



Urząd Patentowy  
Rzeczypospolitej Polskiej

21 Numer zgłoszenia: 275596

51 IntCl<sup>5</sup>:  
B01D 11/04

22 Data zgłoszenia: 02.11.1988

54 Sposób jednoczesnej ekstrakcji i reekstrakcji w ciekłym układzie trójfazowym oraz urządzenie do jednoczesnej ekstrakcji i reekstrakcji w ciekłym układzie trójfazowym

43 Zgłoszenie ogłoszono:  
14.05.1990 BUP 10/90

45 O udzieleniu patentu ogłoszono:  
31.07.1992 WUP 07/92

73 Uprawniony z patentu:  
Instytut Chemii i Techniki Jądrowej, Warszawa,  
PL

72 Twórcy wynalazku:  
Wojciech Pałyska, Warszawa, PL  
Andrzej G. Chmielewski, Warszawa, PL

1. Sposób jednoczesnej ekstrakcji i reekstrakcji w ciekłym układzie trójfazowym, w którym ekstrahowany składnik przeprowadza się z zawierającej go fazy ciekłej poprzez fazę pośrednią ekstrahenta do fazy, do której następuje reekstrakcja, **znamienny tym**, że do strefy ekstrakcyjnej, w której formuje się i utrzymuje w stałym położeniu za pomocą pola magnetycznego fazę pośredniego ekstrahenta nie mieszającego się z sąsiadującymi fazami, doprowadza się i odbiera po jednej stronie fazy pośredniego ekstrahenta ciecz, z której ekstrahuje się żądany składnik do fazy pośredniego ekstrahenta oraz doprowadza się i odbiera po drugiej stronie fazy pośredniego ekstrahenta ciecz, do której przechodzi wyekstrahowany składnik z fazy pośredniego ekstrahenta.

3. Urządzenie do jednoczesnej ekstrakcji i reekstrakcji w ciekłym układzie trójfazowym, **znamiennie tym**, że stanowi co najmniej jeden blok składający się z cylindra (7), wewnątrz którego znajduje się wałek (1) tworzący wewnątrz cylindra (7) pierścieniową przestrzeń wypełnioną cieczami biorącymi udział w procesie ekstrakcji-reekstrakcji, na zewnątrz cylindra znajduje się magnes stały (3) na pierścieniu żelaznym (4) obejmującym od zewnątrz cylinder na wysokości ciekłej przegrody (5) utworzonej z cieczy magnetycznej, w przestrzeni znajdującej się po obu stronach ciekłej przegrody (5) do cylindra podłączone są przewody doprowadzające (10) i odprowadzające (11) ekstrahowany roztwór oraz przewody doprowadzające (9) i odprowadzające (8) ciecz z wyekstrahowanym składnikiem roztworu pierwotnego.

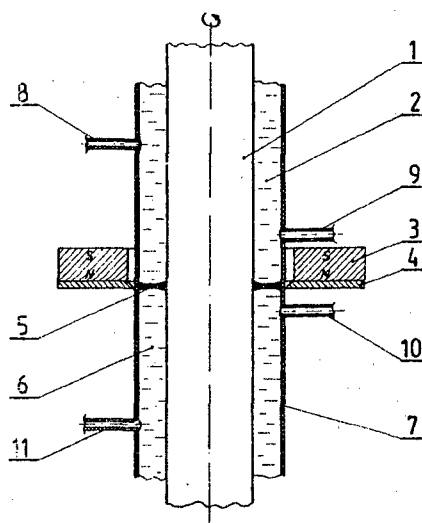


FIG. 1

SPOSÓB JEDNOCZESNEJ EKSTRAKCJI I REEKSTRAKCJI W CIEKŁYM  
UKŁADZIE TRÓJFAZOWYM ORAZ URZĄDZENIE DO JEDNOCZESNEJ  
EKSTRAKCJI I REEKSTRAKCJI W CIEKŁYM UKŁADZIE TRÓJFAZOWYM

