



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101945690 B

(45) 授权公告日 2013. 11. 06

(21) 申请号 200880127149. 9

(22) 申请日 2008. 12. 19

(30) 优先权数据

07/08966 2007. 12. 20 FR

(85) PCT申请进入国家阶段日

2010. 08. 19

(86) PCT申请的申请数据

PCT/FR2008/001797 2008. 12. 19

(87) PCT申请的公布数据

W02009/106734 FR 2009. 09. 03

(73) 专利权人 爱博胜公司

地址 法国圣莫里斯德贝诺斯

(72) 发明人 M-A·斯奥雷尔 F·古拉

(74) 专利代理机构 北京市中咨律师事务所

11247

代理人 林柏楠 彭飞

(56) 对比文件

US 5093004 A, 1992. 03. 03, 说明书第 4 栏第 4 段至第 16 栏第 3 段, 附图 1-6.

US 5618502 A, 1997. 04. 08, 说明书第 5 栏第 5 段至第 18 栏第 1 段, 附图 4-6.

US 6379554 B1, 2002. 04. 30, 说明书第 3 栏第 4 段至第 10 栏第 6 段.

WO 2007/144476 A1, 2007. 12. 21, 说明书第 5 页第 2 段至 27 页第 3 段.

审查员 杜骁勇

(51) Int. Cl.

B01D 15/18 (2006. 01)

B01D 15/42 (2006. 01)

G01N 30/42 (2006. 01)

C22B 3/42 (2006. 01)

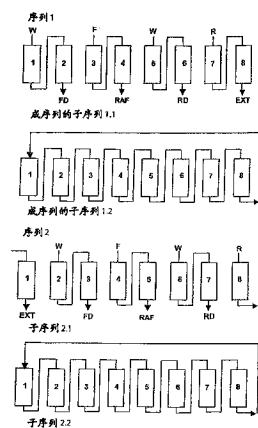
权利要求书3页 说明书16页 附图15页

(54) 发明名称

用于分离离子金属衍生物的多柱按序列的分离法

(57) 摘要

本发明涉及多柱按序列的分离法和用于实施所述方法的装置。本发明特别适用于分离湿法冶金工艺中的浸提流出物中存在的金属衍生物, 例如铀、镍、铜、钴和其它贵金属。



1. 在树脂上的多柱按序列的分离法,用于通过使含有离子金属衍生物的浸提溶液通过包含至少三个区的固定树脂床而使所述离子金属衍生物与所述浸提溶液分离,在相邻的区之间以及在最后一区和第一区之间设置液体流动装置,所述方法包含数个序列,各序列包括至少一个同时进行或不同时进行的选自吸附步骤、漂洗步骤、解吸步骤的步骤,各个后面的序列如下进行:在引入点和取出点的周期性位移之前使这些区中的前沿向下游方向位移基本相同的增量。

2. 根据权利要求1的方法,其特征在于其包含数个序列,各序列包括至少一个下述步骤:

(a) 在第一区的入口处引入一定体积的漂洗溶液,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的所述离子金属衍生物被稀释的液体;

(b) 在第二区的入口处引入一定体积的所述装料浸提溶液,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的富含相对较不留存的杂质的液体;

(c) 在第三区的入口处引入一定体积的漂洗溶液,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的再生剂被稀释的液体;

(d) 任选地在第四区的入口处引入一定体积的除污染剂,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的稀释液,

(e) 在第五区的入口处引入一定体积的洗脱剂,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的富含所述金属衍生物的液体;

步骤(a)、(b)、(c)、(d)和(e)能够同时进行或不同时进行;

各个后面的序列是通过引入点和取出点周期性向下游移动基本相同体积的增量而进行的;

还包括步骤:

(f) 在周期性位移之前,至少区域(b)和(e)中的前沿的位移。

3. 根据权利要求1的方法,其特征在于步骤(d)和(e)用相同流体进行,这些步骤因而相当于如下构成的步骤:

(d) 在第四区的入口处引入一定体积的再生剂,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的富含所述离子金属衍生物的液体;

所述第四和第五区因而合并成单一的第四区。

4. 根据权利要求2的方法,其特征在于步骤(d)和(e)用相同流体进行,这些步骤因而相当于如下构成的步骤:

(d) 在第四区的入口处引入一定体积的再生剂,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的富含所述离子金属衍生物的液体;

所述第四和第五区因而合并成单一的第四区。

5. 根据权利要求1的方法,其特征在于步骤(a)、(b)、(c)和(d)至少部分同时进行。

6. 根据权利要求2的方法,其特征在于步骤(a)、(b)、(c)和(d)至少部分同时进行。

7. 根据权利要求3的方法,其特征在于步骤(a)、(b)、(c)和(d)至少部分同时进行。

8. 根据权利要求4的方法,其特征在于步骤(a)、(b)、(c)和(d)至少部分同时进行。

9. 根据权利要求1至8任一项的方法,其特征在于前沿的所述位移使不同区中的前沿同步位移。

10. 根据权利要求 9 的方法,其特征在于前沿的位移包括下述步骤:

- (i) 在从第一区到第五区的不同区之间建立循环回路区;和
- (ii) 在所述回路中进行循环以使前沿位移。

11. 根据权利要求 9 的方法,其特征在于前沿的位移包括下述步骤:

(i) 通过第一区出口与第二区入口的流体连接和通过第二区出口与第三区入口的流体连接,建立第一位移区,以及第一区的入口向下游位移以提供第一位移区的入口,和第三区的出口向上游位移以提供第一位移区的出口;和

通过第三区出口与第四区入口的流体连接和通过第四区出口与第五区入口的流体连接和第五区出口与第一区入口的流体连接,建立第二位移区,以及第三区的入口向下游位移以提供第二位移区的入口,和第一区的出口向上游位移以提供第二位移区的出口;和

(ii) 在第一位移区的入口处引入一定体积的漂洗溶液,和基本同时地在第一位移区的出口处取出相同体积的回收的漂洗溶液;

(iii) 在第二位移区的入口处引入一定体积的漂洗溶液,和基本同时地在第二位移区的出口处取出相同体积的回收的漂洗溶液。

12. 根据权利要求 1 至 8、10 和 11 任一项的方法,其特征在于前沿的所述位移使不同区中的前沿非同步位移。

13. 根据权利要求 12 的方法,其特征在于前沿的位移包括下述步骤:

(i) 通过第一区出口与第二区入口的流体连接和通过第二区出口与第三区入口的流体连接,建立第一位移的第一区;和

通过第三区出口与第四区入口的流体连接和通过第四区出口与第五区入口的流体连接和第五区出口与第一区入口的流体连接,建立第一位移的第二区;和

(ii) 在第一位移区的入口处引入一定体积的所述溶液,和基本同时地在第一位移的第一区的出口处取出相同体积的稀释的再生剂液体;

(iii) 在第二位移区的入口处引入一定体积的再生剂,和基本同时地在第一位移的第二区的出口处取出相同体积的所述离子金属衍生物被稀释的液体;

(iv) 通过第一区出口与第二区入口的流体连接和通过第二区出口与第三区入口的流体连接,建立第二位移的第一区,以及第一区的入口向下游位移以提供第二位移的第一区的入口,和第三区的出口向上游位移以提供第二位移的第一区的出口;和

(v) 通过第三区出口与第四区入口的流体连接和通过第四区出口与第五区入口的流体连接和第五区出口与第一区入口的流体连接,建立第二位移的第二区,以及第三区的入口向下游位移以提供第二位移区的入口,和第一区的出口向上游位移以提供第二位移区的出口;和

(vi) 在第二位移的第一区的入口处引入一定体积的漂洗溶液,和基本同时地在第二位移的第一区的出口处取出相同体积的富含相对较不留存的杂质的液体;

(vii) 在第二位移的第二区的入口处引入一定体积的漂洗溶液,和基本同时地在第二位移的第二区的出口处取出相同体积的富含所述离子金属衍生物的液体。

14. 根据权利要求 1 至 8、10、11 和 13 任一项的方法,其特征在于步骤 (f) 包括在周期性位移之前所有区中的前沿的移动。

15. 根据权利要求 1 至 8、10、11 和 13 任一项的方法,其特征在于所述引入点和所述取

出点位移的体积增量基本相当于吸收材料区的整个部分的体积。

16. 根据权利要求 1 至 8、10、11 和 13 任一项的方法,其特征在于所述引入点和所述取出点位移的体积增量基本相当于柱体积。

17. 根据权利要求 1 至 8、10、11 和 13 任一项的方法,其特征在于将所述金属离子衍生物被稀释的所述液体至少部分送往步骤 (b)。

18. 根据权利要求 1 至 8、10、11 和 13 任一项的方法,其特征在于存在附加区,且特征在于其还包含步骤 (g) 在所述附加区引入所有或一部分在步骤 (a) 中获得的所述金属离子衍生物被稀释的液体,和在位于所述区下游的位置回收基本相同体积的漂洗溶液。

19. 根据权利要求 1 至 8、10、11 和 13 任一项的方法,其特征在于所述色谱法是离子交换类型的,且所述离子金属衍生物是选自铀、金、铜、锌、镍、钴、以及 PGM 的络合物的盐。

20. 根据权利要求 19 的方法,其特征在于所述离子金属衍生物是铀的盐。

21. 根据权利要求 19 的方法,其特征在于所述离子金属衍生物是硫酸铀。

22. 根据权利要求 1 至 8、10、11、13、20 和 21 任一项的方法,其特征在于所述洗脱剂是硫酸。

用于分离离子金属衍生物的多柱按序列的分离法

技术领域

[0001] 本发明涉及多柱按序列的分离法和用于实施所述方法的装置。本发明特别适用于分离湿法冶金工艺中的浸提流出物中存在的金属衍生物,例如铀、镍、铜、钴和其它贵金属。

背景技术

[0002] 在金属工业中常使用数种技术提取金属物类。特别地,在采出的矿石具有低金属衍生物含量的情况下,使用浸提技术,包括通过用合适的增溶剂浸提来提取可溶金属部分。一旦该金属衍生物以离子形式溶解,则后继步骤包括将所需物类与杂质或其它污染物分离。

[0003] 该分离法的特征在于,使一个或多个液相(被称作“流动相”)与固相(被称作“固定相”)接触。如离子交换色谱法中的情况那样,注入液相的离子金属衍生物与固定相建立起各种性质的一种或多种相互作用。其在色谱装置内的位移因此不同于所加工的装料中所含的其它产品的位移。基于相互作用的这种差异,可以提纯或使该离子金属衍生物富集在级分之一中。

[0004] 已经提出进行连续离子交换的方法。US-A-2815332 描述了一种闭路系统,其中树脂以与液体相反的流动方向行进。这种回路含有被阀隔开并分别用于饱和、漂洗、再生和漂洗的四个区。树脂在这些区中在水力脉冲作用下以与液相相反的流动方向从一个隔室行进到下一隔室。

[0005] 某些作者已经开发了用于色谱法的被称作 SMB(模拟移动床)的系统。例如,US-A-2985589 描述了连续色谱法 SMB,其中将色谱树脂固定,分配在几个隔室中,但通过流体入口和出口的位置的周期性移动模拟树脂的移动。入口位置(进料和洗脱剂)和出口位置(萃出物和萃余物)然后划定四个区。US-A-6375851 描述了具有六个区的系统,这是之前在 US-A-2985589 中描述的方法的离子交换的改造。除再生步骤(其在前沿移动的情况下进行)外,US-A-6375851 中描述的系统基于 SMB。流体入口和出口因此通常同时地、在一序列后同步移动。

[0006] 在所有这些系统中,作者提供了所有流体的完全连续循环。这些系统造成非常大的柱数量,柱尺寸由该序列的最小序列确定。

[0007] 对于湿法冶金中所用的方法,特别是如 W0 2007/087698 中的离子交换法,系统地生产和再生步骤后进行漂洗步骤。在分批法中,这些步骤最常相对于固定或解吸动力学以最佳速率进行。因此,现有技术不能实施经济有利的大规模分离法,因为其需要用于柱和用于加工产物的过量的树脂。考虑到目前所用的方法无一能够连续实施整个加工周期,特别是在树脂的再生步骤中,这一缺点更加切实。

[0008] 除了这一缺点外,所有这些方法都涉及在通常位于沙漠区的采矿区中使用大量的水以及相当大量的在多数情况下高度酸性的再生剂。除经济问题外,也面临生态问题和环境资源的保护。

发明概要

[0009] 本发明涉及一种工业规模方法,该方法优化了浸提溶液中存在的离子金属衍生物的分离周期中涉及的再生剂、树脂和水的量,并因此可以为矿井开发设施提供更好的加工能力。本发明的方法保护环境,能够获得所需金属衍生物的高收率,并在经济上比现有技术的方法有利得多。

[0010] 这特别通过在树脂上的分离法进行——使含有离子金属衍生物的浸提溶液在包含至少三个区的、所考虑的材料的选择性树脂的固定床上通过,从而通过多柱成序列的选择性留存使离子金属衍生物与所述浸提溶液分离,在相邻区之间以及在最后一区和第一区之间设置液体流动装置,该方法包含数个序列,各序列包含至少一个可以同时或不同时间进行的选自吸附步骤、漂洗步骤、解吸步骤的步骤,各个后面的序列如下进行:在引入点和取出点的周期性移动之前使这些区中的前沿向下游移动基本相同的增量。

[0011] 该方法可以包含不注入装料的情况下的子序列。

[0012] 根据本发明的另一方面,该方法的特征在于其包含数个序列,各序列包含至少一个下述步骤:

