



NORGE
[NO]

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 140989

(51) Int. Cl.² C 22 B 3/00, C 22 B 23/04

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

(21) Patentsøknad nr. 750896
(22) Inngitt 17.03.75
(23) Løpedag 17.03.75

(41) Ålment tilgjengelig fra 19.09.75
(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 10.09.79

(30) Prioritet begjært 18.03.74, Canada, nr. 195212

(54) Oppfinnelsens benevnelse Fremgangsmåte til rensning av vandige sure nikkelholdige oppløsninger ved hjelp av kvaternært ammoniumtiocyanat.

(71)(73) Søker/Patenthaver INCO LIMITED,
Toronto-Dominion Centre,
Toronto, Ontario,
Canada.

(72) Oppfinner JOSE ANTONIO BLANCO, Welland,
GREGORY GEORGE WORTMAN, Walden,
JURAJ BABJAK, Welland,
IRWIN JERRY ITZKOVITCH, Willowdale,
alle: Ontario, Canada.

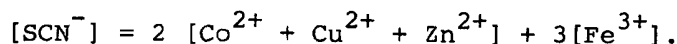
(74) Fullmektig Siv. ing. Sigrun E. Græsbøll,
Bryn & Aarflot A/S, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner Norsk (NO) patent nr. 116645 (C 22 B 23/04)
Britisk (GB) patent nr. 1098350 (C 01 f 17/00)

I søkerens norske patent nr. 104 023 er det beskrevet en fremgangsmåte ved hvilken kobolt, kobber, sink og jern(III) selektivt ekstraheres fra vandige nikkelholdige løsninger ved hjelp av en oppløsning av et vann-uoppløselig kvaternært ammoniumtiocyanat i et med vann ublandbart organisk løsningsmiddel, hvor det utvinnes en vandig nikkelholdig løsning med forbedret renhet etter separasjon av den organiske og den vandige fase.

Den foreliggende oppfinnelse er basert på den overraskende oppdagelse at hvis den opprinnelige vandige løsning inneholder regulerte mengder av tiocyanat-ioner, forbedres ekstraksjonen av de forurensende metaller i vesentlig grad, uten at den rensede vandige løsning (raffinatet) forurenses med altfor store mengder tiocyanationer, som det ville være kostbart og lite hensiktsmessig å eliminere i industriell målestokk.

Oppfinnelsen angår således en fremgangsmåte til rensning av vandige sure nikkelholdige oppløsninger, særlig sulfatoppløsninger, inneholdende som forurensninger kobolt og/eller kobber og/eller sink og/eller treverdige jern, ved ekstraksjon av det eller de forurensende metaller ved hjelp av et vann-uoppløselig kvaternært ammoniumtiocyanat eller en oppløsning derav i et med vann ublandbart organisk løsningsmiddel, med påfølgende adskillelse av den vandige og den organiske fase, og fremgangsmåten er karakterisert ved at det til den opprinnelige vandige oppløsning tilsettes tiocyanat-ion, avledet fra en annen kilde enn det kvaternære ammoniumtiocyanat, i en mengde mellom 50 og 110 % av den som støkiometrisk tilsvarende de metaller som skal ekstraheres, som angitt ved det følgende uttrykk:



Foretrukne utførelsesformer er presisert i patentkravene.

Det ekstraherte metall gjenvinnes fordelaktig fra den organiske fase under samtidig dannelse av det kvaternære ammoniumtiocyanat og tiocyanationer, som deretter anvendes ved behandlingen av ytterligere mengder av den opprinnelige vandige løsning.

De angitte ekstraherbare metaller er de som har størst praktisk interesse, nemlig kobolt, kobber, sink og jern(III), og fremgangsmåten kan med fordel anvendes når man ønsker å fjerne hvilket eller hvilke som helst av disse ekstraherbare metaller fra vandige, sure nikkeloppløsninger som erholdes ved hydrometallurgisk utvinning av nikkel fra malmer og residuer. Størstedelen av nikkelet vil da forbli i den vandige fase under de betingelser som hersker i prosessen. Ved rensing av nikkelholdige oppløsninger som er forurensset med kobolt, kobber og sink, er det praktisk å tilveiebringe et vandig raffinert hvor forholdet mellom nikkel og kobolt er større enn 5000, og hvor forholdet mellom nikkel og kobber og mellom nikkel og sink er større enn 10 000.

