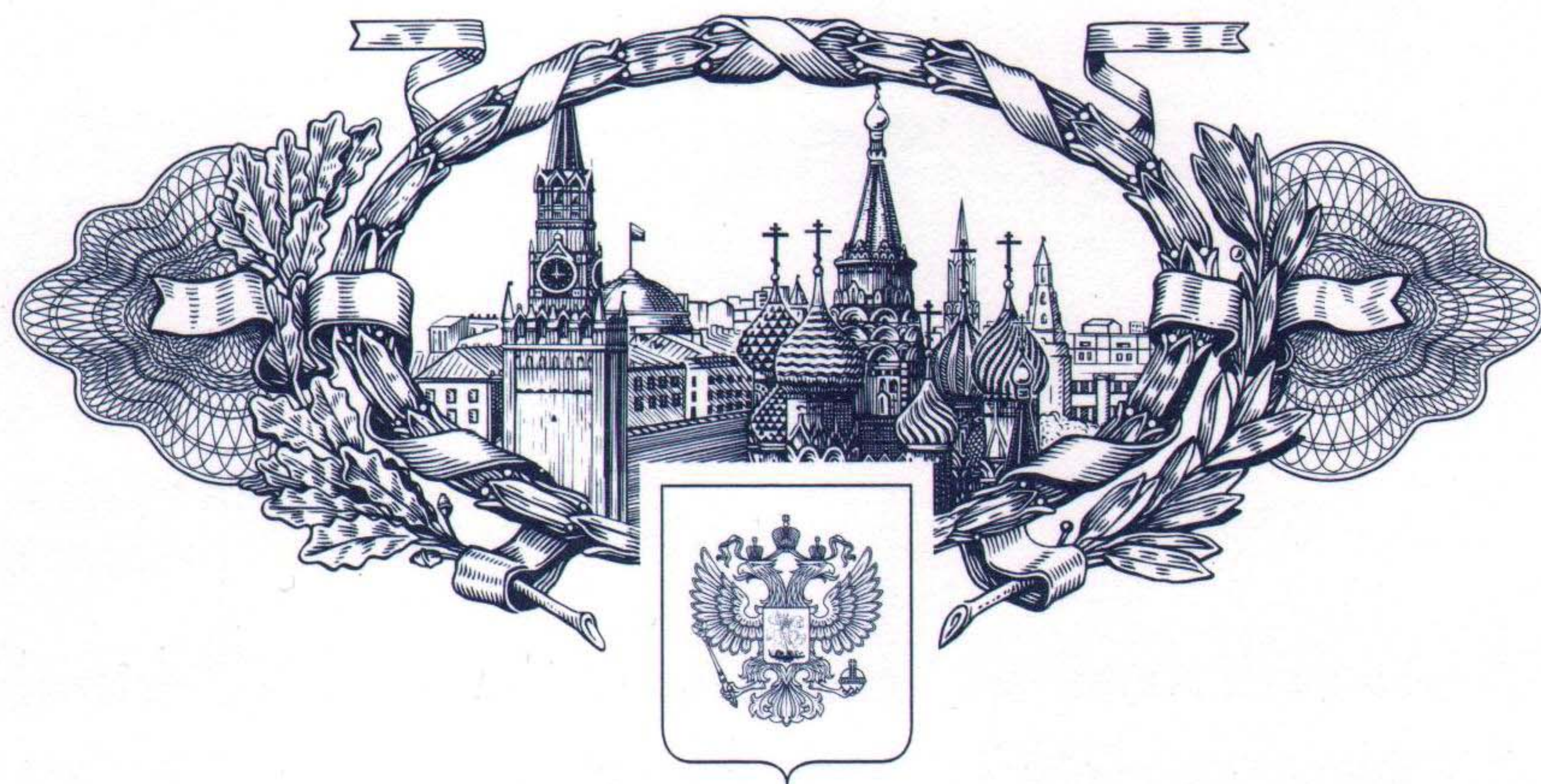


РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2441087

СПОСОБ ЭКСТРАКЦИИ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ИТТРИЯ (III), ЦЕРИЯ (III) И ЭРБИЯ (III) ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ

Патентообладатель(ли): *Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Санкт-Петербургский государственный горный институт имени Г.В. Плеханова (технический университет)" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2010154737

Приоритет изобретения 30 декабря 2010 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации 27 января 2012 г.

Срок действия патента истекает 30 декабря 2030 г.

