

(19) Országkód:

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG
ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

203 855 B

(21) A bejelentés száma: 6351/89
(22) A bejelentés napja: 1989.12.04.
(30) Elsőbbségi adatok:
P 38 41 673 1988.12.10. DE

(51) Int. Cl.⁵

C 01 G 3/00
B 01 D 11/00

(40) A közzététel napja: 1990.08.28.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1991.10.28. SZKV 91/10

(72) Feltalálók:

dr. Weber, Jürgen, Oberhausen (DE)
dr. Lappe, Peter, Dinslaken (DE)
de Win, Werner, Dinslaken (DE)

(73) Szabadalmaz:

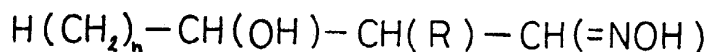
Hoechst Ag., Frankfurt/Main (DE)

(54) **Eljárás réz elválasztására bázikus kémhatású vizes oldatokból**

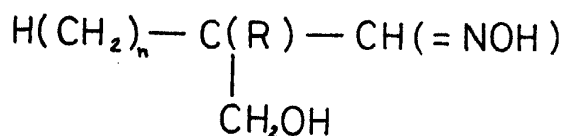
(57) KIVONAT

A találmány tárgya eljárás réz elválasztására bázikus kémhatású vizes oldatokból valamely, vízzel nem elegyedő szerves oldószerben oldott oximmal történő extrakcióval oly módon, hogy oximként valamely (I)

vagy (II) általános képletű vegyületet alkalmaznak, mely képletekben R jelentése 2-8 szénatomos alkilcsoport, n értéke pedig 2-10. (I) és (II) képlet



(I)



(II)

A leírás terjedelme: 7 oldal, 1 ábra

HU 203 855 B

Találmányunk tárgya eljárás réz folyadék-folyadék-fázisú extrakciójára bázikus kémhatású vizes oldatokból. Extrahálószerként vízdoldhatatlan szerves oldószerrel képezett oldatait alkalmazzuk.

Ismeretes, hogy oximok felhasználhatók réz vizes oldatokból történő extrahálására.

Így az 1 533 079 sz. német szövetségi köztársaságbeli közrebecsátási iratban réz alacsony pH-értékű oldatokból történő szelektív extrakciójára közölték eljárást. Extrahálószerként 2-hidroxi-benzofenon-oxim és valamely alifás α -hidroxil-oxim hidrofób szerves oldószerben oldott keverékét alkalmazzák. Az alifás oxim hatására a réz extrakciós sebessége megnövekszik.

A 2 125 095 sz. német szövetségi köztársaságbeli közrebecsátási iratban foglalt eljárás szerint réz-, nikkel-, vas- és/vagy kobaltsók vizes oldatokból történő szelektív extrakcióját kerozinban, toluolban vagy xilolban oldott ketoximmal hajtják végre. A felhasznált ketoxim a (III) általános képletnek felel meg (mely képletben R jelentése egyenes- vagy elágazólánccú 7–11 szénatomos alkilcsoport és R¹ jelentése a R-C(=NOH)-csoporthoz viszonyított orto-helyzetben hidroxilcsoportot és egy további R² csoportot hordozó fenilcsoport). A részsót 0,05–0,5 mól/liter koncentrációban tartalmazó oldatokkal jó eredményeket kapnak. Alacsonyabb pH-értéken az extrahált réz kitermelése növekedik.

A 2 334 901 sz. német szövetségi köztársaságbeli közrebecsátási iratban leírt eljárás szerint réz és adott esetben vas, kobalt és cink vizes oldataiból történő extrakciójához valamely (IV) általános képletű vegyület (ahol n=1 és az 5-helyzethez kapcsolódó nonilcsoportot jelent; vagy n=2 és jelentése a 3- és 5-helyzetben elhelyezkedő két 1,1-dimetil-propil-csoport; vagy n=1 és jelentése az 5-helyzetben kapcsolódó C₁₂H₁₄O csoport, vagy n=1 és jelentése 5-helyzetben elhelyezkedő tercier butil-csoport) vízzel nem-elegyedő szerves oldószerrel képezett oldatát alkalmazzák. Az eljárás különösen előnyösen alkalmazható réz elválasztására vastartalmú oldatokból.