[0013] (a) 在第一区的入口处引入一定体积的漂洗溶液,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的所述离子金属衍生物被稀释的液体;

[0014] (b) 在第二区的入口处引入一定体积的所述装料浸提溶液,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的富含相对较不留存的杂质的液体;

[0015] (c) 在第三区的入口处引入一定体积的漂洗溶液,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的再生剂被稀释的液体;

[0016] (d) 任选地在第四区的入口处引入一定体积的除污染剂,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的稀释液,

[0017] (e) 在第五区的入口处引入一定体积的洗脱剂,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的富含所述金属衍生物的液体;

[0018] 步骤 (a)、(b)、(c)、(d) 和 (e) 能够同时进行或不同时间进行;

[0019] 各个后面的序列是通过引入点和取出点周期性向下游移动基本相同体积的增量而进行的;

[0020] 还包括步骤:

[0021] (f) 在周期性位移之前,至少区域 (b) 和 (e) 中的前沿的位移。

[0022] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于其包含数个序列,各序列包含下述步骤:

[0023] (a) 在第一区的入口处引入一定体积的平衡液,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的先由再生溶液构成然后由平衡溶液构成的液体;

[0024] (b) 在第二区的入口处引入一定体积的含有离子金属衍生物的待加工的装料浸提溶液,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的含有相对较不留存的杂质的液体;

[0025] (c) 在第三区的入口处引入一定体积的漂洗溶液,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的比所述离子金属衍生物较少留存的杂质被稀释的液体;

[0026] (d) 在第四区的入口处引入一定体积的洗脱溶液,和基本同时地在位于所述区下

游的位置取出相同体积的含有所述离子金属衍生物的液体；

[0027] (e) 在第五区的入口处引入一定体积的再生溶液,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的含有最易留存的杂质的液体,

[0028] 步骤 (a)、(b)、(c)、(d) 和 (e) 能够同时或不同时进行；

[0029] 各个后面的序列是通过引入点和取出点周期性向下游移动基本相同体积的增量而进行的,

[0030] 还包括步骤

[0031] (f) 在周期性位移之前,至少区域 (c) 中的前沿的位移。

[0032] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于步骤 (d) 和 (e) 以相同流体进行,这些步骤因而相当于如下构成的步骤：

[0033] (d) 在第四区的入口处引入一定体积的再生剂,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的富含所述离子金属衍生物的液体；

[0034] 第四和第五区因而合并成单一的第四区。

[0035] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于步骤 (a)、(b)、(c) 和 (d) 至少部分同时进行。

[0036] 根据另一实施方案,该方法的特征在于,前沿的所述位移使不同区中的前沿同步位移。

[0037] 根据另一实施方案,该方法的特征在于,前沿的位移包括下述步骤：

[0038] (i) 在从第一区到第五区的不同区之间建立循环回路区；和

[0039] (ii) 在所述回路中进行循环以使前沿位移。

[0040] 根据本发明的另一实施方案,前沿的位移包括下述步骤：

[0041] (i) 通过第一区出口与第二区入口的流体连接和通过第二区出口与第三区入口的流体连接,建立第一位移区,以及第一区的入口向下游位移以提供第一位移区的入口,和第三区的出口向上游位移以提供第一位移区的出口；和

[0042] 通过第三区出口与第四区入口的流体连接和通过第四区出口与第五区入口的流体连接和第五区出口与第一区入口的流体连接,建立第二位移区,以及第三区的入口向下游位移以提供第二位移区的入口,和第一区的出口向上游位移以提供第二位移区的出口；和

[0043] (ii) 在第一位移区的入口处引入一定体积的漂洗溶液,和基本同时地在第一位移区的出口处取出相同体积的回收的漂洗溶液；

[0044] (iii) 在第二位移区的入口处引入一定体积的漂洗溶液,和基本同时地在第二位移区的出口处取出相同体积的回收的漂洗溶液。

[0045] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于前沿的所述位移使不同区中的前沿同步位移。

[0046] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于前沿的位移包括下述步骤：

[0047] (i) 通过第一区出口与第二区入口的流体连接和通过第二区出口与第三区入口的流体连接,建立第一位移的第一区；和

[0048] 通过第三区出口与第四区入口的流体连接和通过第四区出口与第五区入口的流体连接和第五区出口与第一区入口的流体连接,建立第一位移的第二区；和

[0049] (ii) 在第一位移区的入口处引入一定体积的所述溶液,和基本同时地在第一位移的第一区的出口处取出相同体积的稀释的再生剂液体;

[0050] (iii) 在第二位移区的入口处引入一定体积的再生剂,和基本同时地在第一位移的第二区的出口处取出相同体积的所述离子金属衍生物被稀释的液体;

[0051] (iv) 通过第一区出口与第二区入口的流体连接和通过第二区出口与第三区入口的流体连接,建立第二位移的第一区,以及第一区的入口向下游位移以提供第二位移的第一区的入口,和第三区的出口向上游位移以提供第二位移的第一区的出口;和

[0052] (v) 通过第三区出口与第四区入口的流体连接和通过第四区出口与第五区入口的流体连接和第五区出口与第一区入口的流体连接,建立第二位移的第二区,以及第三区的入口向下游位移以提供第二位移区的入口,和第一区的出口向上游位移以提供第二位移区的出口;和

[0053] (vi) 在第二位移的第一区的入口处引入一定体积的漂洗溶液,和基本同时地在第二位移的第一区的出口处取出相同体积的富含相对较不留存的杂质的液体;

[0054] (vii) 在第二位移的第二区的入口处引入一定体积的漂洗溶液,和基本同时地在第二位移的第二区的出口处取出相同体积的富含所述离子金属衍生物的液体。

[0055] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于步骤 (f) 包括在周期性位移之前所有区中的前沿的位移。

[0056] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于注射点的周期性位移从一个柱到一个柱地进行。

[0057] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于注射点的周期性位移从两个柱到两个柱地进行。

[0058] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于所述区包含至少一个柱,优选至少两个柱。

[0059] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于所述引入点和所述取出点位移的体积增量基本相当于吸收材料区的整个部分的体积。

[0060] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于所述引入点和所述取出点位移的体积增量基本相当于柱体积。

[0061] 根据本发明的另一实施方案,柱配有多路阀。

[0062] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于所述步骤的周期性位移是同步的。

[0063] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于这些步骤的周期性位移是不同步的。

[0064] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于将所述金属离子衍生物被稀释的所述液体至少部分送往步骤 (b)。

[0065] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于存在附加区,且特征在于其还包含步骤 (g) 将全部或部分在步骤 (a) 中获得的所述金属离子衍生物被稀释的液体引入所述附加区,和在位于所述区下游的位置回收基本相同体积的漂洗溶液。

[0066] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于步骤 (b) 包含两个子步骤 (b1) 和 (b2),以及用于调节该溶液的参数(特别是通过改变 pH 值来调节)的中间步骤。

[0067] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于将步骤(c)中获得的再生剂被稀释的所述液体至少部分送往步骤(d),可能在已完成后。

[0068] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于将所述回收的漂洗溶液至少部分送回步骤(a)和/或(c)。

[0069] 根据本发明的另一实施方案,本发明的方法包括至少3个柱和4条流体线路。

[0070] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于所述色谱法是离子交换类型的,且所述离子金属衍生物是选自铀、金、铜、锌、镍、钴、以及PGM的络合物的盐,优选是铀的盐,特别是硫酸铀。

[0071] 根据一个优选实施方案,该再生步骤包括用例如氢氧化钾或氢氧化钠类型的强碱的污染控制步骤,任选地之后进行用水漂洗的步骤,然后用酸、例如硫酸再调节该树脂的步骤。

[0072] 根据本发明的另一实施方案,该方法的特征在于该洗脱剂是硫酸。

[0073] 最后,本发明涉及用于实施本发明的方法的污染控制装置。

[0074] 附图简述

[0075] - 图1是根据现有技术状况的SMB实施方案的图示;

[0076] - 图2是在根据本发明的一个实施方案的设施中柱在其环境中的图示;

[0077] - 图3是第一实施方案的图示;

[0078] - 图4是第二实施方案的图示;

[0079] - 图5是第三实施方案的图示;

[0080] - 图6是第四实施方案的图示;

[0081] - 图7是根据现有技术状况的SMB实施方案的图示;

[0082] - 图8是根据本发明的一个实施方案相当于过渡序列的前沿位移的图示;

[0083] - 图9. 是根据本发明的另一实施方案的漂洗溶液注射线路的不同步位移的图示;

[0084] - 图10是根据本发明的另一实施方案的装料线路与过渡序列的不同步位移的图示;

[0085] - 图11显示了具有6条流体线路的本发明方法;

[0086] - 图12显示了使用5种流体进行的本发明方法的不同序列;

[0087] - 图13显示了本发明的方法。

[0088] 在这些图中使用下述符号:

[0089] W 水

[0090] FD 被稀释的离子金属衍生物

[0091] F 含有离子金属衍生物的浸提溶液(含有所需金属物类的装料溶液或“进料”)

[0092] RAF 萃余物

[0093] RD 稀释的再生溶液

[0094] R 再生剂

[0095] EXT 萃出物

[0096] displ 物质的位移

[0097] Ads 吸附

[0098]	Pre ads	预吸附
[0099]	Water displ.	水位移 (漂洗)
[0100]	Water	水
[0101]	H ₂ SO ₄ displ.	水位移 (再生)
[0102]	Spare	备用
[0103]	Wash	洗涤
[0104]	Rege	再生
[0105]	Wash neutral	洗涤中性
[0106]	Acidified Water	酸化水
[0107]	Waste	废液
[0108]	Step time	步骤时间
[0109]	Step	步骤

[0110] 发明详述

[0111] 根据本发明,离子金属衍生物是指任何类型的离子化金属络合物,特别是且不限于,由铀和金形成的络合物以及在铜、锌、镍、钴和 PMG (铂族金属) 的萃取过程中获得的那些。该金属衍生物优选是由铀形成的络合物,更优选是硫酸铀。抗衡离子可以是硫酸根、碳酸根或其它。特别在硫酸溶液中,铀 (IV) 主要以 UO_2^{2+} 铀酰阳离子形式,以及以复合硫酸盐形式 UO_2SO_4 、 $UO_5(SO_4)^{2-}$ 等存在。在下文的描述中,以铀为例代表离子金属衍生物,但本发明的范围不仅限于该产品。

[0112] 根据本发明,浸提溶液是指由湿法冶金萃取法产生的任何溶液,其含有溶解形式或悬浮形式的如上定义的离子形式的金属衍生物。该浸提组合物在性质上取决于开采的矿石的地质性质。因此,例如,铀矿的浸提溶液含有大约 100 至 500、例如大约 350ppm 的铀,大约 200 至 1000、例如大约 500ppm 的量的二氧化硅,大约 500 至 20,000、例如大约 1000ppm 的量的铁,作为主要存在的物类,以及其它化合物,例如钒。铜矿的浸提溶液含有 1 至 5 克 / 升、例如大约 3 克 / 升的铜,3 至 10 克 / 升、例如大约 6 克 / 升的铁,100 至 1000ppm、例如大约 400ppm 的二氧化硅,以及其它杂质,例如铝或锰。

[0113] 实际上,除铀情况下的钒或铜情况下的铁外,最常见的污染物包括来自脉石的那些,特别是硅酸盐。这些杂质会干扰所需物类的萃取技术,倾向于附着在树脂上,由此限制它们的交换容量。

[0114] 根据本发明,离子金属衍生物可以最被固定相留存,也可以最不被固定相留存。例如,当本发明的吸附法用于分离铀之类的物类时,杂质最被固定相留存且离子金属衍生物最不被留存。

[0115] 根据本发明,吸附步骤是指下述步骤:在此过程中注入待分离的含有离子金属衍生物的装料,该装料中所含的一种或多种产物然后附着在固相上。该步骤相当于该相的加载。

[0116] 根据本发明,解吸步骤是指下述步骤:在此过程中,附着在固体载体上的产物进入液相。吸附过程因此自然包括至少一个吸附步骤和至少一个解吸步骤。

[0117] 根据本发明,漂洗步骤是指在吸附和解吸步骤或在解吸和吸附步骤之间的步骤,由此更新柱中所含的液相。该步骤也可以被称作洗涤步骤。

[0118] 本发明的方法能够更好地优化要加工的浸提溶液的装料序列和分离出的产物的漂洗；从而减少所用体积和更少产生副产物。

[0119] 此外,本发明的方法提供一个或几个下述优点:

[0120] - 由于柱是固定的,该机械设计能够避免移动部件。柱是小型的并可以在各柱上使用多路阀。

[0121] - 简化的维护,因为不必停止该方法就可以使一个柱与该循环分离,以更换树脂或色谱载体、进行一般维护等。该维护要求更接近于已知相对较低的间歇法的要求。

[0122] - 工艺控制简单,因为只需要改变机器的参数就可以改变该方法和调节该方法的区域(不需要改变机械部件)。对于各工艺步骤,也可以在各柱上使用流量计。

[0123] - 通过在现有柱上简单增加柱和修改工艺参数以修改这些区域,容易实施容量扩充。

[0124] 如果适用,在下述描述中解释这些及其它优点。

[0125] 对于图 1、3 至 6,参照铀的盐(硫酸盐)提供描述,但要理解的是,本发明方法可适用于所有离子金属衍生物,并适用于本领域技术人员公知的任何类型的色谱法。

