

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2482201

СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЕВРОПИЯ (III) ИЗ РАСТВОРОВ СОЛЕЙ

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

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2011145760

Приоритет изобретения **10 ноября 2011 г.**

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации **20 мая 2013 г.**

Срок действия патента истекает **10 ноября 2031 г.**

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Б.П. Симонов





(51) МПК
C22B 59/00 (2006.01)
C01F 17/00 (2006.01)
B03D 1/02 (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: **2011145760/02**, **10.11.2011**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
10.11.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **10.11.2011**

(45) Опубликовано: **20.05.2013** Бюл. № 14

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **RU 2426599 C2**, **20.08.2011**. **RU 2373299 C1**, **20.11.2009**. **JP 60000849 A**, **05.01.1985**. **RU 2034070 C1**, **30.04.1995**. **RU 2010006 C1**, **30.03.1994**. **US 4104358 A**, **01.08.1978**. **FR 1257334 A**, **31.03.1985**.

Адрес для переписки:

**199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2,
 ФГБОУ ВПО СПГГУ, отдел
 интеллектуальной собственности и
 трансфера технологий (отдел ИС и ТТ)**

(72) Автор(ы):

**Лобачева Ольга Леонидовна (RU),
 Чиркст Дмитрий Эдуардович (RU),
 Джавага Наталья Владимировна (RU),
 Данилов Александр Сергеевич (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

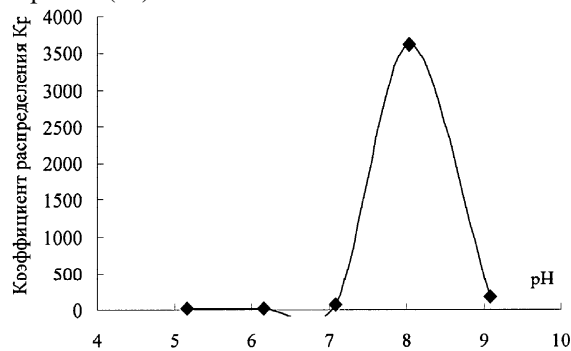
**Федеральное государственное бюджетное
 образовательное учреждение высшего
 профессионального образования "Санкт-
 Петербургский государственный горный
 университет" (RU)**

(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЕВРОПИЯ (III) ИЗ РАСТВОРОВ СОЛЕЙ

(57) Реферат:

Изобретение относится к гидрометаллургии, в частности к способу извлечения европия (III) из растворов солей флотоэкстракцией. В процессе флотоэкстракции катионов европия (III) используют в качестве органической фазы изооктиловый спирт, а в качестве собирателя ПАВ анионного типа додецилсульфат натрия в концентрации, соответствующей стехиометрии реакции: $\text{Eu}^{+3} + 3\text{NaDS} = \text{Eu}(\text{DS})_3 + 3\text{Na}^+$, где Eu^{+3} - катион европия (III), DS^- - додецилсульфат-ион. При этом флотоэкстракцию осуществляют при pH 7,5-8,5 и соотношении органической и

водной фаз 1/20-1/40. Техническим результатом является увеличение степени извлечения европия (III). 2 ил.



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C22B 59/00 (2006.01)
C01F 17/00 (2006.01)
B03D 1/02 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: 2011145760/02, 10.11.2011

(24) Effective date for property rights:
10.11.2011

Priority:

(22) Date of filing: 10.11.2011

(45) Date of publication: 20.05.2013 Bull. 14

Mail address:

199106, Sankt-Peterburg, V.O., 21 linija, 2,
FGBOU VPO SPGGU, otdel intellektual'noj
sobstvennosti i transfera tekhnologij (otdel IS i TT)

(72) Inventor(s):

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

(73) Proprietor(s):