Mest hensiktsmessig er de vandige løsninger som behandles, sure nikkelsulfat-løsninger, men fremgangsmåten kan også anvendes i forbindelse med klorid- eller nitratløsninger eller løsninger inneholdende en blanding av disse anioner. Løsningene bør imidlertid ikke inneholde anioner som griper inn i prosessen på ugunstig måte. Den vandige løsningens pH kan variere innen ganske vide grenser innenfor det sure område, forutsatt at den er lavere enn utfellingspunktet for nikkel (en pH på ca. 6) og for hvilket som helst av de forurensende metaller. Den ligger fordelaktig innen området 2-6, da tiocyanat-ionet langsomt vil spaltes hvis pH-verdien er lavere enn ca. 2.

For å være uoppløselig i vann bør det kvaternære ammoniumtiocyanat ha minst to lange alkylgrupper bundet til det sentrale nitrogenatom, slik at hver lang alkylgruppe har karbonkjeder med 8 atomer eller mer. Fordelaktig er det metyltri-kaprylammoniumtiocyanat, som

kan fremstilles ved omsetning av en handelskvalitet av metyltrikaprylammoniumklorid, hensiktsmessig oppløst i et løsningsmiddel som ikke er blandbart med vann, og en vandig løsning inneholdende tiocyanat-ioner. En slik handelskvalitet av metyltrikaprylammoniumklorid selges under navnet "Aliquat 336" (General Mills, Chemical Division). Tiocyanatproduktet som fås av dette kommersielle materiale ved likevekt, betegnes i det foreliggende ASCN. Et annet kommersielt tilgjengelig kvaternært ammoniumsalt som ved likevekt gir tiocyanat-saltet, er et dialkyldimetylammoniumklorid som leveres av Armour Industrial Chemical Company under navnet "Arquad 2C". I denne forbindelse har hver av de to alkylgruppene en karbonkjede hvis lengde varierer fra 8 til 18 karbonatomer og gjennomsnittlig har ca. 12 karbonatomer.

Egnede, med vann ublandbare løsningsmidler for de kvaternære ammoniumtiocyanater innbefatter metylisobutylketon (MIBK), blandede xylener, som i det følgende betegnes xylen, og nafta av høy kvalitet. MIBK har en betydelig løselighet i vandig løsning, men det kan fjernes fullstendig ved chargevis destillasjon. Xylen er langt mindre løselig enn MIBK i vandige løsninger og er vesentlig billigere. Nafta av høy kvalitet er noe mindre effektiv enn xylen, men er enda billigere. I handelen værende blandinger av aromatiske forbindelser (løsningsmidler) bortsett fra xylen kan også brukes med fordel. Hovedsakelig vann-uoppløselige alkoholer eller blandinger av slike alkoholer og de ovennevnte løsningsmidler kan også brukes som løsningsmidler for de kvaternære ammoniumforbindelser.

Løsningsmiddel-andelen kan variere innen vide grenser og kan gå opp til 95% av blandingen, idet den mest effektive konsentrasjon av det kvaternære ammoniumtiocyanat i prinsippet bestemmes av valget av løsningsmiddel og tiocyanat. I noen tilfelle kan den kvaternære forbindelse brukes ufortynnet, men i regelen anvendes betydelige mengder løsningsmiddel for oppnåelse av den riktige viskositet til bruk i det utstyr som er tilgjengelig, og et minimum av tap av det verdifulle kvaternære ammoniumsalt på grunn av inneslutning. Til bruk i blande/skilte-apparater er en 30 volum%'s konsentrasjon av ASCN i en kommersielt tilgjengelig blanding av aromatiske stoffer som går under navnet "Shell TS34" blitt funnet hensiktsmessig.