*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

Б.П. Симонов





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(51) МПК

C22B59/00 (2006.01)

C22B3/26 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2010154737/02, 30.12.2010

(24) Дата начала отсчета срока действия патента: 30.12.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 30.12.2010

(45) Опубликовано: 27.01.2012

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2112067 C1,

27.05.1998. RU 2319666 C2, 10.08.2007. RU 93051055 A, 27.09.1996. WO 01/04366 A1, 18.01.2001. EP 1071828 A1, 31.01.2001. US 5015447 A, 14.05.1991. US 5639433 A, 17.06.1997.

Адрес для переписки:

199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2, СПГГИ (ТУ), отдел интеллектуальной собственности и трансфера технологий (отдел ИС и ТТ)

(72) Автор(ы):

Чиркст Дмитрий Эдуардович (RU),
Литвинова Татьяна Евгеньевна (RU),
Луцкий Денис Сергеевич (RU),
Луцкая Вероника Александровна (RU),
Жуков Станислав Викторович (RU),
Черемисина Ольга Владимировна (RU)

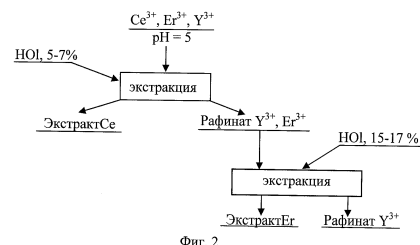
(73) Патентообладатель(и):

Государственное образовательное
учреждение высшего
профессионального образования
"Санкт-Петербургский государственный
горный институт имени Г.В. Плеханова
(технический университет)" (RU)

(54) СПОСОБ ЭКСТРАКЦИИ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ИТРИЯ (III), ЦЕРИЯ (III) И ЭРБИЯ (III) ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к металлургии, а именно к технологии переработки руд и концентратов, содержащих редкоземельные элементы. В частности, к способу экстракции редкоземельных элементов иттрия (III), церия (III) и эрбия (III) из водных растворов. Способ включает контакт экстрагента, содержащего олеиновую кислоту и инертный разбавитель, и водного раствора, перемешивание смеси, отстаивание и разделение фаз. В качестве инертного разбавителя используют керосин. Экстракцию ведут при продолжительности 10-15 мин при pH 4,5-5,5 и соотношении объемов экстрагента и водного раствора 1:10 в две стадии. В первой стадии ее ведут при содержании олеиновой кислоты в экстрагенте 5-7 об.% с разделением церия (III) и смеси иттрия (III) и эрбия (III). Во второй стадии - при содержании олеиновой кислоты в экстрагенте 15-17 об.% с разделением иттрия (III) и эрбия (III). Техническим результатом является повышение эффективности экстракционного извлечения и разделения редкоземельных элементов, снижение продолжительности процесса и снижение техногенной нагрузки на окружающую среду. 4 ил.



Изобретение относится к металлургии, а именно к технологии переработки руд и концентратов, содержащих редкоземельные элементы. Изобретение может быть использовано в технологии получения редкоземельных элементов в виде соединений и простых веществ из эвдиалитовых и лопаритовых концентратов.

Известен «Способ разделения редкоземельных металлов» (патент RU № 2009228, д.пр. 15.03.1994), включающий экстракцию металлов растворами азотсодержащих анионитов, содержащих по крайней мере два органических радикала в инертном разбавителе, отличающийся тем, что экстракцию металлов ведут растворами аминов и/или четвертичных аммониевых оснований, два органических радикала в каждом из которых представляют 2,4-диэтилоктилы.

Недостатком является использование концентрированных растворов аминов и солей четвертичных аммониевых оснований, являющихся токсичными соединениями и требующих применения высаливателей.

Известен «Способ извлечения неодима из концентрата редкоземельных металлов цериевой подгруппы» (патент RU № 2030463, д.п. 10.03.1995), включающий экстракцию трибутилфосфатом из нитратных растворов после электрохимического окисления церия, содержащих 300-400 г/л суммы оксидов редкоземельных металлов, с получением рафината и последующую реэкстракцию неодима из органической фазы, отличающийся тем, что, с целью повышения извлечения неодима путем получения в реэкстракте концентрата неодима с содержанием 3-10% празеодима и рафината в виде концентрата редкоземельных металлов, пригодного для получения полирующих материалов, в исходный раствор перед экстракцией вводят раствор концентрата редкоземельных металлов с содержанием 50-60% оксида церия в соотношении 1:(6-10) и экстракцию проводят при массовом соотношении суммы редкоземельных металлов в исходном растворе и экстрагента 1:(0,6-0,8).

