



Bergvesenet

Postboks 3021, N-7441 Trondheim

Rapportarkivet

Innlegging av nye rapporter ved: Arve

Bergvesenet rapport nr 5097	Intern Journal nr 	Internt arkiv nr 	Rapport lokalisering	Gradering
Kommer fra ..arkiv Elkem Skorovas AS	Ekstern rapport nr NTNF- st 1584 st 1934	Oversendt fra Elkem Skorovas AS	Fortrolig pga 	Fortrolig fra dato:

Tittel

En orientering om forekomster av sjeldne jordarter i Norge og deres metalurgi.
samt
Rapport fra studietur i USA, november/desember 1966.

Forfatter

Braaten, Alstad, Sæbø

Dato

År

1966

Bedrift (Oppdragsgiver og/eller oppdragstaker)

NTNF, Metalurgisk komite

Kommune

Fylke

Bergdistrikt

1: 50 000 kartblad

1: 250 000 kartblad

Fagområde

Kjemiske analyser
Forekomstbeskrivelser

Dokument type

Forekomster (forekomst, gruvefelt, undersøkelsesfelt)

Blandt annet
Fens-feltetr
Søftestad
Evje-lveland
Karbonatitt Stjernøy

Råstoffgruppe

Malm/metall

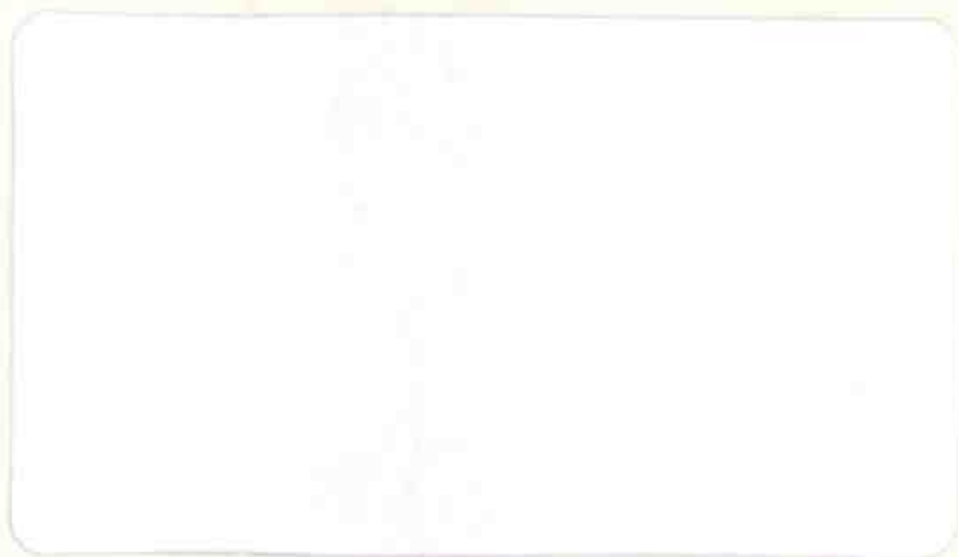
Råstofftype

RE

Sammen drag, innholdsfortegnelse eller innholdsbeskrivelse

Fremstilling av Lanthanider, generelt om RE og priser på sjeldne jordartsoksyder.
Beskriver forekomster av RE-metaller i Norge.
Om RE-råstoff generelt
Beskrivelse av de separasjonsmetoder som benyttes mest i USA.

Norges Teknisk-Naturvitenskapelige
Forskningsråd



Konfidensielt

GAUSTADALLÉEN 30 - BLINDERN - OSLO 3

TELEFON 69 60 80

EN ORIENTERING OM FOREKOMSTER AV
SJELDNE JORDARTER I NORGE
OG DERES METALLURGI

FORTROLIG MEDDELELSE FRA METALLURGISK KOMITÉ
NORGES TEKNISK-NATURVITENSKAPELIGE FORSKNINGSRÅD

September, 1966

	Side
Sammendrag	1
Innledning	2
Professor Erämetsä's besøk 25.-31/8-66.....	3
Virksomheten i Finland.....	3
Framstilling av lanthanider.....	3
Anvendelsesområder for lanthanider.....	3
Institutt for Atomenergi.....	7
Pulsekstraksjonskolonnene.....	7
Uranrenseanlegget.....	7
Kjemilaboratoriene.....	7
Generelt vedr. sjeldne jordarter og atomenergiforskning....	8
Priser på sjeldne jordartsoksyder.....	9
Forekomster av RE-metaller i Norge	
En foreløpig orientering.....	9
1. Fensfeltet.....	9
2. Ekeritten ved Gjerdingen.....	10
3. Hørtekollens helvin-forekomst.....	10
4. Rombe-porfyr-lavaen i Asker.....	11
5. Langesundsfjordens nefelin-syenitt-pegmatitt-ganger	11
6. Granitt-pegmatitt-gangene i Evje-Iveland distriktet.	11
7. Søftestad jernforekomst	12
8. Karbonatitt-området på Stjernøy.....	12
9. Materiale for pilotforsøk.....	12
RE-råstoffer generelt (utenom Norge).....	13
1. Ce-gruppens mineraler.....	13
Mineraler som kan få betydning som Re-råstoff.....	14
Konklusjon.....	14
2. Y-gruppens mineraler.....	14
Konklusjon.....	15
Program.....	15
Budsjett.....	17
Bilag 1: Besøk i Norge vedrørende sjeldne jordartsmetaller. Program for professor H.O. Erämetsä m/frue 25/8-30/8-66.	
Bilag 2: Oversikt fra American Potash & Chemical Corporation, Rare Earth Division.	
Bilag 3: Oversikt fra Koch Light Laboratories Limited, Pure Elements Division.	
Bilag 4: Avskrift av brev fra A/S Norsk Feldspat Co., datert 8.9.1966.	

Sammendrag

På bakgrunn av samtaler over en ukes tid i august 1966 med en av verdens ledende forskere på området sjeldne jordarter, den finske professor H.O. Erämetsä, gir denne meddelelse en oversikt med tanke på at Norge er et av de få land i Europa, om ikke det eneste, som har betydelige forekomster av disse strategiske og teknisk viktige mineraler.

Utenlandske industriselskap har i den senere tid vist en økende interesse for de norske forekomster. For å tilgodese norske interesser på dette potensielt betydningsfulle område i størst mulig grad, ber vi om at innholdet i dette dokumentet inntil videre betraktes som en fortrolig meddelelse fra NINF.

Det foreslås at det innen 1.juli 1967 utarbeides en faglig noe bredere rapport av spesifiserte sakkyndige på områdene råmaterialressurser i Norge, markeder i Europa og de sjeldne jordarters metallurgi med referanse til de norske mineraler.

Det foreslås videre at det allerede nå settes i gang visse orienterende prosesseknisk betonte pilotforsøk på IFA, og at man til disse sikrer seg et begrenset kvantum mineraler fra Evje, som er stilt til NINF's disposisjon.

Den større rapporten og de orienterende pilotforsøkene (resultatene fra disse vil kunne gis i rapporter) bør kunne gi indikasjoner på om de sjeldne jordartsforekomster vi har vil kunne tenkes å bli gjort til gjenstand for lønnsom industriell utnyttelse i Norge.

Den bør også kunne danne utgangspunkt for hensiktsmessige forskningsprosjekter for å utvide vår kunnskap på området.

Innledning

På bakgrunn av den senere tids raske ekspansjon av markedet for sjeldne jordartsmetaller, og fordi vi vet at det i Norge finnes en rekke forekomster som inneholder slike mineraler, har Forskningsrådets Metallurgiske komité tatt opp tanken å la utarbeide en rapport om forekomster av sjeldne jordarter i Norge og deres metallurgi.

Formålet skal på den ene side være å gi en introduksjon til hva vi vet om sjeldne jordarter i Norge i dag, og på den annen side den å peke på mulig teknisk/industriell utnyttelse og deres anvendelse i metallurgien.

Det er et marked for sjeldne jordarter også innen andre områder så som glassindustrien, elektronikken, medisin og farmasøytisk industri etc. Men det vil føre for langt her å gå i detaljer inn på alle disse.

Det er ønskelig at utredningen gir utgangspunkt for forskningsarbeid på disse områder, men dessuten også at den skal kunne gi impulser til eventuelle industrielle tiltak. Den første og mest nærliggende målsetting må være at utredningen følges opp med konkrete forskningsprosjekter. Det er viktig at spesielt råmaterialressursene reserveres for, og i størst mulig utstrekning kommer norske interesser til gode.

Det er tanken at utredningen skal gjøres tilgjengelig for Forskningsrådets egen organisasjon, dets funksjonærer og komitéer, for forskere på dette området knyttet til våre vitenskapelige institutter og lærestoler samt interessert norsk industri, og visse administrative organisasjoner. Eventuell offentliggjørelse, og det at den blir tilgjengelig for interesserte også utenfor Norge bør komme senere, etter en kritisk vurdering. Vi ber derfor om at den foreliggende orientering betraktes som et fortrolig notat fra NINF.

Forskningsrådet inviterte den finske professor Erämetsä til orienterende samtaler i Norge 25.-31/8-66 for å finne ut hvordan man på beste måte ville kunne angripe oppgaven. Besøket skulle også tjene til å skape de kontakter som ville bli nødvendige under arbeidet. Denne rapport gir en oversikt over de emner man diskuterte under besøket.

Professor Erämetsä's besøk 25.-31/8-66

- ./.. Programmet for besøket fremgår av bilag 1 og ble fulgt som planlagt med noen mindre endringer.

Virksomheten i Finland

Typpi, Oy, Oulu. Produksjonen i dag er 100 tonn lanthanideoksyder, og vil fra neste år være utbygget til 400 tonn lanthanideoksyder pr.år. Hoveddelen av disse er Ce-metaller med et visst innhold av Y-metaller. Det produseres noen hundre kilo Europium pr. år og også noe Praseodym, alle som oksyder. Råmaterialet er utelukkende russisk importert Kolafosfat, 15 000 tonn pr.år. Finland har bare helt ubetydelige kjente forekomster av sjeldne jordartsholdige mineraler som dessuten ikke benyttes. Det arbeides derimot med utvikling av metoder for utnyttelse av apatitt konsentrat fra Korsnes blygruve.

Produksjonen av lanthanider anvendes i dag i den finske glassindustri i det de gir meget sterk fargeeffekt, ved absorpsjon. Europium eksporteres i sin helhet til fargefjernsynsindustrien og betaler alene omkostningene ved finnenes produksjon av alle lanthanider. Batterier gir samme effekt ved meget lave temperaturer som ved romtemperatur, hvis man har tilsatt visse lanthanider. Lanthanideoksyder har en sterk bakterisid virkning stigende mot høyere atomnummer. Man har også arbeidet med Scandium. 10^{+6} molar oppløsning er mer effektiv enn sublimat.

Øyensynlig har Typpi, Oy, hittil konsentrert seg lite om den metallurgiske anvendelse av sjeldne jordartselementer. Man kunne kanskje derfor allerede her ane en mulig fremtidig arbeidsdeling? Under samtalene ved dette besøket var professor Erämetsä gjentagne ganger inne på tanken at det måtte kunne være et attraktivt alternativ for eventuelle norske interesser å arbeide på lisens fra Finland.

Fremstilling av lanthanider

Den kjemiske prosess av mineralkonsentratet av monazitt starter med varmebehandling med enten svovelsyre eller kaustisk soda. Begge metodene har sine fordeler og ulemper. Syreprosessen anvender billigere kjemikalier enn alkaliprosessen, men medfører alvorlige korrosjonsproblemer og flere prosess-trinn. En alternativ metode er basert på sintring etterfulgt av klorering.

Kola-apatitt konsentrat blir behandlet med salpetersyre, og fra filtratet blir lanthanide-fosfatene utfelt ved partiell nøytralisasjon. Forskjellige norske mineraler er uten forbehandling løslig i fortynnet syre, noe som innebærer billige prosessmuligheter.

De framstilte rene blandinger av lanthanideforbindelser vil foreligge som sulfater, klorider, oxalater eller oksyder, alt etter hvilken oppløsningsprosess som er brukt. Disse blandete forbindelser kan markedføres som sådanne eller benyttes til framstilling av de enkelte lanthanider. Ceriumforbindelser framstilles relativt billig fra blandingen ved oksydasjon og ekstraksjon, og lanthan, praseodym og neodym kan separeres ved fraksjonert krystallisasjon til ca. 95 % renhet. De tyngre elementene framstilles ved jonebytterseparasjon, og denne metode blir også brukt når de lette produktene skal ha høyere renhetsgrad, 99% eller mere. Jonebyttermetoden er en langsom prosess og er en vesentlig årsak til den høye produksjonskostnad. En intens forskning på å anvende væske-væske-ekstraksjon for å erstatte jonebyttermetoden har pågått i de senere år, og det er mye som taler for at jonebyttermetoden i sin nåværende tekniske form vil bli avløst.

Den mest alminnelige metode til framstilling av ceriummetall og mischmetall er ved elektrolyse av en vannfri kloridsmelte. Tyngre metaller lar seg ikke framstille etter denne metode. Elektrolytiske metoder er blitt brukt på blandete oksyd- og fluoridsmelter, og ved å elektrolysere lanthanide-metallene inn i katoder av lavtsmeltende metaller som sink og kadmium eller kvikksølv eller amalgam-katoder. Forskjellige metallo-termiske metoder er i bruk. Alkalimetaller, magnesium og kalsium er brukbare reduksjonsmidler. Tyngre lanthanider blir redusert med lanthan, mischmetall eller zirkonium.

Anvendelsesområder for lanthanider

I metallurgien har en kanskje det potensielt største marked for lanthanider. I jernindustrien er lanthanidene blitt beskrevet som "vidundermedisinen" og "stålpenicillin". Men den rolle lanthanidene spiller er sterkt avhengig av sammensetningen av metallmassen de anvendes på, noe som har ført til motstridende resultater i mange praktiske forsøk som er utført. Det hersker en stor uvitenhet om årsaken til effekten av lanthanide-tilsetninger, og en har inntrykk av at tilsetningen i visse tilfeller er "en mystisk heksedoktorering". En bedre forståelse av tilsetnings-effekten ville føre til en mere effektiv prosess og et økende konsum av lanthanider.

