



SUOMI—FINLAND

(FI)

**Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen**

**[B] (11) KUULUTUSJULKAISU
UTLÄGGNINGSSKRIFT 64652**

C (45) Patentti myönnetty 13.12.1983
Patent ulslöslat

(51) Kv.lk. 3³ Int.Cl. C 22 B 23/04

(86) Kv. hakemus — Int. ansökan

(21) Patentihakemus — Patentansöknin

813890

(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag

04.12.81

(23) Alkupaivä — Giltighetsdag

27.05.80

(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig

04.12.81

(44) Nähtävöksiäpanon ja kuuljulkaisun pvm. —
Ansökan utlagd och utskriften publicerad

31.08.83

(32)(33)(31) Pyydetty etuolkeus — Begärd prioritet

(71) Outokumpu Oy, Outokumpu, FI; Töölönkatu 4, 00100 Helsinki 10,
Suomi-Finland(FI)

(72) Bror Göran Nyman, Pori, Stig-Erik Hultholm, Pori,
Matti Juhani Hämäläinen, Kokkola, Lars Gustav Jansson, Kokkola,
Tom Olavi Niemi, Öja, Suomi-Finland(FI)

(74) Berggren Oy Ab

(54) Neste-nesteuuttomenetelmä nikkelin suhteen erittäin puhtaan
kobolttituotteen erottamiseksi kobolttia ja nikkeliä sisältä-
vistä vesiliuoksista — Extraktionförfarande för separering
av en koboltprodukt som är mycket ren från nickel ur vatten-
lösningar av kobolt och nickel

(62) Jakamalla erotettu hakemuksesta 801709 (patentti 63442) —
Avdelad från ansökan 801709 (patent 63442)

(57) Tiivistelmä

Tämä keksintö kohdistuu menetelmään koboltin erottamiseksi
magnesiumista ja nikkelistä käyttämällä neste-nesteuuttoa
ja sitä seuraavaa pesua siten, että magnesiumipitoinen ko-
bolttia ja nikkeliä sisältävä vesiliuos saatetaan vastavir-
takontaktiin orgaanisen di-(alkyyli)fosforihappoa, alkyyli-
fosfonihappomonoalkyyliesteriä tai alkyylifosfiinihappo-
monoalkyyliesteriä sisältävän uuttoliuoksen kanssa, ja tä-
män jälkeen uuttoliuos saatetaan vastavirtapesukontaktiin
tätä pesukontaktia seuraavasta uuttoliuoksen ja happoliuok-
sen vastavirtakontaktista saadun kobolttiliuoksen neutraloi-
dun osan kanssa. Uutto suoritetaan olosuhteissa, joissa
koboltin jakautumiskerroin on vähintään 1,5 kertaa suurempi
kuin magnesiumin jakautumiskerroin ja samalla vähintään
30 kertaa suurempi kuin nikkelin jakautumiskerroin, jolloin
vesiliuoksen koboltti/magnesiumsuhde ennen uuttoa tai uutos-
sa säädetään välille 0,2-2, ja uuttoa seuraavassa pesukon-
taktissa uuttoliuoksen viskositeetin alentamiseksi kobolt-
tiliuoksen pH pidetään 0,1-1,0 pH-yksikköä alempana kuin
magnesiumipitoisen kobolttia ja nikkeliä sisältävän vesiliuok-
sen pH uuttokontaktissa.

(57) Sammandrag

Uppfinningen avser ett förfarande för separering av kobolt från magnesium och nickel medelst extraktion och därpå följande tvätt så, att den magnesiumhaltiga kobolt och nickel innehållande vattenlösningen bringas i motströmskontakt med en organisk extraktionslösning innehållande di-(alkyl)fosforsyra, alkylfosfonsyramonoalkylester eller alkylfosfinsyramonoalkylester, och därefter bringas extraktionslösningen i motströms tvättkontakt med en neutraliserad andel av koboltlösningen erhållen från extraktionslösningens och syralösningens motströmskontakt som följer denna tvättkontakt. Extraktionen utföres i sådana förhållanden i vilka fördelningsfaktorn hos kobolten är åtminstone 1,5 gånger större än fördelningsfaktorn för magnesium och samtidigt åtminstone 30 gånger större än fördelningsfaktorn för nickeln, varvid vattenlösningens kobolt/magnesiumförhållande för extraktionen och under extraktionen regleras mellan 0,2 och 2, och för att sänka viskositeten hos extraktionslösningen vid tvättkontakten som påföljer extraktionen hålls koboltlösningens pH 0,1-1,0 pH-enheter lägre än pH hos den magnesiumhaltiga vattenlösningen innehållande kobolt och nickel i extraktionskontakten.

Neste-nesteuuttomenetelmä nikkelin suhteen erittäin puhtaan kobolttituotteen erottamiseksi kobolttia ja nikkeliä sisältävistä vesiliuoksista

Tämä keksintö kohdistuu menetelmään koboltin ja nikkelin erottamiseksi näitä metalleja sisältävistä magnesiumpitoisista vesiliuoksista käyttämällä neste-nesteuuttoa. Magnesium joko tahallisesti liuotetaan käsiteltävästä koboltti/nikkelimalmista tai -rikasteesta tämän ollessa magnesiumpitoinen ja jätetään poistamatta neste-nesteuuttoa edeltävässä liuospuhdistuksessa tai tarvittaessa lisätään ennen uuttoa tai tämän yhteydessä. Keksinnön tarkoituksena on koboltin talteenottaminen hyvällä saannilla koboltti- ja nikkelipitoisista liuoksista tuotteena, jonka koboltti/nikkelipainosuhte on korkea. Tavoitteena on uuttoa yli 99 % koboltista ja samalla nostaa talteenotetun kobolttituotteen koboltti/nikkelisuhdetta 1000-20000-kertaiseksi uuton syötteen vastaavaan metallisuhteeseen nähden. Parannetun erotuksen johdosta menetelmää voidaan myös soveltaa koboltin poistamiseksi liuoksista, joissa nikkeli/kobolttisuhde on korkea, esimerkiksi lateriittia käsittelevien nikkeliprosessien liuoksista, joissa nikkeli/kobolttipainosuhte saattaa olla yli 1000.

Tunnetusti vaikeaan koboltti/nikkeli-erotusongelmaan on aikaisemmin esitetty ratkaisuna mm. väkevien kloridiliuosten käyttö koboltin saattamiseksi klorido-koboltaattimuotoon tai ammoniakaalisten liuosten käyttö koboltin hapettamiseksi ilmalla kolmiarvoiseen muotoon, joissa molemmissa tapauksissa saadaan aikaan riittävä ero koboltin ja nikkelin kemialliseen käyttäytymiseen näitten metallien erottamiseksi metallurgiaan perehtyneelle tunnettuja menetelmiä hyväksi käyttäen. Tämänkaltaiset erotusmenettelyt ovat kuitenkin melkoinen prosessirasite, ellei myös käsiteltävän koboltti/nikkelimalmin tai -rikasteen liuotus ole edullista suorittaa kloridipohjaisena tai vastaavasti ammoniakaalisena.