[0126] 作为提醒,将要重申,在离子交换的情况下,离子金属衍生物被视为萃出物(X),因为其较易被交换,较难被交换的杂质被视为萃余物(R)。在本申请的其它实例中使用相同约定,在没有离子交换时,使用术语“更易留存”或“较不留存”。

[0127] 离子交换树脂是常规的,漂洗和再生溶液也是。在所述情况下和对于离子形式的金属化合物,使用 I 型或 II 型强阴离子型树脂(带有季胺基团的聚苯乙烯-二乙烯基苯聚合物,例如 Amberjet 4400Cl™、Amberlite 920U Cl™、Dowex 21K™)或弱阴离子型树脂。在是阳离子形式的金属化合物的情况下,使用强阳离子型树脂(带有磺基的聚苯乙烯-二乙烯基苯聚合物,例如 Amberlite IR252™)或弱阳离子型树脂。在某些情况下,使用选择性树脂(带有特定整合基团的聚苯乙烯-二乙烯基苯聚合物)。这些不同树脂是凝胶或具有合适的颗粒分布(均匀性系数接近 1.1;有效粒度 0.3 至 1.6 毫米)的固化大分子类型。

[0128] 从这一角度看,本发明不突出于离子交换的现有技术状况。可以视情况使用弱或强的阴离子型或阳离子型树脂。

[0129] 也可以使用串联的几个系统;特别地,可以使用含阳离子型树脂的第一系统、继之以含阴离子型树脂的第二系统进行脱矿质。

[0130] 通过参照附图的图 3 至 5 作出的三个实施方案的下述描述举例说明本发明,而图 1 描述了根据现有技术的实施方案。使用铀盐作为离子金属衍生物的代表性实例,代表在离子交换色谱法中要提纯的物质。

[0131] 参照图 1,该设施包含被离子交换树脂覆盖的 8 个柱 1、2、3、4、5、6、7 和 8。下面解释根据现有技术的这种 SMB 型设施的操作。移位步骤从左向右进行,这实际上相当于柱从右向左移动。

[0132] 步骤(a)包括旨在在柱 1 的入口处引入一定体积的水 W 和基本同时地在柱 2 的出口处取出相同体积的稀释金属盐的操作,柱 1 和 2 形成第一区。在引入水的过程中,就在该阶段的开始时,由于移位,柱 1 因此实际上是刚刚之前的(在该移位之前)柱 2。刚刚之前的柱 2 填充有稀释的铀盐溶液(未通过离子交换固定的铀盐溶液)。纯水前沿因此向下移动,柱 1 因此从“稀释的铀盐”状态(要理解的是,在该柱中存在被交换的铀盐)变成“水”

状态（带有在该柱中被交换的铀盐）。柱 2 是刚刚之前的柱 3，从“铀盐”状态（带有固定的被交换的铀）变成“稀释的铀盐”状态（带有固定的被交换的铀），在柱 2 底部回收稀释态的要提纯的离子金属衍生物浸提溶液，最初相对较浓，然后越来越稀。实际上，在该柱上，不再有可用的交换位点，因此该稀释溶液只是简单地沿该柱洗脱；这是铀溶液的位移。该回收的稀释溶液通常送回要提纯的溶液的原始储罐，或然后直接送至柱 3 顶部。

[0133] 步骤 (b) 包括旨在柱 3 的入口处引入一定体积的所述浸提溶液和基本同时地在柱 4 的出口处取出相同体积的富含萃余物的液体的操作。向柱 3 供应浸提溶液，但柱 3 相当于刚刚之前的柱 4，因此是已经部分交换了铀盐并且也含有尚未交换的稀释铀盐的柱。同样地，柱 4 相当于刚刚之前的柱 5，因此是含水的柱。柱 4 是预吸附柱，因为其接收柱 3 排出的铀盐溶液。在柱 3 中，注入铀盐溶液，且饱和前沿在柱 3 中推进，而浸提溶液的前沿和在这些位点上的交换在柱 4（预吸附柱）中推进，在柱 4 的出口处，回收萃余物，即要加工的溶液的未与树脂交换的成分，从非常稀的溶液变为具有较高萃余物浓度的溶液。

[0134] 步骤 (c) 包括在柱 5 的入口处引入一定体积的水和基本同时地在柱 6 的出口处取出相同体积的再生剂被稀释的液体的操作。向柱 5 供应水，同时柱 6 排出稀释的再生剂。实际上，柱 6 是刚刚在移位之前的柱 7，因此刚刚在移位后，其接收柱 5 的排出物，即含有少许再生剂的水。柱 6 的排出物因此是稀释的再生剂。

[0135] 步骤 (d) 包括在柱 7 的入口处引入一定体积的再生剂和基本同时地在柱 8 的出口处取出相同体积的富含金属盐的液体的操作。向柱 7 供应再生剂，并且柱 7 与柱 8 相连。该柱 8 是刚刚在移位前的柱 1，因此刚刚在移位后，向柱 8 供应再生剂，这使再生剂前沿在柱 8 中推进，然后在柱 8 底部回收萃出物，最初是稀的，然后越来越浓，并在回收量开始降低时，使步骤移位。

[0136] 因此，在给定的序列 N 结束时，在柱 1 的顶部具有水和固定在树脂上的被交换的铀盐。在柱 2 的顶部，存在被交换的铀盐、水和残留的要提纯的铀盐溶液。在柱 3 的顶部，存在完全交换的铀盐，和要提纯的浸提溶液。在柱 4 的顶部，存在部分交换的铀盐（位点没有完全被交换）以及萃余物（要提纯的浸提溶液的未附着部分）和残留的要提纯的浸提溶液。在柱 5 的顶部，存在漂洗水和准备交换的树脂位点。在柱 6 的顶部，存在再生剂被稀释的漂洗水，位点被再生。在柱 7 的顶部，存在完全再生的位点（准备交换铀盐）和再生溶液。在柱 8 的顶部，存在部分再生的位点和稀释的再生溶液和萃出物（部分）。

[0137] 因此，在下一序列 N+1 刚开始时，参照通过注射和取出点向右移而使柱向左移的图，随之具有下述位置。将水送到柱 2 上，该柱在其顶部具有被交换的铀盐、水和残留的要提纯的浸提溶液。在柱 3 的顶部，存在完全交换的铀盐，和要提纯的浸提溶液，其然后接收柱 2 的排出物。在柱 4 的顶部，存在部分交换的铀盐（位点没有完全被交换）以及萃余物（要提纯的浸提溶液的未附着部分）和残留的要提纯的浸提溶液，该柱然后接收要提纯的浸提溶液。在柱 5 的顶部，存在漂洗水和准备交换的树脂位点，其接收柱 4 的排出物，即萃余物和废铀盐溶液，其将在该预吸附柱上交换。在柱 6 的顶部，在具有再生位点和含有稀释的再生剂溶液的柱上供应漂洗水。也具有完全再生的位点（准备交换铀盐）的柱 7 然后接收来自柱 6 的水和其在底部除去的稀释的再生溶液。在柱 8 的顶部，存在部分再生的位点和稀释的再生溶液，并向塔 8 供应再生剂溶液。

[0138] 因此，进入柱顶部的流如下。在柱 2 的顶部，浸提溶液来到已在顶部具有部分交换

的铀盐的柱上。因此发生前沿的开裂和未被遵从的梯度。在柱 8 的顶部,再生溶液来到用稀释的再生剂部分再生的柱上,因此局部地以纯再生剂与不纯再生剂的混合物进行。仍然未遵从梯度。

[0139] 因此看出,尽管用于离子交换树脂领域的典型 SMB 系统具有呈连续的优点,但仍然并非没有缺点,尤其在再生方面是敏感的。

[0140] 由于周期性位移之前的区域中的前沿位移的步骤,本发明能够解除该问题并遵从梯度。通常对一个柱实施前沿位移步骤。下述描述涉及三种实施方案。通过注入柱中的所选流体或通过闭环循环注入现有流体、通过注入水(漂洗液)或通过注入装料和再生剂然后注入水,实施前沿位移。

[0141] 在图 3、4 和 5 中,设施在柱方面是相同的,只有柱的运行模式不同且可能存在中间桶(未显示)。

[0142] 该设施包含被相同量的适用于本发明并如上定义的树脂之一覆盖的柱(1、2、3、4、5、6、7 和 8)。

[0143] 这些柱串联布置,各自包括入口和出口。一般而言,如下所示,各入口可接收待处理的水溶液、再生溶液、水、回收的水、酸化的铀盐、硫酸。通常,如下所示,各出口可产生稀释的铀盐、萃余物、萃出物、回收的水、稀释的硫酸、铀盐(萃出物)。各柱还与上游和下游柱相连。

[0144] 该原理显示在图 2 中。如图 2 中所示,阀可以是多路阀,特别具有 6 路的阀。这些多路阀本身是已知的,传统上用电动机控制。有利地,在运行模式下开动阀以每次转动一增量。对于某些模式,可以开动阀以使它们转动几个扇区,例如当希望分隔一个柱以在该柱上行进至特定序列时。

[0145] 参照图 3 中所示的第一实施方案,在该图中标作序列 1.1 的序列 N 之后,具有上文参照 SMB 系统描述的布置。

[0146] 然后在序列 1.2 的过程中移动前沿。这种位移是通过将柱置于回路中并进入循环而获得的。

[0147] 通过使流体在该回路中循环,使位移进行一个柱的一个增量。位移的体积相当于柱的体积。

[0148] 因此在序列 N+1 开始时,获得下述柱。柱 4 因此在顶部具有部分交换的位点,并就流体而言,具有柱 3 顶部的材料(已交换的位点不变),因此是待提纯的浸提溶液(因此是基本与该柱接下来将接收的相同的组成)。柱 8 然后具有部分再生的位点和再生剂溶液(因此是基本与该柱接下来将接收的相同的组成)。因此,以恒定梯度进行柱的供给,因为在这些柱的顶部,浓度不变。其它柱的情况也是如此。柱 6 在顶部具有柱 5 顶部的材料,即水,并且也接收水。柱 2 在顶部具有柱 1 的材料,即水,并且也接收水。

[0149] 参照图 3 中所示的第二实施方案,在该图中标作序列 1.1 的序列 N 之后,具有上文参照 SMB 系统描述的布置。

[0150] 然后在序列 1.2 的过程中移动前沿。这种位移是通过使两个位移区进入循环而获得的。第一位移区是包含柱 2、3、4 和 5 的区。第二位移区是包含柱 6、7、8 和 1 的区。

[0151] 通过在位移区的顶部注入水,使位移进行一个柱的一个增量。位移的体积相当于一个柱的体积。

[0152] 因此在序列 N+1 开始时获得如第一实施方案中的柱。差别来自水柱体积的位移。实际上,在生产/再生过程的这两部分之间,存在水缓冲以避免不同物类的污染。这种水缓冲在第一实施方案中简单移出,而在第二实施方案中被替代。然后在第二实施方案中,在柱 1 和 5 的底部回收柱中的水体积,因此为回收的水 (Rec W)。将这种回收的水送往中间池,并可用于向柱供应漂洗水。也可以部分地与新鲜水一起使用这种水进行漂洗。其它序列与第一实施方案中的那些类似。

[0153] 在第一和第二实施方案中,前沿的位移是同步的,因为所有前沿同时移动一个体积增量。进入的前沿与离开的前沿同步移动。

[0154] 在第一和第二实施方案中,无装料注入的子序列相当于子序列 1.2(或 2.2,取决于所考虑的序列)。

[0155] 参照图 5 中所示的第三实施方案,在该图中标作序列 1.1 的序列 N 之后,具有上文参照 SMB 系统描述的布置。

[0156] 然后在序列 1.2 的过程中进行前沿的第一位移。通过使前两个第一位移区进入循环,获得这种第一位移。第一位移的第一区是包含柱 3、4、5 和 6 的区。第一位移的第二区是包含柱 7、8、1 和 2 的区。将铀盐溶液注入柱 3,这造成第一区中的第一位移。柱 4 然后在顶部具有要提纯的浸提溶液。柱 6 的内容物在底部回收,并且是稀释的再生剂。将再生剂注入柱 7,这造成第二区中的第一位移。柱 8 然后在顶部具有再生剂溶液。

[0157] 然后在序列 1.3 的过程中进行前沿的第二位移。通过使第二位移的两个区进入循环,获得这种第二位移。第二位移的第一区是包含柱 2、3、4 和 5 的区。第二位移的第二区是包含柱 6、7、8 和 1 的区。这次将水注入柱 2 和 6。然后造成前沿的第二位移。柱 3 顶部的组合物终结于柱 4 顶部;这仍是要提纯的浸提溶液。从这一角度看,在此第二位移过程中,柱 4 顶部的组成不变。同样,在柱 8 获得柱 7 顶部的组合物,即再生剂。仍从这一角度看,柱 8 顶部的组成不变。在此第二位移过程中改变的是柱 5 和 1 中的组成,因为在柱 5 底部获得萃余物,在柱 1 底部获得萃出物。在此第二位移过程中,在生产/再生过程的这两部分之间,重新形成水“缓冲”以避免不同物类的污染。

