

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2640479

СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ И РАЗДЕЛЕНИЯ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ ПРИ ПЕРЕРАБОТКЕ АПАТИТОВОГО КОНЦЕНТРАТА

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет" (RU)*

Авторы: *Черемисина Ольга Владимировна (RU), Литвинова Татьяна Евгеньевна (RU), Сергеев Василий Валерьевич (RU), Луцкий Денис Сергеевич (RU), Лобачева Ольга Леонидовна (RU)*

Заявка № 2016112085

Приоритет изобретения 30 марта 2016 г.

Дата государственной регистрации в
Государственном реестре изобретений
Российской Федерации 09 января 2018 г.

Срок действия исключительного права
на изобретение истекает 30 марта 2036 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Г.П. Ивлиев





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C22B 59/00 (2006.01); C22B 3/0005 (2006.01); C22B 3/0022 (2006.01)

(21)(22) Заявка: 2016112085, 30.03.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
30.03.2016Дата регистрации:
09.01.2018

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 30.03.2016

(43) Дата публикации заявки: 03.10.2017 Бюл. № 28

(45) Опубликовано: 09.01.2018 Бюл. № 1

Адрес для переписки:

199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2,
ФГБОУ ВО "Санкт-Петербургский горный
университет", отдел интеллектуальной
собственности и трансфера технологий (отдел
ИС и ТТ)

(72) Автор(ы):

Черемисина Ольга Владимировна (RU),
Литвинова Татьяна Евгеньевна (RU),
Сергеев Василий Валерьевич (RU),
Луцкий Денис Сергеевич (RU),
Лобачева Ольга Леонидовна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Санкт-Петербургский горный
университет" (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RADHIKA S. Solvent extraction
and separation of rare-earths from phosphoric
acid solutions with TOPS 99. Hydrometallurgy.
2011. Vol. 110. p. 50-55. RU 2538863 C2,
10.01.2015. RU 2544731 C2, 20.03.2015. RU
2528576 C1, 20.09.2014. WO 2000047785 A1,
17.08.2000.

(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ И РАЗДЕЛЕНИЯ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ ПРИ ПЕРЕРАБОТКЕ АПАТИТОВОГО КОНЦЕНТРАТА

(57) Реферат:

Изобретение относится к выделению РЗМ из производственных растворов, полученных при переработке апатитового концентрата серной кислотой. Может быть использовано на предприятиях горно-перерабатывающей промышленности. Редкоземельные металлы извлекают экстракцией с использованием экстрагента ди-2-этилгексилфосфорной кислоты (Д2ЭГФК) с поэтапным разделением РЗМ на три концентрата лантаноидов, включающие тяжелый, содержащий Yb, Er, Y, Dy, Ho, Tb, средний, содержащий Gd, Eu, Sm, и легкий, содержащий Nd, Pr, Ce, La. Д2ЭГФК используют с концентрацией для тяжелой группы - 0,54М, для средней - 1,35М и для легкой группы - 2,8М.

Экстракционный процесс проводят при отношении водной и органических фаз 2-4, времени контакта фаз не более 2 минут, при постоянной скорости перемешивания 900 об/мин и температуре 298К. Полученные экстракты направляют на рекстракцию для очистки от примесных ионов железа 3+ органической фазы растворами серной кислоты концентрацией от 20 до 40% с получением концентратов редкоземельных металлов трех упомянутых групп. Степень извлечения по Yb, Er, Y, Dy, Ho, Nd, Pr, Ce составляет не менее 99%, по Gd, La не менее 90% и по Eu, Sm, Tb не менее 75%. 3 ил., 3 табл., 3 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C22B 59/00 (2006.01)
C22B 3/26 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

C22B 59/00 (2006.01); *C22B 3/0005* (2006.01); *C22B 3/0022* (2006.01)(21)(22) Application: **2016112085, 30.03.2016**(24) Effective date for property rights:
30.03.2016Registration date:
09.01.2018

