

Ruhrchemie Aktiengesellschaft. Oberhausen-Holteln, den 19. Sept. 38.
Bru/Hmn.

Verfahren zum Entkalken von Kobaltlösungen.

Es ist bekannt, dass bei der Benzin-Synthese durch katalytische Reduktion von Kohlenoxyd durch Wasserstoff auf Trägermassen niedergeschlagene Kobalt-Katalysatoren angewandt werden. Bei der Aufarbeitung der unwirksam gewordenen Katalysatoren fallen Kobaltlösungen an, die durch Calciumsalze verunreinigt sind. Der Kalk stammt zum Teil aus den Verunreinigungen der bei der Auflösung des Katalysators verwandten Chemikalien, jedoch zum grösseren Teil aus den verwandten Trägermaterialien z.B. aus der Kieselgur. Es ist ferner bekannt, dass Kalk aus seinen Lösungen durch Zugabe von löslichen Fluoriden als Calciumfluorid ausgefällt wird.

Es zeigte sich nun, dass zur Ausfällung des gesamten Calciums ein Fluoridüberschuss angewandt werden muss. Wird dann der vom Kalk befreiten Lösung z.B. Thoriumsalz, wie Thoriumnitratlösung zugegeben, um durch Fällen mit einem Alkalicarbonat einen Kobalt-Thorium-Katalysator herzustellen, so fällt das überschüssige Fluorid als Thoriumfluorid aus, welches technisch nicht aufzuarbeiten ist, sodass die auf diese Weise ausgefällten Thoriummengen verloren gehen.

Erfindungsgemäss werden der vom Kalk zu befreienden Kobaltlösung Magnesiumsalze zugesetzt, die alsdann bewirken, dass das zur vollständigen Fällung des Kalkes angewandte überschüssige Fluorid als Magnesiumfluorid gleichzeitig ausgefällt wird. Die zu entkalkende Kobaltlösung enthält alsdann eine gewisse Menge Magnesiumsalz, das aber die Wirksamkeit der aus solchen Kobaltlösungen hergestellten Hydrierungskatalysatoren

nicht verringert, vielmehr wird die katalytische Aktivität der Kobalthydrirkungskatalysatoren durch einen Gehalt an Magnesiumoxyd noch verstärkt. Da das Calciumfluorid wesentlich schwerer löslich als Magnesiumfluorid ist, tritt in jedem Falle zuerst eine vollständige Ausfällung des Kalkes ein, und es werden lediglich die restlichen Fluoridmengen als Magnesiumfluorid gefällt. Der entkalkten Lösung kann alsdann Thoriumsalz zugesetzt werden, ohne dass eine Fällung von Thorium eintritt.

Die im vorstehenden beschriebene Arbeitsweise zum Entkalken von Kobaltlösungen ist jedoch auch dann vorteilhaft, wenn thoriumfreie Katalysatoren z.B. Kobalt- oder Kobalt-Magnesium-Katalysatoren aus der Kobaltlösung herzustellen sind.

Liegt z.B. eine Kobalt-Lösung vor, die neben Kalzium noch Eisen und Aluminium enthält, so ist es zweckmässig, zuerst bei einem p_H von 6 - 7 das Eisen und Aluminium durch Soda oder ein anderes Alkalicarbonat fraktioniert auszufällen, die noch Kalk enthaltende Kobaltlösung bis auf einen p_H -Wert von 2 - 4 durch Zugabe freier Säure, z.B. freier Salpetersäure anzusäuern und erst dann nach Zugabe von Magnesiumsalz den Kalk mittels eines löslichen Fluorids, z.B. Natriumfluorid, auszufällen.

P a t e n t a n s p r ü c h e .

Anspruch 1.

Verfahren zum Entkalken von Kobaltlösungen durch Ausfällen des Kalkes als Calciumfluorid, dadurch gekennzeichnet, dass die Lösungen in Gegenwart von Magnesiumsalzen mit löslichen Fluoriden behandelt werden.

Anspruch 2.

Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Kobalt-Magnesium-Lösung vor dem Zusatz eines löslichen Fluorids, zweckmässig bis auf einen p_H -Wert von 2 - 4, angesäuert wird.

Anspruch 3.

Anwendung des Verfahrens nach Anspruch 1 und 2, zum Entkalken von Kobalt-Lösungen, die gleichzeitig noch Eisen- und Aluminium-Salze enthalten, dadurch gekennzeichnet, dass das Eisen und Aluminium durch Zugabe von Alkalicarbonatlösung vorgefällt wird, worauf nach Zugabe von Magnesiumsalz der Kalk mittels eines löslichen Fluorids ausgefällt wird.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT.