

TNO-rapport

**Haalbaarheidsonderzoek naar de terugwinning
van chroom(III) uit afvalwater van de
leerindustrie door middel van pertractie**

Ref.nr. 91-089
Dossiernr. 112322-22094
Datum maart 1991
NP

Auteur(s)
ir. J.I.A. Koene
J.J. Akkerhuis
ing. S.H. Dieleman

Trefwoord(en)
— pertractie
— chroom(III)
— leerindustrie
— looivocht

Alle rechten voorbehouden.
Niets uit deze uitgave mag worden
vermenigvuldigd en/of openbaar gemaakt
door middel van druk, fotokopie, microfilm
of op welke andere wijze dan ook, zonder
voorafgaande toestemming van TNO.

Indien dit rapport in opdracht werd
uitgebracht, wordt voor de rechten en
verplichtingen van opdrachtgever en
opdrachtnemer verwezen naar de
'Algemene Voorwaarden voor Onderzoeks-
opdrachten aan TNO', dan wel de
betreffende terzake tussen partijen
gesloten overeenkomst.
Het ter inzage geven van het TNO-rapport
aan direct belanghebbenden is toegestaan.

© TNO

Bestemd voor
NOVEM
Postbus 8242
3503 RE Utrecht

Nederlandse organisatie voor
toegepast-natuurwetenschappelijk onderzoek

TNO-Milieu en Energie stelt zich ten doel om, gebaseerd op
de noodzaak van een duurzame ontwikkeling van de
maatschappij, door middel van onderzoek en advisering bij te
dragen aan een goed milieubeheer, een verantwoord
energiegebruik en een doelmatig beheer en gebruik van de
ondergrondse natuurlijke hulpbronnen.



Op opdrachten aan TNO zijn van toepassing de Algemene
Voorwaarden voor onderzoeksoopdrachten aan TNO,
zoals gedeponneerd bij de Arrondissementsrechtbank
en de Kamer van Koophandel te 's-Gravenhage.

Samenvatting

In het kader van een door de ministeries Volkshuisvesting, Ruimtelijke Ordening en Milieubeheer (VROM) en Verkeer en Waterstaat (V & W) gefinancierde haalbaarheidsstudie is door TNO gezocht naar een geschikte extractant en optimale condities voor de terugwinning van trivalent chroom uit looivochten van de leerindustrie door middel van pertractie.

Via de literatuur, het databestand 'Solvex' en contacten met producenten werden extractanten geselecteerd, die vervolgens getest werden op een oplossing van chroomlooiestof. Enkele extractanten bleken goed trivalent chroom te extraheren uit oplossingen van chroomlooiestof (extractie- en pertractie-experimenten).

Het terugwinnen (strippen) van chroom uit de extractievloeistof uit een oplossing van chroomlooiestof was alleen mogelijk bij gebruik van grote hoeveelheden zuur. Alleen al de kosten van het zuurverbruik zijn hoger dan de kosten van verwerking volgens traditionele weg.

Het extraheren van chroom uit praktijkvochten resulteerde in een slecht extractierendement en een stabiele emulsie in de organische fase.

Inhoudsopgave

1	Inleiding	4
2	Beschrijving van het pertractieproces	6
2.1	Principe pertractie/emulsielpertractie	6
2.2	Principe recirculatie-experimenten	9
2.3	Toepassing van pertractie ten opzichte van solvent-extractie	10
3	Resultaten onderzoek met een oplossing van chroomlooi stof	11
3.1	Selectie extractanten	11
3.2	Extractie-experimenten	12
3.3	Stripexperimenten	15
3.4	Pertractie-experimenten	18
4	Resultaten onderzoek met praktijklooi vochten	21
5	Discussie	22
6	Economische evaluatie	23
7	Conclusies	25
8	Literatuur	26

1 Inleiding

In de lederindustrie worden chroom(III)zouten gebruikt als looistof. Een groot deel van dit chroom (ca. 70%) wordt door de huid opgenomen, het resterende deel wordt afgevoerd met het water. Dit water wordt behandeld in een fysisch-chemische waterzuiveringsinstallatie, waarbij het chroom neerslaat door toevoeging van alkali en flocculanten. Het chroomhydroxideslib wordt vervolgens ontwaterd en afgevoerd naar een deponie.

Voor terugwinning en hergebruik van chroom is in principe een methode voorhanden. Het chroom uit 'afgelaten' looibaden wordt geprecipiteerd door toevoeging van magnesiumoxide en vervolgens opgelost in zwavelzuur. Deze techniek is 20 jaar geleden door het Centrum voor Leder en Schoenen TNO ontwikkeld en vindt in het buitenland langzaam zijn toepassing. Op dit moment lopen demonstratieprojecten in Griekenland en India. De Nederlandse leerindustrie is nooit overgegaan tot implementatie van dit systeem omdat gevreesd werd voor een verslechtering van de kwaliteit van het geproduceerde wet-blue (= chroomgelooide halfproduct). Het nadeel van dit robuuste systeem is inderdaad dat te zamen met het chroomhydroxide ook andere componenten kunnen bezinken, die na oplossen terecht komen in de opnieuw te gebruiken chroomoplossing (vervuiling wordt dus gerecirculeerd).

In een gezamenlijk project hebben de afdeling Procestechnologie (PT), de afdeling Milieu Technologie (MiT) en het Centrum voor Leder en Schoenen van TNO een door NOVEM gefinancierd haalbaarheids-onderzoek uitgevoerd naar de mogelijkheden van selectieve extractie van chroom. Doel van het onderzoek was een zeer zuiver chroomvocht te verkrijgen, waardoor de genoemde vervuilingproblemen geëlimineerd worden. Een ander voordeel bij een succesvolle extractie of pertractie is dat er mogelijk minder chemicaliën gebruikt hoeven te worden, omdat er niet geprecipiteerd (hoge pH) en vervolgens weer aangezuurd (lage pH) hoeft te worden.

Experimenten in het verleden gedaan

In 1988 zijn door MT-Apeldoorn pertractieproeven uitgevoerd met een monster wasvocht van de hoofdlooiing. Als extractant werd DEHPA (= di ethyl hexyl phosphoric acid) gebruikt en als organische fase een Shellsol (soort kerosine).

Als voorbehandeling werd het monster gefiltreerd over filteraarde toen bleek dat papierfilters niet gebruikt konden worden vanwege verstoppingen. Het filtermateriaal sloeg echter zeer snel dicht door een vetig materiaal.

Gedurende het pertractie-experiment ontstond een toenemende hoeveelheid witte pasta, die uit de vezelmodule kwam.

Oplossen van de pasta in een aantal oplosmiddelen, waaronder chloroform, ethylacetaat, xyleen, TBP (= tri butyl phosphate) en tetra was niet mogelijk.

De witte pasta ontstond zodra de voedingsstroom in contact kwam met het organische extractiemiddel. Op het fasegrensvlak, in de poriën van het membraan, ontstond een vlies. Op deze wijze werd de uitwisseling geblokkeerd. Er werd geen kleurverandering waargenomen in de organische fase, dus er ging geen chroom over naar die fase.

Als verklaring voor de gevormde pasta werd gedacht aan een neerslag van de extractant (heeft een fosforgroep) met calcium- of magnesium, want:

- kerosine en looivocht gaven geen neerslag en,
- toevoeging van fosfaat (in de vorm van fosforzuur) gaf wel een wit, zalfachtig neerslag.

Er werd geen analyse uitgevoerd op de witte pasta.

Geconcludeerd werd toen dat een vooronderzoek naar condities voor extractie noodzakelijk is.

Het doel van het onderzoek

Het doel van het onderzoek is een extractie voor trivalent chroom te realiseren, waarbij:

- het trivalent chroom door een extractant reversibel, snel en selectief gecomplexeerd wordt en uit de waterfase in een organische fase geëxtraheerd wordt;
- het trivalent chroom door een veranderde conditie (pH) losgelaten wordt door de extractant en het chroom uit de organische fase gestript wordt en in de waterfase terechtkomt;
- de extractie en strip snel plaatsvinden (snelle reactiekinetiek en ontmenging);
- de concentratie chroom in de stripvloeistof aanzienlijk hoger is dan in het looivocht;
- er geen vervuiling van het systeem (membraan, organisch oplosmiddel of extractant) plaatsvindt;
- de condities (voornamelijk pH) in het werkbare traject liggen.

Dit betekent dat er voor de extractie-strip een combinatie gezocht moet worden van:

- chroom-selectieve extractant
- organisch oplosmiddel
- omstandigheden voor vérgaand extraheren en strippen.