Ferrocium er et meget effektivt middel til å danne nodulær grafitt i støpejern. Generelt har støpejern mye bedre mekaniske egenskaper (duktilitet, strekkfasthet, trans-vers-fasthet), når all grafitt foreligger i nodulær form enn når det bare delvis er nodulært eller i flak. Tilsetning av 0.2 % ferrocium tilsvarer således en økning i fasthetsegenskapene med en faktor 2, slik at støpejernet f.eks. kan brukes til store veivaksler i dieselmotorer for traktorer. Det er for visse formål brukt betydelig større innhold av cerium i støpejern, f.eks. i "High strength castings" med ca. 1 % cerium. Hvis en vil vurdere behovet for cerium forsiktig og antar at nodulært støpejern tilsettes 0.01 % cerium, vil en, hvis en legger USA's lanthanide-produksjon til grunn, kunne framstille 600 000 tonn nodulært støpejern, hvilket er det faktiske årlige forbruk av denne jerntype. Årsaken til at forbruket av cerium er vesentlig mindre skyldes at magnesium tildels er mere effektivt og dessuten billigere. Men tilstedeværelse av visse ødeleggende forurensninger (subversive elements) forhindrer noduleringen av grafitten ved magnesiumtilsetningen. I slike tilfeller er cerium eller andre lanthanider fortsatt virksomme og de tillater således et bredere spektrum av kvaliteter på råmaterialet for nodulært støpejern. Ikke publiserte forsøk med yttrium som tilsetning påstås å ha gitt enda bedre resultater enn cerium.

Det er blitt vist at lanthanider tilsatt rent stål og svakt legert stål har en gunstig virkning på kvaliteten av disse produkter. Til desoksydasjon er lanthanidene meget effektive, men av prismessige årsaker blir billigere midler, f.eks. aluminium, brukt for å fjerne hovedmengden av oksydet, mens lanthanider kan tilsettes etterpå for å fullstendiggjøre desoksydasjonen. Undersøkelser har vist at effektiviteten av lanthanidetilsetning for desoksydasjon av stål er avhengig av hva slags type ildfast materiale som brukes. Et surt materiale i foringen eller en sur slagg vil reagere med lanthanidene i smelten i løpet av brøkdeler av et minutt, mens basiske foringer eller slagg fører til langsommere reaksjon, men likevel raskt nok til at effektiviteten av lanthanidene nedsettes. Tilsetningen må derfor skje idet smelten tas ut av smelteovnen eller i støpeformen. Gjenvinning av lanthanidemetallene fra støpegodset eller blokkene er vanligvis mindre enn 25 % og størstedelen av utgiftene forbundet med lanthanidebehandling av stål skyldes det betydelige tap av tilsetningsmateriale.

NTNF

Lanthanidetilsetninger foretatt under riktige betingelser forårsaker en entydig forbedring av stålets fysikalske egenskaper: formbarhet og slagfasthet øker, seigring motvirkes, sveisbarheten forbedres etc.

Ved framstilling av rustfritt stål kan forbruket av lanthanider bli større enn det som kan tenkes å medgå til vanlig stål, selv om mengden av produsert rustfritt stål er relativt liten. Den rent økonomiske fordel av å tilsette lanthanider til rustfritt stål skyldes en betydelig reduksjon i vrak når blokker blir laget. Lanthanidene er lite løselig i jernlegeringer, men de små mengder som tas opp har en voldsom effekt på kromjerns bearbeidbarhet, kornfinhet og dets even til å unngå rekrySTALLISASJON ved høye temperaturer. Flere legerte ståltypen viser forbedret kornfinhet og forbedring i egenskaper ved høye temperaturer, når lanthanider er tilsatt.

Foruten i jern- og stålindustrien har lanthanidene fått stor innflytelse som tilsetning i lettmetaller, spesielt magnesium og aluminium. Legeringer med disse metallene øker styrken og/eller bearbeidbarhet og krypefasthet ved høye temperaturer. De motstår også oksydasjon ved høy temperatur og egner seg til bruk i gassturbiner, jetmotorer og rakett-komponenter. Lanthan, "didym", neodym og mischmetall har vært benyttet, men også her er det forutsagt at yttrium vil gi bedre resultater. I krom-nikkel legeringer som brukes til elektriske motstandstråder er det vist at tilsetning av cerium øker levetiden for varmeelementene. Lanthanidene har også virkning på legeringens elektriske motstand og reduserer temperaturkoeffisienten. Vanadium kan lages meget rent ved scavenging med yttrium. Yttrium kan også ha lignende effekt på niob, molybden, tantal og hafnium. Cerium er lite løselig i kopper og er et mulig desoksydasjonsmiddel for dette metall.

Undersøkelse over anvendelse av sjeldne jordarter i metallurgien inngår i: SI's prosjekt for 1967 B 1937 "Undersøkelse av primærstruktur og mikrosegning i støpestål". (Det gjelder utprøving av potensielle kindannere som Ti, Zr, V og sjeldne jordarter).

SINTEF's prosjekt B 2127 for 1967 "Korrosjonsundersøkelser av lettlegeringer" gjelder utharding av Mg-Li-X-legeringer. En ternær Mg-Li-Al-legering er valgt som basis og den optimale struktur er forsøkt stabilisert ved tilsetning av en 4., eventuelt også 5.komponent, idet legeringen overeldes ved relativt lave temperaturer. For stabile seigringsformål vil man prøve enkelte overgangsmetaller og lanthanider/actinider.

NTNF

Til tross for at man ikke kan vente særlig stor grad av oppløselighet i fast fase av disse elementer i normalmetaller som (Mg-Li) kan virkningen av en slik tilsetning bli markert (som f.eks. lanthanider tilsatt mer vanlige Mg-legeringer hvorved brukstemperaturen er hevet opp til maksimalt 300 - 350°C). Studier av legeringsteorier og en ganske nylig publisert rapport, har gitt grunn til å feste seg ved yttrium, både som ternær evt. 4. komponent tilsatt Mg-Li-Al. Likeledes vil neodymium gadolinium være aktuelle av lantanidene.

Institutt for Atomenergi

Pulsekstraksjonskolonnene

Reaktorskolen har to pulskolonner for væske-væske-ekstraksjon med tilhørende instrumentering og utstyr. Forsøksoppstillingen brukes til undersøkelser av teknologiske og kjemitekniske aspekter av væske-væske-ekstraksjon, som f.eks.: pulsering ved hjelp av trykkluft, instrumentering og kontroll, kolonnenes kapasitet og effektivitet som funksjon av gjennomstrømningshastighet, faseforhold, platenes utforming etc.

Kolonnehøyden er ca. 6 m, diameteren 5 cm. Kapasiteter på opptil 20 l/h (sum faser) har vært oppnådd. Undersøkelsene har hittil vært konsentrert om systemet vandige uranyl-nitratløsninger - 30% tributylfosfat i kerosene, som er av interesse ved regenerering av brukt reaktorbrensel. Anlegget er imidlertid fleksibelt og kan lett tilpasses andre systemer, f.eks. slike som kan bli aktuelle i forbindelse med lantanideekstraksjon.

Uranrenseanlegget

Uranrenseanlegget har et forsøksanlegg for rensing av brukt reaktorbrensel ved væske-væske-ekstraksjon. Her undersøkes forskjellige metoder for dekontaminering (fra fisjonsprodukter) og separasjon av uran og plutonium. Foruten tributylfosfat anvendes også trilaurylamin som ekstraksjonsmiddel. Mesteparten av prosessutstyret er avskjermet og fjernstyrt p.g.a. radioaktiviteten. Avfallsanlegget inneholder bl.a. ionebytterkolonner for fjerning av radioaktivitet fra lavaktivt avløpsvann.

Kjemilaboratoriene

IFA's nye kjemibygget inneholder 15 laboratorier foruten instrumentrom, kontorer, osv. De radiokjemiske laboratorier har utstyr for ekstraksjonsforsøk i laboratorieskala (miniatyr-mixer-settlers), ionebytterkolonner for sluttrensing av plutonium, samt instrumenter og telleutstyr.

Sistnevnte kategori omfatter bl.a. en Victoreen 400-kanals pulsanalysator, en Packard væskescintillasjonsteller, og en "Li-drifted germanium detector". Av instrumenter forøvrig kan nevnes optisk spektrograf (Jarrell-Ash), masse-spektrometer (Atlas CH 4) og atomabsorpsjons-spektrofotometer (Jarrell-Ash).

Generelt vedr. sjeldne jordarter og atomenergiforskning

Det er en sammenheng mellom atomindustriens utvikling og den intensivering av lantanideforskningen som har funnet sted i den senere tid. Både fordi et flertall av lantanidene forekommer som fisjonsprodukter, og p.g.a. analogien med actinidene, omfatter de fleste atomenergiprogrammer studier av lantanidenes fysikalske og kjemiske egenskaper. Et typisk eksempel er Ames Laboratory ved Iowa State University i U.S.A., drevet av den amerikanske atomenergikommisjon, som har æren for mye av det forsknings- og utviklingsarbeide som danner grunnlaget for eksisterende lantanide-industri.

Ved U.S.A.E.C.'s laboratorier i Oak Ridge og Hanford er det også utviklet prosesser for separasjon av lantanider som Ce^{144} og Pm^{147} fra fisjonsproduktløsninger. Den mest avanserte prosessen, en væske-væske-ekstraksjon med di(2-ethyl-hexyl) fosforsyre, vil bli tatt i bruk av firmaet "Isochem" for kommersiell produksjon av fisjonsprodukter i Hanford.

Det samme ekstraksjonsmiddel har vært brukt ved IFA ved studier av de kortlivede fisjonsprodukter Ce^{145} , Ce^{146} og Ce^{147} . En metode for hurtig separasjon av Ce fra datterproduktet Pr og andre fisjonsprodukter er blitt utviklet.

Studier av fisjonsprodukter, omfattende separasjon ved væske-væske-ekstraksjon, vil bli fortsatt ved Instituttet. 10 års erfaring med separasjon av uran, transuraner og fisjonsprodukter har skaffet IFA kompetanse på følgende områder: metallers komplekskjemi, beregning av ekstraksjonssystemer og -apparat, separasjon ved ionebytting og ekstraksjonskromatografi, radiokjemiske og konvensjonelle analysemetoder. Instituttet er interessert i å påta seg forsknings- og utviklingsoppdrag hvor denne kompetanse kan komme til anvendelse. For utprøving av ekstraksjonsprosesser i liten målestokk skulle Instituttets "mixer-settlers" være godt egnet, og radioaktive isopoper av lantanidene kan her med fordel brukes som tracere. For undersøkelser av ekstraksjonsprosesser i større målestokk, og for produksjon av lantanider i større mengder skulle det være mulig å anvende Instituttets pulsekstraksjonskolonner.

Veske-veske-ekstraksjon ville være velegnet for separasjon av spesielle elementer som Y, Ce og eventuelt Eu, men total separasjon av alle lantanidene ville antakelig by på vanskeligheter, og en kombinasjon av ekstraksjon og ioneveksling ville kanskje være den beste løsning. Særlig mineralet Gadolinit, rikt på Y og yttergruppens metaller, er av interesse. Produksjonen i Norge er for tiden ca. 500 kg årlig.

Når det gjelder nukleære anvendelser er det her i første rekke snakk om anvendelse som nøytronabsorbator i kontrollstaver eller som "burnable poison", og særlig Eu (tildels også Gd og Sm) synes å være egnet. Prisen er imidlertid et handicap, da lantanidene må konkurrere med det langt billigere bor. Det kan heller aldri bli snakk om noen virkelig stor etterspørsel for slike formål.

Priser på sjeldne jordartsoksyder

- ./ Bilag 2 gir en oversikt fra American Potash & Chemical Corporation,
- ./ Rare Earth Division. Bilag 3 gir en oversikt fra Koch Light Laboratories Limited, Pure Elements Division.

Forekomster av RE-elementer i Norge En foreløpig orientering

Vi kjenner idag neppe noen forekomst som kan utnyttes utelukkende på grunn av RE-innholdet. Vi må i første omgang ta opp til vurdering forekomster som kan tenkes å yte konsentrater av 1) RE-holdige mineraler (apatitt) 2) rene RE-mineraler eller 3) en blanding av disse, ved siden av et eller flere hoved-produkter.

1. Fensfeltet

I korthet skal

anføres at feltet inneholder niob-holdige karbonatitter (søvitter) med høye gehalter av apatitt. Denne apatitt inneholder RE-elementer. Disse søvitter ble avbygget som niob-malm fra begynnelsen av 1950-årene inntil midten av 1965.

Feltet inneholder videre en bergartstype som kalles rødberg. Dette rødberg inneholder gangliknende partier av hematit-malm. Denne malm ble tidligere avbygget som jernmalm med ca. 45 til 55% Fe. Rødberget består av betydelige mengder fin-fordelt hematitt, rikelig kalkspat, endel silikater, relativt små mengder apatitt, svovelkis og tungspatt. Både rødberg og malm inneholder betydelige mengder thorium (0,2%) og RE - elementer.

Disse elementer forekommer uhyre fin-fordelt. Man vet lite om hvilke mineraler som er tilstede. Sabø har dog påvist krystaller av parisitt-synkisitt i malmen (1960).

Thorium og RE-innholdet lar seg ifølge utførte forsøk (Svinndal, 1955-56) utløse i svak svovelsyre.

Rødberg-områdene i Fensfeltet representerer sannsynligvis vår største anrikning av thorium og RE-elementer.

2. Ekeritten ved Gjerdingen

Bergarten er en elpiditt-førende Na-granitt. Den består av fra 90 til 95 % kvarts + perthittisk K-Na-feltspat, endel ægirin, hornblende og elpiditt samt en rekke andre mineraler i små mengder. Denne bergarten har kun interesse som RE-råstoffkilde under forutsetning av at det er mulig å framstille et salgbart kvarts-feltspat produkt. I det tilfelle vil det være mulig å oppberede avgangen, ca. 10% av total masse, på yttrium-mineralet gagarinitt, monazitt, pyroklor, elpiditt, og eventuelt molybden-glans. 10 000 tonn masse vil etter de data som foreligger gi 1 tonn Yttrium-metall.

Ekeritten ved Gjerdingen antyder hvilke muligheter ekerittene ellers i Oslofeltet kan ha som RE-kilder.

Det gjenstår imidlertid et meget omfattende undersøkelsesarbeid før vi kan danne oss et realistisk bilde av ekerittens muligheter.

3. Hørtekollens helvin-forekomst

I Oslo-feltet har vi et meget stort antall av kontakt-forekomster knyttet til de store syenitt og granitt-massivers grenser. Forekomstene ligger som regel i kalk-rike lag i Kambro-Siluriske sedimenter. Dette er forekomster av Zn, Pb, Cu og Fe. Hørtekollen er en beryllium-rik forekomst med endel Zn, Fe, Mo og F. Forekomsten inneholder dessuten RE-niobater og ortitt. RE-gehaltene er ikke kjent, men RE-mineralene antyder at slike kontakt-forekomster kan muligens inneholde tilstrekkelige RE-mengder til at de kan få aktualitet som RE-råstoff-kilder.

Vi vet på det nåværende tidspunkt meget lite om disse forekomstene.

NTNF

4. Rombe-porfyr-lavacn i Asker

Rombe-porfyrlavaene i Oslofeltet danner flere steder mektige lag-pakker. Man har inndelt disse lava-strømmene i forskjellige typer og nummerert dem fra bunnen av lag-pakken, RP_1 , RP_2 osv. RP_2 ved Sandungen i Akser viser en merkverdig anrikning av RE-mineralene parisitt-synkisitt, sammen med titan-oksydet anatas. Bergarten har idag ingen interesse som RE-råstoff-kilde, men funnet antyder at RP-lavaene ikke skal helt oversees når det gjelder anrikninger av RE-mineraler.

