

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **037278**(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2021.03.03

(21) Номер заявки
201891875

(22) Дата подачи заявки
2016.03.10

(51) Int. Cl. **B01D 17/04** (2006.01)
B01D 39/06 (2006.01)
B01D 24/00 (2006.01)
C02F 1/40 (2006.01)
C22B 3/22 (2006.01)
B01D 29/00 (2006.01)
C02F 103/06 (2006.01)

(54) УДАЛЕНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЕЙ ИЗ ВОДНЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПОТОКОВ

(43) 2019.02.28

(86) PCT/FI2016/050147

(87) WO 2017/153627 2017.09.14

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ОУТОТЕК (ФИНЛЭНД) ОЙ (FI)

(56) DE-A1-102012013512
WO-A1-2006130052
US-A-5427605
US-A-4129499

(72) Изобретатель:
**Куоса Маркку, Хяккинен Антти,
Тангту Лена, Яухийнен Тимо, Экберг
Бьярне (FI)**

(74) Представитель:
**Поликарпов А.В., Соколова М.В.,
Путинцев А.И., Черкас Д.А., Игнатьев
А.В. (RU)**

(57) Предложен способ выделения органического растворителя(ей) из водного технологического потока, содержащего органический растворитель(и), включающий пропускание указанного водного потока, содержащего органический растворитель(и), через гранулированный слой, содержащий стеклянные гранулы, в котором по меньшей мере 90% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц меньше 1,0 мм.

B1**037278****037278****B1**

Область техники

Настоящее изобретение относится к удалению органического растворителя(ей) из содержащих его(их) водных технологических потоков, и более конкретно к применению стеклянных гранул для выделения органического растворителя(ей) из водного технологического потока, содержащего органический растворитель(и).

Уровень техники

Удаление органических растворителей из содержащих их водных технологических потоков требуется, в частности, при извлечении металлов методом выщелачивания перед последующими стадиями обработки, такими как электрохимическое выделение, где растворы электролитов, получающиеся в процессе выщелачивания металла, содержащего исходные материалы, такие как руды и концентраты, являются очищенными.

Как правило, удаление органических растворителей сопровождается пропусканием водных технологических потоков, содержащих органические растворители, через фильтр, содержащий частицы антрацита. При контакте с частицами антрацита в фильтре органические вещества образуют мелкие капли жидкости, объединяющиеся с образованием более крупных капель. При определенном размере капель сила выталкивания будет поднимать капли от поверхности антрацита, причем капли перемещаются к поверхности жидкости, где собирается слой органического вещества.

Одна из проблем, связанных с применением частиц антрацита для выделения органического вещества из водного технологического потока, состоит в том, что для обеспечения хорошего удаления органического вещества скорость потока через слой антрацита должен быть достаточно низкой для получения достаточного времени выдержки для осуществления коалесценции капель. Как правило, скорость потока в поперечном сечении, то есть поперечная скорость фильтрации в фильтре, составляет приблизительно 12 м/ч. Это означает, что для получения хорошей фильтрации нужно использовать достаточно большие количества антрацита.

Другая проблема состоит в том, что антрацит можно использовать только в течение одного года, при условии правильной регенерации с помощью потока обратной промывки водой и/или барботирования воздуха. При промывке антрацит подвергается механическому износу и частицы антрацита склонны к разрушению. После этого антрацит нужно обрабатывать как опасный отход, который должен быть обезврежен в виде регенерации, так как его повторное использование невозможно.

Краткое описание изобретения

Таким образом, цель настоящего изобретения состоит в обеспечении способа выделения органического растворителя(ей) из водного технологического потока, содержащего органический растворитель(и), в котором преодолены указанные выше проблемы. Цели настоящего изобретения достигаются с помощью способа, фильтра, применения и способа, которые характеризуются признаками, указанными в независимых пунктах формулы изобретения. Предпочтительные воплощения изобретения раскрыты в зависимых пунктах.

Изобретение основано на неожиданном открытии того, что пропускание водного потока, содержащего органический растворитель(и), через гранулированный слой, содержащий стеклянные гранулы, где по меньшей мере 90% указанных стеклянных гранул имеют максимальный размер частиц меньше 1,0 мм, эффективно отделяет органические растворители от водного потока. Применение указанных стеклянных гранул особенно хорошо способствует процессам коагуляции и обеспечивает заметно более высокие скорости потока по сравнению с антрацитом. Это также обеспечивает протекание процесса фильтрации в фильтровальном сосуде или баке, где поперечное сечение значительно меньше по сравнению с антрацитом.