Известен «Способ извлечения редкоземельных элементов из кислых растворов» (патент RU № 2172719, д.п. 27.08.2001), включающий введение в исходный раствор фосфорорганического реагента-собиравателя в виде диалкилфосфорной кислоты при продувке раствора газом с получением и отделением от раствора пенного редкоземельного продукта, отличающийся тем, что выделенный пенный продукт обрабатывают азотной или соляной кислотой с концентрацией не менее 4N при 70-100°C с переводом редкоземельных элементов в раствор, который отделяют от регенерированного реагента-собиравателя.

Недостатками способа являются использование концентрированных кислот для регенерации экстрагента, использование концентрированного экстрагента, необходимость проводить процесс при повышенной температуре.

Недостатками являются: использование дорогостоящего трибутилфосфата, высокое соотношение объемов органической и водной фаз, необходимость предварительного окисления церия до четырехвалентного состояния для его удовлетворительного отделения от других лантаноидов.

Известен способ извлечения редкоземельных металлов из их смеси (патент RU № 2049133, д.п. 27.11.1995), включающий противоточную экстракцию органическим растворителем из водного раствора редкоземельных металлов и реэкстракцию обработкой органической фазы водным раствором минеральной кислоты, экстракцию осуществляют с выводом части экстракта, с его последующей противоточной реэкстракцией в три стадии: при соотношении O:B=(1-3) на первой стадии, O:B=(3-5) и выводом части органического растворителя с направлением его в основной цикл на второй стадии и соотношении O:B=(5-10) на третьей стадии.

Недостатком способа является высокий расход экстрагента.

Известен способ экстракции редкоземельных элементов из водных растворов (патент RU № 2112067, д.п. 27.05.1998), принятый за прототип и заключающийся в том, что в качестве экстрагента используют техническую смазку, в своем составе содержащую, мас.%.: олеиновую кислоту 10-12, триэталонамин 4,5-6,0, машинное масло (инертный разбавитель) - остальное, а экстракцию осуществляют в интервале $0 < \text{pH} < 10$ непрерывным регулированием оптимальной величины pH в течение не более двух часов.

Недостатками являются введение в состав экстрагента токсичного триэтанолamina и значительная продолжительность процесса (до двух часов).

Техническим результатом является повышение эффективности экстракционного извлечения и разделения редкоземельных элементов, снижение продолжительности процесса и снижение техногенной нагрузки на окружающую среду.

Способ экстракции редкоземельных элементов иттрия (III), церия (III) и эрбия (III) из водных растворов, включающий контакт экстрагента, содержащего олеиновую кислоту и инертный разбавитель, и водного раствора, перемешивание смеси, отстаивание и разделение фаз, отличающийся тем, что в качестве инертного разбавителя используют керосин, а экстракцию ведут при продолжительности 10-15 мин, pH 4,5-5,5 и соотношении объемов экстрагента и водного раствора 1:10 в две стадии, причем в первой стадии при содержании олеиновой кислоты в экстрагенте 5-7 об.% с разделением церия (III) и смеси иттрия (III) и эрбия (III), а во второй стадии при содержании олеиновой кислоты в экстрагенте 15-17 об.% с разделением иттрия (III) и эрбия (III).

Использование в качестве инертного растворителя керосина обеспечивает уменьшение вязкости экстрагента, что приводит к снижению продолжительности процесса. Отсутствие в составе экстрагента триэтанолamina снижает его токсичность.

Проведение экстракции при pH 4,5-5,5 и соотношении объемов экстрагента и водного раствора 1:10 оптимально для получения высоких коэффициентов извлечения и разделения церия (III), иттрия (III) и эрбия (III) при их экстракции из водных растворов (получено экспериментально).

Разделение и извлечение церия (III) и смеси иттрия (III) и эрбия (III) на первой стадии экстракции максимально при содержании олеиновой кислоты в экстрагенте 5-7 об.% (получено экспериментально).

Разделение иттрия (III) и эрбия (III) на второй стадии экстракции максимально при содержании олеиновой кислоты в экстрагенте 15-17 об.% (получено экспериментально).

Способ поясняется чертежами, где на фиг.1 представлена схема экспериментальной установки для извлечения и разделения иттрия (III), церия (III) и эрбия (III), на фиг.2 представлена схема экстракционного извлечения и разделения иттрия (III), церия (III) и эрбия (III), на фиг.3 представлены экспериментальные зависимости коэффициентов распределения иттрия (III), церия (III) и эрбия (III) от pH водного раствора, на фиг.4 представлены экспериментальные зависимости коэффициентов распределения иттрия (III), церия (III) и эрбия (III) от содержания олеиновой кислоты в экстрагенте.