5. Langesundsfjordens nefelin-syenitt-pegmatitt-ganger

Gangene er som regel smale og uregelmessige og av underordnet betydning som RE-råstoff-kilder på det nåværende tidspunkt. Enkelte ganger kan imidlertid nå flere meters mektighet. Gangene består i hovedsaken av K-Na-feltspat, nefelin, sodalitt, analcim og zeolitter. Dessuten betydelige mengder egirin eller hornblende, biotitt og magnetitt. Gangene kan være anrikt på sjeldne mineraler med et høyt innhold av thorium, RE, niob, zirkon og molybden. En utvinning av RE må ta sikte på å anrike tung-mineralene til et bulk-konsentrat med tilfredsstillende innhold av RE. Et slikt konsentrat burde være mulig å opparbeide på følgende elementer niob-tantal, zirkonium, thorium, molybden og hele RE-komplekset.

Avgangen synes å være uten anvendelses-muligheter. Området er ikke særlig systematisk undersøkt. Et område på Stokkøy er mutet.

Dette betyr sannsynligvis at de er av underordnet interesse for tiden.

6. Granitt-pegmatitt-gangene i Evje-Iveland distriktet

Disse gangene produserer stykk-vare av kvarts og K-feltspat. I enkelte brudd forekommer det enkelte RE-mineraler som gadolinit og euxenitt. Hele distriktet produserer nå ca 500 kg. gadolinit pr. år. Denne produksjon kan, etter de foreliggende opplysninger økes til ca. 2000 kg /år. Euxenitt-mengden foreligger det ikke opplysninger om, men den er anslagsvis ca. 500 kg. pr. år. Denne produksjon kan sannsynligvis også økes til ca. 1000 kg. pr. år. Disse kvanta av RE-mineraler representerer et viktig start-grunnlag når det gjelder å utprøve ekstraksjons-metoder,

separerings-metoder og produktframstilling for å legge grunnen til en framtidig, solid fundert RE-industri i vårt land. Senere vil denne produksjon av de nevnte mineralene alltid bety et overmåte verdifulle tilskudd til de øvrige kvanta råstoff vi eventuelt kan produsere fra andre kilder. Denne driften av gadolinitt betyr videre at vi må ekstrahere andre elementer som Be og U-Th.

Andre mulige produsenter av gadolinitt vil muligens kunne utvikles i Tordal-området, ved Tvedestrand og på Lista.

7. Søftestad jernforekomst

Malmen er en båndet hematitt-magnetitt malm. Den er nær beslektet med Kiruna-malmen. Apatitt-innholdet varierer noe mellom 2 og 3 %. Apatitten inneholder endel RE, men absolute gehalter er ikke undersøkt nærmere. Malmen inneholder dessuten lombarditt. Dette mineral svarer nærmest til en Y-ortitt. Søftestad-lombaarditten er imidlertid en Ce-lombaarditt. Dette er såvidt jeg vet den eneste Ce-lombaarditt som er funnet. Søftestad gruber ble nedlagt i 1965. En gjenopptagelse er totalt avhengig av et moderne oppberedningsverk. Dette forutsetter en malm-mengde ca 10 ganger større enn den man kjenner idag. Vi må derfor se bort fra Søftestad som RE-råstoff produsent på det nåværende tidspunkt.

8. Karbonatitt-området på Stjernøy

Dette er karbonatitter med gjennomsnittlig 5 % apatitt. Dag-overflaten er ca 4 km². Bergarten består forøvrig av ca 50 % biotitt, samt litt jernerts og hornblende. Resten er i hovedsaken kalkspatt. Denne inneholder ca. 1,75 % SrO. Apatitten inneholder endel RE, men absolute gehalter er ikke kjent. RE-innholdet viser ingen tendens til å være dominert av Ce-gruppen. Yttrium er tilstede i ikke ubetydelige mengder, sett i forhold til Ce.

Disse karbonatittene er lite kjent. Deres høye innhold av apatitt animerer sterkt til å undersøke feltet meget grundig.

9. Materiale for pilotforsøk

- ./.
- Bilag nr. 4 er en kopi av brev fra A/S Norsk Feltspat Co. av 8.9.1966, som tilbyr å stille til disposisjon (for kr. 15.750,-) et parti rene mineraler fra Evje, som det vil være hensiktsmessig å gjøre pilotforsøk med eventuelt på IFA.

RE-råstoffer generelt (utenom Norge)

Det eksisterer et stort antall rene RE-mineraler og mineraler som inneholder RE-elementer i underordnede mengder, men bare få av disse forekommer i så store mengder at de har økonomisk betydning. Vi deler disse i to grupper.

1. Cerium-gruppens mineraler. (Inneholder følgende RE-elementer: La, Ce, Pr, Nd, Sm).
2. Yttrium-gruppens mineraler. (Inneholder følgende RE-elementer: Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Y).

1. Ce-gruppens mineraler

Bastnäsit CeFCO_3 .

Meget viktig råstoff for framstilling av Ce-gruppens elementer.

Er viktig forekomst i drift.

Mountain Pass, California.

Molybenum Corp. of America.

Reserver: Ca. 5. mill. tonn (Ce-gruppens oksyder).

Monazite (CePO_4) 60% RE_2O_3 + CeO_2

Meget viktig råstoff til framstilling av Thorium og Ce-gruppens oksyder.

Verdens reserver: USA ca. 100 000 tonn i sand.

Syd-Amerika: 300 000 tonn i sand.

India: 1,5 mill. tonn i sand.

Australia: 800 000 tonn i sand.

Afrika: 400 000 tonn i sand og solid rock.

Asia (utenom India): 100 000 tonn i sand.

Europe (utenom USSR): Sannsynligvis små ressurser.

Mulige reserver i Syd-Amerika og Afrika er meget betydelige.

Apatitt $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH}, \text{F})$

Inneholder fra 0 % opp til 1 % RE_2O_3

Det er flere forskjellige apatitt-typer. Vi klassifiserer dem etter deres geologiske opptreden.

Nefelin syenitt områder:

USSR. Kola-forekomstene.

Tekniske analyser viser 0,7-0,8 % RE_2O_3

Av dette innhold er ca. 2 % Y_2O_3 .

Reserver meget betydelige.

Magmatiske jernforekomster av Kiruna-typen.

Sverige. Kiruna-Lousovara.

Ren jernmalm med 2 % - 3 % apatitt med 0,5 % - 0,7 % RE_2O_3 .

Årsprod. 15-18 mill. tonn malm.

Representerer 1500 - 2000 tonn RE_2O_3 /år.

Reserver ca. 2000 mill. tonn malm.

Verden forøvrig. Antakelig meget store, men oppgaver savnes på det nåværende tidspunkt.

Sedimentære fosfatleier:

Undersøkelser viser at RE_2O_3 -innholdet er meget lavt i slike forekomster.

Carbonatitter av Søvetypen.

Inneholder som regel fra 5-10 % apatitt, unntagelsesvis opp til 20 % apatitt. inneholder i alm. 0,5-1 % RE_2O_3 .

Reserver i Syd-Afrika-området, Brasil og Canada meget store.

Pyroklor $(\text{Na}, \text{Ca}, \text{Fe}, \text{Ce})_2 \text{Nb}_2\text{O}_6\text{F}$

Mineralet er knyttet til karbonatitter av Søve-typen.

Reserver meget betydelige innen Syd-Afrika området, Brasil og Canada.

Euxenitt - Samarskitt - Daviditt mineralene.

Disse er knyttet til granittiske bergarter og granittpegmatitter.

Reserver små.

Vil spille en underordnet rolle i RE_2O_3 -framstillingen totalt sett.

Mineraler som kan få betydning som Ce-råstoff.

Ortitt (Allanitt)

Ofte knyttet til granitter og pegmatitter.

Steenstrupin.

Knyttet til nefelinsyenitt bergarter på Grønland.

Konklusjon

Følgende mineraler utnyttes nå til produksjon av Ce-gruppens elementer.

1. Monazitt.
2. Bastnäsitt.
3. Apatitt.
4. Euxenitt - Samarskitt.

Reservene må betegnes som meget store for de tre første mineralers vedkommende.

2. Y-gruppens mineraler.

Xenotim YPO_4 .

Forekommer i granittiske bergarter og granittpeg. ganger.

Små reserver.

Forekommer i små mengder sammen med monazitt i sand.

Sannsynligvis relativt små reserver i India, Brasil og USA.

Branneritt. $(U, Ca, Th, Y)(Ti, Fe)_2O_6$

Forekommer i enkelte uranforekomster av sedimentær opprinnelse.

Elliot Lake, Ontario. Betydelige reserver i Canada.

Et viktig råstoff.

Gadolinitt. $Be_2 Fe Y_2 Si_2 O_{10}$

Forekommer knyttet til granittiske bergarter og granittpeg. ganger.

Små reserver.

Fergusonitt $YNbO_4$

Forekommer i granittiske bergarter og granitt peg. ganger.

Meget små reserver.

Gagarinitt $Na Ca Y F_6$

Alkaliske granitter.

USSR. Reserver ukjente.

Zirkon $Zr Si O_4$

Kan inneholde små mengder Y_2O_3 .

Reserver meget store.

Konklusjon

Følgende mineraler utnyttes nå til produksjon av Y-gruppens elementer.

1. Xenotim.
2. Fergusonitt (Euxenitt - Samarskitt).
3. Branneritt.
4. Gadolinitt.
5. Zirkon.

Reservene for alle disse mineralene må betraktes som små, unntatt for Zr.

Hovedproduksjonen av Y-gruppens elementer kommer derfor som et bi-produkt av Ce-gruppens mineraler.

Program

Det foreslås at NTNF lar utarbeide en rapport som nevnt i innledningen.

Denne rapporten bør deles inn i 5 avsnitt:

1. En oversikt over norske forekomster av sjeldne jordarters mineraler som kan tenkes å være av interesse for norsk industri, utarbeidet av Norges geologiske undersøkelse.
2. En orientering utarbeidet av IFA om det tekniske utstyr og de laboratorier som finnes ved Institutt for Atomenergi og som ville kunne anvendes for arbeider i laboratorieskala og i pilotmålestokk til

NNF

forskning og forsøk, undersøkelser og analyser av råmaterialer og som ville kunne danne opplegget for en norsk industri på området.

Eventuelle referanser til knowhow og forskere ved IFA som sitter inne med praktisk erfaring og teoretiske kunnskaper på området.

3. En markedsanalyse med oversikt over volum og priser, med spesiell tanke på europeiske forhold, utarbeidet av Parsons & Williams i Danmark.

Oversikten bør også inneholde opplysninger om antatte trends og prognoser for de nærmeste 5 - 10 år.

4. En litteraturoversikt over hva som finnes i Norge av:
 - a) Norske arbeider av vitenskapelig og teknisk art, publisert spesielt når det gjelder forekomstene.
 - b) Periodiske publikasjoner, oversikter, tabeller og andre opplysninger som er offentlig tilgjengelig.
 - c) Spesiallitteratur i bokform på området sjeldne jordarter i norske biblioteker og institusjoner.

Ovenstående materiale tilstilles professor Erämetsä innen 1. februar 1967 som underlag for hans rapport om:

5. De sjeldne jordarters metallurgi, prosesser og anvendelser, med spesiell tanke på norske råmaterialer og ressurser.

Den samlede rapport med disse 5 avsnitt bør så kunne foreligge ferdig 1.7.1967 og redigeres i bokform av en redaksjonskomité.

Professor Erämetsä ble under besøket gitt et antall prøver som han vil analysere ved laboratoriet i Helsinki og man regner med at resultatene blir inkludert og kommentert i hans del av rapporten.

Det vil videre under utarbeidelsen av rapporten bli nødvendig å innhente også andre opplysninger.

NTNF

Budsjett

Professor Erämetsä's besøk i Norge og reiser i forbindelse med disse orienterende samtaler	kr. 5 000,
Tekniske rapporter og analyser	" 20 000,-
300 kg gadolinitt og euxenitt fra A/S Norsk Feltspat Co.	" 15 000,-
Pilotforsøk	" 30 000,-
Trykningsutgifter o.a. i forbindelse med sammenstilling og organisering av rapportene	" 15 000,-
Reiser og konferanser i inn- og utland	" 15 000,-
Sum	<u>kr. 100 000,-</u>

Amanuensis J. Alstad
Inst. for kjerne kjemi
Universitetet i Oslo

Cand.real. P.Chr. Sæbø
Inst. for geologi
Universitetet i Oslo

Siv.ing. O. Braaten
Metallurgisk komité
NTNF

Rapporten tilstilles:

Professor H.O. Erämetsä, Tekniska Högskolan, Finland

Industridepartementet

Institutt for geologi, Universitetet i Oslo

Institutt for kjerne kjemi, Universitetet i Oslo

Norges geologiske undersøkelse

Institutt for Atomenergi

Metallurgisk Institutt, NTH

Norsk Hydro

Christiania Spigerverk

Elektrokemisk

Årdal og Sunndal Verk

Besøk i Norge vedrørende sjeldne jordartsmetaller.

Program for professor H.O. Erämetsä m/frue 25/8 - 30/8-66.

Avreise fra Helsingfors torsdag 25/8 kl. 19.50 med fly (Helsingfors-Stockholm SK 737, Stockholm - Oslo SK 489), ankomst Oslo kl. 21.20.

Et dobbeltværelse med bad reservert på Grand Hotell, Oslo fra torsdag 25/8 til søndag 28/8.

Freitag 26/8:

Samtaler i Forskningsrådet kl. 9.00 - 11.30.

Til stede: Professor H.O. Erämetsä,

professor J. Bugge, Institutt for geologi, Oslo Universitet

professor I. Rosenqvist, " "

cand.real. P.C. Sæbø, " "

cand.real. J. Alstad, Kjemisk Institutt, Avd. D, Kjerne kjemi,

adm.direktør R. Major, Forskningsrådet Oslo Universitet,

direktør R. Nordheim, formann i Metallurgisk komité,

overingeniør O. Braaten, sekretær i Metallurgisk komité.

Lunsj kl. 11.30 - 12.30.

Besøk ved Institutt for Atomenergi, Kjeller, kl. 13.30 - 16.00.

Lørdag 27/8:

Besøk ved Sjøve gruver, Ulefoss i Telemark.

Avreise med bil fra Oslo kl. 8.30, ankomst Sjøve kl. 11.30.

Deltakere: Professor H.O. Erämetsä m/frue,

professor H. Bjørlykke, sjef for Geologisk avdeling
ved Norges geologiske undersøkelse,

direktør P.B. Holmesland, Styrets formann, Sjøve gruver,

overingeniør O. Braaten.

Befaring av gruen kl. 11.30 - 13.30.

Lunsj kl. 14.00 - 15.00.