Краткое описание чертежей

Далее изобретение будет описано более подробно с помощью предпочтительных воплощений со ссылкой на прилагаемые чертежи, где

на фиг. 1 показан двухслойный фильтр;

на фиг. 2 приведены результаты сравнения испытаний по разделению;

на фиг. 3 приведены результаты сравнения испытания по разделению с различными скоростями потока.

Подробное описание изобретения

В данной заявке предложен способ выделения органического растворителя(ей) из водного технологического потока, содержащего органический растворитель(и), включающий пропускание указанного водного потока, содержащего органический растворитель(и), через гранулированный слой, содержащий (а) стеклянные гранулы, где по меньшей мере 90% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц меньше 1,0 мм. Предложенный способ особенно подходит для растворов электролитов, получаемых в процессах выщелачивания металлов.

Термин "стеклянная гранула" относится к стеклянным частицам, имеющим определенный максимальный диаметр частиц. Стеклянные гранулы могут быть любой формы. Но в предпочтительном примере максимальный радиус частиц в каждом измерении находится в пределах отклонения 0,25 мм, то есть внешняя поверхность указанных стеклянных гранул является сферической, но может иметь углубления, которые превышают указанное отклонение, то есть радиус и/или диаметр частиц в указанном уг-

лублении значительно меньше, чем максимальный радиус частиц на сферической внешней поверхности стеклянной частицы. В предпочтительном примере, указанные стеклянные гранулы являются сферическими, более предпочтительно они имеют менее 0,25 мм отклонения от сферичности. В другом примере стеклянные гранулы являются плоскими, предпочтительно имеют минимальный диаметр частиц больше 0,1 мм. В одном примере стеклянные гранулы имеют плоскую форму. В предпочтительном аспекте этого примера максимальный радиус частиц находится в пределах 0,25 мм отклонения, то есть внешняя поверхность указанных стеклянных гранул является круговой, но может иметь углубления, которые превышают указанное отклонение, то есть радиус и/или диаметр частиц в указанном углублении значительно меньше, чем максимальный радиус частиц на круговой внешней поверхности стеклянной частицы.

Термин "максимальный диаметр частиц" относится к максимальному измерению соответствующей частицы, то есть стеклянной гранулы. Диаметр частиц и распределение по размерам и отклонения размеров стеклянных гранул определяют путем измерения размера частиц методом лазерной дифракции, в частности согласно стандарту ISO 13320:2009, например, путем применения лазерного анализатора размера частиц Mas-tersizer 3000 производства Malvern Instruments.

Термин "включать", используемый в данной заявке, описывает соответствующие компоненты в неограничивающей манере, например, предложенный способ, включающий заявленные стадии способа, состоит по меньшей мере из указанных стадий, но может дополнительно при необходимости включать другие стадии способа. С другой стороны, данный способ, включающий заявленные стадии способа, может состоять только из указанных стадий способа. Термин "содержать" используется также для отражения того, что предложенный гранулированный слой, содержащий стеклянные гранулы, может состоять, по меньшей мере, из указанных стеклянных гранул, но может дополнительно при необходимости включать другие материалы, которые обычно используют в гранулированных слоях. С другой стороны, гранулированный слой, содержащий заявленные стеклянные гранулы, может содержать только эти стеклянные гранулы.

Заявленный в данной заявке гранулированный слой содержит (а) стеклянные гранулы, которые функционируют как стимулятор коагуляции в гранулированном слое, через который пропускают разделяемый водный поток. Скорость водного потока через гранулированный слой может меняться в зависимости от размера стеклянных гранул, однако, как правило, поперечная скорость фильтрации составляет от 10 до 80 м/ч. Применение предложенных стеклянных гранул обеспечивает более высокую скорость потока, чем применение обычного слоя антрацита. Предпочтительно поперечная скорость фильтрации составляет от 12 до 50 м/ч, более предпочтительно от 15 до 60 м/ч, еще более предпочтительно от 20 до 40 м/ч. Термин "поперечная скорость фильтрации" обозначает расход или скорость потока, например, водного потока, при прохождении через горизонтальное поперечное сечение фильтра. Таким образом, поперечная скорость фильтрации зависит от диаметра фильтровального сосуда, то есть от диаметра гранулированного слоя, и может также выражаться в единицах $\text{м}^2/\text{м}^3\text{ч}$, то есть объема (м^3), перемещаемого через поперечное сечение (м^2) в течение некоторого периода времени (ч).

