

NGHIÊN CỨU QUÁ TRÌNH SUNPHAT HÓA TINH QUẶNG ĐẤT HIẾM XENOTIME YÊN PHÚ

NGUYỄN THANH THỦY^a, NGUYỄN VĂN TÙNG^a, NGUYỄN TRỌNG HÙNG^a,
MASAYUKI WATANABE^b, LÊ BÁ THUẬN^a

^aViện Công nghệ xạ hiếm – Viện Năng lượng nguyên tử Việt Nam (VINATOM) – 48 Láng Hạ,
Đống Đa, Hà Nội, Việt Nam;

^bTrung tâm Khoa học và Kỹ thuật hạt nhân (NSEC) – Cục Năng lượng nguyên tử Nhật Bản (JAEA) –
4-33 Tokaimura, Nakagun, Ibaraki, 319-1194, Japan;
Email: ntthuy.k51a@gmail.com.

Tóm tắt: Quá trình phân hủy tinh quặng xenotime – đất hiếm photphat bằng axit sunphuric đã được nghiên cứu trong báo cáo này. Tinh quặng đất hiếm được trộn với axit sunphuric rồi nung ở các điều kiện nhiệt độ, thời gian khác nhau. Muối sắt (III) sunphat đã được sử dụng như một tác nhân phản ứng với xenotime ở nhiệt độ cao nhằm làm giảm lượng axit sunphuric sử dụng. Quá trình nung hỗn hợp tinh quặng và axit sunphuric theo hai giai đoạn cũng đã được nghiên cứu. Các kết quả chỉ ra rằng hiệu suất thu nhận đất hiếm đạt giá trị cao nhất khi tỷ lệ axit/tinh quặng (A/Q) $\geq 1,2/1,0$, thời gian nung 2h tại và nhiệt độ nung 300°C. Hiệu suất thu nhận đất hiếm giảm dần khi nhiệt độ nung lớn hơn 300°C. Quá trình nung mẫu theo hai giai đoạn làm giảm tạp chất nhưng cũng làm giảm hiệu suất hòa tách đất hiếm. Sự có mặt của muối sắt (III) sunphat làm tăng hiệu suất hòa tách đất hiếm.

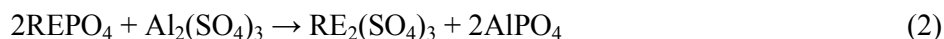
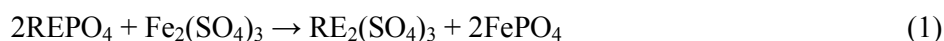
Từ khóa: Xenotime, sắt (III) sunphat, axit sunphuric, đất hiếm.

1. GIỚI THIỆU

Mỏ đất hiếm Yên Phú (Yên Bái) chứa khoáng vật đất hiếm dạng xenotime (REPO_4). Đây là mỏ giàu các nguyên tố đất hiếm nhóm trung và nhóm nặng (chiếm gần 50% trên tổng khối lượng các nguyên tố đất hiếm). Tổng trữ lượng oxit đất hiếm của mỏ này vào khoảng 20-30 nghìn tấn nên có giá trị kinh tế cao. Quá trình chế biến để thu nhận tổng oxit đất hiếm trải qua các giai đoạn: tuyển (làm giàu quặng thành tinh quặng) và thủy luyện (chuyển hóa đất hiếm photphat thành các muối dễ tan thông qua quá trình nung phân hủy, hòa tách muối đất hiếm vào dung dịch, loại bỏ các tạp chất và kết tủa tổng đất hiếm). Trong giai đoạn thủy luyện, quá trình chuyển hóa – phân hủy tinh quặng ảnh hưởng rất lớn đến hiệu suất thu nhận tổng đất hiếm cũng như chi phí sản xuất và môi trường nên được quan tâm nghiên cứu.

