

NORGE



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

Utlegningskrift nr. 116645

Int. Cl. C 22 b 23/04

C 01 g 53/00

Kl. 40 a-23/04

12 n-53/00

Patentsøknad nr. 154 434

Inngitt 18. VIII 1964

Søknaden alment tilgjengelig fra 1. VII 1968

Søknaden utlagt og utlegningskrift utgitt 28. IV 1969

Prioritet begjært fra: 19. VIII-63 USA, nr. 302 778

The International Nickel Company of Canada, Limited, Copper Cliff, Ontario, Canada.

Oppfinnere: Warren Eugene Clifford, 20 Josepha Avenue, San Francisco, Calif.,
Leslie Andrew McClaine, 17 Hillside Road, Wellesley Hills, Massachusetts,
James Henry Bryn George, 9 Washington Avenue, Cambridge, Mass. og
Charles Edvard O'Neill, 17 Argyle Road, Upper Montclair, N. J., USA.

Fullmektig: Mag. scient. Per Aubert.

Frengangsmåte til fjerning av metallforurensninger, slik som bly og arsen fra en oppløsning som inneholder nikkelsalter.

Foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte til fjerning av metallforurensninger, slik som bly og arsen, fra nikkellholdige oppløsninger.

Det er blitt gjort mange forsøk på å separere nikkell og kobolt i oppløsninger for øyeblikkelig selektiv oksydasjon og utfelling. Forurensningen av nikkell med andre metaller, slik som sink, bly, arsen, jern og kobber byr på problemer som krever bruk av kompliserte renseteknikker, omfattende metallorgano-mellomprodukter og uorganisk teknikk for å fjerne disse forurensninger fra nikkell.

På grunn av de mange muligheter har oppløsningsmiddel-ekstraksjonen bydd på muligheter for å løse mange av metall-utskillingsproblemer. Mange av oppløsningsmiddel-ekstraksjonene som er utviklet lider imidlertid av at de er for kostbare på grunn av de kostbare reagenser

som kreves og/eller for stort forbruk av reagensmiddel under behandlingen.

I patent nr. 104 023 er det beskrevet en fremgangsmåte for fjernelse av metallforurensninger inklusive kobolt, jern, kobber og sink fra en oppløsning som inneholder nikkelsalter, ved å ekstrahere disse forurensninger i form av tiocyanater med et vannublandbart organisk oppløsningsmiddel, hvoretter de to faser atskilles og deretter gjenvinne forurensninger fra den organiske fase, og fremgangsmåten karakteriseres ved at forurensningene ekstraheres fra oppløsningen som inneholder nikkelsalter ved en intim kontakt mellom denne oppløsning og et vannublandbart, organisk kvaternært ammoniumtiocyanat, og det kvaternære ammoniumtiocyanat regenereres etter gjenvinning av de ekstraherte metallforbindelser.

Det er nu blitt funnet at andre salter av nitrogenholdige baser, slik som kvarternære am-

moniumforbindelser, med anioner i tillegg til tiocyanatanionet også kan anvendes for å ekstrahere metallforurensninger fra vandige nikkeloppløsninger, slik som disse som er beskrevet i hovedpatentet. Oppløsninger av vannublandbare organiske oppløsningsmidler og minst en vannoppløselig kvarternær ammoniumforbindelse, som inneholder anioner, slik som klorider, jodider, bromider, nitritter, acider, wolframater og molybdat er nyttige ved ekstrahering av forurensningene kobolt, kobber, jern og sink, samt de ekstra forurensninger som består av bly og arsen fra nikkeloppløsninger. Kombinasjoner av enhver av de ovenfor nevnte kvarternære ammoniumforbindelser med kvarternære ammonium-tiocyanat-forbindelser er også blitt funnet effektive som ekstraksjonsmidler. Det er videre blitt funnet at oppløsninger av minst et vannoppløselig primært, sekundært og tertiært aminsalt, fra den gruppe som består av klorider, tiocyanater, jodider, bromider og acider, i vannublandbare oppløsningsmidler kan anvendes som ekstraksjonsmidler for metalliske kationforurensninger, inneholdende nikkeloppløsninger. Det skal forstås at enhver kombinasjon av de ovenfor nevnte nitrogenholdige baser kan anvendes for å danne de definerte anionderivater.

Generelt går foreliggende oppfinnelse ut på å behandle en nikkelholdig oppløsning hvor metallforurensningene fjernes ved oppløsningsmiddelekstraksjon med ekstraksjonsmidler av salter av nitrogenholdige baser fra den gruppe som består av vannoppløselige kvaternære ammoniumforbindelser, og vannoppløselige primære, sekundære eller tertiære aminsalter, for å fjerne metallforurensningene. Disse salter av nitrogenholdige baser er alle karakterisert ved deres evne til å danne kationisk nitrogen, som gir dem en høy affinitet for kompleksdannelse med metallanionene.

Ifølge foreliggende oppfinnelse er det tilveiebragt en fremgangsmåte til fjerning av metallforurensninger, slik som bly og arsen, fra en oppløsning inneholdende nikkelsalter ved ekstrahering av disse forurensninger i form av komplekser med kvarternære ammoniumforbindelser og under anvendelse av et organisk oppløsningsmiddel som ikke er blandbart med vann, separering av de resulterende to faser og gjenvinning av forurensningene fra den organiske fase, kjennetegnet ved at forurensningene fra oppløsningen inneholdende nikkelsalter ekstraheres ved å bringe oppløsningen i kontakt med minst et vannoppløselig salt av en nitrogenholdig base som er et klorid-, jodid-, bromid-, nitrit-, azid-, wolfram- eller molybdat-derivat av en kvaternær ammoniumforbindelse eller et klorid-, tiocyanat-, jodid-, bromid- eller azidsalt av et tertiært, sekundært eller primært amin, og at den nitrogenholdige base regenereres etter gjenvinning av de ekstraherte metaller.

