

1

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

55290

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 29.IV.1966 (P 114 316)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.IV.1968

Kl. 12 m, 17/00

12 m, 17/00 41.

MKP C 01 f

17/00

UKD

Współtwórcy wynalazku: prof. dr Włodzimierz Hubicki, mgr Edward
Luc

Właściciel patentu: Uniwersytet M. Curie-Skłodowskiej (Katedra Chemii
Nieorganicznej), Lublin (Polska)

Sposób konwersji fosforanów pierwiastków ziem rzadkich w szczawiany

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób konwersji fosforanów pierwiastków ziem rzadkich w szczawiany.

Według dotychczasowych stosowanych metod i znanych z literatury sposobów otrzymywania sumy lantanowców i monacytów, apatytów lub innych minerałów zawierających jony fosforanowe, rozpuszcza się surowiec w stężonym kwasie mineralnym i następnie zadaje się kwasem szczawiovym. Przy tym ze względu na dużą rozpuszczalność szczawianów pierwiastków ziem rzadkich oraz ich rozkład w stężonych roztworach kwasów H_2SO_4 , HCl lub HNO_3 , również ze względu na towarzyszące pierwiastkom ziem rzadkich takie pierwiastki jak Al, Fe, Ti w reakcji wydzielania należy stosować duży nadmiar kwasu szczawiovego, dochodzący do 300%. Mimo tak dużego nadmiaru uzyskuje się szczawiany pierwiastków ziem rzadkich silnie zanieczyszczone fosforanami, żelazem, wapniem i innymi składnikami. Sam proces roztwarzania fosforanów pierwiastków ziem rzadkich nastrocza trudności.

Celem wynalazku jest ułatwienie sposobu konwersji fosforanów pierwiastków ziem rzadkich, z równoczesnym uzyskaniem większej wydajności procesu.

Zadaniem wynalazku jest opracowanie metody uzysku szczawianów pierwiastków ziem rzadkich ubogich w P_2O_5 , Ca i Fe, łatwiejszej niż dotych-

2

czas stosowane, a równocześnie prowadzącej do wyższej wydajności procesu.

Cel ten został osiągnięty dzięki stwierdzeniu, że wstępnie oczyszczone od wapnia fosforany pierwiastków ziem rzadkich uzyskiwane przy przerobieniu apatytów, wprowadzone w postaci gęstej papki do roztworu kwasu szczawioviego zmieszanego z solami jedno-jednowartościowymi np.: KCl , $NaCl$, NH_4Cl , $NaNO_3$, KNO_3 , NH_4NO_3 albo do roztworów szczawianów metali alkalicznych lub amonu wraz z wymienionymi solami jedno-jednowartościowymi przechodzą w szczawiany pierwiastków ziem rzadkich ubogie w P_2O_5 , Ca i Fe. Tego rodzaju metoda konwersji wymaga 50—100% nadmiaru kwasu szczawiovego. Proces konwersji zachodzi łatwo i stosunkowo szybko. Uzysk szczawianów lantanowców jest prawie 100%.

Sposobem według wynalazku wstępnie odwapnione koncentraty fosforanów pierwiastków ziem rzadkich w postaci papki wodnej wprowadza się do wodnego roztworu kwasu szczawioviego z solami jedno-jednowartościowymi sodu, potasu lub amonu o anionach chlorkowych lub azotanowych, lub do wodnych roztworów szczawianów metali alkalicznych lub amonu z powyższymi solami jedno-jednowartościowymi i ogrzewa się korzystnie do temperatury 80—100°C, po czym uzyskane szczawiany po odsączeniu ogrzewa się ponow-

nie z roztworem kwasu szczawiowego lub szczawianów metali alkalicznych albo amonu, odsącza się szczawiany pierwiastków ziem rzadkich, a przesącz wykorzystuje się do następnej konwersji.

Szczegółowy sposób postępowania według wynalazku przedstawia następujący przykład.

Przykład. 1 kg wstępnie odwapnionego koncentratu fosforanów ziem rzadkich miesza się z wodą na gęstą papkę i przy intensywnym mieszaniu wprowadza się ją małymi porcjami do 10 litrów roztworu zawierającego 500 g kwasu szczawiowego i 500 g soli kuchennej lub azotanu amonu. Uzyskaną mieszaninę ogrzewa się w temperaturze 80—100°C w ciągu dwóch godzin, a następnie przesącza się. Osad przemyty gorącą wodą zadaje się 10 litrami roztworu kwasu szczawiowego o stężeniu 50 g na litr i ogrzewa się ponownie przy silnym mieszaniu w temperaturze 80—100°C w ciągu jednej godziny. Gdy roztwór ostygnie, odsącza się szczawiany pierwiastków ziem rzadkich i przemywa się je litrem gorącej wody. Przesącz zawierający kwas szczawiowy z drugiej operacji, zużywa się przy następnej kon-

wersji fosforanów pierwiastków ziem rzadkich w szczawiany.

Zastrzeżenie patentowe

5

Sposób konwersji koncentratów fosforanowych pierwiastków ziem rzadkich w szczawiany pierwiastków ziem rzadkich **znamienny tym**, że wstępnie odwapnione koncentraty fosforanów pierwiastków ziem rzadkich w postaci papki wodnej wprowadza się do wodnego roztworu kwasu szczawiowego z solami jedno-jednowartościowymi sodu, potasu lub amonu o anionach chlorkowych lub azotanowych albo do wodnych roztworów szczawianów metali alkalicznych względnie amonu, z powyższymi solami jedno-jednowartościowymi i ogrzewa się korzystnie do temperatury 80—100°C, po czym uzyskane szczawiany po odsączeniu ogrzewa się ponownie z roztworem kwasu szczawiowego lub szczawianów metali alkalicznych względnie amonu, ponownie odsącza się szczawiany pierwiastków ziem rzadkich a przesącz wykorzystuje się do następnej konwersji.