Hai phương pháp chính để phân hủy xenotime là phương pháp axit và phương pháp kiềm [1-3]. Trong đó phương pháp phân hủy bằng axit thường được sử dụng hơn cả. Với phương pháp này, tinh quặng được trộn với một lượng dư axit sau đó nung phân hủy ở nhiệt độ 200-300°C. Trong quá trình nung, các hợp chất của đất hiếm và các tạp chất khác như: Fe, Al, U, Th, Mn, Mg... phản ứng với axit để trở thành muối sunphat. Ở nhiệt độ 200-300°C các muối này chưa bị phân hủy. Kết quả là chúng bị hòa tan đồng thời vào dung dịch trong quá trình hòa tách hỗn hợp sau nung với nước. Việc tách loại các tạp chất này đặc biệt là U, Th và Fe ra khỏi đất hiếm khá phức tạp, tiêu tốn nhiều hóa chất và làm mất nhiều đất hiếm. Thêm vào đó, việc sử dụng một lượng dư axit sunphuric dẫn đến một số hạn chế như sự bám dính của hỗn hợp vào thành lò dẫn đến tắc lò theo thời gian, tổn kém trong quá trình xử lý nước thải và khí thải.

Nhằm thu được đất hiếm với hiệu suất và độ tinh khiết cao, Teixeira và cộng sự [6] đã đề xuất phương án sử dụng 200-340kg axit/tấn quặng để trộn với quặng đất hiếm. Quặng sau khi trộn axit được nung nhiệt độ 700°C rồi hòa tách với nước. Kết quả chỉ ra rằng hiệu suất hòa tách đất hiếm dao động từ 74,23-85,34%, trong khi lượng sắt bị hòa tách dao động trong khoảng 0,39-6,25%. Tác giả cũng chỉ ra rằng trong khoảng nhiệt độ từ 80-720°C, phản ứng pha rắn giữa đất hiếm photphat và sắt, nhôm sunphat có thể xảy ra để tạo thành đất hiếm sunphat theo các phản ứng sau:



Nhờ các phản ứng (1) và (2) mà hiệu suất thu nhận đất hiếm tăng lên. Cũng ở khoảng nhiệt độ này, đất hiếm sunphat chưa bị phân hủy thành oxit, trong khi muối sunphat của các kim loại khác như Fe, Al, Th, U... lại bị phân hủy thành các oxit. Các oxit này bị giữ lại ở pha rắn - bã thải trong quá trình hòa tách giúp dung dịch hòa tách đất hiếm có độ tinh khiết cao. Khi nhiệt độ nung lớn hơn 720°C, đất hiếm sunphat bị phân hủy thành oxit nên cần khống chế nhiệt độ nung nhỏ hơn 720°C để tránh mất đất hiếm.

Tại Việt Nam, quá trình phân hủy tinh quặng xenotime Yên Phú bằng phương pháp axit đã được thực hiện [2,5] tuy nhiên, các nghiên cứu trên sử dụng một lượng lớn axit dẫn đến dung dịch hòa tách đất hiếm chứa nhiều tạp chất, từ đó gây khó khăn cho các quá trình tinh chế đất hiếm và làm tăng chi phí xử lý nước thải, khí thải. Trong nghiên cứu này, chúng tôi tập trung nghiên cứu quá trình phân hủy tinh quặng bằng axit sunphuric. Muối sắt (III) sunphat cũng được nghiên cứu thử nghiệm như một tác nhân phản ứng nhằm làm giảm khối lượng axit sunphuric.

2. THỰC NGHIỆM

Các hóa chất được sử dụng trong nghiên cứu này bao gồm: axit sunphuric đặc 98% (AR, Trung Quốc), $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ (99,5%, Trung Quốc), tinh quặng đất hiếm Yên Phú (đã sấy khô) cung cấp bởi công ty đất hiếm Yên Phú. Hàm lượng các nguyên tố đất hiếm và các tạp chất chính trong tinh quặng được chỉ ra trong Bảng 1. Theo đó, các nguyên tố đất hiếm chiếm 16,06% theo khối lượng trong tinh quặng. Nguyên tố đất hiếm có hàm lượng lớn nhất là Y với 3,85%. Hàm lượng các nguyên tố nhóm trung và nhóm nặng (Y, Sm-Yb) là 6,8% (chiếm 42,34% trên tổng nguyên tố đất hiếm). Các tạp chất có hàm lượng lớn là Fe, Ca, Al và Mn, trong đó sắt chiếm tới 16,79% trên tổng khối lượng tinh quặng.

