

## 류산복염침전법에 의한 세리움분리에 미치는 인자들의 영향

박은정, 리철

여러 분야에서 세리움에 대한 수요가 높아짐에 따라 세리움분리에 대한 연구[2]가 활발히 진행되고있지만 류산복염침전법에 의한 세리움분리에 대하여 발표된 자료는 적다.

론문에서는 류산복염침전법에 의한 세리움분리에 미치는 인자들의 영향을 고찰하고 합리적인 분리조건을 논의하였다.

### 실험 방법

세리움분리 회토류(RE)농도가 0.4mol/L인 류산회토류용액 200mL를 삼각플라스크(500mL)에 넣고 90℃로 가열한 다음 50mL의 증류수에 용해시킨 일정한 량의 불화나트륨과 류산나트륨을 첨가하고 류산농도를 1mol/L로 보장하여 침전용액을 제조하였다. 그리고 이 용액을 90℃에서 45min동안 교반하면서 세리움을 제외한 회토류를 류산복염형태로 침전시키고 진공여과하여 분리하였다.

농도결정 류산회토류용액속의  $Ce^{4+}$  농도는 류산철(II)암모니움적정법[1]으로 결정하였으며 세리움의 총 농도는 용액속의 세리움을 과염소산으로 산화시키고 같은 방법으로 결정하였다. 회토류농도는 싱아산산성매질에서 회토류를 침전시키고 침전물을 증류수로 세척하여 950℃에서 1h동안 열분해시킨 다음 질량을 측정하는 방법으로 결정하였다.

세리움분리률의 결정 세리움분리률(%)은 다음식으로 계산하였다.

$$\text{세리움분리률} = \frac{\text{려액에서 세리움의 총 농도}}{\text{초기용액에서 세리움의 총 농도}} \times 100$$

세리움의 순도결정 세리움의 순도는 X선형광스펙트르메터(《ZSX Primus III+》)로 결정하였다.

### 실험결과 및 해석

세리움분리에 미치는  $F^-$  농도의 영향 침전용액의  $F^-$  농도에 따르는 세리움분리률의 변화는 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 류산회토류용액의  $Ce^{4+}$  농도가 0.17~0.21mol/L일 때 침전용액의  $F^-$  농도가 증가함에 따라 초기에는 세리움분리률이 증가하지만  $[F^-] \geq 0.15\text{mol/L}$  일 때에는 거의나 일정하다. 한편  $F^-$  농도가 지나치게 높으면  $Ce^{4+}$  이 침전손실되므로 합리적인  $F^-$  농도는 0.2mol/L이다.

세리움분리에 미치는 회토류농도의 영향 류산회토류용액의 회토류농도에 따르는 세리움분리률의 변화는 그림 2와 같다.

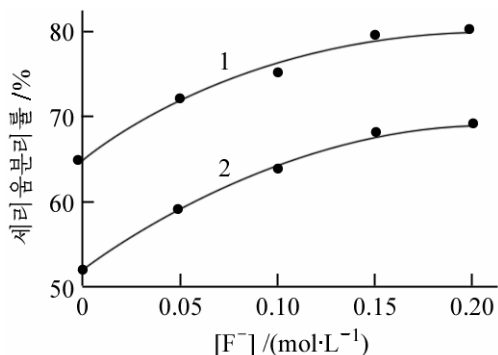


그림 1. 침전용액의  $F^-$  농도에 따른 세리움분리률의 변화

1, 2는 류산희토류용액의  $Ce^{4+}$  농도가 각각 0.17, 0.21mol/L인 경우,  $Na_2SO_4/RE(\text{질량비})=1.5$

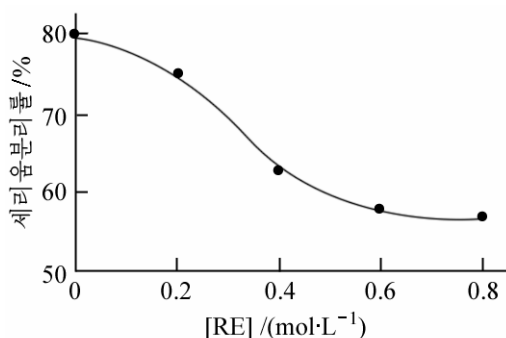


그림 2. 류산희토류용액의 희토류농도에 따른 세리움분리률의 변화

류산희토류용액의  $Ce^{4+}$  농도 0.17mol/L,  $[F^-]=0.2\text{mol/L}$ ,  $Na_2SO_4/RE(\text{질량비})=1.5$

그림 2로부터 세리움분리률을 높이자면 류산희토류용액의 희토류농도를 낮추어야 한다는 것을 알 수 있다. 그러나 희토류의 농도가 지나치게 낮으면 생산성이 낮아지므로 합리적인 희토류농도를 0.4mol/L로 정하였다.

세리움분리에 미치는 침전온도의 영향 침전온도에 따른 세리움분리률의 변화는 그림 3과 같다.

그림 3에서 보는바와 같이 침전온도가 증가함에 따라 초기에는 세리움분리률변화가 완만하지만 50°C부터는 세리움분리률이 급격히 증가하며 70°C이상에서는 거의나 일정하다. 한편 침전온도를 지나치게 높이면 증기발생량이 많아지므로 합리적인 침전온도를 70~90°C로 정하였다.

