

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) RU (11) **2 612 107** (13) C2ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(51) МПК

[C22B 59/00 \(2006.01\)](#)[C22B 3/24 \(2006.01\)](#)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

Статус: действует (последнее изменение статуса: 17.03.2017)
Пошлина: учтена за 3 год с 23.07.2017 по 22.07.2018(21)(22) Заявка: [2015130381](#), 22.07.2015(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
22.07.2015

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 22.07.2015

(43) Дата публикации заявки: 25.01.2017 Бюл. № 3

(45) Опубликовано: [02.03.2017](#) Бюл. № 7

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2417267 C1, 27.04.2011. RU 2487184 C1, 10.07.2013. SU 476279 A1, 05.07.1975. RU 2063458 C1, 10.07.1996. CN 1127791 A, 31.07.1996. CN 102011010 A, 13.04.2011. WO 2008101396 A1, 28.08.2008.

Адрес для переписки:

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19,
ФГАОУ ВО "УрФУ имени первого
Президента России Б.Н. Ельцина"

(72) Автор(ы):

Рычков Владимир Николаевич (RU),
Кириллов Евгений Владимирович (RU),
Кириллов Сергей Владимирович (RU),
Буньков Григорий Михайлович (RU),
Боталов Максим Сергеевич (RU),
Попонин Николай Анатольевич (RU),
Смирнов Алексей Леонидович (RU),
Смышляев Денис Валерьевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина" (RU)

(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ СКАНДИЯ ИЗ СКАНДИЙСОДЕРЖАЩЕГО ПРОДУКТИВНОГО РАСТВОРА

(57) Реферат:

Изобретение относится к технологии извлечения скандия из техногенных и продуктивных скандийсодержащих растворов, образующихся после извлечения урана при его добыче методом подземного выщелачивания. Способ включает сорбцию скандия из скандийсодержащего раствора на твердом экстрагенте с повышенной селективной избирательностью по скандию (ТВЭКС). Кислотность скандийсодержащего продуктивного раствора доводят до pH=1÷2. Перед реэкстракцией осуществляют промывку ТВЭКСа раствором серной кислоты с концентрацией 50-200 г/дм³. Реэкстракцию ведут реэкстракционной суспензией, образованной смешением раствора фтористоводородной кислоты и соосадителя в виде свежеприготовленного раствора фторида кальция. При этом насыщенную по скандию после реэкстракции суспензию фильтруют с получением концентрата скандия, а фильтрат донасыщают по фтористоводородной кислоте и соосадителю с получением реэкстракционной суспензии, которую повторно направляют на реэкстракцию, а ТВЭКС после реэкстракции возвращают на извлечение скандия.

Техническим результатом является получение более чистого концентрата скандия. 2 табл.

Изобретение относится к металлургии цветных металлов, а именно к технологии извлечения скандия из техногенных и продуктивных скандийсодержащих растворов, образующихся после извлечения урана, при его добыче методом подземного выщелачивания.

В процессах переработки урановых руд известны несколько технологий попутного выделения скандия, из которых достаточно близкими предлагаемому способу являются следующие (см. сб. Технология редкоземельных и рассеянных элементов под ред. К.А. Большакова, 1976 г., т. II, М., Высшая школа, с. 267-268):

- в США при экстракции урана раствором ДДФК (додециловый эфир фосфорной кислоты) в керосине в органическую фазу вместе с ураном из продуктивных растворов переводят скандий, торий, титан, которые после реэкстракции урана соляной кислотой остаются в органической фазе. Двухступенчатой обработкой растворами плавиковой, затем серной кислоты скандий и торий выделяются в виде фторидов, после чего радиационно-опасный концентрат подвергают длительным и трудоемким операциям разделения и очистки;

- в Австралии после извлечения урана сернокислые растворы подвергают 3-кратной экстракции 1 М раствором Д2ЭГФК (ди-2-этилгексилловый эфир фосфорной кислоты) в керосине с добавлением 4% нонилового спирта и восстановлением Fe^{+3} до Fe^{+2} железной стружкой. После этого экстракт промывают $4,5 \text{ мол/дм}^3 \text{ H}_2\text{SO}_4$.

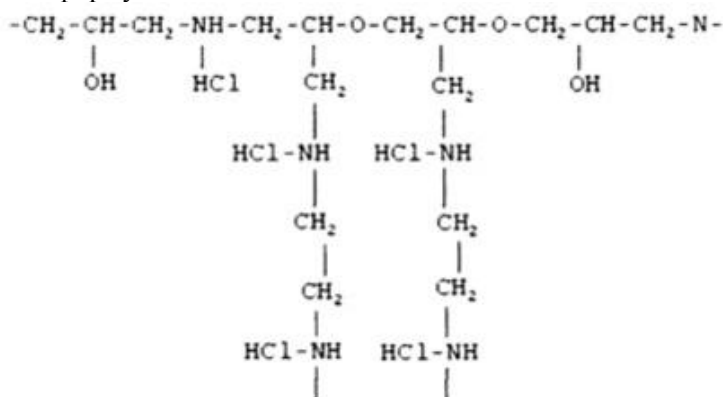
Реэкстракцию проводят раствором NaOH ($0,25 \text{ мол/дм}^3$). Затем гидроксид скандия переводят в оксид.