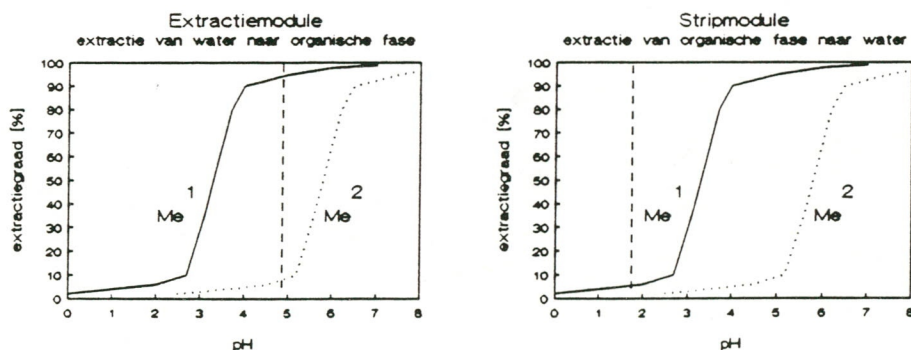
In hoofdstuk 2 worden de achtergronden beschreven van pertractie, emulsiepertractie en recirculatie-experimenten. In hoofdstuk 3 worden de resultaten beschreven van de experimenten met oplossingen van chroomlooiestof met verschillende extractanten. In hoofdstuk 4 worden de resultaten beschreven van experimenten met een praktijklooivocht. In hoofdstuk 5 volgt een discussie en in hoofdstuk 6 de conclusies.

2 Beschrijving van het pertractieproces

2.1 Principe Pertractie/Emulsiepertractie

De 'conventionele' extractie van metalen uit water verloopt in twee stappen. In de eerste stap wordt het metaalbevattende water bij een bepaalde pH in contact gebracht met een organisch extractiemiddel, gewoonlijk opgelost in kerosine. Bij deze pH is de verdelingscoëfficiënt ($=$ de concentratie van het metaal in de organische fase gedeeld door de concentratie van dat metaal in de waterfase) organische fase - waterfase $\gg 1$. Dit betekent dat het metaal preferent overgaat naar de organische fase.

In de tweede stap (het strippen) wordt de met metaal beladen organische fase in contact gebracht met een (schone) waterfase met een lagere pH; nu is de verdelingscoëfficiënt $\ll 1$ en gaat het metaal weer naar de (schone) waterfase over. In figuur 1 zijn de curves van de extractiegraden van een tweetal metalen als functie van de pH getekend. De extractiegraad geeft aan hoeveel (in percentages) van een bepaald metaal bij evenwicht in de organische fase aanwezig is en hoeveel in de waterfase.



Figuur 1 Extractiegraden als functie van de pH

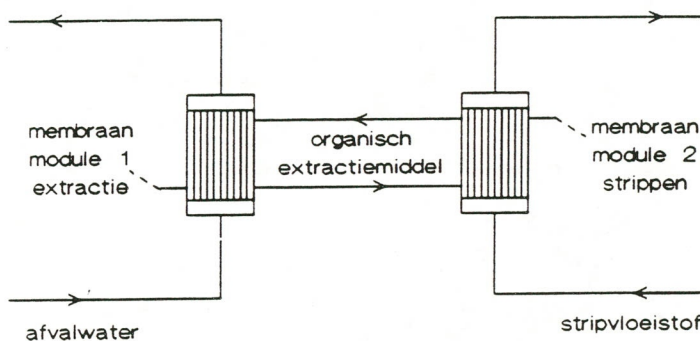
Uit figuur 1 is af te lezen dat metaal 2 (Me 2) bij pH 5 niet naar de organische fase overgaat en metaal 1 (Me 1) wel. Aldus wordt een scheiding verkregen. Uit figuur 1 is tevens af te lezen dat metaal 1 weer naar de waterfase overgaat bij pH 2. Veelal kan hierbij tegelijkertijd een concentrering worden bereikt.

Het hier gegeven voorbeeld geldt voor de zogenaamde zure extractiemiddelen; afhankelijk van het milieu waarin de te scheiden metalen voorkomen, kan ook van solvaterende, chelerende of ionwisselende extractiemiddelen gebruik worden gemaakt.

Bij pertractie wordt, net als bij een 'conventioneel' extractieproces, de organische fase van de extractiesectie naar de stripsectie gerecirculeerd: de beide fasen worden echter zowel in de extractiesectie als in de stripsectie van elkaar gescheiden door een membraan (zie figuur 2).

Dit voorkomt ongewenste emulsievorming en verlies van organische fase in de waterfase zoals dit kan optreden bij het 'conventionele' extractieproces en wel met name daar waar de te behandelen waterfase een afvalwaterstroom is. De emulsievorming heeft een secundaire watervervuiling en verlies van dure extractant tot gevolg.

De membranen die voor het pertractieproces worden gebruikt zijn van het holle vezel type, aangezien hierbij hoge oppervlakte/volumeverhoudingen mogelijk zijn.



Figuur 2 Principeschema van het pertractieproces

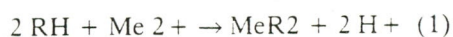
Beschrijving van het emulsie-pertractieproces

Het emulsie-pertractieproces is een modificatie van het hiervoor beschreven 'gewone' pertractieproces. Bij het 'gewone' pertractieproces wordt in afzonderlijke modules geëxtraheerd en gestript. Het blijkt, dat voor zware metalen de stripstap veelal aanzienlijk langzamer verloopt dan de extractiestap. In de praktijk betekent dit, dat in de stripsectie meer membraanoppervlak geïnstalleerd zal moeten worden dan in de extractiesectie.

Bij het emulsie-pertractieproces worden de extractiestap en de stripstap gecombineerd in één module: er kan globaal worden volstaan met het membraanoppervlak van alleen de extractiesectie uit het 'gewone' pertractieproces. Combinatie van extractie en stripstap in één module is mogelijk door in plaats van een organisch extractiemiddel een emulsie van extractiemiddel en stripvloeistof door de membraanmodule te leiden. In de emulsie vormt het organische extractiemiddel de continue fase en de stripvloeistof de disperse fase.

De poriën van het hydrofobe microporeuze membraan zijn gevuld met het organische extractiemiddel. Het te verwijderen metaal (Me) wordt vanuit het afvalwater gebonden door het in de poriën aanwezige extractiemiddel. Aan de andere zijde van het membraan wordt het extractiemiddel geregenereerd (gestript) door de in het extractiemiddel gedispergeerde stripvloeistof.

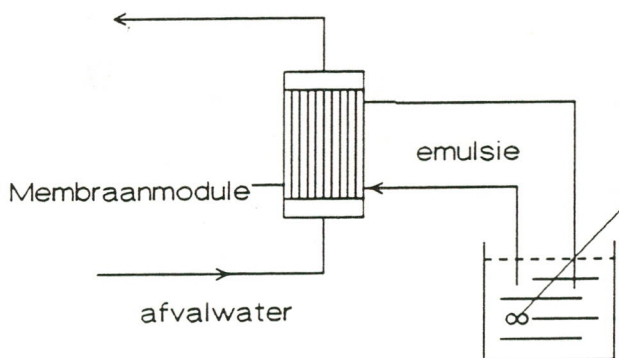
Concentrerings van het metaal vindt plaats in de stripvloeistof. Het evenwicht van extractiereactie (1) wordt direct naar rechts verschoven door het optreden van stripeactie (2). Zie ook figuur 3 en 4.



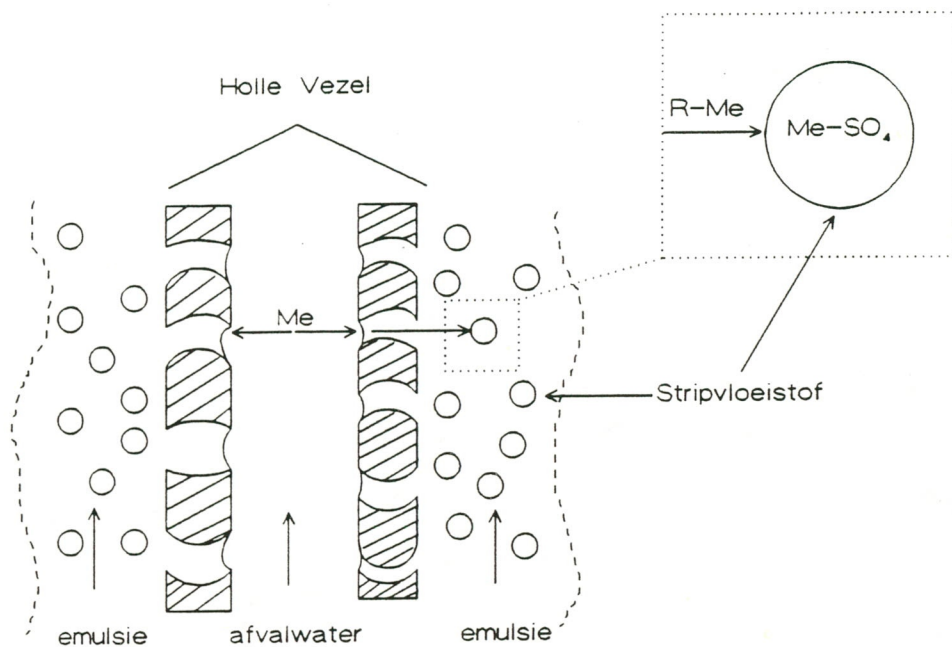
Waarbij R de extractant is.

