

000121

Ruhrbenzin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holtten

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

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

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 Fluorid-fällung zugegen. Da nun das Magnesiumfluorid ebenfalls sehr schwer löslich ist, so läßt sich das Mitausfallen 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.

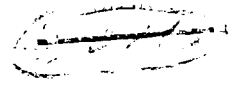
Es wurde gefunden, daß man am besten durch Zusatz von festem Natriumfluorid in der Kälte und unter starkem Rühren fällt und zweckmäßig vor der Filtration die Lösung mehrere Stunden lang in der Kälte rührt.

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 %).

Arnold.

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

Fluorid-Fällung beim Kobalt-Magnesium Kontakt.

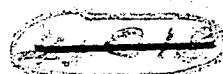
Die Ausgangslösung enthielt etwa 5 g Kobalt und 16,5 % MgO (auf Co bezogen) als Nitrate. Die Menge des verunreinigenden Calciums betrug 2,6 %.

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

NaF mg	Fällungsbedingungen	% Ca im Filtrat	% MgO im Filtrat
0	nur Vorfällung	2,6	16,5
1,75	Fällung heiss (~ 80°) 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	6,1
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. Röhren Filtration	0,4	11,1

3. 11. 37

P
h



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.

Na.F in g	Fällungsbedingungen	% Ca im Filtrat	% MgO im Filtrat
0		1,7	1,7
1,5	Fällung mit festem Na.F. in der Kälte, Filtration nach ~ 20 stünd. Stehen	0,2	8,2
1,5	" " " "	0,3	7,5
1,5	Fällung mit festem Na.F. 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, (Körnung des Rührers!)	0,6	12,1
0,6	Fällung wie oben, Filtration nach Knapp 1 stünd. Röhren	0,9	15,5

3.11.37

Rn.