

(19)中华人民共和国专利局

(51)Int.Cl.⁴

C01F 17/00

C25C 3/34



(12) 发明专利申请公开说明书

(11) CN 87 1 00845 A

CN 87 1 00845 A

(43) 公开日 1988年8月24日

[21] 申请号 87 1 00845

[22] 申请日 87.2.11

[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 朴东奎 夏武庭 冯力 李文
阮文德 申家成 丁淑娇 胡光荣
杜富英 乔丽萍 唐定骧 路连清
魏惟成 印岩 汪文成 费美琴
金贵铸 戴惠英 袁茂林 李洁
胡松虞

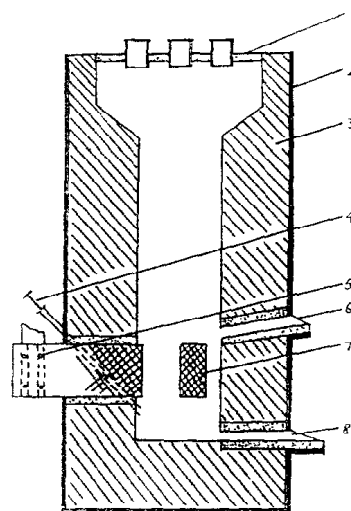
[74] 专利代理机构 中科院长春专利事务所

代理人 曹桂珍 宋天平

[54] 发明名称 无水氯化稀土的制备及其电解

[57] 摘要

一种制取无水氯化稀土及其电解制备稀土金属的方法。是将结晶氯化稀土加入高温熔盐中,使之瞬间脱水,其水解产物在熔盐中加碳氯化得到水不溶物含量低于 3% 的无水氯化稀土,然后将熔体通过管道直接送入电解槽电解稀土金属,实现了结晶氯化稀土脱水—电解连续化,提高了电流效率和稀土收率,降低了电耗和原材料消耗。



(BJ)第1456号

881A04734 / 17-108

权 利 要 求 书

1、一种制取无水氯化稀土的方法，其特征在于将结晶氯化稀土($RECl_3 \cdot 6H_2O$)以一定速度加入熔融氯化钾或低浓度(10~20%) $RECl_3-KCl$ 中，同时通氯气，加碳氯化，然后将氯化稀土熔融料从上放料口放出，通过钢管或钢槽直接送入电解槽。

2、一种制备无水氯化稀土的装置，其特征是氯化炉有一倾斜的上放料口，位于距离炉底350~550毫米处，下放料口与炉底平行。

3、如权利要求2所述的制备无水氯化稀土的装置，其特征是氯化炉上放料口与电解槽以钢管或钢槽相连接。

无水氯化稀土的制备及其电解

本发明属于制取无水氯化稀土及其电解制备稀土的方法。

熔盐电解稀土氯化物制备稀土金属时，原料中的水和水不溶物（脱水时水解产物）对电解的影响很大，为提供较好的电解原料，对无水氯化稀土制备工艺曾进行了不少研究。

目前，国内电解生产稀土金属，以结晶氯化稀土（ $\text{RECl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）为主要原料，用减压、加热脱水法制取脱水氯化稀土，其工艺过程是：将结晶氯化稀土盛于搪瓷盘，装入用钢板作成的脱水炉（内径1500毫米，长4500毫米）中，脱水炉上半部用石棉保温，下半部用煤气加热，由真空泵抽气减压脱水。该工艺每炉投料量为1·4吨，表观最高脱水温度 $< 250^\circ\text{C}$ ，但炉内温度不均匀，生产周期较长（2·5~3天），不能连续生产，产品中含有5%水，10~15%水不溶物，用它电解稀土金属，电流效率低，电耗和原材料消耗大。

通常电解原料的加入方法，是将块状脱水氯化稀土倒入电解槽，这不仅使电解槽温度急剧降低，破坏正常电解，而且在原料中的水不溶物沉积在阴极（产物）表面，妨碍了金属的聚集，造渣泥，致使电流效率和稀土收率降低。

本发明的目的是采用具有上、下二个放料口的氯化炉装置，上放料口与电解槽以钢管或钢槽连接，提供水不溶物含量低于3%的熔融态无水氯化稀土，并直接送入电解槽电解，实现结晶氯化稀土脱水氯化——电解连续化，提高稀土电解电流效率。

本发明采用的装置是：氯化炉有一倾斜的上放料口位于距离炉底

350~550毫米处，此放料口与电解槽以钢管或钢槽相连接，下放料口与炉底平行，做为备用。

制备方法是，先将氯化炉加热到300~500℃左右，倒入预先熔融的盐（KCl或10~20% RECl₃·KCl），待温度升至800~870℃时，将结晶氯化稀土（RECl₃·6H₂O）加入该熔盐中，使之瞬间脱水，同时开通氯气，使水解产物在熔盐中有还原剂碳存在下转变成RECl₃，氯化温度为840~870℃，加料、氯化完毕，由上放料口放出熔融氯化稀土，通过钢管或钢槽直接送入电解槽，脱水氯化产品中含75% RECl₃，（其余为KCl）水不溶物小于3%，碳低于0.05%。

在氯化过程中产生的尾气中主要含有固体挥发物，氯化氢和氯气，固体挥发物主要是RECl₃，由吸尘器回收，氯化氢通过水洗塔回收作盐酸，通过压氯泵将余气返回氯化炉。

该工艺克服了由于投料造成电解槽温度急剧降低，对电解不利等缺点，实现了脱水氯化——电解连续化，不仅能制备水不溶物含量很低的无水氯化稀土，而且对原料进行除杂（硫、磷）提纯。与减压加热脱水料相比，其电流效率、金属产量和稀土收率分别提高10~15%、30~35%和4~5%。

本发明提供的实施例如下：

实施例1：

将内径100毫米石英或石墨管置于管状电炉中作氯化炉，用10毫米磁管通氯气，氯化温度800~870℃，投入结晶氯化稀土5~10公斤，KCl1~2公斤，加入适量碳，氯化2~3小时，得

4~10公斤80% RECl_3 - KCl 熔融料，该料在100A电解槽中平均电流效率达73%，比减压加热脱水料电流效率高15%。

实施例2：

用内径300，深700毫米的石墨坩埚作氯化炉，放入中心石墨电极加热兼作通炉管，日产75% RECl_3 - KCl 200公斤，产品通过钢槽直接送入3000安电解槽电解，平均电流效率达63%，电耗17度/公斤·金属，在相同条件下与减压加热脱水料相比，电流效率高15%，电耗低5度/公斤·金属。

实施例3：

日产75% RECl_3 - KCl 1200公斤，直接供给10000安电解槽，平均电流效率达48%，与相同条件下减压加热脱水料相比，电流效率提高10%，电耗低4度/公斤·金属，稀土收率提高5%，产量提高35%。

附图说明：氯化炉示意图

1、炉盖 2、炉壳、3、炉衬 4、通氯管 5、导电排及水冷电极夹板 6、上放料口 7、石墨电极 8、下放料口

说明书附图

