

Verfahren zur Aufarbeitung einer bei der hydrometallurgischen Gewinnung eines Metalls gebildeten Emulsion

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufarbeitung einer bei der
5 hydrometallurgischen Gewinnung eines Metalls gebildeten Emulsion nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1 und ein Verfahren zur hydrometallurgischen Gewinnung eines Metalls nach dem Oberbegriff des Anspruchs 10.

Bei der hydrometallurgischen Gewinnung von Metallen wird in einem Schritt der
10 Lösungsmittlextraktion eine feststoffhaltige Emulsion an der Phasengrenzfläche zwischen der organischen Phase und der wässrigen Phase ausgebildet. Diese feststoffhaltige Emulsion beeinflusst die Effizienz des hydrometallurgischen Gewinnungsverfahrens, da die Emulsion gegenüber der organischen und der wässrigen Phase einen relativ großen Anteil bildet, welcher sich nur schwer durch
15 herkömmliche Sedimentation in den dafür vorgesehenen Sedimentationstanks abtrennen lässt. Die Verunreinigungen der Emulsion werden sowohl in die organische Phase als auch im späteren Verlauf bis in die Elektrolytlösung weitergeschleppt, so dass die Lebenszeit der Kathode bei der elektrochemischen Gewinnung des Metalls verringert wird und so dass die Einstellung des pH-
20 Wertes der Elektrolytlösung problematisch wird. Die Verunreinigungen finden sich ebenso in der wässrigen Phase der Lösungsmittlextraktion wieder, so dass diese Phase nicht ohne Weiteres wieder als Auslauglösung rückgewonnen werden kann.

Die WO 2006/133804 offenbart die Verwendung eines Dekanters zur Drei-
25 Phasentrennung einer Emulsion bei der hydrometallurgischen Gewinnung eines Metalls. Zur Einstellung der Trennzone und/oder der Teichtiefe in der Trommel wird in einer Ringkammer, in welcher eine Schälscheibe angeordnet ist, der Druck geändert. In die Ringkammer mündet eine Fluidzuleitung, durch die von
30 außen ein Fluid, z.B. ein Gas eingeleitet werden kann. Diese Art der Einstellung/Regelung der Trennzone und/oder der Teichtiefe hat sich zwar an sich bewährt, sie soll aber weiter optimiert werden.

Es ist daher die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein verbessertes Verfahren
35 zur Aufarbeitung einer bei der hydrometallurgischen Gewinnung gebildeten Emulsion bereitzustellen und ein verbessertes Verfahren zur hydrometallurgischen Gewinnung eines Metalls zu schaffen.

Die Erfindung löst diese Aufgabe durch die Merkmale des Anspruchs 1.

Geschaffen wird ein Verfahren zur zentrifugalen Aufarbeitung einer bei der hydrometallurgischen Gewinnung eines Metalls gebildeten feststoffhaltigen Emulsion, wobei die Aufarbeitung in zumindest einem Dekanter (Vollmantel-Schneckenzenrifuge) unter Bildung einer ersten leichteren flüssigen Phase, einer zweiten flüssigen Phase und einer Feststoffphase erfolgt, gekennzeichnet durch die folgenden Schritte:

- i) Ermitteln eines Istwerts der Dichte der ersten flüssigen Phase,
- ii) Vergleichen des Istwerts mit einer Führungsgröße, insbesondere einem Dichtesollwert, und
- iii) Einstellen des Ablaufdruckes der ersten flüssigen Phase in Abhängigkeit von der Führungsgröße.

Die Verstellung der Trennzone in Abhängigkeit von der Dichte der ersten flüssigen Phase erfolgt derart bzw. hat zur Folge, dass die Verweilzeit dieser Phase im Dekanter optimiert wird, so dass die Phase gut von Feststoffen gereinigt abgeleitet wird.

Dadurch kann die erste flüssige Phase stets in den hydrometallurgischen Prozess als Lösungsmittel für die Lösungsmittlextraktion zurückgeführt werden. Gleichzeitig kann auch die zweite flüssige Phase mit lediglich geringen Feststoffverschmutzungen aus dem Dekanter abgeführt werden und ggf. als Auslauglösung in den hydrometallurgischen Prozess rückgeführt werden. Bei höheren Metallionenkonzentrationen kann die erste flüssige Phase, vorzugsweise als organische Phase, auch der Rückextraktion zugeführt werden, um eine Maximierung der Ausbeute an Metall bei der hydrometallurgischen Gewinnung zu erreichen. In beiden Fällen wird die Effizienz des hydrometallurgischen Verfahrens gesteigert. Darüber hinaus können die im hydrometallurgischen Prozess verwendeten Lösungsmittel in größerem Umfang zurückgewonnen werden.