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

(54) METHOD FOR EUROPIUM (III) FROM SALT SOLUTIONS

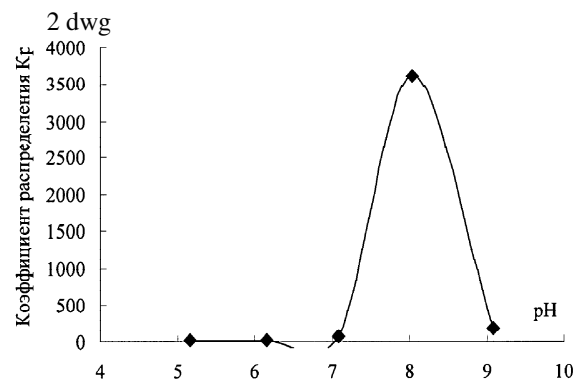
(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: invention relates to hydrometallurgy, in particular, to the method for extraction of europium (III) from salt solutions by floating extraction. In process of floating extraction of europium (III) cations the organic phase is represented by isooctyl alcohol, and the collector of surfactants of anion type is sodium dodecyl sulfate in the concentration corresponding reaction stoichiometry: $\text{Eu}^{+3} + 3\text{NaDS} = \text{Eu}(\text{DS})_3 + 3\text{Na}^+$, where Eu^{+3} - cation of europium (III), DS^- - dodecyl sulfate-ion. At the same time the floating extraction is carried out at $\text{pH}=7.5-8.5$, and at the ratio of organic and water phases 1/20-

1/40.

EFFECT: increased extent of europium (III) extraction.



Изобретение относится к обогащению, в частности к способам получения редкоземельных металлов (РЗМ) или их оксидов из бедного или техногенного сырья с помощью метода флотоэкстракции.

Известен способ флотоэкстракционного извлечения кобальта в виде цианидных комплексов (Walkowiak W. Ion flotation and solvent sublation of cobalt cyanides // J. Chem. Biotechnol. 1980. V.30. P.611-619). Извлечение проводили из водных растворов с использованием в качестве коллигенда цетилпиридиний хлорида. Изооктиловый спирт использовался в качестве органической фазы.

Недостатками способа являются длительность процесса, сложный состав извлекаемых комплексов и недостаточно полное извлечение катионов металла.

Известен способ извлечения тяжелых металлов, таких как никель, кобальт и медь, методом флотоэкстракции (K.T.Valsaraj, G.J.Thoma, L.J.Thibodeaux Nonfoaming adsorptive bubble separation processes // Separations Technology, V.1, Iss. 5, 1991, P.234-244), где в качестве собирателя использовали 8-гидроксохинолин (HQ) (Y.-S.Kim, J.-H.Shin, Y.-s.Choi, W.Lee, Y.-I.Lee. Solvent sublation using 8-hydroxyquinoline as ligand for determination of trace elements in water samples // Microchemical Journal, V.68, 2001, P.99-107).

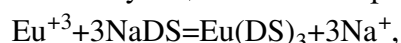
Недостатком способа является недостаточно полное извлечение ионов металлов из растворов.

Известен способ извлечения железа (III), кобальта (II), никеля (II), тория (IV), протактиния (V), урана (VI) с использованием метода флотоэкстракции (Bittner M., Mikilski J. The flotation extraction of Fe (III), Co (II), Ni (II), Th (IV), Pa (V). U (VI) // Nucleonica. 1967. V.12. №9. P.599-603), принятый за прототип. В качестве собирателей использовали ПАВ тетрадецилсульфат натрия, додециламин гидрохлорид, цетилпиридиний бромид. В качестве органической фазы использовали изооктанол. Процесс проводили в течение 20 минут.

Недостатком способа является невозможность достаточно полного извлечения катионов металлов из растворов.

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

Технический результат достигается тем, что в способе извлечения европия (III) из растворов солей, включающем флотоэкстракцию с использованием органической фазы и собирателя, в качестве органической фазы используют изооктиловый спирт, а в качестве собирателя используют додецилсульфат натрия в концентрации, соответствующей стехиометрии реакции:



где Eu^{+3} - катион европия (III), NaDS - додецилсульфат натрия, а при этом процесс флотоэкстракции осуществляют при pH 7,5-8,5 и соотношении органической и водной фаз 1/20-1/40.