Tiocyanationet i den opprinnelige vandige løsning kan fås fra hvilken som helst kilde bortsett fra den kvaternære ammoniumtio-

cyanatforbindelse. Således kan det tilføres til det vandige utgangsmateriale, enten før eller samtidig med ekstraksjonen, ved hjelp av hvilket som helst vannoppløselig tiocyanat, fortrinnsvis natriumtiocyanat, ammoniumtiocyanat, kaliumtiocyanat eller kalsiumtiocyanat. Økonomiske hensyn dikterer bruken av det billigste materiale.

Minimumskonsentrasjonen av tiocyanat-ion bør være minst 1-3 mg/l av den vandige løsning, og den molare konsentrasjon av tiocyanation er hensiktsmessig minst 50% av den støkiometriske mengde som beregnes på basis av de ovenfor angitte relasjoner. Anvendes større mengder av tiocyanation enn 110% av den støkiometriske mengde, medfører dette den ulempe at tiocyanat-ioner vil passere gjennom systemet og inn i det vandige raffinat, hvor det kan utgjøre en uønsket forurensning og et økonomisk tap, og mengden av tiocyanation overstiger fortrinnsvis ikke 95% av den støkiometriske mengde.

Det kvaternære ammoniumtiocyanat og tiocyanat-ion kan gjenvinnes fra den organiske fase og anvendes på ny, ved at den organiske fase etter fraskillelse fra den vandige fase behandles med vandige løsninger av alkalier, eksempelvis natriumhydroksyd eller Caron-oppløsning (en vandig ammoniakalsk karbonatløsning) eller vandig ammoniak, for fjerning av metall fra den organiske fase.

Tegningen viser blokkdiagrammer som illustrerer to måter på hvilke fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen kan utføres.

Det vises til fig. 1. En nikkelholdig løsning 11 inneholdende oppløste ekstraherbare metallforurensninger, f.eks. både kobolt, kobber, sink og jern, blandes i en blandesone 12 med tiocyanat-ion som tilføres ved 13, for omsetning med de ekstraherbare metaller. Den blandede løsning, som uttas ved 14, føres til en ekstraksjons-sone 15 hvor den i ett eller flere blande/skille-apparater bringes i kontakt med en løsning av vann-uoppløselig kvaternært ammoniumtiocyanat i et med vann ublandbart organisk løsningsmiddel, jevnfør 16. Den resulterende organiske løsning som uttas ved 17, har opptatt ekstraherbart metall og føres til en sone 18 hvor metallene ekstraheres ved hjelp av en vandig alkaliløsning som tilføres ved 20, eksempelvis natriumhydroksyd, og den organiske løsning returneres til ekstraksjonssonen 15. Det vandige rensede produkt, det vil si raffinatet, fra ekstraksjonssonen 15 uttas ved 19 og kan underkastes ytterligere prosessbehandling, eksempelvis for gjenvinning av metall om det ønskes. Ekstraksjonen i sone 18 kan utføres i ett eller flere ytterligere blande/skille-enheter. Det vandige produkt som uttas

fra ekstraksjonssonen ved 21, som omfatter en oppslemning av vann og utfelte metallhydroksyder og som inneholder natriumtiocyanat i oppløsning, filtreres, og det utfelte materiale vaskes, jevnfør 22. Væsken 13 omfattende en vandig løsning som inneholder tiocyanation, returneres til blandesonen 12, mens de faste stoffer som uttas ved 23 og omfatter oksyder, hydroksyder og hydratiserte oksyder av kobolt, kobber, sink og jern og innesluttet og absorbert vann, fjernes for ytterligere behandling (som faller utenfor oppfinnelsens ramme).

