



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110306048 B

(45) 授权公告日 2021.02.05

(21) 申请号 201910704996.7

审查员 李啸颖

(22) 申请日 2019.08.01

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 110306048 A

(43) 申请公布日 2019.10.08

(73) 专利权人 南昌航空大学

地址 330063 江西省南昌市丰和南大道696号

(72) 发明人 钟学明 刘俊辰

(74) 专利代理机构 南昌市平凡知识产权代理事务

所 36122

代理人 张文杰

(51) Int. Cl.

G22B 3/38 (2006.01)

G22B 59/00 (2006.01)

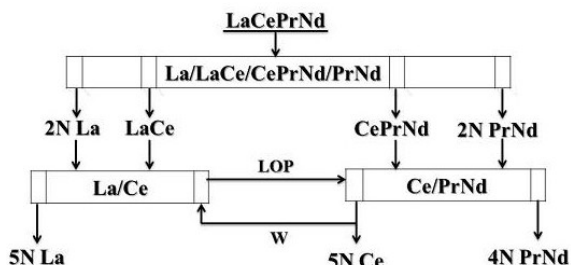
权利要求书3页 说明书8页 附图1页

(54) 发明名称

一种制备高纯镧、高纯铈和高纯镨钕的方法

(57) 摘要

本发明一种制备高纯镧、高纯铈和高纯镨钕的方法以轻稀土氯化物水溶液为料液，P507为萃取剂；由三个分馏萃取体系组成，分别为La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系、La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系和Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系。通过三个分馏萃取分离体系的组合，直接获得5N级氯化镧、5N级氯化铈和4N级氯化镨钕三种分离产品。本发明具有产品纯度高，稀土元素收率高，酸碱消耗低，工艺流程短，分离成本低等优点。



1. 一种制备高纯镧、高纯铈和高纯镨钕的方法,其特征在于:所述的方法以镧铈镨钕富集物的轻稀土氯化物水溶液为料液,P507为萃取剂,由三个分馏萃取体系组成,分别为La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系、La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系和Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系;其中,La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系与Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系串联,La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的最后1级有机相负载铈的有机相作直接进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第1级,Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第1级水相5N级氯化铈水溶液直接进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的最后1级,直接获得5N级氯化镧、5N级氯化铈和4N级氯化镨钕三种分离产品;

La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系开设有四个出口,分别为第一出口、第二出口、第三出口和第四出口;第一出口与第二出口为前萃取段,第二出口与进料级之间为后萃取段,进料级与第三出口之间为前洗涤段,第三出口与第四出口之间为后洗涤段;前萃取段和后萃取段合称为萃取段,前洗涤段与后洗涤段合称为洗涤段;第一出口开设于La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第1级的水相;第二出口开设于La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系萃取段中间的水相;第三出口开设于La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系洗涤段中间的水相;第四出口开设于La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系最后1级的有机相;La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的前萃取段实现La/Ce分离,La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的后萃取段实现LaCe/PrNd分离,La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的前洗涤段实现La/CePrNd分离,La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的后洗涤段实现Ce/PrNd分离;

La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系设有2个进料口,分别为第一进料口和第二进料口;La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系第1级与第一进料口之间为萃取段,第一进料口与第二进料口之间为萃洗段,第二进料口与最后1级之间为洗涤段;

Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系设有2个进料口,分别为第一进料口和第二进料口;Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系第1级与第一进料口之间为萃取段,第一进料口与第二进料口之间为洗萃段,第二进料口与最后1级之间为洗涤段;

所述的三个分馏萃取体系具体如下:

1) La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系

以2N级镧皂化P507有机相为萃取有机相,轻稀土氯化物水溶液为料液,3.0mol/L HCl为洗涤酸;2N级镧皂化P507有机相从第1级进入La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系,轻稀土氯化物水溶液从进料级进入La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系,洗涤酸3.0mol/L HCl从最后1级进入La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系;从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第一出口获得2N级氯化镧水溶液,用作La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第一种料液;从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第二出口获得氯化镧铈水溶液,用作La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第二种料液;从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第三出口获得氯化铈镨钕水溶液,用作Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第一种料液;从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第四出口获得负载PrNd有机相,用作Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第二种料液;