Retur til Oslo kl. 15.00 - 18.00.

Søndag 28/8:

Avreise fra Oslo kl. 10.05 med fly (SK 302), ankomst Trondheim kl. 11.05.

Omvisning i Nidarosdomen kl. 13.00 - 14.00.

Lunsj kl. 14.00 - 15.00.

Omvisning ved Musikkhistorisk museum, Ringve gård kl. 15.15 - 16.45,
v/ frk. Weerdahl.

Et dobbeltværelse med bad reservert på hotell Britannia for professor H.O. Erämetsä m/frue, fra søndag 28/8 til tirsdag 30/8.

Mandag 29/8:

Samtaler ved Norges geologiske undersøkelse, kl. 19.00 - 12.00.

Til stede: Professor H.O. Erämetsä,

professor M. Brostrup-Müller, Metallurgisk Institutt, Norges tekniske høgskole

professor T. Rosenqvist, " "

professor K. Grjotheim, Institutt for uorganisk kjemi, Norges tekniske høgskole

professor H. Flood, Institutt for silikat- og høytemperaturkjemi, Norges tekniske høgskole

cand.real. P.Chr. Sæbø, Institutt for geologi, Oslo Universitet,

professor H. Bjørlykke, Norges geologiske undersøkelse,

overingeniør O. Braaten, sekretær i Metallurgisk komité.

Lunsj kl. 12.00 - 13.30.

Professor H.O. Erämetsä: Sjeldne jordmetaller, gjesteforelesning ved Metallurgisk Institutt, kl. 14.15 - 15.00.

Tirsdag 30/8:

Retur til Oslo med fly (BU 251) kl. 8.50 - 10.05.

Gjesteforelesning ved Oslo Universitet over emnet: "Naturlig forekomst av promethium", kl. 12.15 - 13.00.

Onsdag 31/8:

Retur til Helsingfors med Finair, kl. 10.40 - 14.00.

AMERICAN POTASH & CHEMICAL CORPORATION
RARE EARTH DIVISION

February 1, 1966

High purity rare earth & yttrium salts

This price list applies to research quantities of high purity rare earth and yttrium salts.

Packaging

The smallest package size available is listed for each item. For most items, standard package sizes are listed.

Please inquire for additional information. Prices for larger quantities on request.

Terms

Terms are net 30 days to those with acceptable credit standing, f.o.b. West Chicago, Illinois.

Rare earth salts

Acetates, carbonates, chlorides, fluorides, nitrates, oxalates, sulfates and other common salts are available at the same price as the corresponding oxide purity with the exception of cerium and lanthanum salts.

The price of materials in less than one pound quantities will be determined by the price corresponding to the amount of material packaged individually.

Prices are subject to change without notice, availability of material, and governmental regulations.

HIGH PURITY RARE EARTH & YTTRIUM SALTS
RESEARCH QUANTITY PRICE SCHEDULE

OXIDE		CODE	Min. Pkg. Gms.	Per Gm. 1 to 99 Gms.	Per Gm. 100 Gm. Pkg.	Per Lb. 1 Lb. Pkg.	Per Lb. 2-99 Lb. Pkg.
Lanthanum...	99.9%	525	10	¢ 0.05	¢ 0.04	¢ 9.50	¢ 7.80
ditto	99.99%	528	10	0.05	0.04	10.80	9.00
ditto	99.997%	529	10	0.15	0.13	35.00	30.00
ditto	99.999%	529.9	5	0.80	0.65	225.00	185.00
Ceric.....	99.9%	217	10	0.05	0.04	9.00	7.50
ditto	99.99%	217.91	5	0.75	0.60	200.00	185.00
ditto	99.999%	217.92	5	0.80	0.65	225.00	200.00
Neodymium	99%	629	10	0.15	0.13	35.00	32.50
ditto	99.9%	629.9	10	0.20	0.15	40.00	37.50
ditto	99.999%	629.92	5	0.95	0.80	295.00	285.00
Praseodymium	99%	726	10	0.20	0.15	40.00	37.50
ditto	99.9%	729.9	10	0.25	0.20	50.00	45.00
ditto	99.999%	729.92	5	1.00	0.85	350.00	330.00
Samarium....	99%	822	10	0.25	0.20	50.00	40.00
ditto	99.9%	823	10	0.30	0.25	60.00	50.00
ditto	99.999%	823.92	5	1.50	0.95	375.00	330.00
Europium....	99.9%	1013	1	3.25	2.00	-----	-----
ditto	99.99%	1014	1	5.50	3.50	1350.00	1350.00
ditto	99.999%	1014.92	1	7.50	5.00	2000.00	2000.00
Gadolinium...	99%	928.9	5	0.40	0.30	85.00	75.00
ditto	99.9%	929.9	5	0.45	0.35	90.00	85.00
ditto	99.99%	929.91	5	1.95	1.30	375.00	300.00
ditto	99.999%	929.92	5	2.50	1.50	500.00	500.00
Terbium.....	99.9%	1805	1	2.50	2.10	925.00	925.00
ditto	99.999%	1805.92	1	5.00	3.50	1400.00	1400.00
Dysprosium...	99%	1703	5	0.55	0.40	105.00	85.00
ditto	99.9%	1705	5	0.65	0.43	125.00	100.00
ditto	99.99%	1705.91	5	2.50	2.10	925.00	925.00
Erbium.....	99%	1303	5	0.60	0.45	155.00	135.00
ditto	99.9%	1305	5	0.70	0.50	175.00	150.00

HIGH PURITY RARE EARTH & YTTRIUM SALTS
RESEARCH QUANTITY PRICE SCHEDULE

			Min. Pkg. Gms.	Per Gm. 1 to 99 Gms.	Per Gm. 100 Gm. Pkg.	Per Lb. 1 Lb. Pkg.	Per Lb. 2-99 Lb. Pkg.
<u>OXIDE</u>		<u>CODE</u>					
Yttrium.....	99.9%	1115	10	0.30	0.20	60.00	50.00
ditto	99.99%	1116	10	0.35	0.25	70.00	60.00
ditto	99.999%	1117	10	1.50	1.00	350.00	330.00
ditto	99.9999%	1118	10	2.50	1.50	500.00	500.00
Holmium	99%	1603	5	0.70	0.50	200.00	190.00
ditto	99.9%	1605	5	0.75	0.55	220.00	210.00
Ytterbium....	99%	1201	5	1.00	0.75	250.00	235.00
ditto	99.9%	1202	5	1.25	1.00	300.00	285.00
Thulium.....	99.9%	1405	1	5.50	5.00	2000.00	2000.00
Lutetium....	99.9%	1505	1	9.00	8.00	3500.00	3500.00
ditto	99.999%	1505.92	1	11.90	10.95	4975.00	4975.00

PRISER PÅ METALLER PR. 15/9-66
FRA

Norges representant:

KOCH-LIGHT LABORATORIES LTD.,
COLNBROOK, ENGLAND

Firma Ingeniør F. Heidenreich
Grønland 2, Oslo 1.

LANTHANUM

Typical analysis showing impurities in p.p.m.

No.	Ce	Cu	Fe	Mn	Si	Ta	O ₂	Ca
hLa16	<100	<100	200	100	100	<100	1600	<100

ELEMENTAL FORMS	Grade	1 G	10 G.	100 G	1 KG.
hLa16 Ingot	3N		£ 4	£ 25	ASK
wLa18 Powder, 150 µ	3N	40/-	£12	£100	ASK
hLa19a Foil, 0,25mm thick	3N	£12	£95	ASK	ASK
hLa19b Foil, 0,025 mm thick	3N	£18	£120	ASK	ASK
hLa20a Wire, 1 mm Ø	3N	£14	£120	ASK	ASK

COMPOUNDS

hLa33 Lanthanum hexaBoride, LaB ₆ , 75u	4N	-	£ 7	£60	ASK
dLa37 " Chloride, anhyd. LaCl ₃	3N	-	-	£15	£130
dLa39b " Fluoride, anhyd. LaF ₃	3N	-	-	£15	£130
hLa46a " Oxide, La ₂ O ₃	5N	£2	£11	£90	ASK
hLa46b " Oxide, La ₂ O ₃	3N	-	-	40/-	£11

CERIUM

Typical analysis showing impurities in p.p.m.

No.	La	Pr	Nd	Ca	Fe	Mg	Mn	P	Si	O ₂
hCe16	<300	<300	<300	200	<1000	<1000	<500	100	300	<100

ELEMENTAL FORMS

hCe16 Ingot	3N	-	£2	£12	£90
hCe19a Foil 0,25 mm thick	3N	£15	£120	ASK	ASK
hCe19b Foil 0,025 mm thick	3N	£21	£185	ASK	ASK
hCe20a Wire, 1 mm Ø	3N	£12	£100	ASK	ASK

COMPOUNDS

dCe37 Cerium Chloride, anhyd. CeCl ₃	3N	-	40/-	£15	£120
dCe39a " Fluoride, " CeF ₃	3N	-	40/-	£10	£90
hCe46a " Oxide, CeO ₂	5N	£2	£12	£100	ASK
hCe46b " Oxide, CeO ₂	3N	-	-	30/-	£10
hCe49 " Silicide, CeSi ₂	2N	-	-	£5	£42

PRASEODYMIUM

Typical analysis showing impurities in p.p.m.

No.	Ca	Cu	Ni	Si	O ₂
hPr16	200	500	200	100	1425

ELEMENTAL FORMS

hPr16 Ingots	2N7	-	£4	£30	ASK
hPr19a Foil, 0,25mm thick	3N	£10	£85	ASK	ASK
hPr19b Foil, 0,025mm thick	3N	£12	£75	ASK	ASK
hPr20a Wire, 1mm Ø	3N	£15	£120	ASK	ASK

COMPOUNDS

dPr37 Praseodymium Chloride, anhyd. PrCl ₃	3N	-	-	£30	ASK
dPr39 " Fluoride, anhyd. PrF ₃	3N	-	-	£30	ASK
hPr46a " Oxide, Pr ₆ O ₁₁	5N	£2	£14	£100	ASK
hPr46b " Oxide, Pr ₆ O ₁₁	3N	-	£2	£13	£115

NEODYMIUM

Typical analysis showing impurities in p.p.m.

No.	Pr	Sm	Ca	Fe	Mg	Ta	H ₂	N ₂	O ₂	
hNd16	<500	<500	500	300	<1000	<1000	10	10	500	
					Grade		1 G	10 G	100 G	1 KG.

ELEMENTAL FORMS

hNd 16 Lumps				3 N	-		£6	£48	ASK
wNd 18 Powder, 250-450 µ				3 N	-		£14	£120	ASK
hNd19a Foil, 0,25mm thick				3 N	£21		£175	ASK	ASK
hNd19b Foil, 0,025 mm thick				3 N	£22		£190	ASK	ASK
hNd20a Wire, 1 mm Ø				3 N	£12		£95	ASK	ASK

COMPOUNDS

hNd33 Neodymium hexaBoride, NdB ₆				4N	£5		£20	£80	ASK
dNd37 " Chloride, anhyd, NdCl ₃				3N	-		£3	£22	ASK
dNd39 " Fluoride, anhyd, NdF ₃				3N	-		-	£25	ASK
hNd46a " Oxide, Nd ₂ O ₃				5N	£2		£12	£100	ASK
hNd46b " Oxide, Nd ₂ O ₃				3N	-		£1	£7	£65

SAMARIUM

Typical analysis showing impurities in p.p.m.

No.	Gd	Eu	Al	Ca	Cu	Fe	Ni	Si	Ta	O ₂
hSm16	200	200	<100	500	<100	200	200	100	<100	2700

ELEMENTAL FORMS

hSm16 Ingots				3N	-		£5	£45	ASK
wSm18 Powder, 250-450 µ				3N	-		£12	£100	ASK
hSm19a Foil, 0.25 mm thick				3N	£20		£70	ASK	ASK
hSm19b Foil, 0.025 mm thick				3N	£18		£145	ASK	ASK

COMPOUNDS

dSm37 Samarium Chloride, anhyd, SmCl ₃				3N	-		-	£30	ASK
dSm39 " Fluoride, " SmF ₃				3N	-		-	£35	ASK
hSm46a " Oxide, Sm ₂ O ₃				5N	£3		£24	£210	ASK
hSm46b " Oxide, Sm ₂ O ₃				3N	-		40/-	£12	£100

EUROPIUM

Typical analysis showing impurities in p.p.m.

No.	Al	Ca	Cu	Fe	Ni	Si	O ₂
hEu16	100	100	200	100	<100	200	3600

ELEMENTAL FORMS

hEu16 Ingots				2N7	£6		£50	ASK	ASK
wEu18 Powder 250-450 µ				3N	-		£60	ASK	ASK
hEu 19a Foil, 0.25 mm thick				3N	£18		£95	ASK	ASK
hEu 20 b Wire, 1 mm Ø				3N	£20		ASK	ASK	ASK

COMPOUNDS

dEu37 Europium Chloride, anhyd, EuCl ₃				3N	-		£30	ASK	ASK
dEu39 " Fluoride, anhyd, EuF ₃				3N	-		£30	ASK	ASK
dEu46a " Oxide, Eu ₂ O ₃				5N	£10		£80	ASK	ASK
dEu46b " Oxide, Eu ₂ O ₃				3N	50/-		£22	£200	ASK

GADOLINIUM

Grade 1 G 10 G 100 G 1 KG

Typical analysis showing impurities in p.p.m.

No	Eu	Y	Al	Ca	Ni	O ₂	Fe
hGd16	<100	500	200	100	500	2600	100

ELEMENTAL FORMS

	Grade	1 G	10 G	100 G	1 KG
hGd16 Ingot	2N5	-	£6	£48	ASK
wGd18a Powder, 250-450µ	3N	40/-	£18	£150	ASK
wGd18b Sponge	3N	20/-	£8	£65	ASK
hGd19a Foil, 0,25 mm thick	3N	£9	£75	ASK	ASK
hGd19b Foil, 0,025 mm thick	3N	£12	£95	ASK	ASK
hGd20a Wire, 1 mm Ø	3N	£12	£95	ASK	ASK

COMPOUNDS

	Grade	1 G	10 G	100 G	1 KG
dGd37 Gadolinium Chloride, anh. GdCl ₃	3N	-	£9	£60	ASK
dGd39 " Fluoride, anh. GdF ₃	3N	-	£10	£65	ASK
hGd46a " Oxide, Gd ₂ O ₃	5N	£4	£35	ASK	ASK
hGd46b " " " " "	3N	15/-	60/-	£24	£200

TERBIUM

Typical analysis showing impurities in p.p.m.