Fig. 2 viser en alternativ fremgangsmåte, hvor den organiske fase, som tilføres ved 17 og inneholder det kvaternære amin-tiocyanat og som har opptatt ekstraherbare metaller i ekstraksjonssonen 15 (jfr. fig. 1), behandles i en ekstraksjonssone 18A med en vandig ammoniakkalsk karbonatløsning (Caron-løsning) 24. Den organiske fase 16 returneres til ekstraksjonssonen 15, mens det vandige produkt 25, som omfatter en løsning av metall-tetra/heksa-ammonium-metall-karbonater, føres til en utfellingssone 26, hvor den reagerer med vandig natriumkarbonat ved en temperatur på ca. 85-105°C under dannelse av basiske metallkarbonater i oppslemning i en vandig løsning av natriumtiocyanat. Denne oppslemning 28 filtreres, og de faste stoffer vaskes i sone 22A. Blandingen 29 av ammoniakk og karbondioksyd som også dannes i utfellingstrinnet, oppløses i vann 31 i en gjenvinningsone 30 under dannelse av "Caron-løsning" 24, som returneres til ekstraksjonssonen 18A. Produktene fra filtreringen og vaskingen er filtrerte metallkarbonater, som uttas ved 23A og som fjernes for ytterligere behandling, og tiocyanatholdig vandig løsning som uttas ved 13A og som resirkuleres til blandesonen 12.

Det skal nå gis noen eksempler.

EKSEMPEL 1

En vandig sur sulfatløsning fra en nikkelprosess inneholdende i oppløsning 7 g nikkel sammen med 0,5 g kobolt, 0,05 g toverdig kobber og ca. 0,02 g sink og ca. 0,02 g treverdig jern pr. liter, ble underkastet ionevekslerekstraksjon under anvendelse av ASCN i forskjellige konsentrasjoner i et aromatisk løsningsmiddel. I en forsøksserie, betegnet "A", ble 1,9 mol tiocyanation pr. mol ekstraherbart metall (95% av den støkiometriske ekvivalent) tilsatt til det vandige utgangsmateriale. I en annen forsøksserie "B" ble det ikke tilsatt noe tiocyanat til det vandige utgangsmateriale. I hver forsøksserie undersøkte man fordelingen av kobolt mellom den

rensede vandige fase (raffinatet) og den organiske fase, og resultatene er angitt i Tabell I.

TABELL I

Konsentrasjon av ASCN i organisk fase (volum%)	Kobolt i raffinatet (g/l)	Kobolt i den organiske fase (g/l)	
		Forsøk A	Forsøk B
5	0,01	0,47	-
5	0,02	0,80	-
5	0,03	1,1	-
10	0,01	1,3	0,05
10	0,02	2,25	0,075
10	0,03	2,75	0,10
20	0,01	3,2	0,20
20	0,02	5,0	0,30
20	0,03	6,0	0,03
30	0,01	-	0,256
30	0,02	-	0,40
30	0,03	-	0,55

Disse resultater viser at tilsetningen av tiocyanation til den vandige utgangsløsning økte metallekstraksjonskoeffisienten for kobolt med en faktor på 10 eller mer. Konsentrasjonen av tiocyanationer i raffinatet når tiocyanation ble tilsatt til å begynne med, var omtrent den samme som når tiocyanation ikke ble tilsatt, men konsentrasjonen av kvaternært ammoniumion ble redusert til under halvparten ved den opprinnelige tilsetning av tiocyanation.

EKSEMPEL II

På basis av ytterligere forsøk ble forholdet mellom vandig fase og organisk fase (V/O-forholdet) og det teoretiske antall ekstraksjonstrinn som var nødvendig for å senke konsentrasjonene av kobolt-, kobber-, sink- og jern(III)-ioner i den vandige sure løsning fra 0,5 g/l Co, 0,05 g/l Cu, 0,02 g/l Zn og 0,02 g/l Fe til 0,001 g/l Co og mindre enn 0,001 g/l av hvert av metallene Cu, Zn og Fe, beregnet, med og uten den nevnte tilsetning av tiocyanation i en mengde på 95% av den støkiometriske ekvivalent av de ekstraherbare metaller. Resultatene av disse beregninger er angitt i nedenstående tabell.