A 2 612 505 sz. német szövetségi köztársaságbeli közrebecsátási iratban ismertetett eljárás szerint rezet savas vizes oldatokból folyadék-folyadék-extrakció segítségével választanak el valamely (V) általános képletű hidroxil-oxim (mely képletben A jelentése az orto-helyzetben hidroxilcsoporttal helyettesített aromás csoport és R jelentése hidrogénatom vagy valamely alifás csoport) és/vagy valamely 2-hidroxi-benzofenon-oxim valamint egy további oxim keveréke szerves oldószerrel képzett oldatával.

A részsók vizes oldataiból oximokkal történő extrakcióján alapuló ismert eljárások azonban nem tesznek eleget minden gyakorlati követelménynek. Az elválasztás teljessége és/vagy az extrahálószer gazdaságossága nem mindig kielégítő és kifogásolnivalókat hagy maga után. Az ismert eljárások hátránya, hogy költséges reagensek kerülnek felhasználásra, az extrakció csak savas oldatokból végezhető el és az elválasztás időigényes, hosszú ideig tart és nem teljes.

Találmányunk célkitűzése a fentemlítt hiányos-

ságokat kiküszöbölő, valamint közel teljes és gazdaságos réz-elválasztást biztosító eljárás kidolgozása réz vizes oldatokból történő extrakciójára.

A fenti célkitűzést találmányunk segítségével sikeresen megoldjuk.

Találmányunk tárgya eljárás réz elválasztására bázikus kémhatású vizes oldatokból vízzel nem-elegyedő szerves oldószerben oldott oximmal történő extrakcióval. Eljárásunkat az jellemzi, hogy oximként valamely (I) vagy (II) általános képletű vegyületet alkalmazunk, mely képletekben R jelentése 2–8 szénatomos alkilcsoport és n értéke 2–10.

A találmányunk szerinti eljárás előnye, hogy könnyen hozzáférhető oximokat alkalmazunk és ezek segítségével a rezet a vizes oldataiból már kevés extrakciólépéssel is közel tökéletesen elválasztjuk.

A fenti általános képletek alá eső oximok közül 3-hidroxi-2-etil-hexanál-oxim, 3-hidroxi-2-heptil-undekanál-oxim és 2-(hidroxil-metil)-2-metil-pentanál-oxim különösen előnyösnek bizonyult.

Az oximok előállítására a megfelelő hidroxil-aldehidekből történik. A 3-hidroxi-2-alkil-alkanólok a megfelelő alkanólokból, célszerűen szekunder amin-katalizátor jelenlétében végzett aldol-addícióval állíthatjuk elő. Így pl. a 3-hidroxi-2-etil-hexanál különösen egyszerűen állítható elő n-butanálból di-n-butilamin katalizátor jelenlétében. A 2-alkil-2-(hidroxil-metil)-alkanólok az 1 957 591 sz. német szövetségi köztársaságbeli közrebecsátási iratban leírt eljárás szerint 2-alkil-alkanólokból tercier amin jelenlétében formaldehiddel állíthatók elő.

Az oldott a reakcióelegyből történő elválasztás után további tisztítás nélkül vizes fázisban valamely hidroxil-amin-sóval (pl. szulfáttal) és alkálifém-hidroxiddal hozhatjuk reakcióba. A reakciót adott esetben enyhe melegítés közben végezzük el, majd a vízben oldhatatlan nyers oximot a vizes fázistól elválasztjuk. Az oxim betöményítését ismert módon (pl. vékonyrétegbepárló felhasználásával) hajtjuk végre. Azt találtuk, hogy nagytisztaságú oxim felhasználására nincs szükség. A találmányunk szerinti réz-elválasztási eljáráshoz túlnyomórészt (I) vagy (II) általános képletű oximot és ezenkívül az aldol-addíció és oximképződés melléktermékeit tartalmazó, technikai tisztaságú termékek is kiváló eredménnyel felhasználhatók. A fenti oximok keverékei is alkalmazhatók.

Az extrakcióhoz az oximok vízzel nem-elegyedő szerves oldószerrel képezett oldatait alkalmazzuk. Oldószerként alifás szénhidrogének (pl. hexán, heptán, kerozintípusú alacsony forráspontú ásványolajfrakciók — forráspont tartomány 175–325 °C), aromás szénhidrogének (pl. benzol, toluol, xilol), klórozott szénhidrogének (pl. kloroform, széntetraklorid, diklór-etán) és magasabb szénatomszámú alkoholok (pl. n-oktanol, izooktanol, izononanol, dekanol és izotridekanol) alkalmazhatók. Az izononanol és izotridekanol különösen előnyösen használható oldószerként.

Az extrakciós oldat extrahálószer koncentrációja tág határokon belül változhat és általában 0,02–2 mól/liter előnyösen 0,1–0,15 mól/liter extrakciós ol-

dat. Előnyösen járhatunk el oly módon, hogy az oxim oldhatóságát a szerves oldószerben — különösen nagy töménységű oldatok előállítására esetén — oldásközvetítő hozzáadásával javítjuk. E célra előnyösen pl. 6–18 szénatomos alifás alkoholokat (pl. hexanolt, n-illetve izooktanolt, izononanolt, dekanolt, izotridekanolt) alkalmazhatunk. Az oldásközvetítőt az extrakciós oldat tömegére vonatkoztatva általában 1–25 tömeg% — előnyösen 2–10 tömeg% — mennyiségben alkalmazhatjuk. Különösen előnyösen alkalmazhatjuk szénhidrogének és a fent ismertetett alkoholok elegyeit.

Az elválasztandó réz a vizes oldatban só alakjában van jelen. A réz koncentrációja a vizes oldatban általában kb. 0,1–1,0 tömeg%, előnyösen 0,1–0,3 tömeg%, a rézsó-oldatra vonatkoztatva.

A találmányunk szerinti eljárás fontos ismérve, hogy a rézsót bázikus kémhatású oldatokból extraháljuk. Az oldat pH-ja 8–12, előnyösen 9–10. A savas kémhatású oldatot célszerűen ammónia hozzáadásával állítjuk be a kívánt pH-értékre, míg pH 12 oldatok pH-ját ásványi sav (előnyösen kénsav) hozzáadásával állítjuk be a kívánt értékre.

Az extrakciónál az extrakciós oldat és a rézsó-oldat térfogatának aránya tág határokon belül változhat. A szerves extraháló oldat és vizes rézsó-oldat térfogatának aránya általában 1:10 és 5:1 közötti érték, előnyösen 1:1.

Az extrakció hőmérséklete ugyancsak tág határokon belül változhat. Az extrakciót általában 15–60 °C-on végezhetjük el, előnyösen 20–40 °C-on dolgozhatunk.

Az extrakciót a folyadék-folyadék-extrakció kivitelezésére ismert berendezésekben hajthatjuk végre. Az extrahálendő vizes oldatot a nem-vizes extraháló oldattal egyen- vagy ellenáramban, folyamatosan vagy szakaszosan történő keveredéssel hozzuk érintkezésbe. Az extrakciós egyensúly beállítása után a fázisokat egymástól elválasztjuk és feldolgozzuk.

