СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1542902 A2

(51)5 C 01 G 23/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ ПРИ ГКНТ СССР

ВСЕСОЮЗНАЯ ПАТЕНТНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ БИБЛИОТЕКА

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) 1331828
(21) 4326299/31-26
(22) 11.11.87
(46) 15.02.90. Бюл. № 6
(71) Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья Кольского филиала им. С.М.Кирова АН СССР
(72) А.И.Николаев, Н.И.Касикова, Л.Г.Герасимова, В.Г.Майоров, Д.Л.Мотов, А.М.Макаров, А.Г.Артеменков и Л.М.Залкинд
(53) 661.882.2 (088.8)
(56) Авторское свидетельство СССР № 206086, кл. С 22 В 34/24, 1966.

Касикова Н.И., Николаев А.И., Майоров В.Г. Экстракция ниобия и тантала ди-2-этилгексилфосфорной кислотой из сернокислых растворов. Журнал неорганической химии, 1987, 32, 1, 137.

Авторское свидетельство СССР № 1331828, кл. С 01 G 23/00, 1986.

(54) СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ СФЕНОВОГО КОНЦЕНТРАТА

(57) Изобретение относится к способам переработки сфенового концентрата и обеспечивает возможность попутного извлечения из концентрата ниобия и тантала. Берут 1 кг сфенового концентрата, смешивают его с 2,5 л серной кислоты, содержащей 885-1100 г/л H_2SO_4, смесь нагревают до 145-155°С и выдерживают в этом режиме 1-1,5 ч. Затем твердый остаток отделяют от жидкой фазы и суспензию фильтруют. Фильтрат содержит, г/л: H_2SO_4 1055; TiO_2 1,5; $\sum$(Nb, Ta) 1,5; Fe_2O_3 - 2,6. В сернокислый фильтрат добавляют органический растворитель, содержащий, об.%: ди-2-этилгексилфосфорная кислота 30-47, трибутилфосфат 3-5, углеводородный разбавитель остальное. Соотношение органической и водной фаз $V_o : V_в$ = = 1:(2-10). Смесь перемешивают в течение 1 ч и органическую фазу отделяют от водной. Извлечение в органическую фазу суммы ниобия и тантала составляет 97-98%. Затем органическую фазу обрабатывают фторидом аммония, из фторидного раствора осаждают аммиаком гидроксиды разных металлов, прокаливанием которых получают редкометалльный концентрат. Извлечение Nb и Ta из сфена в редкометалльный концентрат составляет 65%.

Изобретение относится к способам переработки сфенового концентрата, может быть использовано при комплексном извлечении из него соединений титана, ниобия, тантала и является дополнительным к авт. св. № 1331828.

Цель изобретения - попутное извлечение ниобия и тантала из сернокислого фильтрата, образующегося после вскрытия сфенового концентрата.

Пример 1. Берут 1 кг сфенового концентрата, смешивают его с 2,5 л серной кислоты, содержащей 1100 г/л H_2SO_4, смесь нагревают до 155°С и выдерживают в этом режиме 1 ч. Затем твердый остаток отделяют от жидкой фазы, последнюю выдерживают при той же температуре до остаточного содержания в ней TiO_2 0,5 г/л. Суспензию фильтруют (объем фильтрата

(19) SU (11) 1542902 A2

2,0 л), содержание в фильтрате г/л: : H_2SO_4 1055; TiO_2 1,5; $\sum(Nb, Ta)_2O_5$ 1,5; Fe_2O_3 2,6. В сернокислый фильтрат добавляют органический раствор, сотоящий из смеси Д2 ЭГФК (ди-2-этилгексилфосфорная кислота), разбавителя и трибутилфосфата при объемном соотношении компонентов 30:65:5. Соотношение органической и водной фаз составляет 1:2, перемешивают смесь в течение 1 ч и органическую фазу отделяют от водной. Извлечение в органическую фазу $\sum(Nb, Ta)_2O_5$ составляет 97%. Затем органическую фазу обрабатывают раствором фторида аммония (NH_4F 200 г/л) при $V_o:V_в$ = 5:1, при этом редкие металлы переходят во фторидный раствор, извлечение $\sum(Nb, Ta)_2O_5$ составляет 98,0%. Из фторидного раствора осаждают аммиаком (25%-ный раствор NH_3) гидроксиды редких металлов, последние прокаливают с получением редкометалльного концентрара. Извлечение из сфена в редкометалльный концентрат 66,5%.

Пример 2. Берут 1 кг сфенового концентрата, смешивают его с 3 л серной кислоты, содержащей 1050 г/л H_2SO_4 (2 л оборотного сернокислого раствора + 1 л дополнительной серной кислоты с концентрацией 1055 г/л H_2SO_4). Смесь нагревают до 145°С и выдерживают в течение 2,5 ч. Твердый остаток отделяют, а жидкую фазу выдерживают при той же температуре до остаточного содержания TiO_2 1,5 г/л. Суспензию фильтруют, титановый осадок растворяют в воде при 75°С в течение 2 ч, а в сернокислый фильтрат с концентрацией H_2SO_4 1000 г/л добавляют органический раствор, состоящий из смеси алкилфосфорной кислоты, разбавителя и трибултилфосфата при объемном соотношении компонентов 47:50:3. Соотношение органической и водной фаз составляет 1:5, перемешивают смесь в течение 1 ч и органическую фазу отделяют от водной. Извлечение в органическую фазу $\sum(Nb, Ta)_2O_5$ составляет 97,5%. Редкометалльный концентрат получают аналогично примеру 1. Извлечение $\sum(Nb, Ta)_2O_5$ из сфена в редкометалльный концентрат 65,9%.

Снижение содержания алкилфосфорных кислот в смеси менее 30% приводит к значительному снижению извлечения редких металлов, увеличение более 47% - к резкому ухудшению расслаивания органической и водной фаз.

Добавка трибутилфосфата в органический раствор составляет 3-5%. При увеличении содержания трибутилфосфата в органическом растворе более 5% извлечение редких металлов в органическую фазу практически не меняется, но происходит загрязнение водной фазы (сернокислого фильтрата) продуктами гидролиза трибутилфосфата и ухудшается реэкстракция металлов. При содержании последнего менее 3% извлечение редких металлов в органический раствор снижается.

Таким образом, при использовании предлагаемого способа обеспечивается попутное извлечение ниобия и тантала в среднем на 65%, что способствует комплексности использования сфенового концентрата и значительно повышает экономическую эффективность его переработки.

Формула изобретения

Способ переработки сфенового концентрата по авт. св. № 1331828, отличающийся тем, что, с целью попутного извлечения ниобия и тантала, сернокислый фильтрат перед использованием его на стадии разложения концентрата обрабатывают органическим растворителем, содержащим, (об.%):

Ди-2-этилгексилфосфорная кислота	30-47
Трибутилфосфат	3-5
Углеводородный разбавитель	Остальное

Составитель Ю.Куценко

Редактор Т.Лазоренко Техред М.Ходанич Корректор М.Кучерявая

Заказ 376 Тираж 405 Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г.Ужгород, ул. Гагарина,101