

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) FI 762829 A7

**(12) JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **762829**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
B01D

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **05.10.1976**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **05.10.1976**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **07.04.1977**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **12.06.2019**

(32) (33) (31) Etuokeus - Prioritet - Priority

06.10.1975 ES 441536

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •Nogueira, Eduardo Diaz, Avda. Mediterranco No. 47-Madrid, Espana, ESPANJA, (ES)

2 •Abad, Angel Luis Redondo, Gabriel Ruiz No 7-Madrid, Espana, ESPANJA, (ES)

3 •Vega, Jose Manuel Regife, San Ernesto no. 12, Madrid, Espana, ESPANJA, (ES)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Nogueira, Eduardo Diaz, Espana, ESPANJA, (ES)

2 •Abad, Angel Luis Redondo, Espana, ESPANJA, (ES)

3 •Vega, Jose Manuel Regife, Espana, ESPANJA, (ES)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Ruska & Co Oy, Runeberginkatu 5, 00100 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Menetelmä di-2-etyyli-heksyylifosforihappoa sisältävän neste-neste-ekstrahoinnin orgaanisissa vaiheissa kerääntyneen raudan eliminoimiseksi

Process för eliminering av ackumulerad järn i organiska faser av vätske-vätske-extrahering, som innehåller di-2-etyl-hexyl-fosforsyra

Eduardo Diaz Nogueira, Angel Luis Redondo Abad,
Jose Manuel Regife Vega

24

Menetelmä di-2-etyyli-heksyyli-fosforihappoa sisältävän neste-neste-ekstrahoinnin
orgaanisissa vaiheissa kerääntyneen raudan eliminoimiseksi

Förfarande för eliminering av järn ackumulerat under organiska faser av di-2-etyl-
heksyl-fosforsyra innehållande vätske-vätske-extrahering

Di-2-etyyli-heksyyli-fosforihappoa käytetään kaupallisesti kationinvaihtimena
uutettaessa kuusiarvoista uraania sulfaattiliuoksista, erotettaessa uraania ja vana-
diinia, erotettaessa ja puhdistettaessa harvinaisten maametallien oksideja, erotet-
taessa kobolttia ja nikkeliä, uutettaessa berylliumia sulfaattiliuoksista, erotet-
taessa sinkkiä, rautaa, mangaania ja kobolttia, uutettaessa sinkkiä sekä moniin
muihin kehityksen alaisena oleviin sovellutuksiin.

Kaikissa näissä menetelmissä nesteet, jotka on valmistettu vesisyöttönä, sisältä-
vät tavallisesti erilaisia ionieöpuhtauksia, joista eräs tavallisin on rauta.
Di-2-etyyli-heksyyli-fosforihapon affiniteetti rautaan on niin suuri, että vieläpä
hyvin pienissä pitoisuuksissa se kvantitatiivisesti uutettuna muodostaa kompleksin,
joka polymeroituu orgaanisessa vaiheessa polymeerin molekyykipainon saavuttaessa
suuruusluokan 2000. Ajan mittaan tämä ilmiö aiheuttaa kationinvaihtimen kuormitus-
kyvyn huomattavan alenemisen sekä orgaanisen vaiheen viskositeetin huomattavan
kasvun, mikä tekee vaikeaksi ja jopa estää sen käytön uuttoaineena hyvin monissa
mahdollisissa käyttötarkoituksissa.

On yleisesti tunnettua, että on olemassa kaksi mahdollista menetelmää raudan poista-
miseksi näistä orgaanisista vaiheista.

Ensimmäinen menetelmä käsittää pesun vahvalla natriumhydroksi- tai -karbonaatti-
liuoksella. Tämä käsittely aikaansaa polymeerin murtumisen, jolloin muodostuu ferri-
hydroksidia ja di-2-etyyli-heksyyli-fosforihapon natriumsuolaa. Ferrihydroksidisakan

läsnäolo vesivaiheessa ja haposta peräisin olevan natriumsuolan disassosiaation korkea aste aikaansaa di-2-etyyli-heksyyli-fosforihapon liukoisuuden olemaan niin suuri, että ne estävät sen taloudellisen käytön teollisuusmittakaavassa.

