



〔12〕发明专利申请公开说明书

B01D 15/08
C01F 17/00
B01J 20/26

〔11〕CN 85 1 01874 A

CN 85 1 01874 A

〔43〕公开日 1986年7月30日

〔21〕申请号 85 1 01874
〔22〕申请日 85. 4. 1
〔71〕申请人 中国科学院长春应用化学研究所
地址 吉林省长春市斯大林大街109号
〔72〕发明人 彭春霖 牛 伟 朴哲秀

〔74〕专利代理机构 中国科学院长春专利事务所
代理人 宋天平 曹桂珍

〔54〕发明名称 P507萃淋树脂色谱法分离和提取高纯氧化铈和氧化镧

〔57〕摘要

本发明属于元素的色谱分离。可用于工业规模生产高纯氧化铈和氧化镧，比离子交换法生产周期短，纯度高，本方法以P507萃淋树脂为固定相，以盐酸为流动相，柱上色谱法快速、高效地从稀土富集物中分离提取高纯氧化铈和氧化镧。Tm₂O₃纯度>99.995%，收率90~98%，Lu₂O₃纯度99.99%，收率75~85%。

242/8601686/05

权 利 要 求 书

1.一种分离提取高纯氧化铈和氧化镨的方法，其特征在于：在50℃，以-50+200目P507萃淋树脂为固定相，以0.7~4.0N盐酸为流动相，以铈和镨的富集物原料，以阶梯酸度洗提的方式，柱上色谱分离。

2如同权利要求1所述的色谱分离方法，其特征在于色谱柱的柱径与高度之比在1:15至1:40之间，稀土的有效负载在3%至10%之间。

3如同权利要求1所述的色谱分离方法，其特征在于流动相的速度在0.2~1.0 ml/cm²·分

P507 萃淋树脂色谱法分离和提取

高纯氧化铕和氧化镨

本发明属于色谱分离稀土元素。从铕和镨的富集物中提取高纯氧化铕和氧化镨的新方法。

工业规模的稀土元素的分离，主要采用溶剂萃取和离子交换法。前者选择性好，后者分离效率高。而提取高纯稀土，则偏重于离子交换法。离子交换法由于络合物的形成及离解反应速度慢，致使分离周期长。

本发明的发明人早在1975年首先将P507（2-乙基己基膦酸单2-乙基己酯的简称）用于萃取色谱分离稀土（彭春霖、纪永仪、卢安球等；分析化学8(4)318(1980)；彭春霖、崔永德、宋清秀分析化学11(7)489(1983)。它将溶剂萃取的高选择性和离子交换色谱的高效性融合在一起，定量地分离了十五个稀土元素，在稀土分析中得到了广泛的应用，展示了良好的工业应用前景。

近年来，国内出现了P507萃淋树脂。它是将P507萃取剂聚合在苯乙烯、二乙烯苯的骨架上的一种新型萃取树脂，是对硅胶为担体的改进，仍主要用于稀土分析分离。

本发明的目的是采用P507萃淋树脂色谱法，从稀土富集物中高效快速地分离提取高纯稀土氧化物。

本发明所阐述的P507萃淋树脂色谱法分离提取高纯氧化铕和氧化镨的工艺是：以-50~200目的P507萃淋树脂（0.55克P507/克树脂）为固定相色谱柱的柱径与高度之比在1/15至1/40之间。

以 0.7~4 N 盐酸为流动相，以 70~90% 品位稀土富集物为原料，采用梯度淋洗的方式（流速 0.2~1 ml/cm²·分）柱上色谱法分离稀土，并依次出现 Er、Tm、Yb、Lu（呈正序），分部收集流出液，富集后以草酸盐沉淀，并灼烧成氧化物。

采用本方法分离提取铥和镱时，相邻稀土的分离系数 $\beta_{Er}^{Tm} = 314$ ， $\beta_{Tm}^{Yb} = 294$ ， $\beta_{Yb}^{Lu} = 176$ ，稀土负载重增大，分离系数下降，采用本发明的工艺，以 70~90% 品位的稀土富集物进柱，可一次得到纯度 $\geq 99.995\%$ Tm₂O₃，收率 90~98%，也可以得到纯度为 99.99% 的 Lu₂O₃，收率 75~85%。本方法的洗提酸度较低，比 HDEHP 和 HEDHP 低 1~3 倍以上，分离周期短，应用 $\varnothing 50$ mm 柱的最佳条件对铥和镱分别为 1.8~2.3 小时，比离子交换法快 20 倍以上。应用本发明方法有明显的经济效益，每处理 1 Kg 80% Tm₂O₃ 的富集物可得到 750 克左右的纯度 $> 99.995\%$ Tm₂O₃，折合人民币 13000 元，化工试剂消耗折合人民币 176 元。每处理 1 Kg 80% Lu₂O₃ 富集物，可得到 640 克左右纯度为 99.99% 的 Lu₂O₃，折合人民币 19200 元，化工试剂消耗折合人民币 244 元。

实例 1. 高纯铥的制备

应用 $\varnothing 50$ mm 色谱柱，柱高 / 1500 mm，柱下端有玻璃砂滤片，柱外有恒温用循环套管，控制柱温为 50℃，称取 750 克 -50+200 目 P507 萃淋树脂，以 2 倍体积的稀盐酸浸泡后，浆法装柱，称取色谱柱总量的 3~10% 的稀土氧化物（2% Er₂O₃·80% Tm₂O₃·17% Yb₂O₃·1% Lu₂O₃）以 1:1 盐酸溶解后，蒸至近干，加 10 倍量的水溶解，进柱，控制流速 1~4 毫升/分，再以 0.7~1.5 N 盐酸洗脱 Er，1.5~2.6 N 盐酸洗脱 Tm 和 Yb，2.6~4 N 盐酸洗脱 Yb 和 Lu。

阶梯酸度洗提，分步收集，用电感耦合等离子体发射光谱分析，测定样品中 H_2O_3 、 Y_2O_3 、 Er_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Lu_2O_3 含量，主体溶液经草酸盐沉淀灼烧成氧化物，所得产品 Tm_2O_3 的纯度 $> 99.95\%$ ，收率 $90 \sim 98\%$ ，同时得到纯度为 $98 \sim 99.95\%$ Er_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Lu_2O_3 收率 $> 90\%$ 。

实例 2 高纯铈的制备

应用 $\varnothing 50 \text{ mm}$ 色谱柱，柱高 1500 mm ，柱下端有玻璃砂滤片，柱外有恒温用循环套管，控制温度为 50°C ，称取 1 Kg $-50+200$ 目 P507 萃淋树脂，以 2 倍体积的稀盐酸浸泡后，浆法装柱，称取色谱柱总量的 $3 \sim 10\%$ 的稀土氧化物 ($20\% \text{ Yb}_2\text{O}_3$ ， $80\% \text{ Lu}_2\text{O}_3$) 以 $1:1$ 盐酸溶解后，蒸至近干，加 10 倍量的水溶解，进柱，控制流速 $1 \sim 4$ 毫升/分，先以 $1.0 \sim 2.6 \text{ N}$ 盐酸洗脱 Yb，继以 $2.6 \sim 4.0 \text{ N}$ 盐酸洗脱 Lu，阶梯酸度洗提，分部收集，用电感耦合等离子体发射光谱分析测定样品中 H_2O_3 、 Y_2O_3 、 Er_2O_3 、 Tm_2O_3 、 Yb_2O_3 和 Lu_2O_3 含量，主体溶液经草酸盐沉淀灼烧成氧化物，所得产品 Lu_2O_3 的纯度为 99.99% ，收率 $75 \sim 85\%$ ，尚可得到纯度 $> 99.95\%$ Yb_2O_3 ，收率 80% 。