세리움분리에 미치는 류산농도의 영향 침전용액의 류산농도에 따른 세리움분리률의 변화는 그림 4와 같다.

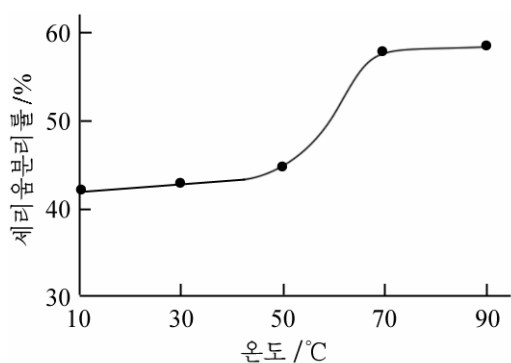


그림 3. 침전온도에 따른 세리움분리률의 변화  
조건은 그림 2와 같음

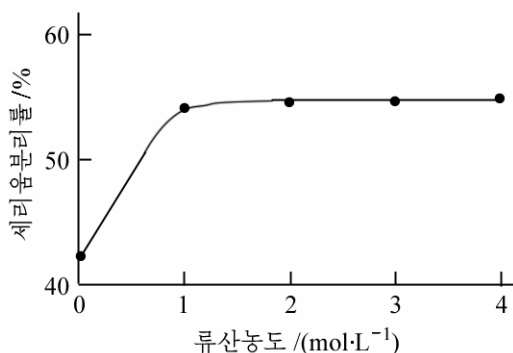


그림 4. 침전용액의 류산농도에 따른 세리움분리률의 변화  
조건은 그림 2와 같음

그림 4에서 보는바와 같이 초기에는 침전용액의 류산농도에 비례하여 세리움분리률이 선형적으로 증가하지만 류산농도가 1mol/L이상일 때부터는 일정해진다. 한편 류산농도가 지나치게 높으면 류산소비량이 많아지므로 합리적인 류산농도를 1mol/L로 정하였다.

세리움분리와 세리움순도에 미치는 류산나트륨첨가량의 영향 침전용액에서 류산나트륨

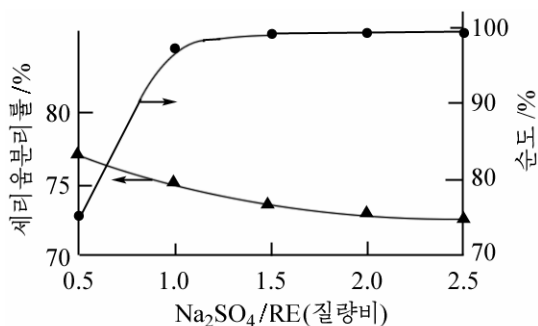


그림 5. 류산나트륨과 희토류의 질량비에 따르는 세리움분리률과 세리움순도의 변화  
 류산희토류용액의  $Ce^{4+}$  농도 0.17mol/L,  $[F^-]=0.2mol/L$

과 희토류의 질량비에 따르는 세리움분리률과 세리움순도의 변화는 그림 5와 같다.

그림 5에서 보는바와 같이 류산나트륨과 희토류의 질량비가 증가함에 따라 세리움분리률은 서서히 감소하여 질량비가 1.5이상일 때부터는 거의나 일정하다. 한편 류산나트륨과 희토류의 질량비가 증가함에 따라 세리움의 순도는 초기에 선형적으로 증가하지만 질량비가 1.5이상일 때부터는 99%정도에서 거의나 일정하다. 그러므로 류산나트륨과 희토류의 합리적인 질량비는 1.5이다.

## 맺는 말

1) 류산복염침전법에 의한 세리움분리에는 류산희토류용액의 희토류농도, 침전용액의 불소이온농도, 류산나트륨첨가량, 침전용액의 류산농도, 침전온도가 영향을 미친다.

2) 류산복염침전법에 의한 세리움분리의 합리적인 조건은 희토류용액의 농도 0.4mol/L, 류산나트륨과 희토류의 질량비 1.5, 침전용액의 불소이온농도 0.2mol/L, 침전용액의 류산농도 1mol/L, 침전온도 70~90℃이다.

## 참고 문헌

- [1] Yang Jian Gao; Rare Earth Coordination Chemistry: Fundamentals and Applications, Elsevier, 28~30, 2010.
- [2] 韩旗英; 中国稀土学报, 31, 4, 399, 2013.

주체107(2018)년 7월 5일 원고접수

## Influences of Factors on Cerium Separation by the Precipitation Method of Double Sulphate

Pak Un Jong, Ri Chol

We considered the influences of some factors on cerium separation by the precipitation method of double sulphate.

The rational conditions for cerium separation by the precipitation method of double sulphate are as follows: the concentration of rare earth is 0.4mol/L in rare earth sulphate solution, the mass ratio of sodium sulphate and rare earth is 1.5, the concentration of fluorine ion is 0.2mol/L in precipitation solution, the concentration of sulfuric acid is 1mol/L in precipitation solution and the precipitation temperature is 70~90℃.

Key words: cerium separation, double sulphate, rare earth