Toinen menetelmä käsittää pesun kloorivetyhapon 6 moolisella vesiliuoksella. Tämä käsittely aikaansaa myös polymeerin murtumisen, jolloin muodostuu anionikompleksi ferri-ionista kloridiväliaineessa Cl_4Fe^- , joka korvaa kationin vaihdon orgaanisen vaiheen F^{+++} ionin ja vesivaiheen H^+ ionin välillä. Tämä menetelmä ei ole taloudellisesti kovin edullinen johtuen tarvittavan hapon suuresta kulutuksesta.

Tässä toisessa menetelmässä kloorivetyhapon kulutuksen määrää kahden vaiheen välinen tasapaino käsittelyn aikana ferri-ionin suhteen, mikä tekee välttämättömäksi happoliuoksen puhdistamisen, kun raudan annettu pitoisuus on saavutettu, mutta mikä aina edustaa käytettyjen happoekvivalenttien merkityksetöntä osuutta, jolloin hapon kulutus tavallisesti on 10-20 kertaa raudan stökiometrinen määrä.

Tämän keksinnön kohteena on menetelmä di-2-etyyli-heksyyli-fosforihappoa sisältäviin orgaanisiin vaiheisiin kerääntyneen raudan poistamiseksi happamalla vesiliuoksella, joka sisältää kloridi-ioneja ja regeneroimisliuoksen seuraavaksi käsittelemiseksi poistamalla rauta liuoksen uudelleen käyttämistä varten.

Niinpä keksinnön kohteena oleva menetelmä käsittää kolme seuraavaa vaihetta:

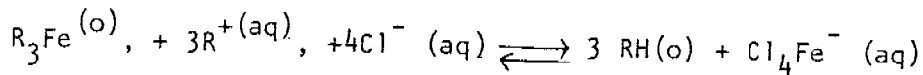
Ensimmäisessä vaiheessa orgaaninen vaihe, joka sisältää di-2-etyyli-heksyyli-fosforihappoa "myrkytettyinä" raudalla, saatetaan kosketukseen happoliuoksen kanssa, joka sisältää kloridi-ioneja sellaisissa pitoisuuksissa, jotka aikaansaavat H^+ ionien vaihdon F^{+++} ioneihin vesivaiheen ja orgaanisen vaiheen välillä, jolloin aikaansaadaan orgaanisen vaiheen "regeneroiminen".

Toinen vaihe käsittää edellisen vaiheen regeneroimisnesteen sisältämän raudan uuttamisen saattamalla se kosketukseen orgaanisen liuoksen kanssa, joka sisältää anioninvaihdinta sillä tavalla, että regeneroimisneste käytetään uudelleen hyväksi ensimmäisessä vaiheessa, sen jälkeen kun poistettuun rautaan nähden stökiometrinen kloorivetyhappoekvivalentti on korvattu.

Kolmas vaihe käsittää raudan toistouuttamisen orgaanisesta vaiheesta, joka sisältää anioninvaihdinta, jatkuen edellisestä vaiheesta, saattamalla rauta kosketukseen veden kanssa, jolloin tämä raudastavapaa orgaaninen vaihe kierrätetään uudelleen hyväksi käyttämistä varten toisessa vaiheessa.

Lyhyesti sanoen, rauta kulkee orgaanisesta vaiheesta, joka sisältää di-2-etyyli-heksyyli-fosforihappoa, veteen kahden väliliuottimen nimittäin kloridi-ionien happoliuoksen ja anioninvaihtimen orgaanisen liuoksen välityksellä. Tämän keksinnön kohteena oleva menetelmä aiheuttaa siis ainoastaan kloorivetyhapon, joka on ekvivalenttinen poistetun raudan kanssa sekä veden vesimäärän kulutuksen, joka tarvitaan eliminoitujen ferri-ionien poistamiseksi järjestelmästä.

Ensimmäisessä vaiheessa eli regeneraatiovaiheessa reaktiomekanismi on kationin vaihtoreaktio ja yksinkertaisessa muodossa se voidaan esittää seuraavalla yhtälöllä:



RH on di-2-etyyli-heksyyli-fosforihappo. Niinpä periaatteessa regeneroimisreagenssi voi olla mikä tahansa epäorgaaninen mineraalihapon ja liukoisen kloridin seos, jolloinkin käytännöllisistä näkökohdista on sopivin kloorivetyhappo joko sellaisenaan tai sekoitettuna natriumkloridin tai kalsiumkloridin kanssa ja rikkihappo yhdessä natriumkloridin kanssa.

