

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl.⁴



[12]发明专利申请公开说明书

C01F 17/00
C22B 59/00

[11] CN 86 1 08135 A

CN 86 1 08135 A

[43]公开日 1988年6月8日

[21]申请号 86 1 08135

[22]申请日 86.11.29

[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 李德谦 王忠怀 徐文

[74]专利代理机构 中科院长春专利事务所

代理人 曹桂珍 廖玉珍

[54]发明名称 液—液萃取分离稀土元素铈

[57]摘要

本发明提出了用氯化 HEH(EHP)(2-乙基己基磷酸单“2-乙基己基”酯)为萃取剂,从铈的富集物中分离铈的工艺流程。用 30—40% 氯化率, 1.2—1.7M 的 HEH(EHP) —煤油为萃取剂, 以浓度为 0.15—0.30M, 酸度 0.1—0.3N 的 Dy 富集物的氯化物水溶液为原料, 2.5—3.5NHCL 为洗涤酸, 4—5NHCL 为反酸, 经多级逆流分槽萃取, 获得纯度 > 99% 的 Dy₂O₃ 及 > 60% 的 Ho 富集物。

881A03170 / 17-65

(BJ)第1456号

权 利 要 求 书

1、用氯化 H E H (E H P) 溶剂萃取分离稀土元素镨的工艺流程,其特征是,以组成为 D_yO , 70—85%, $H O - E r (Y)$ 为 15—30%, 浓度 0.15—0.30M, 酸度 0.1—0.3N 的稀土氯化物水溶液为原料液。以 2.5—3.5 NHOL 为洗涤酸 4—5 NHOL 为反萃酸, 流比为氯化 H E H (E H P): 料液: 洗涤酸: 反萃酸 = (12—20): (4—10): (2—6): (2—3) 两相接触时间为 5—10 分钟, 经多级逆流分流萃取 D_y 。

2、如权利要求 1 所述分离镨的工艺流程,其特征是该流程即适用于以重稀土为主的离子吸附型稀土矿分离镨,也适用于从其它稀土矿中所得到的类似组成的稀土富集物分离镨。

说 明 书

液—液萃取分离稀土元素镨

本发明属于湿法冶金溶剂萃取分离镨。

稀土镨及其氧化物在磁性材料和稀土合金材料上正逐步扩展其应用。

日本藤本明弘、金古次雄等(昭54—93672、昭57—198227和昭58—84118)报道了用HEH(EHP)萃取分离稀土元素方法,列举了在HCL体系中分离Nd—Sm,在HNO₃体系中从Sm—Eu—Gd中分离Gd以及从Sm—Gd—Tb—Dy—Y中进行Tb—Dy分组,但没有提及Dy的分离工艺。对于水相酸度调解碱的加入方式,提出双口导入碱比单口导入效果好。李德谦等(稀土化学论文集,第27页,科学出版社,1982)研究了氯化HEH(EHP)萃取分组分离离子型矿稀土元素,提出首先在HCL体系中进行Nd—Sm分组,然后在HNO₃体系中进行Gd—Tb、Er—Tm分组及Sm—Gd分离,但未涉及用氯化HEH(EHP)从HCL体系中萃取分离镨。

本发明的目的是针对镨的富集物(Dy₂O₃为70—85%),研究适应于工业生产规模的用氯化HEH(EHP)萃取分离镨的工艺流程。

在萃取过程中萃入有机相的稀土离子与HEH(EHP)中的氢离子按反应式(1)进行交换(此反应式适用于低酸度下的HCL体系,与稀土浓度无关)。

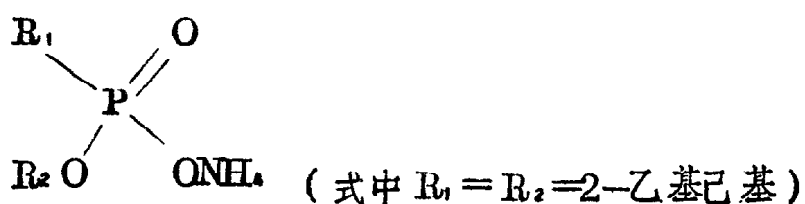


(RE³⁺代表三价稀土离子,(o)代表有机相),因此,在萃取过程中萃余水相酸度不断提高,影响稀土元素进一步的萃取分离。为保持在

一定分离因数条件下萃取分离，本发明采用萃取剂预先氨化的办法来调整萃余水相的酸度，以便维持水相酸度在一定范围。为达到更佳分离目的，必须使用矿物酸作洗酸，把萃入到有机相的稀土洗下来，起到分馏作用。