Z a s t r z e ż e n i a   p a t e n t o w e

1. Sposób jednoczesnej ekstrakcji i reekstrakcji w ciekłym układzie trójfazowym, w którym ekstrahowany składnik przeprowadza się z zawierającej go fazy ciekłej poprzez fazę pośrednią ekstrahenta do fazy, do której następuje reekstrakcja, z n a m i e n n y t y m, że do strefy ekstrakcyjnej, w której formuje się i utrzymuje w stałym położeniu za pomocą pola magnetycznego fazę pośredniego ekstrahenta nie mieszającego się z sąsiadującymi fazami, doprowadza się i odbiera po jednej stronie fazy pośredniego ekstrahenta ciecz z której ekstrahuje się żądany składnik do fazy pośredniego ekstrahenta oraz doprowadza się i odbiera po drugiej stronie fazy pośredniego ekstrahenta ciecz, do której przechodzi wyekstrahowany składnik z fazy pośredniego ekstrahenta.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako pośredni ekstrahent w postaci ciekłej przegrody stosuje się ekstrahent o własnościach magnetycznych.

3. Urządzenie do jednoczesnej ekstrakcji i reekstrakcji w ciekłym układzie trójfazowym, z n a m i e n n e t y m, że stanowi co najmniej jeden blok składający się z cylindra (7), wewnątrz którego znajduje się wałek (1) tworzący wewnątrz cylindra (7) pierścieniową przestrzeń wypełnioną cieczami biorącymi udział w procesie ekstrakcji - reekstrakcji, na zewnątrz cylindra znajduje się magnes stały (3) na pierścieniu żelaznym (4) obejmującym od zewnątrz cylinder na wysokości ciekłej przegrody (5) utworzonej z cieczy magnetycznej, w przestrzeni znajdującej się po obu stronach ciekłej przegrody (5) do cylindra podłączone są przewody doprowadzające (10) i odprowadzające (11) ekstrahowany roztwór oraz przewody doprowadzające (9) i odprowadzające (8) ciecz z wyekstrahowanym składnikiem roztworu pierwotnego.

4. Urządzenie według zastrz. 3, z n a m i e n n e t y m, że w przypadku, gdy stanowi zespół co najmniej dwóch bloków, bloki te usytuowane są szeregowo i/lub równolegle względem siebie.

\*\*\*

Przedmiotem wynalazku jest sposób jednoczesnej ekstrakcji i reekstrakcji w ciekłym układzie trójfazowym i urządzenie do jednoczesnej ekstrakcji i reekstrakcji w ciekłym układzie trójfazowym.

Szybki rozwój procesów hydrometalurgicznych powoduje wzmożone poszukiwania nowych związanych z nimi rozwiązań technologicznych i konstrukcyjnych. Czołowe miejsce w tych procesach zajmują ekstraktory. Do najbardziej popularnych można zaliczyć ekstraktory typu mieszalnik-odstojnik oraz ekstraktory odśrodkowe.

W ekstraktorach tych typów nie jest możliwe jednoczesne prowadzenie procesu ekstrakcji i reekstrakcji.

W ostatnim dziesięcioleciu daje się zauważyć duży wzrost zainteresowania poszukiwaniem urządzeń umożliwiających prowadzenie obu części wymienionych procesów jednocześnie. Takie rozwiązania umożliwiają zastosowanie nowych, dotychczas mało przydatnych w procesach ekstrakcyjnych, substancji organicznych w roli selektywnych ekstrahentów. Substancje te nie mogły znaleźć zastosowania z uwagi na ich znikomą wydajność w procesach ekstrakcyjnych. W przypadku, gdy proces ekstrakcji i reekstrakcji przebiega w tym samym momencie wydajność procesu jest zwiększona wielokrotnie i staje się możliwe zastosowanie substancji selektywnych w odniesieniu do konkretnego jonu metalu lub związku chemicznego, który chcemy wydzielić w postaci czystej.

Znane są układy i sposób prowadzenia procesów ekstrakcyjnych z zastosowaniem t.zw. ciekłej membrany. Generalnie sposób zastosowania ciekłych membran sprowadza się do zbudowania przegrody np. z ciekłej fazy organicznej oddzielającej dwie ciekłe, niemeiszające się z nią fazy wodne. Musi być spełniony podstawowy warunek: ciekła przegroda musi być hydraulicznie szczelna.