Näiden reagenssien optimipitoisuudet regeneroimisnesteessä riippuvat ilmeisesti orgaanisen vaiheen di-2-etyyli-heksyyli-fosforihapon pitoisuudesta ja sen jäännösraudan tasosta, johon keksinnöllä pyritään.

Paljon käytetyllä pitoisuudella 10 tilavuus-% kerosiinissa regeneroimisnesteeseen kloorivetyhapon optimipitoisuuden on todettu olevan 4-6 moolinen.

Di-2-etyyli-heksyyli-fosforihapon regeneroiminen voidaan suorittaa missä tahansa uuttolaitteessa liuottimien kanssa ja sopivimmin linkosekoittimissa. Tämän tyyppinen laite, jota käytettiin keksinnön mukaisissa kokeissa, oli jatkuvasti toimiva.

Sekoitusta ja kosketusta varten tarvittava aika tasapainon saavuttamiseksi riippuu orgaanisen vaiheen ja vesivaiheen väkevyydestä sekä sekoitusasteesta. Joka tapauksessa aika on alle 10 minuuttia, mutta ajat alle 3 minuuttia ovat vallitsevia.

Vaiheiden erotus on helppoa.

Yksinkertaisessa kosketuksessa 5.5 moolisen kloorivetyhapon muodossa olevan regeneroimisreagenssin ja orgaanisen vaiheen välillä, joka sisältää 10 til-% di-2-etyyli-heksyyli-fosforihappoa, molempien virtausten suhteen sopivalla säädöllä viimeksi mainitun poistaminen aikaansai raudan 90 %:sen poistumisen, jolloin orgaaninen vaihe sisälsi rautaa alle 150 mg/l.

Prosessin sopiva lämpötila vaihtelee välillä 10°C ja 50°C.

Orgaanisen vaiheen di-2-etyyli-heksyyli-fosforihapon, josta käytetään lyhennystä D2EHFH, väkevyydet voivat vaihdella 1 - 50 til.-%.

Regeneroimisreagenssin kloridi-ionipitoisuus voi vaihdella 0.1 - 12 mooli/l.

Parhaat tulokset on saavutettu alueella 4.0 - 6.0 mooli/l.

Tämän keksinnön mukaisen menetelmän toisena tarkoituksena on raudan poistaminen vesireagenssista, jota käytetään regeneroitaessa di-2-etyyli-heksyyli-fosforihappoa sen uudelleen käyttämiseksi.

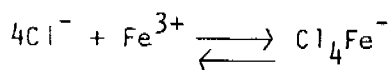
Raudan uuttamiseksi toisessa vaiheessa käytetään orgaanista vaihetta, jonka muodostaa kolme komponenttia, nimittäin uuttoaaine, modifioimisaine ja laimennin.

Uuttoaaine kuuluu aminoryhmiin ja voi olla primäärinen, sekundäärinen tai tertiäärinen tai se voi olla kvaternäärisen ammoniumin ja pitkien alkyyliketjujen muodostama emäs, joka liukenee ainoastaan vähän veteen ja jonka molekyypipaino on yli 200.

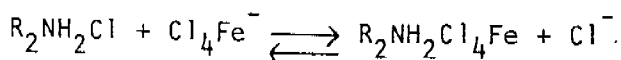
Orgaanisen vaiheen toisen komponentin — modifioimisaineen — tarkoituksena on helpottaa vaiheiden erotusta uuttamisen aikana. Alkoholit, joissa on 8 - 14 hiiliatomia, antavat halutut tulokset.

Kolmas komponentti eli laimennin toimii kahden muun reagenssin kantoaineena ja aikaansaa väliaineen viskositeetin pienenemisen. Laimentimena voidaan käyttää sellaisten hiilivetyjen seoksia, joita saadaan jakotisolaamalla kiviöljyä.