Dabei erfolgt eine Phasentrennung unter Bildung einer ersten flüssigen Phase, einer zweiten flüssigen Phase und einer Feststoffphase. Vorzugsweise erfolgt eine Einstellung des Ablaufdruckes in der Ablaufleitung einer Schälscheibe zum Ablauf der ersten Phase. Hierzu wird die Dichte der ersten flüssigen Phase als Istwert bestimmt und mit wenigstens einem Sollwert verglichen. Weicht der

Istwert vom Sollwert ab, wird der Ablaufdruck der ersten flüssigen Phase verändert.

5 Vorzugsweise wird die Regelung derart gestaltet, dass das System nach dem Minimum der Dichte den zugehörigen Druck regelt.

Vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung sind Gegenstand der Unteransprüche

10 Bei einer zu abrupten Erhöhung des Auslaufdruckes könnte es dazu kommen, dass ein Teil der organischen Phase mit der wässrigen Phase aus dem Dekanter ausgetragen wird. Um dies zu vermeiden, ist es von Vorteil, wenn eine zusätzliche Prozessgröße ermittelt wird und auf einen vorgegebenen Sollwert eingestellt wird. Dies kann beispielsweise durch die Ermittlung der Ausbeute, der Leitfähigkeit und/oder des Reinheitsgrades der organischen Phase und/oder der
15 wässrigen Phase erfolgen.

Geeignet ist das vorstehend beschriebene Verfahren auch als Teil eines Verfahrens zur hydrometallurgischen Gewinnung eines Metalls, das vorzugsweise die folgenden Schritte aufweist:

- 20 A) Bereitstellen eines Metallerzes;
B) Auslaugen des Metallerzes unter Bildung einer metallionenhaltigen wässrigen Lösung oder Aufschlämmung;
C) Lösungsmittlextraktion zur Überführung von Metallionen in eine organische Lösungsmittelphase;
25 D) Rückextraktion der Metallionen unter Zugabe einer Elektrolytlösung zur organischen Lösungsmittelphase; und
E) Elektrochemische Gewinnung des Metalls;

30 Dabei wird während der Lösungsmittlextraktion eine feststoffhaltige Emulsion gebildet, dessen Aufarbeitung nach einem der vorhergehenden Verfahren erfolgt. Durch die Aufarbeitung der Emulsion wird die Effizienz der hydrometallurgischen Gewinnung verbessert. Fluktuationen die durch die inhomogene Zusammensetzung des Metallerzes, insbesondere durch einen wechselnden Anteil an Silikaten bzw. Sand hervorgerufen werden, beeinflussen die Effizienz
35 der hydrometallurgischen Gewinnung nur im geringen Maße.

Vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung sind Gegenstand der Unteransprüche.

5 Dabei ist es für eine effiziente Arbeitsweise insbesondere von Vorteil, dass die aus der Emulsion zurückgewonnenen flüssigen Phasen wieder als organisches Lösungsmittel oder Auslaugflüssigkeit im Extraktionsprozess rückgeführt werden können, so dass eine umweltfreundliche und sparsame Arbeitsweise ermöglicht wird.

10 Eine vorteilhafte Variante der Erfindung wird nachfolgend anhand der Zeichnungen näher erläutert.

Sie zeigen:

15 Figur 1: eine schematische Darstellung eines hydrometallurgischen Verfahrens zur Gewinnung eines Metalls;

Figur 2: eine schematische Darstellung eines Teilbereichs eines Dekantern zur Aufarbeitung einer Emulsion;

20 Figur 3: eine schematische Darstellung einer Betriebszustandes mit einem relativ niedrigen Ablaufdruck in der einer Schälscheibe nachgeschalteten Ablaufleitung des Dekantern;

25 Figur 4: eine schematische Darstellung eines Betriebszustands mit im Vergleich zu Fig. 3 erhöhten Ablaufdruck;

Figur 5-7: verschiedene Diagramme zur Veranschaulichung der gegebenen Zusammenhänge bei der Verarbeitung der Emulsion.

30 Figur 1 zeigt einen beispielhaften Verfahrensablauf zur hydrometallurgischen Gewinnung eines Metalls.

35 Ausgehend vom Bereitstellen eines Metallerzes in Schritt A, beispielsweise einem kupfer-, nickel- oder kobalthaltigem Erz, erfolgt zunächst in Schritt B ein Auslaugen des Metallerzes. Dabei wird eine Auslauglösung zugegeben. Dadurch

werden Metallionen zumindest teilweise gelöst. Bei der Auslauglösung handelt es sich vorzugsweise um eine wässrige Lösung.