Problem ten jest bardzo trudny w realizacji pod względem technicznym. Znany jest sposób naniesienia fazy organicznej na przegrodę porowatą wykonaną z tworzywa sztucznego. Rozwiązanie to charakteryzuje względnie niska wydajność procesu z uwagi na powolny proces dyfuzji w fazie organicznej znajdującej się w porach przegrody, spowodowany brakiem możliwości mieszania w fazie organicznej.

Do innych podobnych rozwiązań z zapewnionym mieszaniem fazy organicznej, znacznie przyspieszającym szybkość przenoszenia masy, należy konstrukcja, gdzie po porowatych przegrodach z tworzywa sztucznego spływa faza organiczna. Rozwiązanie to ma podstawową wadą, a mianowicie, aby to spływanie miało miejsce musi występować znaczna różnica gęstości między fazą organiczną i wodą. Negatywnie na proces wpływa również zbyt gruba warstwa fazy organicznej na przegrodzie.

Do najciekawszych rozwiązań konstrukcyjnych można zaliczyć tworzenie pęcherzyków z fazy organicznej, we wnętrzu których znajduje się inny roztwór stanowiący fazę wodną różną od tej, która jest na zewnątrz. Rozwiązanie to ma jedną poważną wadę, którą jest sposób oddzielenia pęcherzyków od otaczającego roztworu bez spowodowania ich pęknięcia.

Wynalazek rozwiązuje to zagadnienie inaczej.

Według wynalazku sposób jednoczesnej ekstrakcji i reekstrakcji w ciekłym układzie trójfazowym, w którym ekstrahowany składnik przeprowadza się z zawierającej go fazy ciekłej poprzez fazę pośrednią ekstrahenta do fazy do której następuje reekstrakcja, polega na tym, że do strefy ekstrakcyjnej, w której formuje się i utrzymuje w stałym położeniu za pomocą pola magnetycznego, fazę pośredniego ekstrahenta nie mieszającego się z sąsiadującymi fazami, doprowadza się i odbiera po jednej stronie fazy pośredniego ekstrahenta ciecz, z której ekstrahuje się żądany składnik do fazy pośredniego ekstrahenta oraz doprowadza się i odbiera po drugiej stronie fazy pośredniego ekstrahenta ciecz, do której przechodzi wyekstrahowany składnik z fazy pośredniego ekstrahenta.

Jako pośredni ekstrahent w postaci ciekłej przegrody stosuje się ekstrahent o własnościach magnetycznych. przykładem takiego ekstrahenta może być na przykład ciecz magnetyczna stanowiąca trwałą zawiesinę ferromagnetyku w cieczy, na ogół magnetytu w wodzie, stabilizowaną środkiem powierzchniowo-czynnym, otrzymaną np. sposobem opisanym w polskim opisie patentowym nr 151 635.

Urządzenie według wynalazku do jednoczesnego prowadzenia ekstrakcji i reekstrakcji w ciekłym układzie trójfazowym stanowi co najmniej jeden blok składający się z cylindra wewnątrz którego znajduje się wałek tworzący wewnątrz cylindra w zasadzie pierścieniową przestrzeń wypełnioną cieczami biorącymi udział w ekstrakcji-reekstrakcji. Na zewnątrz cylindra zainstalowany jest stały magnes na pierścieniu żelaznym obejmującym od zewnątrz cylinder na wysokości ciekłej przegrody z cieczy magnetycznej. Cylinder, po obu stronach przegrody z cieczy magnetycznej, ma przymocowane przewody doprowadzające i odprowadzające roztwór, roztwór zawierający ekstrahowany składnik oraz przewody doprowadzające i odprowadzające ciecz reekstrahującą z wyekstrahowanym składnikiem roztworu pierwotnego.