2) La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系

以5N级镧皂化P507有机相为萃取有机相,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第一出口的2N级氯化镧铈水溶液为第一种料液,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第二出口的氯化镧铈水溶液为第二种料液,Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的出口水相5N级氯化铈水溶液为洗涤剂;5N级镧皂化P507有机相从第1级进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系,第一种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第一出口的2N级氯化镧铈从第一进料口进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系,第二种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第二出口的氯化镧铈水溶液从第二进料口进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系,洗涤剂5N级氯化铈水溶液从最后1级进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系;从La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第1级出口水相获得分离产品5N级氯化镧水溶液;从La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的最后1级出口有机相获得负载铈的有机相,用作Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的萃取有机相;

3) Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系

以来自La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的最后1级负载铈的有机相为萃取有机相,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第三出口的氯化铈镨钆水溶液为第一种料液,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第四出口的负载PrNd有机相为第二种料液,3.0mol/LHCl为洗涤酸;负载铈的有机相从第1级进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系,第一种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第三出口的氯化铈镨钆水溶液从第一进料口进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系,第二种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第四出口的负载PrNd有机相从第二进料口进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系,洗涤酸3.0mol/LHCl从最后1级进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系;从Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第1级出口水相获得分离产品5N级氯化铈水溶液,分取5N级氯化铈水溶液用作La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的洗涤剂;从Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的最后1级出口有机相获得负载PrNd有机相,经以3.6mol/LHCl 6级反萃获得分离产品4N级氯化镨钆水溶液。

2. 根据权利要求1所述的一种制备高纯镧、高纯铈和高纯镨钆的方法,其特征在于:所述的P507有机相为萃取剂P507的磺化煤油溶液,其中P507的体积百分数为30%,磺化煤油的体积百分数为70%。

3. 根据权利要求1所述的一种制备高纯镧、高纯铈和高纯镨钆的方法,其特征在于:所述的轻稀土氯化物水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 25.0g/L~31.0g/L、Ce 48.0g/L~54.0g/L、Pr 5.0g/L~7.0g/L、Nd 15.0g/L~17.0g/L、Sm 0.00050g/L~0.0010g/L。

4. 根据权利要求1所述的一种制备高纯镧、高纯铈和高纯镨钆的方法,其特征在于:所述的5N级氯化镧的水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 136.0g/L~140.0g/L、Ce 0.00010g/L~0.00080g/L、Pr 0.000050g/L~0.00020g/L、Nd 0.000020g/L~0.00010g/L、Sm 0.000010g/L~0.000030g/L。

5. 根据权利要求1所述的一种制备高纯镧、高纯铈和高纯镨钆的方法,其特征在于:所述的5N级氯化铈的水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 0.00010g/L~0.00030g/L、Ce 138.0g/L~142.0g/L、Pr 0.00010g/L~0.00080g/L、Nd 0.000050g/L~0.00020g/L、

Sm 0.000010g/L~0.000050g/L。

6. 根据权利要求1所述的一种制备高纯镧、高纯铈和高纯镨钕的方法,其特征在于:所述的4N级氯化镨钕的水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 0.000010g/L~0.000050g/L、Ce 0.00010g/L~0.0030g/L、Pr 32.60g/L~45.5g/L、Nd 97.60g/L~111.0g/L、Sm 0.0032g/L~0.0065g/L。

一种制备高纯镧、高纯铈和高纯镨钕的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种制备高纯镧、高纯铈和高纯镨钕的方法,具体以轻稀土氯化物水溶液为料液,P507为萃取剂,通过分馏萃取体系的组合,直接获得5N级氯化镧、5N级氯化铈和4N级氯化镨钕三种产品。本发明的具体技术领域为分馏萃取法制备高纯镧、高纯铈、高纯镨钕。