Использование в качестве собирателя ПАВ анионного типа додецилсульфата натрия обеспечивает увеличение степени извлечения европия (III) в процессе флотоэкстракции. Додецилсульфат натрия является транспортным агентом в рассматриваемом процессе и при этом не расходуется. В растворе катионы европия (III) образуют с додецилсульфатом натрия прочные комплексы, которые вследствие гидрофобности алкильных радикалов переходят в органическую фазу - изооктиловый спирт.

Параметром извлечения катионов европия (III) является коэффициент распределения K_p . Величину K_p извлекаемого иона между водной и органической фазами рассчитывали по отношению концентрации $[\text{Eu}^{+3}]$ в органической фазе к

концентрации $[Eu^{+3}]$ в водном растворе соответственно формуле: $K=[Eu^{+3}]_{орг}/[Eu^{+3}]_{ақ}$.

Экспериментально установлено, что величина коэффициента распределения катионов европия (III) между водной и органической фазами зависит от pH раствора водной фазы. Осуществление процесса флотоэкстракции при pH 7,5-8,5 также
5 обеспечивает увеличение степени извлечения катионов европия (III) не менее 98%.

Соотношение органической и водной фаз 1/20-1/40 также обеспечивает увеличение степени извлечения катионов европия (III) не менее 98% (получено экспериментально).

Способ осуществляют следующим образом. К водному раствору соли европия (III)
10 добавляют собиратель - ПАВ анионного типа, перемешивают, доводят pH до 7,5-8,5. В качестве ПАВ анионного типа используют додецилсульфат натрия, концентрация которого соответствует стехиометрии указанной реакции. Затем добавляют органическую фазу, в качестве которой используют изооктиловый спирт, в
15 соотношении органической и водной фазы 1/20-1/40. Флотоэкстракцию проводят в течение 15 мин. После флотоэкстракции раствор анализируют на содержание катионов европия (III).

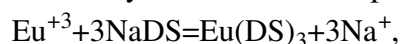
Способ поясняется примером. Проводят флотоэкстракцию в колонке, выполненной в виде цилиндра, дном которого служил фильтр Шотта. К 200 мл раствора нитрата
20 европия (III) концентрацией 0,001 моль/л добавляли ПАВ анионного типа додецилсульфат натрия в количестве, соответствующем концентрации 0,003 моль/л. pH водного раствора доводили до 7,5-8,5. Раствор переливали в колонку, добавляли 10 мл органической фазы изооктилового спирта и проводили процесс флотоэкстракции в течение 15 мин. После флотоэкстракции раствор, оставшийся в
25 колонке, анализировали на содержание катионов европия (III).

На фиг.1 представлена зависимость коэффициентов распределения ионов европия (III) от pH водных растворов солей. На фиг.2 представлены
экспериментальные данные по флотоэкстракции катионов европия (III) из растворов
30 его нитратных солей с применением додецилсульфата натрия. Эксперимент показал, что при значении pH 8,0 извлечение катионов европия (III) из раствора достигает не менее 98%.

Таким образом, способ позволяет достигнуть увеличения степени извлечения европия (III) из раствора его солей.
35

Формула изобретения

Способ извлечения европия (III) из растворов солей, включающий флотоэкстракцию с использованием органической фазы и собирателя, отличающийся тем, что в качестве
40 органической фазы используют изооктиловый спирт, а в качестве собирателя используют ПАВ анионного типа додецилсульфат натрия в концентрации, соответствующей стехиометрии реакции:



где Eu^{+3} - катион европия (III),

NaDS - додецилсульфат натрия,

при этом флотоэкстракцию осуществляют при pH 7,5-8,5 и соотношении органической и водной фаз 1/20-1/40.
50

рН	C_{Eu} , МОЛЬ/КГ (остаточная)	$K_{распред.}$
5,2	0,011174	15,50
6,2	0,014677	23,18
7,1	0,025806	72,72
8,0	0,039562	3614,13
9,1	0,032337	168,81

Фиг. 2