A réz kinyerése a szerves fázisból a technika állásából ismert eljárásokkal történik. A találmányunk szerinti eljárásnál előnyösen járhatunk el oly módon, hogy a réz tartalmú szerves oldatot 2-nél kisebb pH-értékű — előnyösen pH=1 — híg vizes ásványi sav-oldattal kezeljük. A vizes és szerves fázis szétválasztása után a szerves fázist ismét a fentivel azonos pH-értékű ásványi sav-oldattal hozzuk érintkezésbe, a szerves oldatból történő további rézkinyerés céljából. Az ásványi savval történő reagálást 10–30 °C-on, előnyösen 15–25 °C-on hajtjuk végre. Ásványi savként pl. sósavat, kénsavat, foszforsavat vagy salétromsavat alkalmazhatunk; a kénsav különösen előnyösnek bizonyult. A híg vizes oldat ásványi sav koncentrációja 0,1–3,0 mól/liter, előnyösen 1,5–2,0 mól sav/liter, különösen előnyösen 0,3–0,7 mól/liter. Az extrakcióhoz felhasznált oxim-oldathoz az oximokkal végzett extrakció javítására képes anyagokat adtunk. E célra előnyösen alkalmazhatunk pl. valamely (VI) általános képletű tercier karbonsavat (mely képletben R¹ jelölése 1–3 szénatomos alkilcsoport és R² jelölése 3–5

szénatomos alkilcsoport).

A találmányunk szerinti új eljárás előnye, hogy az extrakciós egyensúly gyorsan beáll és a réz közel teljesen extrahálható. Eljárásunk további előnye, hogy bázikus közegben is elvégezhető és technikai minőségű oximok alkalmazásával is a kívánt eredménnyel végrehajtható, nincs tehát szükség az oximok költséges tisztítási műveletekkel történő tisztítására.

Eljárásunk további részleteit az alábbi példákban ismertetjük anélkül, hogy találmányunkat a példákra korlátoznánk.

3-hidroxi-2-etil-hexanál-oxim előállítása

6,45 g (0,05 mól) di-n-butil-amint nitrogén-atmoszférában desztillált vízbe bekeverünk, majd 40 °C-ra melegítjük. Ezután 30 perc alatt 720 g n-butanált (10 mól), majd további 6,45 g di-n-butil-amint adunk hozzá. A hőmérséklet 60 °C-ra emelkedik. A reaktánsok hozzáadásának befejezése után az elegyet egy órán át 60 °C-on keverjük, majd 40 °C-ra hűtjük és a fázisokat szétválasztjuk. 724 g, alábbi összetételű nyers oldott kapunk (tömeg%-ban, az elegyre vonatkoztatva).

Komponens	Tömeg%
n-Butanál	27,8
Di-n-butil-amin	1,8
2-Etil-hexenál	1,4
3-Hidroxi-2-etil-hexanál	57,0
Komponensek	4,0
Víz	8,0

A 3-hidroxi-2-etil-hexanál-oxim előállításánál a nyers aldehidből indulunk ki.

624 g (3,8 mól) hidroxil-amin-szulfátot 2458 g vízben oldunk és keverés közben nitrogén-atmoszférában 40 °C-ra melegítünk. Ezután 904 g (7,6 mól) 33,6%-os vizes nátrium-hidroxi-oldatot adunk hozzá. Az oldatba 80 °C-ra való melegítés közben 30 perc alatt 720 g nyers oldott csurgatunk be. Egy óráig utánreagáltatás után a fázisokat szétválasztjuk. 788 g, alábbi összetételű nyers oximot kapunk (tömeg%-ban).

n-Butanál-oxim	25,0
2-Etil-hexenál-oxim	1,0
3-Hidroxi-2-etil-hexanál-oxim	58,8
Komponensek	4,4
Víz	10,8

A nyers oximból vékonyrétegű bepárlón 130 °C-on és 13,3 hPa nyomáson végzett bepárlással kb. 95%-os tisztaságú 3-hidroxi-2-etil-hexanál-oximot izolálunk. Ezt a terméket izonnonanol-kerozin elegy jelenlétében közvetlenül felhasználjuk az extrakcióhoz.

1. példa

100 ml, ammóniával pH=10 értékre beállított, 209,7 mg réz tartalmú (3,3 millimólnak felel meg) réz-szulfát-oldatot 2 percenként ötször 100 ml, 0,01 mól 3-hidroxi-2-etil-hexanál-oximot (kb. 95%-os) és 0,023 mól izonnonanol 94 ml kerozinban tartalmazó oldattal extrahálunk. Az extrakció lefutását az alábbi

táblázatban tüntetjük fel.

