

Исследование процесса азотнокислотного разделения промышленных шламов на основе оксидов редкоземельных металлов цериевой группы

Студент гр. 104110 Лопатин М.А.
Научный руководитель – Горбунова В.А.
Белорусский национальный технический университет
г. Минск

Области применения редкоземельных элементов (РЗЭ) и их соединений весьма разнообразны. Сферы производства, потребляющие неразделенные РЗЭ, - производство стекла, катализаторов нефтехимической промышленности, полировальных порошков, металлургия. Помимо традиционных областей применения разработаны уникальные сферы использования неразделенных РЗЭ, такие как производство пигментов, удобрений, изоляционных волокон. Республика Беларусь не имеет собственных месторождений РЗЭ и для промышленных нужд закупает сырье, содержащее РЗЭ, в других странах (Эстония, Россия и др.). Однако на некоторых предприятиях РБ накоплены РЗЭ-содержащие промышленные отходы, например, отработанные стеклополировальные порошки (в основном марок «полирит» и «фторопол» производства Эстонии и России). Химические составы полировальных отходов различных модификаций достаточно близки - сумма РЗМ в отработанных шламах составляет 70 – 77 масс. %.

Нами был изучен процесс разделения стеклополировального отхода оптико-механического завода БелОМО на два полупродукта – полилantanонидных концентрата – обедненного по оксиду церия и с высоким содержанием оксида церия.

В основу данного процесса положена азотнокислотная обработка, а также особенности химического поведения церия. Как известно, основной нитрат церия (IV) $\text{Ce}(\text{OH})(\text{NO}_3)_3$ может осаждаться при действии смеси окислов РЗЭ на растворы нитрата церия (IV), образующиеся при растворении CeO_2 в HNO_3 :



На этом принципе был основан следующий метод работы. Навеску отхода (в среднем 10,0 г) взмучивали с небольшим количеством дистиллированной воды до кашицеобразного состояния, затем приливали азотную кислоту (концентрация варьировалась в пределах 16 – 55 масс. %) в объёме 35 мл. Перемешивая, смесь нагревали, при этом основная часть оксидов La_2O_3 , Nd_2O_3 , Pr_6O_{11} вместе со значительным количеством диоксида церия CeO_2 переходит в раствор в виде нитратов. Смесь нагревали в течение 1 – 2 часов на водяной бане, перемешивая и добавляя дистиллированную воду взамен испаряющейся. При этом осаждался основной нитрат церия (IV) (см. реакцию). Затем раствор выпаривали до влажного осадка и прибавляли воду, подкисленную азотной кислотой. Через 1 – 2 часа жидкость над осевшим желтовато-белым осадком становилась красновато-розовой, что свидетельствует о накоплении в нем преимущественно нитратов лантана, неодима, празеодима, а в осадке содержится преимущественно основной нитрат церия (IV). Кроме этого осадок содержит нерастворимый в азотной кислоте SiO_2 , часть нерастворенных оксидов РЗЭ. Раствор подвергали декантации, затем осадок заливали подкисленной водой для промывки. После декантации основной и промывной растворы анализировали на сумму условных оксидов РЗЭ и на содержание церия.

Сумма оксидов РЗЭ в нитратном растворе, полученном после описанной обработки отхода, определялась стандартным термогравиметрическим методом, концентрация ионов церия в растворе – методом обратного титрования KMnO_4 с солью Мора (методика ГИРЕДМЕТ). Общая степень извлечения условного Ln_2O_3 (без CeO_2) в раствор составляла 63,5 – 77,9 масс. %. Степень извлечения CeO_2 в растворы составила 9,7 – 26 масс. %. Лучшие результаты по вскрытию были получены с HNO_3 концентрацией 33 – 40 %.

По результатам опытов предложена схема разделения полировального отхода на два полупродукта (полилантаноидных концентрата):

1 – концентрат, обедненный церием (в виде раствора нитратов РЗЭ с примесью Са, Fe), - может применяться в производстве каталитических материалов, металлургии;

2 – концентрат, обогащенный церием (осадок, содержащий в основном церий в виде CeO_2 и $\text{Ce}(\text{OH})(\text{NO}_3)_3$) может использоваться для получения полировального порошка, с концентрацией CeO_2 до 90 %, по стандартной промышленной технологии, либо в производстве стекла, катализаторов.