Способ осуществляют следующим образом. Экстракцию проводили с использованием термостатированной автоматизированной установки, схема которой изображена на фиг.1. В термостатированный реактор с мешалкой помещали заданные количества экстрагента и водного раствора в соотношении объемов 1:10 соответственно. В качестве экстрагента использовался раствор технической олеиновой кислоты марки Б-115 (ТУ 9145-172-4731297-94) в керосине. Необходимая для достижения равновесия продолжительность контакта экстрагента и водного раствора была установлена экспериментально и составляла 10 мин. Продолжительность разделения не превышала 15 мин. Контроль за величиной pH выполняли при помощи pH-метра pH-150 М с комбинированным электродом марки ЭСК-10601/4. Контроль за содержанием редкоземельного элемента в водном растворе осуществлялся при помощи рентгено-спектрального флуоресцентного анализатора Спектроскан У.

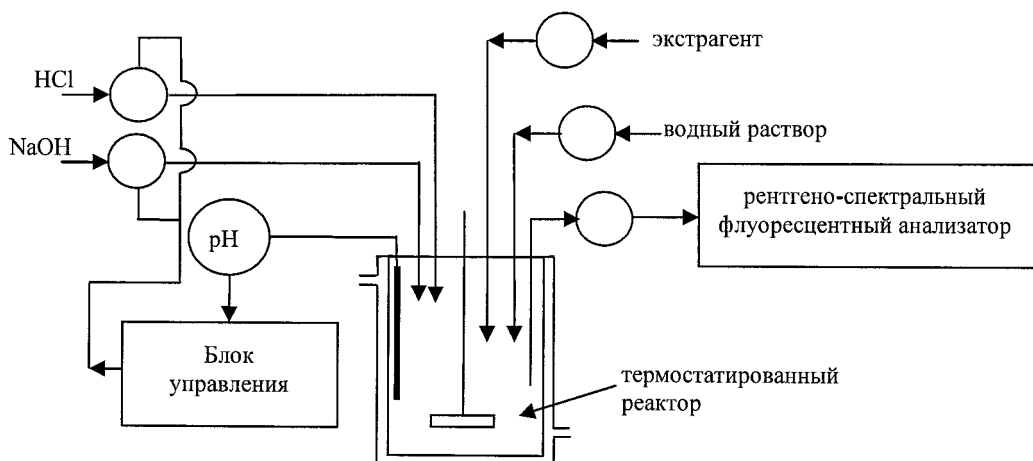
На основании зависимостей коэффициентов распределения церия (III), иттрия (III) и эрбия (III) от содержания олеиновой кислоты в экстрагенте в диапазоне значений от 3 до 15 об.% при постоянном значении pH 5, представленных на фиг.4, и зависимостей коэффициентов распределения церия (III), иттрия (III) и эрбия (III) от pH водного раствора в диапазоне значений от 3 до 5 при постоянном содержании олеиновой кислоты в экстрагенте 15 об.%, представленных на фиг.3, получена следующая последовательность экстракции: церий (III) - эрбий (III) - иттрий (III).

Изменяя содержание олеиновой кислоты в экстрагенте, осуществляли двухстадийное извлечение и разделение церия (III), эрбия (III) и иттрия (III) согласно схеме, изображенной на фиг.2.