К недостаткам указанных способов извлечения скандия относится низкая селективная способность экстрагентов, необходимость применения многоступенчатой технологии разделения и очистки скандия от других элементов при наличии радиационной опасности процесса.

Известен способ извлечения скандия из растворов переработки техногенного сырья, включающий сорбцию скандия фосфоросодержащими сорбентами и десорбцию скандия карбонатными растворами, подкисление элюата, дополнительное концентрирование скандия в растворе путем контактирования подкисленного карбонатного элюата с полупроницаемой мембраной, в поры которой импрегнирован жидкий экстрагент $0,75-1,5 \text{ М}$ раствора каприловой кислоты в Н-додекане, а по другую сторону которой одновременно циркулирует раствор $0,5-1,5 \text{ М}$ соляной кислоты, дальнейшее осаждение малорастворимых соединений скандия, фильтрацию и прокалку осадков с получением скандиевых концентратов (см. патент RU №2176680, МПК 7 C22В 59/00, 3/24, 3/26 «Способ извлечения скандия из растворов переработки техногенного сырья», опублик. 10.12.2001).

Однако недостаточная селективность извлечения скандия из конкретных сернокислых растворов переработки урана или меди, имеющих в составе ряд близких по кристаллохимическим константам элементов: иттрия, гафния, тория, титана, алюминия, которые экстрагируют вместе со скандием и требуют многоступенчатой и трудоемкой очистки, делает способ малоэффективным.

Известен способ переработки скандийсодержащего раствора титанового производства, включающий сорбционное извлечение скандия из исходного сернокислого раствора концентрацией $250-500 \text{ г/дм}^3 \text{ H}_2\text{SO}_4$ на предварительно обработанном серной кислотой для сохранения концентрации фосфоросодержащем анионите на основе полиэтиленполиаминов, 3-хлор-1,2 эпоксипропана и аммиака общей формулы



с последующей десорбцией оксида скандия из слабоосновного ионита раствором соляной кислоты (см. патент RU №2196184, МПК С22В 59/00 3/24. «Способ переработки скандийсодержащих растворов», опубл. 10.01.2003).

Но неудовлетворительная избирательность используемого амфолита при переработке скандийсодержащих растворов, в которых присутствует значительное количество титана и в связи с этим низкая степень очистки скандия от титана, делает процесс малорентабельным.

Наиболее близким по совокупности существенных признаков к заявляемому изобретению является способ извлечения скандия из скандийсодержащего раствора. Способ извлечения скандия включает сорбцию скандия из продуктивного сернокислого раствора, в который перед экстракцией добавляют щелочной агент и доводят его кислотность до рН, равного 2,5-3,0, на ТВЭКСе с повышенной селективной избирательностью по скандию. Затем проводят реэкстракцию скандия из ТВЭКСа после полной экстракции путем его обработки раствором фтористоводородной кислоты 2-4 моль/л при соотношении 1:3 водной и органической фаз с последующим осаждением фторида скандия и промывку ТВЭКСа.

Однако способ малорентабелен из-за высокого попутного извлечения макрокомпонентов и радиоактивных элементов и высокой технологической сложности последующего осаждения скандия из концентрированного раствора фтористоводородной кислоты.

В основу изобретения положена задача по созданию высокорентабельного технологического процесса извлечения скандия из техногенных сернокислых растворов, образующихся при добыче урана методом подземного выщелачивания.

При этом техническим результатом заявляемого изобретения является получение более чистого концентрата скандия при сокращении затрат на осуществление способа.

Заявляемый технический результат достигается тем, что в способе извлечения скандия согласно изобретению извлечение скандия из скандийсодержащего продуктивного раствора включает сорбцию скандия из скандийсодержащего раствора на твердом экстрагенте с повышенной селективной избирательностью по скандию (ТВЭКСе), реэкстракцию скандия, промывку твердого экстрагента, отличающийся тем, что кислотность скандийсодержащего продуктивного раствора доводят до $pH=1\div 2$, промывку ТВЭКСа осуществляют раствором серной кислоты с концентрацией 50-200 г/дм³, реэкстракцию ведут при соотношении ТВЭКС:Ж=1:5-10 реэкстракционной суспензией, образованной смешением раствора фтористоводородной кислоты с концентрацией 1-100 г/дм³ и соосадителя - свежеприготовленного раствора фторида кальция с концентрацией 10-20 г/дм³, где насыщенная по скандию реэкстракционная суспензия фильтруется с получением концентрата скандия, фильтрат донасыщается по фтористоводородной кислоте и соосадителю и направляется опять на реэкстракцию, а реэкстрагированный ТВЭКС возвращается на извлечение скандия.