[0158] 在第三实施方案中,前沿的位移不同步,因为进入的前沿并非都与离开的前沿同步移动。在此实例中,先使进入的前沿位移,然后使离开的前沿位移,但也可以相反。

[0159] 在第三实施方案中,无装料注入的子序列相当于子序列 1.3(或 2.3,取决于所考虑的序列)。

[0160] 位移区中或与区域 (a)、(b)、(c) 和 (d) 对应的区域中的柱数不必恒定。改变各区中的柱数可能有益于充分利用各柱。例如,可以具有数目恒定的处于洗脱的第一组柱(位移柱),同时生产和再生区具有可变长度,例如处于两个生产的柱和一个处于再生的柱,然后一个处于生产的柱和两个处于再生的柱。作为另一实例,如果考虑一组 M 个柱,可以在 M-1 或 M-2 个柱或 M-m 个柱上具有完整序列(所有序列 (a)、(b)、(c)、(d) 以及位移的组合)。可然后在树脂床上或与该柱连接的一系列阀和导管的组合上隔离出一个、两个或 m 个柱,以例如进行维护。

[0161] 实际上,如果必要,通过本发明方法,能够独立于其它柱在选择柱上进行的步骤。现有技术状况的连续法不可能实现这一点。例如,如前所述,可以隔离出一个柱。由此可以在给定序列内改变柱的供给。当柱接收水时,可以先使用回收的水,然后将新鲜水送

到该柱上,从而可优化水消耗。也可以向柱供应可变的装料或可变的再生溶液。相对于根据现有技术状况的方法,可以更好地控制漂洗和生产流。特别地,现有技术状况的方法通过漂洗水连续稀释供给物。这尤其导致吸附区中的通过速度(离子交换)增大。因此,在现有技术状况的连续法中,没有遵守该序列各步骤的最佳水力条件。本发明能够通过以最佳方式运行各步骤来更好地利用最佳水力条件,因为步骤(a)、(b)、(c)和(d)的持续时间不必相同。因此优化了各柱中的流。

[0162] 通过使离开柱的流体再用于后继柱,可以优化该方法以获得最佳的柱供给流。

[0163] 也可以具有其它位移柱,特别是步骤(b)中的附加位移柱,由此具有用于产生回收的水的附加步骤。这一实施方案显示在图6中,其包括使用9个柱。柱1和2和3相当于图3、4和5中的柱1和2和3。柱4和5相当于图3、4、5中的柱4。与图3、4和5的实施方案相比,柱6是新的。柱7相当于图3、4、5中的柱5和6。柱8和9相当于图3、4和5中的柱7和8。运行模式与图3、4和5的实施方案相同。在此同样进入循环。同样地,可以如下根据第二实施方案划定两个位移区:第一位移区包含柱2至7且第二位移区包含柱8、9和1。因此可以根据第三实施方案划定第一和第二位移区。第一位移的第一和第二区一方面包含柱3和7,另一方面包含柱8和2。第二位移的第一和第二区一方面包含柱2至7,另一方面包含8、9和1。在图6的实施方案中,离开柱3的流直接供应柱4。在图6的实施方案中(与其它实施方案一样),可以调节送到柱上的不同级分的pH值。例如,可以确保已经与负荷最大的柱(在此为3)接触的级分的pH值在送入后面的柱之前小于2。通过改变pH值,也可以改变优先固定在树脂上的离子金属衍生物的类型。也可以并行地在几个柱上加入浸提溶液。

[0164] 本发明也适用于对所有类型的产品进行所有类型的色谱分离。特别地,本发明的方法可使用5种(或更多)输入流:

[0165] - 进料流(进料):该液体含有要加工的进料及其pH缓冲组合物,通过在柱上注射该流体,盐度可使所需分子吸附在固定相上。在进料阶段结束时,该柱含有其上吸附了离子金属衍生物的固定相,位于该柱中的液相由稀释进料(FD)构成。

[0166] - 漂洗流,具有与进料流相同的盐度和pH,但不含要加工的进料。该步骤更新该柱的液相,并能够除去未被固定相留存的进料化合物。在是铀盐的情况下,使用例如水或酸的水溶液。

[0167] - 所需物类的洗脱:具有改变目标分子和固定相之间的相互作用的性质的性质的流体能使目标分子从固定相上解吸,然后将目标分子收集在排出液体中。为了洗脱硫酸铀,根据本发明典型的洗脱剂是硫酸,而当该铀是碳酸铀形式时,通过氯化钠或通过碳酸铵或碳酸钠溶液洗脱该络合物。

[0168] - 再生:在洗脱后,杂质可能仍牢固地吸附在固定相上,这可能对其稳定性或清洁性有害。我们已经了解,在萃取铀和铜的情况下,这些污染物可以是二氧化硅或铁。因此可以使用含有酸添加剂(例如硫酸)的流体。在是之前所述的铀盐的情况下,所需物类的洗脱步骤和再生同时进行,再生剂(硫酸)交换树脂的位点以释放铀盐。

[0169] - 与进料后所用的漂洗流相当的溶剂的注入可以在进行下一进料之前从该柱中排空再生溶剂。由此在进料和再生结束之间保持缓冲;这是平衡。

[0170] - 污染控制流的任选注入能够清除树脂中的杂质(特别是二氧化硅,其与铀竞争

附着到树脂上由此限制进料和洗脱动力)污染。通常,在本发明的情况下,可以使用碱,优选强碱,例如氢氧化钠或氢氧化钾,作为除污染流。

[0171] 本发明提供了能够实施 5 个步骤的方法:

[0172] - 步骤 a:被称作平衡,在此过程中在该系统的至少一个柱上注入平衡溶液以从该柱排空其所含的再生溶剂。在该平衡区的下游,取出的流体最初主要由再生溶液构成,然后主要由平衡溶液构成;

[0173] - 步骤 b:被称作进料,在此过程中注入要加工的进料溶液。所需分子然后与其它杂质一起固定在色谱载体上。在位于注射点下游的该区的出口处,取出的流体随之含有最不留存的杂质。

[0174] - 步骤 c:被称作洗涤,在此过程中进行该柱的洗涤,其中用洗涤溶剂置换特别含有未留存的杂质的液相。

[0175] - 步骤 d:被称作洗脱,在此过程中注入改变所需分子与色谱载体之间的相互作用的溶液,由此洗脱所需分子。在该洗脱区的出口处,取出的流体最初含有漂洗溶液,然后含有富含离子金属衍生物的溶液。

[0176] - 步骤 e:被称作再生,在此过程中注入再生溶液,从而释放非常牢固地吸附在载体上的杂质。

[0177] 在本发明中,可以从一个柱到一个柱地进行注射点的周期性位移;因此,可以独立地处理各个柱(或区域)。本发明能够独立地操作各个柱(或区域);特别地,如同前沿的位移步骤可以是同步或不同步的那样,注射/取出点的位移可以是同步的、不同步的,并且可以逐个柱(或逐个区域)进行。也可以操作用于一个作业的一个柱(或区域),或操作用于其它作业的几个柱(或区域);因此可以移动注射/取出点和给定区域的一个柱的前沿和另一给定区域的两个或更多个柱的前沿。

[0178] 图 7 显示了根据现有技术的方法,其具有同步的多个柱,周期性和非成序列的,并包括不同的流体入口。在各个这些入口之间,可以划定区域:例如在进料(Feed)入口和平衡液入口之间,划定进料区。在漂洗溶液(Wash)和进料(Feed)之间,划定漂洗区,等等...这些区域对应于本发明方法的第一、第二、第三、第四和第五区(在金属盐和离子交换树脂的情况下,第四和第五区可以合并,且洗脱剂和再生剂是相同流体)。图 7 中还显示了周期性位移。在此我们看见图 1 中所示的原理(其相当于四流体的情况)。

[0179] 在末端的 9 号柱处于进料构造。在切换后,其刚好位于洗涤步骤的出口之前。因此,刚刚在管线切换之后,该柱的排出物仍含有进料,因此含有未净化的离子金属衍生物,其事实上是稀释的,并且损失。

[0180] 在本发明中,进料管以及各流体入口管实际上可相对于其它管自由移动,并可能具有前沿位移的后果。实际上,前沿的各次位移可以逐管线地、同步或不同步地(也逐管线)进行。所有组合都可行,要理解的是,前沿的位移至少包括进料前沿的位移,优选还包括再生剂前沿的位移。前沿的这种位移,至少在处于进料阶段的柱处的这种位移,在现有技术状况的系统中是不可能的。

[0181] 也可以使前沿位移一个柱的增量,但也可以位移小于或大于一个柱的增量。

[0182] 使用不同步模式,能够通过使几个区在相同柱中共存指定时期而减少柱的总数。

[0183] 图 11 是具有数个流体管线(在此为 8 个)的本发明方法的实例。在图 11 中所示

的情况中,我们展示了如上所述的杂质分离。在该实施方案中,向柱 1 和 2 供应作为漂洗液的水,在出口处获得稀释的离子金属衍生物溶液。向吸附柱 3 供应进料,同时向下游预吸附柱供应柱 3 的排出物(其可以与洗涤柱 1 的排出物——稀释的进料溶液合并),并在预吸附柱的出口处获得流出物(萃余物)。柱 5、6 和 7 用于根据污染控制程序(取决于所考虑的杂质)除去一种或几种杂质。在是二氧化硅的情况下,使用氢氧化钠进行污染控制,然后用硫酸再生树脂。在各加工步骤后跟着漂洗步骤。用水洗涤柱 8,流出物被硫酸掺杂。该溶液是洗脱剂溶液,被送到柱 9 和 10 上,它们的流出物是萃出物。该萃出物提供离子金属衍生物,且分离的水可以在该方法中再循环(在此显示为返回柱 1 和 2 的洗涤)。

[0184] 图 7 中所述的方法显示根据不分序列的周期性法(其中同步且不分序列地进行不同溶液的注射管线的位移)实施这些步骤,图 12 显示了位移不同步且分序列的方法。图 12 因此显示了在 6 柱系统上实施根据本发明的步骤(a)至(e)的实例,该系统的周期被分成 5 个子序列,对应于某些注射管线在该序列的各种时刻的位移。

[0185] 在第一序列开始时,情况如下:

[0186] - 平衡溶液的注射管线在柱 1 中

[0187] - 再生和洗脱溶液的注射管线在柱 2 中。如上所述,在叠加的管线中,以下游管线为主,在这种情况下为洗脱溶液注射管线。

[0188] - 洗涤柱的注射管线在柱 3 中

[0189] - 要加工的进料溶液的注射管线在柱 4 中。

[0190] 该构造相当于子序列 1.1,其从 $t = 0$ 持续至例如 $t = 0.24 * \Delta t$ 。

[0191] 在子序列 1.1 结束时,将柱位移,例如洗脱管线。当子序列 1.2 开始时,构造如下:

[0192] - 平衡溶液的注射管线在柱 1 中

[0193] - 再生溶液的注射管线在柱 2 中

[0194] - 洗脱溶液的注射管线在柱 3 中叠加在洗涤液的注射上。如果以下游管线为主,则在柱 3 中注入洗涤溶液。

[0195] - 要加工的进料溶液的注射管线在柱 4 中。

[0196] 子序列 1.2 从例如 $t = 0.24 * \Delta t$ 持续至 $t = 0.36 * \Delta t$ 。

[0197] 在子序列 1.2 结束时,例如使洗涤管线位移。当子序列 1.3 开始时,构造如下:

[0198] - 平衡溶液的注射管线在柱 1 中

[0199] - 再生溶液的注射管线在柱 2 中

[0200] - 洗脱溶液的注射管线在柱 3 中

[0201] - 洗涤液的注射管线在柱 4 中叠加在要加工的进料溶液的注射管线上。如果进料位于洗涤下游,则以进料注射为主。因此将要加工的进料溶液注入柱 4。

[0202] 子序列 1.3 例如从 $t = 0.36 * \Delta t$ 持续至 $t = 0.60 * \Delta t$ 。

[0203] 在子序列 1.3 结束时,平衡和再生管线同时位移。当子序列 1.4 开始时,构造如下:

[0204] - 平衡溶液的注射管线在柱 2

[0205] - 再生溶液的注射管线在柱 3 中叠加在洗脱溶液的注射管线上。为主要的下游管线在这种情况下是洗脱溶液的注射。

[0206] - 洗涤液的注射管线在柱 4 中叠加在要加工的进料溶液的注射管线上。如果进料

位于洗涤下游,则以进料注射为主。因此在柱 4 中注入要加工的进料溶液。

[0207] 子序列 1.4 例如从 $t = 0.60 * \Delta t$ 持续至 $t = 0.76 * \Delta t$ 。

[0208] 在子序列 1.4 结束时,进行过渡,对应于柱 4 的液相中所含的离子金属衍生物移向柱 5。为此,停止注入要加工的进料溶液,因此存在着从进料步骤 (b) 的过渡,对应于通过步骤 (c) 使未留存的杂质和离子金属衍生物的液相的浓度前沿位移。该过渡因此是停止注入要加工的进料,对应于步骤 (c) 引起的前沿的位移。

[0209] 当子序列 1.5 开始时,构造如下:

[0210] - 平衡溶液的注射管线在柱 2 中

[0211] - 再生溶液的注射管线在柱 3 中叠加在洗脱溶液的注射管线上。为主的下游管线在这种情况下是洗脱溶液的注入。

[0212] - 洗涤液的注射管线在柱 4。

[0213] 子序列 1.5 例如从 $t = 0.76 * \Delta t$ 持续至 $t = \Delta t$ 。

[0214] 在子序列 1.5 结束时,第一时期结束,将要加工的进料溶液注入柱 1.5。

[0215] 序列 2 的子序列 2.1 因此开始。可以注意到,序列 2 的子序列 2.1 类似于序列 1 的子序列 1.1,不同的是管线移动 1 个柱。

[0216] 因此可以看出,通过管线的不同步位移,能够在序列 1 中在柱 2 上实施洗脱、再生和平衡步骤,事实上,这与使用同步位移的方法相比能够减少柱数。

[0217] 还可看出,由于本发明,通过与停止注入要加工的进料溶液(步骤 (b)) 对应的过渡序列,能够避免在序列 1.4 结束时仍包含在柱 4 中的离子金属衍生物的流失。