	Extrakciós oldat réz-tartalma (mg)	Betáplált réz mennyiségére vonatkoztatott réz (%)
1. lépés	124,1	59,2
2. lépés	25,2	12,0
3. lépés	10,7	5,1
4. lépés	6,2	2,9
5. lépés	5,2	2,5
Teljes extrakció	171,4	81,7

2-6. példa

Az alábbi példákban literenként 33 millimól réz(II)-szulfát-pentahidrátot tartalmazó oldat extrakcióját ismertetjük. Extrahálószerként kb. 60 tömeg% 3-hidroxi-2-etil-hexanál-oximot és a fentismertetett oldószereket illetve a hidrofób tulajdonságokat javító oldásközvetítőket tartalmazó nyersterméket alkalmazunk.

100 ml réz-szulfát-oldatot 2 percenként ötször 100 ml extrakciós oldattal intenzíven összekeverünk. Ezután a fázisokat szétválasztjuk és a szerves oldat réztartalmát meghatározzuk.

A réz-szulfát-oldat pH-ját ammónia hozzáadásával állítjuk be. A 2., 3. és 4. példa szerint a réz-szulfát-oldathoz nátrium-szulfátot is adunk.

Példa	2.	3.	4.	5.	6.
Cu-oldat (mg Cu/l)	2097	2097	2097	2097	2097
pH-érték	10	10	10	10	9
Na ₂ SO ₄ -adalék (mól/l)	–	0,5	–	0,5	0,5
Extrakciós oldat (mól/l)					
n-butanál-oxim	0,12	0,08	0,16	0,020	0,04
2-etil-hexanál-oxim	0,002	0,002	0,004	0,0005	0,001
3-hidroxi-oxim	0,1	0,1	0,2	0,025	0,05
izononil-alkohol	0,4	0,4	0,8	0,1	1 1-re
Cu:3hidroxi-oxim (mól)	1:3	1:3,5	1:6	1:0,75	1:1,5
Cu:összes oxim (mól-ban)	1:6,7	1:5,5	1:11	1:1,26	1:2,7
Kerozin			1 literre feltöltve		
Szerves fázis					
1. lépés					
mg Cu/% betáplálás előtt	195,2	187,5	137,5	127,4	88
	98,3	89,7	65,7	60,9	42,0
2. lépés					
mg Cu/% betáplálás előtt	9	15,3	21,3	20,8	29
	4,3	7,3	10,2	9,9	13,8
3. lépés					
mg Cu/% betáplálás előtt	2,5	0,9	8,8	5,7	3,9
	1,2	0,4	4,2	2,7	1,8
4. lépés					
mg Cu/% betáplálás előtt	1,2	0,8	6,5	2,2	0,7
	0,6	0,4	3,1	1,1	0,3
5. lépés					
mg Cu/% betáplálás előtt	0,8	0,6	5,3	0,9	0,4
	0,4	0,3	2,5	0,4	0,2
Kihozatal	208,7	205,1	179,4	156,9	122
mg Cu/% betáplálás előtt	99,8	97,8	85,7	75	58,2

7. példa

Regenerálás céljából a réztartalmú oxim-oldatot vizes ásványi sav-oldattal kezeljük. 400 ml extrakciós oldatot (réztartalom 136,4 mg) 500 ml vízzel elegyítünk; a pH-t kénsav hozzáadásával 1-re állítjuk be. Ötperces intenzív elegyedés után a fázisokat szétválasztjuk. A vizes oldat 135 mg rezet tartalmaz; így módon a szerves fázisban levő réz mennyiségének 98,7%-át visszanyertük.

8. példa

300 ml, a 7. példánál nyert regenerált oxim-oldatot

400 ml réz-só-oldattal (réztartalom 839 mg/l, pH=10) intenzíven összekeverünk. Egyszeri extrakció után az extrakciós oldat 680,8 mg rezet tartalmaz, azaz a vizes oldatban levő réz 81,1%-át elválasztottuk.