No.	Ca	Fe	Ni	Si	Ta	O ₂
hTb16	200	100	< 100	< 100	< 100	1000

ELEMENTAL FORMS

	Grade	1 G	10 G	100 G	1 KG
hTb16 Ingot	3N	£3	£25	ASK	ASK
wTb 18a Powder, 250-450 µ	3N	-	£65	ASK	ASK
wTb 18b Sponge	3N	£7	£62	ASK	ASK
hTb19a Foil, 0.25 mm thick	3N	£18	£150	ASK	ASK
hTb19b " 0.025 mm thick	3N	£42	ASK	ASK	ASK
hTb20a Wire, 1 mm Ø	3N	£25	£195	ASK	ASK

COMPOUNDS

	Grade	1 G	10 G	100 G	1 KG
dTb 37 Terbium Chloride, anhyd. TbCl ₃	3N	-	£55	ASK	ASK
dTb39 Terbium Fluoride, " TbF ₃	3N	-	£60	ASK	ASK
hTb46a Terbium Oxide, Tb ₂ O ₃	5N	£8	£70	ASK	ASK
hTb46b Terbium Oxide, " "	3N	40/-	£18	£150	ASK

DYSPROSIUM

Typical analysis showing impurities in p.p.m.

No.	Ho	Er	Ca	Cu	Ni	Si	Ta	O ₂
hDy16	500	200	200	100	100	< 100	1000	2000

ELEMENTAL FORMS

	Grade	1 G	10 G	100 G	1 KG
hDy16 Ingots	3N	-	140/-	£55	ASK
wDy18 Powder 250-450µ	3N+	60/-	£18	£130	ASK
hDy19a Foil, 0,25 mm thick	3N	£9	£70	ASK	ASK
hDy19b Foil, 0.025 mm thick	3N	£13	£110	ASK	ASK

COMPOUNDS

	Grade	1 G	10 G	100 G	1 KG
dDy37 Dysprosium Chloride, anhyd. DyCl ₃	3N	-	£8	£60	ASK
dDy39 " Fluoride, " DyF ₃	3N	-	£13	£110	ASK
hDy46b " Oxide, Dy ₂ O ₃	3N	20/-	80/-	£27	£240

HOLMIUM

Typical analysis showing impurities in p.p.m.

No	Y	Al	Ca	Cu	Ni	Si	Ta	O ₂
hHo16	<100	< 100	< 100	< 100	100	< 100	5300	1950

HOLMIUM (forts.)	Grade	1 G	10 G	100 G	1 KG
ELEMENTAL FORMS					
hHo16 Ingots	3N	40/-	£15	£35	ASK
hHo18 Powder 250-450 μ	3N	-	£35	ASK	ASK
hHo19a Foil, 0.25 mm thick	3N	£10	£85	ASK	ASK
hHo19b Foil, 0.025 mm thick	3N	£12	£95	ASK	ASK
hHo20a Wire, 1 mm ϕ	3N	£18	£150	ASK	ASK

COMPOUNDS

dHo37 Holmium Chloride, anhyd. HoCl_3	3N	-	£12	£95	ASK
dHo39 Holmium Fluoride, anhyd. HoF_3	3N	-	£15	£120	ASK
hHo46b Holmium Oxide, Ho_2O_3	3N	20/-	£8	£60	ASK

ERBIUM

Typical analysis showing impurities in p.p.m.

No.	Ho	Tm	Ca	Cu	Ni	Si	Ta	O_2
hEr16	500	200	200	<100	500	<100	500	3400

ELEMENTAL FORMS

hEr16 Ingots	3N	-	£7	£60	ASK
wEr18 Powder 250-450 μ	3N	£7	£55	ASK	ASK
hEr19a Foil, 0.25 mm thick	3N	£20	£175	ASK	ASK
hEr19b Foil, 0.025 mm thick	3N	£13	£100	ASK	ASK
hEr20a Wire, 1 mm ϕ	3N	£13	£100	ASK	ASK

COMPOUNDS

hEr33 Erbium hexaboride ErB_6	4N	£9	£60	ASK	ASK
dEr37 Erbium Chloride, anhyd. ErCl_3	3N	-	-	£90	ASK
dEr39 Erbium Fluoride, anhyd. ErF_3	3N	-	£20	£155	ASK
hEr46b Erbium Oxide, Er_2O_3	3N	30/-	£9	£80	ASK

THULIUM

Typical analysis showing impurities in p.p.m.

No.	Er	Al	Ca	Cu	Fe	Ni	Ta	O_2
hTm16	100	100	1000	100	200	500	6000	2000

ELEMENTAL FORMS

hTm16 Ingots	3N	£9	£70	ASK	ASK
wTm18b Sponge	3N	£30	£265	ASK	ASK
hTm19a Foil, 0.25 mm thick	3N	£75	ASK	ASK	ASK
hTm20a Wire, 1 mm ϕ	3N	£40	ASK	ASK	ASK

COMPOUNDS

dTm 37 Thulium Chloride, anhyd. TmCl_3	3N	-	£100	ASK	ASK
dTm 39 Thulium Fluoride, anhyd. TmF_3	3N	-	£100	ASK	ASK
dTm46b Thulium Oxide, Tm_2O_3	3N	£6	£55	ASK	ASK

YTTERBIUM

Typical analysis showing impurities in p.p.m.

No.	Ca	Cu	Fe	Ni	Ta	O_2
hYb16	200	<100	200	100	<100	1500

ELEMENTAL FORMS

hYb16 Ingot	3N	-	£7	£60	ASK
wYb18 Powder, 250-450 μ	3N	-	£18	£75	ASK
hYb19a Foil, 0.25 mm thick	3N	£18	£160	ASK	ASK
hYb19b Foil, 0.025 mm thick	3N	£16	£90	ASK	ASK
hYb20a Wire, 1 mm ϕ	3N	£18	£125	ASK	ASK

YTTERBIUM (forts.)	GRADE	1 G	10 G	100 G	1 KG
COMPOUNDS					
dYb37 Ytterbium Chloride, anhyd. YbCl_3	3N	-	-	£75	ASK
dYb39 Ytterbium Fluoride, anhyd. YbF_3	3N	-	£30	£125	ASK
hYb 46b Ytterbium Oxide, Yb_2O_3	3N	20/-	£6	£50	ASK

LUTETIUM

Typical analysis showing impurities in p.p.m.

No.	Al	Ca	Cu	Fe	Ni	Si	Ta	O ₂
hLu16	2000	200	< 100	2000	200	< 100	2200	3100

ELEMENTAL FORMS

hLu16 Ingot	3N	£25	£220	ASK	ASK
hLu19a Foil, 0.25 mm thick	3N	£90	ASK	ASK	ASK
hLu20a Wire, 1 mm Ø	3N	£95	ASK	ASK	ASK

COMPOUNDS

dLu37 Lutetium Chloride, anhyd. LuCl_3	3N	£18	£135	ASK	ASK
dLu39 Lutetium Fluoride, anhyd. LuF_3	3N	£20	£150	ASK	ASK
hLu46a Lutetium Oxide, Lu_2O_3	5N	£21	£170	ASK	ASK
hLu46b Lutetium Oxide, Lu_2O_3	3N	£12	£95	ASK	ASK

SCANDIUM

Typical analysis showing impurities in p.p.m.

No.	Dy	Gd	Nd	Y	Al	Ca	Cu	Fe	Ag	C	H	N	O
hSc16a	-	200	-	200	20	10	10	50	-	< 100	< 100	160	206
hSc16b	< 50	200	< 50	200	300	30	1000	60	500	< 100	< 100	150	800

ELEMENTAL FORMS

hSc16a Ingots	3N5	£30	£220	ASK	ASK
hSc16b Ingots	3N	£25	£200	ASK	ASK
hSc19a Foil, 0.25 mm thick	3N	£50	ASK	ASK	ASK
hSc20a Wire, 1 mm Ø	3N	£58	ASK	ASK	ASK

COMPOUNDS

hSc46a Scandium Oxide, Sc_2O_3	5N	£3	£25	ASK	ASK
hSc46b Scandium Oxide, Sc_2O_3	2N8	£2	£12	£95	ASK
hSc 46c Scandium Oxide, Sc_2O_3	97-99%	£2	£12	£95	ASK

YTTRIUM

Typical analysis showing impurities in p.p.m.

No.	Tb	Al	Ca	Cu	Fe	Si	Ta	O ₂
hY16	100	200	100	100	500	100	4400	4300

ELEMENTAL FORMS

hY16 Ingots	3N	-	£9	£80	ASK
wY18a Powder, 250-450µ	3N	-	£15	£40	ASK
wY18b Sponge	3N	45/-	£20	£175	ASK
hY19a Foil, 0.25 mm thick	3N	£15	£120	ASK	ASK
hY19b Foil, 0.025 mm thick	3N	£20	£150	ASK	ASK
hY20a Wire, 1 mm Ø	3N	£14	£110	ASK	ASK

COMPOUNDS

dY37 Yttrium Chloride, anhyd. YCl_3	3N	-	-	£45	ASK
dY39 Yttrium Fluoride, anhyd. YF_3	3N	-	£12	£50	ASK
hY46a Yttrium Oxide, Y_2O_3	6N	£2	£14	£125	ASK
hY46c Yttrium Oxide, Y_2O_3	4N	20/-	£3	£18	£150

AVSKRIFT

A/S Norsk Feldspat Co.

Prof. Per Chr. Sæbø
 Institutt for geologi
 Universitetet i Oslo
 Blindern
 Oslo

NO/SØ

Evje, pr.Kristiansand S. 8.9.1966

Gadolinit og euxenit

På Deres forespørsel pr. telefon kan vi meddele Dem at vi kan skaffe prompt

Ca. Ca. 150 kg gadolinit og
 " 150 " euxenit

Vår pris er i dag kr. 56,- pr. kg gadolinit, og
 kr. 49,- " " euxenit.

Angående videre årsproduksjon av disse mineraler, kan vi meddele at de kan variere svært fra år til år. Vanligvis er de et biprodukt som blir tatt vare på under feltspatproduksjonen. Men i Evje og Iveland er det flere feltspatganger som er rike på gadolinit og euxenit. Disse har vært nedlagt de siste år på grunn av liten etterspørsel etter disse mineraler, men hvis det kan sikres en fast avtaker, tror vi at det kan produseres fra 500 - 1000 kg gadolinit og et lignende kvantum euxenit pr. år. Dette er den sannsynlige produksjon, som kanskje kan bli større, men som også kan bli mindre. Prisen for mineralene spiller her en stor rolle for interessen.

Vi har gjennom mange år hatt enesalg av disse mineralene fra Evje-Ivelandsdistriktet, og vi går derfor ut fra at det ikke blir gjort henvendelser direkte til "småprodusentene" ang. kjøp av overnevnte mineraler, men at alt kjøp foregår gjennom oss. Dette må være en betingelse, og hvis denne blir brutt, lar vi salget gå til våre kunder i utlandet igjen. Vi har nettopp fått inn en etterspørsel som gjelder kjøp av hele årsproduksjonen av gadolinit og euxenit fra et stort firma i utlandet, men vi er mest interessert i å selge innenlands hvis dette er mulig.

Vi håper at De får interesse for disse mineraler, og vi hører gjerne fra Dem.

Med hilsen
 A/S Norsk Feldspat Co.

Søren Østerhus
 (sign.)

Vi vil også takke så meget for arbeidet angående Rødlands analyse.

Norges Teknisk-Naturvitenskapelige
Forskningsråd

GAUSTADALLÉEN 30 - BLINDERN - OSLO 3

TELEFON 69 60 80

RAPPORT FRA STUDIETUR I USA

november/desember 1966

med besøk ved forskningsinstitusjoner
som arbeider med sjeldne jordarter

METALLURGISK KOMITÉ

NORGES TEKNISK-NATURVITENSKAPELIGE FORSKNINGSRÅD

Januar 1967

I N N H O L D

	Side
1. Innledning	1
2. Konklusjon	1
3. Analytiske metoder	2
4. Gruppeseparasjon	5
5. Individuell separasjon	6
6. Råmaterialer	10
7. Metall-framstilling	10
Vedlegg:	
1. Reiseplan	
2. Personregister	
3. Litteraturliste	
4. Notater og skisser over vaske-váske-ekstraksjoner brukt ved pågående utviklingsarbeider i labora- torier i De forente stater.	

RAPPORT FRA STUDIETUR I USA

november/desember 1966

med besøk ved forskningsinstitusjoner
som arbeider med sjeldne jordarter

1. Innledning

Amanuensis J. Alstad og sivilingeniør O. Braaten foretok etter oppdrag fra Metallurgisk komité en reise i USA som omfattet de viktigste forskningssentra som beskjeftiger seg med sjeldne jordarter:

1. Los Alamos Scientific Laboratory, University of California
2. Reno Metallurgy Research Center, Bureau of Mines
3. Institute of Atomic Research, Iowa State University, Ames
4. Argonne National Laboratory, University of Chicago
5. University of Buffalo, Chemistry Division
6. Oak Ridge National Laboratory - A.E.C./Union Carbide
7. Bureau of Mines, Washington D.C., Division of Minerals

Reiseplanen følger som vedlegg til denne rapporten (vedlegg 1). Som vedlegg 2 følger en liste over de personer som vi møtte på turen. Videre følger som bilag til rapporten en litteraturliste over artikler og bøker som vi tidligere ikke var kjent med, men som vi ble gitt under besøk ved de forskjellige institutter (vedlegg 3).

2. Konklusjon

Instrumentparken ved våre institusjoner som kan påta seg masseanalyser av RE-råmaterialer, eventuelt kvalitetskontroll, står ikke kvalitetsmessig tilbake for den tilsvarende apparatur som blir benyttet i US-laboratorier. At en har til rådighet

prinsipielt forskjellige typer av instrumentanalysemetoder, vil styrke påliteligheten av resultatene, idet krysskontroll av metoder og prøver vil fastlegge de enkelte metoders nøyaktighet og begrensning.

Hva angår valg av separasjonsmetode for en teknisk prosess er det helt tydelig at væske-væske-ekstraksjon i mixer-settler ekstraktorer er i rask utvikling i USA. Av de mulige metoder som foreligger, er det vel nettopp på dette området det er naturlig å satse i vårt land. Institutt for Atomenergi har know-how, personale og utstyr til å kunne angripe de ekstraksjonstekniske problemer som er forbundet med utviklingen av teknologien i første fase.

Det bør så snart som mulig tas skritt til å få utdannet mere vitenskapelig personale innen dette område som er av en faglig høy vanskelighetsgrad. Man bør i første omgang (allerede i 1967) ta sikte på å tilby to Postdoctorate Fellowships for amerikanske vitenskapsmenn til å arbeide i Norge og to høyt kvalifiserte norske vitenskapsmenn til 1 - 2 års opphold på ett av de amerikanske forskningsinstituttene som ble besøkt.

3. Analytiske metoder

De metoder vi så anvendt i laboratoriene, ble benyttet til bestemmelse av RE-innhold i mineraler og til kvalitetskontroll under renframstillingen av de enkelte elementer.

