

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2481141

СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ КАТИОНОВ САМАРИЯ (III)

Патентообладатель(ли): *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Санкт-Петербургский государственный горный университет" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2011144010

Приоритет изобретения **31 октября 2011 г.**

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации **10 мая 2013 г.**

Срок действия патента истекает **31 октября 2031 г.**

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Б.П. Симонов





**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2011144010/05, 31.10.2011

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
31.10.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 31.10.2011

(45) Опубликовано: 10.05.2013 Бюл. № 13

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2097330 C1, 27.11.1997. SU 1397525 A1,
23.05.1988. RU 2426599 C2, 20.08.2011. RU
2373299 C1, 20.11.2011. JP 2004083869 A,
18.03.2004. WO 2008101396 A1, 28.08.2008.

Адрес для переписки:

199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2,
ФГБОУ ВПО СПГГУ, отдел ИС и ТТ

(72) Автор(ы):

Лобачева Ольга Леонидовна (RU),
Чиркст Дмитрий Эдуардович (RU),
Джевага Наталья Владимировна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования "Санкт-
Петербургский государственный горный
университет" (RU)**(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ КАТИОНОВ САМАРИЯ (III)**

(57) Реферат:

Изобретение относится к области извлечения веществ органическими экстрагентами из водных растворов, в частности к способу получения катионов самария (III) из бедного или техногенного сырья с помощью метода жидкостной экстракции. Способ извлечения катионов самария (III) включает жидкостную

экстракцию с использованием экстрагента - изооктилового спирта и органического разбавителя, в качестве которого используют додецилсульфат натрия в концентрации, соответствующей стехиометрии реакции. Экстракцию осуществляют при pH=3,0-6,0. Изобретение позволяет достигнуть 90% извлечения катионов самария (III) из водных растворов его солей. 1 ил.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 481 141** (13) **C1**

(51) Int. Cl.
B01D 11/00 (2006.01)
C01F 17/00 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2011144010/05, 31.10.2011

(24) Effective date for property rights:
31.10.2011

Priority:

(22) Date of filing: 31.10.2011

(45) Date of publication: 10.05.2013 Bull. 13

Mail address:

199106, Sankt-Peterburg, V.O., 21 linija, 2,
FGBOU VPO SPGGU, otdel IS i TT

(72) Inventor(s):

Lobacheva Ol'ga Leonidovna (RU),
Chirkst Dmitrij Ehdvardovich (RU),
Dzhevaga Natal'ja Vladimirovna (RU)

(73) Proprietor(s):

Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego
professional'nogo obrazovaniya "Sankt-
Peterburgskij gosudarstvennyj gornyj
universitet" (RU)

(54) **METHOD OF EXTRACTING SAMARIUM (III) CATIONS**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to extraction of substances with organic extractants from aqueous solutions, particularly a method of obtaining samarium (III) cations from impoverished or industrial material using a liquid extraction technique. The method of extracting samarium (III) cations involves liquid extraction using an

extractant - isooctyl alcohol and an organic diluent in form of sodium dodecylsulfate in a concentration which corresponds to stoichiometry. Extraction is carried out at pH=3.0-6.0.

EFFECT: invention enables to achieve 90% extraction of samarium (III) cations in aqueous solutions of salts thereof.

1 dwg

RU 2 481 141 C1

RU 2 481 141 C1

Способ относится к области извлечения веществ органическими экстрагентами из водных растворов, в частности к способам получения редкоземельных металлов (РЗМ) из бедного или техногенного сырья с помощью жидкостной экстракции.

Известен способ экстракционного извлечения катионов тория (IV), в котором в качестве экстрагента использовали трибутилфосфат ТБФ (В.Г.Майоров, А.И.Николаев, В.К.Копков, Л.А.Сафонова, Г.В.Короткова Выделение тория (IV) при утилизации растворов солянокислотного вскрытия перовскита. Журнал прикладной химии. 2004. Т.77. Вып.5. С.715-719). Наиболее полно извлечение происходит при соотношении органической и водной фазы 3:1 и достигает величины 84%.

Недостатками способа являются не полное извлечение ионов металла из раствора и зависимость от соотношения органической и водной фаз.