本发明采用稀土氧化物组成为 $D_{y_2}O_3$, 70—85% HfO_2 — Er_2O_3 为 1.5—3.0%，用 HCl 溶解制得 0.15—0.30 M，酸度为 0.1—0.3 N 的稀土氯化物水溶液为原料，30—40% 氨化率，1.2—1.7 M 的 HEH (EHP) — 煤油为萃取剂，由萃取洗涤，反萃等单元构成多级逆流分馏萃取。在萃取和洗涤段两端分别加入氨化 HEH (EHP) 和洗涤酸，于首尾之间的加料级加入稀土原料水溶液，两端分别流出含萃余稀土的水溶液和含萃入稀土的有机相溶液，该有机相导入反萃段的一端，另一端加入反萃酸，两端分别流出已分离的稀土水溶液和萃取剂 HEH (EHP)，该 HEH (EHP) 与一定量浓氨水均匀混合得到可继续使用的氨化 HEH (EHP) (流程图见图 1)。

本发明使用氨化 HEH (EHP) 为萃取剂，其一般式为：



HEH (EHP) 以煤油为催化剂，在 1.2—1.7 M HEH (EHP) — 煤油中加入一定量浓氨水溶液制得，氨化率为 30—40% (0.42—0.64 M NH_4^+) 的氨化 HEH (EHP)。

本发明使用铈的富集物配成 0.15—0.30 M 稀土氯化物水溶

液，酸度 $0.1-0.3\text{N}$ 为原料液，用氨化率为 $30-40\%$ 的
 $1.2-1.7\text{MHEH}(\text{EHP})$ —煤油为萃取剂， $2.5-3.5\text{N}$
 HCl 为洗涤酸， $4-5\text{NHCl}$ 为反萃酸，流比为氨化 $\text{HEH}(\text{EHP})$ ：
 稀土料液：洗酸：反酸 $= (12-20) : (4-10) : (2-6) : (2-3)$ ，
 两相接触时间为 $5-10$ 分钟。本发明经多级逆流分馏萃取，得纯度 $>$
 99% 的 D_{y_2}O_3 ，收率 $85-95\%$ 。本发明在工厂中可以得到实
 施。

本发明附图1说明：①氨化 $\text{HEH}(\text{EHP})$ ②稀土原料液 ③洗涤酸
 ④含 Ho 、 $\text{Er}(\text{Y})$ 的有机相溶液 ⑤反萃酸 ⑥含纯度 $>99\%$ D_{y_2}O_3 的萃
 余水溶液 ⑦含 Ho 、 $\text{Er}(\text{Y})$ 的反萃液 ⑧反萃后有机相 $\text{HEH}(\text{EHP})$
 ⑨浓氨水溶液。

本发明采用氨化 $\text{HEH}(\text{EHP})$ 溶剂萃取分离镨的工艺流程，即
 适用于以重稀土为主的离子吸附型矿分离镨，也适用于从其它稀土矿中所
 得到的类似组成稀土富集物分离镨

实现本发明的实施例如下：

分离镨

以稀土氧化物组成为 $\text{D}_y 76-84\%$ ， Ho 、 $\text{Er}(\text{Y}) 16-24\%$ 的氯化
 物水溶液，其浓度 $0.19-0.21\text{M}$ ，酸度 $0.1-0.2\text{N}$ 为原
 料，用 $34-36\%$ 氨化 $1.5\text{MHEH}(\text{EHP})$ —煤油为萃取剂，
 $2.9-3.1\text{NHCl}$ 为洗涤酸， $4-5\text{NHCl}$ 为反酸，流比为氨
 化 $\text{HEH}(\text{EHP})$ ：料液：洗酸：反酸 $= (14-17) : (5-8) : (2-5) :$
 2.5 ，两相接触时间 $5-10$ 分钟，经 38 级逆流分馏萃取结果是出

口水相中 D_{y_2O} ，纯度 $> 99\%$ (含 H_2O ， 0.5% 左右)，反萃液中 H_2O ， $> 60\%$ (含 D_{y_2O} ， $15-20\%$)。

说明书附图