Priority:

(22) Date of filing: **30.03.2016**(43) Application published: **03.10.2017** Bull. № 28(45) Date of publication: **09.01.2018** Bull. № 1

Mail address:

**199106, Sankt-Peterburg, V.O., 21 liniya, 2, FGBOU
VO "Sankt-Peterburgskij gornyj universitet", otdel
intelektualnoj sobstvennosti i transfera tekhnologij
(otdel IS i TT)**

(72) Inventor(s):

**Cheremisina Olga Vladimirovna (RU),
Litvinova Tatyana Evgenevna (RU),
Sergeev Vasilij Valerevich (RU),
Lutskij Denis Sergeevich (RU),
Lobacheva Olga Leonidovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe byudzhethnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Sankt-Peterburgskij gornyj
univesitet" (RU)**

(54) **METHOD OF EXTRACTING RARE EARTH METALS FROM WET-PROCESS PHOSPHORIC ACID WHEN PROCESSING APATITE CONCENTRATES**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: rare earth metals are ejected by extraction using an extractant of di-2-ethylhexylphosphoric acid (D2EHPK) with a gradual separation of the REM into three lanthanide concentrates containing heavy, containing Yb, Er, Y, Dy, Ho, Tb, an average containing Gd, Eu, Sm, and light, containing Nd, Pr, Ce, La. D2EHPK is used with a concentration for the heavy group - 0.54M, for the medium - 1.35M and for the light group - 2.8M. The extraction process is carried out at a ratio of the aqueous and organic phases of 2-4, the contact time of the phases

is not more than 2 minutes, with a constant stirring speed of 900 rpm and a temperature of 298 K. Obtained extracts are directed to the backwash for the impurity ions of Fe 3+ organic phase solutions of sulfuric acid concentration from 20 to 40% obtaining rare earth metals concentrates on three mentioned groups. The degree of extraction by Yb, Er, Y, Dy, But, Nd, Pr, Ce is not less than 99%, for Gd, La is not less than 90% and for Eu, Sm, Tb not less than 75%.

EFFECT: increased degree of uranium extraction.
3 dwg, 3 tbl, 3 ex

Изобретение относится к способам попутного выделения редкоземельных элементов из производственных растворов экстракционных фосфорных кислот, полученных дигидратным способом при переработке апатитового концентрата серной кислотой, и может быть использовано на предприятиях горно-перерабатывающей промышленности.

Известен способ выделения концентрата редкоземельных элементов (РЗЭ) из экстракционной фосфорной кислоты (патент РФ №2509169, опубл. 10.03.2014 г.), получаемой в дигидратном процессе переработки апатитового концентрата. В экстракционную фосфорную кислоту (ЭФК) вводят аммиак в количестве, обеспечивающем мольное соотношение $\text{NH}_3:\text{P}_2\text{O}_5=(0,2-1,0):1$, после чего добавляют фторид аммония в количестве 20-30 г/л для образования суспензии и перевода основной части РЗЭ и части примесных компонентов в осадок. Осадок концентрата РЗЭ отделяют от фосфорнокислого раствора. Способ позволяет достичь 96,8-99,8% извлечения РЗЭ в концентрат при расходе фторсодержащего реагента-осадителя 10,3-15,4 г/л в пересчете на фторид-ион.

Недостатком способа является близкий диапазон интервалов рН, в котором соосаждаются малорастворимые соединения титана, железа, алюминия с РЗМ и, как следствие, образуются трудно фильтруемые осадки с низким содержанием лантаноидов.

Известен способ кристаллизации фосфатов РЗМ из растворов экстракционной фосфорной кислоты (патент РФ №2529228, опубл. 27.09.2014) на твердом затравочном материале - гранулированном полуводном гидрате фосфата церия, путем создания непрерывного возвратно-поступательного движения затравочного материала в условиях псевдокипящего слоя, создаваемого непрерывным потоком воздуха в направлении «снизу вверх», противоположном движению раствора экстракционной фосфорной кислоты. Относительный привес твердой фазы фосфата суммы РЗМ на затравочном материале в среднем составил $35\pm 3\%$ при содержании фосфатов суммы РЗМ не менее 70%.