背景技术

[0002] 氟碳铈矿等经过钕/钐分组后可以获得轻稀土(镧铈镨钕)混合物,这种轻稀土混合物的是提取纯镧、纯铈和纯镨钕的主要原料。传统的分离方法是先进行LaCe/PrNd分离,然后进行La/Ce分离,最终获得3N~4N级镧,4N级铈和3N级镨钕。由此可见,传统的分离轻稀土混合物的方法所得的产品纯度较低。不仅如此,传统的分离轻稀土混合物的方法的酸碱消耗较高。因此,传统的分离轻稀土混合物制备纯镧、纯铈和纯镨钕的方法存在产品纯度较低和酸碱消耗较高之不足。

[0003] 本发明针对传统的分离轻稀土混合物制备纯镧、纯铈和纯镨钕的方法的不足,建立了以轻稀土混合物为原料直接制备5N级氯化镧、5N级氯化铈和4N级氯化镨钕的方法。

发明内容

[0004] 本发明一种制备高纯镧、高纯铈和高纯镨钕的方法针对传统的分离轻稀土混合物制备纯镧、纯铈和纯镨钕的方法存在产品纯度较低和酸碱消耗较高之不足,提供高效分离轻稀土混合物,直接获得5N级氯化镧、5N级氯化铈和4N级氯化镨钕的方法。

[0005] 本发明一种制备高纯镧、高纯铈和高纯镨钕的方法,以镧铈镨钕富集物的轻稀土氯化物水溶液为料液,2-乙基己基膦酸单2-乙基己基酯己基膦酸(简称P507)为萃取剂,由三个分馏萃取体系组成,分别为La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系、La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系和Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系;其中,La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系与Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系串联,La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的出口有机相负载铈的有机相作为Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的萃取有机相,Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的出口水相5N级氯化铈水溶液作为La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的洗涤剂;La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的最后1级有机相负载铈的有机相作直接进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第1级,Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第1级水相5N级氯化铈水溶液直接进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的最后1级,直接获得5N级氯化镧、5N级氯化铈和4N级氯化镨钕三种分离产品。

[0006] La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系开设有四个出口,分别为第一出口、第二出口、第三出口和第四出口。第一出口与第二出口为前萃取段,第二出口与进料级之间为后萃取段,进料级与第三出口之间为前洗涤段,第三出口与第四出口之间为后洗涤段。前萃取段和后萃取段合称为萃取段,前洗涤段与后洗涤段合称为洗涤段。第一出口开设

于La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第1级的水相；第二出口开设于La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系萃取段中间的水相；第三出口开设于La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系洗涤段中间的水相；第四出口开设于La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系最后1级的有机相。La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的前萃取段实现La/Ce分离，La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的后萃取段实现LaCe/PrNd分离，La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的前洗涤段实现La/CePrNd分离，La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的后洗涤段实现Ce/PrNd分离。

[0007] La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系设有2个进料口，分别为第一进料口和第二进料口。La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系第1级与第一进料口之间为萃取段，第一进料口与第二进料口之间为萃洗段，第二进料口与最后1级之间为洗涤段。

[0008] Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系设有2个进料口，分别为第一进料口和第二进料口。Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系第1级与第一进料口之间为萃取段，第一进料口与第二进料口之间为洗萃段，第二进料口与最后1级之间为洗涤段。

[0009] 所述的三个分馏萃取体系具体如下：

[0010] 1) La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系

[0011] 以2N级镧皂化P507有机相为萃取有机相，轻稀土氯化物水溶液为料液，3.0mol/L HCl为洗涤酸。2N级镧皂化P507有机相从第1级进入La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系，轻稀土氯化物水溶液从进料级进入La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系，洗涤酸3.0mol/L HCl从最后1级进入La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系。从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第一出口获得2N级氯化镧水溶液，用作La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第一种料液；从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第二出口获得氯化镧铈水溶液，用作La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第二种料液；从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第三出口获得氯化铈镨钕水溶液，用作Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第一种料液；从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第四出口获得负载PrNd有机相，用作Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第二种料液。

[0012] 2) La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系

[0013] 以5N级镧皂化P507有机相为萃取有机相，来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第一出口的2N级氯化镧铈水溶液为第一种料液，来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第二出口的氯化镧铈水溶液为第二种料液，Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的出口水相5N级氯化铈水溶液为洗涤剂。5N级镧皂化P507有机相从第1级进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系，第一种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第一出口的2N级氯化镧铈从第一进料口进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系，第二种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第二出口的氯化镧铈水溶液从第二进料口进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系，洗涤剂5N级氯化铈水溶液从最后1级进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系。从La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系第1级出口水相获得分离产品5N级氯化镧水溶液；从La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的最后1级出口有机相获得负载铈的有机相，用作Ce/PrNd二进料