Известен способ извлечения катионов тория (IV) с помощью жидкостной экстракции из раствора соляной кислоты концентрацией 1 моль/л с применением в качестве экстрагента трибутилфосфата ТБФ при добавлении хлорида кальция (3,5 моль/л), хлорида алюминия (2 моль/л) или хлорида натрия (4 моль/л) (В.Г.Майоров, А.И.Николаев К экстракции тория (IV) трибутилфосфатом из растворов хлоридов натрия, кальция и алюминия // Журнал прикладной химии. 2006. Т.79. Вып.7. С.1207-1209). Степень извлечения ионов тория в присутствии хлорид-ионов в ряду $\text{NaCl} < \text{CaCl}_2 < \text{AlCl}_3$ составила 0,5%; 40%; 60%.

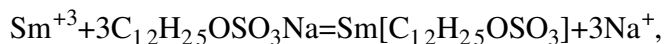
Недостатками способа являются низкая степень извлечения катионов металла из раствора и необходимость присутствия в растворе хлорид-ионов.

Известен способ извлечения ионов церия (III) методом жидкостной экстракции, где в качестве экстрагента и разбавителя использовали олеиновую кислоту (Д.Э.Чиркст, Т.Е.Литвинова, В.С.Старшинова, Г.С.Рощин Экстракция церия (III) олеиновой кислотой из нитратных сред // Журнал прикладной химии. 2007. Т.80. Вып.2. С.187-190), принятый за прототип. Концентрация экстрагента равнялась 0,5 М. Коэффициент распределения церия (III) при экстракции олеиновой кислотой в интервале рН 3-5 возрастает от 1 до 100, при рН=5,5 извлечение максимально и коэффициент распределения равен 235.

Недостатками способа являются низкое значение извлечения катионов церия (III) при рН<5 и большая зависимость от концентрации экстрагента.

Техническим результатом изобретения является увеличение степени извлечения катионов самария (III).

Технический результат достигается тем, что в способе извлечения катионов самария (III), включающий жидкостную экстракцию с использованием экстрагента и органического разбавителя, в качестве разбавителя используют изооктиловый спирт, а в качестве экстрагента используют додецилсульфат натрия в концентрации, соответствующей стехиометрии реакции:



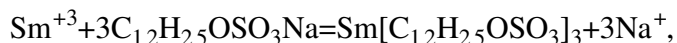
где Sm^{+3} - катион самария (III), $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{OSO}_3\text{Na}$ - додецилсульфат натрия, $\text{Sm}[\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{OSO}_3]_3$ - сольват, при этом жидкостную экстракцию осуществляют при рН=3,0-6,0.

Использование в качестве экстрагента ПАВ анионного типа додецилсульфата натрия обеспечивает значительное увеличение степени извлечения катионов самария (III) при жидкостной экстракции. Додецилсульфат натрия сочетает в себе свойства как собирателя, вспенивателя, так и экстрагента, легко регенерируется. В растворе катионы самария (III) образуют с додецилсульфатом натрия прочные сольваты, вследствие ориентации полярной группы к катиону и экранированием

сольвата с внешней стороны неполярными радикалами. Перенос сольвата в органическую фазу обеспечен взаимодействием с ним изооктилового спирта, что подтверждают сдвиг частоты валентных колебаний ν_{O-H} , а также отсутствие растворения додецилсульфата натрия в неполярных растворителях.

Использование в качестве органической фазы изооктилового спирта $C_8H_{18}O$ обеспечивает возможность извлечения катионов самария (III) в составе сольватов с додецилсульфатом натрия.

Концентрация додецилсульфата натрия, соответствующая стехиометрии реакции:



где Sm^{+3} - катион самария, $C_{12}H_{25}OSO_3Na$ - додецилсульфат натрия, $Sm[C_{12}H_{25}OSO_3]_3$ - сольват, позволяет увеличить степень извлечения катионов самария (III) при жидкостной экстракции и уменьшить затраты додецилсульфата натрия. Параметром извлечения катионов самария (III) является коэффициент распределения K_p . Величину K_p извлекаемого иона между водной и органической фазами рассчитывали по отношению концентрации катиона самария (III) - $[Sm^{+3}]$ в органической фазе к концентрации $[Sm^{+3}]$ в водной фазе соответственно формуле: $K = [Sm^{+3}]_{орг} / [Sm^{+3}]_{ақ}$.

Величина коэффициента распределения катионов самария (III) между водной и органической фазами достигает величины 300-400. Осуществление жидкостной экстракции при pH=3,0-6,0 обеспечивает увеличение степени извлечения самария до 90% и уменьшение затрат додецилсульфата натрия (установлено экспериментально).