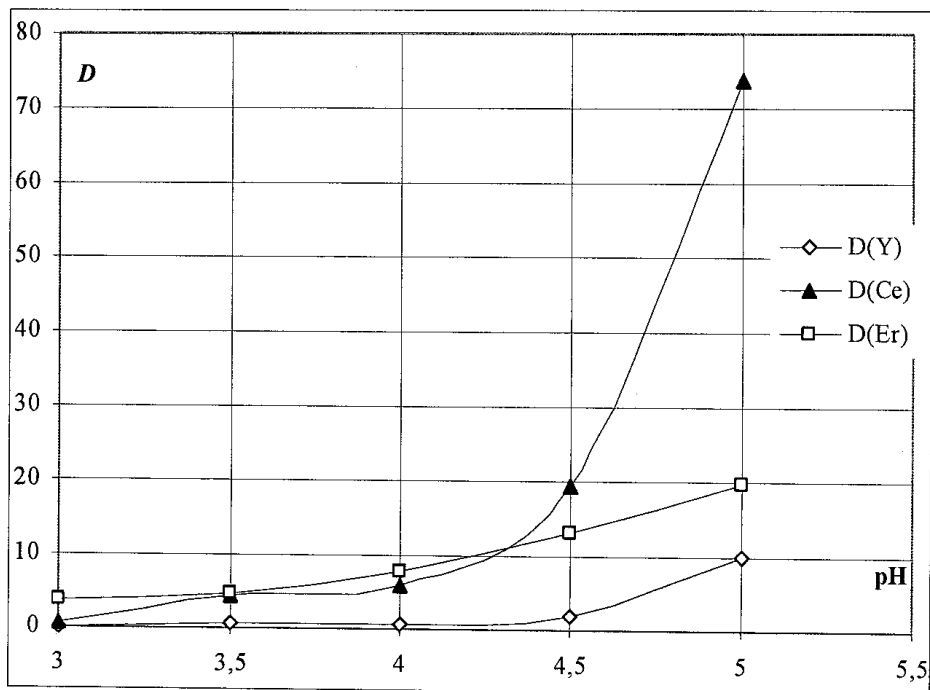
Водный раствор, содержащий иттрий (III), церий (III) и эрбий (III), нейтрализовали до pH 5. Первую стадию экстракции проводили при содержании олеиновой кислоты в экстрагенте 5-7 об.%. При этом в экстрагент извлекался церий (III) с коэффициентами разделения $\beta_{Ce/Y}=6$, $\beta_{Ce/Er}=6$. Далее водный раствор, содержащий иттрий (III) и эрбий (III), направляли на вторую стадию экстракции, на которой при содержании олеиновой кислоты в экстрагенте 15-17 об.% в экстрагент извлекали эрбий (III) с коэффициентом разделения $\beta_{Er/Y}=4$.

Формула изобретения

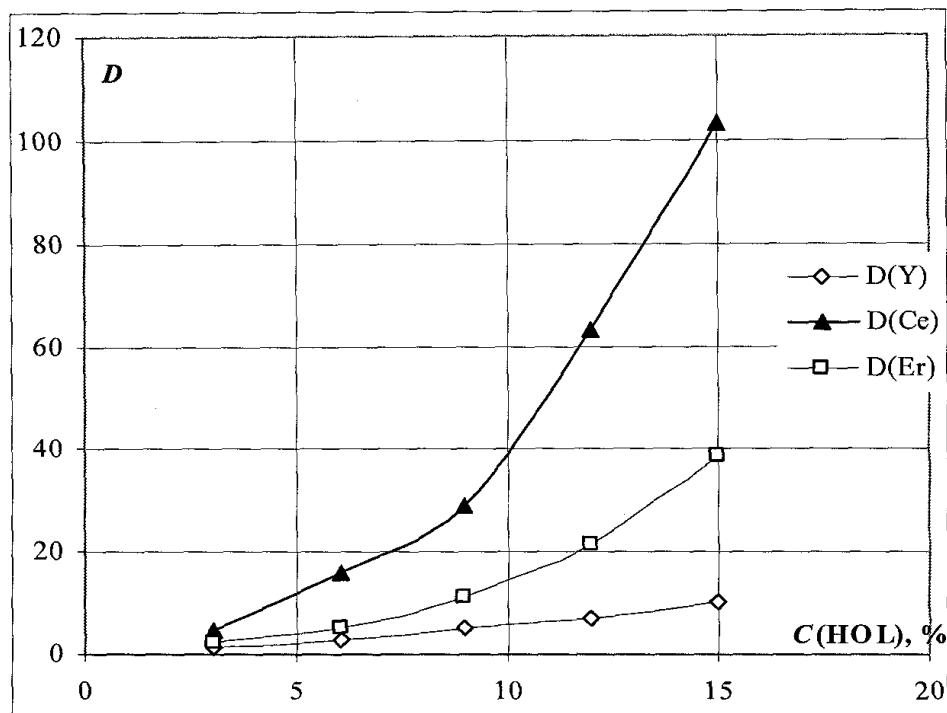
Способ экстракции редкоземельных элементов иттрия (III), церия (III) и эрбия (III) из водных растворов, включающий контакт экстрагента, содержащего олеиновую кислоту и инертный разбавитель, и водного раствора, перемешивание смеси, отстаивание и разделение фаз, отличающийся тем, что в качестве инертного разбавителя используют керосин, а экстракцию ведут при продолжительности 10-15 мин при pH 4,5-5,5 и соотношении объемов экстрагента и водного раствора 1:10 в две стадии, причем в первой стадии при содержании олеиновой кислоты в экстрагенте 5-7 об.% с разделением церия (III) и смеси иттрия (III) и эрбия (III), а во второй стадии - при содержании олеиновой кислоты в экстрагенте 15-17 об.% с разделением иттрия (III) и эрбия (III).



Фиг. 1



Фиг. 3



Фиг. 4