По меньшей мере 90%, более предпочтительно по меньшей мере 95%, указанных стеклянных гранул (а) имеют максимальный диаметр частиц меньше 1,0 мм. Это обеспечивает подходящие процессы коагуляции и обеспечивает приемлемый расход водного потока через гранулированный слой. Процентные доли относятся к более хорошему разделению органического растворителя(ей), и/или более высокие скорости потока могут быть достигнуты, когда по меньшей мере 90% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц меньше 0,85 мм, предпочтительно меньше 0,8 мм, более предпочтительно меньше 0,7. Более предпочтительно по меньшей мере 80% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц меньше 0,7 мм. Как правило, по меньшей мере 50% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц меньше 0,6 мм.

Если гранулированный слой содержит слишком много слишком мелких стеклянных гранул, это может вызвать прерывание потока через гранулированный слой. Таким образом, предпочтительно по меньшей мере 50% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц больше 0,1 мм, предпочтительно больше 0,2 мм, более предпочтительно больше 0,3 мм, еще более предпочтительно больше 0,4. Более предпочтительно по меньшей мере 90% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц больше 0,2 мм, предпочтительно больше 0,3 мм, более предпочтительно больше 0,4.

В предпочтительном примере по меньшей мере 50%, более предпочтительно по меньшей мере 80% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц от 0,3 до 0,7 мм.

Предложенные стеклянные гранулы можно получить из любого состава стекла. Как правило, основными составляющими указанных стеклянных гранул являются SiO_2 , Na_2O и CaO .

Для осуществления предложенного способа водный технологический поток, содержащий органический растворитель(и), пропускают через гранулированный слой, содержащий (а) указанные в данной заявке стеклянные гранулы. Как правило, такой гранулированный слой устанавливают внутри фильтровального сосуда.

Соответственно в настоящем изобретении предложен фильтр для выделения органического растворителя(ей) из водного технологического потока, содержащего указанный органический растворитель(и), содержащий

- (а) сосуд;
- (b) гранулированный слой в указанном сосуде, содержащий
- (i) стеклянные гранулы, в которых по меньшей мере 90% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц меньше 1,0 мм;
- (с) средство для пропускания текучей среды в указанный сосуд, вниз через указанный гранулированный слой и затем из указанного сосуда.

Как правило, гранулированный слой содержит, по меньшей мере, первый слой из указанных в данной заявке стеклянных гранул. Предпочтительно толщина такого первого слоя составляет от 5 до 80 см, более предпочтительно от 20 до 60 см.

В дополнение к указанным в данной заявке стеклянным гранулам (а) гранулированный слой может также содержать (b) гранатовый песок. Как правило, гранулированный слой содержит, по меньшей мере, второй слой из указанного гранатового песка. Указанный слой гранатового песка, как правило, расположен ниже слоя указанных в данной заявке стеклянных гранул. Слой гранатового песка удаляет мелко-дисперсные твердые частицы из водного потока, пропускаемого через гранулированный слой. Оптимальная толщина слоя гранатового песка зависит от количества и размера твердых частиц в водном технологическом потоке, пропускаемом через гранулированный слой. Чем больше твердых веществ в водном технологическом потоке, тем более толстый слой гранатового песка желателен. Предпочтительно толщина такого второго слоя составляет от 30 до 50 см.

Гранулированный слой может также содержать (с) песок. Как правило, гранулированный слой содержит, по меньшей мере, третий слой из указанного песка. Указанный слой песка, как правило, расположен ниже слоя описанного выше гранатового песка (b). Толщина слоя песка зависит от диаметра фильтровального сосуда, так как, как правило, дно сосуда является выпуклым, и песок желательно располагают так, чтобы заполнить дно. Как правило, толщина такого третьего слоя составляет от 50 до 100 см. Слой песка функционирует как подложка для слоя стеклянных гранул и возможного слоя гранатового песка и покрывает средства для сбора текучей среды, которую пропустили через гранулированный слой.

Предложенный фильтр может дополнительно содержать в указанном сосуде капле-образующее устройство, расположенное над указанным гранулированным слоем.