Monen prosessiratkaisun osalta olisi kokonaisuuden kannalta edullisempaa, mikäli koboltti pystyttäisiin erottamaan kationina kyseisestä koboltti/nikkeliliuoksesta, jolloin erotus olisi mahdollinen riippumatta liuoksen anionilajista. Tämä voisi tällöin esimerkiksi olla sulfaatti, mikä sallisi rikkihapon käytön edullisena liuotuskemikaliona. US-patenttijulkaisussa 3 399 055 esitetään, että koboltti voidaan erottaa nikkelistä käyttämällä uuttoaaineena organofosforihappoa tämän alkali- tai ammoniumsuolamuodossa. Mahdollisena suolana mainitaan di-(2-etyyliheksyyli)-fosforihapon ammoniumsuola, joka toimii kationinvaihtajana sitoessaan uuttautuvan metallin ja luovuttaessaan vesiliuokseen ekvivalentin määrän ammoniumionia.

Suomalaisessa patenttijulkaisussa 51 110 on osoitettu, että koboltti/nikkelierotus paranee käytettäessä orgaanista fosforihappoa uuttoaaineena, jos koboltti/nikkeliliuokseen lisätään vähintään 5 g/l magnesiumia ennen uuttamista. Magnesium uuttautuu yhdessä koboltin kanssa nikkeliä hieman alhaisemmassa pH:ssa ja syrjäyttää uuttoliuoksen metallipitoisuuden kasvaessa nikkeliä uuttoliuoksesta. Lopputulokseksi saadaan parempi koboltin ja nikkelin erottuminen. Esitetyissä olosuhteissa kuitenkin suuri osa lisätystä magnesiumista uuttautuu erotettavan koboltin mukana.

Fosforihappoesterin käyttö kobolttia ja nikkeliä erottavana uuttoaaineena on myös esitetty suomalaisessa patenttihakemuksessa 780072. Tämän menetelmän mukaan koboltti uutetaan korotetussa lämpötilassa, alarajana 40°C, samalla kun uuttoliuoksen kobolttipitoisuus nostetaan välille 11-16 g/l. Koboltti-nikkeliliuoksen pH:n säätämiseksi kyseistä fosforihappoesteriä, di-(2-etyyliheksyyli)-fosforihappoa on käytetty tämän natriumsuolamuodossa.

Saksalaisen hakemuksen 2820841 mukaan uuttoaaineena käytetään alkyylifosfonihappomonoalkyyliesteriä koboltin ja nikkelin

erottamiseksi. Kyseisellä uuttoaaineella, joka esitetään käytettäväksi ammoniumsuolamuodossa, on koboltti voitu uuttaa selektiivisemmin koboltti/nikkelisulfaattiliuoksista kuin mitä vastaavalla di-alkyylifosforihappotyyppisellä uuttoaaineella on mahdollista.

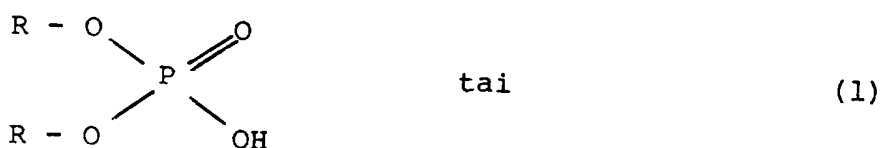
Tämän keksinnön keskeisenä tarkoituksena on huomattavasti parantaa koboltti/nikkelierotusta aikaisemmin tunnettujen menetelmien antamasta tasosta ja keksinnön pääasialliset tunnusmerkit ilmenevät oheisesta patenttivaatimuksesta 1.

Keksinnön mukaan koboltti uutetaan magnesiumpitoisista koboltti/nikkeliliuoksista sellaisissa olosuhteissa, että koboltti samalla kun se erottuu nikkelistä myös erottuu suurimmasta osasta magnesiumia. Koska on pidetty tärkeänä, että koboltti voidaan uuttaa kationina riippumatta koboltti/nikkeliliuoksessa esiintyvistä anioneista, kysymykseen tulevat ainoastaan sellaiset kationivaihtajat, joilla $D_{Co} > D_{Mg} > D_{Ni}$. Merkinällä D tarkoitetaan tässä tapauksessa kyseisen metallin jakautumiskerrointa, joka ilmaisee tarkasteltavan metallin osalta pitoisuussuhdetta C_{org}/C_{aq} kahdessa tasapainoon saatetussa liuosfaasissa. Merkinällä org lyhennetään orgaanista faasia ja merkinällä aq vesifaasia merkinän $>$ tarkoittaessa "on suurempi kuin".

Uuttoainetta voidaan pitää käyttökelpoisena tämän keksinnön mukaiseen tarkoitukseen edellyttäen, että tarkasteltavalle uuttoaaineelle löytyy teknillisesti toteutettavissa olevat olosuhteet, joissa koboltti/magnesium/nikkeli-liuoksen pH:ta nostettaessa koboltti alkaa uuttautua voimakkaammin kuin nikkeliä voimakkaammin uuttautuva magnesium. Koboltin ja magnesiumin erotuskertoimen $S_{Co,Mg}$, jolla tarkoitetaan koboltin ja magnesiumin jakautumiskertoimien suhdetta, olisi oltava vähintään 1,5, jotta suurin osa magnesiumista jäisi uuttamatta useampivaiheisessa teknil-

lisessä koboltin vastavirtauutossa. Suurempi $S_{\text{Co,Mg}}$ -arvo olisi edullisempi, jos $S_{\text{Co,Ni}}$ -arvo olisi vastaavasti suurempi. $S_{\text{Co,Mg}}$:n noustessa arvoon 10 olisi esimerkiksi edullista, jos $S_{\text{Co,Ni}}$ nousisi arvoon 100 tai tätä suuremmaksi.

Käyttökelpoisia uuttoaaineita ovat esimerkiksi di-(alkyyli)-fosforihapot, joiden yleinen rakennekaava on



alkyylifosfonihappomonoalkyyliesterit, joiden yleinen kaava on



alkyylifosfiinihappomonoalkyyliesterit, joiden yleinen kaava on



Esitetyissä yhdisteissä orgaaniset radikaalit R voivat olla samanlaisia tai erilaisia alkyyli-ryhmiä, jotka sisältävät vähintään viisi hiiliatomia, jotta yhdisteet eivät merkittävästi liukenisi vesiliuoksiin. Vastaavat alisykliset tai aromaattiset yhdisteet, jotka toisen tai molempien alkyyli-ryhmien asemesta sisältävät syklisen hiilivety- tai vastaavasti aryyli- radikaalin ovat käyttökelpoisia olosuhteissa, jossa $D_{\text{Co}} > D_{\text{Mg}} > D_{\text{Ni}}$. Ei ole katsottu tarkoituksenmukaiseksi luetella kymmeniä esimerkkejä kustakin yhdisteryhmästä vastaavat alisykliset ja aromaattiset yhdisteet mukaanlukien, vaan todeta, että toistaiseksi suositeltavin radikaali on 2-etyyli-1-heksyyli-, koska tämän rakenteiset yleisesti saatavissa olevat yhdisteet ovat ominaisuuksiltaan uuttoaaineina keskimääräistä tai keskimääräistä parempaa tasoa.