Raudan kiinnittyminen uuttoaimeeseen perustuu siihen seikkaan, että tämä alkuaine muodostaa kloridi-ionin liuoksissa luonteeltaan anionisen, Cl_4Fe^- , klooratun kompleksin seuraavan yhtälön mukaan:



Raudan uuttaminen suoritetaan ionin vaihtomekansimilla aminoidun yhdisteen ja raudan ionikompleksin välillä. Sekundäärisen amiiniklonidin ($\text{R}_2\text{NH}_2\text{Cl}$) tapauksessa tasapaino voidaan esittää seuraavalla yhtälöllä:



Tämä reaktio siirtyy oikealle — uuttosuuntaan — määrään, joka aikaansaadaan Fe^{3+} :n ja Cl^- :n pitoisuuksilla, jolloin viimeksi mainittu on välillä raudan anioni-kompleksin muodostumisen kestäessä.

Raudan uuttaminen voidaan suorittaa missä tahansa uuttolaitteessa liuottimen kanssa, sopivimmin linkosekoittimissa.

Kokeissa käytettiin tämän tyyppistä jatkuvasti toimivaa laitetta. Aika, joka tarvitaan sekoitusta ja kosketusta varten tasapainon saavuttamiseksi, riippuu orgaanisen vaiheen ja vesivaiheen väkevyydestä sekä sekoitusasteesta. Kaikissa tapauksissa se oli alle 10 minuuttia, jolloin ajat 2 - 5 olivat vallitsevia.

Kun modifioimisainetta on läsnä orgaanisessa vaiheessa, vaiheiden erotus ei tuota mitään vaikeutta.

Yksinkertaisessa kosketuksessa orgaanisen vaiheen, joka sisältää amiinia ja regeneroimisreagenssin välillä, molempien virtaussuhteen sopivalla säädöllä raudan poistuminen viimeksi mainitusta oli yli 95 %, jolloin vesiuutteen rautapitoisuus oli 40 mg/l

Prosessin lämpötila vaihetee 10 - 50°C.

Orgaanisen vaiheen amiinipitoisuudet voivat vaihdella 1 - 50 % ja alifaattisen alkoholin pitoisuus 0 - 25 %, riippuen raudan ja kloridien pitoisuudesta regeneroimisreagenssissa.

Raudan toistouuttaminen amiinia sisältävästä orgaanisesta vaiheesta suoritetaan vedellä, perustuen raudan anionikompleksin Cl_4Fe^- disassosiaatioon kloridi-ionien poissaollessa. Riippuen orgaanisen vaiheen ja veden virtausten suhteista voidaan saada ferrikloridin enemmän tai vähemmän väkeviä liuoksia samoin kuin orgaanisen vaiheen suurempi tai pienempi poisto.

Toistouuttamisen jälkeen orgaaninen vaihe on käytännöllisesti katsoen vapaa raudasta, niin että se voidaan käyttää uudelleen menetelmässä.

Tässä menetelmässä regeneroimisreagenssin (kloorivetyhappo) hukka pienenee stökiometriseen kulutukseen, vastaten rautaa. Lisäksi tarvitaan pieni määrä puhdistusainetta veden tasapainon säilyttämiseksi järjestelmässä.

Tätä menetelmää voidaan käyttää myöskin di-2-etyyli-heksyyli-fosforihapon regeneroimiseksi muistakin ioneista, kuten kromi-, alumiini- jne ioneista, jotka muodostavat anionikomplekseja kloridiympäristöissä.

Keksintöä havainnollistetaan eräillä esimerkeillä, jotka eivät ole rajoittavia ja jotka helpottavat myöskin oheisen piirustuksen tulkitsemista.

Esimerkki 1

Seuraavassa on esitetty havainnollistava esimerkki, joka ei ole rajoittava, D2EHFH:n regeneroimisesta. Valmistetaan orgaaninen vaihe, jonka koostumus on seuraava:

D2EHFH : 10 til.-%

Kiviöljy (CAMPSA) : 90 til.-%

Tähän orgaaniseen vaiheeseen lisätään rautaa pitoisuuteen 0.338 g/l saakka. Tätä seuraa edellä mainitun orgaanisen vaiheen saattaminen kosketukseen yhdessä vaiheessa kloorivetyhapon 5,9 moolisen liuoksen kanssa. Orgaanisen vaiheen ja vesivaiheen virtausten suhdeluku oli 10.