Недостатком способа является низкая степень извлечения наиболее ценных РЗМ, основная часть которых остается в растворах ЭФК, а также требующаяся последующая конверсия фосфатов РЗМ в карбонаты или водорастворимые соединения.

Известен способ извлечения редкоземельных элементов из экстракционной фосфорной кислоты (патент РФ №2545337, опубл. 27.03.2015 г.), согласно которому исходную ЭФК пропускают через колонну с сильноосновным анионитом гелевого типа, предварительно переведенным в смешанную ионную форму, до тех пор, пока состав выходящего из колонны раствора не станет равным составу входящей в нее ЭФК.

Сформированный после прохождения через анионит коллоидный раствор, обедненный по кислоте и обогащенный по РЗЭ, направляют на выделение твердого концентрата РЗЭ. При этом степень извлечения РЗЭ составляет 76%. Отмечено, что преимуществом метода является возможность использования разбавленной фосфорной кислоты в качестве десорбирующего агента, что значительно снижает расходы на проведение десорбции.

Недостатком способа являются высокая остаточная концентрация РЗМ в фосфорнокислом растворе, низкое относительное содержание РЗМ в получаемых осадках за счет присутствия значительных количеств примесей железа, кальция, магния, фосфора.

Известен способ извлечения следовых количеств РЗМ из модельных растворов фосфорной кислоты с использованием центробежной экстракции (patent 101824535 CN; Publication 2012-11-14). Способ включает следующие стадии: (1) экстракция РЗМ из

модельных растворов фосфорной кислоты с использованием различных кислых фосфорорганических экстрагентов (P204 (ди-2-этилгексилфосфорной кислоты), P507 (моно-2-этилгексилэфир 2-этилгексилфосфоновой кислоты), P215 (ди-(1-метилгептил) фосфорной кислоты), P229 (ди-(2-этилгексил) фосфоновой кислоты), диоктилфенилфосфорной кислоты, динонилфосфорной кислоты, додецилфосфорной кислоты) в центробежном экстракторе и неполное разделение РЗМ от примесей железа при времени контакта фаз до 30 с; (2) реэкстракция органической фазы соляной, серной или азотной кислотами в центробежном экстракторе при времени контакта фаз от 5 до 100 с с извлечением более чем 95% РЗМ и получением раствора, обогащенного РЗМ до 280 г/л.

Недостатками способа являются отсутствие разделения редкоземельных металлов, неучтенное влияние примесных анионов (сульфат- и фторид-ионов), содержащихся в ЭФК, на процесс извлечения и разделения редкоземельных металлов, высокая концентрация примесей железа в концентрате редкоземельных металлов в результате неполного разделения, а также техническая сложность исполнения способа при условии переработки значительных объемов ЭФК (производительность по ЭФК одного завода РФ составляет 45 м³/ч).

Известен способ извлечения и разделения редкоземельных металлов из фосфорнокислых растворов ди-2-этилгексилфосфорной кислотой (Solvent extraction and separation of rare-earths from phosphoric acid solutions with TOPS 99/S. Radhika [et al.] // Hydrometallurgy. - 2011. - Vol. 110. - P. 50-55), принятый за прототип. Авторами предложено извлечение семи тяжелых редкоземельных металлов: Tb, Dy, Y, Ho, Er, Yb, Lu с попутным разделением на две группы (Yb+Lu) и (Tb, Dy, Y, Ho, Er) из растворов модельной фосфорной кислоты концентрацией 3М при использовании экстрагента TOPS 99 (эквивалент Д2ЭГФК чистотой более 95%) различных концентраций. Экстракцию (Yb+Lu) осуществляют 0,1 М TOPS 99 при отношении объемов фаз водная/органическая = 2 в 3 ступени со степенью извлечения 91,1%, реэкстракцию проводят в 2 ступени 4М HCl при отношении объемов фаз водная/органическая = 3. Экстракцию (Tb, Dy, Y, Ho, Er) осуществляют 1М TOPS 99 при отношении объемов фаз водная/органическая = 3 в 3 ступени со степенью извлечения 94,4%, реэкстракцию проводят в 2 ступени 7М HCl при соотношении объемов фаз водная/органическая = 3.