3-hidroxi-2-heptil-undekanál-oxim előállítás

3,23 g (0,025 mól) di-n-butil-amint nitrogén-atmoszférában desztillált vízben elkeverünk és 40 °C-ra melegítjük. Ezután 710 mg (5 millimól) n-nonanált és további 3,23 g di-n-butil-amint adunk hozzá. A hőmérséklet 50 °C-ra emelkedik. A reaktánsok hozzáadásának befejezése után a reakcióelegyet egy órán át 60 °C-on keverjük, majd 40 °C-ra hűtjük és a fázisokat

elválasztjuk. 713 g, alábbi összetételű nyers adolt kapunk (tömeg%-ban, az elegyre vonatkoztatva).

Komponens	Mennyiség, tömeg%
Di-n-butil-amin	0,4
2-Metil-oktanál	2,3
n-Nonanál	24,2
2-Heptil-undecenál	10,9
3-Hidroxi-2-heptil-undekanál	61,4
Víz	0,8

A nyers adolt vékonyrétegdesztillációja után alábbi összetételű terméket kapunk (tömeg%-ban).

Komponens	Mennyiség, tömeg%
Előpárlat	1,6
Nonanál	15,2
2-Heptil-2-undecenál	12,5
3-Hidroxi-2-heptil-undekanál	70,4
Utópárlat	0,3

Ezt a terméket használjuk fel a 3-hidroxi-2-heptil-undekanál-oxim előállítására.

98,5 g (0,6 mól) hidroxil-amin-szulfátot 171 g vízben oldunk és keverés közben nitrogén-atmoszférában 40 °C-ra melegítjük. Ezután 120 g 3%-os nátrium-hidroxid-oldatot (1 mól) adunk hozzá. A kapott oldatba 30 perc alatt 80 °C-ra való melegítése közben 141,8 g adolt csurgatunk. A fázisokat egy óra utánreagáltatás után szétválasztjuk. 141,3 g, alábbi összetételű nyers oximot kapunk (tömeg%-ban).

Komponens	Mennyiség, tömeg%
Nonanál-oxim	16,1
2-Heptil-2-Undecenál-oxim	12,7
3-Hidroxi-2-heptil-undekanál-oxim	71,2

A kapott nyers oximot alkalmazzuk az alábbiakban ismertetésre kerülő eljárásnál.

9. példa

100 ml, 209,7 mg/l rezet tartalmazó (3,3 millimól), ammóniával pH 10 értékre beállított réz-szulfát-oldatot 2 percenként ötször 100 ml, 0,01 mól 3-hidroxi-2-heptil-undekanál-oximot és 0,02 mól izononanolt tartalmazó kerozin oldattal extrahálunk. Az extrakció lefolyását az alábbi táblázatban tüntetjük fel.

	Extrakciós oldat réz-tartalma (mg)	Betáplált réz mennyiségére vonatkoztatott réz (%)
1. lépés	130	61,9
2. lépés	36,2	17,3
3. lépés	24,4	11,6
4. lépés	13,7	6,5
5. lépés	5,4	2,5
Teljes extrakció	209,7	100

2-(hidroxi-metil)-2-metil-pentanál-oxim előállítása

71,55 g (0,5 mól) tri-n-propil-amin és 424,5 mg formalin-oldat (37,1%-os = 5,25 mól) elegyét nitrogén-atmoszférában 60 °C-ra melegítjük. Ezután 20 perc alatt 501 g 2-metil-pentanált (5 mól) adunk hozzá és a reakcióelegyet visszafolyató hűtő alkalmazása mellett 5 órán át 100 °C-on melegítjük. A reakcióelegyet szobahőmérsékletre hűtjük, majd a fázisokat szétválasztjuk. 750 g, alábbi összetételű nyers adolt kapunk (tömeg%-ban, az elegyre vonatkoztatva).