[0218] 也可以使用数个洗脱剂管线,以例如加工含有在不同条件下解吸或交换的数种离子金属衍生物的溶液。通过第一洗脱剂,能够选择性回收第一离子金属衍生物,而通过第二洗脱剂,能够选择性回收第二离子金属衍生物。一种应用例包括从乳中回收蛋白质。

[0219] 在本发明的描述中,术语“柱”必须理解为是指物理柱,或当物理柱在数个位置包含注射和取出点时,指可视为一个单元的柱的任何其它部分。单个物理柱因此可以分成数个片段或单元,本发明适用于该构造。

[0220] 本发明因此适合能够通过色谱法分离的任何所需产物。例如,本发明能够分离离子金属衍生物,例如铀盐,其中固定相是离子交换树脂,且漂洗液是水。

实施例

[0221] 下述实施例非限制性例证本发明。

[0222] 实施例 1. 离子金属衍生物

[0223] 本发明的方法适用于所有类型的金属衍生物,例如铀盐,例如硫酸双氧铀、镍、钴或铜,借助阳离子树脂,用酸(例如硫酸)洗脱。本发明因此提供了使离子金属衍生物与含有该衍生物和杂质的浸提溶液分离的方法,其中使所述溶液通过包含串联的至少四个区的离子交换树脂固定床,在相邻区之间以及在最后一区和第一区之间设置液体流动装置,所述金属盐通过与所述离子交换树脂接触而被选择性地交换,且至少一种所述杂质在该离子交换树脂上比该金属盐较少交换,通过再生剂的作用使该离子交换树脂的交换力再生,其特征在于其包含数个序列,各序列包括下述步骤:

[0224] (a) 在第一区的入口处引入一定体积的水,和基本同时地至少在位于该区域下游

的位置取出相同体积的所述金属盐被稀释的液体；

[0225] (b) 在第二区的入口处引入一定体积的所述水溶液,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的富含相对较少被交换的杂质的液体；

[0226] (c) 在第三区的入口处引入一定体积的水,和基本同时地在位于所述区下游的位置取出相同体积的洗脱剂被稀释的液体；

[0227] (d) 在第四区的入口处引入一定体积的洗脱剂,和基本同时地在位于所述区下游的位置处取出相同体积的富含所述金属盐的液体；

[0228] 步骤 (a)、(b)、(c) 和 (d) 能够同时或不同时进行；

[0229] 通过引入点和取出点的周期性向下游位移基本相同体积的增量,进行各个后面的序列。

[0230] 也包括步骤

[0231] (e) 在周期性位移之前这些区域中的前沿位移。

[0232] 在是硫酸双氧铀的情况下,洗脱剂是酸溶液。如果将本发明方法与已知的用于铀酰盐生产的现有技术状况的连续方法相比,该方法实现了显著的增益。对于相同的生产,消耗品极大减少,水消耗降低,废液生成量降低,柱数目也降低。

[0233] 实施例 2. 离子金属衍生物,硫酸双氧铀

[0234] 为了实施铀的分离,进行下述方法。

[0235] 进料流体(含有铀及其杂质的浸提溶液)含有要加工的进料。该流体的组成使得离子金属衍生物可以附着在固定相上。在进料步骤结束时,该柱含有固定相,硫酸双氧铀通过离子力固定在其上。

[0236] 漂洗步骤由此更新该柱的液相,使得包含在该柱的液相中的杂质在洗脱步骤的过程中不与金属盐同时洗脱。

[0237] 硫酸双氧铀的洗脱液是 2M 硫酸。实际上,由于硫酸双氧铀阴离子络合物的极高稳定性,其经证实是铀 IV 的足够有力的洗脱剂。

[0238] 根据此实施例中的成序列的多柱分离法进行的试验按照如图 13 中所示的下述序列和子序列使用 8 个柱。对于该序列的各编号的柱,给出床体积 (BV) 和持续时间。

[0239] 序列 1

[0240] 子序列 1.1:前 4 个柱划定进料区。柱 5 在再生区中。柱 1 和 4、以及 5 和 7 串联。柱 8 处于污染控制或备用。

[0241] 子序列 1.2:在这一子序列中,柱 5 几乎完全被再生,且不再含有硫酸双氧铀,其然后进入漂洗区。

[0242] 子序列 1.3:在这一子序列中,柱 1 几乎被含有要萃取的铀的浸提溶液饱和,其然后进入漂洗。

[0243] 序列 2

[0244] 其与序列 1 相同,但移动一个柱。

[0245] 在所述系统中,以 413 立方米 / 小时的进料速度进行试验,该浸提溶液含有 0.35 克 / 升的铀,以及来自浸提法的进料特有的杂质。下面列出用于分离该溶液的工艺参数。

[0246] 平均流速:413 立方米 / 小时

[0247] 子序列 1 时间:3.43 小时

- [0248] 子序列 2 时间 :0.50 小时
- [0249] 子序列 3 时间 :0.21 小时
- [0250] 步骤时间 :4.14 小时
- [0251] 树脂容量 :29.9 克 / 升。