Недостатками способа являются: отсутствие извлечения легкой группы РЗМ (La, Ce, Pr, Nd), при этом нет данных по экстракции редкоземельных металлов средней группы: Sm, Gd, Eu; высокое содержание редкоземельных элементов одной группы (Y и Er выше 15%) в концентрате другой группы (Yb+Lu), что свидетельствует о неполном разделении на заявляемые группы РЗМ; использование высококонцентрированной соляной кислоты в процессе реэкстракции, значительно повышающей затраты на производство концентратов РЗМ. Кроме того, следует отметить, что экстракционное извлечение и разделение РЗМ осуществляли из модельных растворов фосфорной кислоты без учета влияния примесных компонентов, в том числе ионов железа(3+), присутствующих в производственных растворах ЭФК в количестве, превышающем содержание РЗМ в десятки и сотни раз.

Техническим результатом является попутное извлечение и разделение РЗМ из производственных растворов ЭФК, получаемых при переработке апатитового концентрата, на три группы (концентрата): тяжелой (Yb, Er, Y, Dy, Ho, Tb), средней (Gd, Eu, Sm) и легкой (Nd, Pr, Ce, La) групп со степенью извлечения не менее 99% по Yb, Er, Y, Dy, Ho, Nd, Pr, Ce, не менее 90% по Gd, La и не менее 75% по Eu, Sm, Tb, с содержанием РЗМ разных групп не более 10% и остальных примесных ионов металлов (железа,

алюминия, кальция и магния) менее 5%.

Технический результат достигается тем, что экстракцию РЗМ осуществляют с использованием экстрагента ди-2-этилгексилфосфорной кислоты (Д2ЭГФК) с поэтапным разделением РЗМ на три концентрата лантаноидов, включающие тяжелый, содержащий 5 Yb, Er, Y, Dy, Ho, Tb, средний, содержащий Gd, Eu, Sm, и легкий, содержащий Nd, Pr, Ce, La, при этом используют Д2ЭГФК с концентрацией для тяжелой группы - 0,54М, для средней - 1,35М и для легкой группы - 2,8М, экстракционный процесс для каждой группы лантаноидов проводят при отношении водной и органических фаз 2-4, времени 10 контакта фаз не более 2 минут, при постоянной скорости перемешивания 900 об/мин и температуре 298К, после чего полученные экстракты направляют на стадию реэкстракции для очистки от примесных ионов железа 3+ органической фазы растворами серной кислоты концентрацией от 20 до 40% с получением концентратов редкоземельных металлов трех упомянутых групп.

Способ извлечения и разделения редкоземельных металлов из экстракционной 15 фосфорной кислоты поясняется следующими фигурами:

фиг. 1 - схема процесса экстракционного извлечения и разделения РЗМ из растворов оборотной ЭФК (ОЭФК),

фиг. 2 - зависимость степени извлечения индивидуальных РЗМ и Fe от концентрации экстрагента Д2ЭГФК,

20 фиг. 3 - зависимость степени извлечения Y, Sm и Fe от времени контакта фаз.

Способ осуществляется следующим образом (фиг. 1). Технологический раствор ОЭФК (табл. 1 и 2) направляют на стадию экстракции. Экстракцию РЗМ проводят с использованием экстрагента ди-2-этилгексилфосфорной кислоты (Д2ЭГФК), в качестве инертного разбавителя Д2ЭГФК используют керосин марки «ч» с массовой долей 25 предельных углеводородов не менее 95%.

