



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.: Металлургия, 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

RU 2 369 561 C1

RU 2 369 561 C1

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.