



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103194627 B

(45) 授权公告日 2015. 01. 07

(21) 申请号 201310115287. 8

(22) 申请日 2013. 04. 07

(73) 专利权人 内蒙古包钢稀土(集团)高科技股份有限公司

地址 014030 内蒙古自治区包头市稀土开发区黄河路 83 号

(72) 发明人 王珊 桑晓云 赵治华 方斌  
杨蕾华 张正中 赵芝 姚艳群

(74) 专利代理机构 包头市专利事务所 15101  
代理人 安平

(51) Int. Cl.

C22B 59/00 (2006. 01)

C22B 3/38 (2006. 01)

审查员 陈少东

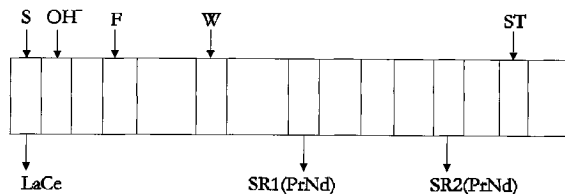
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种去除稀土溶液中铝的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种去除稀土溶液中铝的方法。该方法是利用 P507- 煤油 - 盐酸萃取体系在轻稀土镨钕 / 镨钕串级萃取分离过程中, 根据镨钕与铝在反萃过程中的分配系数差异, 进行分步反萃, 实现镨钕与铝的优先分离。首先, 使用中低酸度无机酸作为反液, 用合适的酸量, 使镨钕的反萃率达 80% ~ 90%, 得到合格的镨钕溶液。接下来, 其余量的镨钕和大部分铝保留在有机相中, 利用酸度 3.0 ~ 5.0mol/L 的无机酸对该有机相进行 3 ~ 7 级串级反萃, 再用草酸沉淀法将所得反萃溶液中的镨钕与铝分离。本发明大大降低了除铝的后处理量, 不仅节省了大量除铝试剂, 提高了生产效率, 还降低了生产成本。



1. 一种去除镨钕稀土溶液中铝的方法,其特征在于包括如下步骤:

(1) 将 2-乙基己基膦酸单(2-乙基己基)酯与煤油混合,配制成有机相 A;

(2) 将上述有机相 A 用氢氧化钠进行皂化,得到有机相 B,再向有机相 B 中加入 REO 为 1.50 ~ 1.71 mol/L 的镨钕稀土料液进行萃取,得到负载稀土与铝的 2-乙基己基膦酸单(2-乙基己基)酯有机相,即有机相 C;

(3) 用无机酸溶液对有机相 C 进行反萃,使反萃率达到 80% ~ 90%,并得到有机相 D 和反萃液 A,此时反萃液 A 中铝含量与稀土 REO 浓度之比小于 500ppm;

(4) 将上述有机相 D 用无机酸溶液进行串级反萃,得到反萃液 B,用草酸对反萃液 B 进行处理,回收草酸镨钕。

2. 如权利要求 1 所述的去除镨钕稀土溶液中铝的方法,其特征在于:有机相 A 中 2-乙基己基膦酸单(2-乙基己基)酯的浓度为 1.4 ~ 1.6mol/L。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的去除镨钕稀土溶液中铝的方法,其特征在于:步骤(2)中有机相 B 的皂化度为 0.40 ~ 0.54 mol/L。