口分馏萃取分离体系的萃取有机相。

[0014] 3) Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系

[0015] 以来自La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的最后1级负载铈的有机相为萃取有机相,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第三出口的氯化铈镨钕水溶液为第一种料液,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第四出口的负载PrNd有机相为第二种料液,3.0mol/L HCl为洗涤酸。负载铈的有机相从第1级进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系,第一种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第三出口的氯化铈镨钕水溶液从第一进料口进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系,第二种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第四出口的负载PrNd有机相从第二进料口进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系,洗涤酸3.0mol/LHCl从最后1级进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系。从Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第1级出口水相获得分离产品5N级氯化铈水溶液,分取5N级氯化铈水溶液用作La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的洗涤剂;从Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的最后1级出口有机相获得负载PrNd有机相,经以3.6mol/LHCl 6级反萃获得分离产品4N级氯化镨钕水溶液。

[0016] 所述的P507有机相为萃取剂P507的磺化煤油溶液,其中P507的体积百分数为30%,磺化煤油的体积百分数为70%。

[0017] 所述的轻稀土氯化物水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 25.0g/L~31.0g/L、Ce 48.0g/L~54.0g/L、Pr 5.0g/L~7.0g/L、Nd 15.0g/L~17.0g/L、Sm 0.00050g/L~0.0010g/L。

[0018] 所述的5N级氯化镧的水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 136.0g/L~140.0g/L、Ce0.00010g/L~0.00080g/L、Pr 0.000050g/L~0.00020g/L、Nd 0.000020g/L~0.00010g/L、Sm0.000010g/L~0.000030g/L。

[0019] 所述的5N级氯化铈的水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 0.00010g/L~0.00030g/L、Ce 138.0g/L~142.0g/L、Pr 0.00010g/L~0.00080g/L、Nd 0.000050g/L~0.00020g/L、Sm0.000010g/L~0.000050g/L。

[0020] 所述的4N级氯化镨钕的水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 0.000010g/L~0.000050g/L、Ce 0.00010g/L~0.0030g/L、Pr 32.60g/L~45.5g/L、Nd 97.60g/L~111.0g/L、Sm 0.0032g/L~0.0065g/L。

[0021] 本发明的有益效果:1)目标分离产品的纯度高。本发明同时获得相对纯度为99.9991%~99.9998%的5N级氯化镧的水溶液,相对纯度为99.9990%~99.9998%的5N级氯化铈的水溶液,相对纯度为99.993%~99.997%的4N级氯化镨钕的水溶液。2)稀土元素的收率高。镧的收率为96%~98%、铈的收率为97%~99%、镨钕的收率为96%~98%。3)酸碱消耗低。La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系充分利用了分离功,降低了其酸碱消耗;La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系和Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系分离效率高,降低了其酸碱消耗;La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系与Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系串联,节约了La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的洗涤酸的消耗,节约了Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的皂化碱的消耗;不需要进一步提纯,直接获得5N级氯化镧、5N级氯化铈和4N级氯化镨钕,节约了相应的分离纯化的酸碱消耗。与采用相同的轻稀土氯化物原料现有制备5N级氯化镧、5N级氯化铈和4N级氯化镨钕相比较,酸碱消耗约

下降40%。4) 工艺流程短。直接获得5N级氯化镧、5N级氯化铈和4N级氯化镨钕,不需要进一步的分离纯化工艺。5) 生产成本低。大幅度降低了酸碱消耗,且工艺流程短。

附图说明

[0022] 图1:本发明一种制备高纯镧、高纯铈和高纯镨钕的方法的分离流程示意图;