Metalliske forurensninger som f. eks. kobolt, jern, kobber, sink, bly og arsen kan fjernes ved hjelp av den beskrevne nye fremgangsmåte, og oppløsninger som inneholder klorid, sulfat eller nitrat anioner eller blandinger av disse kan behandles. Det skal forstås at metallforurensningene kan fjernes fra nikkeloppløsninger ved

hjelp av den nye fremgangsmåte så lenge de ikke er tilstede i en kompleks kationsaltform. Således kan f. eks. kobolt og kobber ikke ekstraheres når de er tilstede som aminsalter. Fortrinnsvis skal pH-verdien for oppløsningene som behandles være tilstrekkelig lav til å unngå utfelling av metallhydroksyder. I ethvert tilfelle skal oppløsningens pH-verdi være slik at det unngås utfelling av nikkelhydroksyd, dvs. under ca. 6,5. Ekstraksjonsmidlene kan oppløses i et vannublandbart oppløsningsmiddel. Vannublandbare kvarternære ammoniumforbindelser som inneholder anioner, slik som klorid, jodid, bromid, nitritt, azider, wolframater og molybdat er anvendelige for fjernelse av forskjellige metallforurensninger fra nikkeloppløsninger. Som nevnt i patent nr. 104 023 er det beskrevet bruk av et enkelt ekstraksjonsmiddel, nemlig ammonium kvarternær tiocyanatforbindelse. Bruken av bare tiocyanatanioner som ekstraksjonsmiddel utgjør ikke noen del av foreliggende oppfinnelse, men bruken av tiocyanatanioner i kombinasjon med de ovenfor beskrevne anioner utgjør en del av foreliggende oppfinnelse. Dette omfatter kombinasjon av klorid og tiocyanatanioner, hvor kloridet er hovedekstraksjonsmidlet, da det nu er blitt funnet at kloridanionet er verdifullt som ekstraksjonsmiddel. Bruken av slike kombinasjoner tillater samtidig fjernelse av et større antall forurensninger, og/eller mer effektiv mengde forurensninger.

Konsentrasjoner av saltene av nitrogenholdige baser i det organiske oppløsningsmiddel når det anvendes, kan variere fra ca. 0,1N (molar) til ca. 1,25M (molar). I patent nr. 104 023 var en praktisk maksimumkonsentrasjon for ekstraksjonsmidlet 1M, med unntagelser fra opp til 0,25N konsentrasjon av kvarternært ammoniumklorid, for å hindre tiocyanataniontap til den vandige fase, således at det sees at den praktiske maksimumkonsentrasjon kan forutsies fra den totale, molare konsentrasjon av den nitrogenholdige base. Den praktiske maksimumkonsentrasjon kan forutsies fra den totale, molare konsentrasjon av den nitrogenholdige base. Den praktiske maksimumkonsentrasjon er diktert av viskositeten for den dannede organiske oppløsning, slik som pekt på i beskrivelsen av det nevnte patent. Et særlig fordelaktig konsentrasjonsområde er blitt funnet å være 0,5M eller 1,0M. Ved behandling av en nikkeloppløsning med en organisk oppløsning av nitrogenholdige baser er volumforholdet mellom den vandige organiske fase beregnet, slik som beskrevet i ovennevnte patent ved at høyere forhold kan kreve for stort antall behandlingstrinn. Volumforhold i en størrelsesorden på 10–20 deler av en vandig oppløsning, som behandles, for hver del organisk ekstraksjonsfase er blitt funnet mest hensiktsmessig for ekstraheringen.

Det skal imidlertid bemerkes at de forskjellige anioner i de kvaternære ammoniumforbindelser har varierende grad effektivitet ved fjernelse av visse metallforurensninger. Således er f. eks. kvaternært ammoniumtiocyanat forholdsvis ineffektivt ved fjernelse av bly fra nikkeloppløsninger, mens kvaternære ammoniumiodid er temmelig effektivt for blyfjernelse.

Intet anion i en kvaternær ammoniumforbindelseoppløsning kan fjerne alle forurensninger, kobolt, jern, kobber, sink, bly og arsen fra en nikkeloppløsning. Således fjerner kvaternært ammoniumtiocyanat kobolt, sink, ferrijern og kobber temmelig effektivt, men er forholdsvis ineffektivt for bly og arsenfjernelse. Kvarternært ammoniumjodid er effektivt for fjernelse av sink og bly. Kvaternært ammoniumwolframat og -molybdat er begge temmelig effektive for fjernelse av arsen, men er forholdsvis ineffektive for fjernelse av andre metallforurensninger. Det skal bemerkes at effektiviteten for de kvaternære ammoniumklorider er avhengig av kloridkonsentrasjonen i den oppløsning som behandles. Således er fjernelse av kobolt, f. eks., med kloridene mest effektiv ved høy kloridkonsentrasjon.

Det kan derfor sees at en blanding av anioner i organiske oppløsninger av kvaternær ammoniumforbindelse kan anvendes avhengig av de forurensninger som skal fjernes fra nikkeloppløsningen som behandles. Som et alternativ kan det anvendes en oppløsningsekstraksjonsstrøm for fjernelse av visse forurensninger med ett eller flere oppløsningsmiddelekstraksjonstrinn for å fjerne videre forurensninger.

Metallforurensningsfjernelsen utføres ved å behandle den vandige oppløsning med minst en vannuoppløselig kvaternær ammoniumforbindelse, som fortrinnsvis er oppløst i et vannublandbart oppløsningsmiddel. For at de skal være uoppløselige i vann må den kvaternære ammoniumforbindelse ha minst to lange alkylkjeder festet til det sentrale nitrogenatom, idet hver har karbonkjeder med 8 atomer eller mer. Effektive anioner i de kvaternære ammoniumforbindelser er klorid, tiocyanat, iodid, bromid, nitritt, azider, wolframat og molybdat.

To klasser av kvaternære ammoniumforbindelser er funnet særlig fordelaktige for fjernelse av metallforurensninger. Disse er Aliquat 336 i det følgende kalt «Aliquat-klorid» som er et monometyl-kvaternært ammoniumklorid, hvori alkylkjedene hver inneholder 8–10 karbonatomer og «Arquad 2C» i det følgende kalt «Arquad-klorid», som er et dialkyl-dimetylammoniumklorid, hvori de to alkylgrupper hver har en karbonkjedelengde som varierer fra 8–18 og som gjennomsnitt ca. 12. Selve kloridene og det tilsvarende tiocyanat, iodid, bromid, nitritt, azid, wolframat og molybdatderivater er alle effektive for å fjerne forskjellige forurensninger. Andre klasser av vannuoppløselige kvaternære ammoniumklorider og deres tilsvarende lignende anionderivater kan imidlertid også anvendes. I det følgende skal det refereres til anionderivater av disse reaksjonsdeltagere, dannet ved behandling av kloridforbindelsene, med en vandig oppløsning av det ønskede anion som «Aliquat»-iodid eller annet anion og «Arquad»-iodid eller annet anion.

