

DEUTSCHES REICH



AUSGEGEBEN AM
13. NOVEMBER 1939

REICHSPATENTAMT
PATENTSCHRIFT

3088

№ 683 691

KLASSE 12ⁿ GRUPPE 4

R 103371 IVb/12n

* Dr. Otto Roelen in Oberhausen-Holten
und Dr. Paul Schaller in Oberhausen-Sterkrade *

sind als Erfinder genannt worden.

Ruhrchemie Akt.-Ges. in Oberhausen-Holten

Verfahren zum Entkalken von Kobaltlösungen

Patentiert im Deutschen Reiche vom 21. September 1938 ab

Patenterteilung bekanntgemacht am 26. Oktober 1939

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

Zur Ausfällung des gesamten Calciums ist naturgemäß ein Fluoridüberschuß anzuwenden. Wird darauf aber der vom Kalk befreiten Lösung etwa ein Thoriumsalz, z. B. Thoriumnitratlösung, zugegeben, um durch Fällen mit einem Alkalicarbonat einen Ko-

baltthoriumkatalysator herzustellen, so fällt das überschüssige Fluorid als Thoriumfluorid aus, welches technisch nicht aufzuarbeiten ist, so daß die auf diese Weise ausgefallenen Thoriummengen verlorengehen.

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 keineswegs verringert, vielmehr wird die katalytische Aktivität der Kobalthydrierungskatalysatoren 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 Kobaltmagnesiumkatalysatoren, aus der Kobaltlösung herzustellen sind.

Liegt z. B. eine Kobaltlösung vor, die neben Calcium noch Eisen und Aluminium enthält, dann wird zuerst bei einem pH von 6 bis 7 das Eisen und Aluminium durch Soda oder ein anderes Alkalicarbonat fraktioniert ausgefällt, die noch Kalk enthaltende Kobaltlösung bis auf einen pH -Wert von 2 bis 4 durch Zugabe freier Säure, z. B. freier Salpetersäure, angesäuert und erst dann nach Zugabe von Magnesiumsalz der Kalk mittels eines löslichen Fluorids, z. B. Natriumfluorid, ausgefällt.

PATENTANSPRÜCHE:

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

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Kobaltmagnesiumlösung vor dem Zusatz des löslichen Fluorids bis auf einen pH -Wert von etwa 2 bis 4 angesäuert wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2 zum Entkalken von Kobaltlösungen, die gleichzeitig noch Eisen- und Aluminiumsalze enthalten, dadurch gekennzeichnet, daß das Eisen und Aluminium durch Zugabe von Alkalicarbonatlösung bei einem pH -Wert von etwa 6 bis 7 vorgefällt wird, worauf nach Zugabe von Magnesiumsalz der Kalk mittels eines löslichen Fluorids ausgefällt wird.