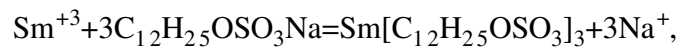
Способ осуществляют следующим образом. Использовали 200 мл водного раствора нитрата самария (III) с концентрацией катионов самария (III) 0,001 моль/л. В качестве экстрагента использовали ПАВ анионного типа додецилсульфат натрия в виде порошка массой 0,1728 г, концентрация которого в растворе нитрата самария (III) соответствовала стехиометрии реакции, а в качестве разбавителя - изооктиловый спирт $C_8H_{18}O$ - 5 мл. Процесс жидкостной экстракции осуществляли в лабораторной модели экстрактора с мешалкой марки ES-8300 D со скоростью около 700 об/мин. Порошок додецилсульфата натрия добавляют в раствор нитрата самария (III), перемешивают, затем добавляют изооктиловый спирт и осуществляют процесс жидкостной экстракции в течение 30 мин при значении pH 3-6. В процессе жидкостной экстракции происходит образование сольвата и его растворение в изооктиловом спирте. Экстракт переливают в делительные воронки объемом 0,25 л и оставляют при комнатной температуре для расслаивания фаз в течение 3-5 суток. Затем, после разделения фаз, водную фазу анализировали фотометрическим методом на содержание катионов самария (III). Методом инфракрасной спектроскопии определяли форму экстрагируемых солей в органической фазе - изооктиловом спирте.

На Фиг. 1 представлена зависимость коэффициентов распределения катионов самария (III) от pH водной фазы растворов солей.

Таким образом, способ позволяет получить 90% извлечения катионов самария (III) из водного раствора его солей.

Формула изобретения

Способ извлечения катионов самария (III), включающий жидкостную экстракцию с использованием экстрагента и органического разбавителя, отличающийся тем, что в качестве разбавителя используют изооктиловый спирт, а в качестве экстрагента используют додецилсульфат натрия в концентрации, соответствующей стехиометрии реакции:



где Sm^{+3} - катион самария,

$\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{OSO}_3\text{Na}$ - додецилсульфат натрия,

5 $\text{Sm}[\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{OSO}_3]_3$ - сольват,

при этом жидкостную экстракцию осуществляют при pH 3,0-6,0.

10

15

20

25

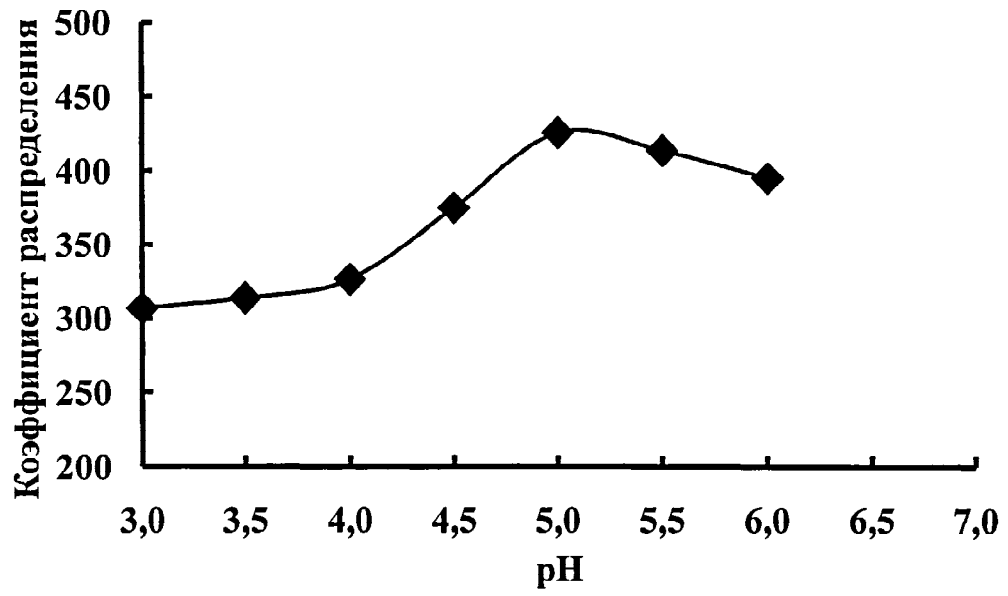
30

35

40

45

50



Фиг.1