4. 如权利要求 1 或 2 所述的去除镨钕稀土溶液中铝的方法,其特征在于:步骤(3)与步骤(4)中所用无机酸溶液酸度为 3.0 ~ 5.0mol/L。

5. 如权利要求 4 所述的去除镨钕稀土溶液中铝的方法,其特征在于:步骤(4)中,串级反萃级数可为 3 ~ 7 级。

6. 如权利要求 1、2 或 5 所述的去除镨钕稀土溶液中铝的方法,其特征在于:步骤(3)与步骤(4)中所用无机酸溶液可以为盐酸、硝酸或硫酸溶液。

7. 如权利要求 6 所述的去除镨钕稀土溶液中铝的方法,其特征在于:步骤(3)与步骤(4)中所用的无机酸溶液为 5.0mol/L 的盐酸。

8. 如权利要求 1、2、5 或 7 所述的去除镨钕稀土溶液中铝的方法,其特征在于:步骤(4)中,草酸镨钕中铝含量小于 0.01%。

## 一种去除稀土溶液中铝的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种去除稀土溶液中铝的方法,特别是一种去除镨钕稀土溶液中铝的方法

### 背景技术

[0002] 白云鄂博稀土矿藏是稀土、铁、铈、钍等多金属复杂共生矿,属氟碳铈矿和独居石为主(比例约为 3 : 1 ~ 4 : 1),混合型轻稀土矿。其中,稀土共生矿中一种典型矿样的  $Al_2O_3$  含量为 2.68%,足可见得含量之高。在 2-乙基己基膦酸单 2-乙基己基酯-煤油-盐酸萃取体系分离 LaCe/PrNd 稀土原料时,由于铝的大量存在且在反萃段 PrNd 液出口积累富集,这就造成了镨钕溶液中铝高的结果。目前生产中常用的除铝方法有化学沉淀法、离心法、萃取法等。上述方法多在料液产出后除铝,生产步骤复杂且产出的镨钕料液需单独除铝,浪费了大量除铝试剂,不仅增加了生产成本,而且产出的废水比较难治理。

### 发明内容

[0003] 本发明为了克服当前除铝方法的不足,提供一种工艺简单、成本低廉的除铝方法。

[0004] 本发明是在 LaCe/PrNd 萃取生产线上反萃段采用分步反萃法,实现镨钕与铝的分离。即首先将负载镨钕和铝的有机相反萃,反萃率达 80%~90%,得到铝含量与稀土浓度之比小于 500ppm 的合格氯化镨钕溶液;再对负载其余量镨钕和铝的有机相进行二次反萃,得到的反萃液用草酸沉淀法将铝与镨钕分离。这样大大降低了除铝的后处理量,不仅节省了大量除铝试剂,提高了生产效率,而且降低了生产成本,是一种全新的除铝方法。

[0005] 本发明是利用 2-乙基己基膦酸单(2-乙基己基)酯-煤油-盐酸萃取体系在轻稀土镧铈/镨钕串级萃取分离过程中,根据镨钕与铝在反萃过程中的分配系数差异,进行分步反萃,实现镨钕与铝的优先分离。首先,使用中低酸度无机酸(如盐酸、硝酸等)作为反液,选择合适的酸量,使镨钕的反萃率达 80%~90%,得到合格的镨钕溶液。接下来,其余量的镨钕和大部分铝保留在有机相中,利用酸度 3.0~5.0mol/L 的无机酸(如盐酸、硝酸等)对该有机相进行 3~7 级串级反萃,用草酸沉淀法将所得镨钕反萃溶液中的铝与镨钕分离,得到的草酸镨钕盐进入下步回收工序。

[0006] 本发明是通过以下技术方案来实现的:

[0007] (1) 将 2-乙基己基膦酸单(2-乙基己基)酯与煤油混合,配制成有机相 A;

[0008] (2) 将上述有机相 A 用氢氧化钠进行皂化,得到有机相 B,再向有机相 B 中加入镨钕稀土料液进行萃取,得到负载稀土与铝的 2-乙基己基膦酸单(2-乙基己基)酯有机相,即有机相 C;

[0009] (3) 用无机酸溶液对有机相 C 进行反萃,使反萃率达到 80%~90%,并得到有机相 D 和反萃液 A,此时反萃液 A 中铝含量与稀土 REO 浓度之比小于 500ppm;