Tulokset olivat seuraavat:

Rautaa orgaanisessa vaiheessa : 0,110 g/l

Rautaa vesivaiheessa : 2,19 g/l

Esimerkki 2

Seuraavassa on annettu^{toinen} havainnollistava, mutta ei rajoittava esimerkki, jossa on lueteltu kaikkien niiden regeneroimisreagenssien pitoisuudet, joita voidaan käyttää D2EHFH:n regeneroimiseen.

Orgaanisen vaiheen koostumus on sama kuin esimerkissä 1.

Orgaanisen viaheen rautapitoisuudet, regeneroimisreagenssin pitoisuudet ja orgaanisen vaiheen sekä vesivaiheen virtausten suhdeluvut ovat seuraavat:

Koe	orgaaninen vaihe gFe/l	Regeneroimisvaihe ClH M/l	Virtausten suhdeluku orgaaninen/vesi
1	0.240	5.0	30
2	0.240	5.0	20
3	0.338	5.0	10
4	0.338	5.0	5
5	0.240	4.0	5
6	0.338	3.9	5
7	0.338	3.0	10

Molemmat vaiheet saatettiin kosketukseen yhdessä vaiheessa, jolloin saatiin seuraavat tulokset:

Koe	Orgaaninen vaihe gFe/l	Vesivaihe gFe/l
1	0.110	3.57
2	0.090	2.60
3	0.055	2.45
4	0.068	1.37
5	0.120	2.23
6	0.063	1.34
7	0.190	1.48

Esimerkki 3

Seuraavassa on annettu havaïnnolistava, mutta ei rajoittava esimerkki, jossa on lueteltu regeneroimisreagenssin, jota voidaan käyttää D2EHFH:n regeneroimiseen, kaikki koostumukset.

Orgaanisen vaiheen koostumus on sama kuin edellisissä esimerkeissä.

Orgaanisen vaiheen rautapitoisuudet, regeneroimisliuoksen koostumus ja orgaanisen vaiheen sekä vesivaiheen virtausten suhdeluku on esitetty seuraavassa:

Koe	Orgaaninen vaihe gFe/l	Regeneroimisvaihe K/l			Virtausten suhdeluku orgaaninen/vesi
		ClH	ClMa	SO ₄ H ₂	
1	0.338	5.0	1.0	-	10
2	0.338	4.0	1.1	-	15
3	0.240	4.0	1.1	-	20
4	0.338	2.9	2.2	-	10
5	0.338	2.0	3.3	-	10
6	0.338	2.0		2.0	10

Molemmat vaiheet saatettiin kosketukseen yhdessä vaiheessa, jolloin saatiin seuraavat tulokset:

Koe	Orgaaninen vaihe gFe/l	Vesivaihe gFe/l
1	0.098	2.34
2	0.115	3.40
3	0.095	2.70
4	0.115	2.24
5	0.165	1.69
6	0.123	2.13

Esimerkki 4

Seuraavassa on annettu havainnollistava esimerkki raudan poistamiseksi D2EHFH:n regeneroimiseen käytetystä liuoksesta. Orgaanisen vaiheen koostumus on seuraava:

Amberlite - LA-2 (kaupan oleva sekundäärinen amiini)	15 %
Isodekanoli	6 %
Kiviöljy (CAMPSA)	79 %

Edellä mainittu orgaaninen vaihe saatettiin kosketukseen yhdessä vaiheessa D2EHFH:sta saadun regeneroimislaskuaineen kanssa. Orgaaninen vaihe, joka oli panostettu raudalla, uutettiin vedellä yhdessä vaiheessa.