Таблица 1 - состав растворов ОЭФК

Компонент	РЗМ	P ₂ O ₅	SO ₃	F	Al ₂ O ₃	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂
Массовое содержание (%)	0,07-0,08	16-22	1,3-1,5	0,8-1,1	0,1-0,2	0,3-0,8	0,1-0,2	0,7-1,4

Таблица 2 - относительное содержание РЗМ в растворах ЭФК в пересчете на оксиды (Ln₂O₃)

Оксид РЗМ	Содержание, отн. %	Оксид РЗМ	Содержание, отн. %	Оксид РЗМ	Содержание, отн. %
La ₂ O ₃	15,07	Sm ₂ O ₃	3,175	Dy ₂ O ₃	1,92
Ce ₂ O ₃	37,54	Eu ₂ O ₃	0,96	Ho ₂ O ₃	0,335
Pr ₂ O ₃	4,67	Gd ₂ O ₃	3,51	Y ₂ O ₃	12,51
Nd ₂ O ₃	18,335	Tb ₂ O ₃	0,425	Er ₂ O ₃	0,88
				Yb ₂ O ₃	0,51

40 Контакт фаз и их разделение осуществляли в лабораторных экстракторах ES-8110 с фторопластовой мешалкой и скоростью перемешивания 900 об/мин. Анализ на содержание суммы РЗМ в водной фазе выполняли спектрофотометрическим методом с индикатором арсеназо III и рентгенофлуоресцентным методом с использованием энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного спектрометра PANalyticalEpsilon. Для анализа состава водных растворов и органических сред использованы методы РАМАН и инфракрасной спектроскопии.

В процессе экстракции основными факторами, влияющими на извлечение РЗМ из фосфорнокислых растворов, иллюстрируемыми фиг. 3, являются концентрации

производственных растворов экстракционных фосфорных кислот по P_2O_5 и экстрагента Д2ЭГФК, а также наличие в ЭФК примесных компонентов, в особенности сульфат-ионов и ионов железа, существенно влияющих на степень извлечения РЗМ. Влияние катионов магния, алюминия и кальция незначительно ввиду низкой степени извлечения металлов. Степень извлечения в органическую фазу алюминия и магния составляет менее 1%, а степень извлечения кальция - менее 3%.

На основании полученных зависимостей степени извлечения РЗМ и железа по рассчитанным коэффициентам разделения предложено экстракционное извлечение РЗМ из технологических растворов фосфорной кислоты концентрацией 16-22% (P_2O_5), соответствующих оборотной ЭФК (табл. 2) технологического процесса ООО «БМУ и разделение РЗМ на три группы с использованием различных концентраций Д2ЭГФК в керосине.

Использование Д2ЭГФК концентрацией 0,54 М обеспечит извлечение и, соответственно, отделение «тяжелой» группы РЗМ (Yb, Er, Y, Dy, Ho, Tb), при отношении водной и органической фаз $V_{aq}/V_{org}=4$, температуре 298К и времени контакта фаз 2 мин, от «средней» (Gd, Eu, Sm) и «легкой» (Nd, Pr, Ce, La) групп (фиг. 2).

Извлечение «средней» группы РЗМ (Gd÷Sm) и отделение от «легкой» обеспечивается использованием Д2ЭГФК концентрацией 1,35 М (фиг. 2) при отношении $V_{aq}/V_{org}=2$, температуре 298К и времени контакта фаз 2 мин.

Дальнейшее увеличение концентрации Д2ЭГФК приводит к повышению степени извлечения только «легких» РЗМ. Обедненный РЗМ тяжелой и средней групп раствор ЭФК пропускают через слой Д2ЭГФК марки «ч» концентрацией 2,8 М. На третьем этапе извлекается легкая группа РЗМ (La, Ce, Pr, Nd) при отношении $V_{aq}/V_{org}=2$, температуре 298К и времени контакта фаз 2 мин.