[0010] (4) 将上述有机相 D 用无机酸溶液进行串级反萃,得到反萃液 B,用草酸对反萃液 B 进行处理,回收草酸镨钕。

[0011] 进一步地,有机相 A 中 2-乙基己基膦酸单(2-乙基己基)酯的浓度为 1.4 ~ 1.6mol/L;有机相 B 的皂化度为 0.40 ~ 0.54mol/L;步骤(3)与步骤(4)中所用无机酸溶液可以为盐酸、硝酸或硫酸溶液;步骤(3)与步骤(4)中所用的无机酸溶液酸度为 3.0 ~ 5.0mol/L;步骤(4)中,串级反萃级数可为 3 ~ 7 级;步骤(4)中,草酸镨钕中铝含量( $Al_2O_3/REO$ )小于 0.01%。

[0012] 更进一步地,步骤(3)与步骤(4)中所用的无机酸溶液优选 5.0mol/L 的盐酸。

[0013] 更进一步地,本发明涉及的方法尤其适用于镨钕稀土料液的浓度为 1.50 ~ 1.71mol/L 的稀土溶液中铝的分离。

[0014] 本发明与现有稀土溶液除铝技术相比,节省了除铝试剂,减少了人工和生产环节,废水产出量少且容易治理,大大降低了成本,并能达到很好的除铝效果。

### 附图说明

[0015] 图 1 是本发明的工艺流程图。

[0016] 图中,S:有机相;OH<sup>-</sup>:碱液;F:稀土料液;W:洗液;ST:反液;SR:反萃液

### 具体实施方式

[0017] 实施例 1

[0018] 配制皂化度 0.49mol/L 的 2-乙基己基膦酸单(2-乙基己基)酯-煤油有机相 B6L,用其对 640mL 含铝 0.016mol/L、REO 浓度为 1.53mol/L 的镨钕稀土溶液进行萃取,得到负载稀土与铝的有机相 C。用 528mL 浓度为 5mol/L 的盐酸对前述的有机相 C 进行反萃,得到有机相 D 和镨钕反萃液 A。该镨钕反萃液 A 中  $Al_2O_3$  浓度为 0.0017mol/L,稀土溶液 REO 浓度为 1.64mol/L,该镨钕反萃液 A 为铝含量小于 500ppm 的合格产品。用酸量为 8ml、酸度为 5mol/L 的盐酸对镨钕浓度为 0.04mol/L 的有机相 D 进行 5 级串级反萃,每级有机相 300mL,得到的镨钕反萃液 B 中  $Al_2O_3$  为 0.016mol/L,稀土浓度 REO 为 1.66mol/L。用草酸对铝含量高的镨钕反萃液 B 进行沉淀,去除杂质铝,制得草酸镨钕中铝含量( $Al_2O_3/REO$ )为小于 0.01%,符合产品要求。

[0019] 实施例 2

[0020] 配制皂化度 0.48mol/L 的 2-乙基己基膦酸单(2-乙基己基)酯有机相 B25L,用其对 2595mL 铝含量 0.020mol/L、REO 为 1.54mol/L 的镨钕料液进行萃取,得到有机相 C。用 2183mL 浓度为 5mol/L 的盐酸反萃有机相 C,得到有机相 D 和镨钕反萃液 A。该镨钕反萃液 A 中  $Al_2O_3$  为 0.00037mol/L,REO 浓度为 1.63mol/L,此反萃液为铝含量小于 500ppm 的合格产品。用酸量为 18ml、酸度为 5mol/L 的盐酸对镨钕浓度为 0.0296mol/L 的有机相 D 进行 6 级串级反萃,每级有机相 1000mL,得到的镨钕反萃液 B 中  $Al_2O_3$  为 0.015mol/L,稀土浓度 REO 为 1.67mol/L。用草酸对镨钕反萃液 B 进行沉淀,去除杂质铝,制得草酸镨钕中铝含量( $Al_2O_3/REO$ )为小于 0.01%,符合产品要求。