Bảng 1: Thành phần tinh quặng đất hiếm Yên Phú

Nguyên tố	Y	La	Ce	Pr	Nd	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho
Hàm lượng (%)	3,85	2,94	3,06	0,69	2,57	0,6	0,05	0,57	0,1	0,65	0,13
Nguyên tố	Er	Tm	Yb	Si	Al	Mn	Fe	Mg	Ca	Na	K
Hàm lượng (%)	0,46	0,05	0,34	0,08	1,93	1,97	16,79	0,37	2,79	0,09	0,14

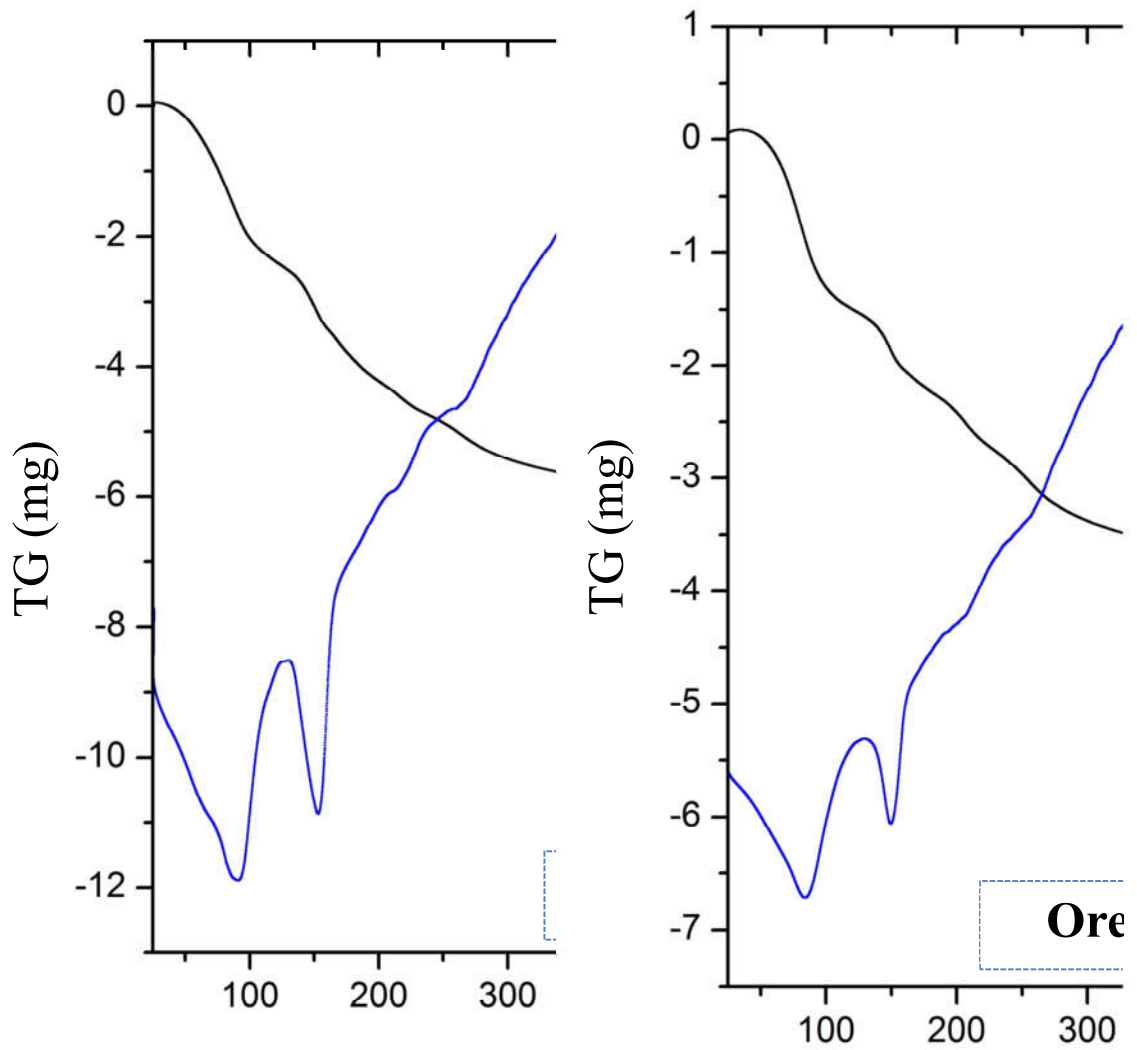
Để phân hủy tinh quặng đất hiếm, 20g tinh quặng (trên mỗi thí nghiệm) và lượng axit sunphuric (với khối lượng tính toán) được trộn đều trong chén nung (bằng gốm, thể tích 100ml) trong vòng 5 phút. Với mẫu nghiên cứu ảnh hưởng của muối sắt (III) sunphat, tinh quặng được trộn lượt với muối sắt rồi đến axit sunphuric. Sau khi trộn, chén nung được chuyển ngay vào lò nung tĩnh để nung phân hủy. Nhiệt độ nung được khảo sát trong khoảng 200-700°C, thời gian nung từ 2-4h, tốc độ nâng nhiệt 300°C/h. Kết thúc thời gian nung, mẫu được để nguội tự nhiên về nhiệt độ phòng, nghiền mịn và hòa tách bằng nước cất với tỷ lệ khối lượng nước/tinh quặng là 10/1. Hỗn hợp hòa tách được khuấy trên máy khuấy từ với tốc độ 300 vòng/phút, thời gian khuấy là 1h, nhiệt độ hòa tách là nhiệt độ phòng. Kết thúc thời gian hòa tách, hỗn hợp được lọc bằng máy lọc hút chân không để tách riêng pha dung dịch và pha rắn.