Fortrinnsvis ble de vannublandbare oppløsningsmidler for de kvaternære ammoniumforbindelser funnet å være metylisobutylketon, i det følgende kalt MIBK, blandede xylener, i det følgende kalt xylen og «Super Varnish Makers» og «Painters' Naphtha», en høy kvalitetsnaphtha, i det følgende kalt SVMPN. MIBK gir de beste

koeffisienter for ekstrahering av metallforurensninger, og de laveste aniontap, men det har betydelig oppløselighet i vandig oppløsning. Det kan imidlertid fjernes fullstendig ved porsjonsdestillasjon. Xylen er nesten like fordelaktig som MIBK, med hensyn til metallforurensning ekstraksjon og aniontap. Xylen er også langt mindre oppløselig i vann enn MIBK (eller vandige oppløsninger) og er vesentlig mindre kostbart. SVMPN, som er et produkt fra Shell Chemical Company er noe mindre effektivt enn xylen, men er billigere. I det vesentlige vannuoppløselige alkoholer eller blandinger av slike alkoholer med de tidligere nevnte oppløsningsmidler er også nyttige som oppløsningsmidler for kvaternære ammoniumforbindelser.

Som angitt er vannuoppløselige, primære og sekundære og tertiære aminsalter andre nitrogenholdige basesalter som er effektive for fjernelse av metallforurensninger fra nikkeloppløsninger. Aminsaltene anvendes som oppløsninger i vannublandbare organiske oppløsningsmidler, slik som de kvaternære ammoniumforbindelser. Kloridet, tiocyanatet, iodidet og bromidanionderivatene av disse aminer er alle nyttige som ekstraksjonsmidler. De tertiære aminsalter er funnet å være meget gode ekstraksjonsmidler, og de sekundære aminsalter er ikke helt så effektive og de primære aminsalter minst effektive av de tre grupper. En sammenligning mellom effektiviteten for tertiære, sekundære og primære aminsalter kan sees fra de følgende prøver.

Et effektivt tertiært aminekstraksjonsmiddel er blitt funnet å være «Alamin 336» som også er nyttig ved vasking av tiocyanat og iodid fra behandlede vandige oppløsninger. Således kan dette alamin-reaksjonsmiddel ha en dobbeltvirkning i prosessen.

Aniontap fra det organiske ekstraksjonsmiddel til den vandige nikkelholdige fase kan begrenses ved riktig valg av ekstraksjonsmiddel-materiale, og oppløsningsmidlet for ekstraksjonen, og ved å inkludere i ekstraksjonsmidlet en inhibitor slik som en kvaternær ammoniumkloridforbindelse. Valget av det nitrogenholdige basesystem kan innvirke på aniontapene til den nikkelholdige og vandige fase. For eksempel er «Aliquat»-systemet overlegent like overfor Arquad-systemet ved å begrense iodidaniontap til den vandige fase. Det organiske oppløsningsmiddel som anvendes kan påvirke aniontapet til den vandige fase. Andre faktorer, slik som oppløselighet i vann og omkostninger må imidlertid overveies ved valg av organiske oppløsningsmidler. Som beskrevet i patent nr. 104 023 reduserer nærvær av kvaternær ammoniumkloridforbindelse tiocyanataniontapene til den nikkelholdige vandige fase.

Det er nu blitt funnet at kvaternære ammoniumkloridforbindelser også vil redusere lignende tap av iodid, bromid, molybdat og wolframat anioner. Som angitt i det foregående er kvaternært ammoniumklorid nyttig ved å ekstrahere visse forurensende elementer, og således er dens virkning dobbelt, dvs. forurensningsfjernelse og senkning av anion, f. eks. iodidtap til den vandige fase.

Den metallholdige organiske fase som dannes skilles fra den vandige fase og behandles med et alkali, f. eks. natriumhydroksyd, kaliumhydroksyd, ammoniakk eller soda, for å utfelle metallhydroksyd eller med et vannoppløselig sulfid, f. eks. natriumsulfid og/eller hydrogen-sulfid for å utfelle metallsulfid, og regenerere kvaternære ammoniumforbindelser. Det skal bemerkes at tiocyanat, iodid og bromid tap til den vandige fase ved ekstraksjon nedsettes til et minimum ved nærvær av et vannoppløselig kvaternært ammoniumklorid i den organiske fase.

Det er blitt funnet at behandling med en mengde 1M natriumhydroksyd, som er støkiometrisk ekvivalent med metallet som er tilstede, resulterer i kvantitativ utfelling av metallhydroksyd. Ammoniakk er funnet å gi meget ren utfelling, men krever bruk av minst 100 pst. overskudd av reaksjonsmidlet. Fjernelse av metaller som danner vannoppløselige ammoniumkomplekser, slik som kobber og kobolt fra ekstraksjonsmidlene til vandig oppløsning kan oppnås ved å anvende ammoniakk og/eller ammoniumkarbonat. Gelateringsmidler og særlig versen og dets derivater er også nyttige som midler for å fjerne metaller fra ekstraksjonsmidler.

Metallforurensninger kan også fjernes fra denne organiske ekstraksjonsfase, som angitt i det foregående, ved behandling med et oppløselig sulfid for å utfelle metallene som sulfider og regenerere ekstraksjonsfasen for gjentatt bruk.

Et fordelaktig trekk ved metallforurensningsutfelling med en base er at dette er fordelaktig i forbindelse med en behandling som beskrives detaljert i det følgende med base anvendt for å utskille det tertiære amin eller annet aminreaksjonsmiddel, og anioner fjernet fra de vandige oppløsninger f. eks. tiocyanat og iodid. Således anvendes overskudd av baser for å behandle tiocyanat og iodidholdig aminstrøm og den vandige fase fra denne behandling anvendes for å behandle den metallholdige kvaternære ammoniumforbindelsestrøm. Overskudd av base fra aminbehandlingen anvendes derfor for å utfelle metall som er blitt fjernet fra nikkelstrømmen. Videre returneres tiocyanat og iodidtap til den kvaternære ammoniumforbindelsestrøm i samme kontakt, og overføring av tiocyanat og iodid fra den vandige fase til den organiske fase i dette system er kvantitativ.

Fjernelse av metaller fra aminsalter med alkali går lett, men er mindre effektiv enn for kvaternære ammoniumforbindelser. For å fjerne metaller fra aminsaltene ved å anvende alkali er det således nødvendig å tilsette alkali som er støkiometrisk ekvivalent med den mengde aminsalt pluss den mengde metall som er ledsaget med dette, mens ved fjernelse av kvaternære ammoniumforbindelse er det nødvendig å tilsette alkali som er bare ekvivalent med metallene.

Fjernelse av metallholdige tertiære, sekundære og primære aminsalter utføres ved å anvende et alkali, slik som natriumhydroksyd, kaliumhydroksyd, ammoniakk og soda. Samtidig som metallene fjernes, gjenvinnes aminet for videre bruk ved fjernelse av metallforurensning. Alkaliet omdanner aminet til dets frie tilstand

og aminet skal være i likevekt med syre for å regenerere anionderivatene fra aminet, og således at det frie amin ikke vil fjerne syre fra den oppløsning som behandles.