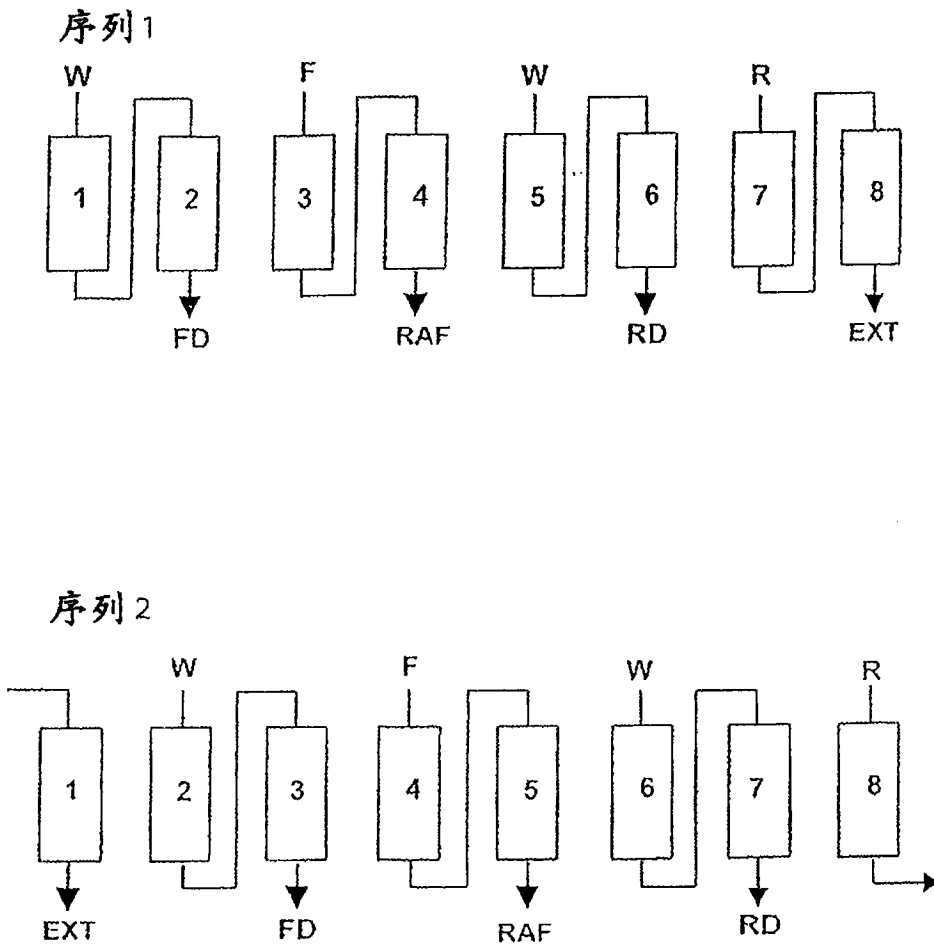


图 1

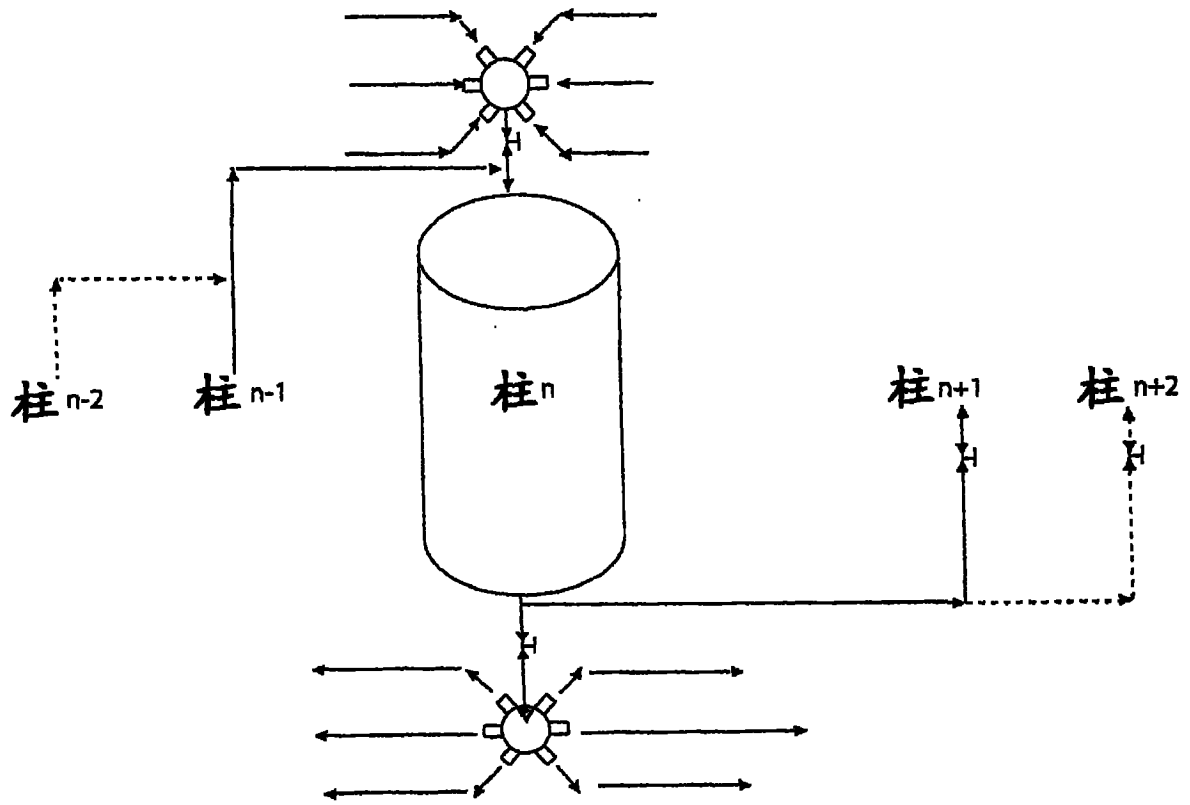


图 2

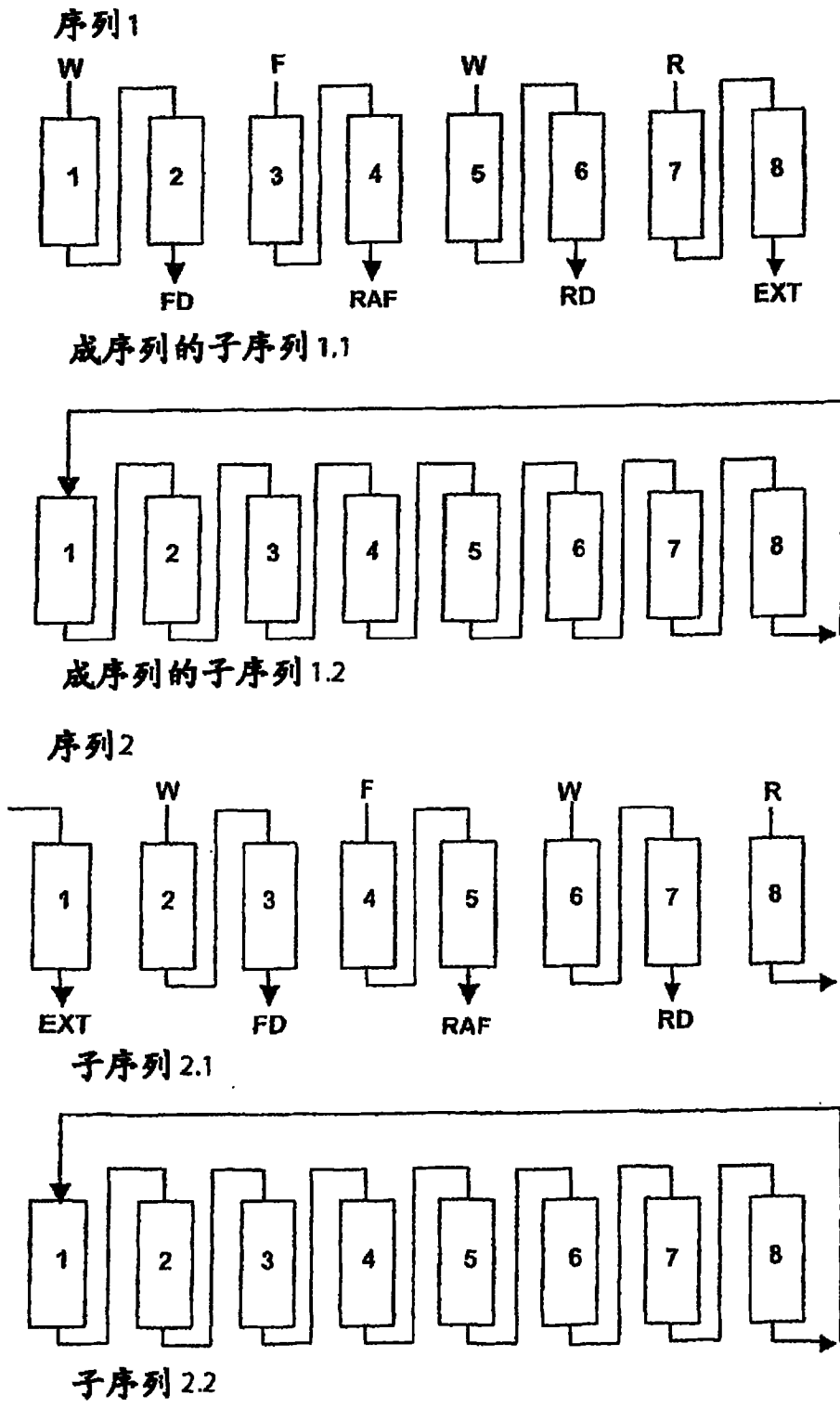
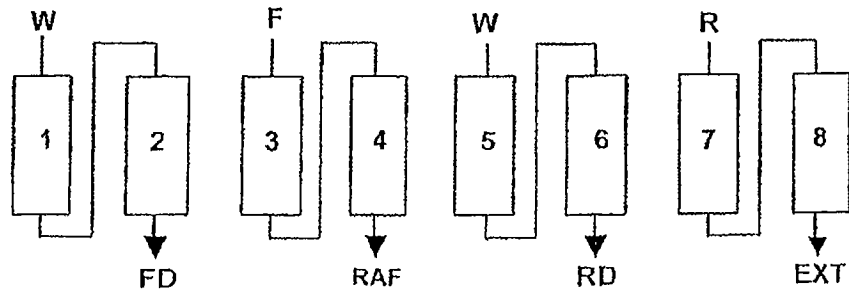
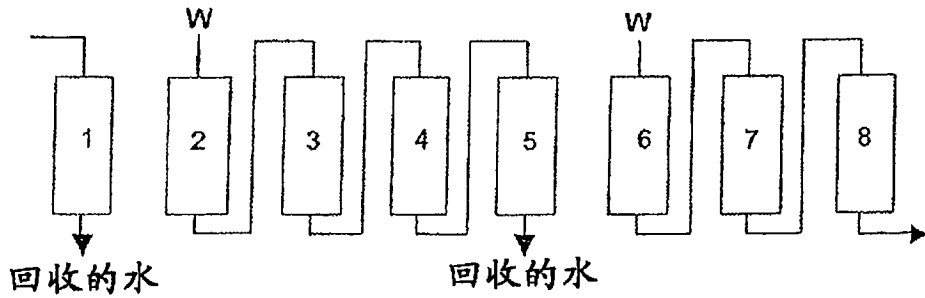


