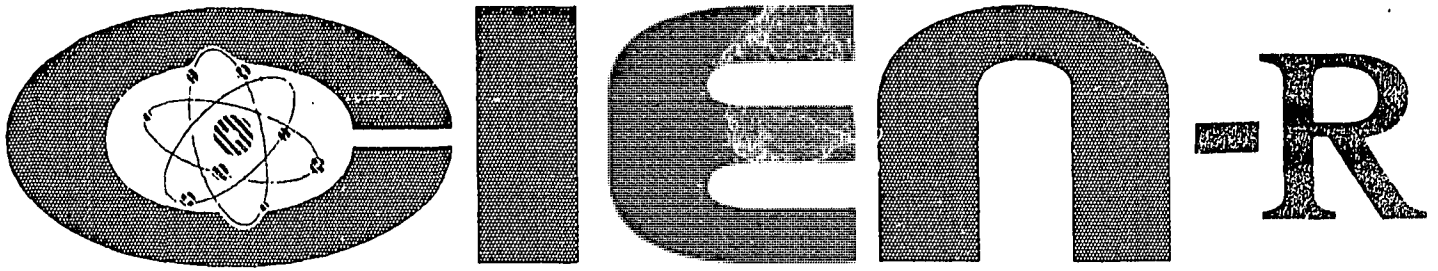


CV 9600367

29 - 96

29 - 96



CONCENTRATION OF LIGHT RARE EARTHS PROCESS BY
AMONIAL CAL PRECIPITATION

PROCESO DE CONCENTRACION DE LAS TIERRAS RARAS
LIGERAS POR PRECIPITACION AMONIAL CAL

Aguilera, Y.; Rapado, M.; Consuegra, R.

Centro de Estudios Aplicados al Desarrollo Nuclear
(CEADEN). Habana, Cuba

La Habana, Cuba

POOR QUALITY
ORIGINAL

JUL 27 No 14

**CONCENTRATION OF LIGHT RARE EARTHS PROCESS BY AMONIACAL
PRECIPITATION**

**PROCESO DE CONCENTRACIÓN DE LAS TIERRAS RARAS LIGERAS POR
PRECIPITACIÓN AMONIACAL.**

Aguilera Y.
Rapado M.
Consuegra R.

Centro de Estudios Aplicados al Desarrollo Nuclear

Ciudad Habana

Cuba

Subject Categoría: B11.30

Keywords: lanthanum; cerium; neodimium; praseodimium: M1; leaching;
coprecipitation; filtration: A1; solvent extraction; ion exchange; dilution.

PROCESO DE CONCENTRACION DE LAS TIERRAS RARAS LIGERAS POR PRECIPITACION AMONIACAL.

Resumen: Se desarrolla un procedimiento para la separación y concentración de las tierras raras ligeras empleando como agente precipitante una mezcla de amoníaco y aire. Esto permite obtener concentrados técnicos de tierras raras y mejorar la separación física en la etapas de filtración del proceso. Se obtienen los parámetros de filtración (resistencia de la torta $r_0 = 5,5 \cdot 10^{11}$ cm/g y resistencia del medio filtrante $R = 3,4 \cdot 10^{13}$ cm⁻¹). La tecnología es económica y factible de desarrollar. Se obtienen concentrados de tierras raras ligeras Ce, La y Nd con purezas que oscilaron en los rangos 85-90 %, 85-87 % y 42-65 % en una sola etapa de precipitación.

Abstract: A procedure for the separation and concentration of light rare earths using a mixture of ammonia and water was developed. As a result technical concentrates of rare earths were obtained and the physical separation in the filtration step was improved. The filtration parameters (cake resistance r_0 and filtration web resistance R) were obtained for this process being they $5,5 \cdot 10^{11}$ cm/g and $3,4 \cdot 10^{13}$ cm⁻¹ respectively. The proposed technology proved to be economically feasible. There were obtained light rare earths concentrates (Ce, La and Nd) with purities ranging from: 85-90 %, 85-87 % and 42-65 % respectively in only one precipitation step.

INTRODUCCION

Para la separación de tierras raras por grupos o por pares de elementos, se emplea el método de precipitación con diversos agentes químicos [1]. La precipitación de los Lantánidos con amoníaco ha sido estudiada por diferentes autores [2,3], concluyendo que es un procedimiento efectivo, sencillo y económico.

La esencia de este método está en la forma de dosificación del agente precipitante y su concentración, lo cual determina el grado de pureza de los elementos obtenidos en la separación.

Actualmente en la tecnología de las tierras raras (TR) para la separación por grupos o por pares de elementos se emplea el método de precipitación con diversos agentes químicos [1]. Entre estos métodos, la precipitación con amoníaco es el más utilizado debido a lo simple que resulta y a la utilización de reactivos baratos [2]. La efectividad del proceso para la producción de concentrados de TR ha sido abordada por diferentes autores [1,2], y ha resultado ser el más económico a escala industrial.

La combinación tecnológica de este método con la extracción por solventes o el intercambio iónico da la posibilidad de obtener elementos individuales de las TR con un alto grado de pureza [4], así como alcanzar una mayor efectividad en el proceso de separación.