På grunn av den store likhet i kjemiske egenskaper kan ikke disse elementene separeres ved hjelp av konvensjonelle kjemiske metoder, og følgelig kan heller ikke klassiske analysemetoder (gravimetri, titrimetri) i alminnelighet anvendes. Analysene blir derfor nærmest uten unntak utført ved bruk av instrumentalmetoder: optisk emisjons- og absorpsjons-spektrografi og fotometri, røntgen fluorescenseanalyse og aktiveringsanalyse.

Optiske emisjonsspektrografer ble ikke brukt til rutineanalyser av RE-elementer i noen av de laboratorier som ble besøkt, selv om laboratoriene var forsynt med slike instrumenter. Spektrografmetoden er meget krevende med alle de forholdsregler som må tas med hensyn til standarder og korreksjoner. Den elektriske bue-utladning som frembringer eksitasjonstemperaturen, er et lite kontrollerbart medium hvor temperaturen varierer irregulært og fører til svingninger i spektrallinjenes intensitetsforhold som er vanskelig å korrigere for. Kompleksiteten av spektrallinjer fra en RE-matriks fører til at flere elementer må identifiseres og bestemmes ved hjelp av linjer som har meget svak intensitet. Disse linjer vil alltid være meget "sårbare" for uidentifiserte forurensninger i matriksen.

Dr. Fassel ved Institute of Atomic Research, Ames, har utviklet en enkel, billig og presis teknikk for eksitasjon av elementene i en flamme som holdes under kontrollerte betingelser. Han bruker en oksygen-acetylenflamme fra en Beckman-brenner som er modifisert slik at han i en sone av flammen har en veldefinert stabil temperatur som genererer frie atomspektra essensielt fri for bakgrunn av jonespektra og diatomiske molekylspektra (REO). De fremkomne spektrallinjer fra en RE-matriks blir dermed så enkle at et ordinært spektrofotometer har tilstrekkelig oppløsningsevne til kvantitative analyser. Denne metode blir derfor brukt til rutineanalyser ved Institute of Atomic Research.

Det er nærliggende å anta at under slike temperaturkontrollerte betingelser vil atomabsorbsjonsmetoden være meget lovende. Dr. Fassel og hans medarbeidere er for tiden sterkt opptatt med å utvikle denne analysemetode, men han hadde selv liten tro på at metoden ville få tilnærmet samme suksess som flammefotometrien har kommet til, enda atomabsorbsjon i prinsippet er en mer følsom metode. I Reno blir atomabsorbsjonsmetoden anvendt for rutineanalyser av Europium. Der benyttes en vanlig kommersiell svelehalebrenner og hydrogen-oksygenflamme. Seleksjonsgrensen for Eu er 2 ppm i en ren løsning og 50 ppm i en RE-blanding. Følsomheten for andre RE-elementer sies å være for liten under disse betingelser.

Røntgenfluorescensanalyse blir brukt til kvalitetskontroll ved separasjonsprosessene for RE-elementer i Reno. Metoden ble også brukt til bestemmelse av RE-fordelingen i bastnæsitt og euxenitt, og analyseavdelingen var for øvrig interessert i å motta mineralprøver fra Norge for RE-bestemmelser. De hadde utført opptil 3 000 analyser i en måned. Apparaturen er et General Electric XRD-5 spektrometer med et 50 keV røntgenrør som genererer wolfram L stråling til eksitering av RE L spektra. RE-prøvene blandes med lithiumcarbide og kvartspulver til en homogen masse. Intensitetene av de respektive spektrallinjer måles ved hjelp av proporsjonaltellere, og 100 sek. eksponering er tilstrekkelig for bestemmelse av intensitetene. I motsetning til kompleksiteten av linjer i en emisjonsspektrograf er L-spektrene ved røntgenfluorescens relativt simple i betraktning av den oppløsningsevne disse instrumentene har. Det er likevel en del grunnleggende eksperimentelle problemer forbundet med nøyaktige analyser av RE-blandinger. Tilstedeværelsen av ett RE-element i matrisen kan forårsake selektiv absorpsjon av fluorescensstrålingen fra et annet. I andre tilfeller kan fluorescenslinjer fra ett element eksitere et annets L-linjer som da måles med forhøyet intensitet. Disse problemer gjør det nødvendig å lage et stort antall standarder av blandinger av kjente konsentrasjoner. Desto nærmere disse standardblandingene er sammensetningen i den aktuelle prøven desto nøyaktigere blir analysen. Nødvendigheten av slike standarder gjør at metoden blir både tidskrevende og dyr. Men for binære blandinger vil vanskelighetene være meget små og metoden er derfor vel egnet for kvalitetskontroll.

I Reno blir yttrium analysert rutinemessig ved bruk av kjerneeksitasjon. En Cockroft-Walton maskin er til disposisjon for generering av 14 MeV nøytroner. Disse frembringer reaksjonen $^{88}\text{Y}(n,h)^{88m}\text{Y}$ som de-eksiteres ved utsendelse av 0,91 MeV gamma med 16 sek. halveringstid. Et rørpostsystem overfører prøven fra bestrålingsposisjon til en brønnekrySTALL γ -detektor, og hele operasjonen innbefattet bestråling, transport og γ -telling tar ett minutt pr. prøve. Ved den fluks som er for hånden, $5 \cdot 10^7 \text{ n/cm}^2 \cdot \text{sek.}$, er følsomhetsgrensen for Y i en

prøve 100 ppm. Tilsvarende hurtige metoder for aktiveringsanalyser av Ce, Pr, Nd, Sm, Tb og Er er utarbeidet av laboratoriet i Reno. Disse elementene aktiveres v.h.a. $n,2n$ -reaksjoner og følsomhetsgrensen er ca. 300 ppm bortsett fra cerium hvor den er som for yttrium. 14-MeV nøytron aktiveringsanalyser er derfor ikke følsom nok for alle formål, og er dessuten ikke egnet for bestemmelse av alle RE-elementer. Blant de ovenfor nevnte elementer metoden er anvendbar på, foreligger det sammenfallende gammalinjer og halveringstider, slik at en får vanskeligheter når visse av elementene finnes i samme prøve.

Det er vel kjent at non-destruktiv termisk nøytronaktivering anvendt i forbindelse lithiumdrifted germanium-detektorer er under full utvikling verden over. Det er derfor påfallende at i de to laboratoriene, hvor en stor del av virksomheten er sterkt avhengig av en mengde analyser, er ikke denne metode tatt i betraktning. I Reno ble det opplyst, på forespørsel, at de hadde ikke muligheter til å ta opp denne form for analyser da de manglet en uranreaktor i rimelig nærhet. I Ames ble dessverre tiden for knapp til å besøke det radio-kjemiske laboratoriet ved reaktoren, hvor det i tilfelle skulle ventes denne form for analytisk forskning. Det kan dessuten bemerkes at disse laboratoriene har vært nødt til å utvikle sine analysemetoder i en tidsperiode før germaniumdetektorene ble tilgjengelige.

4. Gruppeseparasjon

Til analytiske formål er "mixed solvent"-jonebytting kjent fra litteraturen som en effektiv metode for separasjon av RE-gruppen fra andre elementer, særlig calcium og thorium. Aktive forskere på dette område, dr. Fritz (Ames) og dr. Stewart og dr. Farris (Argonne) hadde for tiden ingen arbeider i gang langs disse linjer, men dr. Fritz arbeidet med separasjon av RE-elementer fra calcium ved å adsorbere disse på en kolonne av cellulose-

fosfat og eluere med fortynnet saltsyre. Han finner en separasjonsfaktor = 100 mellom europium og calcium.

Reno og Ames som renframstiller kilogram-mengder av de enkelte RE-elementer engasjerer seg ikke i problemer forbundet med nedbrytingen av RE-mineraler og gruppeisolasjon. Ames kjøper sitt råmaterial som RE_2O_3 , mens Reno benytter bastnæsitt og euxenitt som blir behandlet med kaustisk soda, henholdsvis svovelsyre. Detaljer fra disse prosesser er beskrevet i rapportene RI 6381 og RI 6577.

5. Individuell separasjon

Jonebyttermetoden. Det store jonebytteranlegget i Ames for produksjon av kilogram-mengder RE-elementer består av en serie på 12 kolonner i rustfritt stål, hver ca. 36 tommer i diameter og 12 fot høy. De 4 første kolonnene brukes til å adsorbere blandingen av RE-elementer som skal separeres. Den 5. kolonnen som er på kopperform kobles til når eluering med 0,015M EDTA starter. Lu, Yb, Tm, Er og tildels Ho kommer ut atskilt fra den 5. kolonnen og kan tas ut av prosessen. Den 5. kolonne blir nå tilkoblet de resterende som er på Zn-form og hvor Dy, Y, Tb etc. opp til La blir separert. Zink-jonenes oppgave er å holde RE-jonene igjen på jonebytteren slik at elusjonen ikke går for raskt, men zink kan ikke holde igjen de tyngste elementene, så for disse må benyttes kopper. Men med jonebytteren på kopperform, lar ikke den forbrukte mengde EDTA i elueringsvæsken seg gjenvinne. Derimot blir både Zn og EDTA gjenvunnet i siste del av prosessen. Den lettere del av RE-elementene elueres ut etter en oppholdstid på 1 til 2 måneder i kolonnene og kommer ut i en konsentrasjon på ca. 0,2 g/l i eluatet, hvorfra de felles ut med oxal-syre.

Jonebyttertechnikken er en effektiv og generell metode til å separere RE-blandinger, men metoden er ikke tilfredsstillende

når det gjelder cerium og europium-gadolinium. En liten brøkdel av cerium vil foreligge i valenstrinn 4 og elueres hurtigere gjennom kolonnene enn den 3-verdige tilstand. Derfor vil de tyngre elementene bli noe kontaminert med cerium. For å unngå dette er det nødvendig å ekstrahere cerium fra RE-blandingen før jonebytter-separasjonen. Separasjonsfaktoren for naboelementene Eu-Gd er ikke større enn 1,05-1,1, og disse elementene blir ikke atskilt ved elueringen, men separeres ved en egen prosess basert på valensforandring av europium.

En ny "pilot plant" som vi så i virksomhet ved Ames, var plassert i et varmeisolert rom som ble holdt ved 92° C. Da stabilitetene av RE-EDTA-kompleksene avtar med stigende temperatur, er det mulig å foreta jonebytterseparasjonen uten at jonebytteren er på kopperform. Separasjonsfaktorene for de tyngste elementene er dessuten større ved høy temperatur. En oppnår derfor to fordeler: kolonnelengden kan reduseres og all EDTA blir gjen-
vunnet.

Ekstraksjonsmetoden. Det generelle inntrykk en fikk av jonebyttermetoden er at den er en meget langsom prosess og forbruker kostbare kjemikalier. Det er derfor et slående trekk ved dagens situasjon at Reno, Ames og Oak Ridge arbeider intenst med utvikling av ekstraksjonsmetoder for RE-separasjoner.

Karakteristisk er også en opplysning dr. Bauer i Reno kom med om at Michigan Chem. Co. har sikret seg rettighetene til å utnytte en ekstraksjonsmetode basert på et britisk patent som kostet 200 000 dollar i innkjøp og 1,5% av bruttoinntekten av produksjonen i årlig avgift.

Pulskolonner av flere meters lengde har vært prøvet for RE-separasjoner både i Reno og Ames. Begge steder er denne approach forlatt, da det oppnås for få ekstraksjonstrinn. I Reno var f.eks. lengden på kolonnen 6 fot og det fremkom en fraksjonering svarende til bare 3 ekstraksjonstrinn. Dr. Smutz i Ames har 80 plater i sin pulskolonne og har undersøkt TBP-HNO₃ systemet på en monazitt RE-blanding. Han oppnådde 5 teoretiske trinn. Interessen er nå sterkt konsentrert om

"pilot plants" basert på mixer-settler-prinsippet. Det benyttes 100-200 ml celler for ekstraksjon av noen gram av de enkelte RE-elementer. I Ames og Oak Ridge baserer de prosessen på di (2-etyl-hexyl) fosforsyre (D2EHPA) som ekstraksjonsmiddel. Dette reagens tvinger dem til å arbeide med meget tynne løsninger for å unngå dannelsen av en 3dje fase. I Reno mener de dette forhold er et alvorlig drawback og undersøker langkjedete aminer som ekstraksjonsmidler, hvor de håper å kunne arbeide med "heavy load".

Dr. Smutz's vaske-ekstraksjonsgruppe i Ames utfører et imponerende arbeid over problemet å bestemme separasjonen som oppnås under gitte ekstraksjonsbetingelser. De benytter elektroniske regnemaskinmetoder for å beregne prosessen for et utall av variable ekstraksjonsparametre. De arbeider dessuten med økonomiske beregninger av prosessen for å finne de optimale betingelser som gir størst utbytte for en gitt investering. Disse studiene blir anvendt på ekstraksjonssystemene $\text{TBP-HNO}_3\text{-RE(NO}_3)_3\text{-H}_2\text{O}$ og $\text{D2EHPA-HCl-RECl}_3\text{-H}_2\text{O}$, og detaljene i disse arbeider er ment å bli offentliggjort i "Separation Science" for desember 1966. En mixer-settler ekstraktor beregnet for D2EHPA-systemet er blitt utviklet for pilot plant eksperimenter. Den er en modifisert Denver Corporation type og skal ha en kapasitet på 1 pund RE_2O_3 pr. time. Detaljer av konstruksjonene ble lovet tilsendt og vil for øvrig bli offentliggjort i J. Inorg. Nucl. Chem.

I Oak Ridge studerer Crouse og Weaver RE-separasjon i en mixer-settler ekstraktor som ikke arbeider etter counter current-prinsippet, men har en stasjonær organisk fase. Volumet i hver celle er 75 ml hvor den organiske fase er 0,5M D2EHPA i Amsco 125-82 og vannfasen som strømmes gjennom ekstraksjonssystemet med en hastighet på 1 ml/min., har en HNO_3 -gradient. Den aktuelle feedløsning som undersøkes inneholder 3,5 g Nd/l, 3,5 Pr/l og 0,2 g Eu/l. I ekstraktoren bestående av 10 trinn tar det ca. 6 timer før første element kommer ut.

Potensielle separasjonsmetoder. Peppard og medarbeidere i Argonne har utført et imponerende pionerarbeid med sine ekstraksjonsundersøkelser av organofosfor-forbindelser. De skreddersydde ekstraksjonsmidler som de har syntetisert og undersøkt på RE-separasjon har vært helt grunnleggende for de large-scale separasjoner som nå er under full utvikling. De undersøkelser som er utført på fortynnere av ekstraksjonsmidler for å unngå polymerisasjon og geldannelse ved "heavy load", har ikke gitt noen endelig løsning av problemet. Erfaringene har vist at generelt er rett-kjedete fortynnere bedre enn aromatiske. Peppard mener nå å ha undersøkt alle mulige fosfor-forbindelser som kan komme på tale som ekstraksjonsmidler for RE-separasjoner. Hans gruppe er nå i ferd med å skreddersy organosvovelsyrer som analogt til fosforforbindelsene ansees som potensielle ekstraksjonsmidler. Foreløpig kunne de ikke vise til resultater av slike undersøkelser, men en må være klar over den potensielle betydning de kommende arbeider fra dette laboratoriet vil få.