Komponens	Mennyiség, tömeg%
Formaldehid	1,4
Tri-n-propil-amin	7,6
2-Metil-pentanál	3,9
2-(Hidroxi-metil)-2-metil-pentanál	74,3
1. Komponens	4,4
2. Komponens	3,7
Víz	4,7

A nyers adolt frakcionált desztillációja után alábbi összetételű terméket nyerünk (tömeg%-ban, az elegyre vonatkoztatva).

Komponens	Mennyiség, tömeg%
Előpárlat	3,5
2-Metil-pentanál	3,2
Középpárlat	3,2
2-(Hidroxi-jmetil)-2-metil-pentanál	90,1

Ezt a terméket kasználjuk fel a 2-(hidroxi-metil)-2-metil-pentanál-oxim előállításához.

50,9 g (0,31 mól) hidroxil-amin-szulfátot 88,4 g vízben oldunk és keverés közben nitrogén-atmoszférában 40 °C-ra melegítünk. Ezután 60 g 33,3%-os nátrium-hidroxid-oldatot (0,5 mól) adunk hozzá. A kapott oldatba 30 perc alatt 80 °C-ra való melegítés közben 72,2 g adolt-frakciót (0,5 mól) csurgatunk. A fázisokat egy óra utánreagáltatás után szétválasztjuk. 88,7 g, alábbi összetételű nyers oximot kaptunk (tömeg%-ban).

Komponens	Mennyiség, tömeg%
Elpárlat	0,2
2-Metil-pentanál-oxim	2,9
2-(Hidroxi-metil)-2-metil-pentanál	2,2
Középpárlat	5,3
2-(Hidroxi-metil)-2-metil-pentanál oxim	80,5
Víz	8,9

10. példa

100 ml, ammónia hozzáadásával pH 10 értékre beállított réz-szulfát-oldatot (réztartalom 203,7 mg/l; 3,3 millimól) 2 percenként ötször 100 ml, 0,01 mól 2-(hidroxi-metil)-2-metil-pentanál-oximot és 0,02 mól izononanolt tartalmazó kerozin oldattal extra-

hálunk. Az extrakció lefutását az alábbi táblázatban tüntetjük fel.

	Extrakciós oldat réz-tartalma (mg)	Betáplált réz mennyiségére vonatkoztatott réz (%)
1. lépés	130	61,3
2. lépés	7,6	3,6
3. lépés	2,8	1,3
4. lépés	1,6	0,8
5. lépés	1,0	0,5
Teljes extrakció	143	68,2

Összehasonlító kísérlet
100 ml réz(II)szulfát-oldatot (réztartalom 209,7 mg, a pH-t ammónia hozzáadásával 10-re állítottuk be) 100 ml hidroxí-oxim-oldattal 2 perc alatt összekevertünk. A fázisok szétválasztása után a szerves oldat réztartalmát meghatározzuk és a vizes fázist friss oxim-oldattal elegyítjük. A vizes réz(II)szulfát-oldatot összesen ötször extraháljuk.

Az alábbi oxim-extrahálószeret alkalmazzuk:
1. kísérlet= 3-hidroxi-2-etil-hexanál-oxim (találmányunk szerint alkalmazott oxim);
2. kísérlet= 5,8-dietil-7-hidroxi-6-dodekán-oxim (technika állása szerint felhasznált extrahálószer)

	1. kísérlet	2. kísérlet
<i>Réz(II)szulfát-oldat</i>		
Réztartalom (mg/l)	2097	2097
pH-érték	10	10
<i>Extraháló oldat</i>		
Hidroxi-oxim (mól/liter)	0,1	0,1
Réz:hidroxí-oxim arány (mól/mól)	1:3	1:3
<i>Extrakciós eredmények</i>		
1. lépés		
mgCu (betáplálás %-a)	195,2 (93,1)	175,0 (83,5)
2. lépés		
mgCu (betáplálás %-a)	9,0 (4,3)	3,5 (1,7)
3. lépés		
mgCu (betáplálás %-a)	2,5 (1,2)	0,7 (0,3)
4. lépés		
mgCu (betáplálás %-a)	1,2 (0,6)	0,2 (0,1)
5. lépés		
mgCu (betáplálás %-a)	0,8 (0,4)	0,2 (0,1)
Teljes eredmény	208,7 (99,6)	179,6 (85,7)