Проведение экстракционного процесса в течение 2 минут, обеспечивающих снижение степени извлечения примесных ионов железа(3+) в органическую фазу экстрагента, установлено при исследовании экстракционного равновесия Д2ЭГФК - индивидуальный РЗМ в совместном присутствии с ионами железа(3+) при постоянной скорости перемешивания 900 об/мин, температуре 298К, концентрации Д2ЭГФК от 0,27 М до 3 М и отношении объемов водной V_{aq} и органической V_{org} фаз: $V_{aq}/V_{org}=2-4$ (фиг. 3).

По экспериментальным данным были построены зависимости степени извлечения ионов иттрия, самария и железа (фиг. 3) экстрагентом Д2ЭГФК концентрацией 0,27, 0,54 и 2 М из растворов ОЭФК от времени контакта органической и водной фаз. Время достижения экстракционного равновесия для РЗМ составило: 2 мин для иттрия, 5 мин для самария и 15 мин для железа(3+). Установленное существенное различие в значениях времени достижения равновесия является условием отделения РЗМ от примесей железа непосредственно в процессе проведения экстракции.

Дальнейшая доочистка от примесных ионов железа(3+) производится на стадии реэкстракции растворами серной кислоты концентрацией от 20 до 40% (таблица 3). Полученные экстракты направляют на стадию реэкстракции для очистки органической фазы и получения концентратов РЗМ трех заявляемых групп.

Таблица 3 - экспериментальные результаты по реэкстракции целевых компонентов

Реэкстрагент	Степень реэкстракции, %			
	La-Nd	Sm-Gd	Tb-Yb	Fe
H ₂ SO ₄ 1М	84	40	24	-
H ₂ SO ₄ 2М	91	63	45	-
H ₂ SO ₄ 4М	100	90	80	3
H ₂ SO ₄ 6М	100	100	90	5

Далее очищенную органическую фазу возвращают в оборот, а реэкстракты направляют на получение карбонатных РЗМ концентратов. Обедненный по РЗМ технологический раствор ЭФК направляют на производство минеральных фосфорных удобрений.

Пример 1. Исходную оборотную ЭФК (табл. 2) производства ООО «БМУ» пропускают через слой Д2ЭГФК производства ООО «Волгоградпромпроект» марки «D», с концентрацией Д2ЭГФК 0,54 М способом многоступенчатой противоточной экстракции. На этом этапе происходит отделение тяжелой группы РЗМ (Yb÷Tb) при отношении водной и органической фаз $V_{aq}/V_{org}=4$, температуре 298К и времени контакта фаз 2 мин. Используя каскад из 5 экстракторов, степень извлечения в органическую фазу для Yb, Er и Y составит 99,99%, для Ho - 99,7%, Dy - 96,3% и Tb - 77,5%. Реэкстракцию осуществляют 4М серной кислотой в 3 ступени с отношением водной и органической фаз $V_{aq}/V_{org}=2$ для достижения степени реэкстракции 99,9% по сумме РЗМ и не более 5% по железу. Далее осуществляют осаждение Na₂CO₃ и последующую фильтрацию карбонатного концентрата тяжелых РЗМ. При этом суммарная доля РЗМ средней группы в концентрате тяжелых лантаноидов составит не более 11% и менее 1% железа и других примесных компонентов.

Пример 2. Обедненную РЗМ тяжелой группы ЭФК пропускают через слой Д2ЭГФК производства ООО «Волгоградпромпроект» марки «D», с концентрацией Д2ЭГФК 1,35 М. На этом этапе осуществляется экстракционное отделение средней группы РЗМ (Gd÷Sm) при отношении $V_{aq}/V_{org}=2$, температуре 298К и времени контакта фаз 2 мин с использованием каскада из 6 экстракторов. Степень извлечения в органическую фазу для Gd, Eu, Sm составит 94,7%, 82,1%, 77,4% соответственно. Реэкстракцию осуществляют 4М серной кислотой в 3 ступени с отношением водной и органической фаз $V_{aq}/V_{org}=3$ для достижения степени реэкстракции 99,9% по РЗМ и не более 3% по железу. Далее осуществляют осаждение Na₂CO₃ и последующую фильтрацию карбонатного концентрата средних РЗМ. При этом суммарная доля легких РЗМ в концентрате составит не более 13% и менее 10% железа и других примесных компонентов.