Den nikkelholdige vandige strøm hvorfra de forurensende metaller er blitt fjernet, vaskes for å fjerne anioner slik som tiocyanat, iodid, bromid, molybdat og wolframat, som er blitt overført fra den organiske fase til den vandige fase under ekstraheringen. Denne skrubbing kan utføres med en oppløsning av vannoppløselig amin i et vannublandbart organisk oppløsningsmiddel. «Alamin 336» som er oppløselig i både polare og ikke-polare oppløsningsmidler og er et tertiært amin, er blitt funnet egnet for slik skrubbing. «Alamin 336» er et trialkylamin med alkylkjeder som inneholder 8–10 karbonatomer. Enhver henvisning til «alamin» i det følgende i forbindelse med skrubbingen betyr «Alamin 336». Den organiske fase som dannes og inneholder anioner som skrubbles fra den vandige fase fjernes fra den vandige strøm og behandles med et alkali, f. eks. natriumhydroksyd, kaliumhydroksyd eller ammoniakk, for å regenerere aminoppløsningen og gjenvinne anioner, fjernet som vannoppløselige salter som returneres til det opprinnelige metallekstraksjonstrinn.

Fjernelse av anioner fra den vandige fase ved hjelp av denne skrubbing er mest hensiktsmessig utført ved å anvende konsentrasjoner av amin i et organisk oppløsningsmiddel på mellom 0,1 og 1,0 molar. Aminkonsentrasjoner som er under og over dette område er også effektive ved skrubbing, men konsentrasjoner under 0,1 molar ville nødvendigvis gjøre et for høyt antall skrubbetrinn. Det kan anvendes et stort områdeforhold mellom vandig og organisk volumfase, men ved over et forhold på ca. 50 : 1 måtte det anvendes flere skrubbetrinn.

Tiocyanat og iodid fjernes og skilles fra den vandige strøm i den organiske aminfase. Den organiske fase kan deretter behandles med et alkali, f. eks. natriumhydroksyd, kaliumhydroksyd eller ammoniakk for å regenerere vandig oppløsning inneholdende tiocyanatet, og iodidforbindelser, og en organisk fase som inneholder aminreaksjonsmidlet. Aminet settes i sin fri tilstand ved regenerering med alkali, og vil oppta syre ved tilsetning til videre oppløsning som skal behandles. For å hindre slike syretap fra nikkelbehandlingsstrømmen, kan den regenererte aminstrøm først stilles i likevekt med syre for å danne et salt av aminet. Som et alternativ kan syren settes direkte til den vandige strøm som skal behandles, og som skrubbles med aminet.

Et hvilket som helst vannoppløselig amin kan anvendes for tiocyanat- og iodid-vasking, hvilket vil danne kompleks med tiocyanat- eller iodid-ioner. Således er også «Amberlite LA-1» et sekundært amin som er en blanding med en molekylarvekt i området 350–390, og svarer til en omtrentlig formel på $(C_{12}H_{26})_2NH$, også funnet å være nyttig for skrubbing av tiocyanat og iodid.

I patent nr. 104 023 er det beskrevet en fremgangsmåte til måling av effektiviteten for et amin ved kompleksdannelse av tiocyanatanioner

i den vandige fase. Fremgangsmåten består i å blande den vandige oppløsning, som er blitt behandlet med amin, med «Aliquat-klorid» oppløst i xylen. Ca. 80 pst. av ethvert tiocyanat som er tilbake ved vandig oppløsning ekstraheres inn i den organiske fase i ett trinn ved hjelp av aliquatkloridet, idet det anvendes ca. 40 volum vandig oppløsning til 1 volum 0,5 molar aliquat-klorid i xylen. Tiocyanatet ble deretter fjernet fra den organiske fase og over en vandig fase ved å innstille likevekt mellom den organiske fase og en vandig oppløsning av natriumperklorat. Når et volum organisk fase er anvendt til to volum 1M natriumperklorat, fjernes 95 pst. av tiocyanatet fra den organiske fase. Tiocyanatet i den vandige perkloratoppløsning kan deretter analyseres ved hjelp av standard kolorimetrisk metode, basert på dannelse av det blodrøde ferritocyanatkompleks. Den ovenfor nevnte ekstrahering og fjernelse kan anvendes ved korreksjon av de analytiske resultater. Det er nu blitt funnet at ethvert amin som effektivt danner kompleks med tiocyanationet også er effektivt ved kompleksdannelse av iodidioner, således at denne prøve er nyttig ved valg av ekstraksjonsmiddel som fjerner iodid fra den vandige fase.

Vasking av bromid, wolframmat og molybdat fra den vandige strøm utføres også ved å anvende et vannuoppløselig amin i et organisk oppløsningsmiddel, idet det anvendes samme fremgangsmåte som den som er beskrevet i forbindelse med tiocyanat og iodidfjernelse.

Andre fordelaktige anordninger for fjernelse av tiocyanat og iodid fra den vandige strøm er å utfelle tiocyanatet og iodidet som cuprotiocyanat og cuproidid ved å tilsette et cuprosalt til tiocyanatet og iodidholdig oppløsning. Etter filtrering behandles cuprotiocyanatet og cuproididet med et alkali, slik som natriumhydroksyd, for å regenerere den vandige oppløsning av tiocyanat og iodid, som returneres til trinnet for fjernelse av metallforurensninger. Cuprohydroksydet som er utfelt behandles deretter med syre for regenerering av cuprosaltet, og gjentatt bruk ved videre fjernelse av tiocyanat og iodid. Som et alternativ kan cuprohydroksydet settes til behandlingsstrømmen som skrubbet sammen med utfyllingssyre for å hindre syretap fra den vandige strøm. En lignende fremgangsmåte kan anvendes for fjernelse av bromid, idet det anvendes et cuprosalt.