图 3

序列 1

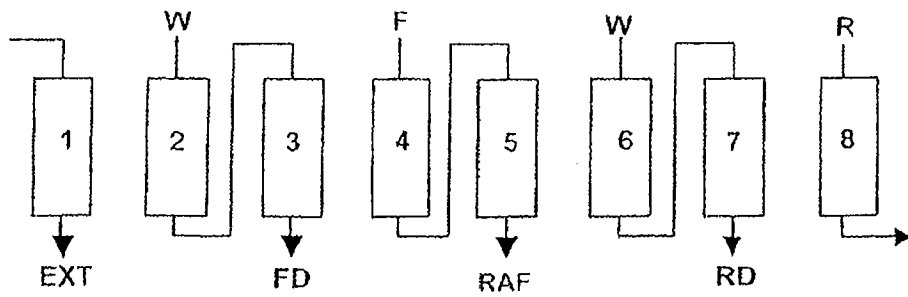


成序列的子序列 1.1

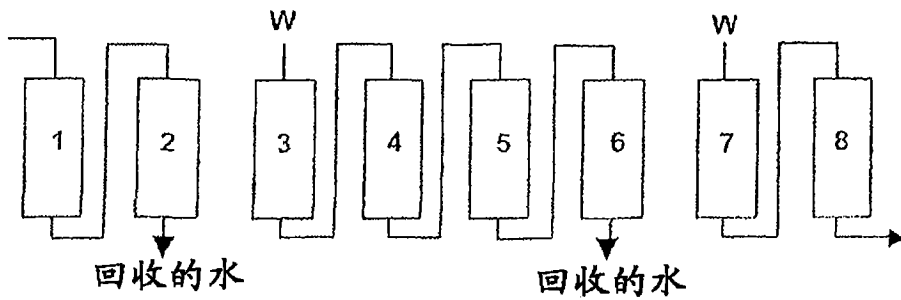


成序列的子序列 1.2

序列 2



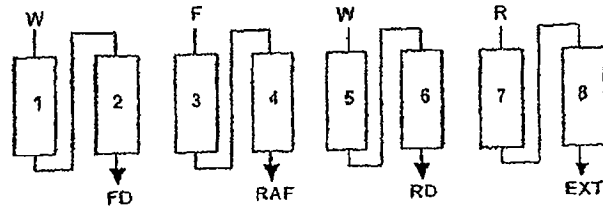
子序列 2.1



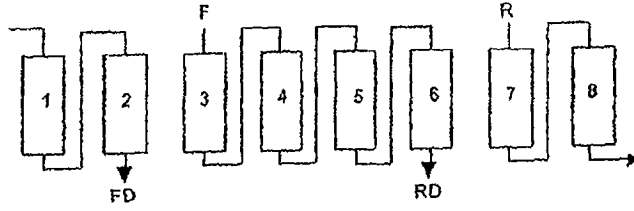
子序列 2.2

图 4

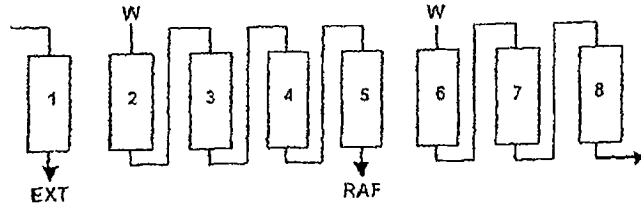
序列1



成序列的子序列 1.1

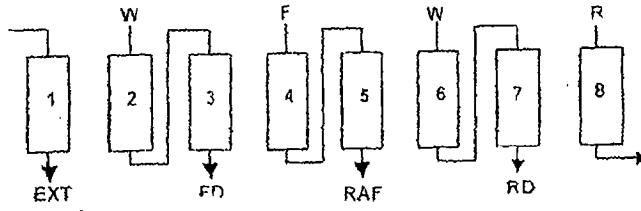


成序列的子序列 1.2

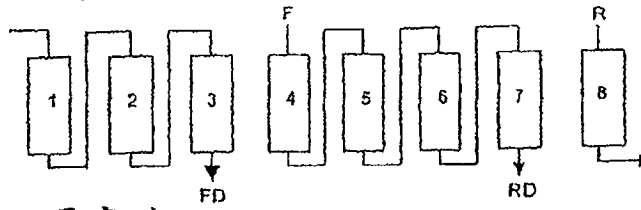


子序列 1.3

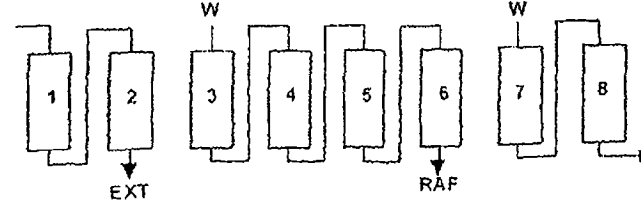
序列2



子序列 2.1



子序列 2.2



子序列 2.3

图 5

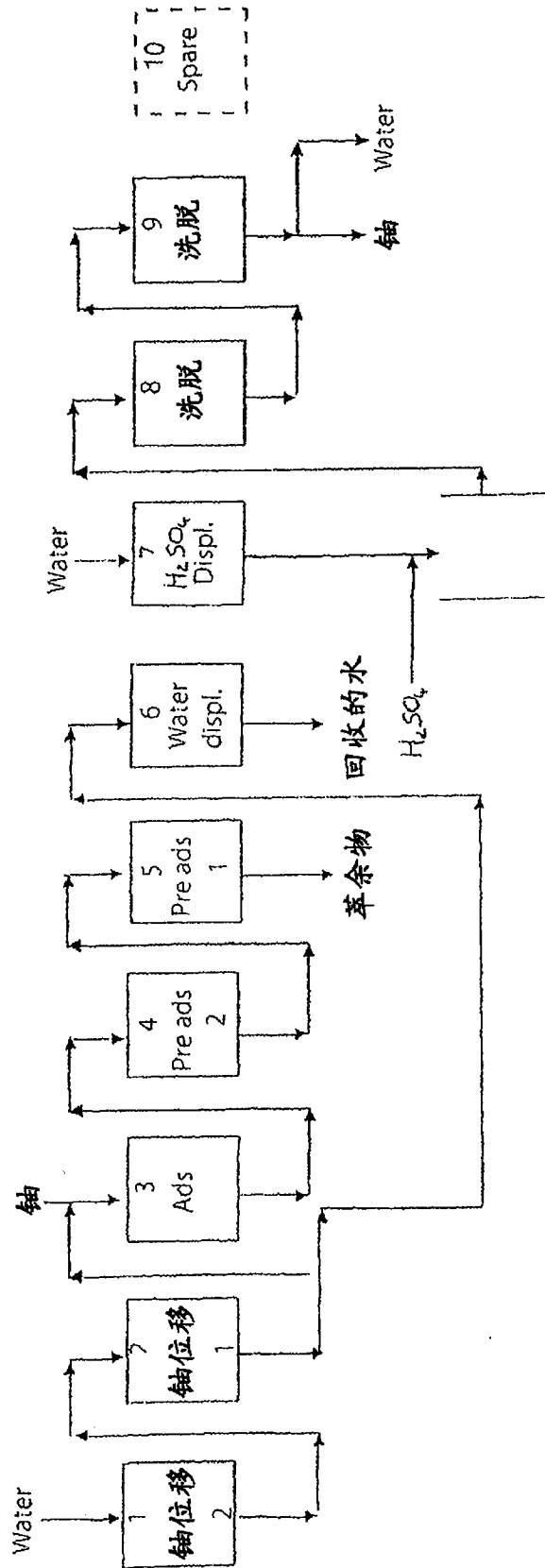


图 6

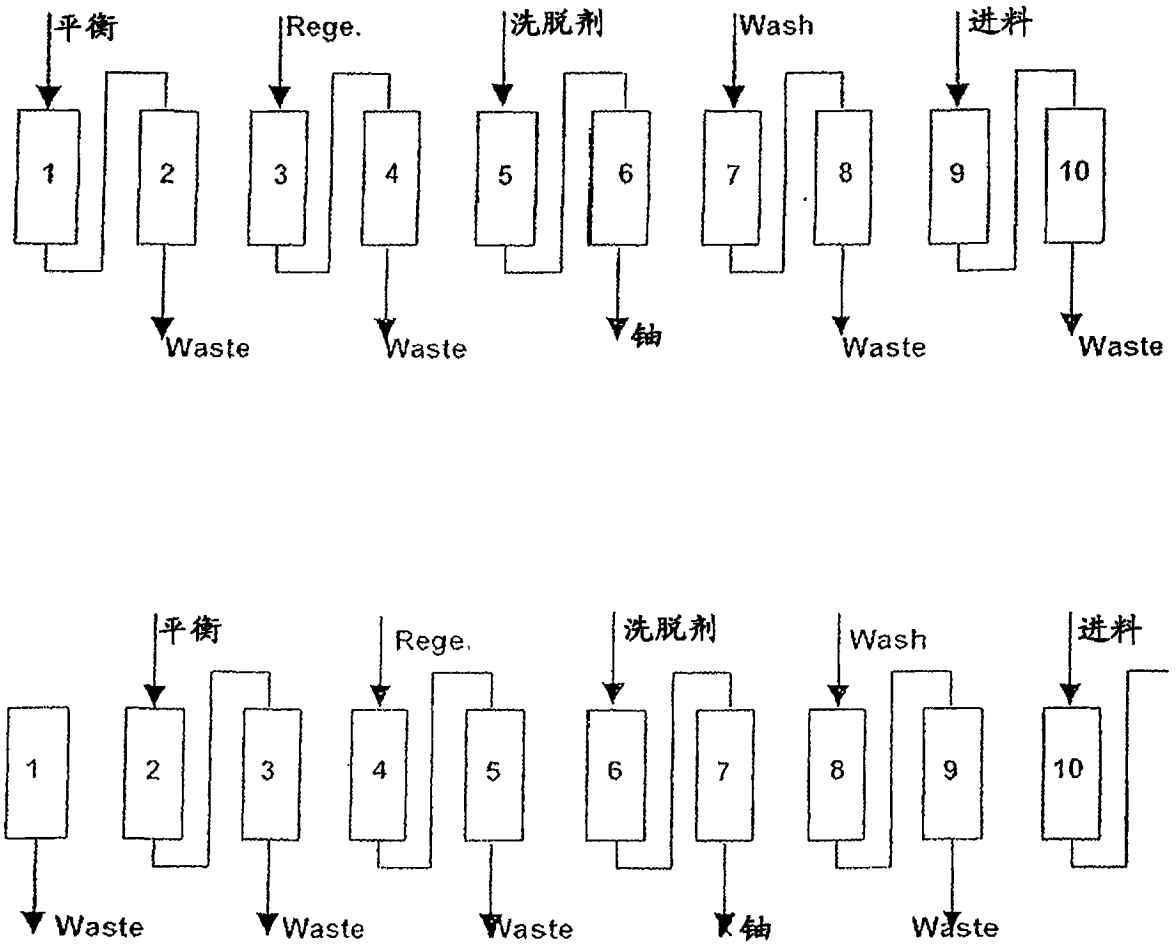


图 7

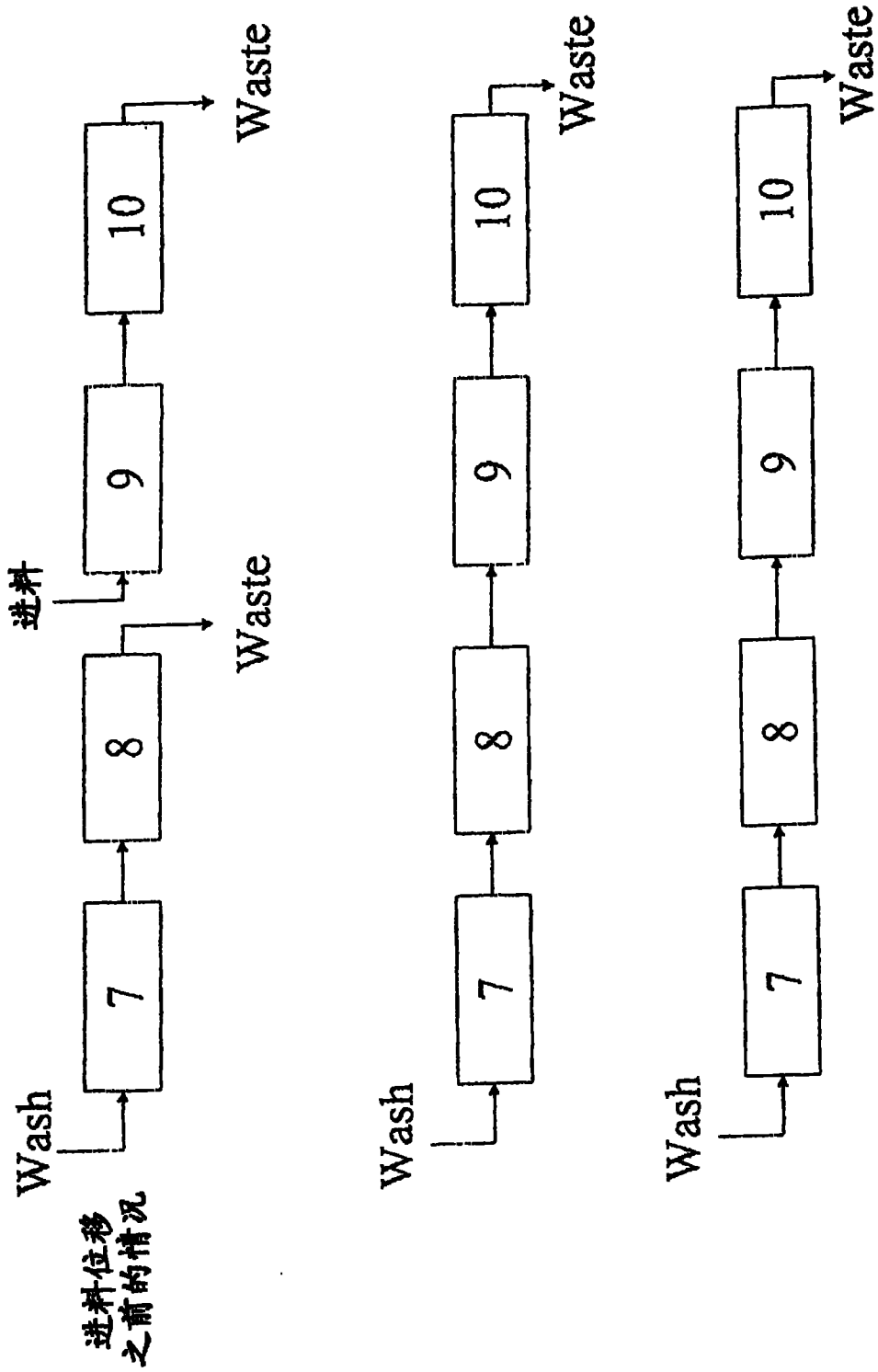