Dit voorbeeld geldt voor een zuur extractiemiddel.

Een belangrijk voordeel van het emulsie-pertractieproces boven de gewone pertractie is bovendien het feit dat de organische 'mantel' om de stripvloeistof direct contact tussen stripvloeistof en membraan verhindert. Hierdoor is het gebruik van sterk zure of sterk basische stripvloeistof mogelijk, zonder gevaar voor aantasting van het membraan.



Figuur 3 Principeschema van het emulsie-pertractieproces



Figuur 4 Detail van holle vezel in emulsie pertractieproces

Na de membraanmodule kan de emulsie gescheiden worden in een organisch deel met het gestripte extractiemiddel, en een waterig deel beladen met zware metaalionen. Het organisch deel kan worden aangevuld met nieuwe stripvloei stof en opnieuw gebruikt.

2.2 Principe recirculatie-experimenten

Het onderzoek naar de verwijdering van Cr III uit afvalwater is gestart met recirculatie-experimenten in het laboratorium. Het afvalwater wordt hierbij na door de membraanmodule te zijn gepompt teruggevoerd naar het voorraadvat. Ook de emulsie van extractiemiddel en stripvloei stof wordt vanuit een geroerd voorraadvat rondgepompt door de membraanmodule. De recirculatie-experimenten bieden de mogelijkheid om met een beperkte hoeveelheid afvalwater en één enkele membraanmodule op het laboratorium reeds de volgende zaken te bepalen:

- werking emulsie-pertractieproces met het betreffende reële afvalwater (alleen korte termijn effecten worden zichtbaar),
- verwijderingsgraad en concentrering,
- selectiviteit van het extractiemiddel,
- snelheid van verwijdering.

De snelheid van het emulsie-pertractieproces wordt bepaald door op gezette tijden een monster uit het afvalwatervoorraadvat te nemen. Het daaruit volgende concentratieverloop in de tijd wordt met behulp van een mathematisch model in het simulatieprogramma Tutsim bewerkt. Hieruit volgt dan de overall stofoverdrachtscoëfficiënt van het emulsiepertractieproces. Aan de hand van de aldus bepaalde stofoverdrachtscoëfficiënt kan het ontwerp van een 'once through' installatie worden gemaakt. In een 'once through' installatie wordt een dusdanig aantal membraanmodules in serie geschakeld dat de gewenste verwijderingsgraad na één doorgang van het afvalwater door de modules is bereikt.

2.3 Toepassing van pertractie ten opzichte van solvent-extractie

De vraag dient zich aan wanneer pertractie de voorkeur verdient en wanneer de klassieke solvent-extractie (zonder gebruik van membranen, scheiding van organische fase en waterfase gebeurt op basis van dichtheidsverschillen).

Chemisch gezien is er geen verschil tussen de beide technieken. Het belangrijkste verschil is dat er bij de pertractie een fysische scheiding tussen organische fase en waterfase gecreëerd wordt door middel van een membraan. Het membraan heeft voor- en nadelen.

Membranen kunnen hun dienst bewijzen wanneer er gebruik gemaakt wordt van dure oplosmiddelen, waarvan de verliezen zo veel mogelijk beperkt moeten worden.

Wanneer er componenten in de te zuiveren afvalstroom aanwezig zijn, die de extractant kunnen vergiftigen (bij voorbeeld detergenten) of wanneer er ontmengproblemen ontstaan, kunnen membranen een oplossing bieden.

Wanneer de verschillen in debieten van waterfase en organische fase te groot zijn (meer dan een factor 3) wordt de toepassing van de klassieke solvent-extractie moeilijk. Door toepassing van membranen zijn wél grotere verschillen in debiet mogelijk.

Nadelen van een dergelijk membraan zijn een belemmerde stofoverdracht en het gevaar van vervuiling van het membraan met als gevolg een slechte uitwisseling.

3 Resultaten onderzoek met een oplossing van chromlooi

3.1 Selectie extractanten

Een literatuuronderzoek in het 'Solvex'-data-bestand, literatuur-gegevens en contacten met producenten van extractanten leverde een aantal mogelijk voor Cr(III) geschikte extractanten op.

Raadplegen van het 'Solvex'-data-bestand leverde de volgende extractanten op:

- DEHPA (di ethyl hexyl phosphoric acid)
- DNNSA (di nonyl naftaleen sulphonie acid)
- Capronzuur (hexanoic acid)
- TIOA (tri iso octylamine)

Capronzuur zou een zeer geschikte extractant kunnen zijn en wel om de volgende redenen:

- De verdelingscoëfficiënt bij $\text{pH} = 4$ is hoog. Dit betekent dat chroom dan gemakkelijk naar de organische fase gaat. Op het einde van de looing heeft het chroomvocht een dergelijke pH -waarde.
- De verdelingscoëfficiënt bij $\text{pH} = 2.5$ is laag. Dit betekent dat een beladen organische fase bij deze pH -waarde gemakkelijk gestript kan worden. Een looing begint bij een pH van circa 3 waardoor direct het chroom opnieuw beschikbaar zou komen.
- Het milieu is een sulfaatmilieu (looiwater: chloride- + sulfaat-milieu).
- Capronzuur is zeer goedkoop.

In figuur 5 is de verdelingscoëfficiënt in het werkbare pH -traject weergegeven.

Volgens Warren Spring Laboratories in Engeland (Dr. Flett) zouden met Primene JM-T mogelijk goede resultaten behaald kunnen worden. Primene JM-T is een primair amine.

Een van de belangrijkste producenten van extractanten (Henkel) leverde enkele mogelijke extractanten aan:

- LIX A (Henkel)
- LIX B (Henkel)
- LIX B (gemodificeerd) (Henkel)
- Alamine 308 (Henkel)

Volgens Henkel is de extractie van trivalent chroom een zeer moeilijke aangelegenheid. Het probleem bij de extractie is voornamelijk een kinetisch probleem. De oplossing zou volgens Henkel gezocht moeten worden in een zogenaamde 'kinetic enhancer'.

Ook volgens de firma Schering uit Duitsland bestaan er geen goede extractanten voor trivalent chroom.

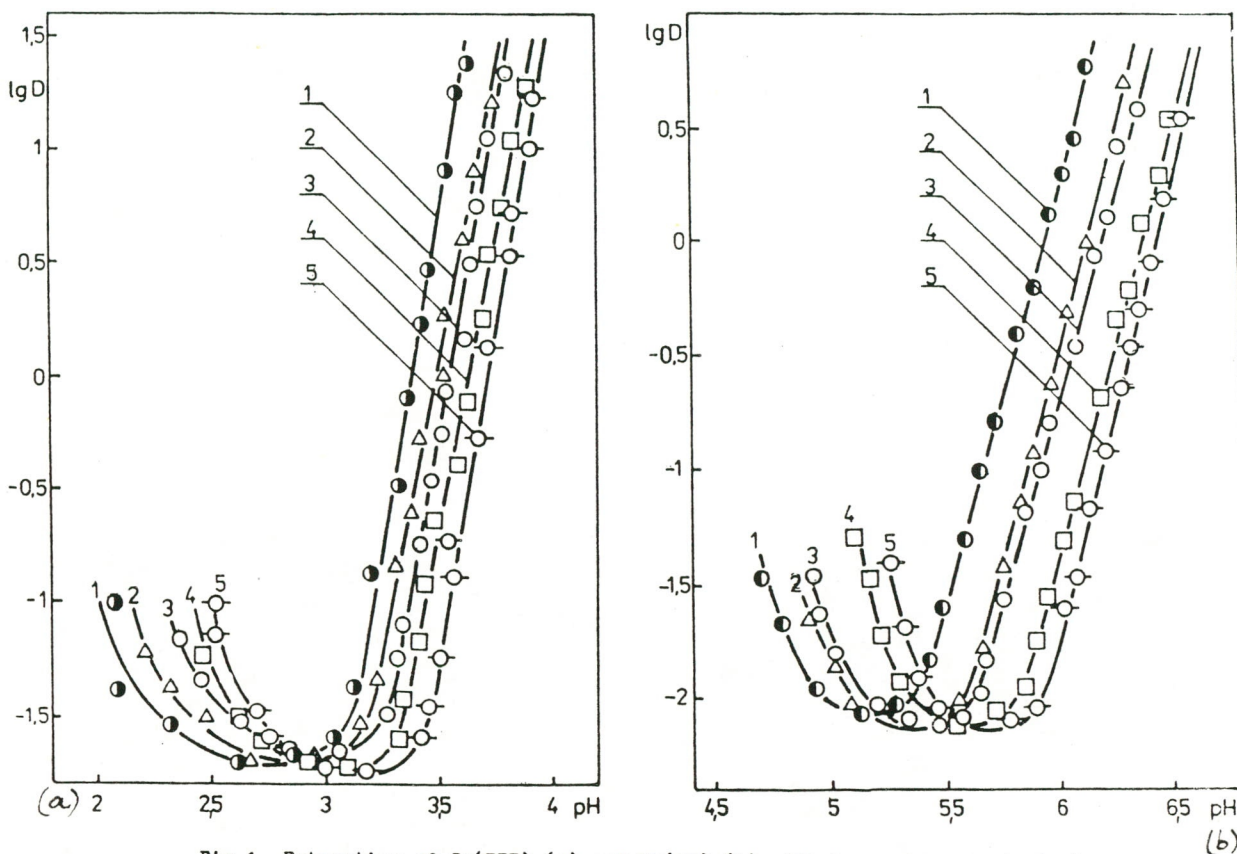


Fig.1. Extraction of Cr(III) (a) and Mn(II) (b) with hexanoic acid (0.6 M)
Metal conc.: 1 - $5 \cdot 10^{-2}$; 2 - $1 \cdot 10^{-2}$; 3 - $5 \cdot 10^{-3}$; 4 - $1 \cdot 10^{-3}$; 5 - $5 \cdot 10^{-4}$ M

