

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 96107505.8

[45] 授权公告日 2001 年 7 月 11 日

[11] 授权公告号 CN 1068247C

[22] 申请日 1996.5.9 [24] 颁证日 2001.6.2
[21] 申请号 96107505.8
[73] 专利权人 冶金工业部包头稀土研究院
地址 014010 内蒙古自治区包头市昆区团结大街 101 号
[72] 发明人 黄林旋 张新民 徐根灿 张 伟
黄诚新 王国强 解世仁
[56] 参考文献
CN1012465 1987. 8. 5 C07C83/10
审查员 周家成

[74] 专利代理机构 包头市专利事务所
代理人 吴克宇 刘强身

权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图页数 1 页

[54] 发明名称 一种稀土矿物捕收剂的合成工艺

[57] 摘要

本发明涉及一种稀土矿物捕收剂的合成工艺,由萘经磺化合成得 2-羟基 3-萘甲酸为原料,以甲醇为酰基化剂,首先进行酰基化反应,然后在碱性介质中 与胍进行缩合反应而成新型稀土捕收剂 H₂₀₅-2-羟基 3-萘甲异羟 肟酸。该药剂合成工艺简单,用其进行浮选工艺,革去有毒的氟硅酸钠稀土活 化剂,减少污染,可直接从稀土原矿、稀土尾矿以及稀土粗精矿中,选出品位 大于 50% 的稀土精矿,金属回收率大于 80%。

ISSN 1008-4274

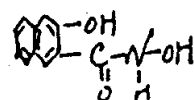
权 利 要 求 书

1. 一种稀土矿物捕收剂的合成工艺,是由酰基化反应和与胍缩合反应两步完成的,其特征在于:

(1)以 2-羟基 3-萘甲酸为原料,甲醇为酰基化剂,在室温下搅拌 20~30 分钟后升温至 50~80℃,反应 10~12 小时;

(2)将(1)反应物加入预先中和好的胍碱性溶液中,于 50~60℃ 下反应 4~5 小时,冷却至室温后加稀酸调至 PH5~6,静置、分离即得稀土捕收剂 H₂₀₅ 产品。

2. 根据权利要求 1 所述的合成工艺,其特征在于所说的稀土捕收剂 H₂₀₅ 是采用萘经磺化合成的异羟肟酸为原料,再经酰基化和缩合反应而制得的 2-羟基 3-萘甲异羟肟酸,其分子结构式为:



说明书

一种稀土矿物捕收剂的合成工艺

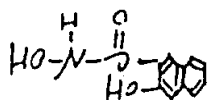
本发明涉及一种稀土矿物捕收剂的合成工艺,特别适合于稀土矿物捕收剂 H₂₀₅的合成,属于选矿药剂的合成技术。

从含稀土矿物的复杂矿石中选矿回收氟碳铈矿、独居石等稀土矿物,必须要同伴生的萤石、方解石、重晶石、磷灰石等矿物进行有效地分离。然而由于矿物组成复杂、粒度嵌布细小,采用浮选方法回收稀土矿物是比较困难的。近些年来,选矿工作者一直致力于寻求一种稀土矿物的高效捕收剂,以代替选择性较差的脂肪酸类捕收剂。

包头稀土研究院研制成功的一种 N—羟基环烷酸酰胺(环烷基异羟肟酸)稀土捕收剂,已在生产中应用(刊载于《稀土》1983 年第一期第 64 页)。该种捕收剂利用丰富的石油加工付产品——环烷酸为原料,经酰氯化,在碱性介质中与胍缩合而成。用于选别稀土矿物是一种捕收能力很强的浮选药剂,但由于选择性差,对于从杂质含量稍高的矿样中,选别高品位(REO>50%)稀土精矿,非常困难。此外,选矿过程中还需加入有毒的氟硅酸钠作为稀土活化剂,既污染环境,又有害于人体健康。

本发明的目的是研制一种捕收能力适中,选择性好的稀土矿物捕收剂,以适应于稀土含量较低的难选矿样的浮选。

本发明是这样实现的:以萘经磺化合成得到的 2—羟基 3—萘甲酸为原料,甲醇为酰基化剂,在室温下至 50~80℃ 进行酰基化反应,然后在碱性介质中,50~60℃ 下与胍缩合反应,待冷却至室温后加稀酸调至 PH5~6,静置、分离即得稀土捕收剂 H₂₀₅产品,即 2—羟基 3—萘甲异羟肟酸,其分子结构式为:



以下结合附图对本发明作进一步描述:

附图为本发明合成工艺流程图。

取以萘经磺化合成得 2—羟基 3—萘甲酸[1]为原料,甲醇[2]为酰基化剂,在室温下搅拌 20~30 分钟后升温至 50~80℃,进行酰基化反应,反

应时间 10~12 小时;

(2)将胍[3]放入缩合反应器中,加水溶解后再加入碱溶液[4],然后将酰基化反应产物分批加入缩合反应器中,在 50~60℃ 下进行缩合反应,反应 4~5 小时,冷却至室温。最后将缩合反应产物放入静置槽中,加稀酸[5]调至 PH5~6,静置、分离即得稀土捕收剂 H₂₀₅—2—羟基 3—萘甲异羟肟酸产品。

本发明与 N—羟基环烷酸酰胺相比,合成工艺简单、稳定。经选矿试验证明,浮游选择性好,药剂单耗少,稀土精矿品位和稀土回收率高;同时革除了有毒的氟硅酸钠作为稀土活化剂,防止了环境污染,有益于人体健康。

实施例 1:

称取 2—羟基 3—萘甲酸 50 克,放入 1000 毫升三颈瓶中,加入甲醇 100 毫升,在室温下搅拌 20 分钟后升温至 60~70℃,反应 10 小时。在 1000 毫升三颈瓶中放入胍 26 克,加水 300 毫升溶解后,再加入氢氧化钠溶液(浓度 30%)80 毫升,然后将酰基化反应产物加入到胍碱性浓度中,于 50℃ 下反应 4 小时,冷却至室温。最后移至静置槽中加稀酸调至 PH5~6,静置、分离得到稀土捕收剂 H₂₀₅150 克(含水 65~70%)。

实施例 2:

在 1000 立升搪瓷反应釜中,放入甲醇 800 立升,在搅拌情况下缓慢加入 2—羟基 3—萘甲酸 160 公斤,常温下搅拌 30 分钟后,升温至 60~70℃,反应时间 12 小时。在 3000 立升反应釜中放入胍 80 公斤,用水溶解之,再加入氢氧化钠水溶液(浓度 30%)250 立升,然后分批加入上述酰基化反应的产物,在 60℃ 下反应 5 小时,冷却至室温。加稀酸调至 PH5~6,静置、分离得 H₂₀₅产品 480 公斤(含水 65~70%)。

取 H₂₀₅用 20~25% 的氨水进行氨化反应,然后配成 2% 浓度的水溶液,用其与 N—羟基环烷酸酰胺进行浮选对比试验,其结果如下表所示:

捕收剂	稀土产率 (%)	稀土品位 (%)	稀土回收率 (%)	药剂单耗 公斤/吨	费用 元/吨	备 注
H ₂₀₅	35.20	59.63	91.57	5.17	31.72	
N—羟基环 烷酸酰胺	34.51	51.23	73.36	9.86	36.18	采用氟硅酸钠 作稀土活化剂

说明书附图