TABELL II

Volum% ASCN, organisk fase	V/O- forhold	Antall teoretiske trinn påkrevet	SCN ⁻ - tilsetning
30	15	3	ja
30	10	2	"
20	10	2	"
10	10	3	"
5	5	3	"
30	2	3	nei
20	1,4	3	"
10	0,6	3	"

Disse resultater viser at tilsetningen av tiocyanation i henhold til den foreliggende oppfinnelse muliggjør bruk av lavere konsentrasjoner av reagens i den organiske ekstraksjonsfase, høyere forhold mellom den vandige og den organiske fase, færre ekstraksjonstrinn eller hvilken som helst kombinasjon av disse.

Senking av konsentrasjonen av det kvaternære ammoniumtiocyanat (R_4NSCN) i den organiske ekstraksjonsløsning har to gunstige virkninger for ekstraksjonsprosessen som et hele. For det første reduserer det vesentlig kostnadene til reagenser pr. mengdeenhet rensket nikkel, og for det annet avtar den organiske ekstraksjonsløsningens viskositet hurtig med avtagende konsentrasjon av R_4NSCN . Dette forbedrer ikke bare hastigheten ved væske-separasjon, men reduserer også mengden av organisk fase som innesluttet i de vandige faser og omvendt.

Virkningene av å variere V/O-forholdet og de relative mengder av tiocyanation som tilsettes, illustreres mer detaljert i det følgende eksempel.

EKSEMPEL III

En vandig sur sulfatløsning som pr. liter inneholdt 0,36 g kobolt, 0,35 g kobber, 0,066 g sink, 0,46 g magnesium, 0,027 g mangan, 0,60 g natrium, 0,008 g jern og 2,45 g nikkel, ble ekstrahert i et enkelt trinn med en 30 volum%^s løsning av ASCN i løsningsmiddel (Shell TS-34). Temperaturen var $22 \pm 2^\circ\text{C}$. Varierende mengder tiocyanation ble tilsatt til den opprinnelige vandige løsning i forsøk nr. 1-3, mens tiocyanat ikke ble tilsatt i forsøk nr. 4 (for sammenligningsformål).

V/O-forholdene, tiocyanat-tilsetningene og resultatene av analysene av de vandige og organiske faser etter at likevekt var oppnådd, er angitt i Tabell III.

TABELL III

Forsøk nr. 1

Tiocyanat tilsatt (mol SCN/mol (Cu+Co+Zn) = 3,04)

LIKEVEKTSKONSENTRASJONER (g/l)

V/O

	Vandig fase				Organisk fase			
	Co	Cu	Zn	Ni	SCN	Co	Cu	Zn
2	0,0003	0,0002	-	2,40	0,22	0,75	0,65	-
5	0,0004	0,0002	-	2,45	0,40	2,0	1,75	-
10	0,0007	0,0003	-	2,45	0,61	3,7	3,45	-
20	0,040	0,015	-	2,40	0,86	8,0	7,25	-

Forsøk nr. 2

Tiocyanat tilsatt (mol SCN/mol (Cu+Co+Zn) = 1,85

2	0,015	0,004	0,0001	2,45	0,020	0,65	0,65	0,14
5	0,035	0,007	0,0001	2,45	0,028	1,6	1,7	0,32
10	0,045	0,010	0,0001	2,42	0,046	2,8	3,3	0,66
20	0,092	0,037	0,0002	2,45	0,16	6,1	7,7	1,6

TABELL III (forts.)

Forsøk nr. 3

Tiocyantat tilsatt (mol SCN/mol (Cu+Cu+Zn) = 1,51

V/O	LIKEVEKTSKONSENTRASJONER (g/l)								
	Vandig fase					Organisk fase			
	Co	Cu	Zn	Ni	SCN	Co	Cu	Zn	
2	0,030	0,006	0,0001	2,40	0,012	0,65	0,65	0,15	
5	0,082	0,019	0,0002	2,43	0,010	1,4	1,6	0,32	
10	0,12	0,030	0,0003	2,45	0,017	2,3	3,2	0,67	
20	0,14	0,055	0,0004	2,40	0,071	4,1	5,8	1,3	