W urządzeniu według wynalazku proces ekstrakcji i reekstrakcji w fazach ciekłych zachodzi jednocześnie i nie jest zależny od różnicy gęstości stosowanych faz. Faza organiczna stanowiąca przegrodę jest hydraulicznie szczelna i może być intensywnie mieszana. Przegroda np. z fazy organicznej pełniącej rolę ekstrahenta jest utrzymywana w stałym położeniu przez pole magnetyczne.

Rozwiązanie konstrukcyjne urządzenia według wynalazku przedstawiono w przykładzie wykonania na fig. 1 załączonych rysunków. Urządzenie wewnątrz cylindra 7 ma wałek 1 z materiału ferromagnetycznego. Na zewnątrz cylindra zamocowany jest pierścień żelazny

4, na którym znajduje się stały magnes 3 ułożony w kształt pierścienia. Wewnątrz cylindra w pierścieniowej przestrzeni utworzonej między ścianką cylindra 7 a wałkiem 1 znajdują się cieczy 2, 5 i 6 biorące udział w ekstrakcji-reekstrakcji. Na wysokości magnesu, w polu magnetycznym między wałkiem 1 a ścianką cylindra 7 utworzona jest przegroda z cieczy o własnościach magnetycznych, stanowiąca ekstrahent, rozdzielająca cieczy: jedną z której ekstrahowany jest pożądaný składnik i drugą do której reekstrahowany jest ten składnik. Po obu stronach przegrody z cieczy magnetycznej w cylindrze znajdują się podłączenia dla przewodów doprowadzających 9 i 10 oraz przewody odprowadzające 8 i 11 cieczy ekstrahowanej oraz cieczy reekstrahującej, odpowiednio.

Rysunek obrazuje pojedyncze urządzenia według wynalazku, ale w celu zintensyfikowania procesu ekstrakcji-reekstrakcji można stosować zestawy zawierające po kilka urządzeń według wynalazku. Zestawy te również stanowią przedmiot niniejszego wynalazku.

Usytuowanie poszczególnych elementów może być równoległe, szeregowe i mieszane, takie jak przedstawiono na fig. 2 i fig. 3 i zależeć będzie od oczekiwanych wyników procesu.

Na figurze 2 zestaw składa się z elementów przedstawionych na fig. 1 nałożonych szeregowo jeden na drugim i połączonych ze sobą co drugi element. Przy współprądowej ekstrakcji-reekstrakcji ciecz ekstrahowana i ciecz reekstrahująca płyną w tym samym kierunku a przy przeciwprądowej ekstrakcji-reekstrakcji ciecz ekstrahowana zaznaczona linią ciągłą i ciecz reekstrahująca zaznaczona linią przerywaną płyną w przeciwnych kierunkach.

Na figurze 3 przedstawiono inne zestawienie elementów przedstawionych na fig. 1 do intensywnej ekstrakcji-reekstrakcji połączonych szeregowo i równoległe.

Urządzenie przedstawione na fig. 1 działa w ten sposób, że faza organiczna 5 posiadająca własności magnetyczne oraz ekstrahenta dla substancji lub soli metalu rozpuszczonej w jednej z faz wodnych jest utrzymywana przez pole magnetyczne między ścianą cylindra a wałkiem. Pole magnetyczne kształtuje również objętość zajmowaną przez tę fazę organiczną. Wałek 1 jest centrycznie ustawiony względem cylindra 7 i ma możliwość rotacji. Korzystne efekty daje użycie wałka wykonanego ze stali, ponieważ powoduje to zwiększenie natężenia pola magnetycznego w przestrzeni zajmowanej przez fazę organiczną 5. Natężenie tego pola powiększa również pierścień żelazny 4, na którym jest umieszczony magnes stały o kształcie pierścienia 3.

Faza organiczna 5 rozdziela objętości zajmowane przez fazę wodną 2 i fazę wodną 6. Następuje ekstrakcja np. wybranego metalu do fazy organicznej z fazy wodnej 2. W tym samym momencie faza wodna 6 reekstrahuje ten metal z fazy organicznej. Proces ten jest przyspieszany poprzez mieszanie wszystkich faz ciekłych za pomocą rotującego wałka. W trakcie mieszania przegroda z fazy organicznej nie zmienia swojego położenia i nie traci swojej hydraulicznej szczelności.

