



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115026297 A

(43) 申请公布日 2022. 09. 09

(21) 申请号 202210492495.9

(22) 申请日 2022.05.07

(71) 申请人 成都虹波铝业有限责任公司

地址 610300 四川省成都市青白江区黄金路98号

申请人 成都鼎泰新材料有限责任公司

(72) 发明人 任倩 杨伟 刘锦锐 高志强  
李新星

(74) 专利代理机构 成都睿道专利代理事务所  
(普通合伙) 51217

专利代理师 潘育敏

(51) Int. Cl.

B22F 9/18 (2006.01)

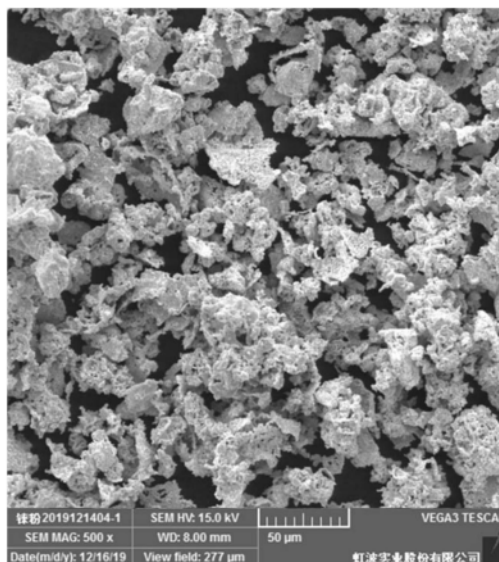
权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54) 发明名称

一种高纯铈粉及其制备工艺

(57) 摘要

本发明涉及粉末冶金技术领域,提供了一种高纯铈粉的制备工艺,包括如下步骤:S1、制备高纯高铈酸;S2、将步骤S1所得高纯高铈酸送入至喷射反应炉中,制得高纯铈粉;本发明所提供的制备工艺将初级含铈制品提纯转化为高铈酸,再以高铈酸为中间体直接氢气还原制备出高纯铈粉,该工艺简短,无需研磨,过程受控程度高,产品纯度高且品质稳定;铈金属回收率高;具有环保优势明显、成本低等优点。



1. 一种高纯铯粉的制备工艺,其特征在于,包括如下步骤:
  - S1、制备高纯高铯酸;
  - S2、将步骤S1所得高纯高铯酸送入至喷射反应炉中,制得高纯铯粉。
2. 根据权利要求1所述的高纯铯粉的制备工艺,其特征在于,在步骤S1中,具体包括:
  - S11、将铯初级制品溶解于水中,得到铯溶解液;
  - S12、将步骤S11所得铯溶解液泵入至离子交换柱中进行吸附,得到pH值 $\leq 1.5$ 的出柱液;
  - S13、将步骤S12所得出柱液进行浓缩,至铯浓度 $\geq 280\text{g/l}$ 停止浓缩,得浓缩液为高纯高铯酸。
3. 根据权利要求2所述的高纯铯粉的制备工艺,其特征在于,在步骤S11中,铯初级制品为铯酸铵、铯酸钾或铯酸钠。
4. 根据权利要求2所述的高纯铯粉的制备工艺,其特征在于,在步骤S12中,在离子交换柱中装有型号为C180或001\*8的H型离子交换树脂。
5. 根据权利要求2所述的高纯铯粉的制备工艺,其特征在于,在步骤S12中,离子交换过程中所采用的再生剂为GR级盐酸,洗涤用水电阻率为 $18.25\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 。
6. 根据权利要求2所述的高纯铯粉的制备工艺,其特征在于,在步骤S13中,浓缩时,负压为 $-0.03\sim-0.08\text{MPa}$ ,温度为 $40\sim 90^\circ\text{C}$ 。
7. 根据权利要求1所述的高纯铯粉的制备工艺,其特征在于,在步骤S2中,包括如下步骤:
  - S21、将喷射反应炉升温,用氮气吹扫后再通入氢气;
  - S22、将高纯高铯酸送入至喷射反应炉中。
8. 根据权利要求7所述的高纯铯粉的制备工艺,其特征在于,在步骤S21中,喷射反应炉内的温度为 $600\sim 950^\circ\text{C}$ ,氢气的流量为 $2\sim 10\text{L/min}$ 。
9. 根据权利要求7所述的高纯铯粉的制备工艺,其特征在于,在步骤S22中,高纯高铯酸的流量为 $0.1\sim 1\text{L/min}$ 。
10. 一种高纯铯粉,其特征在于,由权利要求1-9任意一项所述的制备工艺制得,所述高纯铯粉的纯度高于 $99.999\%$ ,D90小于等于 $50\mu\text{m}$ 。