Предложенный в данной заявке фильтр предпочтительно представляет собой двухслойный фильтр. На фиг. 1 показан двухслойный фильтр, содержащий сосуд 1, содержащий гранулированный слой, состоящий из первого слоя стеклянных гранул 10, второго слоя гранатового песка 20 и третьего слоя песка 30. Водный технологический поток, содержащий указанный органический растворитель(и), подают в фильтр 1 через впускное отверстие 101, пропускают через гранулированный слой, состоящий из слоев 10, 20 и 30, и извлекают из сосуда 1 через первое выпускное отверстие 102. Органические вещества, содержащиеся в водном технологическом потоке, укрупняются на поверхности стеклянных гранул в первом слое стеклянных гранул и поднимаются к поверхности жидкости, где слой органических веществ собирается и извлекается из сосуда 1 через второе выпускное отверстие 302. Гранулированный слой, состоящий из слоев 10, 20 и 30, можно регенерировать путем обратной промывки водой или сливать водный поток, например сливать электролит, который подают в сосуд 1 через второе впускное отверстие 202, расположенное в дне сосуда 1, и извлекают из третьего выпускного отверстия 201, расположенного в верхней части сосуда 1.

Желаемый эффект предложенного способа достигается за счет применения указанных в данной заявке стеклянных гранул. Соответственно в данной заявке предложено применение указанных в данной заявке стеклянных частиц для выделения органического растворителя(ей) из водного технологического потока, содержащего органический растворитель(и), в частности для выделения органического растворителя(ей) из раствора электролита, получающегося в процессе выщелачивания металлов.

Поскольку предложенный способ особенно подходит для выделения органического растворителя(ей) из раствора электролита, получающегося в процессе выщелачивания металлов, его можно использовать в процессе (гидро)металлургического извлечения металлов для очистки такого раствора электролита перед тем, как подвергнуть его этапу извлечения металла.

Соответственно предложен также способ извлечения металла(ов) из исходного материала, содержащего указанный металл(ы), включающий

- (i) выщелачивание исходного материала в выщелачивающем растворе с получением обогащенного выщелачивающего раствора;
- (ii) экстракцию металла(ов) из обогащенного выщелачивающего раствора с помощью экстрагирующего раствора, содержащего органический растворитель(и), с получением органического раствора, содержащего металл(ы);
- (iii) извлечение металла(ов) из органического раствора, содержащего металл(ы), с помощью водного раствора с получением раствора электролита, содержащего указанный металл (ы);
- (iv) удаление любого оставшегося органического растворителя(ей) из раствора электролита способом, предложенным в данной заявке, с получением очищенного раствора электролита;
- (v) извлечение металла(ов) из очищенного раствора электролита.

Примеры

Пример 1.

Указанный фильтрующий слой набивали в колонку. Толщина фильтрующего слоя была одинаковой во всех случаях. Скорость потока водного электролита, содержащего органические растворители, CuSO_4 и H_2SO_4 , через площадь поперечного сечения фильтра составляла 19,6 м/ч. Концентрация органических растворителей на входе менялась, как показано. На фиг. 2 приведены результаты испытания эффективности отделения органических веществ через колонку.

Испытуемые фильтрующие среды из стеклянных гранул представляли собой:

- (1) Silibeads 0,5-0,75 мм;
- (2) Silibeads 0,4-0,6 мм;
- (3) Silibeads 0,25-1,0 мм;
- (4) Cerablast 0,4 мм.

Испытуемые частицы сравнения представляли собой:

- (5) мулит 60 гранул 0,5 мм;
- (6) шарики из нержавеющей стали 0,5 мм;
- (7) антрацит 0,9 мм.

Пример 2.

Описанное выше испытание повторяли при двух разных скоростях потока для демонстрации того, что увеличенная скорость потока не влияет на эффективность разделения на стеклянных частицах. На фиг. 3 приведены результаты этого испытания.

Испытуемые фильтрующие среды из стеклянных гранул и скорости потока были следующими:

- (2) Silibeads 0,4-0,6 мм - 19,6 м/ч;
- (2b) Silibeads 0,4-0,6 мм - 37,0 м/ч;
- (4) Cerablast 0,4 мм - 19,6 м/ч;
- (4b) Cerablast 0,4 мм - 37,0 м/ч.