El objetivo del trabajo es establecer una tecnología para la obtención de concentrados de TR de grado técnico por medio de la precipitación amoniacal.

MATERIALES Y MÉTODOS

Para el estudio de precipitación se parte de dos concentrados de TR, de diferente composición: el concentrado A obtenido del procedimiento tecnológico de la Bastnasita con una concentración de TR de 70 % y el concentrado B obtenido del desecho CEROX del proceso de tratamiento y pulido de lentes con una concentración en TR de 80 %. La composición de estos concentrados se puede observar en la tabla 1.

Tabla 1: Composición de los concentrados A y B

Elementos, %	La	Ce	Pr	Nd	Th,(ppm)	SiO ₂	Fe	Sr	Ca	Ba
A	24.04	29.7	2.4	6.7	200	--	0.2	0.01	3	0.52
B	15.56	52.94	--	12.1	20	3.15	0.02	0.02	--	--

Los reactivos utilizados fueron HNO₃ grado reactivo y NH₄OH. Como métodos de determinación se emplearon: para las TR, espectrofotometría; para los restantes elementos, absorción atómica.

El diagrama en bloques del proceso de obtención de concentrados técnicos de TR se puede apreciar en la figura 1. Este esquema consta de dos etapas fundamentales; una que es la separación del Cerio y otra la precipitación fraccionada de los restantes elementos (La, Pr, Nd). En esta operación a diferencia del método de Tromble [5] se utiliza una solución amoniacal al 6 % a la cual se le inyecta un flujo de aire constante que a su vez sale con una concentración dada de amoníaco.

En los ensayos de precipitación fraccionada se mantuvieron fijos la concentración inicial de nitratos de TR (150 g/L), el volumen de solución a precipitar (5L) y la velocidad de agitación (600 rpm).

En la filtración se empleó el volumen total de suspensión obtenida en cada experiencia, se aplicó la teoría de Carman [6] para la filtración de pulpa de cerio cuya ecuación es:

$$t/V = (nr_0C)/2\Delta P A^2 V + (nR)/\Delta PA$$

Donde: t- tiempo de filtración (seg.), V- volumen filtrado (cm³), n- viscosidad de líquido (poises), r₀ - resistencia específica de la torta (cm/g), peso de sólidos secos por unidad de volumen de filtrado (g/cm³), ΔP - Diferencia de presión (Pa), A- superficie de filtración (cm²), R - resistencia del medio de filtración (cm⁻¹)

En cada experiencia se determinaron el volumen de líquido filtrado en cada intervalo de tiempo, la diferencia de presión, la viscosidad del filtrado y el contenido de sólidos. Con estos datos se representaron las dependencias de t/V vs V obteniéndose la recta que caracteriza el sistema. Con los valores de la

RESULTADOS

A partir de los concentrados (A) y (B) se obtuvieron concentrados técnicos a diferentes pH de precipitación. Su composición se muestra en la tabla 2.

Tabla 2: Composición de los concentrados técnicos de TR

pH	A partir de A, %				A partir de B, %			
	La	Ce	Pr	Nd	La	Ce	Pr	Nd
pH<3.5	7.51	90.2	0.23	1.05	12.1	85.2	--	2.7
pH=7.5	5.1	0.1	19.5	65.8	39.7	--	1.5	42.1
pH=11	87.2	--	1.8	3.8	85.9	--	--	6.5

El pequeño contenido de cerio en los concentrados obtenidos a pH mayores de 3.5 demuestra que las condiciones empleadas para la oxidación de este elemento (fig. 1) a su mayor valencia fueron efectivas. Con una sola operación de lixiviación selectiva para el cerio se obtiene un concentrado de 90 % de pureza y un licor rico en La, Pr y Nd exento de cerio. Los concentrados obtenidos a partir de A a diferentes valores de pH son relativamente más puros que los obtenidos a partir de B.

La pureza de los concentrados de La y Nd depende del pH de precipitación, para esto se llega a un compromiso entre la pureza que se desea alcanzar de un elemento de las TR con respecto a otros, o la coprecipitación de elementos no raros.

Desde el punto de vista tecnológico, el empleo del amoníaco diluido, con agua primero y luego con aire, es más factible de realizar que la dilución directa con aire [1]. Los hidróxidos obtenidos por este procedimiento tienen muy buenas propiedades de sorción a diferencia de los obtenidos por otros métodos [1].

Con ayuda de la ecuación de Carman se determinaron los valores de la resistencia específica de la torta r_0 y del medio filtrante R que fueron: $5,5 \cdot 10^{11}$ cm/g y $3,4 \cdot 10^{13}$ cm⁻¹ respectivamente para un tiempo de filtración de 11.4 minutos.

CONCLUSIONES

1. El método de precipitación con amoníaco permite obtener concentrados de Ce, La y Nd con una pureza de 85-90 %, 85-87 % y 42-65 % en una sola operación de precipitación.
2. Se determinó la resistencia específica de la torta y del medio filtrante para la pulpa de Ce. Los hidróxidos obtenidos presentan una buena filtrabilidad.