Käytetty uuttoaaine laimennetaan orgaanisella liuottimella, jolla syntyneen uuttoliuoksen fysikaaliset ominaisuudet säädetään sopiviksi kyseistä käyttölämpötilaa varten. Laimentimina voidaan käyttää alifaattisia, alisyklisiä, aromaattisia tai kloorattuja hiilivetyjä, joiden viskositeetti on siinä määrin alhainen, ettei tämä epäedullisesti hidasta sekoitettujen liuosfaasien erottumista uuttokontaktin jälkeen, ja joiden leimahduspiste on turvallisen etäällä käytetystä käyttölämpötilasta. Välillä 190-250°C tislautuvat hiilivedyt, joiden viskositeetti huoneen lämpötilassa on suuruusluokkaa 1-2 cP, ovat tarkoitukseen sopivia. Usein on välttämätöntä myös lisätä 0,5-15 tilavuus-% jotakin emulsion muodostumisalttiutta alentavaa ainetta. Tällaisina toimivat korkeammat alkoholit kuten isodekanoli tai dodekanolit sekä orgaaniset fosfaatit ja fosfonaatit kuten tri-n-butyylifosfaatti ja tri-n-butyylifosfonaatti.

Edullisinta on erottaa kobolttia koboltti/magnesium/nikkeli-liuoksesta, jonka koboltti/magnesiumpainosuhde on 1-2. Jo 1 g/l magnesiumia parantaa selvästi koboltti/nikkeli-erotusta, vaikka yleensä on suositeltavampaa käyttää magnesiumipitoisuuksia yli 3 g/l. Magnesiumin ansiosta koboltti/nikkelisuhde erotetussa kobolttituotteessa nousee helposti kymmenkertaiseksi siihen nähden mihin se nousisi erotettaessa kobolttia vastaavanlaisesta liuoksesta, jossa ei ole magnesiumia käytännöllisesti katsoen lainkaan.

Koboltti/nikkelimalmit ja rikasteet eivät yleensä sisällä siinä määrin liukoista magnesiumia, että niiden liuotuskäsittelyn tuloksena suoraan saataisiin liuos, jossa magnesiumipitoisuus olisi riittävä tämän keksinnön mukaista erotusta varten. Magnesiumtasoa voidaan edullisesti nostaa käyttämällä sopivassa määrin magnesiumoksidia neutralointi-aineena joko kobolttiuutossa tai jossakin tätä edeltävässä prosessivaiheessa. Vaihtoehtoisesti voidaan kobolttiero- tukseen johdettava uuttoaaine osittain saattaa edeltäkin magnesiumsuolamuotoon, jolloin magnesiumia tarvitaan vas-

taavasti vähemmän tai ei lainkaan kyseisen prosessin koboltti/nikkeliliuoksessa.

Suorittamalla koboltti/nikkelierotus tämän keksinnön mukaisella magnesiumlisäyksellä saadaan helposti erotettua kobolttituote, jonka nikkelipitoisuus on alle 0,1 % koboltia kohden laskettuna. Parhaimmassa tapauksessa erotuskerroin $S_{Co, Ni}$ nousee välille 100-500, jolloin on mahdollista tarvittaessa pienentää kobolttituotteen nikkelipitoisuutta alle tason 0,01 %. Koboltti/nikkelierotus ei onnistuakseen vaadi yhtä tarkkaa erotusolosuhteiden seuraamista kuin samanaikaisesti tavoitteeksi otettu koboltti/magnesiumerotus. Viimemainittu määrää, missä pH:ssa ja millä liuostilavuusvirtauksilla kyseinen erotus on suoritettava. Liuoksen koboltti/magnesiumpainosuhteen ollessa 1-2 liuoksen nikkelisisältö ei käytännöllisesti katsoen lainkaan vaikuta koboltin uuttautumiseen. Kobolttituotteen koboltti/magnesiumpainosuhteen asettuessa välille 50-100 nousee vastaava koboltti/nikkelipainosuhte koetulosten mukaan yleensä välille 5000-30000.

Teknillisessä mittakaavassa koboltin erottaminen magnesiumista ja samalla nikkelistä suoritetaan tunnetun vastavirtauuttoperiaatteen mukaan johtamalla kyseinen koboltti/magnesium/nikkeliliuos uuttoliuokseen nähden vastavirtaan sopivasti tämän kanssa kontaktissa. Uuttoliuos johdetaan tämän jälkeen vastaavanlaisessa vastavirtakontaktissa pesuliuoksen kanssa tarkoituksena poistaa suurin osa uuttautuneesta magnesiumista ja nikkelistä uuttoliuoksesta ennen kuin tämä vastavirtakontaktissa happoliuoksen kanssa saadaan luovuttamaan koboltti kyseiseen happoliuokseen. On tarkoituksenmukaista nostaa pH:ta osassa saatua takaisinuuttoliuosta välille 3,5-5,0 ja käyttää tätä neutraloitua liuosta pesuliuoksena edellä suositeltua uuttoliuoksen puhdistusta varten. Tässä saatu magnesium- ja nikkelipitoinen liuos on edullista yhdistää kobolttiuuttoon syötetyn koboltti/magnesium/nikkeliliuoksen kanssa. Loput takaisinuuttoliuoksesta käsitellään koboltin talteenottamiseksi tunnettuja hydro-

metallurgisia menetelmiä hyväksi käyttäen.