Figuur 5 Verdelingscoëfficiënt voor Capronzuur volgens lit. 1

3.2 Extractie-experimenten

De chroomconcentraties van de afgelaten looivochten liggen tussen 0,5 g/l (hooguitnuttende looiing) en 7.5 g/l (wanneer niet gewassen wordt). Wasvochten hebben een ongeveer 10 maal lagere chroomconcentratie.

De meeste experimenten zijn uitgevoerd met oplossingen van ca. 5 g Cr (III)/l, omdat dit een gemiddelde concentratie van een afgelaten looivocht is.

Bij de bepaling van de verdelingscoëfficiënten van de diverse extractanten werd steeds de chroomoplossing bereid uit de chroomlooistof 'Chromosal B' van Bayer. Chromosal B is een 33% basische looi stof met een chroomoxidegehalte van 26%. en een gehalte aan natriumsulfaat van 23-24%. De contacttijd van chroomoplossing en het organisch oplosmiddel bedroeg 10-30 minuten.

Oplosmiddelen: Shellsol K, Shellsol R:

- Shellsol K bevat hoofdzakelijk alifaten;
- Shellsol R bevat veel aromaten.

De verdelingscoëfficiënten zoals die in de extractie-experimenten bepaald zijn, zijn vermeld in tabel 1 t/m 3.

3.2.1 DEHPA

Als oplosmiddel werd Shellsol K gebruikt. De verdelingscoëfficiënten werden bij twee concentraties van DEHPA in Shellsol K bij twee verschillende pH-waarden van de Chromosal B oplossing bepaald. Zie tabel 1.

De verdelingscoëfficiënt was laag ($D = 2$), wat betekent dat de concentratie chroom in de organische fase slechts twee maal zo hoog was als in de waterfase na het instellen van het evenwicht.

Er werd géén neerslag (zalf) waargenomen bij de oplossing van chroomlooi stof in tegenstelling tot de experimenten, die in 1988 met een praktijkvocht uitgevoerd zijn.

3.2.2 DNNSA

De DNNSA wordt door de fabrikant geleverd in een oplossing van 50% in kerosine. Er werden experimenten met DNNSA - kerosine onverdund en met verschillende verdunningen in Shellsol K uitgevoerd. Zie tabel 1. De verdelingscoëfficiënten bij gebruik van zowel 25 vol.% als 50 vol.% DNNSA waren redelijk ($D = 7-19$). De hoogste verdelingscoëfficiënten werden bereikt bij de lagere chroomconcentraties (CrIII - concentraties kleiner of gelijk 1 g/l).

3.2.3 Capronzuur

In de literatuur (lit. 1) werden geen oplosmiddelen voor Capronzuur vermeld. Als organische fase werd een mengsel van m/p-xyleen, oktanol en Shellsol K gebruikt. Gevarieerd werden: concentratie Capronzuur, temperatuur en pH van de voeding. Naast een oplossing van Chromosal B, welke alleen sulfaten bevat, werd een oplossing van CrCl_3 getest. Zie tabel 1. Tijdens de extractie daalde de pH. Omdat Capronzuur sterk reageert op minieme pH-veranderingen is de extractie uitgevoerd met pH-correctie (met natronloog).

Alleen bij hogere temperatuur van waterfase en organische fase ($T = 60^\circ\text{C}$, $\text{pH} = 4.4$) werd een extractie verkregen. De verdelingscoëfficiënt was 21, wat als redelijk beschouwd mag worden.

Bij kamertemperatuur werd geen goede verdelingscoëfficiënt verkregen.

3.2.4 TIOA

Als oplosmiddel werden Shellsol K en Shellsol R getest. Ook werd een experiment met chloride milieu (oplossing van CrCl_3) uitgevoerd.

Er trad geen kleurverschil op ten opzichte van het uitgangsmonster. Er werden derhalve geen analyses uitgevoerd en geen verdelingscoëfficiënten berekend.

3.2.7 LIX A, B en B (gemodificeerd)

De extractiemiddelen LIX A, LIX B en LIX B (gemodificeerd) werden getest in de volgende oplosmiddelen: Shellsol K, Shellsol R en Xyleen.

De pH van de voeding was 2-4. Alleen experimenten bij kamertemperatuur werden uitgevoerd. Verder werd een experiment uitgevoerd waarbij de extractant als zodanig ingezet werd en niet verdund in een organisch oplosmiddel. Zie tabel 2.

Bij geen enkele extractie werd visueel een overdracht van chroom van de waterfase naar de organische fase waargenomen. Er werden dan ook geen analyses op chroomconcentraties uitgevoerd en geen verdelingscoëfficiënten berekend.

3.2.8 Alamine 308

Als oplosmiddel werd Shellsol K gebruikt. Na extractie met een Chromosal-B oplossing ontstonden 3 lagen. Ter voorkoming van dit verschijnsel werd bij de volgende experimenten een modifier toegevoegd. Deze stof voorkomt het vormen van een stabiele emulsie. Er werden extractie-experimenten uitgevoerd met 2 concentraties chroom bij verschillende pH. Zie tabel 3.

De verdelingscoëfficiënten waren nihil, wat betekent dat chroom in zijn geheel niet door de extractanten gecomplexeed werd.

3.2.9 Primene JM-T

Als oplosmiddel werden gebruikt: o/m - Xyleen, Shellsol K en Shellsol R.

Er werden extractie-experimenten uitgevoerd bij verschillende pH, bij kamertemperatuur. Zie tabel 3.

Extractie met Primene JM-T met alle bovengenoemde oplosmiddelen ging buitengewoon goed. Er werd zelfs een verdelingscoëfficiënt van 4500 bij gebruik van Shellsol K als oplosmiddel vastgesteld, welke als extreem hoog moet worden beschouwd.

Wat de invloed van de pH betreft werden de hoogste verdelingscoëfficiënten gevonden bij pH 5.1 bij de experimenten met xyleen als organisch oplosmiddel, wat opmerkelijk is omdat chroom bij deze pH al hydroxides begint te vormen. Bij verdere pH verhoging naar 5,3 en 5,5 daalde de verdelingscoëfficiënt weer aanzienlijk.

Samenvattend kunnen de resultaten van de extracties weergegeven worden

	Grootste verdelings- coëfficiënt	Temp. (°C)	pH	volume percentage extractant in org. fase (V/V)
DEHPA	2,1	20	4.0	20%
DNNSA	17,1	20	4.0	25%
Capronzuur	21,4	60	4,4	8%
Alamine 308	0,13	20	2.0	20%
Primene JM-T	4500	20	5.6	12%

verdelingscoëfficiënt: $(\text{CONC}_{\text{begin}} - \text{CONC}_{\text{eind}}) \times (\text{A/O}) / \text{CONC}_{\text{eind}}$
(N.B. : concentraties (CONC) in waterfase,
: A/O = volume waterfase/volume organische fase)

Conclusie met betrekking tot de extractie van chroom uit een oplossing van chroomlooistof:

- DEHPA en TIOA vertoonden geen goede extractie van trivalent chroom
- De verdelingscoëfficiënt voor DNNSA was redelijk
- Extractie van trivalent chroom lijkt met name mogelijk met Capronzuur (hexanoic acid) en Primene JM-T.
- De extractanten van Henkel (LIX A, LIX B, en LIX B_{gemodificeerd}) en alamine 308 hadden een zeer ongunstige verdelingscoëfficiënt en lijken daarom niet geschikt.

3.3 Stripexperimenten

Een extractant is pas geschikt als er een goede extractie(= het opnemen van chroom in de organische fase), maar ook een goede strip (= het afgeven van chroom aan een schone waterfase) gerealiseerd kan worden. Voor de meest interessante extractanten zijn stripexperimenten uitgevoerd:

- DNNSA / Shellsol K
- Capronzuur / Shellsol K
- Primene JM-T / Shellsol K.

De met chroom beladen organische fase van de genoemde extractanten werd met zwavelzuur behandeld, met als doel dat het chroom de organische fase verlaat en naar de zure waterfase gaat.