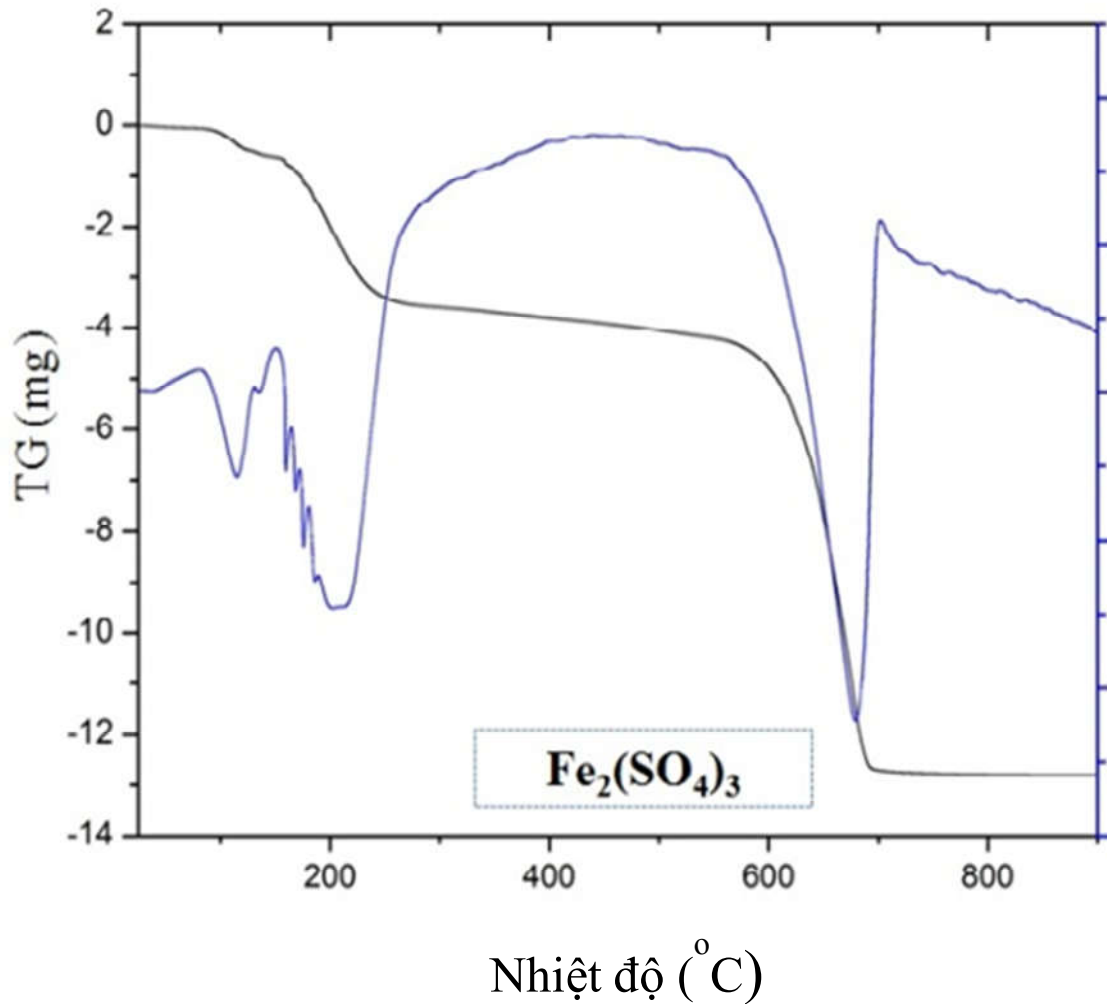
Dung dịch hòa tách được phân tích thành phần các nguyên tố trên thiết bị ICP-OES (HORIBA, Ultima 2, Pháp) tại Viện Công nghệ xạ hiếm để đánh giá hiệu suất hòa tách đất hiếm và các tạp chất.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Quá trình phản ứng của tinh quặng với axit sunphuric và sắt (III) sunphat