Suosittelavin neste-nesteuuttolaitetyyppi on mixer-settler, joka tarkoituksenmukaisen liuos/liuoskontaktin ohella antaa hyvät mahdollisuudet säätää koboltin erottumista magnesiumista ja samalla myös nikkelistä. Käyttämällä suomalaisessa patenttijulkaisussa 49 185 selostettua pH-säätömenettelyä, joka perustuu neutralointiaineen suoraan annosteluun mixeriin tämän dispersioon sijoitettujen pH-elektrodien antamien mittaussimpulssien perusteella, voidaan kyseiset metallierotukset ohjata toivottuun suuntaan valitsemalla sopivat pH-ohjearvot niille mixer-settler-kennoille, joihin on tarvetta lisätä neutralointiainetta. Tämänkaltaisen suora pH-säätö parantaa kyseisen erotusprosessin hallittavuutta samalla kun tässä edullisella tavalla voidaan käyttää uuttoaainetta happomuodossa sellaisena kuin uuttoaaine on happoliuoksella tehdyn takaisinuuton jälkeen. Uuttoaainetta ei tarvitse saattaa natrium- tai ammoniumsuolamuotoon niin kuin edellä selostetut erotusmenetelmät edellyttävät. Suosittelevimman erotusmenettelyn mukaan vesiliuoksen pH nostetaan välille 4,5-5,5 viimeisessä uuttokennossa, johon uuttoliuos takaisinuuton jälkeen johdetaan. pH-laskua estävänä emäksenä voidaan käyttää sopivaa neutralointikemikallia kuten natriumhydroksidiliuosta, natriumkarbonaattiliuosta tai lietettä, ammoniakivettä tai kaasua, kalsiumhydroksidi- tai magnesiumoksidilietettä. Vastaavanlaisella yksisuuntaisella pH-säädöllä pH:n lasku alle asetettujen ohjearvojen estetään myös toiseksi viimeisessä uuttovaiheessa ja tarvittaessa kolmanneksi viimeisessä uuttovaiheessa. Muissa uuttovaiheissa, joissa pH:n lasku ei enää ole voimakas, pH-säätöä ei yleensä tarvita lainkaan. Yhdessä tai kahdessa pesuvaiheessa voidaan tarvittaessa pH:ta nostaa erotustuloksen parantamiseksi käyttämällä vastaavanlaista yksisuuntaista pH-säätöä. Suositeltavampaa on antaa vesiliuoksen pH:n pesussa vapaasti laskea lähelle pH:ta 4,0 tai hieman tämän alle, jolloin uuttoliuoksen liiallisesta viskositeettinoususta parhaiten voidaan välttyä.

Käytettäessä mixer-settler-kennoja uuttoliuoksen viskositeetti ei saa nousta useampiin kymmeniin senttipoisilukemiin, koska tämä epäedullisesti hidastaa faasien erottumista. Myös pesussa, jossa uuttoliuoksen viskositeetti pyrkii nousemaan eniten, saadaan viskositeetti pysymään alle arvon 15 cP, mikäli pH:n annetaan ensimmäisissä uuttovaiheissa ja pesuvaiheissa laskea vapaasti. Riittävää pesuvaikutusta aikaansaadaan käyttämällä pesuliuksena koboltin suhteen väkevää yli 50 g/l kobolttia sisältävää pesuliuosta.

Erään vaihtoehtoon mukaan takaisinuutto suoritetaan ilman pH-säätöä käyttämällä takaisinuuttoliuksena 100-200 g/l rikkihappoa sisältävää happoliuosta ja tähän pitoisuuteen nähden sopivaa faasisuhdetta uuttoliuoksen ja takaisinuuttoliuoksen välillä. Takaisinuuton ohjaamiseksi on myös mahdollista käyttää pH-säätöä, jolloin suhteellisen väkevää happoliuosta annostellaan vähintään yhteen takaisinuuttovaiheeseen. Tässä tapauksessa johdetaan osa muodostuneesta takaisinuuttoliuksesta yhdessä vesilisäyksen kanssa uudelleen takaisinuuttokiertoon sekoitettavien liuosten kontaktin parantamiseksi takaisinuutossa.

pH-säätöä voidaan myös käyttää koboltin selektiiviseksi takaisinuuttamiseksi puhtaamman kobolttituotteen valmistamiseksi sellaisissa tapauksissa kuin koboltti on erotettava liuoksista, jotka mahdollisesta liuospuhdistuksesta huolimatta sisältävät pieniä pitoisuuksia kobolttia alhaisemmassa pH:ssa uuttautuvia metalleja kuten rautaa, molybdeeniä, sinkkiä, alumiinia, lyijyä, kalsiumia, mangaania tai kuparia. Tämänkaltaisen kobolttia mainituista metalleista erotettava takaisinuutto suoritetaan käyttämällä pH-asetusarvoja pH-rajojen 2,0-3,5 väliltä. Tarkempi arvo määräytyy kyseisen erotustehtävän mukaan.

Keksintöä selostetaan alla lähemmin esimerkkien avulla.

Esimerkki 1

Sarja uuttokokeita tehtiin käyttämällä uuttoaaineena di-(2-etyyliheksyyli)-fosforihappoliuosta, sekoittamalla tämä ja kobolttia ja nikkeliä tai kobolttia, nikkeliä ja magnesiumia sisältävää liuosta keskenään. Erillisissä uuttokokeissa sulfaattiliuosten pH:ta nostettiin välille 3,5-5,5 joko huoneen lämpötilassa tai korotetussa lämpötilassa 55°C. Toisen sulfaattiliuoksen metallipitoisuudet olivat Co 11,0 g/l ja Ni 10,5 g/l sekä toisen Co 11,0 g/l, Ni 10,2 g/l ja Mg 10,2 g/l. Käytetyn uuttoliuoksen koostumus oli di-(2-etyyliheksyyli)-fosforihappoa 20 tilavuus-%, tri-n-butyylifosfaattia 5,0 tilavuus-% ja 20 paino-% aromaatteja sisältävää kerosiinia 75 tilavuus-%. Sekoitussuhde V_{org}/V_{aq} oli ennen pH-nostoa 1,33. pH-nostoon käytettiin 120 g/l NaOH:ta sisältävää lipeäliuosta. Kyseisen sulfaattiliuoksen pH:ta nostettiin portaittain käyttäen 10 minuutin sekoitusaikaa jokaisen noston jälkeen, ennen kuin sekoitetusta dispersiosta otettiin näyte kemiallista analyysia varten.

Taulukkoon 1 kootut tulokset osoittavat, että magnesiumlisäyksen vaikutus koboltti/nikkelierotukseen on voimakkaasti riippuvainen lämpötilasta. Huoneen lämpötilassa 20°C 10,2 g/l Mg:tä vastaava magnesiumlisäys nostaa erotuskertoimen $S_{Co,Ni}$ väliltä 1,6-2,5 välille 2,1-3,2 vastaavan nousun ollessa lämpötilassa 55°C väliltä 5,9-8,0 välille 10-98. Erotuskertoimen $S_{Co,Mg}$:n vastaava nousu on puolestaan väliltä 0,39-1,6 välille 0,80-1,72. Havaitaan, että magnesiumlisäys on erityisen edullinen korotetussa lämpötilassa nostettaessa pH:ta välille 5,0-5,5. Tällöin paranee myös koboltin erottuminen magnesiumista siinä määrin, että suurin osa magnesiumista jää uuttamatta useampi-vaiheisessa koboltin ja nikkelin vastavirtaerotuksessa.