In eerste instantie werd getracht te strippen met water met een gematigde pH (pH = 1 à 2). Hiermee kon bij geen van de extractanten een strip van chroom gerealiseerd worden. Daarom zijn hogere zuursterkten geprobeerd. De relatie verdelingscoëfficiënt-zuursterkte is weergegeven in figuur 6, 7 en 8.

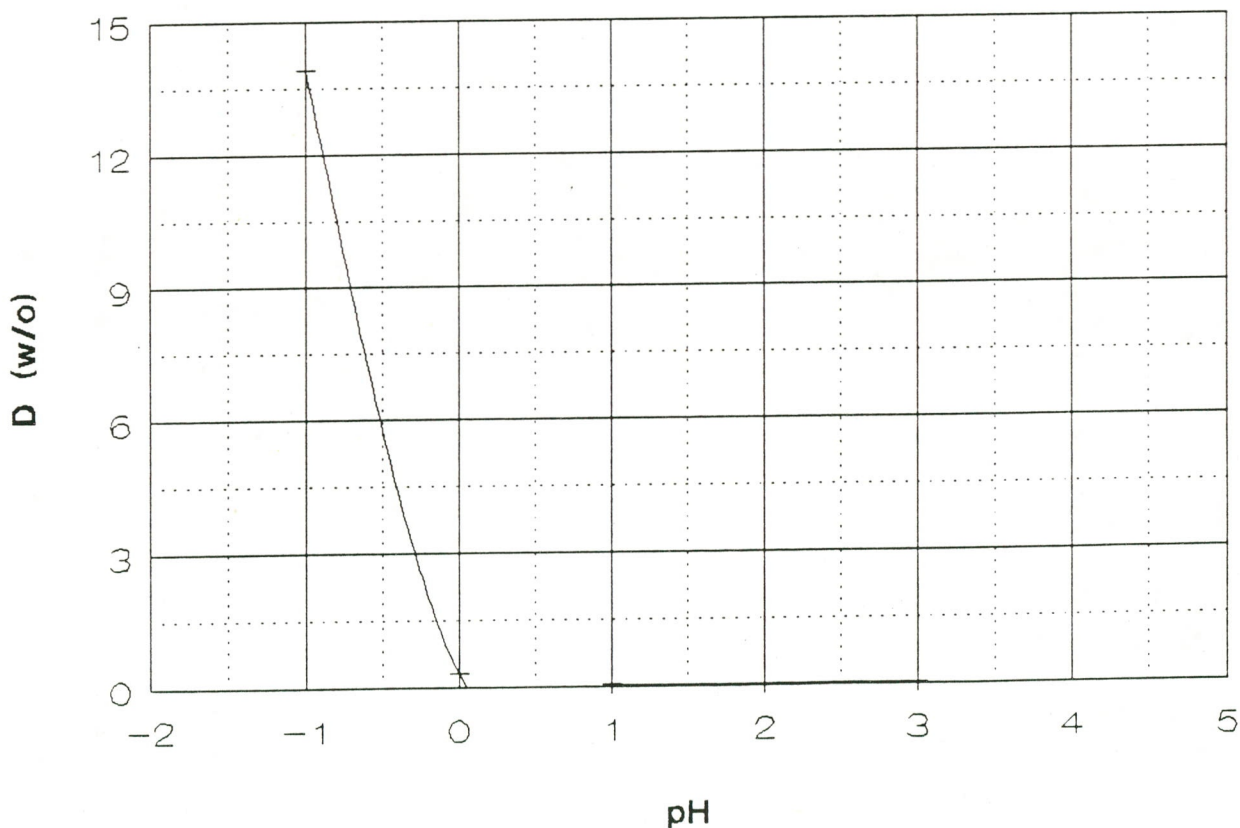
Omdat de pH-meter minder geschikt is in het zeer lage pH-gebied, is de zuursterkte bij de experimenten met Capronzuur en Primene JM-T weergegeven in mol/l.

Uit de figuren blijkt dat Primene en Capronzuur pas gestript kunnen worden als de zuursterkte meer dan 3 molair bedraagt. Ook DNNSA wordt pas gestript bij een zuursterkte groter dan 1 molair.

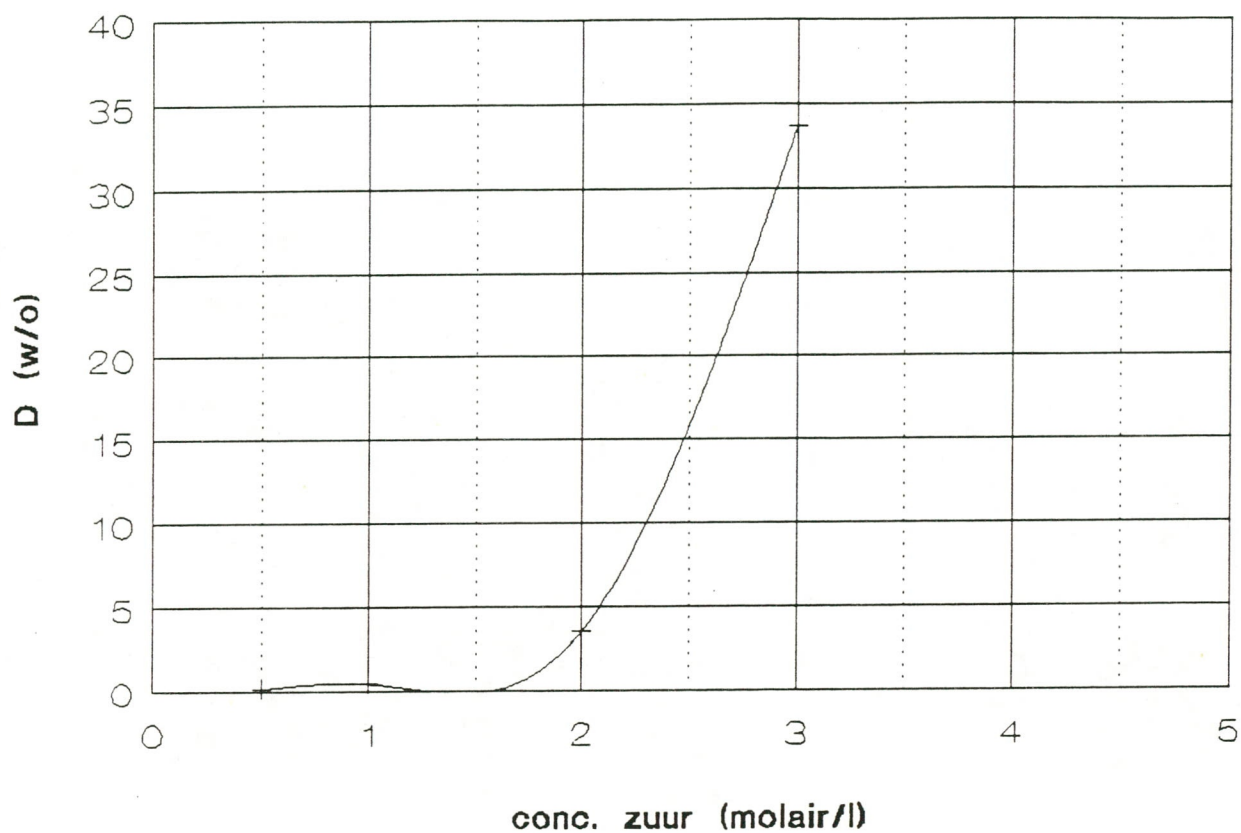
Bij geen van alle extractanten kon chroom gestript worden bij een gematigde zuursterkte (bij voorbeeld $\text{pH} = 2$). Dit betekent in de praktijk een zeer hoog zuurverbruik en dus hoge kosten voor terugwinning.

