

000079

Ruhrbergwerk Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Oberhausen-Holten, den 17. Mai 1938.

RB Abtlg. BVA Schenk/Stg.

3439 - 30/5.01 - 98

Herrn Prof. Dr. M a r t i n .

Regeneration

Betr.: Regenerierung der Kobaltlösungen durch Eindampfen
und Kristallisation.

Es wurden zwei Versuchsreihen durchgeführt:

- a) mit vorgefällter Kobaltlösung aus der Katorfabrik
 - b) " " " " " " " " " " " "
- der nachträglich noch Magnesiumnitratlösung entsprechend 10 % MgO/Co zugesetzt wurden.

Die abgemessenen Mengen der Lösungen wurden in einem V₂A-Behälter mit freier Flamme eingedampft, bis die gewünschte Siedetemperatur erreicht war. Dann ließ man unter Rühren erkalten. Bei 50 - 60° setzte die Kristallisation ein. Es wurde weiter gerührt, damit ein fein kristallines Produkt erhalten wurde und bis auf unter 20° gekühlt. Auf einer V₂A-Nutsche wurde von dem erhaltenen dickflüssigen Kristallbrei die Mutterlauge abgesaugt. Das Salz wurde gewogen und untersucht. Mutterlauge und Waschwasser wurden gemessen und ebenfalls untersucht. Bei der nächsten Eindampfung wurden Mutterlauge und Waschwasser des vorigen Versuchs jedesmal wieder zugegeben.

Ergebnisse zu a).

Bei der verwandten Rohlösung wurde als höchste Eindampftemperatur 125 - 127° genommen. Kühlt man dann auf ca. 20° ab und wäscht das Salz nur mit wenig Wasser aus, so liegt die Ausbeute an Kobalt als Salz bei 70 %. Das feuchte Kobalt-Nitrat-Salz hatte einen Kobaltgehalt von 15 - 17 % Co. Bei den ersten vier Eindampfungen wurde ein Salz erhalten, das vollkommen frei von Kalk war. Die Gesamtausbeute an Kobalt als Salz betrug nach vier Eindampfungen 85 %. Bei der nächsten Eindampfung enthielt das Salz schon schon große Mengen Kalk. Man kann also unter den gewählten Bedingungen mit einer Ausbeute von 85 - 90 % an kalkfreiem Kobaltnitrat als Salz rechnen.

Durchschrift

Von den eingesetzten 76,48 kg Co wurden zurückerhalten:

als Salz	71,46 kg Co	
" Mutterlauge	3,56 kg "	
" Waschwasser	1,80 kg "	
Summa	76,82 kg Co	= 102 %.

zu b).

Eindampftemperaturen und Ausbeuten sind ungefähr dieselben wie bei a). Das feuchte Salz enthielt 14 - 15 % Kobalt und auf Kobalt gerechnet 11 - 12 % MgO. Bei Anwesenheit von Magnesium (ca. 10 % MgO/Co) kristallisiert also ein Kobalt-Magnesiumdoppelsalz aus, das ungefähr der Zusammensetzung $6 \text{ Co } (\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} + \text{Mg } (\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$ entspricht. Bei der dritten Eindampfung wurde ein geringer Kalkgehalt im Salz gefunden. Die Ausbeute an Kobalt als Salz betrug bis dahin 90 %. Da bei der dritten Eindampfung im Salz schon eine geringe Menge Kalk vorhanden war, wurde bei der vierten Eindampfung die Temperatur konstant gehalten, aber die Wassermenge von 1,5 l auf 2,0 l erhöht. Dadurch wird zwar erreicht, daß das Salz der vierten Eindampfung wieder vollkommen kalkfrei ist, aber die Ausbeute an Salz ist bei dieser Eindampfung nur 49 %, sodaß die Gesamtausbeute an Kobalt als Salz fällt. Dasselbe wiederholt sich bei den nächsten Eindampfungen. Trotz fallender Gesamtausbeute findet sich bei der nächsten Eindampfung im Salz wieder Kalk. Demnach dürfte es unter den gewählten Bedingungen nicht möglich sein über 90 % Ausbeute an kalkfreiem Kobaltnitrat als Salz zu erhalten.

Von den eingesetzten: 34,98 kg Co u. 3,55 kg MgO u. 418,8g CaO wurden zurückerhalt.:

als Salz	28,89 " "	3,33 " "	15,4 g "
" Mutterlauge	1,83 " "	0,10 " "	115,0 g "
" Waschwasser	1,84 " "	0,13 " "	84,6 g "
In Summa	32,56 kg Co	3,56 kg MgO	215,0 g CaO
	= 93 %	= 100 %	= 51 %

Der Kobaltverlust erklärt sich wahrscheinlich dadurch, daß beim Erhitzen mit freier Flamme zum Teil Kobaltoxyd ausfällt und dieses analytisch nicht vollkommen erfaßt wird.

Die Magnesiumbilanz geht gut auf.

Der große Kalkverlust scheint dadurch zu entstehen, daß beim Eindampfen die geringen Mengen Schwefelsäure in der Rohlösung konzentriert werden und dadurch Kalziumsulfat ausfällt, das analytisch nicht vollkommen erfaßt wird. Jedemfalls steigt der Kalkgehalt in den Mutterlaugen und Waschwässern nicht über eine gewisse Grenze und andererseits konnten in den Rückständen der Mutterlaugen und Waschwässer größere Mengen Kalk nachgewiesen werden.

Zusammenfassung:

Bei Eindampfungsversuchen konnten bis 90 % des Kobalts an kalkfreiem Kobaltnitratsalz gewonnen werden. Bei Anwesenheit von Magnesium kristallisiert dieses mit dem Kobalt als Doppelsalz aus.

Ddr.: Hg.
W,
Pi,
Gr.
Schmalfeld,
Brabag.

L. H. H.

Rae

Eindampfungsmisch mit Kobaltlösung

N: 536

Eindampfung	angewandt		Temperatur	Salze		An-Vorlage		Nachwasser		Ausgeben												
	Co	CaO		Co	CaO	Co	CaO	Co	CaO													
	g/l	g	g	g	g	g	g	g	g	g												
1	440	28,5	12,53	-	120	ca 20	24,6	15,5	3,81	0	23,3	231	5,38	4,17	97	12,4	ca 240	2,97	-	-	50	30
2	440	29,3	12,9	-	122	"	81	15,8	12,8	0	23,3	231	5,38	6,62	154	1,8	"	0,43	-	-	70	65
3	440	30,35	13,55	-	125	"	92,6	17,0	15,8	0	12,8	226	3,14	16,85	199	6	"	1,44	-	-	70	83
4	470	30,0	14,0	-	125	"	84,7	15,2	12,9	0	23,8	219	5,22	8,5	202	4,9	"	1,18	-	-	69	85
5	410	29,4	11,7	-	127	"	93,1	16,6	15,5	1,9	29,2	10,2	2,3	16,6	170	3,2	218	0,7	2,2	70	85	94
6	400	29,5	11,8	0,46	127	"	65,2	16,4	10,7	0,39	4,2	15,6	2,28	3,56	209	8,0	2,27	1,8	9,66	78	92	93

3.1.38

Handwritten signature/initials