Dr. Crouse, Oak Ridge, undersøker for tiden mulighetene av å anvende ekstraksjonskromatografi (reversed phase chromatography) til "large scale" separasjon av RE-elementer. Dette prosjektet er i tråd med de løpende mixer-settler studiene, idet det benyttes D2EHPA absorbert på chromosorb P som fast fase og HNO_3 -gradient i elusjonsmidlet. En 2^{1/2} tommer lang kolonne er i bruk for å studere separasjonseffekten for 32 g RE-blanding (Pr, Nd og Eu).

En unik separasjonsstudie blir gjort i Los Alamos av dr. Onstott. Prinsippet er en elektrolyse av RE-joner fra en vandig løsning inn i lithiumamalgan. Ved å anvende et kompleksierende middel i elektrolytten oppnås separasjonsfaktorer som står i en særklasse sammenliknet med andre metoder. Prinsippet er ikke utviklet for separasjoner i teknisk skala ennå, men har absolutt potensielle muligheter, idet en tydeligvis kan trekke ut ett element etter tur fra en RE-blanding. Største problemet ved å anvende metoden er sannsynligvis den store kapitalkostnaden som den nødvendige kvikksølvmengden forårsaker.

6. Råmaterialer

De utgangsmaterialer forskningsinstitusjonene i USA benytter for framstilling av RE-elementer i teknisk skala er monazitt, bastnæsitt og euxenitt. Klassifisering av nye, potensielle råmaterialer utføres av Bureau of Mines og U.S. Geological Survey i Washington. En interessant nyhet her er at undersjøiske apatitt-forekomster utenfor Florida blir betraktet som en industriell råstoff-kilde for RE, enda RE-innholdet i apatitten bare er av størrelsesorden 0,01-0,1%. Apatitten anvendes til fosforsyreproduksjon, og RE vil kunne tas ut som biprodukt i prosessen. Til sammenlikning er det naturlig å nevne Kola-apatitten som brukes til framstilling av kunstgjødning og som inneholder 0,7-0,8% RE.

7. Metall-framstilling

I Ames framstilles fortsatt metallene etter samme metode som ble benyttet under det pionerarbeidet dette laboratorium har utført på området. Metallisk calcium brukes til reduksjon av de lettere elementers fluorider, mens metallisk lanthan er reduksjonsmidlet for de tyngre.

I Reno drives et imponerende utviklingsarbeid med elektrolytisk reduksjon. Det benyttes et tantalkar med flytende lithiumfluorid ved høy temperatur hvor de respektive RE_2O_3 oppløses og elementene reduseres på en grafittkatode hvor de avsettes i smeltet tilstand og drypper ned i bunnen av elektrolysekarret og tappes ut. Elektrolyseceller for henholdsvis mg, g og kg-mengder er for tiden under utvikling og prøvedrift.

Amanuensis J. Alstad
Inst. for kjerne kjemi
Universitetet i Oslo

Siv.ing. O. Braaten
Metallurgisk komité
NTNF

Tirsdag 22. nov. 1966	Reise Oslo - Los Alamos, New Mexico.
Onsdag 23. nov. - Torsdag 24. nov.	Samtale med Dr. Darleane C. Hoffman, Aqueous electrolytic extraction, E.I. Onstott, Los Alamos Scientific Laboratory, Los Alamos, New Mexico.
Torsdag 24. nov.	Reise Los Alamos - Reno, Nevada.
Fredag 25. nov. - Lørdag 26. nov.	Samtale med Supervisory chemical research engineer D.J. Bauer, Reno Metallurgy Research Center, Bureau of Mines, Reno, Nevada.
Søndag 27. nov.	Reise Reno - Ames, Iowa.
Mandag 28. nov. - Tirsdag 29. nov.	Samtale med professor Frank H. Spedding, Jack E. Powell, A.H. Daane og James S. Fritz. Institute of Atomic Research, Iowa State University, Ames, Iowa.
Onsdag 30. nov.	Reise Ames - Argonne, Illinois (utenfor Chicago).
Onsdag 30. nov. - Torsdag 1. des.	Samtale med Dr. D.F. Peppard, Argonne National Laboratory, Argonne, Illinois.
Torsdag 1. des.	Reise Argonne - Niagara Falls, New York.
Fredag 2. des.	Samtale med Mr. Sturges, Carborundum Co. (vedr. Plasma-gruppens forskningsprogram, kfr. søknad B 1623).
Fredag 2. des.	Reise Niagara Falls - New York, N.Y.
Lørdag 3. des. - Søndag 4. des.	Fri
Mandag 5. des.	Reise New York - Philadelphia, Pennsylvania.
Mandag 5., Tirsdag 6. og Onsdag 7. des.	Deltagelse i Operating Metallurgy Conference and Exposition. American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers (A.I.M.E.). Braaten sammen med to andre ingeniører fra Elektrokemisk presenterer foredrag ("Special Arcs Group Technical Session").
Onsdag 7. des.	Reise Philadelphia - Oak Ridge, Tennessee.
Torsdag 8. des.	Samtale med Mr. D.G. Crouse, Group leader Separation Processes, Chemical Technology Division, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
Torsdag 8. des.	Reise Oak Ridge - Washington D.C.
Fredag 9. des.	Samtale med John G. Parker, Commodity Specialist, Bureau of Mines, Division of Minerals.
Søndag 11. des.	Reise Washington D.C. - New York.
Mandag 12. des.	Reise New York - Oslo

Personregister

over forskere som ble kontaktet under USA-besøket 23.11 - 13.12.66

Los Alamos Scientific Laboratory:

R.J. Bard	Section leader
Edward I. Onstott	Electrochemical Separations
Earl I. Head	Carbonate Precipitations
W.P. Ellis	Metallic Surface Phenomena
Darleane C. Hoffman	Los Alamos Radiochemistry Group

Reno Metallurgy Research Center, Bureau of Mines, Reno, Nev.:

Thomas A. Henrie	Director
Ronald E. Lindstrom	Supv. Chem. Research Engineer
Donald J. Bauer	" " " "
Howard H. Heady	" " " "
Morse	

Ames Laboratory:

Frank H. Spedding	Director
Morton Smutz	Deputy Director
Charles V. Banks	Analytical Section Chief
Velmer A. Fassel	Spectrochemical Section Chief
James S. Fritz	Senior Chemist
Jerome W. O'Laughlin	Associate Scientist
Jack Powell	Senior Chemist
Karl A. Gschneider, jr.	Metallurgist
Bernhard J. Beaudry	Associate Scientist

Argonne National Laboratory:

Donald F. Peppard	Senior Chemist, Chemical Division
G.W. Mason	" " " "
D.C. Stewart	" " " "
Andrew F. Stehney	High Energy Nuclear Chemistry
Ellis P. Steinberg	Group Leader " "

University of Buffalo:

Jacob A. Marinsky	Professor, Chemistry Division
-------------------	-------------------------------

Oak Ridge National Laboratory:

E.J. Crouse

Reactor Chemistry Division

C.F. Weaver

" " "

Bureau of Mines, Washington:

L. Nahai

Chief Specialist, West Europe Area

John G. Parker

Commodity Specialist

F.H. Klinger

Area Specialist, West Europe

Litteraturliste

ANALYSE

- D.C. Stewart and Dorothy Kato, Analysis of rare earth mixtures by a recording spectrophotometer, Anal. Chem. 30, No. 2, 164 (1958).
- Farrel W. Lytle and Howard H. Heady, X-ray emission spectrographic analysis of high-purity rare earth oxides, Anal. Chem. 31, No. 5, 809 (1959).
- K.R. Stever, J.L. Johnson and H.H. Heady, X-ray fluorescence analysis of tungsten-molybdenum metals and electrolytes, Advances in X-ray Analysis 4, 474.
- K.G. Broadhead, D.E. Shanks and H.H. Heady, 14-MeV-neutron production of isomeric states for several rare-earth elements, Phys. Rev. 139, No 6B, B1525 (1965).
- A.B. Whitehead, B.C. Piper and H.H. Heady, Suppression of selective volatilization in a method for the spectrographic analysis of lanthanum, Appl. Spectroscopy 20, No. 2, 107 (1966).
- K.G. Broadhead, D.E. Shanks and H.H. Heady, Fast-neutron activation analysis in molten salt electrometallurgical research, Modern Trends in Activation Analysis, p. 39.
- Farrel W. Lytle, James I. Botsford and Henry A. Heller, X-ray emission spectrographic analysis of bastnaesite rare earths, RI 5378 (1957).
- L. Allan White, Margaret Cerring and Dorothy S. de La Haba, Spectrographic analysis of rare-earth elements, RI 5454 (1959).

- J.L. Potter, James E. Murphy and Howard H. Heady, Oxygen analysis of mixed fluoride salts, RI 6050 (1962).
- A.B. Whitehead and Howard H. Heady, Spectrographic analysis of cerium by a carrier distillation technique, RI 6091 (1962).
- H.J. Seim, Joseph L. Johnson, K.R. Stever and H.H. Heady, Ion exchange separation and instrumental analysis of impurities in rare-earth metals, RI 6097 (1962).
- K.G. Broadhead and H.H. Heady, Radiotracer applications in electrometallurgical processing, RI 6195 (1963).
- Kenneth G. Broadhead and Howard H. Heady, Radiochemical precipitation studies of rare-earth oxalates, RI 5783 (1961).
- C.V. Banks, J.L. Spooner and J.W. O'Laughlin, Differential Spectrophotometric Determination of Neodymium in Neodymium-Yttrium Mixtures, Anal. Chem, 28, 1894 (1956).
- C.V. Banks, J.L. Spooner and J.W. O'Laughlin, Differential Spectrophotometric Determination of Rare Earths, Anal, Chem. 30, 458 (1958).
- A.P. D'Silva, R.N. Kniseley, V.A. Fassel, R.H. Curry and R.B. Myers, Analytical Applications of the Flame Spectra of the Rare Earth Elements and Scandium, Anal, Chem, 36, 532 (1964).
- A.P. D'Silva, R.N. Kniseley and V.A. Fassel, The Premixed Fuel-Rich, Oxyacetylene Flame in Flame Emission Spectrometry, Anal. Chem. 36, 1287 (1964).

C.V. Banks and D.W. Klingman, Spectrophotometric Determination of Rare Earth Mixtures, Anal. Chem. Acta 15, 356 (1956).

V.A. Fassel, Analytical Spectroscopy of the Rare Earths, Anal. Chem. 32, 19A (1960).

GRUPPESEPARASJON

D.C. Stewart, Controlling rare-earth separations by means of varying resin column operating temperatures, J. Inorg. and Nucl. Chem. 4, 131 (1957).

Van E. Shaw, Donald J. Bauer and John M. Gomes, Extraction of yttrium and rare-earth elements from a euxenite carbonate residue, RI 5521 (1959).

D.J. Bauer and V.E. Shaw, Metathesis of bastnasite and solvent extraction of cerium, RI 6381 (1964).

Van E. Shaw and D. J. Bauer, Extraction and separation of rare-earth elements in Idaho euxenite concentrate, RI 6577 (1965).

D.C. Stewart, C.A.A. Bloomquist and J.P. Faris, Nitric acid-organic solvent mixtures for separation of plus-three actinides on anion resins, Argonne National Laboratory 6999, (February 1965).

Earl L. Head and Charles E. Holley, jr., The Preparation and Thermal Decomposition of the Carbonates of Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Y and Sc, University of California, Los Alamos Scientific Laboratory, p. 707.

Earl L. Head and Charles E. Holley, Jr., The Preparation and Thermal Decomposition of Some Rare Earth Carbonates, University of California, Los Alamos Scientific Laboratory, p. 52.

E.L. Head, Preparation of the carbonates of the rare earths from some of their organic acid salts, Inorg. Nucl. Chem, Vol. 2, pp. 33-37 (1966).

INDIVIDUELL SEPARASJON

D.F. Peppard, G.W. Mason, W.J. Driscoll and R.L. Sironen, Acidic esters of orthophosphoric acid as selective extractants for metallic cations-tracer studies, J. Inorg. and Nucl. Chem, 7, 276 (1958).

D.F. Peppard, G.W. Mason and I. Hucher, Acidic esters of phosphonic acid as selective extractants for metallic cations-selected M (III) tracer studies, J. Inorg. and Nucl. Chem. 18, 245 (1961).

J.R. Ferraro, G.W. Mason and D.F. Peppard, Molecular weight studies of several organophosphorus acids, J. Inorg. and Nucl. Chem. 22, Nos. 3/4, 285 (1961).

D.F. Peppard, E.P. Horwitz and G.W. Mason, Comparative liquid-liquid extraction behaviour of europium (II) and europium (III), J. Inorg. and Nucl. Chem. 24, 429 (1962).

G.W. Mason, S. Lewey and D.F. Peppard, Extraction of metallic cations by mono-acidic orthophosphate esters in a monomerizing diluent, J. Inorg. and Nucl. Chem. 26, 2271 (1964).

D.F. Peppard, G.W. Mason and C.M. Andrejasich, Variation of the pK_A of $(X)(Y)PO(OH)$ with X and Y in 75 and 95 per cent ethanol, J. Inorg. and Nucl. Chem. 27, 697 (1965).

- D.F. Peppard, G.W. Mason and G. Giffin, Extraction of selected trivalent lanthanide and actinide cations by Bis(hexoxy-ethyl) phosphoric acid, J. Inorg. and Nucl. Chem. 27, 1683 (1965).
- J.R. Ferraro, D.F. Peppard and G.W. Mason, Physical studies of organophosphorus acids of the type $(RO)PO(OH)_2$ and $(R)PO(OH)_2$, J. Inorg. and Nucl. Chem. 27, 2055 (1965).
- D.F. Peppard, G.W. Mason and S. Lewey, Di n-octyl phosphinic acid as a selective extractant for metallic cations, Selected M(III) and M(IV) tracer studies, J. Inorg. and Nucl. Chem. 27, 2065 (1965).
- G.S. Rao, G.W. Mason and D.F. Peppard, Extraction of selected metallic cations by Di-acidic phosphorus-based extractants, $XPO(OH)_2$, in a ketone diluent, J. Inorg. and Nucl. Chem. 28, 887 (1966).
- D.F. Peppard and G.W. Mason, Some mechanism of extraction of M(II), (III), (IV) and (VI) metals by acidic organophosphorus extractants, Nucl. Sci. and Engineering 16, No. 4, 382 (1963).
- M.A. Mandil, G.W. Mason and D.F. Peppard, Mutual separation of yttrium-91 and promethium-147 by countercurrent solvent extraction in pulse column, I and EC Process Design and Development 2, 106 (1963).
- D.A. Douglass and D.J. Bauer, Liquid-liquid extraction of cerium, RI 5513 (1959).
- R.E. Lindstrom, Separation of rare-earth elements in bastnasite by ion exchange, RI 5523 (1959).
- D.J. Bauer, Development of equipment and process for extracting cerium(IV), RI 5536 (1959).

