

Oberhausen-Holten, den 22. Nov. 1937.
RB Abtlg. BVA Ru/Stg.

003812

581

Fluorid-Fällung zur Entkalkung
bei Kobalt-Magnesium-Katalysatoren.

VERWALTUNG I.
27 NOV 37 VA 1658
Beantwortet am:

Bei solchen Kobaltlösungen, welche durch Regenerieren von reinen Thoriumkatalysatoren gewonnen werden, kann die Entkalkung mittels Natriumfluorid ohne Störung durch andere unlösliche Fluoride vorgenommen werden, weil das Thorium bei der Vorfällung vollständig entfernt wird.

Bei den Magnesiumkatalysatoren dagegen ist ein großer Überschuss von Magnesium gegenüber dem Kalk bei der Fluoridfällung zugegen. Da nun das Magnesiumfluorid ebenfalls sehr schwer löslich ist, so läßt sich das Mitausfällen einer größeren Menge von Magnesium bei der Entkalkung mittels Natriumfluorid kaum vermeiden.

Es wurden nun Versuche darüber angestellt, unter welchen Bedingungen die Mitfällung des Magnesiums am geringsten ist.

Es wurde gefunden, daß man am besten durch Zusatz von festem Natriumfluorid in der Kälte und unter starken Rührungen fällt und zweckmäßig vor der Filtration die Lösung ~~einige~~ Stunden lang in der Kälte rührt.

Versuchsteil:

Die Löslichkeit des Kalziumfluorids beträgt

$3,7 \cdot 10^{-3}$ g in 100 g Lösung bei $15,5^{\circ}$, die des
Magnesiumfluorids $8,7 \cdot 10^{-3}$ g in 100 g Lösung bei 18° .

Es wurde zunächst die Abhängigkeit des Kalzium- und Magnesiumgehaltes von der zur Ausfällung angewandten Natriumfluoridmenge unter den bei Thoriumkontaktlösungen üblichen Fällungsbedingungen untersucht (heiß mit gelöstem Natriumfluorid). Die Ergebnisse zeigen, daß selbst beim Mitfällen von etwa 80 % des Magnesiums der Ca-Gehalt der Lösung nicht mehr unter 0,5 % sank (Ausgangsgehalt an Ca 2,6 % !).

Die Abänderung der Fällungsbedingungen ergab ein günstigeres Verhältnis des ausgefällten Kalziums zum Magnesium bei Fällung mit festem Natriumfluorid in der Hitze. Noch günstiger wurde das Verhältnis, wenn mit festem Natriumfluorid in der Kälte gefällt wurde. Eine weitere Verbesserung brachte die Fällung mit festem Natriumfluorid in der Kälte unter starkem Rühren und Filtration nach 1 - 2 stündigem Rühren in der Kälte (siehe Zahlentafeln I u. II). Unter diesen Bedingungen konnte der Kalziumgehalt bei Mitfällung von nur etwa $\frac{1}{3}$ des Magnesiums unter 0,5 % gesenkt werden (bei Anfangs Kalziumgehalt von 1,7 % auf 0,2 %).

Rummel.

Ddr.: Hr. Prof. Martin, ✓
" Dir. Waibel,
" Dr. Fischer,
Katorfabrik.
" Dr. Klein.

Rae

Fluorid - Fällung beim Kobalt - Magnesium Kontakt.

Die Ausgangslösung enthielt etwa 5g Kobalt und 16,5 % MgO (auf Co bezogen) als Nitrate. Die Menge des verunreinigenden Calciums betrug 2,6 %.

Die Fällung wurde bei einem pH-Wert von ~ 5,4 vorgenommen.

NaF Ing	Fällungsbedingungen	% Ca im Filtrat	% MgO im Filtrat
0	nur Vorfällung	2,6	16,5
1,25	Fällung heiss (~ 50°) mit gelöstem NaF. Filtration nach ~ 20 Stdn.	0,6	3,3
1,7	" "	0,65	nicht bestimmt
1,6	" "	0,8	" "
1,5	" "	1,5	4,9
1,0	" "	2,1	9,2
1,0	Fällung heiss mit festem NaF - Filtration nach mehrstündigem Erhitzen, nach 20 Stdn.	2,4	6,4
1,0	Fällung heiss mit festem NaF - Filtration nach Abkühlen und 20 stünd. Stehen	1,6	8,3
1,0	Fällung in der Kälte mit festem NaF Filtration nach 20 stünd. Stehen	1,1	11,0
1,0	Fällung in der Kälte mit festem NaF nach 1 stünd. Rühren Filtration	0,4	11,1

3. 11. 32

Zahlentafel II

Nr. 418

003821 584

Fluorid-Fällung beim Kobalt-Magnesium-Kontakt.

Ausgangslösung auf etwa 5 g Co, 17 % MgO (bezogen auf Co)
und verunreinigt mit 1,7 % Ca.
Fällung bei pH-Wert von ~ 5,4.

NaF in g	Fällungsbedingungen	% Ca im Filtrat	% MgO im Filtrat
0		1,7	17,0
1,5	Fällung mit festem NaF in der Kälte, Filtration nach ~ 20 stünd. Stehen	0,2	8,2
1,5	" "	0,3	7,5
1,5	Fällung mit festem NaF in der Kälte, Filtration nach 1 stünd. Röhren mit elektr. Rührer	0,2	5,5
1,0	" "	0,24	9,5
1,0	Fällung wie oben, aber Filtration nach 2-3 stünd. Röhren	0,3	9,5
0,6	Fällung wie oben, Filtration nach 1 1/2 stünd. Röhren mit Unterbrechungen, (Körnern der Rührer)	0,6	12,1
0,6	Fällung wie oben, Filtration nach Naapp 1 stünd. Röhren	0,9	15,5

3.11.37

R.