Ved behandling av nikkeloppløsninger som inneholder et antall metallforurensninger, slik som kobolt, jern, kobber, bly, sink og arsen, er det blitt funnet at forurensninger kan fjernes samtidig eller ved etterfølgende ekstraksjonstrinn med forskjellige ekstraksjonsmidler. Metallekstrahering utføres med oppløsninger i organiske oppløsningsmidler av de tidligere nevnte nitrogenholdige baser, bestående av langkjedede alkylkvaternære ammoniumforbindelser, inneholdende klorid, tiocyanat, iodid, bromid, nitritt, wolframmat og molybdatanioner, og tertiære, sekundære og primære aminsalter inneholdende klorid, tiocyanat, iodid og bromidanioner. Flertrinns-motstrømsekstrahering er blitt funnet å fjerne disse forurensninger ned til aksepterbare

nivåer. Volumforhold mellom vandig og organisk fase for metallforurensningsfjernelse på mellom ca. 20 : 1 og ca. 50 : 1 er blitt funnet fordelaktig, med forhold i den nedre del av dette område for fjernelse av høyere mengder metallforurensninger, og forhold på endog under dette område anvendes for fjernelse av store mengder metallforurensninger fra nikkelholdige oppløsninger. Således kan det anvendes volumforhold mellom vandig og organisk fase på ned til 5 : 1 eller lavere, for å hindre for stort antall ekstraksjonstrinn ved fjernelse av store mengder metallforurensninger. Eventuelt tap av tiocyanat, iodid, bromid, nitritt, molybdat eller wolframmat til behandlingsstrømmen gjenvinnes ved behandling med en organisk oppløsning av et vannuoppløselig amin eller i tilfelle av tiocyanat, iodid eller bromid-gjenvinning, ved tilsetning av et cuprosalt som vil utfelle uoppløselig cuprotiocyanat, -iodid eller -bromid. Metallforbindelsene fjernes fra ekstraksjonsmidlene ved utfelling med et alkali, slik som kaustiksoda eller med et oppløselig sulfid, slik som natrium- eller hydrogensulfid, eller ved hjelp av en vannfjernelsesfremgangsmåte, særlig med aminekstraksjonsmidler. Det uttømte ekstraksjonsmiddel er deretter ferdig for gjentatt bruk i fremgangsmåten, ved behandling av videre metallforurensede nikkeloppløsninger.

Idet det vises til tegningen, som angir et diagram for en utførelse av den tidligere beskrevne nye fremgangsmåte, omfatter bruk av vannuoppløselige kvaternære ammoniumforbindelse som metallekstraksjonsmiddel, og gir en bedre forståelse av foreliggende oppfinnelse. En nikkeloppløsning (1) inneholdende oppløste metallforurensninger behandles for metallforurensningsfjernelse (2) med en ekstraksjonsmiddeloppløsning inneholdende, som eksempel, en blanding av kvarternært ammoniumtiocyanat og kvaternært ammoniumiodid oppløst i et vannublandbart organisk oppløsningsmiddel.

Som angitt i det foregående kan også vannuoppløselige primære, sekundære og tertiære aminsalter og visse andre kvaternære ammoniumsalter og blandinger av disse anvendes som ekstraksjonsmidler. I trinn (2) dannes en organisk oppløsning (3) inneholdende metallforurensninger, i kvaternære ammoniummetallsaltkomplekser, og en vandig nikkeloppløsning (4) hvorfra metallforurensninger er blitt fjernet, og inneholder en del tiocyanat og iodid oppløst. Dette illustrerende diagram viser nærvær av resterende tiocyanat og iodid i nikkeloppløsning (4), bare som et eksempel, men som tidligere nevnt kan andre anioner, hvis disse finnes sammen med de organiske ekstraksjonsmidler som anvendes, overføres til den vandige fase, slik som bromid, molybdat og wolframmat.

Mengden av tiocyanat og iodid oppløst i oppløsning (4), dvs. tiocyanat og iodidtapp til den vandige oppløsning, nedsettes til et minimum hvis det er tilstede en vannuoppløselig kvaternær ammoniumklorid i den organiske fase. Den organiske oppløsning (3), som inneholder metallforurensninger skilles fra den vandige oppløsning (4) og behandles for metallutfelling i (5) med et alkali, slik som natriumhydroksyd, for å

utfelle metallhydroksyder kvantitativt for å danne en fortynnet saltoppløsning. Samtidig regenereres i (5) den organiske forbindelse eller forbindelser som er anvendt ved metallforurensningsfjernelse.

Skjønt det ikke er vist på diagrammet, som bare angir en illustrerende utførelse av fremgangsmåten som angitt i det foregående, kan oppløsning (3) behandles med et vannoppløselig sulfid for å utfelle metallforurensningene som sulfider og regenerere den organske forbindelse eller forbindelser. Metaller som danner vannoppløselige ammoniakk-komplekser kan også fjernes fra ekstraksjonsmidlene i den vandige oppløsning ved å tilsette amoniakk og/eller ammoniumkarbonat.

Metallhydroksydene (eller sulfidene) som er dannet i (5), fjernes i en vandig oppslemning (6). Hydroksydene (eller sulfidene) frafilteres og den fortynnede saltoppløsning som blir tilbake kastes. De kvarternære ammoniumforbindelser i organisk oppløsningsmiddel (7) regenerert ved (5) returneres til metallforurensningsfjernelsen (2) etter at den vandige oppslemning av hydroksyder (eller sulfider) (6) er blitt fjernet.

Nikkeloppløsning (4) fra metallfjernelsen (2) inneholder en del kvaternære ammoniumforbindelser, samt f. eks. uorganisk tiocyanat og iodidforbindelser, som er oppløst. Kvaternære ammoniumforbindelser kan fjernes ved skrubbing av oppløsningen med det anvendte vannoppløselige organiske oppløsningsmiddel, f. eks. xylen, som vist ved (6) på diagrammet. Det utvundne organiske oppløsningsmiddel og reaksjonsmiddel returneres deretter til metallforurensningsfjernelsen.

For å utvinne uorganisk tiocyanat og iodidforbindelser som er tilbake behandles den vandige oppløsningen fra vaskingen (8) for fjernelse av tiocyanat og iodid ved (9). Som tidligere nevnt kan andre anionforbindelser fjernes ved denne operasjon. Denne fjernelse av tiocyanat og iodid utføres ved vasking av oppløsningen med et vannoppløselig tertiært amin oppløst i et vannublandbart organisk oppløsningsmiddel, som angitt på tegningen. Tiocyanat og iodidfjernelsen fra oppløsningen er også fordelaktig oppnådd ved anvendelse av et cuprosalt, som angitt i det foregående. Tiocyanat og iodidforbindelsene fjernes praktisk talt fullstendig fra den vandige nikkeloppløsning som kompleks tiocyanat og iodidsalter i organisk oppløsning (10), for å etterlate en nikkelholdig vandig oppløsning, hvorfra metallforurensningene er blitt fjernet, og som kan gå videre for utvinning av meget rent nikkel. Tertiært amin oppløst i denne vandige oppløsning kan skrubes ut med organisk oppløsningsmiddel, som er anvendt, f. eks. xylen som vist ved (11) på diagrammet, og returneres til tiocyanat ved iodidfjernelsen. Organisk oppløsning (10) som er blitt fjernet fra den vandige oppløsning behandles i tiocyanat og iodidfjernelsen, og aminregenereringen (12) med et alkali slik som natriumhydroksyd, for i det vesentlige å

skille det tertiære amin fra tiocyanat og iodidet og danne en oppløsning (13) av tertiært amin i organisk oppløsningsmiddel som returneres til tiocyanat og iodidfjernelsen (9), og en vandig oppløsning (14) av tiocyanat og iodid og overskudd av natriumhydroksyd. Oppløsning (14) som er blitt skilt ut fra den organiske oppløsning (13) mates til metallutfellingen (5) hvor natriumhydroksyd tjener til å utfelle metaller som hydroksyder og regenerere organisk tiocyanat og iodid. Samtidig opptas tiocyanat og iodid oppløst i oppløsning (14) i organisk oppløsning (7) helt kvantitativt. Den tertiære aminoppløsning (13) settes i likevekt med ekstra syre før den mates til tiocyanat og iodidfjernelsen (9), for å hindre syretap fra nikkeloppløsningen som behandles.