Forsøk nr. 4

Tiocyantat ikke tilsatt

2	0,091	0,017	-	2,40	0,010	0,55	0,65	-
5	0,24	0,075	-	2,45	-	0,65	1,35	-
10	0,32	0,16	-	2,40	-	0,50	1,80	-
20	0,37	0,25	-	2,40	-	0,35	2,02	-

140989

Resultatene i Tabell III viser at mens graden av forbedringen av ekstraksjonen varierer både med forholdet mellom vandig og organisk fase og med mengden av tiocyanation som tilsettes til den vandige fase, så er ekstraksjonen med tilsatt tiocyanation alltid betydelig bedre enn når tiocyanation ikke tilsettes (forsøk nr. 4) når V/O-forholdet er større enn 2. Sammenligner man forsøk nr. 2 og 3 med forsøk nr. 1, som ikke er i henhold til oppfinnelsen, ser man også at mens forholdet mellom nikkel og kobolt og mellom nikkel og kobber kan økes betydelig i den vandige likevektfase ved tilsetning av et overskudd av tiocyanation, medfører denne separasjonsforbedring en økning i tiocyanationets likevektskonsentrasjon (det vil si et potensielt tap av tiocyanat i det vandige raffinat) med en faktor på 5-40.

EKSEMPEL IV

Dette er et eksempel på rensing av en sur sulfat-utlutingsoppløsning hvor en del av jernet var fjernet. Løsningen inneholdt, pr. liter, 10 g Ni, 0,67 Co, 0,023 g Cu, 0,008 g Zn og 0,006 g Fe, og etter tilsetning av 1,32 g/l tiocyanation ble den bragt i kontakt med en 30 volum% løsning av ASCN i et aromatisk fortynningsmiddel i to motstrømstrinn, ved et V/O-forhold på 10. Den tilsatte mengde av tiocyanation var 95% av den støkiometriske ekvivalent av tilstedeværende Co, Cu, Zn og Fe.

Etter ekstraksjonen viste den vandige og den organiske fase følgende analyse i g/l:

	<u>Ni</u>	<u>Co</u>	<u>Cu</u>	<u>Zn</u>	<u>Fe</u>	<u>A</u>	<u>SCN</u>
Raffinat	10	<0,001	<0,001	<0,001	0,001	0,04	0,03
Organisk fase	0,01	6,7	0,23	0,08	0,06		

Den metallholdige organiske fase ble behandlet ved et V/O-forhold på 3 i ett trinn med en løsning inneholdende NaOH i en mengde som støkiometrisk tilsvarte 95% av metallinnholdet. Etter denne behandling inneholdt den organiske fase ifølge analyse 0,25 g/l Co, 0,15 g/l Cu og mindre enn 0,001 g/l Ni, Zn og Fe. Den resulterende oppslemming ble filtrert, og filterkaken vasket med vann og oppløst i en H₂SO₄-løsning ved en pH på 2,5, hvilket gav en løsning som inneholdt 120 g/l kobolt. Filtratet og vaskevannet ble resirkulert og forenet med ytterligere vandig utgangsløsning, hvorved denne ble tilført den ønskede mengde tiocyanation. Resultatene ved gjentatte

sykler av ekstraksjon med organisk fase og påfølgende reekstraksjon fra denne fase viste at tilsetning av tiocyanation til den vandige utgangsløsning på denne måte var like så effektiv som tilsetning av en ny tiocyanatløsning.

EKSEMPEL V

En sur sulfatløsning inneholdende 10 g/l Ni, 0,43 g/l Co, 0,024 g/l Cu, 0,017 g/l Zn og 0,007 g/l Fe, til hvilken det ble tilsett 95% av den mengde tiocyanation som støkiometrisk tilsvarte innholdet av Co, Cu, Zn og Fe, ble ved et V/O-forhold på 10 bragt i kontakt med en 10 volum% 's løsning av ASCN i et aromatisk fortynningsmiddel i to motstrømstrinn.