[0023] 图中,L0P表示负载有机相,W表示洗涤剂。

具体实施方式

[0024] 下面结合具体实施例对本发明一种制备高纯镧、高纯铈和高纯镨钕的方法作进一步描述。

[0025] 实施例1

[0026] P507有机相为萃取剂P507的磺化煤油溶液,其中P507的体积百分数为30%,磺化煤油的体积百分数为70%。

[0027] 轻稀土氯化物水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 25.0g/L、Ce 54.0g/L、Pr 5.0g/L、Nd 17.0g/L、Sm 0.00050g/L。

[0028] 1) La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系

[0029] 以2N级镧皂化P507有机相为萃取有机相,轻稀土氯化物水溶液为料液,3.0mol/L HCl为洗涤酸。2N级镧皂化P507有机相从第1级进入La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系,轻稀土氯化物水溶液从第57级进入La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系,洗涤酸3.0mol/L HCl从第91级进入La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系。从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第一出口第1级获得2N级氯化镧水溶液,用作La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第一种料液;从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第二出口获第11级得氯化镧铈水溶液,用作La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第二种料液;从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第三出口第82级获得氯化铈镨钕水溶液,用作Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第一种料液;从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第四出口第91级获得负载PrNd有机相,用作Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第二种料液。

[0030] 2) La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系

[0031] 以5N级镧皂化P507有机相为萃取有机相,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第一出口的2N级氯化镧铈水溶液为第一种料液,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第二出口的氯化镧铈水溶液为第二种料液,Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的出口水相5N级氯化铈水溶液为洗涤剂。5N级镧皂化P507有机相从第1级进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系,第一种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第一出口的2N级氯化镧铈从第一进料口第10级进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系,第二种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第二出口的氯化镧铈水溶液从第二进料口第20级进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系,洗涤剂5N级氯化铈水溶液从第64级进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系。从La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第1级出口水相获得分离产品5N级氯化镧水溶液;从La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第64级出口有机相获得负载铈的有机相,用作Ce/

PrNd二进料口分馏萃取分离体系的萃取有机相。

[0032] 3) Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系

[0033] 以来自La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的最后1级负载铈的有机相为萃取有机相,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第三出口的氯化铈镨钕水溶液为第一种料液,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第四出口的负载PrNd有机相为第二种料液,3.0mol/LHCl为洗涤酸。负载铈的有机相从第1级进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系,第一种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第三出口的氯化铈镨钕水溶液从第一进料口第37级进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系,第二种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第四出口的负载PrNd有机相从第二进料口第46级进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系,洗涤酸3.0mol/LHCl从第99级进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系。从Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第1级出口水相获得分离产品5N级氯化铈水溶液,分取5N级氯化铈水溶液用作La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的洗涤剂;从Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第99级出口有机相获得负载PrNd有机相,经以3.6mol/LHCl 6级反萃获得分离产品4N级氯化镨钕水溶液。

[0034] 所述的5N级氯化镧的水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 136.0g/L、Ce 0.00080g/L、Pr 0.00020g/L、Nd 0.00010g/L、Sm 0.000030g/L。5N级氯化镧的水溶液的相对纯度为99.9991%。镧的收率为98%。

[0035] 所述的5N级氯化铈的水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 0.00010g/L、Ce 142.0g/L、Pr 0.00010g/L、Nd 0.000050g/L、Sm 0.000010g/L。5N级氯化铈的水溶液的相对纯度为99.9998%。铈的收率为97%。

[0036] 所述的4N级氯化镨钕的水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 0.000010g/L、Ce 0.00010g/L、Pr 32.60g/L、Nd 111.0g/L、Sm 0.0032g/L。4N级氯化镨钕的水溶液的相对纯度为99.997%。镨钕的收率为96%。

[0037] 实施例2

[0038] P507有机相为萃取剂P507的磺化煤油溶液,其中P507的体积百分数为30%,磺化煤油的体积百分数为70%。

[0039] 轻稀土氯化物水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 28.0g/L、Ce 51.0g/L、Pr 6.0g/L、Nd 16.0g/L、Sm 0.00080g/L。

[0040] 1) La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系

[0041] 以2N级镧皂化P507有机相为萃取有机相,轻稀土氯化物水溶液为料液,3.0mol/LHCl为洗涤酸。2N级镧皂化P507有机相从第1级进入La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系,轻稀土氯化物水溶液从第57级进入La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系,洗涤酸3.0mol/L HCl从第91级进入La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系。从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第一出口第1级获得2N级氯化镧水溶液,用作La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第一种料液;从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第二出口获第11级得氯化镧铈水溶液,用作La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第二种料液;从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第三出口第82级获得氯化铈镨钕水溶液,用作Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第一种