[0021] 实施例 3

[0022] 配制皂化度 0.50mol/L 的 P507 有机相 B6L,用其对 638mL 铝含量 0.038mol/L、REO 为 1.5336mol/L 的镨钕料液进行萃取,得到有机相 C。用 528mL 浓度为 5mol/L 的盐酸反萃有机相 C,得到有机相 D 和镨钕反萃液 A。该镨钕反萃液 A 中含  $Al_2O_3$  为 0.00056mol/L,REO

为 1.64mol/L,该镨钕反萃液 A 为铝含量小于 500ppm 的合格产品。此时有机相 D 中含镨钕 0.0189mol/L。用酸量为 4mL 的 5mol/L 盐酸对有机相 D 进行 7 级串级反萃,每级有机相 300mL,得到的镨钕反萃液 B 中  $Al_2O_3$  为 0.022mol/L,稀土浓度 REO 为 1.67mol/L。用草酸对镨钕反萃液 B 进行沉淀,去除杂质铝,制得草酸镨钕中铝含量 ( $Al_2O_3/REO$ ) 为小于 0.01%,符合产品要求。

[0023] 实施例 4

[0024] 配制皂化度 0.48mol/L 的 P507 有机相 B25L,用其对 2600mL 铝含量 0.038mol/L、REO 为 1.5343mol/L 的镨钕料液进行萃取,得到有机相 C。用 2183mL 浓度为 5mol/L 的盐酸反萃有机相 C,得到有机相 D 和镨钕反萃液 A,该镨钕反萃液 A 中  $Al_2O_3$  为 0.00048mol/L,REO 为 1.64mol/L,该镨钕反萃液 A 为铝含量小于 500ppm 的合格产品。此时有机相 D 中含镨钕 0.016mol/L。用酸量为 10mL 的 5mol/L 盐酸对有机相 C 进行 5 级串级反萃,每级有机相 1000mL,得到的镨钕反萃液 B 中  $Al_2O_3$  为 0.0237mol/L,稀土浓度 REO 为 1.66mol/L。用草酸对镨钕反萃液 B 进行沉淀,去除杂质铝,制得草酸镨钕中铝含量 ( $Al_2O_3/REO$ ) 为小于 0.01%,符合产品要求。

[0025] 分析结果表明:每吨除铝成本不超过 680 元(以氧化镨钕计)。它节省了除铝试剂,减少了人工和生产环节,除铝成本低,工艺简单,操作性强,并能达到很好的除铝效果。

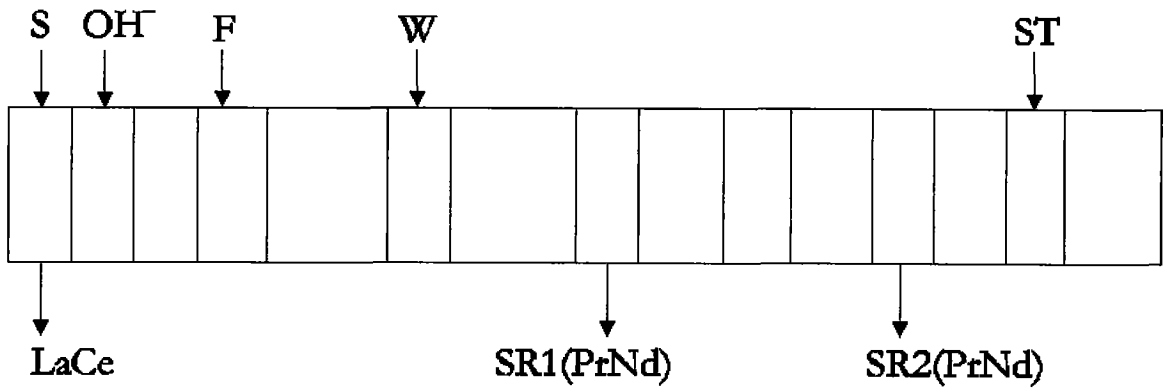


图 1