

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2567634

СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ТЕРБИЯ (III) ИЗ ВОДНО-СОЛЕВЫХ РАСТВОРОВ

Патентообладатель(ли): *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Национальный минерально-сырьевой университет "Горный" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2014129543

Приоритет изобретения 17 июля 2014 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации 09 октября 2015 г.

Срок действия патента истекает 17 июля 2034 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

 Г.П. Ильин





(51) МПК

C22B 59/00 (2006.01)*C22B 3/26* (2006.01)*B03D 1/00* (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2014129543/02, 17.07.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
17.07.2014

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 17.07.2014

(45) Опубликовано: 10.11.2015 Бюл. № 31

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: SU 443579 А, 15.03.1976;FR1257334 А, 31.03.1985;JP 60000849 А, 05.01.1985;RU 2034070 С1, 30.04.1995;RU 2010006 С1, 30.03.1994;US 4104358 А, 01.08.1978

Адрес для переписки:

199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2,
ФГБОУ ВПО "Национальный минерально-сырьевой университет "Горный", отдел ИС и ТТ

(72) Автор(ы):

Лобачева Ольга Леонидовна (RU),
Литвинова Татьяна Сергеевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования
"Национальный минерально-сырьевой
университет "Горный" (RU)

(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ТЕРБИЯ (III) ИЗ ВОДНО-СОЛЕВЫХ РАСТВОРОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу извлечения тербия (III) из бедного или техногенного сырья с помощью метода флотоэкстракции. В процессе флотоэкстракции катионов тербия (III) используют в качестве органической фазы изооктиловый спирт, а в качестве собирателя ПАВ анионного типа - додецилсульфат натрия в

концентрации, соответствующей стехиометрии реакции: $Tb^{+3} + 3NaDS = Tb(DS)_3 + 3Na^+$, где Tb^{+3} - катион тербия (III), DS^- - додецилсульфат-ион. При этом флотоэкстракцию осуществляют при pH 7,5-8,0 и соотношении органической и водной фаз 1/20-1/40. Техническим результатом является увеличение степени извлечения тербия (III). 2 ил.

RU 2 567 634 C1

RU 2 567 634 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 567 634**⁽¹³⁾ **C1**

(51) Int. Cl.

C22B 59/00 (2006.01)

C22B 3/26 (2006.01)

B03D 1/00 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2014129543/02, 17.07.2014

(24) Effective date for property rights:
17.07.2014

Priority:

(22) Date of filing: 17.07.2014

(45) Date of publication: 10.11.2015 Bull. № 31

Mail address:

199106, Sankt-Peterburg, V.O., 21 linija, 2, FGBOU
VPO "Natsional'nyj mineral'no-syr'evoj universitet
"Gornyj", otdel IS i TT

(72) Inventor(s):

Lobacheva Ol'ga Leonidovna (RU),
Litvinova Tat'jana Sergeevna (RU)

(73) Proprietor(s):

federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego
professional'nogo obrazovanija "Natsional'nyj
mineral'no-syr'evoj universitet "Gornyj" (RU)

(54) **METHOD OF EXTRACTING TERBIUM (III) FROM AQUEOUS SALT SOLUTIONS**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: terbium (III) cation floatation extraction process employs as the organic phase an isooctyl alcohol and as the surfactant-type collector - sodium dodecyl sulphate, in a concentration which corresponds to the stoichiometric reaction:

$Tb^{+3} + 3NaDS = Tb(DS)_3 + 3Na^+$, where Tb^{+3} is a terbium

(III) cation, DS^- is a dodecyl sulphate ion. Floatation extraction is carried out at pH=7.5-8.0 and ratio of the organic phase to the aqueous phase of 1/20-1/40.

EFFECT: high degree of extraction.

2 dwg

R U 2 5 6 7 6 3 4 C 1

R U 2 5 6 7 6 3 4 C 1

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 концентрирования и извлечения веществ из растворов (патент RU №2010006, опубл. 30.03.1994). Извлечение проводили из водных растворов с использованием в качестве поверхностно-активного вещества цетилпиридиний хлорид. В качестве флотоагента использовали азот, аммиак или хлор.

Недостатками способа являются необходимость проведения униполярной обработки воды для получения заряженных частиц (протонов и гидроксидов), высокая трудоемкость процесса, строгие требования к радиусу частиц флотоагента ($1,0-1,6 \cdot 10^{-7}$ см).

Известен флотореагент для извлечения ионов таллия (III) или лантана из водных растворов (патент RU №2411188, опубл. 10.02.2011). В качестве поверхностно-активного вещества использовали бис-(алкилполиоксиэтилен)фосфат калия общей формулы $[C_nH_{2n+1}O(C_2H_4O)_m]_2POOK$, где $n=8-10$, $m=6$. Извлечение ионов таллия (III) вели при pH 1,5, а извлечение ионов лантана - при pH от 1,0 до 10,0.

Недостатками способа являются возможность реализации процесса в сильноокислых или сильнощелочных растворах, трудоемкий процесс, влекущий образование большого количества пены, недостаточно полное извлечение ионов металлов из растворов.

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).

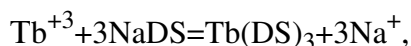
Недостатком способа является недостаточно полное извлечение ионов металлов из растворов.