料液;从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第四出口第91级获得负载PrNd有机相,用作Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第二种料液。

[0042] 2) La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系

[0043] 以5N级镧皂化P507有机相为萃取有机相,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第一出口的2N级氯化镧铈水溶液为第一种料液,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第二出口的氯化镧铈水溶液为第二种料液,Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的出口水相5N级氯化铈水溶液为洗涤剂。5N级镧皂化P507有机相从第1级进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系,第一种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第一出口的2N级氯化镧铈从第一进料口第10级进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系,第二种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第二出口的氯化镧铈水溶液从第二进料口第20级进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系,洗涤剂5N级氯化铈水溶液从第62级进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系。从La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第1级出口水相获得分离产品5N级氯化镧水溶液;从La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第62级出口有机相获得负载铈的有机相,用作Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的萃取有机相。

[0044] 3) Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系

[0045] 以来自La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的最后1级负载铈的有机相为萃取有机相,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第三出口的氯化铈镨钆水溶液为第一种料液,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第四出口的负载PrNd有机相为第二种料液,3.0mol/LHCl为洗涤酸。负载铈的有机相从第1级进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系,第一种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第三出口的氯化铈镨钆水溶液从第一进料口第37级进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系,第二种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第四出口的负载PrNd有机相从第二进料口第47级进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系,洗涤酸3.0mol/LHCl从第107级进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系。从Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第1级出口水相获得分离产品5N级氯化铈水溶液,分取5N级氯化铈水溶液用作La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的洗涤剂;从Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第107级出口有机相获得负载PrNd有机相,经以3.6mol/LHCl 6级反萃获得分离产品4N级氯化镨钆水溶液。

[0046] 所述的5N级氯化镧的水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 138.0g/L、Ce 0.00040g/L、Pr 0.00010g/L、Nd 0.00060g/L、Sm 0.000020g/L。5N级氯化镧的水溶液的相对纯度为99.9995%。镧的收率为97%。

[0047] 所述的5N级氯化铈的水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 0.00020g/L、Ce 140.0g/L、Pr 0.00030g/L、Nd 0.00010g/L、Sm 0.000030g/L。5N级氯化铈的水溶液的相对纯度为99.9995%。铈的收率为98%。

[0048] 所述的4N级氯化镨钆的水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 0.000030g/L、Ce 0.00050g/L、Pr 39.10g/L、Nd 104.0g/L、Sm 0.0052g/L。4N级氯化镨钆的水溶液的相对纯度为99.996%。镨钆的收率为97%。

[0049] 实施例3

[0050] P507有机相为萃取剂P507的磺化煤油溶液,其中P507的体积百分数为30%,磺化煤油的体积百分数为70%。

[0051] 轻稀土氯化物水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 31.0g/L、Ce 48.0g/L、Pr 7.0g/L、Nd 15.0g/L、Sm 0.0010g/L。

[0052] 1) La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系

[0053] 以2N级镧皂化P507有机相为萃取有机相,轻稀土氯化物水溶液为料液,3.0mol/L HCl为洗涤酸。2N级镧皂化P507有机相从第1级进入La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系,轻稀土氯化物水溶液从第59级进入La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系,洗涤酸3.0mol/L HCl从第93级进入La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系。从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第一出口第1级获得2N级氯化镧水溶液,用作La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第一种料液;从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第二出口获第11级得氯化镧铈水溶液,用作La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第二种料液;从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第三出口第84级获得氯化铈镨钕水溶液,用作Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第一种料液;从La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第四出口第93级获得负载PrNd有机相,用作Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第二种料液。