Conclusies strippen:

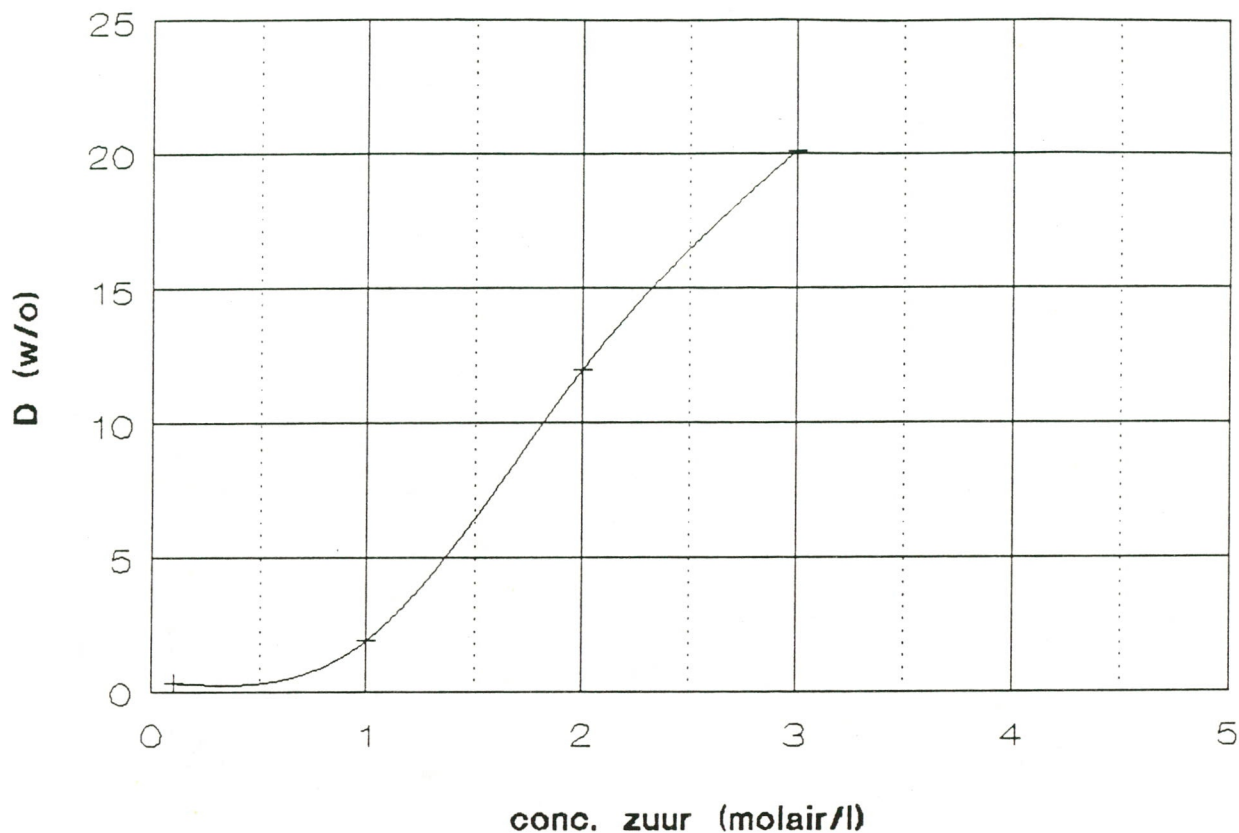
- Bij geen van alle extractanten kon chroom gestript worden bij een gematigde zuursterkte.



Figuur 6 De verdelingscoëfficiënt (D) voor DNNSA bij verschillende pH-waarden



Figuur 7 De verdelingscoëfficiënt (D) voor Capronzuur bij verschillende concentraties zuur



Figuur 8 De verdelingscoëfficiënt (D) voor Primene JM-T bij verschillende concentraties zuur

3.4 Pertractie-experimenten

Er zijn recirculatie-emulsielpertractie-experimenten uitgevoerd met als voeding een oplossing van de chroomlooistof 'Chromosal B'. Twee typen modules werden gebruikt: een Amicon module H 1P10-20 met polysulfon holle vezels* en een Celanese F 400/2-1 module met polypropyleen holle vezels**. De polysulfon vezels zijn minder hydrofoob dan de polypropyleen vezels. (De weerstand ligt in de waterfase). Naarmate de poriën van de vezels verder met organische fase gevuld zijn wordt de stofoverdracht ook groter.

* standaardmodule

** module specifiek voor pertractiedoeleinden

Met behulp van het simulatieprogramma TUTSIM werd de overall stofoverdrachtscoëfficiënt (K_W) bepaald. Deze zijn weergegeven in tabel 4. Bij experiment 1 t/m 4 is DNNSA gebruikt (wijzigen condities) en bij experiment 5 Primene JM-T (wijzigen extractant).

Experiment 1 is uitgevoerd om de werking van het emulsiepertractieproces te testen. De overdracht van chroom uit de oplossing via de organische fase naar het zuur in de emulsie verliep traag. Bij inspectie van de module werd er chroomhydroxide-neerslag op de vezel geconstateerd, wat de reden geweest is voor de slechte stofoverdracht.

Experiment 2 is uitgevoerd om ten opzichte van experiment 1 de overdracht van chroom te verbeteren. Hierbij werd de pH van 4 naar 2,5 gebracht om chroomhydroxide-neerslag te voorkomen. De emulsie werd nu door de vezel in plaats van om de vezels gepompt. De stroomrichting van de emulsie werd omgekeerd. Dit heeft als voordeel, dat er in eventuele 'dode hoeken' geen uitzakking van de emulsie kan optreden. De H_2SO_4 concentratie werd verhoogd tot 5 molair. De pertractie verliep beter, de stofoverdrachtscoëfficiënt was $0,25 \cdot 10^{-6}$ m/s.

Experiment 3 is uitgevoerd na de volgende wijzigingen:

1. De hoeveelheden organische fractie en zuur werden verdubbeld; daardoor wordt de verblijftijd in het emulsievat verlengd, waardoor een verdergaande strip verkregen wordt.
 2. Het debiet van de chroomoplossing werd verhoogd.
- Het resultaat was een geringe verbetering van de overdrachtscoëfficiënt. Deze was $0,40 \cdot 10^{-6}$ m/s.

Experiment 4 is uitgevoerd met een ander type module, Celanese F-400/2-1. Dit is een hydrofoob membraan. Er trad een verbetering op ten opzichte van experiment 3. De overdrachtcoëfficiënt was $0,50 \cdot 10^{-6}$ m/s

Experiment 5 is uitgevoerd met het Celanese F-400/2-1 moduul. Als organische fase werd Primene JM-T toegepast. De emulsie werd door de vezels gepompt. De H_2SO_4 concentratie was 3 molair. Er werd geen verbetering ten opzicht van experiment 4 geconstateerd.

Tabel 4 Overall stofoverdrachtscoëfficiënten (K_W)

Experiment	K_W in 10^{-6} (m/s)
2	0,25
3	0,40
4	0,50
5	0,50

Een overall stofoverdrachtscoëfficiënt van $0,50 \cdot 10^{-6}$ m/s kon maximaal gerealiseerd worden. Een dergelijke stofoverdrachtscoëfficiënt moet als redelijk beschouwd worden. Een goede stofoverdrachtscoëfficiënt bedraagt is $1 \cdot 10^{-6}$ m/s tot $10 \cdot 10^{-6}$ m/s.

Bij het pertractie-experiment met Primene JM-T was voor 1 liter chroomoplossing (1 g/l) nodig:

23,5 ml natronloog (2,5 M): 2,35 g NaOH om de oplossing op pH te corrigeren en 100 ml zwavelzuur (5 M) (= 49 g H₂SO₄) voor het strippen.

Per m³ afvalwater is dus aan chemicaliën nodig: 4,7 kg NaOH (50%) voor het op pH houden van de chroomoplossing en voor het strippen is benodigd 51 kg zwavelzuur (96%, bij 5 Molair) of 31 kg (bij 3 Molair).

4 Resultaten onderzoek met praktijklooiuchten

Een praktijklooiucht werd geëxtraheerd met Capronzuur en Primene om na te gaan of de extractie en strip zonder problemen zouden verlopen.

Dezelfde condities als bij de experimenten met de oplossing van chroomlooistof werden aangehouden.

De samenstelling van dit praktijk looiucht is weergegeven in tabel 5.

Tabel 5 Samenstelling looiucht in g per liter

chroom	5,32
calcium	0,54
magnesium	0,54
sulfaat	39,5
chloride	29,6
carbonaat	< 0,02

Zowel met Capronzuur als met Primene verliep de extractie slecht.

Er vond een gering transport plaats van chroom naar de organische fase. De waterfase bleef sterk gekleurd door het nog aanwezige chroom. De goede verdelingscoëfficiënt die gevonden was bij de experimenten met oplossingen van chroomlooistof, kon dus niet met een praktijkvocht gerealiseerd worden.

Daarnaast werd ook de organische fase troebel, waarschijnlijk als gevolg van een stabiele emulsie.

De stabiele emulsie kon niet verholpen worden door gebruik van een modifier (1-decanol).

Om na te gaan of één van de in tabel 5 genoemd componenten verantwoordelijk was voor deze slechte extractie, zijn in een aanvullend experiment aan een chromosal B oplossing de componenten afzonderlijk toegevoegd.

Toevoegingen van calcium (0,5 g/l) en magnesium (0,5 g/l) hadden geen verstoring effect op de extractie.

Ook toevoegingen van calcium, magnesium en sulfaat (40 g/l) hadden geen verstoring effect op de extractie.

Toevoegingen van calcium, magnesium, sulfaat en chloride (30 g/l) hadden een neerslag in de organische fase tot gevolg. Dit neerslag zag er echter anders uit dan de stabiele emulsie bij het experiment met het praktijkvocht. Toevoeging van alleen chloride (30 g/l) aan de chromosal B oplossing, gevolgd door extractie, gaf geen verstoring van de extractie.

Een duidelijk oorzaak voor de verstoorde extractie was niet aantoonbaar, maar mogelijk is dit chloride geweest. Een andere mogelijkheid zijn de in het praktijkvocht aanwezige eiwitten en vetten.

