



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2008111398/15, 24.03.2008

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
24.03.2008

(45) Опубликовано: 10.10.2009 Бюл. № 28

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2111833 C1, 27.05.1996. RU 1593116 A1, 27.08.1999. RU 2000117253 A, 20.06.2002. US 4741893 A, 03.03.1986. БОЛЬШАКОВ К.А. Химия и технология редких и рассеянных элементов. - М.: Высшая школа, 1976, ч.2, с 71. ЗЕЛИКМАН А.Н. и др. Металлургия редких металлов. - М.: Metallurgia, 1978, с.531-532. ХИМИЧЕСКАЯ ЭНЦИКЛОПЕДИЯ, ред. Зефиоров Н.С. - М.: (см. прод.)

Адрес для переписки:

634050, г.Томск, пр. Ленина, 30, Томский
политехнический университет

(72) Автор(ы):

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

(73) Патентообладатель(и):

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

(54) СПОСОБ ВЫДЕЛЕНИЯ ОКСИДОВ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ИЗ ШЛИФОТХОДОВ ОТ ПРОИЗВОДСТВА ПОСТОЯННЫХ МАГНИТОВ

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано для получения смеси оксидов РЗЭ для их повторного использования при производстве постоянных магнитов. Шлифотходы, содержащие соединения РЗЭ, смешивают с фторидом-гидрофторидом аммония, который берут в избытке до 20% от стехиометрического соотношения. Смесь нагревают до 230°C и выдерживают при этой температуре до полного отделения летучих соединений фторидов углерода, бора и других неметаллов. Твердый остаток фторидных

соединений РЗЭ, кремния, алюминия и железа, нагревают до температуры более 320°C для сублимационного отделения соединений кремния. Образовавшийся твердый остаток подвергают водному выщелачиванию для отделения соединений железа. Нерастворимые фториды РЗЭ и алюминия переводят в оксидную форму пирогидролизом и затем измельчают. Оксиды РЗЭ отделяют от оксида алюминия магнитной сепарацией. Изобретение позволяет выделить соединения РЗЭ, очищенные от примесей углерода, бора, кремния, железа и алюминия.

(56) (продолжение):

Большая Российская Энциклопедия, 1988, т.1, с.155, столбец 285, 1992, т.3, с.532, ст.1055, 1998, т.5, с.200, ст.391.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION(21), (22) Application: **2008111398/15, 24.03.2008**(24) Effective date for property rights:
24.03.2008(45) Date of publication: **10.10.2009 Bull. 28**

Mail address:

**634050, g.Tomsk, pr. Lenina, 30, Tomskij
politekhničeskij universitet**

(72) Inventor(s):

**Andreev Artem Andreevich (RU),
Bujnovskij Aleksandr Sergeevich (RU),
D'jachenko Aleksandr Nikolaevich (RU),
Krajdenko Roman Ivanovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie
vysshego professional'nogo obrazovanija Tomskij
politekhničeskij universitet (RU)****(54) METHOD OF EXTRACTING OXIDES OF RARE EARTH ELEMENTS OUT OF GRINDING WASTES OF CONSTANT MAGNET PRODUCTION**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: grinding wastes containing compounds of REE (rare earth elements) are mixed with ammonium fluoride-hydro-fluoride taken in excess to 20% from stoichiometric ratio. Mixture is heated to 230°C and conditioned at this temperature to complete separation of volatile compounds of carbon, boron and other non-metal fluorides. Solid residue of fluoride compounds of REE, silicon, aluminium and iron are heated to temperature

above 320°C for sublimation separation of silicon compound. Produced solid residue is subject to water leaching for separation of iron compounds. Non-solvent fluorides of REE and aluminium are transferred into oxide form by pyro-hydrolysis and then crumbled. REE oxides are separated from aluminium oxide by magnet separation.

EFFECT: invention facilitates extraction of REE compounds purified from impurities of carbon, boron, silicon, iron and aluminium.

3 ex

Изобретение относится к области химической технологии неорганических веществ и может быть использовано в тех случаях, когда необходимо получить редкоземельные элементы (РЗЭ), очищенные от примесей.

5 Известен способ переработки отходов постоянных магнитов, содержащих редкоземельные элементы, включающий термообработку, растворение отходов в минеральной кислоте и экстракцию редкоземельных элементов из полученного раствора нейтральными фосфорорганическими соединениями [заявка на изобретение RU96114299]. Недостатком данного способа является образование
10 большого количества сбросных вод.