图 8A

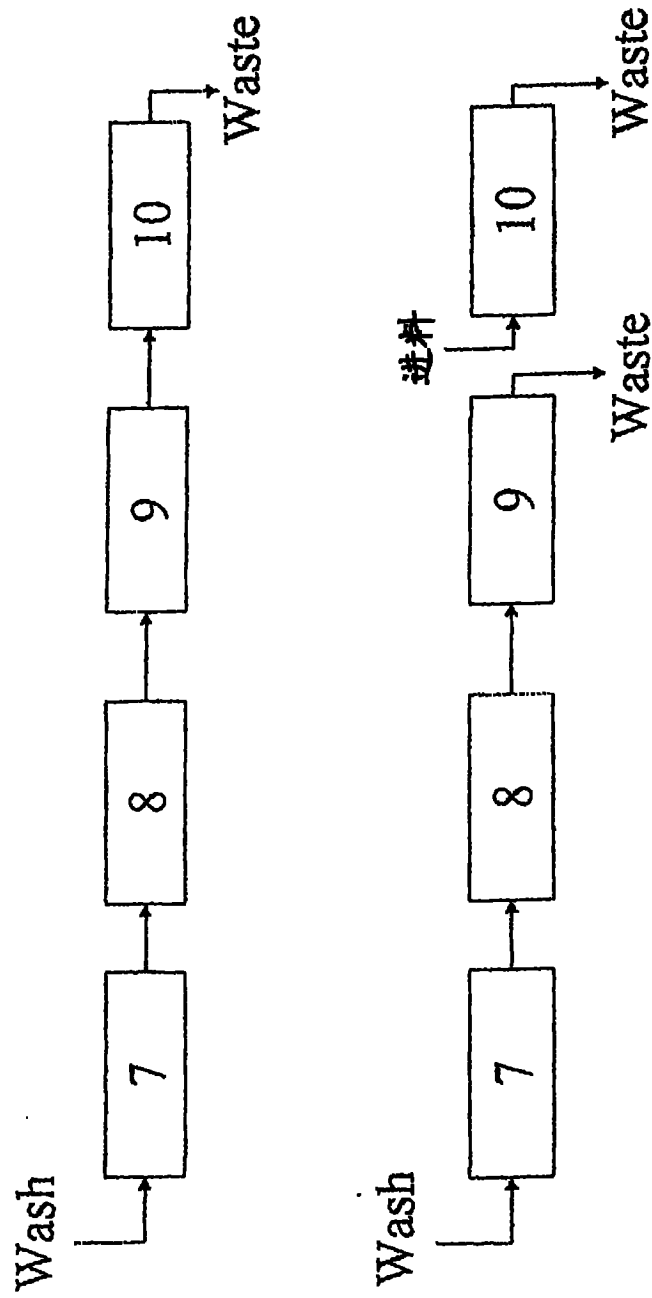


图 8B

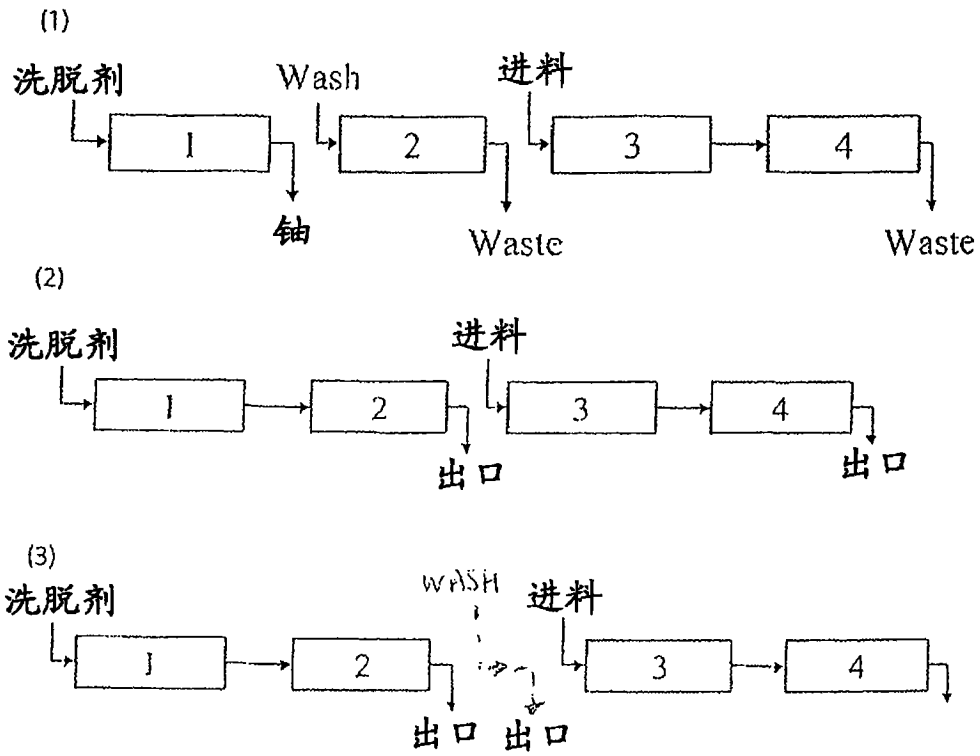


图 9

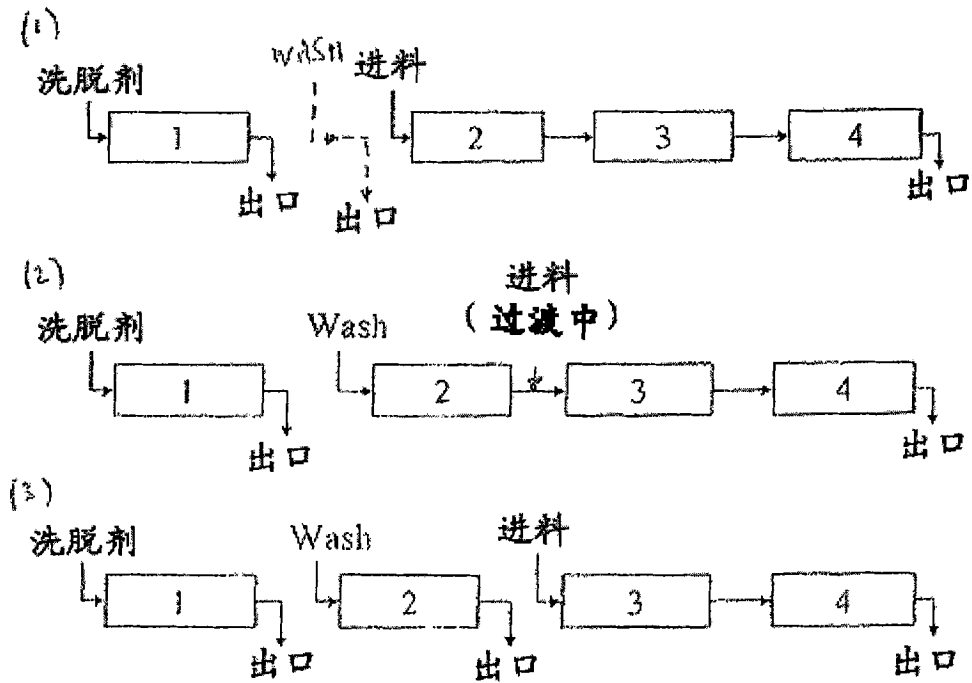


图 10

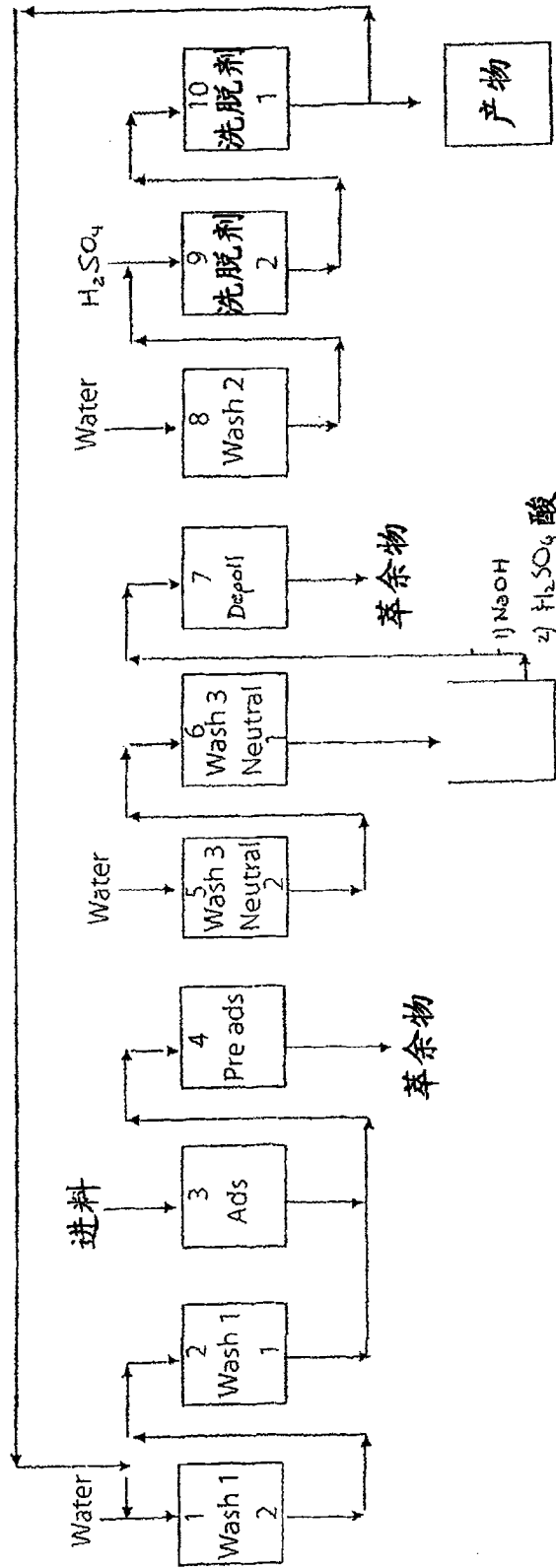
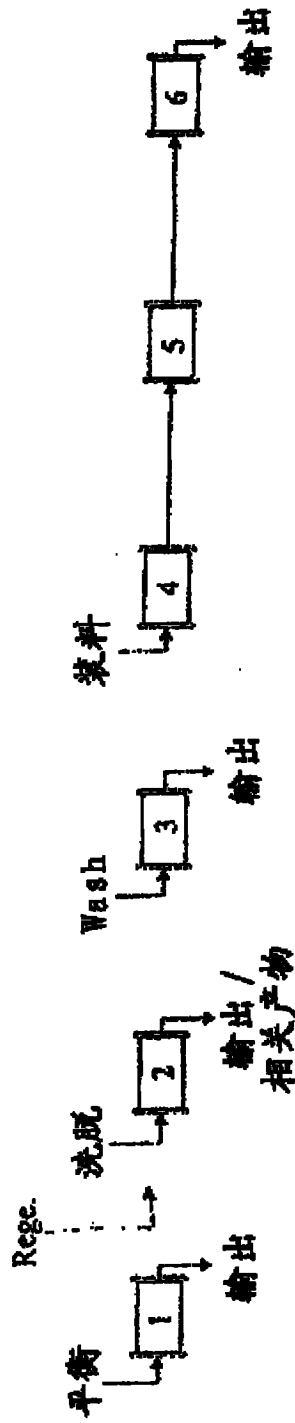


图 11

序列 I

子序列 I.1



子序列 I.2

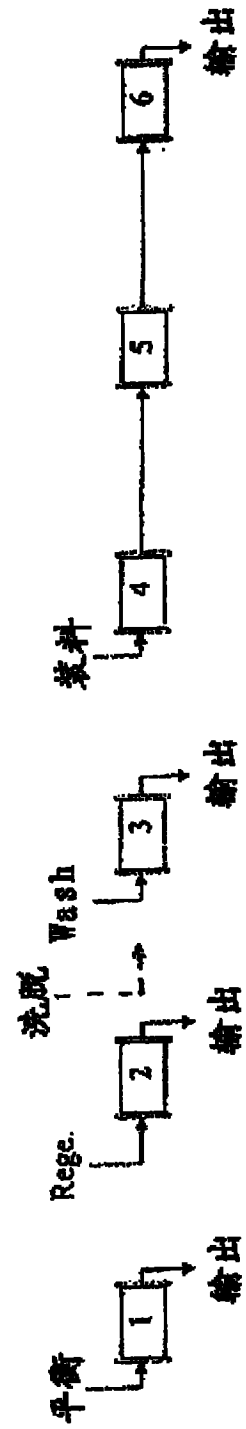
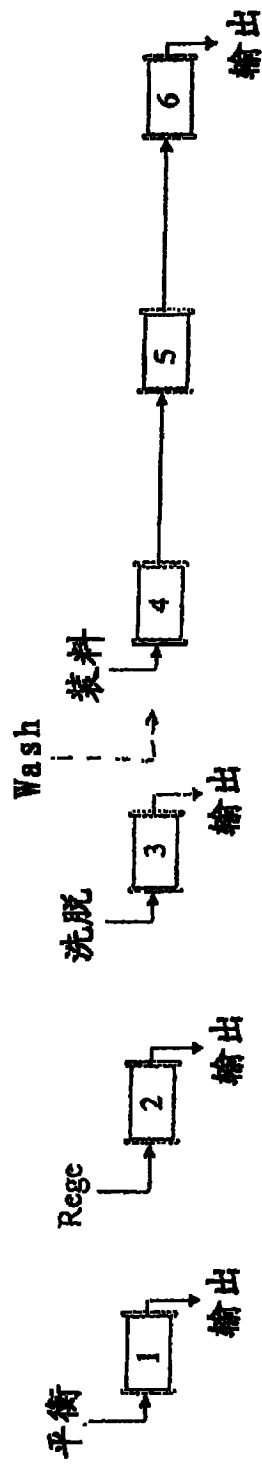


图 12A

子序列 1.3



子序列 1.4

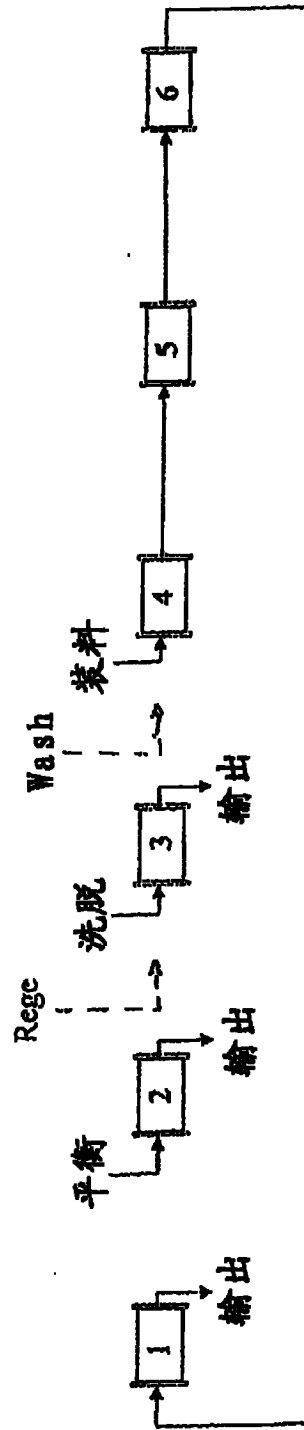
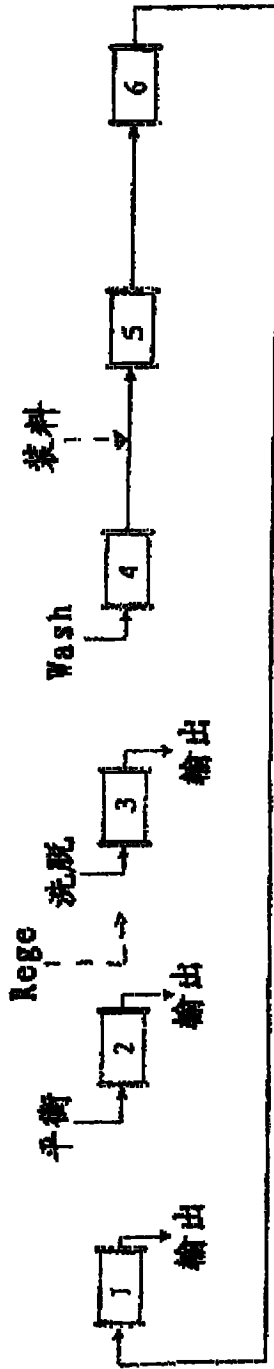


图 12B

子序列 1.5

装料管线位移之前的过渡



序列 2
子序列 2.1

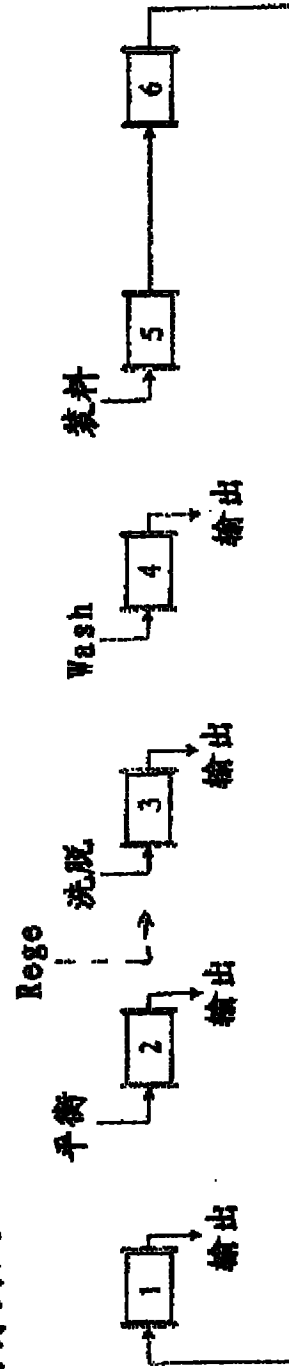


图 12C

序列1

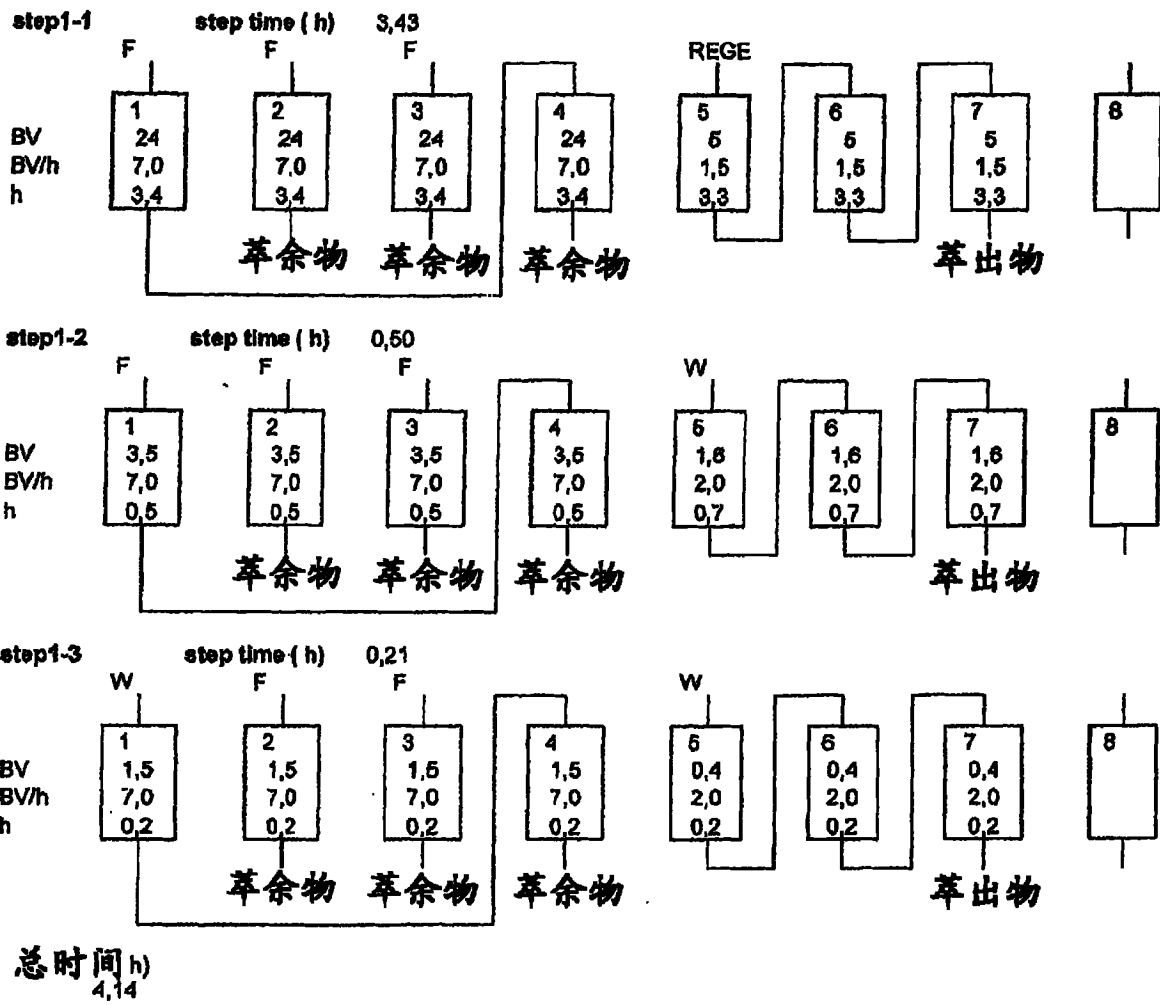


图 13