Taulukko 1

$$S_{Co,Ni} = \frac{D_{Co}}{D_{Ni}} = \frac{C_{Co,org}/C_{Co,org}}{C_{Ni,org}/C_{Ni,org}} = \frac{D_{Co}}{D_{Mg}} = \frac{C_{Co,org}/C_{Co,org}}{C_{Mg,org}/C_{Mg,org}}$$

S = erotuskerroin; D = jakautumiskerroin; C = pitoisuus; org = orgaaninen faasi; aq = vesifaasi

Lähtöliuos Co Ni g/l g/l	Mg g/l	Lämpö- tila °C	pH	C _{org} Co Ni g/l g/l	C _{aq} Co Ni g/l g/l	Mg g/l	Co g/l	Ni g/l	Mg g/l	Co g/l	Ni g/l	S _{Co,Ni}	S _{Co,Mg}
11,0	10,5	0	20	3,5 4,0 4,5 5,0 5,5	3,8 4,8 6,2 6,6 7,0	1,92 3,0 4,8 5,4 6,0	6,0 4,2 2,9 1,9 1,5	7,7 6,0 4,1 2,8 2,0	6,6 6,2 5,6 5,2 4,7	0,63 1,14 2,14 3,47 4,67	0,25 0,50 1,17 1,93 3,00	2,5 2,3 1,8 1,8 1,6	
11,0	10,2	10,2	20	3,5 4,0 4,5 5,0 5,5	1,2 1,8 3,2 3,6 3,8	0,38 0,64 1,34 1,98 2,4	8,9 7,6 6,1 5,0 4,6	9,1 8,5 7,7 6,7 6,0	6,6 6,2 5,6 5,2 4,7	0,13 0,24 0,52 0,72 0,83	0,042 0,075 0,17 0,30 0,40	3,2 3,1 3,0 2,4 2,1	0,39 0,62 0,96 1,16 1,15
11,0	10,5	0	55	3,5 4,0 4,5 5,0 5,5	5,0 6,4 7,0 7,8 7,8	1,2 2,2 3,4 4,8 5,6	5,0 2,8 1,7 1,2 0,8	8,9 7,7 6,5 4,8 3,4	7,0 6,2 5,4 4,9 4,1	1,0 2,29 4,12 6,50 9,75	0,13 0,29 0,52 1,0 1,65	7,4 8,0 7,9 6,5 5,9	
11,0	10,2	10,2	55	3,5 4,0 4,5 5,0 5,5	2,14 3,80 5,40 5,60 5,80	0,26 0,32 0,38 0,26 0,18	7,7 5,8 4,4 3,8 3,6	9,6 9,5 9,5 9,8 11,0	7,0 6,2 5,4 4,9 4,1	0,28 0,66 1,23 1,47 1,61	0,027 0,034 0,040 0,027 0,016	10 20 31 55 98	0,80 1,31 1,66 1,72 1,44

Esimerkki 2

Magnesiumin vaikutus koboltin ja nikkelin erotukseen käytettäessä uuttoliuoksena 20 tilavuus-% 2-etyyliheksyyli-fosfonihappo-mono-2-etyyliheksyyliesteriä - 5 tilavuus-% tri-n-butyylifosfaattia - 75 tilavuus-% alifaattista kerosiinia on osoitettu uuttamalla kobolttia vaihtelevia määriä magnesiumia sisältävistä nikkelisulfaattiliuoksista. Uuttokokeissa käytettyjen sulfaattiliuosten metallipitoisuudet olivat kobolttia 10,0-10,3 g/l, nikkeliä 9,5-9,8 g/l ja magnesiumia 0-18,6 g/l. Sekoitussuhde V_{org}/V_{aq} oli 1,33, kun kokeissa kyseisen metallisulfaattiliuoksen pH:ta alettiin portaittain nostaa 120 g/l natriumhydroksidia sisältävällä lipeäliuoksella. pH:n noustua asetusarvoon sekoitusta jatkettiin 10 minuuttia, ennen kuin dispersionäyte otettiin faasien metallianalyysiä varten ja pH-nostoa jatkettiin seuraavaan asetusarvoon. Kokeet suoritettiin huoneen lämpötilassa.

Tarkasteltaessa taulukossa 2 esitettyjä tuloksia havaitaan, että suhteellisen pieni 4,5 g/l suuri magnesiumlisäys riittää nostamaan erotuskerrointa $S_{Co,Ni}$ väliltä 61-74 välille 105-190 sillä pH-alueella 4,7-5,5, jolla koboltin uuttuminen voimistuu, suuremman magnesiumlisäyksen 9,8 g/l nostaessa tätä erotuskerrointa välille 135-450. Yli arvon 100 nouseva erotuskerroin koboltin ja nikkelin välillä antaa hyvät mahdollisuudet terävään koboltin uuttoon useampivaiheisessa teknillisessä vastavirtaan suoritettussa erotusprosessissa. Samalla saadaan tyydyttävä erotus koboltin ja magnesiumin välillä, sillä erotuskerroin $S_{Co,Mg}$ osoittautui yllättäen selvästi suuremmaksi kuin käytettäessä uuttoliuoksena di-(2-etyyliheksyyli)-fosforihappoliuosta. $S_{Co,Mg}$ -arvot 7,6-9,9 sallivat suhteellisen helposti koboltti/magnesiumpainosuhteen nostamista erotetussa koboltti-tuotteessa välille 50-100.

Taulukko 2

Lähtöliuos	pH	C _{org}		C _{aq}		D		S _{Co,Ni}	S _{Co,Mg}
Co Ni Mg g/l g/l g/l		Co Ni Mg g/l g/l g/l	Co Ni Mg g/l g/l g/l	Co Ni Mg g/l g/l g/l	Co Ni Mg g/l g/l g/l				
10,0 9,5 0	3,5	1,9 0,15	7,4 9,1	0,26 0,017	16				
	3,9	4,0 0,29	5,1 8,6	0,78 0,034	23				
	4,3	5,8 0,60	2,3 8,2	2,5 0,073	34				
	4,7	7,2 0,88	1,0 7,7	6,9 0,11	61				
	5,1	7,4 1,4	0,49 7,0	15 0,21	73				
	5,5	8,0 2,6	0,26 6,2	31 0,42	74				
	5,9	7,8 3,6	0,14 4,9	56 0,74	76				
10,1 9,8 4,5	3,5	1,5 0,14	7,7 9,4	0,20 0,015	13			4,1	
	3,9	3,4 0,19	5,6 8,9	0,61 0,021	28			4,3	
	4,3	5,0 0,24	3,5 8,7	1,4 0,028	52			6,2	
	4,7	6,2 0,24	2,1 8,5	3,0 0,028	105			7,6	
	5,1	7,4 0,29	1,2 8,4	6,2 0,035	180			8,9	
	5,5	7,6 0,40	0,78 7,8	9,7 0,051	190			8,5	
	5,9	7,6 0,36	0,76 7,8	10 0,046	220			6,4	
10,0 9,8 9,8	3,5	1,4 0,080	7,8 9,3	0,17 0,0086	20			3,3	
	3,9	2,8 0,20	5,7 9,0	0,49 0,022	22			4,3	
	4,3	4,2 0,18	3,8 8,8	1,1 0,021	54			6,9	
	4,7	5,8 0,14	2,6 8,5	2,2 0,017	135			8,5	
	5,1	6,6 0,12	1,8 8,0	3,7 0,015	245			8,7	
	5,5	7,6 0,090	1,6 8,3	4,9 0,011	450			9,3	
	5,9	7,4 0,080	1,4 8,2	5,5 0,0098	560			8,1	
10,3 9,6 18,6	3,5	1,1 0,060	8,2 9,2	0,13 0,0065	20			3,2	
	3,9	2,7 0,090	6,6 8,8	0,42 0,010	41			4,9	
	4,3	4,0 0,11	4,9 8,6	0,82 0,013	64			7,0	
	4,7	5,4 0,10	3,4 8,2	1,6 0,012	130			8,3	
	5,1	5,4 0,070	3,0 8,0	1,8 0,0088	205			7,5	
	5,5	6,2 0,080	2,8 8,2	2,2 0,0098	225			9,9	
	5,9	6,2 0,090	2,8 8,2	2,2 0,011	200			8,0	