Известен способ, прототип, включающий операции сушки шлифотходов, окисления при 550-650°C, магнитной сепарации смеси оксидов и последующего фторирования элементным фтором при температурах 200-350°C. Полученную смесь фторидов металлотермически восстанавливают внепечным способом с получением лигатур и
15 магнитных сплавов [патент RU 2111833]. Недостатком данного способа является использование дорогостоящего фторирующего реагента - элементарного фтора.

Задачей настоящего изобретения является разработка способа выделения РЗЭ из шлифотходов от производства постоянных магнитов.

20 Шлифотходы от производства постоянных магнитов помимо РЗМ - Fe - В состоят на 10-30 мас.% из влаги, на 5-14 мас.% из кислорода, на 5-7 мас.% из углерода, до 5 мас.% из примесей кремния, алюминия и др.

Поставленная задача достигается тем, что смешивают избыток до 20% от стехиометрического соотношения фторид-гидрофторид аммония с пастообразными
25 шлифотходами и нагревают до температуры 230°C. Выдерживают при данной температуре до полного отделения летучих соединений фторидов углерода, бора и других неметаллов.

Твердый остаток, представленный фторидными соединениями РЗМ, кремния, алюминия и железа, нагревают выше 320°C для сублимационного отделения
30 фторидного соединения кремния. Твердый остаток, представленный фторидными соединениями РЗЭ, алюминия и железа, подвергают водному выщелачиванию. В раствор переходит фторид железа, при обработке раствора аммиачной водой в твердом виде выделяется гидроксид железа. Нерастворимые фторидные соединения
35 РЗЭ и алюминия подвергают пиролизу при 600°C до полного перехода фторидных соединений РЗЭ в оксиды. Оксиды РЗЭ и алюминия измельчают и направляют на магнитную сепарацию для отделения немагнитной фракции (оксида алюминия).

40 Возможна предварительная сушка и окисление шлифотходов. Гидрофторирование оксидов РЗЭ не приведет к выделению элементарного водорода, образующегося в результате гидрофторирования фторидами аммония металлов.

В результате перечисленных операций получается смесь оксидов РЗЭ, очищенных от примесей углерода, бора, кремния, железа и алюминия.

45 Пример 1.

Навеску, состоящую из 10 г шлифотходов от производства постоянных магнитов (17% - влага, 3% - углерод, 2% - оксиды РЗЭ, 76% - РЗЭ, 1% - оксид алюминия, 0,9% - кремний, 1% - бор) и 25,6 г NH_4F , помещают в платиновый тигель и
50 нагревают до 230°C и выдерживают при этой температуре до полного отделения газообразных фторидных соединений неметаллов, аммиака и воды; далее смесь нагревают до 400°C и выдерживают при этой температуре до полного отделения фторидного соединения кремния. Твердый остаток заливают 100 мл воды,

отфильтровывают твердый остаток, который прокаливают при 600°C в течение 60 мин с подачей в камеру печи паров воды. Полученный спек измельчают и подвергают магнитной сепарации. Магнитная фракция представляет собой смесь оксидов Nd, Dy, Tb, содержание оксида алюминия - 0,15%, оксида железа - 0,08%, кремний, бор и углерод - следы.

Пример 2.

Отличается от примера 1 тем, что в качестве фторирующего реагента используют гидрофторид аммония массой 16,37 г. Магнитная фракция представляет собой смесь оксидов Nd, Dy, Tb, содержание оксида алюминия - 0,11%, оксида железа - 0,06%, кремний, бор и углерод - следы.

Пример 3.

Отличается от примера 1 тем, что предварительно проводят сушку и окисление шлифотходов. Магнитная фракция представляет собой смесь оксидов Nd, Dy, Tb, содержание оксида алюминия - 0,12%, оксида железа - 0,05%, кремний, бор и углерод - следы.

Формула изобретения

Способ выделения оксидов РЗЭ из шлифотходов от производства постоянных магнитов, включающий магнитную сепарацию, фторирование шлифотходов и перевод полученных фторидов РЗЭ в оксидную форму, отличающийся тем, что сначала проводят фторирование шлифотходов, в качестве фторирующего реагента используют фторид-гидрофторид аммония, профторированные продукты очищают от соединений железа методом водного выщелачивания, после чего полученные фториды РЗЭ и алюминия переводят в оксидную форму пиролизом и проводят магнитную сепарацию с выделением целевого продукта.