## 一种高纯铈粉及其制备工艺

### 技术领域

[0001] 本发明涉及粉末冶金技术领域,具体而言,涉及一种高纯铈粉及其制备工艺。

### 背景技术

[0002] 传统制备铈粉的方法主要是将低纯度的初级品铈酸铵溶解、提纯、结晶、过滤、烘干制备成较高纯度的铈酸铵,再将铈酸铵研磨、过筛,氢气还原制得。传统法制备铈粉,需要将初级品铈酸铵或铈酸钾进行提纯、结晶形成铈酸铵固体,再经烘干后研磨成粒度小的粉末再还原,过滤、烘干、研磨、过筛等过程,因流程长导致金属回收率低,成本高;同时长流工艺过程中引入杂质的概率高,所得铈粉的纯度常受过程控制的影响。另外提纯铈酸铵需要使用氨等辅助材料,流程的环保风险大。

[0003] 申请内容

[0004] 本发明提供了一种高纯铈粉及其制备工艺,能够有效解决上述问题。

[0005] 本发明的实施例通过以下技术方案实现:

[0006] 一种高纯铈粉的制备工艺,包括如下步骤:

[0007] S1、制备高纯高铈酸;

[0008] S2、将步骤S1所得高纯高铈酸送入至喷射反应炉中,制得高纯铈粉。

[0009] 本发明所提供的高纯铈粉的制备工艺具有如下有益效果:

[0010] 本发明所提供的制备工艺将初级含铈制品提纯转化为高铈酸,再以高铈酸为中间体直接氢气还原制备出高纯铈粉,该工艺简短,无需研磨,过程受控程度高,产品纯度高且品质稳定;铈金属回收率高;具有环保优势明显、成本低等优点。本专利所述制备高纯铈粉工艺的优势主要在于:

[0011] (1) 制备高铈酸的原料纯度要求不高,除杂效果好;

[0012] (2) 工艺流程简短,无需过滤、烘干、研磨、过筛等工序,过程受控程度高,产品品质稳定;铈金属回收率高;

[0013] (3) 该法所需辅助材料品种少;不引入氨水也不产生氨气或氮气污染氢气,氢气可循环利用,过程无“三废”,环保优势明显;

[0014] (4) 设备自动化控制,操作连续,成本大为降低,具有很好的工程应用价值和经济价值。

### 附图说明

[0015] 为了更清楚地说明本发明实施例的技术方案,下面将对实施例中所需要使用的附图作简单地介绍,应当理解,以下附图仅示出了本发明的某些实施例,因此不应被看作是对范围的限定,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他相关的附图。

[0016] 图1为本发明所提供的高纯铈粉的电镜扫描图;

[0017] 图2为本发明所提供的高纯铈粉的辉光放电仪(GDMS)测试图。

## 具体实施方式

[0018] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚，下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述。实施例中未注明具体条件者，按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者，均为可以通过市售购买获得的常规产品。

[0019] 本具体实施方式提供了一种高纯铼粉的制备工艺，包括如下步骤：

[0020] S1、制备高纯高铼酸；

[0021] S2、将步骤S1所得高纯高铼酸送入至喷射反应炉中，制得高纯铼粉。

[0022] 其中，在步骤S1中，具体包括：

[0023] S11、将铼初级制品溶解于水中，得到铼溶解液；

[0024] S12、将步骤S11所得铼溶解液泵入至离子交换柱中进行吸附，得到pH值 $\leq 1.5$ 的出柱液；

[0025] S13、将步骤S12所得出柱液进行浓缩，至铼浓度 $\geq 280\text{g/l}$ 停止浓缩，得浓缩液为高纯高铼酸。

[0026] 其中，在步骤S11中，铼初级制品为铼酸铵、铼酸钾或铼酸钠。

[0027] 其中，在步骤S12中，在离子交换柱中装有型号为C180或001\*8的H型离子交换树脂。

[0028] 其中，在步骤S12中，离子交换过程中所采用的再生剂为GR级盐酸，洗涤用水电阻率为 $18.25\text{M}\Omega\cdot\text{CM}$ 。