Prøveresultatene i tabell I til V i det følgende viser virkningen av bruk av «Aliquat» ved fjernelse av metallforurensninger fra nikkeloppløsninger med forskjellige anioner i det «Aliquat» som anvendes. Skjønt ammoniumkvaternære tiocyanatforbindelser som eneste ekstraksjonsmidler ikke danner noen del av foreliggende oppfinnelse, er resultater som oppnås når det utelukkende anvendes tiocyanationerivater av kvaternære ammoniumforbindelser som ekstraksjonsmidler inkludert av sammenligningshensyn. Blandede sulfatkloridoppløsninger behandlet i disse prøver inneholder ca. 50 g/l nikkel som nikkelsulfat og ca. 50 g/l natriumklorid og ca. 15 g/l borsyre. Blandede sulfatkloridoppløsninger anvendes for illustrerende formål, men det skal forstås at alt klorid, alt sulfat, alle nitratoppløsninger eller blandinger av disse kan tilpasses behandlingen ifølge foreliggende oppfinnelse, slik som andre nikkelholdige oppløsninger. Disse prøver ble utført idet det ble anvendt xylen som oppløsningsmiddel for ekstraksjonsmidlene. Det kan naturligvis, som forklart i det foregående, anvendes andre vannoppløselige kvaternære ammoniumforbindelser og vannublandbare oppløsningsmidler.

Tabell I viser fjernelsen av kobolt fra det blandede sulfatklorid og fra en totalt sulfatnikkelbehandlingsstrøm, inneholdende 50 g/l nikkel og 15 g/l borsyre. Prøvene 1 til 6 ble utført på den blandede sulfat-kloridoppløsning inneholdende kloridioner som 50 g/l av natriumklorid. Sammenligning av prøve 1 og 2 med prøver 4—6 inklusive, viser den undertrykkende virkning av Aliquatklorid og iodid på koboltfjernelse, ved denne spesielle kloridkonsentrasjon. Som beskrevet i det foregående blir fjernelse av kobolt ved Aliquatklorid mer effektiv ettersom kloridkonsentrasjonen øker.

Som beskrevet i patent nr. 104 023 antyder disse prøver den progressive senkning av koboltkonsentrasjonen ved hjelp av en serie ekstraksjoner (sammenlign prøvene 1 og 2), og i virkeligheten kan koboltforurensnings-konsentrasjonen senkes til et hvert ønsket nivå ved bruk av egnede volumforhold mellom vandig og organisk fase, og et antall trinn, idet det anvendes motstrøm mellom organisk og vandig fase.

Tabell I.

Prøve nr.	Ekstraksjonsmiddel (i xylene)	Volumforhold mellom vandig og organisk fase	Koboltkonsentrasjon for oppløsninger (g/l)		
			Opprin. vandig	Likevekts vandig	oppløsninger organisk
1	0.5M AlSCN	40 : 1	0.205	0.100	4.20
2	0.5M AlSCN	40 : 1	0.102	0.032	2.80
3	0.8M AlCl	20 : 1	0.20	0.142	1.16
4	0.8M AlCl	20 : 1	0.10	0.067	0.66
5	0.5M AlSCN	25 : 1	0.236	0.086	3.75
	0.5M AlSCN				
	0.15M AlCl				
6	0.25M AlI	25 : 1	0.059	0.014	1.13
	0.5M AlSCN				
	0.15 M AlCl				
	0.25M AlI				

Bemerkning: g/l = gram per liter.
 AlSCN = Aliquat-tiocyanat.
 AlCl = Aliquatklorid.
 AlI = Aliquatiodid.

Tabell II viser fjernelse av sink fra nikkelbehandlingsstrøm, inneholdende forskjellige konsentrasjoner av sink i oppløsning. Prøvene 1 til 4 ble utført på blandet sulfatklorid-oppløsning. Som det kan sees av disse prøver går fjernelse av sinkforurensning fra nikkeloppløsninger meget lett, idet det anvendes oppløsninger av «Aliquat»-forbindelser inneholdende klorid- eller iodidanioner.

Tabell II.

Prøve nr.	Ekstraksjonsmiddel (i xylene)	Volumforhold mellom vandig og organisk fase	Sinkkonsentrasjon av oppløsninger (g/l)		
			Opprinnelig vandig	Likevekts oppløsning vandig	organisk
1	0.5M AlCl	10 : 1	0.1	0.0008	1.0
2	0.5M AlCl	5 : 1	0.1	0.0005	0.5
3	0.5M AlI	10 : 1	0.1	0.004	0.96
4	0.5M AlI	5 : 1	0.1	0.003	0.49

Fjernelse av bly fra nikkelbehandlingsstrømmer er illustrert ved hjelp av prøveresultatene i tabell III. Disse prøver ble alle utført på blandet sulfat-kloridoppløsning inneholdende varierende mengder bly. «Aliquat»-ekstraksjonsmidler i xylene ble anvendt for disse prøver inneholdende iodid, klorid eller tiocyanatanioner, eller en blanding av hver av disse anioner, og idet det anvendes et forhold mellom vandig og organisk volum på 25 : 1 i hvert tilfelle. Prøvene antyder at Aliquatiodid er et meget effektivt blyekstraksjonsmiddel (se prøve 1 og 2). «Aliquat»-klorid er mindre effektiv ved fjernelse av bly, som vist ved prøvene 6—7, og «Aliquat»-tiocyanat er endog mindre effektivt enn kloridet, som vist ved prøvene 8—9. Prøvene 3, 4 og 5, sammenlignet med prøvene 1 og 2, viser den synkende innvirkning på blyfjernelse med «Aliquat»-iodid ved nærvær av klorid og/eller tiocyanatanion. Blyfjernelse er imidlertid fremdeles meget effektiv i disse prøver. Som ved fjernelse av andre metallforurensninger kan bly i en nikkelbehandlingsstrøm senkes til ubetydelige mengder ved hjelp av en serie ekstraksjonstrinn, som vist ved sammenlignende prøver 1 og 2 i tabell III.