Nach dem Auslaugen erfolgt in Schritt C eine Lösungsmittlextraktion. Dabei wird vorzugsweise ein organisches Lösungsmittel zu der Auslauglösung hinzugegeben unter Bildung eines Zweiphasen-Systems mit einer organischen Phase und einer wässrigen Phase in welcher sich jedoch aufgrund von Verunreinigungen an der Phasengrenze eine feststoffhaltige Emulsion bildet. Die Aufarbeitung wird im Anschluss in den Figuren 2-7 näher beschrieben.

Nach der Überführung der Metallionen in die organische Phase erfolgt in Schritt D eine Rückextraktion durch Zugabe einer wässrigen Elektrolytlösung, wobei die organische Phase zurückgewonnen werden kann, um so wieder in der vorhergehenden Lösungsmittlextraktion eingesetzt zu werden.

Nach der Lösungsmittlextraktion und der Rückextraktion erfolgt in Schritt E die elektrochemische Gewinnung und ggf. eine zusätzliche Raffination des Metalls M, in Abhängigkeit von dem Abscheidungspotential des jeweiligen Metalls.

Figur 2 verdeutlicht einen vorteilhaften Weg zur Aufarbeitung der Emulsion, welche bei der Lösungsmittlextraktion während der hydrometallurgischen Gewinnung eines Metalls, wie sie in Figur 1 dargestellt ist, gebildet wird.

Besonders bevorzugt wird zur Aufarbeitung der Emulsion ein Dekanter, insbesondere ein Dreiphasen-Dekanter, verwendet.

Bei dem in Figur 2 dargestellten Dreiphasen-Dekanter 1 wird aufzuarbeitende Emulsion 2 über ein Zuleitungsrohr 4 in einen Trommelinnenraum 3 einer Trommel 16 geleitet.

Diese Emulsion 2 wird im Zentrifugalfeld der Trommel 16 des Dekanters 1 in eine organische Phase 5, eine wässrige Phase 6 und eine Feststoffphase 7 getrennt. Es bilden sich ein Trennzonendurchmesser T und eine Teichtiefe bzw. ein Teichtiefendurchmesser T_D aus.

Die organische Phase 5 wird über eine Schälscheibe 8 mit Schälscheibenschaft und eine diesem in Ablaufrichtung nachgeordnete Ablaufleitung 9 mittels einer nicht-dargestellten Pumpe aus dem Dekanter 1 abgeführt.

- 5 Die schwerere wässrige Phase 6 wird hier beispielhaft radial an einem Auslass 19 aus dem Dekanterinnenraum 3 ausgetragen, im Sammelraum 10 aufgefangen und von dort aus dem Dekanter abgeleitet.

- 10 Die Feststoffphase 7 wird vorzugsweise mit einer Schnecke 17 auf eine dem Ablauf der organischen Phase 5 entgegengesetzte Seite der Trommel 16 geleitet und dort aus der Trommel 16 gefördert (nicht dargestellt).

- 15 Im Trommelinnenraum 3 ist hier ein Wehr 11 angeordnet, über welches die organische Phase 5 zur Schälscheibe 8 fließt.

- Das Wehr 18 dient dagegen als Ableitungsüberlauf für die wässrige Phase 7 zum hier bevorzugten radialen Auslass aus der Trommel 16.

- 20 Zur Einstellung der Trennzone bzw. des Trennzonendurchmessers T (siehe auch Fig. 3 und 4) im Dekanter 1 wird ein in die Ablaufleitung 9 geschaltetes Ventil 12 geschaltet, welches über einer Regeleinrichtung 13 zur Einstellung des Ventils 12 in Abhängigkeit von einer Prozessgröße, insbesondere in Abhängigkeit vom Druck der organischen Phase ansteuerbar ist.

- 25 Diese Regeleinrichtung 13 weist zumindest ein Mittel zur Ermittlung einer Prozessgröße auf. Ein bevorzugtes Mittel zur Ermittlung der Prozessgröße ist vorzugsweise ein Mittel zur Dichtemessung 14, insbesondere der Dichte der organischen Phase 5.

- 30 Weicht die Dichte von einer Führungsgröße (vorzugsweise ein fester oder variabler Dichtesollwert, welcher eine nicht zu überschreitende Kontamination der organischen Phase 5 widerspiegelt) bzw. einem hiermit zusammenhängenden jeweiligen Sollwert der Dichte ab, so erfolgt eine entsprechende Änderung des Androsselns des Ventils 12.

