

учаемых фторидных систем. Исходное количество реагентов выбирали с 6-ти кратным избытком от стехиометрии ( $\text{Me} : 12\text{KBrF}_4$  мольн.), что составило 0,045 г и 1 г, соответственно. Стаканчик с образцом нагревали в муфельной печи до  $400^\circ\text{C}$  в течение 120 минут, выдерживали при этой температуре в течение 150 минут и затем медленно охлаждали до комнатной температуры в течение 240 минут. Продукты реакции измельчали и направляли на рентгенофазовый анализ для подтверждения образования  $\text{K}_2\text{PdF}_6$ .

Результаты рентгенофазового анализа, полученные при количественном окислении палладия в открытой системе представлены на рисунке 1.

### Список литературы

1. Шагалов В.В. Дисс. ... канд. хим. наук.– Томск: Национальный Исследовательский Томский политехнический университет, 2010.– 148 с.
2. Ivlev S.I., Malin A.V., Karttunen A.J., Ostvald R.V. and Kraus F. // *J. Fluor. Chem.*, 2019.– V.218.– P.11–20.

## ПЕРЕРАБОТКА ШЛИФОТХОДОВ С СОДЕРЖАНИЕМ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ

К.И. Меркель

Научный руководитель – к.т.н., доцент А.Н. Страшко

Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, Kseniya\_2697@mail.ru

Наиболее перспективной отраслью производства редкоземельных металлов является изготовление постоянных магнитов на основе сплавов Nd–Fe–B и Sm–Co. Однако, производство самих магнитов – это процесс с большим количеством отходов. Стоит отметить, что до 40% магнитного материала отправляется в отвал вместе с отходами. На сегодняшний день актуальной задачей является их переработка.

Целью работы являлось изучение процессов вскрытия и осаждения отходов с содержанием редкоземельных металлов.

Для достижения цели необходимо решить следующие задачи:

1. Выбрать вскрывающий реагент;
2. Исследовать влияние на процесс вскрытия следующих факторов: концентраций кислот, температуры и времени процесса;

Дифрактограмма продукта реакции палладия с  $\text{KBrF}_4$  была получена на дифрактометре XRD-7000 и расшифрована с помощью базы данных PDF-2. Для получения четких дифрактограмм образец предварительно был растерт в тонкий порошок и запрессован в таблетку. Анализ показал, что основным продуктом реакции является  $\text{K}_2\text{PdF}_6$ . Также было выявлено содержание некоторого количества  $\text{KBrF}_4$ . Нерасшифрованные пики могут быть отнесены к продуктам гидролиза  $\text{KBrF}_4$  ( $\text{KBrO}_3$ ,  $\text{KHF}_2$ ). Рентгенофазовым анализом подтверждена степень окисления палладия  $4+$ , что соответствует более ранним исследованиям авторов [2].

3. Выбрать подходящую концентрацию осадителя для процесса осаждения.

В настоящей работе были использованы отходы магнитов с предприятия ОАО «Уралредмет», состав которых был определен с помощью атомно-эмиссионного спектрометра iCAP 6300 Duo. Полученные данные представлены в таблице 1.

В качестве вскрывающих реагентов были использованы различные минеральные кислоты, а именно: «царская водка», соляная кислота, серная кислота.

Полученные растворы исследовали при помощи физико-химического анализа. Показана незначительная разница во вскрывающей способности выбранных кислот. Однако, вскрытие серной кислотой протекало при меньшем времени в результате чего целесообразно выбрать

**Таблица 1.** Содержание элементов в отходах по результатам атомно-эмиссионного анализа

Элемент	Fe	Co	Sm	Nd	Ce	Pr	Er	Dy	Zr	Gd	Tb	Al
Содержание, в %	29,38	25,66	22,21	8,23	6,51	2,71	1,75	1,59	1,33	0,41	0,27	0,28

именно серную кислоту в качестве вскрывающего реагента.

Для изучения влияния концентрации серной кислоты на вскрываемость отходов были выбраны 20, 40, 60 и 80 % кислоты. Для лучшего растворения осадка процесс проводился при повышенных температурах.

При концентрации серной кислоты 20 % процент вскрытия составил 62,65 %, при увеличении концентрации вскрывающего агента до 40 % приводит к вскрываемости 79,95 %. Стоит отметить, что дальнейшее увеличение концентрации не приводит к значительным изменениям вскрываемости. На основании вышесказанного, наиболее подходящей является серная кислота с концентрацией 40 %, что также позволяет избежать сульфатизации раствора с выпадением осадка.

Определение зависимости вскрытия отходов от температуры проходило в термостате, где выдерживались изотермические условия. Образец массой 2 г растворяли в 40 % серной кислоте, при различных температурах 20 °С, 30 °С, 40 °С, 60 °С, 70 °С в термостате. Время каждого эксперимента составляло 10 мин.

В результате данного опыта были получены осадки различной массы. Так, при 20 °С масса осадка составила 1,1 г, при 30 °С – 1,2 г, при 40 °С – 1 г, а при 60 °С и 70 °С – 0,6 г. Из данных видно, что при высоких температурах процесс вскрытия протекал наиболее полно (масса осадка составила 0,6 г). Поэтому для данного случая

90 °С является достаточно подходящей температурой.

Исследовано влияние времени взаимодействия кислоты с отходами на процесс вскрытия. Установили, что после 35 минут, при 500 °С в сернокислой среде, достигается 45 %-ное растворение твердой фазы. Стоит предположить, что неполное вскрытие обусловлено кинетическими аспектами процесса.

Процесс осаждения отходов проводили с использованием щавелевой кислоты, так как прокаливание оксалата позволяет получить чистый оксид без содержания примесей. Для приготовления насыщенного раствора использовалось 90 г сухой кислоты на 100 мл воды. Затем полученная щавелевая кислота разбавлялась до растворов с концентрациями 20 %, 40 %, 60 % и 80 %. Данные кислоты приливались к отходам после сернокислотного разложения. Продукты реакции отправлялись на фильтрование и исследовались с помощью рентгенофлуоресцентного анализа на приборе ARL ThermoScientific QUANT'X. Из полученных спектров видно, что для процесса осаждения подходит 20 % щавелевая кислота.

Таким образом, процесс переработки условно разделяется на два этапа: вскрытие и осаждение. Вскрытие целесообразно проводить 40 % серной кислотой при температуре 90 °С и времени равном 35 минутам, а осаждение 20 % щавелевой кислотой.

## ИССЛЕДОВАНИЕ СИНТЕЗА НАНОЧАСТИЦ, СОДЕРЖАЩИХ СУЛЬФИДЫ РЕДКИХ И ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ

Ю.С. Минина

Научный руководитель – к.х.н., доцент Н.Б. Егоров

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, julyminina@gmail.com*

В настоящее время в физике полупроводников привлекают внимание гетероструктуры на основе халькогенидов – оксидов, сульфидов, селенидов и теллуридов различных редких и цветных металлов. Значительное количество работ посвящено изучению систем, содержащих серу. Например, гетероструктуры, состоящие из CdS–Cu<sub>2</sub>S являются полупроводниками p- и n-типа, что может быть использовано в создании фотоэлементов и солнечных батарей. Полупроводниковые гетероструктуры EuS–PbS явля-

ются перспективными источниками получения спин-поляризованного потока электронов, что может быть использовано в различных устройствах спинтроники. Гетероструктуры CdS–PbS перспективны в качестве фотоэлектрических устройств и солнцезащитных покрытий.

Еще больший интерес вызывает у исследователей получать такие гетероструктуры в нанометровом диапазоне, так как в этом случае изменяется время излучательной рекомбинации и