Regeneroimisesta saadun laskuaineen rautapitoisuudet ja orgaanisen vaiheen sekä vesivaiheen virtaussuhdeluvut ovat seuraavat:

Koe	Regeneroimisliuos gFe/l	Virtauksen suhdeluku orgaaninen/vesi	Toistouuton virtausten suhdeluku orgaaninen/vesi
1	3.24	1.80	7.20
2	3.04	0.67	3.23
3	3.20	1.25	5.59
4	3.48	2.54	10.06
5	2.69	1.98	10.23
6	2.97	2.50	17.12

Tulokset olivat seuraavat:

Koe	Vesiuute gFe/l	Orgaaninen uute gFe/l	Vesitoistouute gFe/l	Org. toistouute gFe/l
1	0.20	1.81	12.20	0.12
2	0.63	3.77	11.60	0.18
3	0.43	2.79	12.40	0.58
4	0.20	1.47	13.00	0.18
5	0.08	2.54	13.50	1.22
6	0.27	2.53	18.50	1.45

Esimerkki 5

Tässä esimerkissä on yhdistetty D2EHFH:n regeneroimisen tulokset ja regeneroimisesta, joka on suoritettu jatkuvasti koemittakaavassa, saadusta laskuaineesta raudan poistamisen tulokset. Piirustuksessa menetelmän vaiheet on merkitty roomalaisilla numeroilla ja päävirtaukset arabialaisilla numeroilla.

Näissä kokeissa menetelmä käsittää seuraavat vaiheet:

D2EHFH:n regenerointi	I
Uuttaminen La-2:lla	II
Toistouuttaminen vedellä	III

Orgaanista uuttamista jatkettiin sopivasti edellisestä uuttovaiheesta. Orgaanisen uutteen kokoomus oli seuraava:

Rauta	0.29 g/l
Sinkki	0.26 g/l
ClH-hapot	<0.5 g/l

Regeneroimisreagenssina käytettiin kloorivetyhappoliuosta, jonka pitoisuus oli 4.9 mooli/l.

Seuraavassa on esitetty yhteenveto menetelmän virtauksista ja päävirtausten koostumuksista, jotka virtaukset on esitetty yksityiskohtaisesti oheisessa piirustuksessa.

Virtausnumero	Identifiointi	Virtaus ml/min.	Koostumus g/l		
			Fe	Zn	ClH
1	Orgaaninen syöttö (D2EHFH)	1119	0.29	0.26	0.5
2	Orgaaninen uute	1119	0.08	0.013	0.5
3	Regeneroimisliuos	114	0.014	1.70	161.0
4	Regeneroimislaskuaine	114	2.00	3.40	161.0
5	Toistouutettu orgaaninen vaihe (LA-2)	224	0.040	1.20	-
6	Panostettu orgaaninen vaihe	224	1.10	2.20	-
7	Toistouutosvesi	46	-	-	-
8	Vesiuutos	46	5.50	4.20	4.00

Patenttivaatimukset 25

1. Menetelmä di-2-etyyli-heksyyli-fosforihappoa sisältävän neste-neste-uuttamisen orgaanisiin vaiheisiin kerääntyneet raudan poistamiseksi, tunnettu siitä, että rautaa käsitellään saattamalla se välittömään kosketukseen kloridi-ionien happovesiliuoksen kanssa, joka sitten saatetaan anioninvaihtimen vaikutuksen alaiseksi, joka uuttaa raudan ja jättää happovesiliuoksen raudasta vapaana sen uudelleen käyttöä varten ja että anioninvaihtimen regeneroiminen suoritetaan käsittelemällä sitä vedellä ja poistetaan rauta järjestelmästä verraten väkevänä ferrikloridivesiliuoksena.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että kloridi-ionien happovesiliuos sisältää epäorgaanisen mineraalihapon ja yhteen sopivan liukoisen kloridin seosta, jolloin taloudellisista syistä parhaimpina pidetään kloorivetyhappoa ja/tai rikkihappoa sekä natriumkloridia ja/tai kalsiumkloridia.
3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että kloridi-ionipitoisuus regenerantti-happovesiliuoksessa on rajoissa 3 - 9 moolinen, sopivimmin 4 - 6 moolinen.
4. Patenttivaatimusten 1, 2 tai 3 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että kloridi-ioniregeneroimishappovesiliuoksen happamuus on 2 - 6 normaalin, sopivimmin 4 - 6 normaalin.
5. Patenttivaatimusten 1, 2, 3 ja 4 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että anioninvaihtimen, jota käytetään raudan uuttamiseksi di-2-etyyli-heksyyli-fosforihapon regeneroimisessa käytetystä vesiliuoksesta, valmistetaan orgaanisen

liuoksen avulla, joka sisältää: primääristä amiinia ja/tai sekundääristä amiinia ja/tai tertiääristä amiinia ja/tai emästä, jonka muodostaa kvaternäärinen ammonium yhdessä pitkien alkyyliketjujen kanssa, tai alifaattista alkoholia, jossa on 8 - 14 hiiliatomia ja laimenninta, jonka muodostaa hiilivetyjen, varsinkin sellaisten, jotka ovat assimiloituvia kerosiinityyppeihin, seokset.