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás réz elválasztására bázikus kémhatású vizes oldatokból valamely, vízzel nem-elegyedő szerves oldószerben oldott oximmal történő extrakcióval, *azzal jellemezve*, hogy oximként valamely (I) vagy (II) általános képletű vegyületet alkalmazunk, mely képletekben R jelentése 2–8 szénatomos alkilcsoport és n értéke 2–10, majd a rezet a szerves fázisból ismert módszerekkel kinyerjük.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy oximként 3-hidroxi-2-etil-hexanál-oximot, 3-hidroxi-2-heptil-undekanál-oximot vagy 2-(hidroximetil)-2-metil-pentanál-oximot alkalmazunk.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy szerves oldószerként valamely alifás

vagy aromás szénhidrogént, klórozott szénhidrogént vagy 8–13 szénatomos alkoholt alkalmazunk.

4. A 3. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy valamely oldásközvetítőt tartalmazó szerves oldószert alkalmazunk.

5. A 4. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy oldásközvetítőként 6–18 szénatomos alifás alkoholt alkalmazunk.

6. Az 1–5. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy 0,02–2 mól/l oxim-koncentrációjú oldatot alkalmazunk.

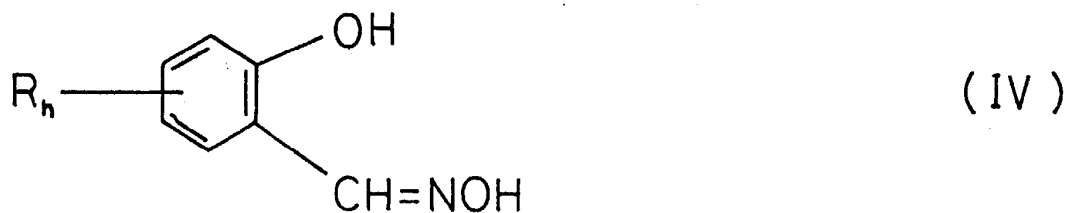
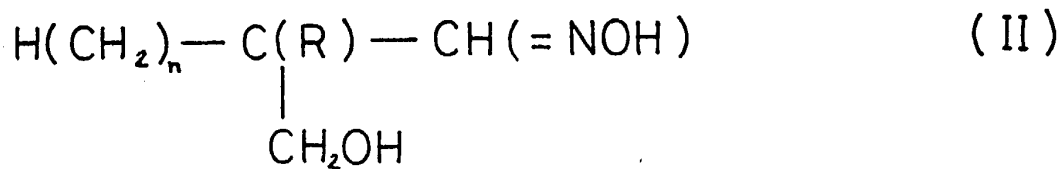
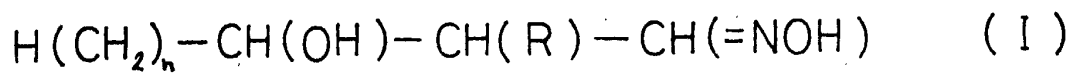
7. Az 1–6. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy 8 és 12 — előnyösen 9 és 10 — közötti pH-értékű rézsó-oldatot alkalmazunk.

8. Az 1–7. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az oxim-oldatot a vizes rézsó-

oldathoz viszonyítva 1:10 és 5:1 közötti — előnyösen
1:1 — térfogatarányban alkalmazzuk.

9. Az 1–8. igénypontok bármelyike szerinti eljárás,

*azzal jellemezve, hogy az extrakciót 15 °C és 60 °C
közötti hőmérsékleten — előnyösen 20–40 °C-on —
végezzük el.*



Kiadja: Országos Találmányi Hivatal, Budapest
Felelős kiadó: dr. Szvóboda Gabriella

KÓDEX