Để đánh giá quá trình phản ứng của tinh quặng với các tác nhân phản ứng và lựa chọn khoảng nhiệt độ nghiên cứu chúng tôi tiến hành phân tích nhiệt TG/DTA của hỗn hợp tinh quặng+H₂SO₄, tinh quặng+ H₂SO₄+Fe₂(SO₄)₃ và muối Fe₂(SO₄)₃.





Hình 1: Giảm đồ phân tích nhiệt của một số mẫu nghiên cứu.

Giảm đồ phân tích nhiệt TG/DTA của ba mẫu nghiên cứu cho thấy quá trình mất nước tự do và nước hydrat xảy ra ở nhiệt độ nhỏ hơn 205°C. Tại hai mẫu tinh quặng + H₂SO₄, tinh quặng + H₂SO₄ + Fe₂(SO₄)₃, đường DTA có xu hướng đi lên trong khoảng nhiệt độ 200-520°C. Điều này cho thấy sự chênh lệch nhiệt độ mẫu thí nghiệm và nhiệt độ mẫu chuẩn tăng lên hay nói cách khác phản ứng giữa tinh quặng với axit, muối sunphat diễn ra mạnh mẽ ở giai đoạn này. Cũng trong khoảng nhiệt độ này, muối sắt (III) sunphat chưa bị phân hủy. Kết quả này được xác nhận tại giảm đồ phân tích nhiệt của muối Fe₂(SO₄)₃. Theo đó, khối lượng mẫu thay đổi rất nhỏ trong khoảng 200-640°C. Cả ba giảm đồ phân tích nhiệt xuất hiện một pic thu nhiệt ở khoảng 600-640°C, cùng đó là sự sụt giảm khối lượng lớn và sự đi xuống của đường DTA. Các tín hiệu trên tương ứng với quá trình phản ứng của tinh quặng với H₂SO₄ và Fe₂(SO₄)₃ đã xảy ra gần như hoàn toàn và một số hợp chất sunphat trong đó đáng kể nhất là muối sắt sunphat bị phân hủy nhiệt để trở thành sắt oxit.

Như vậy, để quá trình sunphat hóa tinh quặng đạt hiệu quả cao thì nhiệt độ phản ứng nên nhỏ hơn 520°C. Nhiệt độ lớn hơn sẽ dẫn đến sự phân hủy muối sắt sunphat có trong hỗn hợp. Phản ứng giữa tinh quặng và axit sunphuric nên được diễn ra ở nhiệt độ nhỏ hơn 330°C, do ở nhiệt độ cao hơn thì axit sunphuric bị phân hủy bởi nhiệt độ.

3.2. Ảnh hưởng của tỷ lệ khối lượng axit sunphuric/tinh quặng

Trong phần này tinh quặng được trộn với axit sunphuric với các tỷ lệ khối lượng axit/tinh quặng (A/Q) thay đổi từ 0,6/1,0 đến 1,4/1,0. Hỗn hợp sau khi trộn được nung ở nhiệt

độ 300°C trong 2 giờ rồi hòa tách bằng nước. Hiệu suất hòa tách đất hiếm và sắt được chỉ ra trong Bảng 2.

Bảng 2: Hiệu suất hòa tách đất hiếm, sắt theo hàm lượng axit sunphuric

TT	Tỷ lệ A/Q (w/w)	Hiệu suất hòa tách REE (%)	Hiệu suất hòa tách sắt (%)
1	0,6/1,0	57	63
2	0,8/1,0	81	80
3	0,9/1,0	86	85
4	1,0/1,0	90	88
5	1,1/1,0	97	89
6	1,2/1,0	99	91
7	1,4/1,0	98	93