6. Patenttivaatimusten 1 ja 5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että nestemäisen anioninvaihtimen amiinipitoisuudet voivat vaihdella välillä 5 ja 50 % ja että alifaattista alkoholia on 0 - 25 % riippuen regeneroimisvesiliuoksen rautapitoisuudesta ja muista epäpuhtauksista.

7. Patenttivaatimusten 1 - 6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että orgaaniset vaiheet, jotka on valmistettu käyttäen anioninvaihdinta, läpikäytyään raudan uuttamisen tai poistamisen myöhempää uudelleen käyttöä varten saatetaan kosketukseen veden tai laimean suolaliuoksen tai happoliuoksen kanssa.

8. Patenttivaatimusten 1 - 7 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että orgaaninen vaihe, joka sisältää di-2-etyyli-heksyyli-fosforihappoa, valmistetaan neste-neste-uuttamisjärjestelmästä, jossa ongelmana esiintyy sen "myrkytys" raudan ja/tai samoin käyttäytyvien muiden kationiepäpuhtauksien johdosta, jolloin se voidaan johtaa orgaanisen vaiheen koko virtaan tai ainoastaan tämän osaan niiden epäpuhtauksien tason ylläpitämiseksi, jotka ovat yhteen sopivia neste-neste-uuttojärjestelmän tietyn käytön kanssa.

29

Patentkrav

1. Förfarande för avlägsnande av ackumulerat järn i organiska faser från vätske-vätske-extraktion, vilka faser innehåller di-2-etyl-hexyl-fosforsyra, k ä n n e t e c k n a t därav, att man behandlar den organiska fasen genom direktkontakt med en syravattenlösning av kloridjoner, som därefter underkastas inverkan av en anjonbytare, som extraherar järnet och kvarlämnar vattenlösningen järnfri för återanvändning, och att man regenererar anjonbytaren genom behandling därav med vatten, varvid man avlägsnar järnet från systemet i form av en relativt koncentrerad vattenlösning av järn(III)klorid.

2. Förfarande enligt krav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att syravattenlösningen av kloridjoner utgöres av en blandning av en oorganisk mineralsyra och en kombinerbar löslig klorid, företrädesvis klorvätesyra och/eller svavelsyra och natriumklorid och/eller kalciumklorid.

3. Förfarande enligt krav 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att koncentrationen av kloridjoner i den regenererande syravattenlösningen är 3-9 M, företrädesvis 4-6 M.

4. Förfarande enligt något av kraven 1-3, k ä n n e t e c k n a t därav, att syrakoncentrationen i den regenererande syravatten-