[0029] 其中，在步骤S13中，浓缩时，负压为 $-0.03\sim-0.08\text{MPa}$ ，温度为 $40\sim 90^\circ\text{C}$ 。

[0030] 其中，在步骤S2中，包括如下步骤：

[0031] S21、将喷射反应炉升温，用氮气吹扫后再通入氢气；

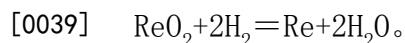
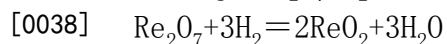
[0032] S22、将高纯高铼酸送入至喷射反应炉中。

[0033] 其中，在步骤S21中，喷射反应炉内的温度为 $600\sim 950^\circ\text{C}$ ，氢气的流量为 $2\sim 10\text{L}/\text{min}$ 。

[0034] 其中，在步骤S22中，高纯高铼酸的流量为 $0.1\sim 1\text{L}/\text{min}$ 。

[0035] 其中，喷射反应炉的炉体内部采用纯铼金属材料制作，炉体由进料端，出气口，液气反应段、气固反应段，进气口，出料端等组成，炉外部采用电加热。

[0036] 其中，在喷射反应炉内的主要反应如下：



[0040] 实施例1

[0041] 本实施例用于制备高纯铼粉，包括如下步骤：

[0042] S1、制备高纯高铼酸；

[0043] S11、将铼酸铵溶解于水中，得到铼溶解液；

[0044] S12、将步骤S11所得铼溶解液泵入至装有型号为C180离子交换树脂的离子交换柱中进行吸附，离子交换过程中所采用的再生剂为GR级盐酸，洗涤用水电阻率为 $18.25\text{M}\Omega\cdot\text{CM}$ ，在离子交换柱中装有H型离子交换树脂，得到pH值 $\leq 1.5$ 的出柱液；

[0045] S13、将步骤S12所得出柱液进行浓缩,浓缩时,负压为-0.06~-0.07MPa,温度为75℃,至铯浓度312g/l停止浓缩,得浓缩液为高纯高铯酸;

[0046] S2、将步骤S1所得高纯高铯酸送入至喷射反应炉中,制得纯度高于99.999%的铯粉。

[0047] S21、将喷射反应炉升温至680℃,用氮气吹扫后再通入氢气,氢气流量为3L/min;

[0048] S22、将高纯高铯酸送入至喷射反应炉中,高纯高铯酸的流量为0.1L/min。

[0049] 实验例

[0050] 对实施例1所制得高纯铯粉采用辉光放电仪(GDMS)及电镜检测,结果见图1、图2。

[0051] 以上仅为本发明的优选实施例而已,并不用于限制本发明,对于本领域的技术人员来说,本发明可以有各种更改和变化。凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

