

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第4区分

【発行日】平成17年11月4日(2005.11.4)

【公開番号】特開2003-306728(P2003-306728A)

【公開日】平成15年10月31日(2003.10.31)

【出願番号】特願2003-20032(P2003-20032)

【国際特許分類第7版】

C 2 2 B 34/14

B 0 1 D 11/04

C 2 2 B 3/26

【F I】

C 2 2 B 34/14

B 0 1 D 11/04 B

C 2 2 B 3/00 J

【手続補正書】

【提出日】平成17年9月14日(2005.9.14)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ハフニウムとジルコニウムを分離する方法であつて、下記の工程を含む方法：

(a) オキシ塩化ジルコニウムとオキシ塩化ハフニウムとチオシアノ酸塩を含む水性供給原料混合物をチオシアノ酸塩含有有機物溶媒で抽出して、ジルコニウム含有水性ラフィネート流及びハフニウム含有有機物ラフィネート流を生成させ、ここで、前記水性供給原料混合物のTA/MO₂比が約2.55～約3.5の範囲内に維持され、そして

(b) 前記水性ラフィネート流から前記有機物ラフィネート流を分離する。

【請求項2】 前記水性供給原料混合物のTA/MO₂比は約2.75に維持される、請求項1記載の方法。

【請求項3】 前記チオシアノ酸塩はチオシアノ酸アンモニウムである、請求項1記載の方法。

【請求項4】 前記有機物溶媒はメチルイソブチルケトンである、請求項1記載の方法。

【請求項5】 前記水性供給原料混合物は下記の成分を配合することにより調製される、請求項1記載の方法：

(a) オキシ塩化ジルコニウム及びオキシ塩化ハフニウムを含む水溶液、

(b) HCl及び、任意に、希H₂SO₄を用いて前記ハフニウム含有有機物ラフィネート流からストリップされたハフニウムラフィネートを含む水性再循環流、

(c) NH₄SCNを含む溶液、及び

(d) 前記水性供給原料混合物の前記TA/MO₂比を約2.55～約3.5に調節するのに十分な量の塩酸。

【請求項6】 前記塩酸は前記水性供給原料混合物の前記TA/MO₂比を約2.55～約3.0に調節するのに十分な量で添加される、請求項5記載の方法。

【請求項7】 前記塩酸は前記水性供給原料混合物の前記TA/MO₂比を約2.75に調節するのに十分な量で添加される、請求項5記載の方法。

【請求項8】 前記NH₄SCNは前記有機物ラフィネート流から回収される、請求

項 5 記載の方法。

【請求項 9】 前記 NH_4SCN は下記の工程により前記有機物ラフィネート流から回収される、請求項 8 記載の方法：

(a) HCl 及び、任意に、希 H_2SO_4 を用いて前記有機物ラフィネート流からジルコニウムをストリップし、

(b) 前記ストリップされた有機物ラフィネート流を H_2SO_4 を用いて洗浄して、前記有機物ラフィネート流から前記ハフニウムの実質的な部分を除去し、これにより洗浄された有機物ラフィネート流を生成させ、

(c) 前記有機物ラフィネート流を水酸化アンモニウムで中和することにより前記チオシアノ酸塩を前記洗浄された有機物ラフィネート流から除去し、これにより NH_4SCN 含有水性流及び再生された有機物流を生成させる。

【請求項 10】 前記洗浄された有機物ラフィネート流は前記抽出工程において前記チオシアノ酸塩含有有機物溶媒の実質的な部分として使用される、請求項 9 記載の方法。

【請求項 11】 前記再生された有機物流は前記水性ラフィネート流からチオシアノ酸塩を抽出するために使用される、請求項 9 記載の方法。

【請求項 12】 チオシアノ酸塩は前記水性ラフィネート流から有機物溶媒を用いて抽出される、請求項 1 記載の方法。

【請求項 13】 水性供給原料混合物は前記有機物溶媒の向流の流れと接触する、請求項 1 記載の方法。

【請求項 14】 前記水性供給原料混合物は複数の連続したカラム中で前記有機物溶媒の向流の流れと接触し、この水性供給原料混合物は最初のカラムから最後のカラムまで複数の連続するカラムのそれぞれを貫流し、そして前記有機物流は前記水性供給原料混合物の流れに対して逆の順序で前記最後のカラムから前記最初のカラムまで流れる、請求項 13 記載の方法。

【請求項 15】 チオシアノ酸塩の存在下でジルコニウムからハフニウムを有機物抽出する方法に用いられる水性供給原料混合物を製造する方法であって、下記の成分を配合する工程を含む方法：

(a) $(\text{Zr} + \text{Hf})\text{OCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ から調製された水溶液、

(b) NH_4SCN を含む溶液、及び

(c) 前記水性供給原料混合物の前記 TA/MO_2 比を約 2.55 ~ 約 3.5 に調節するのに十分な量の塩酸であって、ここで前記塩酸は NH_4SCN を含む前記溶液の後で添加される。

【請求項 16】 前記塩酸は前記水性供給原料混合物の前記 TA/MO_2 比を約 2.5 ~ 約 3.0 に調節するのに十分な量で添加される、請求項 15 記載の方法。

【請求項 17】 前記塩酸は前記水性供給原料混合物の前記 TA/MO_2 比を約 2.75 に調節するのに十分な量で添加される、請求項 15 記載の方法。

【請求項 18】 オキシ塩化ジルコニウムとオキシ塩化ハフニウムを含む水溶液は、チオシアノ酸塩含有有機物溶媒で水性供給原料混合物を抽出することにより生じたハフニウム含有有機物ラフィネート流から HCl 及び、任意に、希 H_2SO_4 を用いてストリップされたジルコニウム及びハフニウム含有ラフィネートを含む、請求項 15 記載の方法。

【請求項 19】 オキシ塩化ジルコニウム、オキシ塩化ハフニウム及びチオシアノ酸塩イオンを含む水性供給原料混合物からのオキシ塩化ハフニウムの有機物抽出を最適化する方法であって、前記水性供給原料混合物の前記 TA/MO_2 比を約 2.55 ~ 約 3.0 に維持する工程を含む、前記方法。

【請求項 20】 前記塩酸は前記水性供給原料混合物の前記 TA/MO_2 比を約 2.5 ~ 約 3.0 に調節するのに十分な量で添加される、請求項 19 記載の方法。

【請求項 21】 前記塩酸は前記水性供給原料混合物の前記 TA/MO_2 比を約 2.75 に調節するのに十分な量で添加される、請求項 19 記載の方法。