5 Discussie

Toepassing extractanten:

DNNSA:

Toepassing van DNNSA is technisch wel mogelijk maar vanuit financieel oogpunt onaantrekkelijk. De prijs per kg 50 percentig in kerosine bedraagt ca. Hfl 300, -. Aangezien er nog weinig inzicht bestaat in de verliezen (door vervuiling of technische storingen) lijkt een dergelijk dure extractant voorlopig minder geschikt. Bovendien is de verdelingscoëfficiënt bij het extraheren niet hoog en voor het strippen is veel zuur nodig.

Capronzuur:

Volgens de literatuur (lit. 1) zou voor Capronzuur de invloed van de pH op de verdelingscoëfficiënt zeer sterk zijn. Een pH-verandering van tienden van pH eenheid zou reeds van invloed zijn op de verdelingscoëfficiënt. Een sterke invloed op de pH zou in de praktijk voordelen kunnen bieden. Geringe hoeveelheden alkali en zuur zouden dan al voor een extractie en strip kunnen zorgen. Een nadeel zou zijn dat er hogere eisen aan de pH-sturing gesteld zouden moeten worden. Een dergelijke gevoelige pH-afhankelijke verdelingscoëfficiënt is echter niet gevonden. Capronzuur geeft een goede extractie, is als extractant niet duur, maar voor het strippen zijn grote hoeveelheden zuur nodig. De extractie verloopt alleen goed bij hogere temperatuur, wat betekent dat het afvalwater verwarmd zou moeten worden van 40 °C tot 60 °C.

Primene JM-T:

Het oplossen van de pH bij de extractie met Primene JM-T zou als volgt verklaard kunnen worden. Primene is een primair amine, waarvan bekend is dat alleen negatief geladen moleculen gebonden worden. Het chroomcomplex heeft een neutrale lading nodig om opgenomen te worden in de organische fase.

In de waterfase heeft zich na het oplossen van het Chromosal B een evenwicht ingesteld (naast chroom is een grote hoeveelheid sulfaat aanwezig). Chroom vormt met sulfaat gemakkelijk complexen. Bij het extraheren van het chroom is een enkel sulfaation niet voldoende voor neutraliseren van de lading. Een tweede sulfaat zal ook een H⁺-ion meenemen naar de organische fase, waardoor de pH verhoogd wordt.

Het extraheren van chroom is volgens Henkel ook in Duitsland een serieus probleem. Henkel zegt regelmatig te worden benaderd met de vraag of zij iets kunnen doen aan het afvalwater probleem (chroom) van de lederindustrie. De extractie van trivalent chroom is volgens Henkel een zeer moeilijke aangelegenheid. Het probleem bij de extractie is voornamelijk een kinetisch probleem. De oplossing zou volgens Henkel gezocht moeten worden in een zogenaamde 'kinetic enhancer'.

6 Economische evaluatie

Een uitgewerkte economische evaluatie voor de praktijksituatie is op dit moment moeilijk te geven, omdat het onderzoek nog geen extractant heeft opgeleverd en condities voor een goede extractie en strip van trivalent chroom. Wel is op basis van het chemicaliënverbruik dat benodigd is voor de toepassing van Capronzuur of Primene af te leiden dat de kosten voor chemicaliën aanzienlijk zijn.

Voor de investeringskosten kan verwezen worden naar een berekening die gemaakt is voor de extractie van hexavalent chroom (lit. 2). Operationele kosten zijn niet gegeven, omdat deze pas relevant worden als een goede extractant en condities bekend zijn.

Chemicaliën:

Per m³ afvalwater is dus aan chemicaliën nodig: 4,7 kg NaOH (50%) voor het op pH houden van de chroomoplossing en voor het strippen is benodigd 31 kg (bij 3 Molair).

Kosten chemicaliën:

- natronloog (50%): ca. Hfl 0,30/kg.
- zwavelzuur (96%): ca. Hfl 0,20/kg.

Dit betekent een kostenpost van ca. Hfl 10, — per m³ chroomvocht.

Ook is er nog loog nodig voor neutralisatie voor hergebruik als looistof.

Investeringskosten:

De randapparatuur voor het bedrijven van het pertractieproces bedraagt ca. f 40.000,- (exclusief membranen).

Afvalwaterpomp	f 5.000, —
pH-regeling	f 6.000, —
Roerwerk/emulsievat	f 4.000, —
Settler	f 1.000, —
Emulsiepompen	f 5.000, —
Beveiligingen	f 10.000, —
Leidingwerk, installatie	f 10.000, —

Totaal f 41.000, —

Economie recycling met het magnesiumoxidesysteem:

De berekening is gebaseerd op een door TNO (Centrum Leder en Schoenen) uitgevoerd onderzoek in Griekenland. Daarbij zijn de volgende uitgangsgegevens relevant:

- capaciteit looiing is 4 ton huiden per behandeling
- benodigd aan chroomlooistof 280 kg
- hoeveelheid looivocht: ca. 5 m³
- kosten chroom looistof: Hfl 616, —
- benodigd aan chemicaliën bij recycling:
 - magnesiumoxide : 20 kg à Hfl 0,60/kg
 - zwavelzuur : 22 liter à Hfl 0,15/l
- geen afschrijving apparatuur berekend
- geen arbeid berekend.

Bij de behandeling van het looivocht wordt circa 20% van het toegevoegde chroom teruggewonnen (75% komt in het leer), waardoor bij de volgende batch een besparing van $0,20 \times \text{Hfl } 616, - = \text{Hfl } 125, -$ gerealiseerd kan worden. De kosten voor chemicaliën voor deze recycling bedragen Hfl 15,50.

Het voordeel bedraagt dus ca. Hfl 110, — per looiing (per m³ looivocht ca. Hfl 22, —).

De kosten van behandeling van chroomvocht met behulp van een conventionele ONO-installatie bedragen ca. Hfl 8, - per m³ afvalwater (vuistregel).

Dit betekent dat chroomterugwinning in Griekenland lucratief is, waarbij het voordeel circa Hfl 30, — per m³ bedraagt. Opgemerkt moet worden dat afschrijving apparatuur en personele kosten niet meegenomen zijn in de berekening.

7 Conclusies

In de literatuur en Solvex data-bestand werden enkele extractanten voor trivalent chroom gevonden. Bij producenten van extractanten is weinig bekend over de extractie van trivalent chroom.

Het eerste deel van het pertractieproces, het extraheren, is mogelijk voor chroom (III) met een oplossing van chroomlooistof (Chromosal B van Bayer). De beste extractanten bleken Capronzuur en Primene JM-T (een primair amine). De extractant DNNSA gaf redelijke resultaten, maar is erg duur.

Het tweede deel van het pertractieproces, het strippen, gaat alleen met een sterk zure oplossing (3 tot 5 molair zwavelzuur). Dit vereist een grote hoeveelheid zuur. Alleen al om deze reden lijken de beproefde extractanten van de praktijk niet geschikt.

Met een oplossing van chroomlooistof konden succesvol pertractie-experimenten (met holle vezel modules) uitgevoerd worden met Primene JM-T. Een overall stofoverdrachtscoëfficiënt van $0,50 \cdot 10^{-6}$ m/s kon gerealiseerd worden. Een dergelijke stofoverdrachtscoëfficiënt moet als redelijk beschouwd worden.

Met een praktijklooivocht konden niet dezelfde resultaten verkregen worden als met de oplossingen van chroomlooistof. Er ontstond een stabiele emulsie en de verdelingscoëfficiënt was zeer slecht. De stabiele emulsie kon niet verholpen worden door gebruik van een modifier.

Toevoeging van belangrijke kationen en anionen (magnesium, calcium, sulfaat) aan een oplossing van chroomlooistof gaf geen verstoorde extractie. Toevoeging van chloride aan een synthetische looioplossing gaf wel een verstoring bij de extractie (neerslag). De verstoring zag er echter anders uit dan de verstoring bij een praktijkvocht; Het is dus niet zeker of chloride de oorzaak geweest is voor de verstoorde extractie. Een pertractie-experiment, waarbij misschien het neerslag voorkomen had kunnen worden is niet meer uitgevoerd, omdat geen goede extractant (strippen) gevonden is.

De kosten voor pertractie van chroom met Primene JM-T of Capronzuur worden voornamelijk bepaald door de kosten van zuur die nodig zijn voor het strippen van het chroom uit de organische fase.

Pertractie kan alleen dan zinvol toegepast worden indien een extractant gevonden wordt, die onder minder extreme condities (minder zure condities) het chroom weer loslaat (strippen). Commercieel verkrijgbare extractanten lijken er nog niet te zijn.

8 Literatuur

Mondelinge mededelingen:

- Flett D., Warren Spring Lab., Engeland
- Kopacz S., Department of inorganic chemistry, Technical University, Rzeszów, Polen
- Brown, University of Dublin, Ierland
- Köppl en Schwab, Henkel, Duitsland
- Richter, Schering, Duitsland

Databestand:

'Solvex' van Warren Spring Laboratories, Engeland.