Kết quả chỉ ra trong Bảng 2 cho thấy hiệu suất hòa tách đất hiếm tăng khi khối lượng axit tăng. Hiệu suất đạt giá trị cao nhất là 99% tại tỷ lệ A/Q=1,2/1,0. Khi tăng tỷ lệ axit/tinh quặng lên 1,4/1,0 thì hiệu suất giảm xuống 98%. Tỷ lệ hòa tách sắt tăng tỷ lệ thuận với khối lượng axit sunphuric sử dụng. Tại tỷ lệ A/Q =1,4/1,0 lượng sắt bị hòa tách lên đến 93%. Axit sunphuric dư trên 20% theo khối lượng so với tinh quặng là cần thiết để hòa tách triệt để đất hiếm. Tuy nhiên, lượng tạp chất bị hòa tan vào trong dung dịch cũng rất lớn. Điều này gây khó khăn (mất đất hiếm, tiêu tốn hóa chất) cho quá trình thu nhận đất hiếm tinh khiết, làm tăng chi phí xử lý khí thải của quá trình nung phân hủy. Thêm vào đó, hỗn hợp axit và tinh quặng sau khi trộn trở thành một hỗn hợp nhão (khi tỷ lệ A/Q lớn hơn 0,8/1,0), từ đó gây khó khăn cho quá trình nung liên tục khi sử dụng trong lò nung quay.

3.3. Ảnh hưởng của nhiệt độ đến hiệu suất phân hủy

Giản đồ phân tích nhiệt trong phần 3.1 cho thấy nhiệt độ có ảnh hưởng đến quá trình phân ứng của tinh quặng với axit và muối sắt (III) sunphat. Để đánh giá chi tiết ảnh hưởng của nhiệt độ đến khả năng hòa tách đất hiếm và sắt, chúng tôi tiến hành nghiên cứu quá trình phân hủy tinh quặng với H₂SO₄ ở các nhiệt độ từ 200-650°C. Tỷ lệ A/Q=1,4/1,0, thời gian phản ứng là 2h.

Bảng 3: Hiệu suất hòa tách đất hiếm và sắt theo nhiệt độ phản ứng

TT	Điều kiện nung	Hiệu suất hòa tách REE (%)	Hiệu suất hòa tách sắt (%)
1	200°C/2h	78	80
2	230 °C/2h	90	-
3	250°C/2h	92	-
4	300°C/2h	98	93
5	350°C/2h	95	-
6	450°C/2h	76	-
7	550°C/2h	66	45
8	650°C/2h	20	25

Kết quả chỉ trong Bảng 3 cho thấy hiệu suất hòa tách đất hiếm và sắt tăng lên trong khoảng nhiệt độ 200-300°C và giảm dần khi nhiệt độ độ phân hủy tăng lên. Tại nhiệt độ 550°C và 650°C hiệu suất thu nhận các nguyên tố trên giảm xuống rất nhanh. Điều này là do sự phân hủy axit ở nhiệt độ cao, sự khan hóa muối đất hiếm dẫn đến giảm khả năng hòa tách và sự phân hủy của muối sắt sunphat. Như vậy, nhiệt độ nung cao giúp làm giảm lượng tạp chất trong dung dịch hòa tách nhưng cũng là giảm hiệu suất hòa tách các nguyên tố đất hiếm. Nhiệt độ phản ứng 300°C trong trường hợp này là tối ưu cho việc hòa tách đất hiếm từ tinh quặng xenotime.

3.4. Ảnh hưởng của chế độ nung

Trong phần này tinh quặng được trộn với axit ở các tỷ lệ 0,6/1,0 và 0,8/1,0. Hỗn hợp sau

khí trộn không bị chảy loãng nên phù hợp cho quá trình nung trong lò nung quay ở quy mô lớn hơn. Hỗn hợp phản ứng được nung theo hai giai đoạn: giữ ở 300°C để quá trình sunphat diễn ra hoàn toàn và giữ ở 520°C để nghiên cứu quá trình sunphat hóa chọn lọc giữa xenotime và các muối sunphat sắt và nhôm.