- 35 Durch ein verstärktes Androsseln des Ventils 12 wird weniger leichte Phase 5 abgeleitet, wodurch der Durchmesser der Trennzone T in der Trommel 16 des

Dekanter nach außen verschoben wird, wobei zugleich eine Erhöhung der Teichtiefe D_T radial nach innen hin bewirkt wird.

Die mit der Einstellung des Ventils 12 verbundene Einstellung des Ablaufdruckes bewirkt eine Verschiebung der Trennzone T im Dekanter in Abhängigkeit von der Dichte der organischen Phase. Ein Anstieg der Dichte der organischen Phase ist gleichbedeutend mit einem Anstieg an Kontaminationen in dieser Phase. Durch die Ermittlung der Dichte können Kontaminationen in der organischen Phase auf einfache Weise detektiert werden. Ein fester oder variabler Sollwert für die Dichte bildet die Obergrenze für mögliche Kontaminationen. Wird dieser überschritten, so werden Gegenmaßnahmen – das Verändern des Ablaufdrucks in der Ablaufleitung 9 - zur Verringerung der Dichte eingeleitet. Die Ermittlung der Dichte erlaubt somit eine automatische Anpassung der Arbeitsweise des Dekanters im kontinuierlichen Betrieb.

Figur 3 zeigt einen möglichen Zustand des Dekanters 1, bei dem das hier nicht dargestellte Ventil 12 nicht oder nur sehr wenig angedrosselt worden ist. In diesem Zustand liegt die organische Phase nur in sehr geringer Menge vor.

Steigt die Kontamination der wertvollen organischen Phase an, kann diese erhöhte Kontamination durch das in Figur 2 dargestellte Mittel zur Dichtemessung 14 z.B. in der Ablaufleitung 9 ermittelt werden und anschließend ein Androsseln des Ventils 12 zur Erhöhung des Ablaufdruckes erfolgen. Der erhöhte Ablaufdruck verschiebt die Trennzone T nach außen, so dass sich weniger Feststoffe im Bereich des Ablaufes der organischen und der wässrigen Phase befinden. Zudem verschiebt sich der Teichzonendurchmesser T_D radial nach innen. Figur 4 zeigt diesen den Zustand des Dekanters 1 bei im Vergleich zu Figur 3 stärker angedrosseltem Druckventil 12, bei welchem der Ablaufdruck erhöht ist, was die Trennzone T weiter nach außen verschiebt und die Teichtiefe T_D nach innen.

Im Diagramm der Figur 5 ist schematisch die Abhängigkeit des Quotienten Trennzonendurchmesser T/Trommeldurchmesser gegen den Quotienten Teichtiefe T_d /Trommeldurchmesser dargestellt.

Das Diagramm in Figur 6 beschreibt die Abhängigkeit der Dichte der kontaminierten organischen Phase in Abhängigkeit von dem Kontaminationsgrad.

Eine reine organische Phase weist eine Dichte von 845 kg/m^3 auf. Diese Dichte steigt allerdings mit zunehmender Kontamination weiter vorzugsweise linear an. Daher ist ein direkter Rückschluss auf die gegebene Kontamination durch die Ermittlung der Dichte der organischen Phase möglich.

5

Ein derartiges Diagramm wird im Versuch ermittelt. Im Versuch wird weiter ermittelt, welcher Ablaufdruck bei welcher Kontamination besonders vorteilhaft ist. Ein derartiger Zusammenhang kann dann im Rechner gespeichert und zur Ermittlung des einzustellenden Ablaufdrucks herangezogen werden.

10

So wird im Diagramm der Figur 7 die Abhängigkeit des Trennzonendurchmessers zum Trommeldurchmesser T vom Druck an der Schälscheibe bzw. Zentripetalpumpe infolge der Drosselung des Ventils 12 dargestellt.

15

Dabei erkennt man, dass bei zunehmenden Druck durch die Pumpe der Trennzonendurchmesser T nach außen hin ansteigt. Dem Anstieg des Trennzonendurchmessers T entspricht ein Anstieg des Volumens an organischer Phase in der Trommel ansteigt und damit ein Anstieg der Retentionszeit, also der Zeit, welche die organische Phase zum Durchlaufen des Dekanter benötigt.

20

Damit bewirkt die Erhöhung des Trennzonendurchmessers T auch eine höhere Reinheit der organischen Phase. Die Anpassung des Ablaufdruckes und damit verbunden des Trennzonendurchmessers T in Abhängigkeit von der ermittelten Dichte der organischen Phase kann im kontinuierlichen Prozessablauf in Echtzeit erfolgen.