[0054] 2) La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系

[0055] 以5N级镧皂化P507有机相为萃取有机相,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第一出口的2N级氯化镧铈水溶液为第一种料液,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第二出口的氯化镧铈水溶液为第二种料液,Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的出口水相5N级氯化铈水溶液为洗涤剂。5N级镧皂化P507有机相从第1级进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系,第一种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第一出口的2N级氯化镧铈从第一进料口第12级进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系,第二种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第二出口的氯化镧铈水溶液从第二进料口第21级进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系,洗涤剂5N级氯化铈水溶液从第61级进入La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系。从La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第1级出口水相获得分离产品5N级氯化镧水溶液;从La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的第61级出口有机相获得负载铈的有机相,用作Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的萃取有机相。

[0056] 3) Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系

[0057] 以来自La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的最后1级负载铈的有机相为萃取有机相,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第三出口的氯化铈镨钕水溶液为第一种料液,来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第四出口的负载PrNd有机相为第二种料液,3.0mol/L HCl为洗涤酸。负载铈的有机相从第1级进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系,第一种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系的第三出口的氯化铈镨钕水溶液从第一进料口第38级进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系,第二种料液来自La/LaCe/CePrNd/PrNd四出口分馏萃取分离体系第四出口的负载PrNd有机相从第二进料口第50级进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系,洗涤酸3.0mol/L HCl从第119级进入Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系。从Ce/PrNd二进料口分馏萃取分

离体系的第1级出口水相获得分离产品5N级氯化铈水溶液,分取5N级氯化铈水溶液用作La/Ce满载二进料口分馏萃取分离体系的洗涤剂;从Ce/PrNd二进料口分馏萃取分离体系的第119级出口有机相获得负载PrNd有机相,经以3.6mol/LHCl 6级反萃获得分离产品4N级氯化镨钕水溶液。

[0058] 所述的5N级氯化镧的水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 140.0g/L、Ce 0.00010g/L、Pr 0.000050g/L、Nd 0.000020g/L、Sm 0.000010g/L。5N级氯化镧的水溶液的相对纯度为99.9998%。镧的收率为96%。

[0059] 所述的5N级氯化铈的水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 0.00030g/L、Ce 138.0g/L、Pr 0.00080g/L、Nd 0.00020g/L、Sm 0.000050g/L。5N级氯化铈的水溶液的相对纯度为99.9990%。铈的收率为99%。

[0060] 所述的4N级氯化镨钕的水溶液中相关稀土离子浓度分别为:La 0.000050g/L、Ce 0.0030g/L、Pr 45.5g/L、Nd 97.60g/L、Sm 0.0065g/L。4N级氯化镨钕的水溶液的相对纯度为99.993%。镨钕的收率为98%。

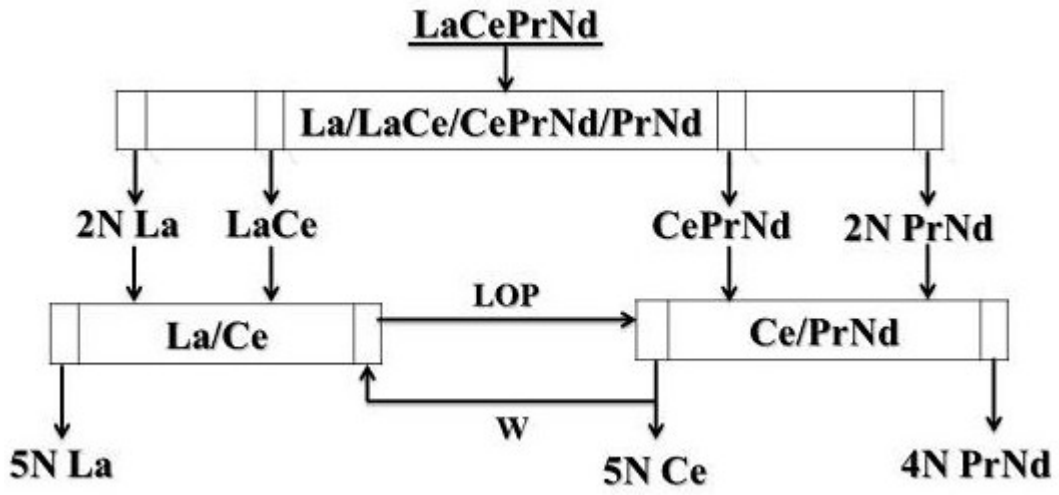


图1