



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГОСУДАРСТВЕННОМ КОМИТЕТЕ СССР ПО НАУКЕ И ТЕХНИКЕ
(ГОСКОМИЗОБРЕТЕНИЙ)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

№

1641775

На основании полномочий, предоставленных Правительством СССР, Госкомизобретений выдал настоящее свидетельство на изобретение:

"Способ выделения фосфатов редкоземельных элементов из фосфорной кислоты"

Заявитель: ЛЕНИНГРАДСКИЙ ГОРНЫЙ ИНСТИТУТ ИМ. Г. В. ПЛЕХАНОВА
И ЛЕНИНГРАДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНО-
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ ОСНОВНОЙ
ХИМИЧЕСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Автор (авторы): Чиркст Дмитрий Эдуардович, Дибров Игорь
Александрович, Чалиян Карина Николаевна, Сомин Михаил
Лазаревич, Чемеров Сергей Захарович и Поздняков
Владимир Сергеевич

Заявка № 4489045

Приоритет изобретения Зоктябрь 1988г.

Зарегистрировано в Государственном реестре
изобретений Союза ССР

15 декабря 1990г.

Председатель Комитета

Начальник отдела

Ю. В. Сомин
Землю

6127/289
21.6.91.



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГКНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1

- (21) 4489045/26
(22) 03.10.88
(46) 15.04.91. Бюл. № 14
(71) Ленинградский горный институт им. Г.В.Плеханова и Ленинградский государственный научно-исследовательский и проектный институт основной химической промышленности
(72) Д.Э.Чиркст, И.А.Дибров, К.Н.Чалиян, М.Л.Сомин, С.З.Чемеров и В.С.Поздняков
(53) 546.821(088.8)
(56) Михайличенко Л.И. и др. Редкоземельные металлы. М.: Металлургия, 1987, с.48 и 49.
(54) СПОСОБ ВЫДЕЛЕНИЯ ФОСФАТОВ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ИЗ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ

2

- (57) Изобретение относится к способам извлечения редкоземельных элементов (РЗЭ) как побочных продуктов сернокислотной переработки апатита. Цель изобретения - повышение содержания РЗЭ в продукте. Согласно способу используют затравку при кристаллизации фосфата РЗЭ из производственной кислоты. Условия процесса кристаллизации: массовое соотношение кислоты и затравки 2-4:1, температура 90 - 100°C, время 5-15 мин. В качестве затравки берут спеченный гранулированный или прессованный гексагональный полуводный фосфат изделия или моноклинный фосфат суммы РЗЭ. В результате получают продукт с содержанием фосфата РЗЭ до 70%. По известному способу содержание РЗЭ в продукте не превышает 6-20%. 2 табл.

Изобретение относится к способам попутного извлечения редкоземельных элементов при комплексной переработке апатита и может быть использовано при получении фосфата редкоземельных элементов на предприятиях, производящих фосфорную кислоту по сернокислотному методу.

Цель изобретения - повышение содержания РЗЭ в продукте.

Пример 1. В проточную колонну, наполненную частицами сечением 2-5 мм гранулированного, спеченного или прессованного безводного фосфата редкоземельных элементов в качестве затравки, подают обратную фосфорную

кислоту P_2O_5 , полученную при сернокислотном вскрытии апатита, концентрации 12%, содержащую 0,04% редкоземельных элементов. На поверхности затравки при 100°C кристаллизуется фосфат редкоземельных элементов. Скорость пропускания кислоты 0,1 колонного объема в 1 мин, т.е. время кристаллизации 10 мин. В производственных условиях возможны колебания времени процесса в пределах 5-15 мин. Концентрация редкоземельных элементов на выходе в зависимости от концентрации кислоты составляет 0,02%. После пропускания кислоты в количестве 100 свободных объемов колонны по-

дача кислоты прекращается на 15–20 ч для регенерации поверхностных свойств затравки. После пропускания кислоты в количестве 1000–2000 свободных объемов затравка с наростом на ней продуктом диспергируется. Часть полученного фосфата редкоземельных элементов используют для регенерации затравки, остальное количество выводят из процесса в виде продукта.

В табл. 1 приведены данные, полученные в зависимости от вида производственных растворов.

Как видно из приведенных данных, верхний предел концентрации редкоземельных элементов в производственных растворах фосфорной кислоты при содержании P_2O_5 не выше 26% составляет 0,11%.

Пример 2. С использованием оборотной кислоты комбината "Фосфорит" при использовании в качестве затравки гранул гексагонального полуводного фосфата церия в массовом соотношении кислоты и затравки 3:1 в течение 10 мин в зависимости от температуры получен продукт со следующим содержанием РЗЭ:

Температура, °C	РЗЭ, %
80	48
90	69
95	77
100	85
105	Кипение кислоты не позволяет проведение процесса

Время прохождения фронта кислоты через слой затравки 5–15 мин рекомендовано на основании данных, полученных в условиях примера 2:

t , мин	Концентрация РЗЭ на выходе, отнесенная к равновесной $(C_0 - C_A) / (C_0 - C_{\infty})$
4	0,5
5	0,7
10	1
15	1
20	1

Хотя оптимальным является время 10–15 мин, в производственных условиях при больших потоках массы раство-

ра возможны колебания времени кристаллизации до 5 мин.

Пример 3. Данные изменения чистоты продукта при продолжительности процесса 10 мин и температуре 90°C в зависимости от массового соотношения кислоты и затравки (остальные условия как в примере 2) приведены в табл. 2.

Целесообразно применять начальное соотношение масс 4:1, которое в результате кристаллизации может уменьшаться к моменту выгрузки продукта до 2:1.

Пример 4. Исследовано выделение фосфата РЗЭ на различных затравках из оборотной кислоты комбината "Фосфорит" в условиях примера 2 и различной затравке:

Затравка	Содержание РЗЭ, %
$SePO_4 \cdot 0,5 H_2O$ (гексагональный)	70–80
$LnPO_4$ (моноклинный)	60
$CaSO_4 \cdot 0,5 H_2O$	34
CaF_2	16
$BiPO_4 \cdot H_2O$ (гексагональный)	2
$BiPO_4$ (моноклинный)	0
Без затравки	0
По известному способу содержание РЗЭ в продукте составляет 6–20%.	

Формула изобретения

Способ выделения фосфатов редкоземельных элементов из фосфорной кислоты, полученной при сернокислотной переработке апатита и содержащей 12–26% P_2O_5 и 0,04–0,11% редкоземельных элементов, путем кристаллизации, отличающийся тем, что, с целью повышения содержания РЗЭ в продукте, кристаллизацию ведут при пропускании раствора с температурой 90–100°C в течение 5–15 мин через слой гранулированной спеченной или пресованной затравки из гексагонального фосфата церия или безводного моноклинного фосфата суммы редкоземельных элементов при массовом соотношении кислоты и затравки 2–4:1.

Т а б л и ц а 1

Производственный раствор	P_2O_5 , %	PЗЗ, %		Выход PЗЗ, %
		на входе	на выходе	
Оборотная кисло- та комбината "Фосфорит"	12-14	0,04-0,05	0,014	65-72
Оборотная кисло- та Балаковского завода	18-20	0,06-0,08	0,035	42-56
Производственная кислота комби- ната "Фосфорит"	24-26	0,08-0,11	0,055	30-50

Т а б л и ц а 2

Масса к-ты/масса заправки	1	2	3	4	5
PЗЗ, %	70	70	70	70	55

Редактор М.Петрова Составитель В.Дубровская
Техред А.Кравчук Корректор И.Муска

Заказ 1120 Тираж 303 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г.Ужгород, ул. Гагарина, 101