Poniższe przykłady ilustrują wynalazek.

**P r z y k ł a d I.** Do urządzenia przedstawionego na fig. 1 wlewo 0,3 ml fazy organicznej o składzie: 16,4% fosforanu trójbutylu (TBP) + 74,3% nafty + 9,3%  $Fe_3O_4$ . Magnetyt  $Fe_3O_4$  o średnicy ziaren rzędu 700 nm był trwale zawieszony w roztworze i nadawał fazie organicznej własności magnetyczne. Własności ekstrahenta nadawane były fazie organicznej przez fosforan trójbutylu (TBP). Faza organiczna utworzyła przegrodę o grubości 0,1 - 0,3 mm stabilizowaną przez pole magnetyczne magnesu ferrytowego. Fazę wodną ekstrahowaną stanowił roztwór azotynu uranylu o stężeniu 2,09 mgU/ml w 5 m roztworze azotanu sodu jako wysalacza. Fazę wodną reekstrahującą, po drugiej stronie przegrody utworzonej przez fazę organiczną stanowiła woda destylowana.

Wałkowi ze stali centrycznie ustawionemu w cylindrze nadano szybkość 700 obr/minutę. Utrzymywano stosunek faz.

$$\frac{FwRe}{FwE} = 2,5$$

gdzie FwRe oznacza fazę reekstrahującą a

FwE oznacza fazę ekstrahowaną

Średni czas kontaktu faz wynosił 40 minut. Uzyskano wzbogacenie w uran fazy wodnej FwRe od początkowego stężenia równego 0 do stężenia 3,37 mgU/ml po wyżej podanym okresie czasu, oraz zubożenie fazy wodnej FwE od stężenia początkowego 2,09 mgU/ml do 0,107 mgU/ml. Wyższe stężenie U uzyskane w fazie wodnej FwRe niż maksymalne wyjściowe w fazie FwE potwierdziło bardzo dobrą wydajność jednocześnie zachodzących procesów ekstrakcji i reekstrakcji.

**P r z y k ł a d II.** Stosowano roztwory takie same jak w przykładzie I. Zmieniono stosunek faz  $FwRe/FwE = 3,14$  oraz średni czas kontaktu na 10 minut. Szybkość obrotu wałka - mieszadła wynosiła również 700 obrotów minutę.

Uzyskano następujące zmiany stężeń: stężenie uranu w fazie wodnej FwE zmalało do 1 mgU/ml a w fazie wodnej FwRe wzrosło do 1,65 mgU/ml.

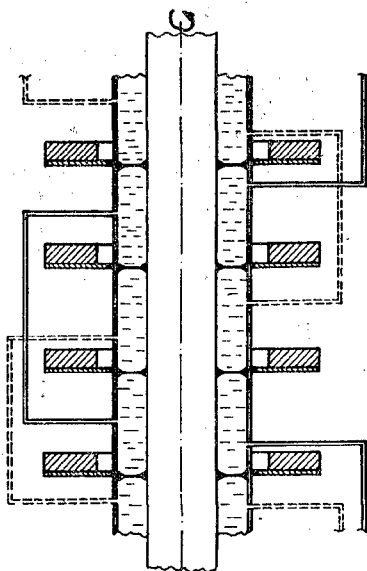


FIG. 2

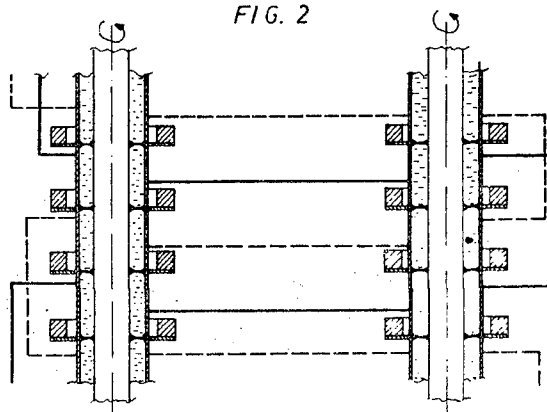


FIG. 3