Пример 3. Обедненную РЗМ тяжелой и средней групп ЭФК пропускают через слой Д2ЭГФК марки «ч» с концентрацией Д2ЭГФК 2,8 М. На третьем этапе отделяется легкая группа РЗМ (La, Ce, Pr, Nd) при отношении $V_{aq}/V_{org}=2$, температуре 298К и времени контакта фаз 2 мин. Используя каскад из 4 экстракторов, степень извлечения в органическую фазу металлов составит 90% по La и 99% по Ce÷Nd. Реэкстракцию осуществляют 2М серной кислотой в 3 ступени с отношением водной и органической фаз $V_{aq}/V_{org}=3$ для достижения степени реэкстракции 99,9% по РЗМ и не более 3% по железу. Далее осуществляют осаждение Na₂CO₃ и последующую фильтрацию карбонатного концентрата легких РЗМ. При этом суммарная доля РЗМ средней группы в концентрате составит не более 15% и менее 10% железа и других примесных

компонентов.

(57) Формула изобретения

Способ извлечения редкоземельных металлов (РЗМ) при переработке апатитового концентрата, включающий экстракцию с использованием экстрагента ди-2-этилгексилфосфорной кислоты (Д2ЭГФК) с поэтапным разделением РЗМ на три группы концентрата лантаноидов, включающие тяжелую, содержащую Yb, Er, Y, Dy, Ho и Tb, среднюю, содержащую Gd, Eu и Sm, и легкую, содержащую Nd, Pr, Ce и La, при этом используют Д2ЭГФК с концентрацией для тяжелой группы - 0,54М, для средней - 1,35М и для легкой группы - 2,8М, экстракционный процесс для каждой группы лантаноидов проводят при отношении водной и органических фаз 2-4, времени контакта фаз не более 2 минут, при постоянной скорости перемешивания 900 об/мин и температуре 298К, после чего полученные экстракты направляют на стадию реэкстракции для очистки от примесных ионов железа 3+ органической фазы растворами серной кислоты концентрацией от 20 до 40% с получением концентратов редкоземельных металлов трех упомянутых групп.