Известен способ извлечения редкоземельных элементов из растворов флотоэкстракцией (патент US №4104358, опубл. 01.08.1978), принятый за прототип. В качестве органической фазы использовали эфир фосфорной кислоты ди-(2-этилгексил) фосфат в многокомпонентном разбавителе, включающем в себя этилбензол, триоктиламин-керосин, триоктиламин-толуол, трибутилфосфат-керосин и трибутил фосфат-толуол. Общая концентрация ионов редкоземельных элементов в водном растворе составляла от 0,005 до 2 моль/л.

Недостатком способа являются многокомпонентный состав органической фазы и невозможность достаточно полного извлечения катионов металлов из растворов.

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

Технический результат достигается тем, что в качестве органической фазы используют изооктиловый спирт, а в качестве собирателя используют додецилсульфат натрия в концентрации, соответствующей стехиометрии реакции:



где Tb^{+3} - катион тербия (III), NaDS - додецилсульфат натрия, при этом флотоэкстракцию осуществляют при pH от 7,5 до 8,0 и соотношении органической и водной фаз от 1/20 до 1/40.

Способ поясняется следующими фигурами:

фиг. 1 - коэффициент распределения тербия (III) из водно-солевых растворов в

процессе ионной флотации;

фиг. 2 - экспериментальные данные в процессе ионной флотации ионов тербия (III) из водно-солевых растворов в процессе ионной флотации.

Способ осуществляют следующим образом: к водному раствору соли тербия (III) добавляют собиратель - ПАВ анионного типа, перемешивают, доводят pH от 7,5 до 8,0. 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 соотношении органической и водной фазы 1/20-1/40. Флотоэкстракцию проводят в течение 15 мин. После флотоэкстракции раствор анализируют на содержание катионов тербия (III).

Способ поясняется примером: проводят флотоэкстракцию в колонке, выполненной в виде цилиндра, дном которого служил фильтр Шотта. К 200 мл раствора нитрата тербия (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 7,5-8,0. Раствор переливали в колонку, добавляли 10 мл органической фазы изооктилового спирта и проводили процесс флотоэкстракции в течение 15 мин. После флотоэкстракции раствор, оставшийся в колонке, анализировали на содержание катионов тербия (III).

На фиг. 1 представлена экспериментальная зависимость коэффициентов распределения ионов тербия (III) от pH водных растворов солей при флотоэкстракции с применением додецилсульфата натрия. Эксперимент показал, что при значении pH 7,6 извлечение катионов тербия (III) из раствора достигает не менее 99%.

На фиг. 2 представлены экспериментальные данные в процессе флотоэкстракции катионов тербия (III): коэффициент распределения и степень извлечения катионов тербия (III) в зависимости от pH водной фазы.

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

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

Параметром извлечения катионов тербия (III) является коэффициент распределения K_p . Величину K_p извлекаемого иона между водной и органической фазами рассчитывали по отношению концентрации $[Tb^{+3}]$ в органической фазе к концентрации $[Tb^{+3}]$ в водном растворе соответственно формуле: $K=[Tb^{+3}]_{org}/[Tb^{+3}]_{aq}$.

Экспериментально установлено, что величина коэффициента распределения катионов тербия (III) между водной и органической фазами зависит от pH раствора водной фазы. Осуществление процесса флотоэкстракции при pH 7,5-8,0 также обеспечивает увеличение степени извлечения катионов тербия (III) не менее 99%.

Соотношение органической и водной фаз 1/20-1/40 также обеспечивает увеличение степени извлечения катионов тербия (III) не менее 99% (получено экспериментально).

Формула изобретения

Способ извлечения тербия (III) из водно-солевых растворов, включающий флотоэкстракцию с использованием органической фазы и собирателя, в котором в

качестве органической фазы используют изооктиловый спирт, а в качестве собирателя используют додецилсульфат натрия в концентрации, соответствующей стехиометрии реакции:



где Tb^{+3} - катион тербия (III), NaDS - додецилсульфат натрия, причем флотоэкстракцию осуществляют при pH от 7,5 до 8,0 и соотношении органической и водной фаз от 1/20 до 1/40.

10

15

20

25

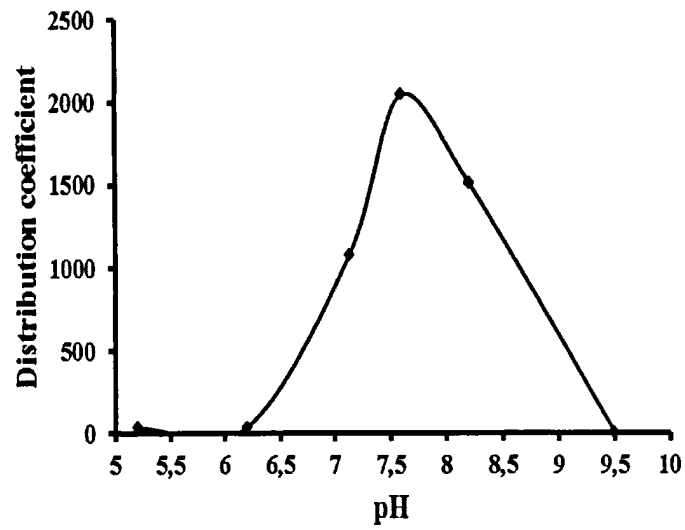
30

35

40

45

Кoeffициент распределения



Фиг. 1

pH	C (org)	Kp	α
5,2	0,017931	32,50	44,83
6,2	0,018744	35,27	46,86
7,13	0,038565	1075,33	96,41
7,6	0,03923	2038,15	98,08
8,2	0,038969	1511,29	97,42
9,5	0,005432	6,29	13,58

Фиг. 2