Изменение интервала кислотности скандийсодержащего продуктивного раствора больше или меньше значений $pH=1-2$, нецелесообразно, т.к. именно в этом интервале рН работают все производства в мире по подземному извлечению урана сернокислотным способом. Изменение рН скажется на эффективности основного процесса. Кроме того, в этом интервале рН наблюдается минимальная сорбция тория, что способствует получению радиоактивных концентратов скандия.

Введение предварительной промывки ТВЭКСа перед операцией десорбции позволяет отделить скандий от большинства сопутствующих макрокомпонентов. Что приводит к более эффективной последующей переработке растворов десорбции с получением более богатых по скандию концентратов.

Проведение десорбции скандия суспензией, содержащей $1\div 100$ г/дм³ фтористоводородной кислоты и 10-20 г/дм³ фторида кальция, позволяет сразу, за одну операцию, в процессе десорбции, получать концентрат скандия, за счет соосаждения с фторидом кальция. После фильтрации полученной суспензии фильтрат донасыщается по фтористоводородной кислоте и фториду кальция с получением реэкстракционной суспензии и направляется на повторную десорбцию, что позволяет работать с фторсодержащими средами, исключая образования отходов.

Осуществление заявляемого способа подтверждается следующими примерами.

Пример 1. Навеску ТВЭКСа в количестве 10 см³ помещали в пластиковую колонку диаметром 10 мм и высотой 100 мм и пропускали через нее определенный объем технологического раствора подземного выщелачивания урана при различном рН.

Раствор анализировали на скандий и торий до и после пропускания через колонку с ТВЭКСом. По разности концентраций анализировали степень извлечения.

Таблица 1

	рН раствора ПВ урана				
	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5
Степень с извлечения скандия, %	65	90	97	95	80
Степень с извлечения тория, %	0,5	3	5	8	60

Пример 2. Навеску ТВЭКСа в количестве 10 см³ помещали в пластиковую колонку диаметром 10 мм и высотой 100 мм и пропускали через нее определенный объем технологического раствора подземного выщелачивания урана при рН=1,6. После завершения пропускания технологического раствора подземного выщелачивания урана через колонку пропускали определенный объем раствора серной кислоты с концентрацией 200 г/дм³. Растворы анализировали на скандий, торий, железо, алюминий и кальций до и после пропускания через колонку с ТВЭКСом. По разности концентраций и емкости ТВЭКСа анализировали степень отмывки.

Таблица 2

	элементы				
	скандий	торий	железо	алюминий	кальций
Степень отмывки от сорбированного количества, %	0,5	70	57	75	50

Пример 3. Навеску ТВЭКСа в количестве 10 см³ помещали в пластиковую колонку диаметром 10 мм и высотой 100 мм и пропускали через нее определенный объем технологического раствора подземного выщелачивания урана при рН=1,6. После завершения пропускания технологического раствора подземного выщелачивания урана через колонку пропускали определенный объем раствора серной кислоты с концентрацией 200 г/дм³. После отмывки ТВЭКС извлекали из колонки, помещали в реактор и заливали, при перемешивании, суспензией, содержащей 50 г/дм³ фтористоводородной кислоты и 10 г/дм³ фторида кальция. Полученную смесь разделяли на сите. ТВЭКС оставался на сите, а суспензию направляли на фильтрацию. Отфильтрованный осадок анализировали на содержание скандия и проводили расчет степени десорбции скандия. Степень десорбции составила 87%.

Формула изобретения

Способ извлечения скандия из скандийсодержащего продуктивного раствора, включающий сорбцию скандия из скандийсодержащего раствора на твердом экстрагенте с повышенной селективной избирательностью по скандию (ТВЭКС), реэкстракцию скандия и промывку твердого экстрагента, отличающийся тем, что кислотность скандийсодержащего продуктивного раствора доводят до рН=1÷2, перед реэкстракцией осуществляют промывку ТВЭКСа раствором серной кислоты с концентрацией 50-200 г/дм³, реэкстракцию ведут при соотношении ТВЭКС:Ж=1:5-10 реэкстракционной суспензией, образованной смешением раствора фтористоводородной кислоты с концентрацией 1-100 г/дм³ и соосадителя в виде свежеприготовленного раствора фторида кальция с концентрацией 10-20 г/дм³, при этом насыщенную по скандию после реэкстракции суспензию фильтруют с получением концентрата скандия и фильтрата, который донасыщают по фтористоводородной кислоте и соосадителю с получением реэкстракционной суспензии, которую повторно направляют на реэкстракцию, а ТВЭКС после реэкстракции возвращают на извлечение скандия.