

000093

*Rubrbongin Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holtten*

Oberhausen-Holtten, den 4. ~~Februar~~ <sup>Januar</sup> 1938.

RB Abtlg. BVA Roe/Stg.

Herrn Prof. M a r t i n .

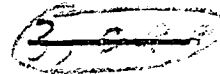
Regeneration gebrauchter Kobaltlösung  
durch Ausführung der Katorfällung in zwei Stufen.

- 1.) In der letzten Betriebsbesprechung der Katorfabrik wies ich darauf hin, daß bei Gegenwart von Magnesium die Fluorid fällung zur Entfernung des Kalkes auch so ausgeführt werden könne, daß nicht alles Magnesium ausgefällt werden brauchte (siehe Bericht vom 22. November 1937). Es wurde im Anschluß hieran angenommen, daß Lösungen, welche Magnesium im Überschuß enthielten, kein Fluorid mehr gelöst enthalten können und daß infolgedessen in Gegenwart von Magnesium ein besonderer Arbeitsgang zur Entfernung von überschüssigem Fluor nicht mehr erforderlich sei, auch dann, wenn später wieder Thorium zu der Katorlösung zugefügt wird.

Diese Verhältnisse wurden experimentell geprüft. Es stellte sich heraus, daß zwar die Angaben des damaligen Berichtes richtig sind, daß aber die Annahme falsch war, in Gegenwart von Magnesium könne keine größere Menge Fluor in Lösung sein. Es wurde vielmehr gefunden, daß derartige Lösungen auf Zusatz von Thorium noch Niederschläge von Thoriumfluorid ergeben. Von 5 % zugesetztem Thorium (bezogen auf Kobalt) fielen beispielsweise 1,2 % als Thoriumfluorid aus. Die in der oben genannten Besprechung vorgesehene Arbeitsweise läßt sich also nicht durchführen.

- 2.) Als neu wurde inzwischen gefunden, daß aus einer kalkhaltigen Kobaltnitratlösung auch bei vollständiger Fällung des Kobalts mit Soda der Niederschlag dann ganz frei von Kalk erhalten wird, wenn die Fällung unterhalb von 60° ausgeführt wird.

Enthält die Kobaltnitratlösung jedoch Magnesium, so wurde bei äquivalentem Sodazusatz unter diesen Umständen der größte Teil des Magnesiums in der Mutterlauge gefunden.



Daher wurde untersucht, wo Kalzium und Magnesium verbleiben, wenn man zwar mit Sodaüberschuß fällt, die Fällung jedoch, wie angegeben, genügend kalt vorgenommen wird. Es gelang auf diese Weise, aus kalkhaltigen Kobalt-Magnesium-Nitratlösungen praktisch alles Kobalt und den größten Teil des Magnesiums auszufällen, während die Niederschläge frei von Kalk blieben.

Beispielsweise wurde bei  $30^{\circ}$  mit einem Überschuß von  $1/3$  Äquivalent Soda gefällt. In den Niederschlägen war alles Kobalt bis auf  $0,5\%$  sowie  $70\%$  des Magnesiums. Kalk konnte in den Niederschlägen nicht nachgewiesen werden.

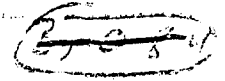
Wurde das Filtrat auf  $80^{\circ}$  erhitzt, so fiel auch der Rest des Kobalts noch kalkfrei aus.

- 3.) Die vorbeschriebenen Beobachtungen ermöglichen zwar eine vollständige Abtrennung des Kalkes unter Wiedergewinnung des größten Teils des Magnesiums. Dabei ist jedoch ein Äquivalent Soda erforderlich. Es wurde nun weiter versucht, unter Beibehaltung dieser Arbeitsweise die Regeneration ohne Anwendung der doppelten Menge Soda und Salpetersäure durchzuführen.

Ausgangspunkt war folgende Überlegung:

Das Kobalt liegt bereits als Carbonat vor. Dieses hat jedoch noch nicht diejenige Temperatur erlitten, welche nach allen unseren Erfahrungen erst die Überführung in den für die katalytische Wirksamkeit erforderlichen Zustand bewirkt, nämlich Siedehitze. Es war also denkbar, daß das kalt gefällte Kobaltcarbonat anstelle einer Kobaltnitratlösung in Form seiner Aufschlammung einer sonst wie üblich durchgeführten Katorfällung zugeführt werden könne.

Auf diese Weise wurden mehrere Katoren im Laboratorium inzwischen hergestellt. Dabei ist es bereits gelungen, normale, gute Anfangsaktivität zu erreichen !



Im günstigsten Falle würde also die Regeneration wie folgt vorgenommen werden können:

Zunächst wird, wie üblich, die Vorfällung ausgeführt. Die vorgefällte Nitratlösung, welche Kobalt, Magnesium und Kalk enthält, wird bei ca. 30° mit 1,3 Äquivalenten Soda gefällt. Das Kobalt-Magnesium-Carbonat wird, nach kurzem Auswaschen, in Wasser aufgeschlämmt, mit der noch fehlenden Menge Thorium-Magnesium-Nitratlösung versetzt und zum Sieden erhitzt. Die siedend heiße Suspension läßt man in die siedend heiße Lösung von soviel Soda einfließen, als zur Fällung des als Nitrat zugesetzten Thoriums und Magnesiums erforderlich sind. Dann wird die Kieselgur eingeführt und weiter wie üblich verfahren.

Man führt also gewissermaßen die Katorfällung in zwei Stufen durch.

Näher untersucht werden muß noch, auf welche Weise die Suspension am vorteilhaftesten behandelt wird. Ferner muß noch die Daueraktivität der auf diese Weise hergestellten Katoren geprüft werden.

Ddr.: He. Dir. Waibel,  
" " Alberts,  
" " Hagemann,  
" " Fischer,  
" " Gehrke,  
" " Schaller.