Bảng 4: Ảnh hưởng của chế độ nung đến hiệu suất hòa tách đất hiếm và sắt

TT	Tỷ lệ A/Q	Điều kiện nung	Hiệu suất hòa tách REE (%)	Hiệu suất hòa tách sắt (%)
1	0,6/1,0	300°C/2h	57	63
2	0,8/1,0	300°C/2h	81	80
3	0,6/1,0	300°C/2h, 520°C/1h	40	16
4	0,6/1,0	300°C/2h, 520°C/3h	39	14
5	0,8/1,0	300°C/2h, 520°C/1h	48	30
6	0,8/1,0	300°C/2h, 520°C/3h	49	28

Kết quả chỉ ra trong Bảng 4 cho thấy có sự suy giảm hiệu suất hòa tách đất hiếm khi nung phân hủy hai giai đoạn. Việc kéo dài thời gian nung ở 520°C từ 1h lên 3h không làm thay đổi đáng kể hiệu suất hòa tách đất hiếm nhưng làm giảm một lượng lớn tạp chất sắt vào dung dịch. Lượng sắt bị hòa tách lớn nhất chỉ là 30% khi nung mẫu ở 300°C/2h và 520°C/1h với tỷ lệ A/Q=0,8/1,0. Giá trị này thấp hơn nhiều so với 80% sắt bị hòa tách khi nung một giai đoạn ở điều kiện A/Q tương tự. Như vậy, việc nung hai giai đoạn trong nghiên cứu này chỉ mang lại hiệu quả hạn chế tạp chất chứ không có hiệu quả trong việc nâng cao hiệu suất thu nhận đất hiếm từ tinh quặng.

3.5. Ảnh hưởng của muối sắt (III) sunphat

Trong phần này, các mẫu tinh quặng được trộn với axit theo tỷ lệ A/Q trong khoảng 0,32-0,8/1,0 và muối sắt (III) sunphat với tỷ lệ $Fe_2(SO_4)_3/Q=0-0,2/1,0$. Tỷ lệ A/Q=0,32/1,0 được lựa chọn do ở tỷ lệ đó axit sunphuric đủ để phản ứng (theo tính toán) với các nguyên tố đất hiếm, các kim loại kiềm và kiềm thổ có trong tinh quặng. Các mẫu thí nghiệm được nung ở nhiệt độ 700°C trong vòng 2h.

Bảng 5: Ảnh hưởng của muối sắt sunphat đến hiệu suất hòa tách đất hiếm

TT	H ₂ SO ₄ /TQ	Fe ₂ (SO ₄) ₃ /TQ	Điều kiện nung	Hiệu suất hòa tách REE (%)	Hiệu suất hòa tách sắt (%)
1	0,32/1,0	0	700°C/2h	32	-
2	0,32/1,0	0,1/1,0	700°C/2h	36	-
3	0,32/1,0	0,2/1,0	700°C/2h	42	-
4	0,8/1,0	0	700°C/2h	60	-
5	0,8/1,0	0,1/1,0	700°C/2h	66	-
6	0,8/1,0	0,2/1,0	700°C/2h	69	-
7	0,8/1,0	0,1/1,0	700°C/4h	74	3
8	0,8/1,0	0,2/1,0	700°C/4h	80	4

Kết quả cho thấy rằng sự có mặt của sắt (III) sunphat đã làm tăng hiệu suất hòa tách đất hiếm. Ở tỷ lệ A/Q=0,32/1,0, hiệu suất hòa tách đất hiếm tăng từ 32% lên 36% và 42% tương ứng với việc dùng 10 và 20% (theo khối lượng) muối sắt sunphat. Kết quả này cũng tương tự khi nâng tỷ lệ A/Q lên 0,8/1,0. Tại tỷ lệ này, khi cho thêm 20% muối sắt sunphat, hiệu suất thu nhận đất hiếm đạt 69%. Giá trị này thấp hơn so với mẫu nung ở mẫu ở 300°C/2h (81%, xem Bảng 2) nhưng cao hơn hẳn so với mẫu nung hai giai đoạn (49%, xem Bảng 4). Hiệu suất hòa tách đất hiếm từ tinh quặng tăng lên đến 80% khi nâng thời gian nung từ 2h lên 4h. Như vậy, sự có mặt của sắt (III) sunphat giúp nâng cao hiệu suất hòa tách đất hiếm, làm giảm lượng axit sử dụng từ đó giúp quá trình nung liên tục có thể diễn ra ở quy mô lớn do hỗn hợp sau trước khi nung khô. Bên cạnh đó, việc nung mẫu ở nhiệt độ cao (ở đây là 700°C) giúp hạn chế sự hòa tan các tạp chất không mong muốn vào dung dịch cùng với các nguyên tố đất

hiếm. Kết quả chỉ ra trong Bảng 5 cho thấy lượng sắt đi vào dung dịch chỉ từ 3-4% khi nung ở 700°C trong 2-4h.