Esimerkki 3

Jatkuva vastavirtaan tapahtuva koboltin uutto suoritettiin huoneen lämpötilassa nikkelisulfaattiliuoksesta, johon myös oli liuotettu magnesiumia. Uuttokontaktoreina käytettiin mixer-settler-kennoja, joista viisi U1-U5 oli uuttokytkenässä, neljä P1-P4 pesukytkenässä ja kaksi Tul ja Tu2 takaisinuuttokytkenässä. Käytetty uuttokennokytkentä ilmenee taulukosta 3, jossa myös on esitetty ajo-olosuhteet ja näitä vastaavat erotustulokset. Uuttoliuos oli 20 tilavuus-% 2-etyyliheksyyli-fosfonihappo-mono-2-etyyliheksyyliesteri - 5 tilavuus-% tri-n-butyylifosfaatti - 75 tilavuus-% kerosiini, joka ensin mainittu komponentti happomuodossa johdettiin uuttoon suoraan takaisinuutosta. pH:ta pidettiin ohjearvossa 5,0 vaiheessa U5 ja ohjearvossa 4,9 ja vastaavasti 4,7 vaiheissa U4 ja U3 käyttämällä kyseisistä mixer-dispersioista saatuja pH-mittausimpulsseja automaattista neutralointiainelisäystä varten. Neutralointiaine oli 200 g/l natriumhydroksidia sisältävä lipeäliuos. Muiden vaiheiden pH sai laskea vapaasti.

Pesuliuoksena käytettiin pH-arvoon 4,0 natriumhydroksidilla neutraloitua takaisinuuttoliuosta, jonka analyysi oli koboltti 81,0 g/l, nikkeli 0,002 g/l ja magnesium 1,09 g/l. Pesussa liuoksen kobolttipitoisuus aleni 25,3 g:aan/l, nikkelipitoisuuden noustessa 0,43 g:aan/l ja magnesiumpitoisuuden 27,4 g:aan/l pH:n pysyessä lähes muuttumattomana.

Käytetty pesuliuos yhdistettiin uuttoon syötetyn koboltti/magnesium/nikkeli-liuoksen kanssa. Lähtökohtana syöte, joka sisälsi kobolttia 7,0 g/l, nikkeliä 4,46 g/l ja magnesiumia 6,0 g/l, saatiin tuotteeksi yli 100 g/l kobolttia sisältävä liuos, jonka koboltti/nikkelisuhde oli 25 000 ja koboltti/magnesiumsuhde 60 sekä 0,025 g/l kobolttia sisältävä nikkeli-liuos, jonka nikkeli/kobolttisuhde oli 160. Tällä ajotavalla uuttoliuoksen dynaaminen viskositeetti myös pesussa pysyi alle tason 12 cP.

Taulukko 3

/ = vaihemerkintä; U = uuttovaihe; P = pesuvaihe; TU = takaisinuuttovaihe

→ = vesiliuosvirtaus; ↔ = uuttoliuosvirtaus; $\bar{\eta}$ = uuttoliuoksen dynaaminen viskositeetti; $\bar{M}$ = uuttoliuoksen metallipitoisuus; M = vesifaasin metallipitoisuus; $M = Co, Ni$ tai Mg ; $M =$ pienempi kuin

$\bar{\eta}$ 2,8 cP
Co 0,041 g/l
Ni < 0,001 g/l
Mg 0,001 g/l

TU2	TU1	P4	P3	P2	P1	U1	U2	U3	U4	U5
$\bar{\eta}$ 2,8 cP Co 0,24 g/l Ni < 0,001 " " Mg 0,003 " "	$\bar{\eta}$ 9,4 cP Co 10,5 g/l Ni < 0,001 " " Mg 0,18 " "	$\bar{\eta}$ 10,3 cP Co 10,8 g/l Ni < 0,001 " " Mg 0,48 " "	$\bar{\eta}$ 10,5 cP Co 9,7 g/l Ni < 0,001 " " Mg 0,87 " "	$\bar{\eta}$ 10,5 cP Co 9,3 g/l Ni 0,001 " " Mg 1,19 " "	$\bar{\eta}$ 10,5 cP Co 9,1 g/l Ni 0,010 g/l Mg 1,45 g/l	$\bar{\eta}$ 8,9 cP Co 6,4 g/l Ni 0,014 " " Mg 2,31 " "	$\bar{\eta}$ 6,6 cP Co 3,7 g/l Ni 0,021 " " Mg 3,68 " "	$\bar{\eta}$ 4,5 cP Co 1,5 g/l Ni 0,025 " " Mg 4,55 " "	$\bar{\eta}$ 2,8 cP Co 0,34 g/l Ni 0,070 " " Mg 4,40 " "	$\bar{\eta}$ 2,8 cP Co 0,34 g/l Ni 0,070 " " Mg 4,40 " "
H₂SO₄ 1,1 pH 0,2 Co 2,77 g/l Ni 0,006 " " Mg 0,046 " "	NaOH 33,3 l/h Pesu- liuos: pH 4,0 Co 81 g/l Ni 0,002 " " Mg 1,09 " "	pH 3,8 Co 69,1 g/l Ni 0,004 " " Mg 8,7 " "	pH 4,0 Co 46,7 g/l Ni 0,009 " " Mg 18,0 " "	pH 3,8 Co 32,0 g/l Ni 0,01 " " Mg 24,5 " "	pH 4,1 Co 25,3 g/l Ni 0,43 " " Mg 27,4 " "	pH 4,7 Co 6,1 g/l Ni 4,23 " " Mg 8,4 " "	pH 4,7 Co 2,81 g/l Ni 4,25 " " Mg 9,4 " "	pH 4,9 Co 0,81 g/l Ni 4,41 " " Mg 9,5 " "	pH 5,0 Co 0,19 g/l Ni 4,41 " " Mg 9,1 " "	NaOH 98,0 l/h
Vesi pH 1,0 Co 102 g/l Ni 0,004 " " Mg 1,78 " " Tuotettu Co-liuos	pH 4,0 Co 7,0 g/l Ni 4,46 " " Mg 6,0 " " Syöte	pH 4,1 Co 25,3 g/l Ni 0,43 " " Mg 27,4 " "	pH 4,0 Co 46,7 g/l Ni 0,009 " " Mg 18,0 " "	pH 3,8 Co 32,0 g/l Ni 0,01 " " Mg 24,5 " "	pH 4,1 Co 25,3 g/l Ni 0,43 " " Mg 27,4 " "	pH 4,7 Co 6,1 g/l Ni 4,23 " " Mg 8,4 " "	pH 4,7 Co 2,81 g/l Ni 4,25 " " Mg 9,4 " "	pH 4,9 Co 0,81 g/l Ni 4,41 " " Mg 9,5 " "	pH 5,0 Co 0,19 g/l Ni 4,41 " " Mg 9,1 " "	Tuotettu Ni-liuos