Специалисту в данной области техники очевидно, что, поскольку технологии развиваются, концепция изобретения может быть воплощена различными способами. Изобретение и его воплощения не ограничены примерами, описанными выше, и могут претерпевать изменения в объеме прилагаемой формулы изобретения.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ выделения органического растворителя(ей) из водного технологического потока, содержащего органический растворитель(и), включающий

пропускание указанного водного потока, содержащего органический растворитель(и), через гранулированный слой, содержащий стеклянные гранулы, в которых по меньшей мере 90% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц меньше 1,0 мм,

причем указанный водный технологический поток, содержащий органический растворитель(и), представляет собой раствор электролита, образующийся в процессе выщелачивания металла.

2. Способ по п.1, в котором поперечная скорость фильтрации составляет от 10 до 80 м/ч.

3. Способ по любому из пп.1-2, в котором по меньшей мере 90% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц меньше 0,85 мм, предпочтительно меньше 0,8 мм, более предпочтительно меньше 0,7.

4. Способ по любому из пп.1-3, в котором по меньшей мере 50% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц больше 0,1 мм, предпочтительно больше 0,2 мм, более предпочтительно больше 0,3 мм, еще более предпочтительно больше 0,4.

5. Способ по любому из пп.1-4, в котором по меньшей мере 90% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц больше 0,2 мм, предпочтительно больше 0,3 мм, более предпочтительно больше 0,4.

6. Способ по любому из пп.1-5, в котором по меньшей мере 80% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц меньше 0,7 мм.

7. Способ по любому из пп.1-6, в котором по меньшей мере 50% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц меньше 0,6 мм.

8. Способ по любому из пп.1-7, в котором по меньшей мере 50%, предпочтительно по меньшей мере 80%, более предпочтительно по меньшей мере 90% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц от 0,3 до 0,7 мм.

9. Способ по любому из пп.1-8, в котором указанные стеклянные гранулы являются сферическими.

10. Применение стеклянных гранул для выделения органического растворителя(ей) из водного технологического потока, содержащего органический растворитель(и), в котором по меньшей мере 90% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц меньше 1,0 мм, и при этом

водный технологический поток, содержащий органический растворитель(и), представляет собой раствор электролита, образующийся в процессе выщелачивания металла.

11. Применение по п.10, в котором по меньшей мере 90% указанных стеклянных гранул имеют

максимальный диаметр частиц меньше 0,85 мм, предпочтительно меньше 0,8 мм, более предпочтительно меньше 0,7 мм.

12. Применение по любому из пп.10-11, в котором по меньшей мере 50% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц больше 0,2 мм, предпочтительно больше 0,3 мм, более предпочтительно больше 0,4 мм.

13. Применение по любому из пп.10-12, в котором по меньшей мере 50% указанных стеклянных гранул имеют максимальный диаметр частиц от 0,3 до 0,7 мм.

14. Применение по любому из пп.10-13, в котором указанные стеклянные гранулы являются сферическими.

15. Способ извлечения металла(ов) из исходного материала, содержащего указанный металл(ы), включающий:

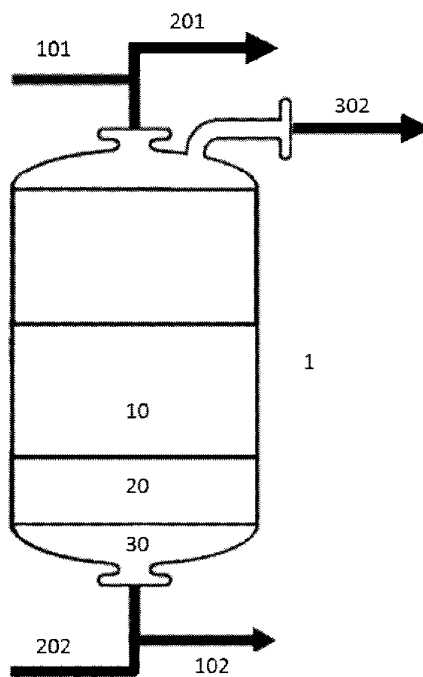
(i) выщелачивание исходного материала в выщелачивающем растворе с получением обогащенного выщелачивающего раствора;

(ii) экстракцию металла(ов) из обогащенного выщелачивающего раствора с помощью экстрагирующего раствора, содержащего органический растворитель(и), с получением органического раствора, содержащего металл(ы);