BIBLIOGRAFÍA

1. Milánova M. and others. Purification of rare earths oxide mixtures from a concentrate obtained during the processing of apatite. *Hidrometallurgy* 26 (1991), pp 369-378.

2. Bolshakov K. A. Khimiya y Tekhnologiya redkikh y rasseiyannikh elementov. Moskva 1986.
3. Yagodín G. A. Tekhnologiya redkikh metalov b atomnoi tekhnike. Atomizdat Moskva 1974.
4. Benítez J.C. Díaz D. Obtención de un concentrado de Ce de alta pureza por extracción con solventes en régimen semicontínuo. QUIMINDUSTRIA'93, Habana 1993.
5. Pascal P. Nouveau traité de Chimie Minerale. vol. VII Masson et Cie. Paris (1957).
6. Carman P. C. Trans. Inst. Chem. Eng. **16** (1938) 168 pp.
7. Parkhomenko V. D. and others, URSS Pat. 1168509A Cl CO1 F17/00 1985. (In russian).

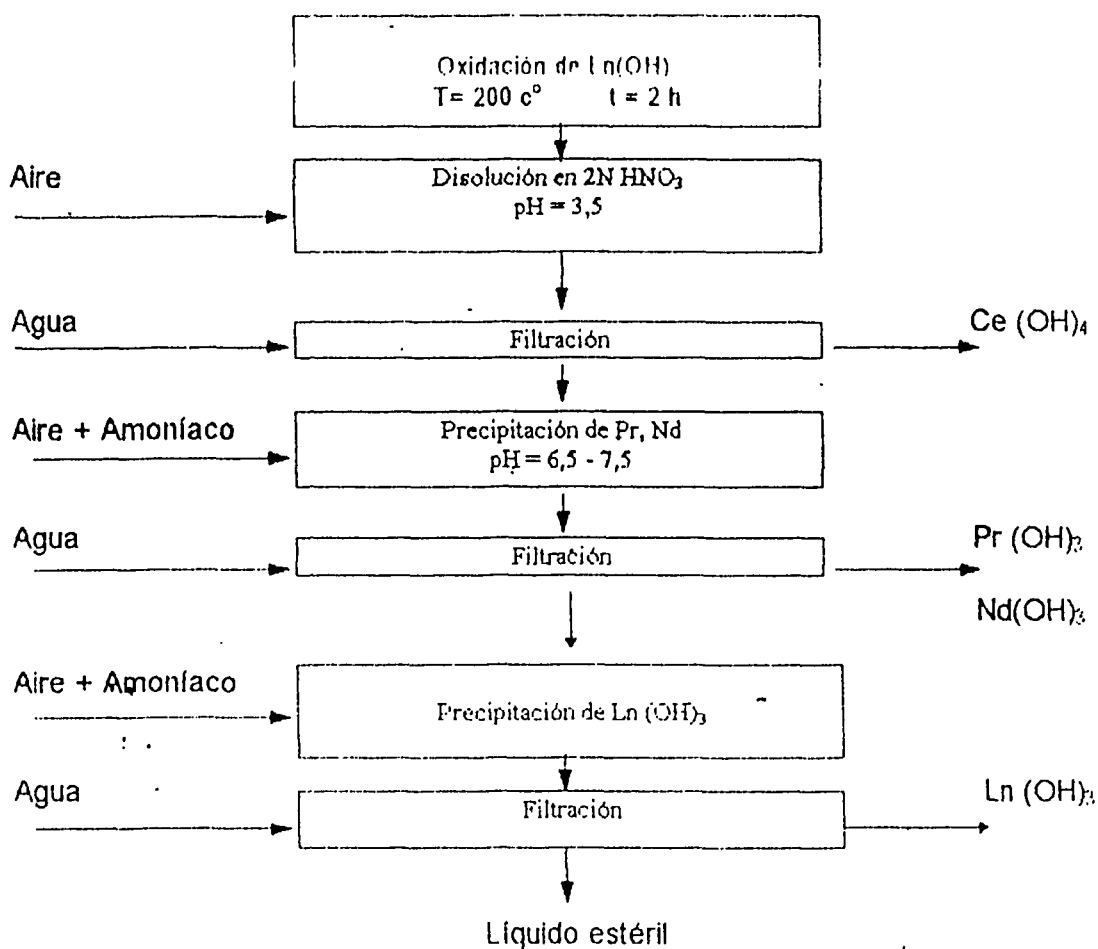
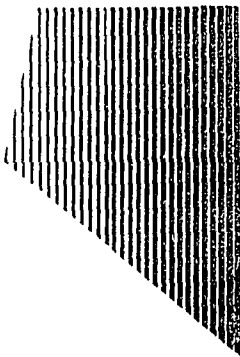


Fig.1 Esquema en bloques del proceso de concentración de las TR ligeras por precipitación amoniacal



CIEEN

**CENTRO DE INFORMACION
DE LA ENERGIA NUCLEAR**

Calle 20 No. 4113 e/ 18A y 47, Playa

Telf.: 22-7527. Fax: 331188.

E mail: cien @c3niai cu