Referenties:

1. Kopacz, S., *Mechanism of extraction of 4th period of periodic system metalions with carboxylic acids in sulphate systems.*
2. Klaassen, *Terugwinning van zware metalen door middel van pertractie*, TNO-rapport (ref. nr. 90-219), 1990.

*Haalbaarheidsonderzoek naar de terugwinning van chroom(III)
uit afvalwater van de leerindustrie door middel van pertractie*

27

Tabel 1 Extractie van CrIII

Org. fase		Waterfase									
Ext vol %	OpIm. vol %	CrIII g/l (begin)	CrIII g/l (eind)	pH	Anion	O/W	Contact- tijd (min)	D	Temp. °C	Opmerkingen	
DEHPA-Shellsol K											
10	90	5.3	3.0	2.6	SO ₄ ²⁻	1	30	0.77	20		
10	90	5.3	1.85	4.0		1	30	1.04	20		
20	80	5.3	2.6	2.6		1	30	1.87	20		
20	80	5.3	1.7	4.0		1	30	2.12	20		
DNNSA-Kerosine											
50	50	5.3	0.63	4.0	SO ₄ ²⁻	1	30	7.4	20		
50	50	1.07	0.054	4.0		1	30	18.8	20		
50	50	0.215	0.0116	4.0		1	30	17.5	20		
DNNSA-Kerosine/Shellsol K 1:1											
25	75	5.3	0.65	4.0	SO ₄ ²⁻	1	30	7.2	20		
25	75	1.07	0.059	4.0		1	30	17.1	20		
25	75	0.215	-	4.0		1	30	-	20		
DNNSA-Kerosine/Shellsol K 1:4											
10	90	5.09	1.86	4.2	SO ₄ ²⁻	1	30	1.73	20	analyse onbetrouwbaar	
Capronzuur-m/p Xyleen											
8	92	2.41	2.30	2.0	SO ₄ ²⁻	1	15	0.048	20		
8	92	2.41	2.41	3.0		1	15	0	20		
8	92	2.41	2.46	4.0		1	15	0	20		
10	90	5		4.1	SO ₄ ²⁻	1	30		20		
Capronzuur/Oktanool											
8	92	2.5		3.5	SO ₄ ²⁻	1	15		20	geen kleurveranderingen	
8	92	2.5		4.0		1	15		20	geen analyses	
Capronzuur-Shellsol K											
10	90	5.09		2.6	SO ₄ ²⁻	1	30		20	geen kleurverschil waterfase	
10	90	5.09		4.2		1	30		20	" " "	
20	80	5.09		2.6		1	30		20	" " "	
20	80	5.09		4.2		1	30		20	" " "	
100	0	5.09		4.2		1	30		20	" " "	
10	90	5		4.0	SO ₄ ²⁻	1	30		40	" " "	
10	90	2.6		3.63		1	30		40	" " "	
8	92	2.44	1.53	2.0	SO ₄ ²⁻	1	30	0.595	60		
8	92	2.44	2.68	3.0		1	30	0	60		
8	92	2.44	0.109	4.4		1	30	21.4	60		

*Haalbaarheidsonderzoek naar de terugwinning van chroom(III)
uit afvalwater van de leerindustrie door middel van pertractie*

28

Tabel 2 Extractie van CrIII

Org. fase		Waterfase											
Ext vol %	Opfm. vol %	CrIII g/l (begin)	CrIII g/l (eind)	pH	Anion	O/W	Contact- tijd (min)	D	Temp. °C	Opmerkingen			
Capronzuur-Shellsol R													
10	90	5		4.0	SO ₄ ²⁻	1	30		40	geen kleurverschil waterfase			
10	90	5		4.0	CL ⁻	1	30		40	''	''	''	
10	90	2.6		3.63	SO ₄ ²⁻	1	30		40	''	''	''	
Tri iso octyl amine/Shellsol K													
20	80	5		4	SO ₄ ²⁻	1	30		40	''	''	''	
20	80	5		4	CL ⁻	1	30		40	''	''	''	
Tri iso octyl amine/Shellsol R													
20	80	5		4	SO ₄ ²⁻	1	30		40	''	''	''	
LIX A-Shellsol K													
33.3	66.7	5.0		4.0	SO ₄ ²⁻	1	10		20	''	''	''	
100		5.0		4.0	SO ₄ ²⁻	1	10		20	''	''	''	
LIX A-Shellsol R													
33.3	66.7	5.0		4.0	SO ₄ ²⁻	1	10		20	''	''	''	
LIX A-Xyleen													
33.3	66.7	5.0		4.0	SO ₄ ²⁻	1	10		20	''	''	''	
LIX B-Shellsol K													
33.3	66.7	5.0		4.0	SO ₄ ²⁻	1	10		20	''	''	''	
33.3	66.7	5.0		2.0		1	10		20	''	''	''	
100				4.0	SO ₄ ²⁻	1	10		20	''	''	''	
LIX B-Shellsol R													
33.3	66.7	5.0		4.0	SO ₄ ²⁻	1	10		20	''	''	''	
LIX B-Xyleen													
33.3	66.7	5.0		4.0	SO ₄ ²⁻	1	10		20	''	''	''	
LIX B (mod.)-Shellsol K													
33.3	66.7	5.0		4.0	SO ₄ ²⁻	1	10		20	''	''	''	
100		5.0		4.0	SO ₄ ²⁻	1	10		20	''	''	''	
LIX B (mod.)-Shellsol R													
33.3	66.7	5.0		4.0	SO ₄ ²⁻	1	10		20	''	''	''	
LIX B (mod.)-Xyleen													
33.3	66.7	5.0		4.0	SO ₄ ²⁻	1	10		20	''	''	''	

*Haalbaarheidsonderzoek naar de terugwinning van chroom(III)
uit afvalwater van de leerindustrie door middel van pertractie*

29

Tabel 3 Extractie van CrIII

Org. fase		Waterfase								
Ext vol %	OpIm. vol %	CrIII g/l (begin)	CrIII g/l (eind)	pH	Anion	O/W	Contact- tijd (min)	D	Temp. °C	Opmerkingen
Alamine 308/Shellsol K										
20	80	2.58		2.04	SO ₄ ²⁻	1	15		20	Er ontstonden 3 lagen geen analyse Er werd 10% decanol als modifieer toegevoegd
Alamine 308/Shellsol K/10% Decanol										
20	70	2.58	2.50	1.00	SO ₄ ²⁻	1	15	0.032	20	
20	70	2.58	2.29	2.04		1	15	0.127	20	
20	70	2.58	2.48	3.0		1	15	0.04	20	
20	70	2.58	2.55	3.9		1	15	0.012	20	
Alamine 308/Shellsol K/10% Decanol										
20	70	0.26	0.25	2.0	SO ₄ ²⁻	1	15	0.04	20	
20	70	0.26	0.26	3.0		1	15	0	20	
20	70	0.26	0.26	4.0		1	15	0	20	
20	70	0.26	0.26	5.0		1	15	0	20	
Primene JMT-m/p Xyleen										
12	88	2.63	0.145	3.75	SO ₄ ²⁻	1	15	17.2	20	
12	88	2.63	0.164	4.75		1	15	15.0	20	
12	88	2.44	0.0023	5.1		1	15	1059	20	
12	88	2.63	0.0093	5.3		1	15	282	20	
12	88	2.63	0.0195	5.5		1	15	134	20	
12	88	2.70	0.0614	3.95		1	15	43	20	
12	88	-	2.21	*		1	15	6.1	20	Conc.zuur 5 molair
Primene JMT/Shellsol K										
12	88	2.70	0.237	3.03	SO ₄ ²⁻	1	15	10.4	20	
12	88	2.70	0.168	3.99		1	15	15.0	20	
12	88	2.70	0.154	4.30		1	15	16.6	20	
12	88	2.70	0.0474	4.75		1	15	60.0	20	
12	88	2.70	0.00056	5.60		1	15	4496	20	
Primene JMT/Shellsol R										
12	88	2.70	0.138	3.95	SO ₄ ²⁻	1	15	18.6	20	
12	88	2.70	0.132	4.40		1	15	19.5	20	
12	88	2.70	0.0038	5.50		1	15	710	20	

9 Verantwoording

Naam en adres van de opdrachtgever

NOVEM

Postbus 8242

3503 RE Utrecht

Namen en functies van de medewerkers

ir. J.I.A. Koene (MiT) onderzoeksleider

ir. H.M.G. Temmink (PT) wetenschappelijk researchmedewerker

J.J. Akkerhuis (PT) researchmedewerker

ing. S.H. Dieleman (Centrum Leder en Schoenen)
researchmedewerker

Namen van instellingen waaraan een deel van het onderzoek is uitbesteed

—

Datum waarop, of tijdsbestek waarin, het onderzoek heeft plaatsgehad
maart 1990 — maart 1991

Ondertekening

Goedgekeurd door



ir. J.I.A. Koene
onderzoekleider



ir. C.L. van Deelen
werkgroep leider