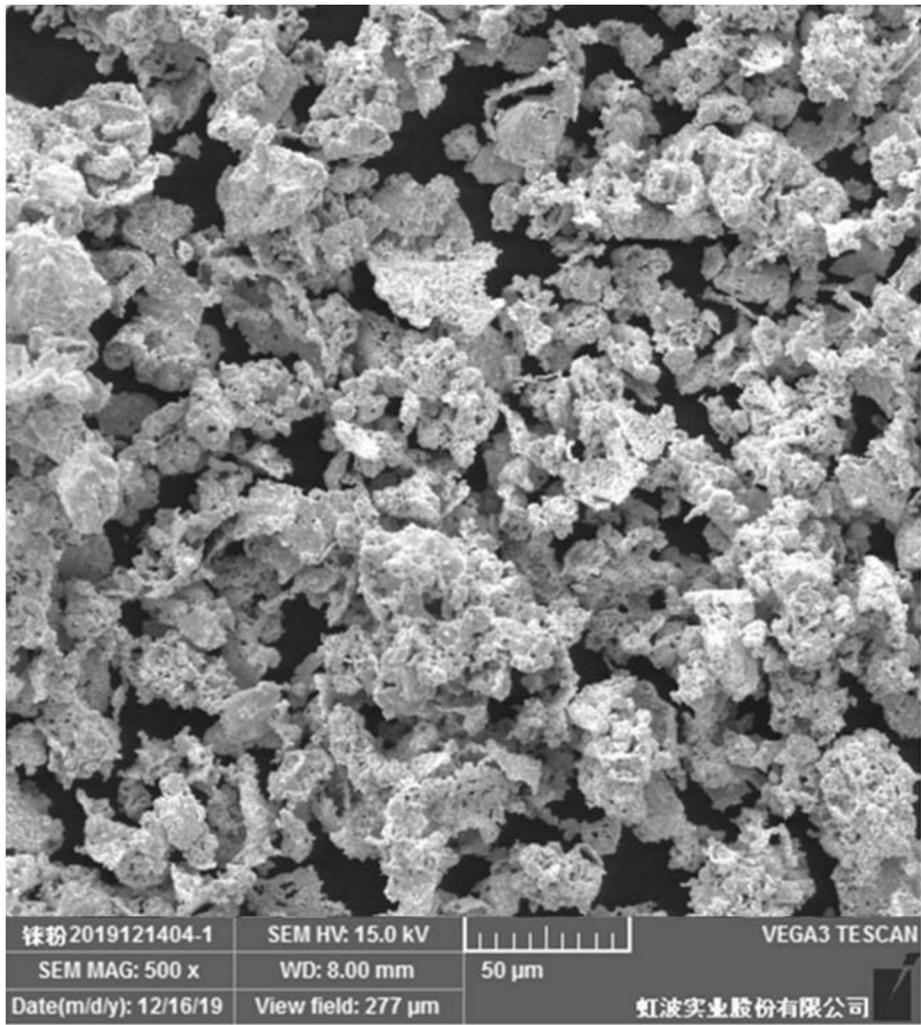


图1



委托方: 成都虹波铝业有限责任公司

检测方法: GDMS (辉光放电质谱法)

GDMS 数据

单位: ppm wt

报告编号: P1911251002

测试日期: 2019/11/25

样品名称: 铋粉

样品编号: 铋粉 20191122

纯度: Re= 99.99965%

元素	含量	元素	含量
Li	< 0.005	Ag	< 0.01
Be	< 0.005	Cd	< 0.05
B	0.009	In	< 0.05
F	< 0.05	Sn	0.13
Na	0.07	Sb	< 0.01
Mg	< 0.01	Te	< 0.01
Al	0.03	I	< 0.01
Si	0.06	Cs	< 0.01
P	0.07	Ba	< 0.01
S	0.14	La	< 0.01
Cl	0.01	Ce	< 0.01
K	< 0.05	Pr	< 0.01
Ca	0.07	Nd	< 0.01
Sc	< 0.005	Sm	< 0.01
Ti	0.04	Eu	< 0.01
V	0.05	Gd	< 0.01
Cr	0.5	Tb	< 0.01
Mn	0.03	Dy	< 0.01
Fe	1.3	Ho	< 0.01
Co	0.01	Er	< 0.01
Ni	0.2	Tm	< 0.01
Cu	< 0.05	Yb	< 0.01
Zn	< 0.05	Lu	< 0.01
Ga	< 0.05	Hf	< 0.01
Ge	< 0.05	Ta	< 1
As	< 0.05	W	0.41
Se	< 0.05	Re	主成分
Br	< 0.05	Os	< 0.01
Rb	< 0.01	Ir	< 0.01
Sr	< 0.01	Pt	< 0.05
Y	< 0.005	Au	< 0.05
Zr	< 0.005	Hg	< 0.2
Nb	< 0.005	Tl	< 0.1
Mo	0.19	Pb	0.14
Ru	< 0.01	Bi	< 0.01
Rh	< 0.01	Th	< 0.001
Pd	< 0.01	U	< 0.001



责任声明:  
 本检测报告书内容不得部分复制本报告。  
 本检测报告书仅对取得的测试样品负责。  
 样品编号为客户提供。

编制人: 刘岩

审核人: 蔡承贤

+86 512 81880919

info@patlabs.com.cn  
www.patlabs.com.cn

江苏省苏州工业园区东长路88号F1幢1F101室  
 F1-1F101, 88 Dongchang Rd, Suzhou Industrial Park, Jiangsu

MR13.003ESCE7 Ver. 20170711

图2