Tabell III.

Prøve nr.	Ekstraksjonsmiddel (i xylene)	Blykonsentrasjon for oppløsninger (g/l)		
		Opprinnelig vandig	Likevektsopløsninger vandig	organisk
1	0.25M AlI	0.03	0.0025	0.69
2	0.25M AlI	0.01	0.0009	0.23
3	0.25M AlI	0.01	0.0021	0.20
4	0.4M AlCl 0.25M AlI 0.5M AlSCN	0.01	0.0028	0.18
5	0.25M AlI 0.15M AlCl 0.5M AlCNS	0.01	0.0025	0.19
6	0.5M AlCl	0.03	0.021	0.23
7	0.5M AlCl	0.01	0.007	0.074
8	0.5M AlCNS	0.03	0.024	0.14
9	0.5M AlCNS	0.01	0.008	0.05

Ferri-jernfjernelse går meget effektivt med kvaternære ammoniumforbindelser inneholdende kloridanioner. Tabell IV viser ekstrahering av jern fra nikkeloppløsninger, idet det anvendes «Aliquat»-klorid-ekstraksjonsmiddel i xylene. Prøvene ble utført på blandet sulfat-kloridoppløs-

ning, inneholdende varierende mengder ferri-jern.

Ved hjelp av en serie ekstraksjonstrinn kan ferri-jernforurensning i en nikkelbehandlingsstrøm reduseres med en hvilken som helst ønsket grad.

Tabell IV.

Prøve nr.	Ekstraksjonsmiddel (i xylene)	Volumforhold for vandig	Jernkonsentrasjoner for oppløsninger (g/l)		
			Opprinnelig vandig	Likevektsopløsning vandig	organisk
1	0.5M AlCl	10 : 1	0.2	0.16	0.40
2	0.5M AlCl	5 : 1	0.2	0.14	0.30

Ekstraksjon av arsenforurensninger fra nikkeloppløsninger er ubetydelig med «Aliquat»-tiosyanat, men går temmelig effektivt med «Aliquat»-molybdat og -wolframat. Selv om wolframatet og molybdatet med hell fjerner arsen som arsenitt fra vandige oppløsninger, ble det ikke i noen av prøvene som var utført funnet at konsentrasjonen av arsen i den vandige fase kunne reduseres til under ca. 0,2 deler pr. million. Det vil fremgå at arsen-fjernelse med fordel skal finne sted i et separat trinn. Tabell V viser resultatene av prøver utført på arsenfjernelse.

Prøven 1—4 viser effektiviteten av «Aliquat»-wolframat og molybdat i xylene for fjernelse av arsen. Det synes å være liten forskjell på deres effektivitet ut fra de resultater som fremgår av disse prøver, skjønt wolframatet synes å være noe mer effektivt ved de lavere konsentrasjoner for arsen i den vandige fase, vist på tabellen. I hver av disse prøver ble sulfatklorid-nikkeloppløsningen behandlet. I denne tabell betegner AlW «Aliquat»-wolframat og AlM «Aliquat»-molybdat.

Tabell V.

Prøve nr.	Ekstraksjonsmiddel (i xylene)	Volumforhold mellom vandig og organisk	Arsenkonsentrasjon i oppløsninger (g/l)		
			Opprinnelig vandig	Likevektsopløsning vandig	organisk
1	1.OM AlW	25 : 1	0.03	0.0093	0.52
2	1.OM AlW	25 : 1	0.01	0.0027	0.18
3	1.OM AlM	25 : 1	0.03	0.010	0.49
4	1.OM AlM	25 : 1	0.01	0.0035	0.16

Tabell VI viser data for fjernelse av iodid fra en vandig oppløsning som inneholder 50 g/l nikkel, idet det anvendes 0,5 M «Alamin»-klorid i xylene. I hver prøve ble det anvendt et volumforhold mellom vandig og organisk fase på 20 : 1. I de første fem prøver var det intet tiocyanat tilstede i den vandige fase. I de siste fire prøver inneholdt den vandige fase 500 deler pr. million tiocyanat i tillegg til iodidet. Sammenlignes resultatene for de siste fire prøver med de første fem, sees at iodidekstraksjonen reduseres ved nærvær av tiocyanat på grunn av bruken av en del av Alaminreaksjonsmidlet ved opptak av tiocyanat. Den progressive ekstraksjon som er vist i de første fem prøver og igjen i de siste fire prøver antyder at iodidkonsentrasjonen i den vandige fase også kan bringes ned til et hvilket som helst ønsket nivå ved et riktig valg av faseforhold og antall trinn.

Tabell VI.

Tiocyanat tilstede	Iodidkonsentrasjoner for oppløsninger (g/l)		
	Opprinnelig vandig	Likevektsopløsning vandig	organisk
nei	0.05	0.0049	0.90
»	0.01	0.00096	0.18
»	0.002	0.00030	0.034
»	0.001	0.00013	0.017
»	0.0005	0.00005	0.009
Ja	0.05	0.0090	0.82
»	0.01	0.0016	0.17
»	0.002	0.00044	0.031
»	0.001	0.00033	0.013

Tabell VII viser fjernelse ved hjelp av «Alamin 336» av cupri- og cupro-kobber, kobolt, sink og ferrijern fra en nikkeloppløsning inneholdende 50 g/l nikkel som nikkelsulfat, 50 g/l natriumklorid og 15 g/l borsyre. I disse prøver hadde nikkelbehandlingsoppløsningen varierende innhold av forskjellige metallforurensninger. I prøven 1—4 og 8—11 ble oppløsningen behandlet med 1,0N «Alamin»-klorid i kerosen, og i prøvene 5—7 ble oppløsningen behandlet med 0,65N «Alamin»-klorid og 0,35N «Alamin»-tiocyanat i kerosen. I alle prøver ble det anvendt et volumforhold på 5 : 1 mellom vandig og organisk fase. Som det kan sees av resultatene fra disse prøver i tabell VII er dette tertiæreaminsalt et effektivt ekstraksjonsmiddel for fjernelse av metallforurensninger inklusive cupro og cupri-kopper, kobolt, sink og ferrijern fra nikkeloppløsninger.

Tabell VII.