25

Sofern der Ablaufdruck allerdings zu stark ansteigt, beispielsweise durch starke Verringerung des Ablaufvolumens der organischen Phase, erhält man zwar eine organische Phase mit hoher Reinheit, allerdings geht in diesem Fall ein Teil der organischen Phase beim Austrag der wässrigen Phase verloren. Teilweise werden auf diese Weise auch Feststoffe verloren. In diesem Fall kann eine zusätzliche Ermittlung und Einstellung der Ausbeute, der Leitfähigkeit und des Reinheitsgrades der organischen Phase oder ggf. auch der wässrigen Phase erfolgen. Die Ausbeute kann beispielsweise mit Mitteln zur Messung des Volumenstromes 15 bestimmt werden, welche wie in Fig.2 dargestellt im Bereich des Ablaufs der organischen Phase angeordnet sind.

30

35

Anzumerken ist, dass geeignete Mittel zur Dichtemessung dem Fachmann bekannt sind. Zu erwähnen sind optische Methoden (Durchleuchten der Phase: mit zunehmender Trübheit nimmt die Dichte zu). Darüber hinaus sind andere geeignete Mittel zur Dichtemessung verwendbar. Vorzugsweise wird die

5 Dichtemessung kontinuierlich – beispielsweise im aus der Ablaufleitung 9 austretenden Produkt - vorgenommen.

Die Versuche wurden mit einer Dekanterzentrifuge Typ DCE 345-02.32 der GEA WESTFALIA GROUP GMBH, Oelde, Deutschland durchgeführt.

Bezugszeichen

	1	Dekanter
	2	Emulsion
5	3	Dekanterinnenraum
	4	Zuleitungsrohr
	5	Organische Phase
	6	Wässrige Phase
	7	Feststoffphase
10	8	Schälscheibe
	9	Ablaufleitung
	10	Sammelraum
	11	Wehr
	12	Ventil
15	13	Regler
	14	Mittel zur Dichtemessung
	15	Mittel zur Messung des Volumenstromes
	16	Trommel
	17	Schnecke
20	18	Überlaufwehr
	19	Auslass

		Schritt A	Bereitstellen von Metallerz
		Schritt B	Auslaugen
25		Schritt C	Lösungsmittlextraktion
		Schritt D	Rückextraktion
		Schritt E	elektrochemische Gewinnung
		Schritt F	Aufarbeitung der Emulsion
	M		Metall
30	T		Trennzone
	T _d		Teichtiefe

Ansprüche

1. Verfahren zur zentrifugalen Aufarbeitung einer bei der hydrometallurgischen Gewinnung eines Metalls gebildeten feststoffhaltigen Emulsion, wobei die Aufarbeitung in zumindest einem Dekanter (1) unter Bildung einer ersten leichteren flüssigen Phase (5), einer zweiten flüssigen Phase (6) und einer Feststoffphase (7) erfolgt, gekennzeichnet durch die folgenden Schritte:
 - i) Ermitteln eines Istwerts der Dichte der ersten flüssigen Phase (5),
 - ii) Vergleichen des Istwerts mit einer Führungsgröße, insbesondere einem Dichtesollwert, und
 - iii) Einstellen des Ablaufdruckes der ersten flüssigen Phase in Abhängigkeit von der Führungsgröße.
2. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass, wobei das Einstellen des Ablaufdrucks durch Androsseln eines Ventils (12) in einer einer Schälscheibe (8) nachgeschalteten Ablaufleitung (9) zur Ableitung der ersten flüssigen Phase (5) aus dem Dekanter erfolgt.
3. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die erste flüssige Phase (5) eine geringere Dichte aufweist als die zweite flüssige Phase (6).
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Aufarbeitung unter Bildung einer organischen Phase (5), einer wässrigen Phase (6) und einer Feststoffphase (7) erfolgt, wobei es sich bei der organischen Phase (5) um die erste flüssige Phase und bei der wässrigen Phase (6) um die zweite flüssige Phase handelt.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Aufarbeitung der Emulsion in einem Dreiphasen-Dekanter erfolgt.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zusätzlich zur Dichte eine weitere Regelgröße ermittelt und bei der Einstellung des Ablaufdrucks berücksichtigt wird.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass als zusätzliche Regelgröße die Ausbeute, die Leitfähigkeit und/oder der Reinheitsgrades der ersten flüssigen Phase (5) und/oder der zweiten flüssigen Phase (6) verwandt wird.