20

25

30

35

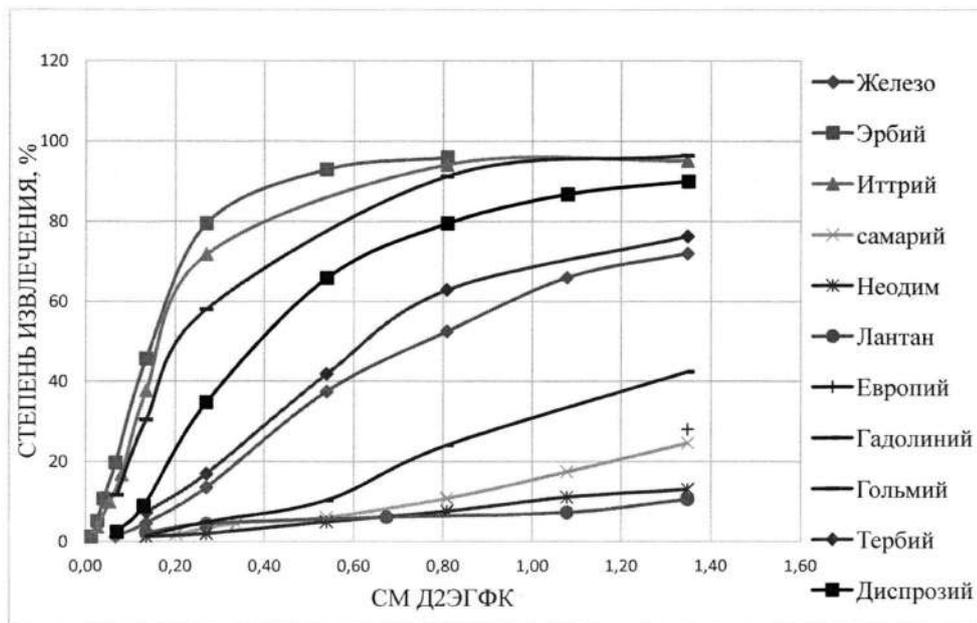
40

45

СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ И РАЗДЕЛЕНИЯ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ ИЗ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ РАСТВОРОВ ЭКСТРАКЦИОННОЙ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ

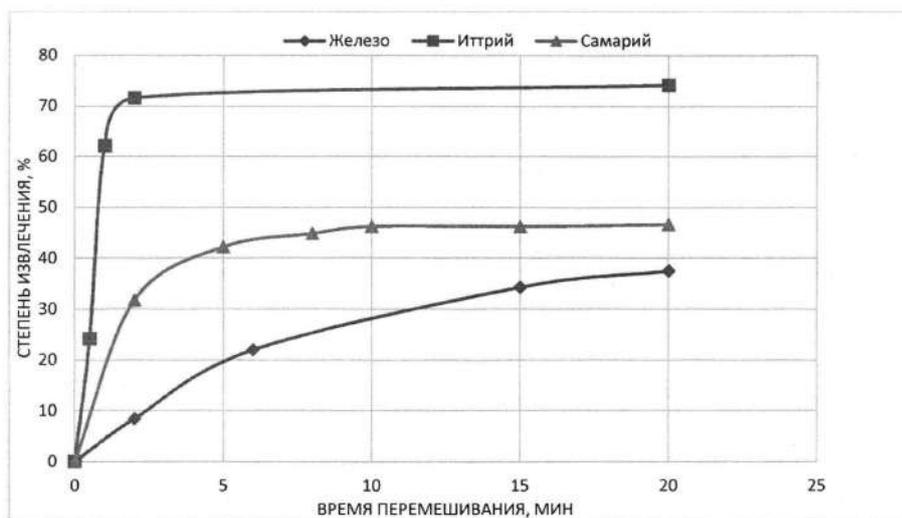


Фиг. 1



Фиг. 2

**СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ И РАЗДЕЛЕНИЯ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ
МЕТАЛЛОВ ИЗ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ РАСТВОРОВ
ЭКСТРАКЦИОННОЙ ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ**



Фиг. 3

Компонент	РЗМ	P ₂ O ₅	SO ₃	F	Al ₂ O ₃	CaO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂
Массовое содержание (%)	0,07-0,08	16-22	1,3-1,5	0,8-1,1	0,1-0,2	0,3-0,8	0,1-0,2	0,7-1,4

Табл. 1

Оксид РЗМ	Содержание, отн.%	Оксид РЗМ	Содержание, отн.%	Оксид РЗМ	Содержание, отн.%
La ₂ O ₃	15,07	Sm ₂ O ₃	3,175	Dy ₂ O ₃	1,92
Ce ₂ O ₃	37,54	Eu ₂ O ₃	0,96	Ho ₂ O ₃	0,335
Pr ₂ O ₃	4,67	Gd ₂ O ₃	3,51	Y ₂ O ₃	12,51
Nd ₂ O ₃	18,335	Tb ₂ O ₃	0,425	Er ₂ O ₃	0,88
				Yb ₂ O ₃	0,51

Табл. 2

Резкстрагент	Степень резкстракции, %			
	La-Nd	Sm-Gd	Tb-Yb	Fe
H ₂ SO ₄ 1M	84	40	24	-
H ₂ SO ₄ 2M	91	63	45	-
H ₂ SO ₄ 4M	100	90	80	3
H ₂ SO ₄ 6M	100	100	90	5

Табл. 3