Esimerkki 4

Sarjassa uuttokokeita, joissa uuttoliuoksena oli 20 tilavuus-% 2-etyyliheksyyli-fosfonihappo-mono-2-etyyliheksyyliesteriä - 5 tilavuus-% tri-n-butyylifosfaattia - 75 tilavuus-% kerosiiniä, seurattiin, miten muut kobolttia voimakkaammin uuttautuvat metallit pH:n funktiona jakautuvat kyseisen orgaanisen faasin ja tämän kanssa sekoituskontaktiin saatetun, metallipitoisen vesiliuoksen välillä. Tulokseksi saadun jakautumiskertoimen D:n riippuvuus pH:sta on kyseisten metallien osalta esitetty kuvassa 1. Tästä nähdään, että uutto- tai vastaavasti takaisinuuttotasapaino pH-alueella 2,0-3,5 estää suurimman osan koboltista uuttautumasta tai vastaavasti sallii suurimman osan koboltista takaisinuuttautumaan samalla kun kyseiset metallit huomattavassa määrin siirtyvät uuttoliuokseen tai vastaavasti pysyvät tässä faasissa. Käyttämällä selektiivistä takaisinuuttoa voidaan saadun kobolttituotteen puhtausastetta nostaa. Esitetyn tuloksen perusteella alaan perehtyneen on mahdollista laskea, mitä pH:ta kulloinkin on edullista käyttää selektiivisen koboltin takaisinuutossa. pH:ssa 2,5-3,0 voidaan esimerkiksi koboltti erottaa kalsiumista ja tätä metallia voimakkaammin uuttautuvista metalleista.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä koboltin erottamiseksi magnesiumista ja nikkelistä käyttämällä neste-nesteuuttoa ja sitä seuraa-
vaa pesua siten, että magnesiumipitoinen kobolttia ja
nikkeliä sisältävä vesiliuos saatetaan vastavirtakontaktiin
orgaanisen di-(alkyyli)fosforihappoa, alkyylifosfonihappo-
monoalkyyliesteriä tai alkyylifosfiinihappomonoalkyylieste-
riä sisältävän uuttoliuoksen kanssa, ja tämän jälkeen uutto-
liuos on vastavirtapesukontaktissa tätä pesukontaktia seu-
raavasta uuttoliuoksen ja happoliuoksen vastavirtakontaktis-
ta saadun kobolttiliuoksen neutraloidun osan kanssa, t u n-
n e t t u siitä, että uutto tapahtuu olosuhteissa, joissa
koboltin jakautumiskerroin on vähintään 1,5 kertaa suurem-
pi kuin magnesiumin jakautumiskerroin ja samalla vähintään
30 kertaa suurempi kuin nikkelin jakautumiskerroin, jolloin
vesiliuoksen koboltti/magnesiumsuhde ennen uuttoa tai uutos-
sa säädetään välille 0,2-2, ja uuttoa seuraavassa pesukontak-
tissa uuttoliuoksen viskositeetin alentamiseksi koboltti-
liuoksen pH pidetään 0,1-1,0 pH-yksikköä alempana kuin
magnesiumpitoisen kobolttia ja nikkeliä sisältävän vesiliuok-
sen pH uuttokontaktissa.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t-
t u siitä, että uuttoaaineena käytetään di-(2-etyyliheksyyli)-
fosforihappoa lämpötilassa 40-80°C.
3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n-
n e t t u siitä, että lämpötila on 50-60°C.
4. Patenttivaatimuksen 2 tai 3 mukainen menetelmä, t u n-
n e t t u siitä, että di-(2-etyyliheksyyli)-fosforihappo
laimennetaan vähintään 20 paino-% aromaatteja sisältävään
hiilivetyyn.
5. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä,
t u n n e t t u siitä, että orgaaninen liuos sisältää 5-20
tilavuus-% tri-n-butyylifosfaattia tai tri-n-butyylifosfonaattia.

6. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vesiliuoksen pH on 4,5-5,5.
7. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että uuttoaaineena käytetään 2-etyyliheksyyli-fosfonihappo-mono-2-etyyliheksyyliesteriä.
8. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että uuttoaaineena käytetään 2-etyyliheksyyli-fosfiinihappo-mono-2-etyyliheksyyliesteriä.
9. Patenttivaatimuksen 7 tai 8 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että lämpötila on 20-80°C.
10. Patenttivaatimuksen 7, 8 tai 9 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että uuttoaaine laimennetaan orgaaniseen hiilivetyyn.
11. Jonkin patenttivaatimuksista 7-10 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että orgaaninen liuos sisältää 0-20 tilavuus-% tri-n-butyylifosfaattia tai tri-n-butyylifosfonaattia.
12. Jonkin patenttivaatimuksista 7-11 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vesiliuoksen pH on 4,0-6,0.
13. Jonkin patenttivaatimuksista 1-6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että magnesiumpitoisen kobolttia ja nikkeliä sisältävän vesiliuoksen pH uuttokontaktissa on 5,0-5,5 ja kobolttiliuoksen pH pesukontaktissa 4,5-5,0.
14. Jonkin patenttivaatimuksista 7-12 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että magnesiumpitoisen kobolttia ja nikkeliä sisältävän vesiliuoksen pH uuttokontaktissa on 4,6-5,1 ja kobolttiliuoksen pH pesukontaktissa 4,1-4,6.

15. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kobolttia ja nikke-
liä sisältävän vesiliuoksen magnesiumpitoisuutta noste-
taan kobolttiuuttoa edeltävässä liuotuksessa tai liuospuh-
distuksessa liuottamalla magnesiumpitoisia raaka-aineita
tai vastaavasti lisäämällä liukoista magnesiumyhdistettä.
16. Patenttivaatimuksen 15 mukainen menetelmä, t u n-
n e t t u siitä, että liukoinen magnesiumyhdiste on magne-
siumoksidi.
17. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen mene-
telmä, t u n n e t t u siitä, että kobolttia ja nikkeliä
sisältävän vesiliuoksen magnesiumpitoisuutta nostetaan ko-
bolttiuutossa.
18. Patenttivaatimuksen 17 mukainen menetelmä, t u n n e t-
t u siitä, että uuttoaainetta käytetään happomuodossa ja
kobolttiuutossa vapautuneet protonit neutraloidaan magne-
siumoksidilla.
19. Patenttivaatimuksen 17 mukainen menetelmä, t u n n e t-
t u siitä, että kobolttiuutossa käytetty uuttoaaine ennen
uuttoa on osittain saatettu magnesiumsuolamuotoon.
20. Patenttivaatimuksen 13, 14 tai 15 mukainen menetelmä,
t u n n e t t u siitä, että uuttoaainetta käytetään happo-
muodossa ja että uutossa vapautuneitten protonien neutra-
loimiseksi emästä lisätään vähintään kahteen tai kolmeen
viimeiseen uuttovaiheeseen.
21. Patenttivaatimuksen 20 mukainen menetelmä, t u n n e t-
t u siitä, että emäs on natriumhydroksidi tai ammoniakki.
22. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t-
t u siitä, että uuttoliuoksen ja happoliuoksen vasta-

virtakontakti suoritetaan pH:ssa 2,0-3,5 koboltin selektiiviseksi takaisinuuttamiseksi.

23. Patenttivaatimuksen 22 mukainen menetelmä, tunnetaan siitä, että koboltti takaisinuutossa erotetaan raudasta, sinkistä, alumiinista, lyijystä, kalsiumista, mangaanista ja/tai kuparista.

Patentkrav

1. Förfarande för separering av kobolt från magnesium och nickel med användning av extraktion och därpå följande tvätt så, att den magnesiumhaltiga vattenlösningen som innehåller kobolt och nickel bringas i motströmskontakt med en extraktionslösning innehållande en organisk di-(alkyl)-fosforsyra, alkylfosfonsyramonoalkylester eller alkylfosfinsyramonoalkylester och därefter i motströmstvättkontakt med en neutraliserad del av en koboltlösning erhållen i följande motströmskontakt av extraktionslösningen och syralösningen, k ä n n e t e c k n a t av att extraktionen sker under förhållanden, vid vilka fördelningsfaktorn hos kobolt är minst 1,5 gånger större än fördelningsfaktorn för magnesium och samtidigt åtminstone 30 gånger större än fördelningsfaktorn för nickel, varvid kobolt/magnesiumförhållandet av vattenlösningen före extraktion eller under extraktionen regleras till 0,2-2 och att koboltlösningens pH för sänkning av extraktionslösningens viskositet vid tvättkontakten efter extraktionen hålls 0-1,0 pH-enheter lägre än pH hos den magnesiumhaltiga vattenlösningen innehållande kobolt och nickel vid extraktionskontakten.

2. Förfarande enligt krav 1, k ä n n e t e c k n a t av att som extraktionsmedel används di-(2-etylhexyl)-fosforsyra vid en temperatur av 40-80°C.

3. Förfarande enligt krav 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t av att temperaturen är 50-60°C.

4. Förfarande enligt krav 2 eller 3, k ä n n e t e c k -
n a t av att di-(2-etylhexyl)-fosforsyran utspäds i en
kolväte innehållande åtminstone 20 vikt-% aromater.
5. Förfarande enligt något av de föregående kraven,
k ä n n e t e c k n a t av att den organiska lösningen
innehåller 5-20 volym-% tri-n-butyl-fosfat eller tri-n-
butyl-fosfonat.
6. Förfarande enligt något av de föregående kraven,
k ä n n e t e c k n a t av att vattenlösningens pH är
4,5-5,5.
7. Förfarande enligt krav 1, k ä n n e t e c k n a t av
att som extraktionsmedel används 2-etylhexyl-fosfonsyra-
mono-2-etylhexylester.
8. Förfarande enligt krav 1, k ä n n e t e c k n a t av
att som extraktionsmedel används 2-etylhexyl-fosfinsyra-
mono-2-etylhexylester.
9. Förfarande enligt krav 7 eller 8, k ä n n e t e c k -
n a t av att temperaturen är 20-80°C.
10. Förfarande enligt krav 7, 8 eller 9, k ä n n e -
t e c k n a t av att extraktionsmedlet utspäds i ett orga-
niskt kolväte.
11. Förfarande enligt något av kraven 7-10, k ä n n e -
t e c k n a t av att den organiska lösningen innehåller
0-20 volym-% tri-n-butylfosfat eller tri-n-butyl-fosfonat.
12. Förfarande enligt något av kraven 7-11, k ä n n e -
t e c k n a t av att vattenlösningens pH är 4,0-6,0.
13. Förfarande enligt något av kraven 1-6, k ä n n e -
t e c k n a t av att pH av den magnesiumhaltiga vatten-

lösningen innehållande kobolt och nickel vid extraktionskontakten är 5,0-5,5 och koboltlösningens pH vid tvättkontakten 4,5-5,0.

14. Förfarande enligt något av kraven 7-12, k ä n n e t e c k n a t av att pH av den magnesiumhaltiga vattenlösningen innehållande kobolt och nickel vid extraktionskontakten är 4,6-5,1 och koboltlösningens pH vid tvättkontakten 4,1-4,6.

15. Förfarande enligt något av de föregående kraven, k ä n n e t e c k n a t av att magnesiumhalten av vattenlösningen innehållande kobolt och nickel höjs vid lakningen eller lösningsreningen som föregår koboltextraktionen genom att upplösa magnesiumhaltiga råmaterial respektive tillföra en löslig magnesiumförening.

16. Förfarande enligt krav 15, k ä n n e t e c k n a t av att den lösliga magnesiumföreningen är en magnesiumoxid.

17. Förfarande enligt något av de föregående kraven, k ä n n e t e c k n a t av att magnesiumhalten av vattenlösningen innehållande kobolt och nickel höjs vid kolboltextraktionen.

18. Förfarande enligt krav 17, k ä n n e t e c k n a t av att extraktionsmedlet används i syraform och de i koboltextraktionen frigjorda protonerna neutraliseras med magnesiumoxid.

19. Förfarande enligt krav 17, k ä n n e t e c k n a t av att det vid koboltextraktionen använda extraktionsmedlet före extraktionen delvis omvandlats till magnesiumsaltform.

20. Förfarande enligt krav 13, 14 eller 15, k ä n n e t e c k n a t av att extraktionsmedlet används i syraform och för neutralisering av protoner frigjorda vid ekstrak-

tionen tillförs en bas åtminstone till de två eller tre sista extraktionsstegen.

21. Förfarande enligt krav 20, k ä n n e t e c k n a t av att basen är natriumhydroxid eller ammoniak.

22. Förfarande enligt krav 14, k ä n n e t e c k n a t av att motströmskontakten mellan extraktionslösningen och syralösningen utförs vid pH 2,0-3,5 för selektiv återextrahering av kobolt.

23. Förfarande enligt krav 22, k ä n n e t e c k n a t av att kobolten vid återextraktionen separeras från järn, zink, aluminium, bly, kalcium, mangan och/eller koppar.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

-

64652

$D = C_{oy}/C_{aq}$; C = pitoisuus
oy = orgaaninen faasi ; aq = vesifaasi