Etter separasjon av fasene viste disse følgende analyse i g/l:

	<u>Ni</u>	<u>Co</u>	<u>Cu</u>	<u>Zn</u>	<u>Fe</u>	<u>A</u>	<u>SCN</u>
Raffinat	10	0,018	0,002	0,001	0,003	0,030	0,030
Organisk fase	0,005	3,72	0,21	0,14	0,003		

Den metallholdige organiske fase ble behandlet med Caron-løsning som inneholdt 120 g/l NH_3 og 80 g/l CO_2 , ved motstrømskonta. Analyse av fasene gav følgende resultat i g/l:

	<u>Co</u>	<u>Cu</u>	<u>Zn</u>	<u>Fe</u>	<u>SCN⁻</u>
Organisk fase	0,002	0,017	0,001	0,004	
Vandig fase	16,2	2,24	1,20	0,94	27,5

Den vandige fase ble kokt, hvorved metallkarbonater ble utfelt. Den resulterende oppslemning ble filtrert og vasket med vann. Den tørre kake av metallkarbonater inneholdt ifølge analyse 0,010% SCN^- .

Filtratet og vaskevannet ble resirkulert til den vandige utgangsløsning, som i eksempel IV, hvorved tiocyanation ble tilført, og gjentatte sykler av ekstraksjon og reekstraksjon viste igjen at resirkulering av reekstraksjonsvæsken til den vandige utgangsløsning var like så effektiv som tilsetning av nytt tiocyanat.

EKSEMPEL VI

Dette er et eksempel på ekstraksjon av kobolt fra en relativt konsentrert løsning.

En forsøksserie ble utført i hvilken en vandig sur løsning som inneholdt 25 g/l kobolt og to mol tiocyanation pr. mol kobolt, ble ekstrahert ved hjelp av løsninger av 8-25 volum% ASCN i et organisk løsningsmiddel ved 22°C og et V/O-forhold på 5. Ved likevekt ble de metallholdige organiske faser funnet å inneholde molforhold av bestanddeler som angitt nedenfor i Tabell IV.

TABELL IV

A/Co	A/SCN	SCN/Co
2,05-2,85	0,46-0,56	3,8-6,2

Disse resultater viser ikke bare at kobolt ekstraheres på effektiv måte, men også at tiocyanat fra den vandige fase går til den organiske fase i mengder som omtrentlig tilsvarer det tiocyanat som opprinnelig forelå i den organiske fase ($A/SCN=1$ for ASCN).

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte til rensning av vandige sure nikkelholdige oppløsninger, særlig sulfatoppløsninger, inneholdende som forurensninger kobolt og/eller kobber og/eller sink og/eller treverdige jern, ved ekstraksjon av det eller de forurensende metaller ved hjelp av et vann-uoppløselig kvaternært ammoniumtiocyanat eller en oppløsning derav i et med vann ublandbart organisk løsningsmiddel, med påfølgende adskillelse av den vandige og den organiske fase, k a r a k t e r i s e r t ved at det til den opprinnelige vandige oppløsning tilsettes tiocyanat-ion, avledet fra en annen kilde enn det kvaternære ammoniumtiocyanat, i en mengde mellom 50 og 110 % av den som støkiometrisk tilsvarer de metaller som skal ekstraheres, som angitt ved det følgende uttrykk:

$$[SCN^-] = 2 [Co^{2+} + Cu^{2+} + Zn^{2+}] + 3 [Fe^{3+}].$$

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t ved at det tilsettes tiocyanat-ion i en mengde som ikke overstiger 95 % av den støkiometriske mengde.

3. Fremgangsmåte ifølge et av de foregående krav,

k a r a k t e r i s e r t ved at tiocyanationen tilføres til den vandige sure oppløsning som et vannløselig tiocyanatsalt.

4. Fremgangsmåte ifølge krav 3, k a r a k t e r i s e r t ved at det som vannløselig tiocyanatsalt anvendes ammoniumtiocyanat, natriumtiocyanat, kaliumtiocyanat eller kalsiumtiocyanat.