Prøve nr. Forurensningsmetaller		Konsentrasjon av metallforurensning i oppløsninger (g/l)		
		Opprinnelig vandig	Likevektsopløsninger vandig	organis
1	Cuprikobber	1,0	0,57	2,15
2	cuprikobber	0,60	0,42	0,90
3	cuprikobber	0,40	0,24	0,80
4	cuprikobber	0,20	spor	1,0
5	kobolt	0,50	0,25	1,25
6	kobolt	0,20	0,095	0,52
7	kobolt	0,10	0,045	0,28
8	sink	1,0	0,69	1,54
9	sink	0,6	0,33	1,36
10	sink	0,2	0,10	0,50
11	ferrijern	0,20	0,001	0,995

Tabell VIII inneholder prøveresultater som viser fjernelse av cupri- og cuprokobber, kobolt og sink fra en nikkeloppløsning med samme sammensetning som den som ble behandlet for å oppnå resultatene som er vist i tabell VII, idet det anvendes «Amberlit LA-1» reaksjonsmiddel, et sekundært aminprodukt som i det tidligere er nevnt. I disse prøver ble nikkeloppløsningen behandlet for fjernelse av varierende mengder forskjellige metallforurensninger. I prøven 1—6 og 10—12 ble 1,0N «Amberlit LA1-klorid i kerosen anvendt som ekstraksjonsmiddel, og i prøvene 7—9 0,5N «Amberlit LA-1»-klorid og 0,5N «Amberlit LA-1»-tiocyanat i kerosen. Det ble for alle prøver anvendt et volumforhold på 5 : 1 mellom vandig og organisk fase. Prøvene viser forholdsvis god ekstrahering av cupri- og cuprokobber, kobolt og sink. Det skal imidlertid bemerkes at dette sekundære aminklorid skaffer ubetydelig fjernelse av ferrijern.

Tabell VIII.

Prøve nr. Forurensningsmetall		Konsentrasjon av metallforurensninger i oppløsninger (g/l)		
		Opprinnelig vandig	Likevektsopløsninger vandig	organisk
1	cuprikobber	1,0	0,58	2,12
2	cuprokobber	0,6	0,39	1,05
3	cuprikobber	0,2	0,040	0,80
4	cuprokobber	0,20	0,17	0,16
5	cuprokobber	0,08	0,044	0,18
6	cuprokobber	0,03	0,005	0,12
7	kobolt	0,50	0,17	1,65
8	kobolt	0,20	0,061	0,70
9	kobolt	0,05	0,010	0,20
10	sink	1,0	0,24	3,81
11	sink	0,20	0,038	0,40
12	sink	0,04	0,011	0,14

Tabell IX inneholder prøveresultater som viser fjernelse av cupri- og cuprokobber og sink fra en nikkeloppløsning av samme sammensetning som for prøvene i tabellene VII og VIII, idet det anvendes «Primene JNT», en primær aminblanding hovedsakelig i C₁₈ til C₂₂-området. I disse prøver ble det ekstrahert cupri- og cuprokobber samt sink, tilstede i varierende mengder i nikkeloppløsningen. I alle prøver ble det anvendt 1,0N «Primene JNT»-klorid i kerosen, som ekstraksjonsmiddel, ved et volumforhold på 5 : 1 mellom vandig og organisk fase. Disse prøver indikerer at dette primære aminsalt er et temmelig godt ekstraksjonsmiddel for cuprikobber og sink, men at det ekstraherer cuprokobber langsommere enn det sekundære amin anvendt for prøvene i tabell VIII. Det skal bemerkes at kobolt og ferrijern-ekstraksjon med dette primære aminsalt er ubetydelig.

Tabell IX

Prøve nr.	Forurensningsmetall	Konsentrasjon av metallforurensninger i oppløsninger (g/l)		
		Opprinnelig vandig	Likevektsopløsninger vandig	organisk
1	cuprikobber	1,0	0,56	2,18
2	cuprikobber	0,6	0,24	1,78
3	cuprikobber	0,2	0,06	0,70
4	cuprokobber	0,16	0,13	0,14
5	cuprokobber	0,05	0,026	0,12
6	cuprokobber	0,03	0,009	0,10
7	sink	1,0	0,78	1,10
8	sink	0,2	0,13	0,37
9	sink	0,1	0,068	0,16

Eksempel.

Følgende eksempel illustrerer den samtidige fjernelse av et antall metallforurensninger for en nikkelbehandlingsoppløsning ved hjelp av den i det foregående beskrevne nye fremgangsmåte.

En behandlingsoppløsning inneholdende 50 g/l nikkel som nikkelsulfat, 50 g/l natriumklorid, 15 g/l borsyre, 0,8 g/l kobber, 0,5 g/l kobolt, 0,4 g/l sink og 0,12 g/l jern i ferritilstand, ble behandlet i 5 ekstraksjonstrinn med en organisk oppløsning på 0,65N «Alamin»-klorid og 0,35N «Alamin»-tiocyanat i kerosen, idet det anvendes et forhold på 5 : 1 mellom vandig og organisk fase. Etter to ekstraheringer var jernet i den vandige oppløsning redusert til spor, og etter den fjerde ekstrahering var kobolt og sink redusert til 0,01 og 0,015 g/l respektive, og etter den femte ekstrahering var kobberet i oppløsningen redusert til 0,01 g/l.

Patentkrav :

1. Fremgangsmåte til fjerning av metallforurensninger, slik som bly og arsen, fra en oppløsning inneholdende nikkelsalter ved ekstrahering av disse forurensninger i form av komplekser med kvaternære ammoniumforbindelser og under anvendelse av et organisk oppløsningsmiddel som ikke er blandbart med vann, separering av de resulterende to faser og gjenvinning av forurensningene fra den organiske fase,

karakterisert ved at forurensningene fra oppløsningen inneholdende nikkelsalter ekstraheres ved å bringe oppløsningen i kontakt med minst et vannoppløselig salt av en nitrogenholdig base som er et klorid-, jodid-, bromid-, nitritt-, azid-, wolfram- eller molybdatderivat av en kvaternær ammoniumforbindelse eller et klorid-, tiocyanat-, jodid-, bromid- eller azidsalt av et tertiært, sekundært eller primært amin, og at den nitrogenholdige fase regenereres etter gjenvinning av de ekstraherte metaller.

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, karakterisert ved at minst et salt som er et jodid-, bromid-, nitritt-, azid-, wolfram- eller molybdatderivat av en kvaternær ammoniumforbindelse eller et klorid, tiocyanat, jodid, bromid eller azid av et tertiært, sekundært eller primært amin anvendes i blanding med et kvaternært ammoniumtiocyanat.

3. Fremgangsmåte ifølge krav 2, karakterisert ved at blandingen også inneholder et kvaternært ammoniumklorid.

4. Fremgangsmåte ifølge krav 1, karakterisert ved at et kvaternært ammoniumklorid anvendes i blanding med et kvaternært ammoniumtiocyanat, idet det kvaternære ammoniumklorid er hovedmengden av ekstraksjonsmidlet.

Anførte publikasjoner :

Norsk patent nr. 104 023.