- D.J. Bauer, A.C. Rice and J.S. Berber, Liquid-liquid extraction of rare-earth elements, RI 5570 (1960).
- R.E. Lindstrom, J.O. Winget and J.S. Berber, Effect of temperature in ion-exchange separation of rare-earth elements and recovery of EDTA from effluent solutions, RI 5879 (1961).
- A.C. Rice and C.A. Stone, Amines in liquid-liquid extraction of rare-earth elements, RI 5923 (1962).
- R.E. Lindstrom and J.O. Winget, Hydrogen as a retaining ion for rare-earth separation by ion exchange with EDTA and DCTA, RI 6131 (1962).
- A.C. Rice, Chelating agents in separation of rare-earth compounds by solvent extraction with amines, RI 6205 (1963).
- D.J. Bauer and A.C. Rice, Yttrium behaviour in rare-earth-amine extraction systems and effect of sequestrants, RI 6242 (1963).
- D.J. Bauer and R. E. Lindstrom, Naphthenic acid solvent extraction of rare-earth sulfates, RI 6396 (1964).
- J.O. Winget, Separation of the lanthanide series and yttrium using phosphonic and iminodiacetic acid resins, RI 6510 (1964).
- J.G. Eisele and D.J. Bauer, Extraction and separation of rare-earth elements and yttrium with dodecyl phosphoric acid-kerosine solvent, RI 6601 (1965).
- D.J. Bauer, Extraction and separation of selected lanthanides with a tertiary amine, RI 6809 (1966).

- J.W. O'Laughlin, G.J. Kamin and C.C. Banks, Reversed-phase paper chromatography of the rare earths, thorium and uranium using methylenebis(DI-n-hexylphosphine oxide) as the stationary phase, *J. of Chromatography* 21, 460 (1966).
- Kurt Wolfsberg, Determination of Rare Earths in Fission Products by Ion Exchange at Room Temperature, *Anal. Chem.* 34, 518 (1962).
- J.E. Powell and D.L.G. Rowlands, The Successive Stabilities and Proposed Models of the Rare Earth 1-Hydroxycyclopentane-carboxylic Acid Chelates, *Inorg. Chem.* 5, 819 (1966).
- F.H. Spedding, J.E. Powell, A.H. Daane, M.A. Hiller and W.H. Adams, Methods for Preparing Pure Scandium Oxide, *Journal of the Electrochemical Society*, Vol. 105, No. 11, (November, 1958).

RÅMATERIALE

- Charles D. Hoyt, The mineral industry of Norway, *Minerals Yearbook*, IV, 661 (1963).
- J.M. West, The mineral industry of Norway, *Minerals Yearbook*. Volume 1, 1 (1964).
- Z.S. Altschuler, Sol Berman and F. Cuttitta, Rare earths in phosphorites: Geochemistry and potential recovery; A study in economic geochemistry, U.S. Geological Survey, Open File Report No. 857 (1966).

METALL-FRAMSTILLING

- Karl A. Gschneidner, Jr., The application of vacuum metallurgy in the purification of rare-earth metals, Trans. Vacuum Metallurgy Conference, p. 99 (1965).
- Ronson Metals Corp., Ronson Metals Completes Plant Expansion Program, American Metal Market, Dec. 1, 1966.
- T.A. Henrie, Electrowinning rare-earth and uranium metals from their oxides, Journal of Metals, 978, December, 1964.
- E. Morrice, B. Porter, E.A. Brown, C. Wyche and R.G. Knickerbocker, Electrowinning cerium-group and yttrium-group metals, RI 5868 (1961).
- E. Morrice, J. Darrah, E. Brown, C. Wyche, W. Headrick, R. Williams and R.G. Knickerbocker, Metallurgical laboratory data on reduction and refining of ceric oxide and cerous fluoride to cerium ingot, RI 5549 (1960).
- D.G. Kesterke, D.C. Fleck and T.A. Henrie, Direct electrolysis of uranium dioxide to uranium metal in fluoride melts, RI 6436 (1964).
- Bernard Porter, R.E. Meaker and T.A. Henrie, Reaction rate of uranium metal with uranium tetrafluoride in molten fluoride solutions, RI 6736 (1966).
- Bernard Porter and E.A. Brown, Determination of oxide solubility in molten fluorides, RI 5878 (1961).
- E. Morrice, C. Wynche and T.A. Henrie, Electrowinning molten lanthanum from lanthanum oxide, RI 6075 (1962).
- D.G. Kesterke, D.C. Fleck and T.A. Henrie, Fused-fluoride electrowinning of thorium-base alloys, RI 6789 (1966).

E.S. Shedd, J.D. Marchant and T.A. Henrie, Continuous electro-winning of cerium metal from cerium oxides, RI 6362 (1964).

E.S. Shedd and T.A. Henrie, Preparation of Stable Cerous Oxide, Reno Metallurgy Research Center, Bureau of Mines, p. 22-27.

GENERALT

Ames Laboratory Staff (1966).

Ames Laboratory, List of publications 1963-1964.

Ames Laboratory, List of publications 1964-1965.

U.S. Atomic Energy Commission, Div. of Techn. Information, Rare Earths, The fraternal fifteen (1964).

Iowa State University, Fifth Rare Earth Research Conference, Book One: Spectra symposium session S-1 and spectra session S-2. (1965). Book Two: Solid state session P-1. Book Three: Chemistry session C. Book Four: Solid state session P-2. Book Five: Metallurgy session M. Book Six: Solid state session P-3.

Rare-Earth Information Center, Ames, Laboratory.

RIC Newsletter, 1, Nos. 1, 2, 3.

Bibliography on Rare Earths.

Some Commercial Companies who Supply Rare Earths.

Corrections to the List Concerning Commercial Companies Which Supply Rare Earths.

Notater og skisser

over væske-væske-ekstraksjoner og ekstraktorer brukt ved pågående utviklingsarbeider i laboratorier i De forente stater.

Dr. M. Smutz, Ames Laboratory

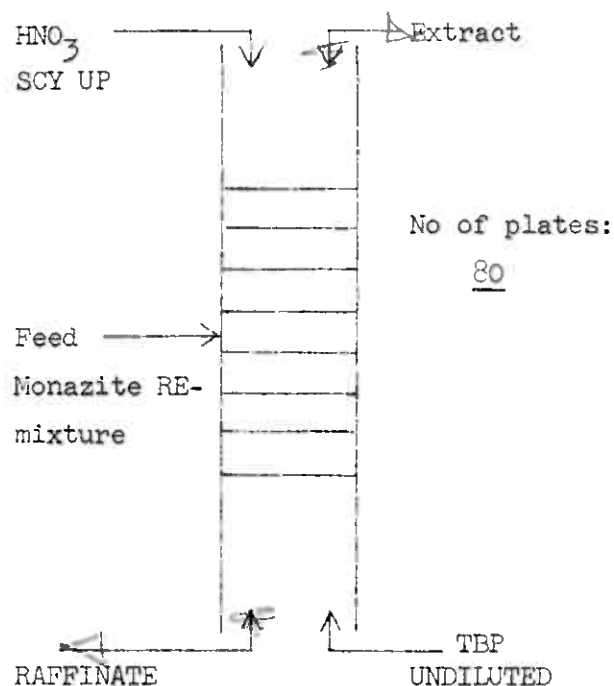
Pulsed column

Countercurrent extraction

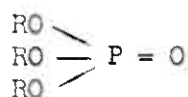
Conditions varied: pulslength, frequency, etc.

No. of theoretical stages obtained = 5

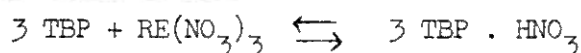
Not more in use for technical development



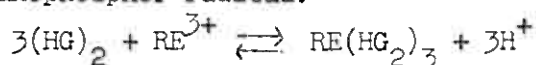
General type of extracting agent:



Extraction of nitrates:



Organophosphoric acid as a liquid ion exchanger: HG where G is the organophosphor radical.



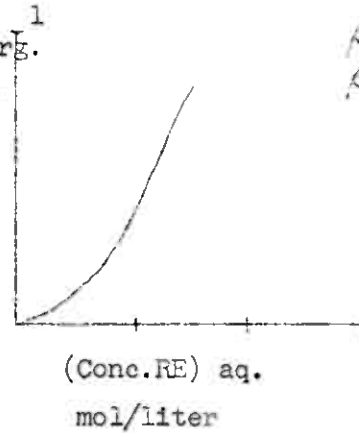
This extraction mechanism is valid for HCl aqueous phase. This extraction process is another type in NO_3^- and ClO_4^- media.

(Found by dr. Smutz's group).

Computer methods used to evaluate separation under given conditions.

Extraction conditions in
TBP system at given
separation factors

$(\text{Conc. RE})_{\text{org.}}$
mol/liter

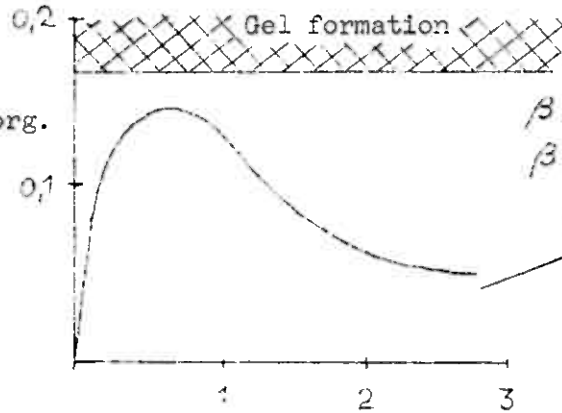


$$\beta(\text{Sm, Nd}) = 2.2$$

$$\beta(\text{Nd, Pr}) = 1.5$$

Extraction conditions
in D2EHPA system

$\left[\frac{\text{mol Sm}}{\text{liter}} \right]_{\text{org.}}$



$$\beta(\text{Nd, Pr}) = 1.3$$

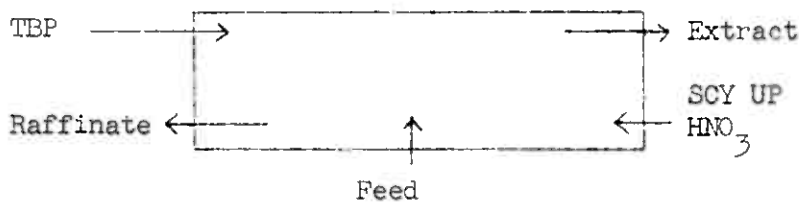
$$\beta(\text{Sm, Nd}) = 10$$

$(0.4 \text{ M HCl} / \text{liter})$

Difficulty in handling last system: 2 concentration in the aqueous phase at a given conc. in the organic.

Problem which is solved: To calculate how many stages is necessary to obtain 99.99% La and 99.9% recovery.

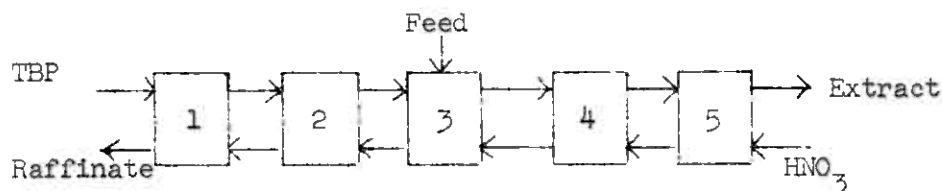
Mixer settler unit:



Feed: Didymium (Monazite minus Ce)

Concentrations of La, Pr, Sm, others, HNO_3

Model of 5 cells



7 variables to optimize

Result: Production cost = 84 ø/# where

4 ø = chemicals + capital

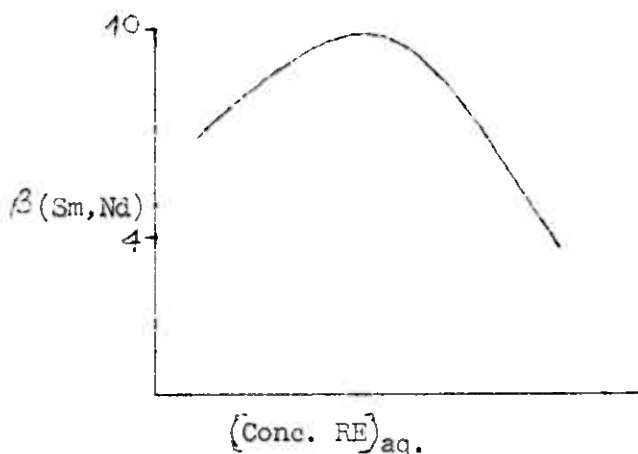
80 ø = resources

This is with a simulated column operating at a capacity of 15 tons a day. The Denver Corp. mixer-settler prices (50 ø/unit) are used in the cost calculations.

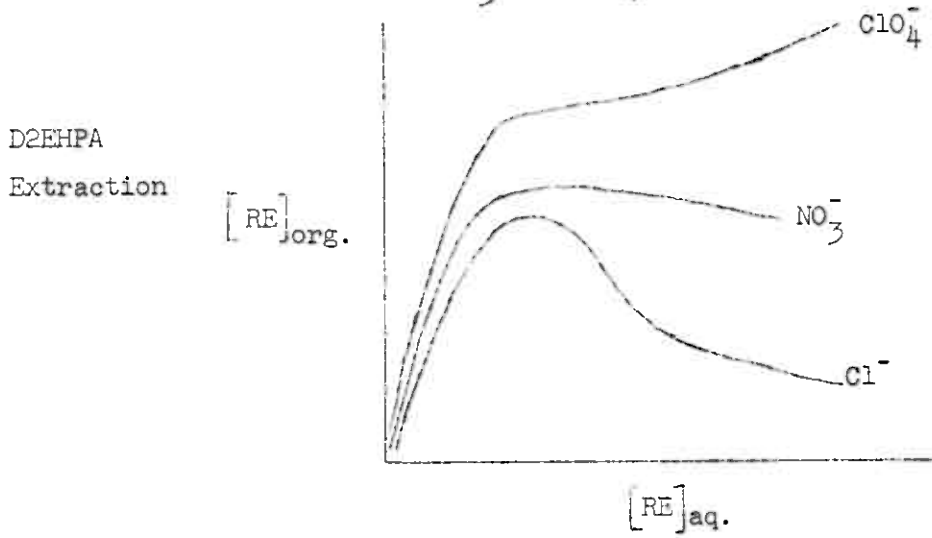
A similar method of calculation does not work for the D2EHPA-system because the computer cannot choose correctly between the two concentrations in the aqueous phase at given concentration in the organic phase.

If Cl^- aqueous phase is replaced by NO_3^-

D2EHPA = Extracting Agent



Investigated the mechanism for Cl^- , NO_3^- and ClO_4^-



Have to base on empirical data for D2EHFA system.

Are building a mixer-settler plant of 20 stages, cell volume

~ 200 ml, capacity ~ 1 pound per hour

