгонка кремния в виде

25 гексафторосиликата аммония ($(NH_4)_2SiF_6$). Оставшуюся в тигле массу после остывания переносят в стакан и заливают 50 мл воды. Полученную пульпу переносят на фильтр и отделяют жидкую фракцию, которая представляет собой раствор фторида бериллия. В отфильтрованный раствор по каплям добавляют аммиачную воду до pH 8,5. Из раствора в осадок выпадает примесь гидроксида алюминия. После осаждения алюминия смесь вновь фильтруют, таким образом получают чистый раствор фторида бериллия.

30 Пример 2

Отличается от Примера 1 тем, что в качестве бериллиевого концентрата используют фенакит. Навеску исходного фенакита (Be_2SiO_4) массой 100 г шихтуют с 350 г фторида аммония. Далее проводят все операции по Примеру 1.

35

Формула изобретения

Способ разложения бериллиевого концентрата, включающий его смешивание с фторидом аммония и последующее нагревание полученной смеси, отличающийся тем, что смесь нагревают до температуры $320-400^\circ C$ при нормальном атмосферном давлении, при этом отделяют кремний путем сублимационной отгонки гексафторосиликата аммония, образующийся твердый осадок растворяют в воде, полученный бериллийсодержащий раствор фильтруют и проводят его очистку от примесей, добавляя аммиачную воду и повышая pH до значения 8,5 с получением раствора фторида бериллия.

45

50