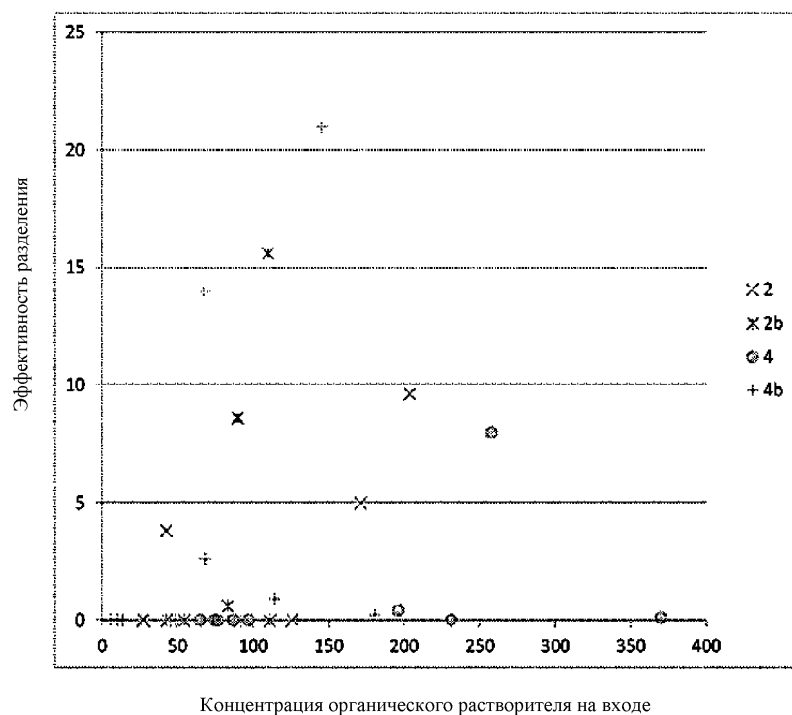
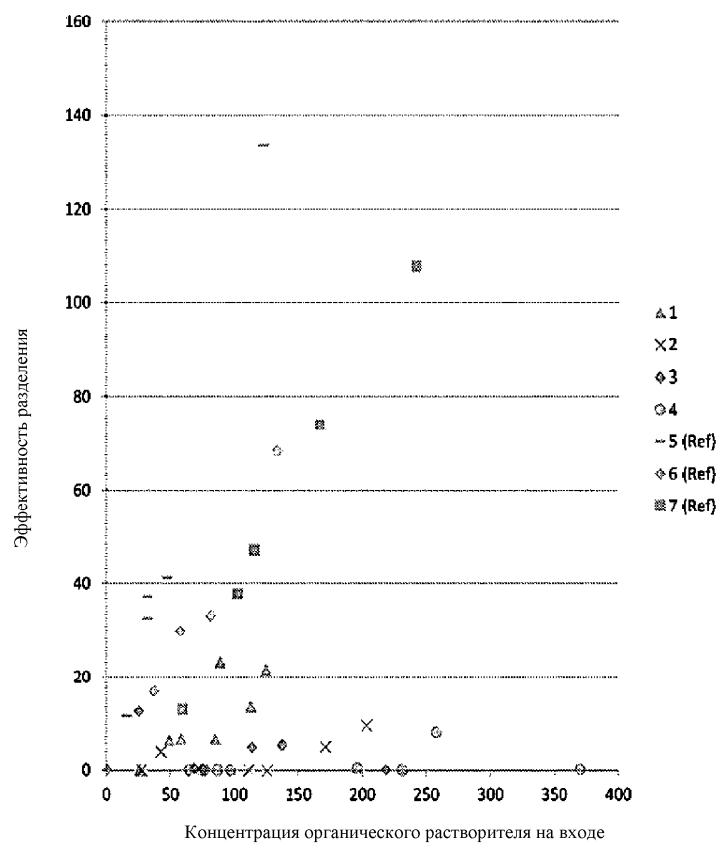
(iii) извлечение металла(ов) из органического раствора, содержащего металл(ы), с помощью водного раствора с получением раствора электролита, содержащего указанный металл(ы);

(iv) удаление любого оставшегося органического растворителя(ей) из раствора электролита с помощью способа, заявленного в любом из пп.1-9, с получением очищенного раствора электролита;

(v) извлечение металла(ов) из очищенного раствора электролита.



Фиг. 1



Евразийская патентная организация, ЕАПВ
Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2