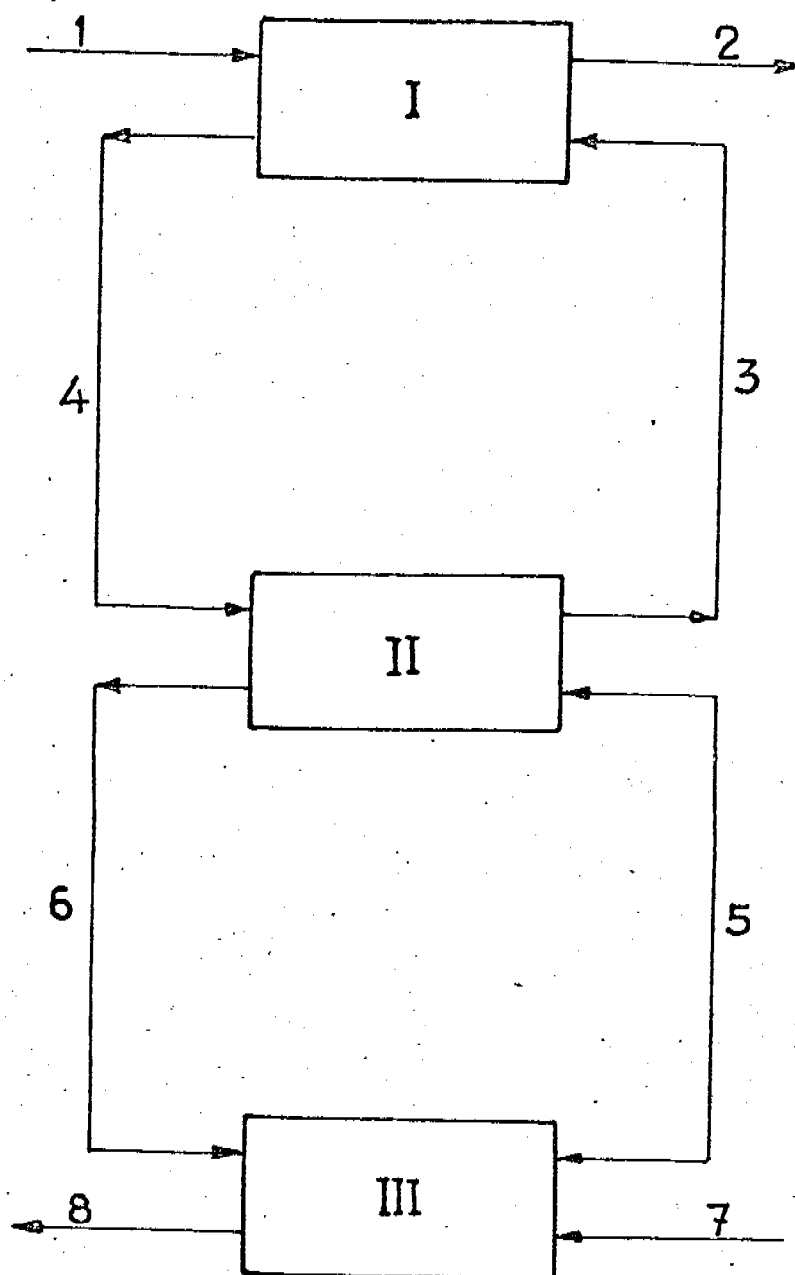
lösningen är 2-6 M, företrädesvis 4-6 M.

5. Förfarande enligt något av kraven 1-4, k ä n n e t e c k - n a t därav, att den anjonbytare som användes för extrahering av järn från den vid regenereringen av di-2-etyl-hexyl-fosforsyra använda vattenlösningen är en organisk lösning, som utgöres av en primär amin och/eller en sekundär amin och/eller en tertiär amin och/eller en kvaternär ammoniumförening med långa alkylkedjor, en alifatisk alkohol med 8-14 kolatomer och ett utspädningsmedel, som utgöres av blandningar av kolväten, företrädesvis sådana av fotogentyp.

6. Förfarande enligt krav 5, k ä n n e t e c k n a t därav, att koncentrationen av amin i den flytande anjonbytaren är 5-50 % och att koncentrationen av alifatisk alkohol är 0-25 %, beroende av koncentrationen av järn och andraföroreningar i den regenererande vattenlösningen.

7. Förfarande enligt något av kraven 1-6, k ä n n e t e c k - n a t därav, att den organiska fas som bildas av anjonbytaren underkastas extraktion eller avlägsnande av järn för att därefter kunna återanvändas, varvid man bringar den organiska fasen i kontakt med vatten eller med utspädda koksalt- eller syralösningar.

8. Förfarande enligt något av kraven 1-7, k ä n n e t e c k - n a t därav, att den organiska fas som innehåller di-2-etyl-hexyl-fosforsyra härrör från vilket som helst vätske-vätske-extraktions-system, där problem med "förgiftning" uppkommer genom ackumulering av järn och/eller andra katjoniska föroreningar med liknande beteeende, varvid förfarandet kan tillämpas på hela flödet av den organiska fasen eller endast en fraktion därav i syfte att upprätthålla en föroreningsnivå som är förenlig med den speciella tillämpningen av vätske-vätske-extraktionssystemet ifråga.



Madrid,
P. P.

Escala variable