4. KẾT LUẬN

Nghiên cứu này đã chỉ ra ảnh hưởng của các yếu tố như hàm lượng axit sunphuric; muối sắt sunphat; thời gian, nhiệt độ và chế độ nung đến hiệu suất hòa tách đất hiếm và tạp chất sắt. Các điều kiện tối ưu để hòa tách triệt để đất hiếm từ tinh quặng là tỷ lệ $A/Q \geq 1,2/1$, nhiệt độ và thời gian nung lần lượt là 300°C và 2h. Sự có mặt của muối sắt (III) sunphat làm tăng hiệu suất hòa tách đất hiếm từ tinh quặng, làm giảm lượng tạp chất đi vào dung dịch và làm giảm lượng axit sử dụng. Tuy nhiên, quá trình nung phân hủy khi có mặt của sắt (III) sunphat cần thực hiện ở nhiệt độ cao. Quá trình nung mẫu theo hai giai đoạn 300°C và 520°C không làm tăng hiệu suất hòa tách đất hiếm nhưng làm giảm đáng kể khả năng hòa tách tạp chất sắt. Việc sử dụng sắt (III) sunphat và nung phân hủy theo hai giai đoạn mới chỉ dừng lại ở nghiên cứu thăm dò, cần phải nghiên cứu sâu hơn nhằm đánh giá tính khả thi.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] J. I. Skorovarov, V. D. Kosynkin, S. D. Moiseev and N. N. Rura, "Recovery of rare earth elements from phosphorites in the USSR" *Journal of Alloys and Compounds*, 180 (1992) 71-76.
- [2] Đặng Vũ Minh và cộng sự, "Thu nhận oxit đất hiếm từ tinh quặng Yên Phú", Báo cáo tổng kết đề tài mã số KC-05-18, 1994.
- [3] Pamela Alex, A.K. Suri, C.K. Gupta, "Processing of xenotime concentrate", *Hydrometallurgy* 50 (1998) 331-338.
- [4] R. Vijayalakshmi, S.L. Mishra, H. Singh, C.K. Gupta, "Processing of xenotime concentrate by sulphuric acid digestion and selective thorium precipitation for separation of rare earths", *Hydrometallurgy* 61(2001) 75-80.
- [5] Lê Bá Thuận, "Nghiên cứu công nghệ xử lý tinh quặng đất hiếm Yên Phú bằng phương pháp kiềm và phân chia một số nguyên tố đất hiếm nặng chủ yếu từ tổng đất hiếm Yên Phú bằng phương pháp chiết", Báo cáo tổng kết đề tài khoa học công nghệ cấp bộ năm 2001-2002, mã số: BO/01/03-03.
- [6] L. A. V. Teixeira, R.G. Silva, "System and process for selective rare earth extraction with sulphur recovery", US 2015/0329940 A1, 2015.

STUDY ON THE SULFONATION OF YENPHU XENOTIME ORE CONCENTRATE

NGUYEN THANH THUY^a, NGUYEN VAN TUNG^a, NGUYEN TRONG HUNG^a,
MASAYUKI WATANABE^b, LE BA THUAN^a.

^a*Institute for Technology of Radioactive and Rare Elements (ITRRE)-Vietnam Atomic Energy Institute (VINATOM), 48 Lang Ha, Dong Da, Hanoi, Vietnam;*

^b*Nuclear Science and Engineering Center (NSEC)-Japan Atomic Energy Agency (JAEA), 4-33 Tokaimura, Nakagun, Ibaraki, 319-1194, Japan;*

Email: ntthuy.k51a@gmail.com

Abstract: The decomposition of xenotime ore concentrate – rare earth phosphate by sulfuric digestion has been studied in this report. Xenotime was mixed with concentrate sulfuric and roasted at different condition on reaction time and temperature, heating steps. $Fe_2(SO_4)_3$ salts have been used as a reactant in order to convert rare earth phosphate into rare earth sulfate at high temperature and to reduce the amount of sulfuric acid. The results show that the yield of rare earth extraction reaches the highest value when the acid / concentrate ratio (A/Q) is greater than or equal to 1.2/1.0, the roasting time is 2 hours and the temperature is 300°C. The decomposition yield of ore concentrate decreases gradually when the roasting temperature is greater than 300°C. Two-stage roasting process is effective for reducing iron impurities and

also reduces the yield of rare earth recovery. The presence of iron (III) sulfate salts increases the efficiency of rare earth extraction.

Keywords: *Xenotime, iron (III) sulfate, sulfuric acid, rare earths*