

000099

3,098

Aktennotiz

XXXXXXXXXXXXX
 über die Besprechung mit

Katalysator-Besprechung

in **Holten** am **4.2.** 19**38.**

Anwesend:

He. Prof. Martin,
 " Dir. Hagemann,
 " von Asboth,
 " Dr. Fischer,
 " " Gehrke,
 " " Huber,
 " " Meyer,
 " " Schaller,
 " " Roelen,
 " " Büchner,
 " " Heckel.

Verfasser: Dr. Heckel.

Durchdruck an:

He. Prof. Martin,
 " Dir. Hagemann,
 " v. Asboth,
 " Dr. Fischer,
 Katorfabrik (Dr. Gehrke).

Zeichen:

Datum:

RB Abtlg. BVA Hl/stg. 9. 2. 1938.

Betrifft: Katalysator.

Meyer berichtet über die Regenerationsversuche unter Verwendung von Ammoncarbonat. Bei einmaliger Behandlung eines ausgebrauchten Kontaktes mit Ammoncarbonatlösung konnten 80 % des Kobalts und 60 - 70 % des Thoriums in Lösung gebracht werden. Wurde eine salpetersaure Rohlösung im Überschuss mit Ammoncarbonatlösung versetzt, so gingen Kobalt und Thorium in Lösung, während Eisen, Aluminium und Kalzium ausfielen. In der Kälte verläuft dieser Vorgang ungefähr so, daß 75 % des Eisens und Kalziums ausfallen. Durch Temperaturerhöhung auf 60° konnte der Prozentsatz des ausgefallenen Eisens und Kalziums noch gesteigert werden. Die so gereinigten Lösungen enthielten dann noch etwa 0,05 - 0,06 g Fe und Ca/Liter, bei einem Co-Gehalt von etwa 15 - 20 g/Liter. Bei dieser Arbeitsweise würden geringe Mengen Thorium in den Eisenniederschlag gehen. Martin hält dies für unbedenklich, weil in diesem Falle doch nur kleine Mengen Thorium aus dem Eisenschlamm wieder aufzuarbeiten wären. Schaller gibt an, daß bei der Aufspaltung der Ammoncarbonatlösung 85 % des Co und 100 % des Thoriums ausgefällt werden. Um das gesamte Ammoniak auszutreiben, sei der Zusatz von Soda erforderlich. Martin empfiehlt, gewisse Mengen Soda der mit Ammoncarbonatlösung im Überschuss versetzten Kobalt-Thoriumlösung zuzufügen, und zwar bereits in der Kälte, um die Ausfällung von Eisen und Kalk zu beschleunigen. Nach Angabe von Huber sind die Komplexe beständig gegen Soda. Zur Entfernung von kolloidal gelöstem Eisen bei der Filtration schlägt Martin den Zusatz eines oberflächereichen oder gealterten Niederschlages vor. Bei der Zersetzung der gewonnenen Ammoncarbonatlösung entsteht ein Gemisch von Kobaltoxyd mit metallischem Kobalt. Der Metallgehalt wurde

durch den Reduktionswert bestimmt. von Asboth äußert sich zur technischen Ausgestaltung. Als Material für die Apparatur kommt in erster Linie V17F oder Chromstahl infrage. Für die Zersetzung könnte man sich einer Malet-Kolonnen bedienen, wobei Voraussetzung sei, daß sich das anfallende Kobaltpulver gutartig verhält. Die Kolonne müßte frische Einsätze aus Chromstahl erhalten. Wesentlich sei für den Betrieb der Kolonne, daß die Zersetzungstemperatur nicht zu hoch liegt, da sonst die Kondensation der übergehenden Brüden nur schwer zu bewältigen ist und zu stark verdünnte Ammoncarbonatlösung wieder anfallen. Es besteht die Möglichkeit, daß durch den Zusatz von Soda zur Eisen- und Kalkausfällung gleichzeitig auch die Abscheidung des Ammoniak und Ammoncarbonats bei der Zersetzung entsprechend begünstigt wird. Schaller erhält von Martin den Auftrag, Versuche über die Eisen-Kalkausfällung bei Gegenwart von Soda und über die Zersetzung der Ammoncarbonatlösung auszuführen, und zwar auch bei magnesiumhaltigen Lösungen. Sobald größere Mengen von Kobalt-Thorium nach diesem Verfahren hergestellt worden sind, soll das BV-Labor die Brauchbarkeit für Kontakte prüfen. Es soll eine 1-kg-Charge neben den üblichen Laborfällungen zur Aktivitätsprüfung hergestellt werden. Roelen wird beauftragt, auch im BV-Labor parallel mit der Katorfabrik die Versuche durchzuführen, die zur weiteren Klärung des neuen Regenerationsganges erforderlich sind. Auch diese Versuche sollen auf magnesiumhaltige Lösungen ausgedehnt werden.

Roelen berichtet über Versuche zur Regeneration durch Auskristallisieren von Kobaltnitrat. Vorgefällte Rohlösung wurde durch Eindampfen soweit konzentriert, daß Kobaltnitrat kristallisiert gewonnene Substanz in der Mutterlauge. Beim Konzentrieren von magnesiumhaltiger Rohlösung wurde ein Kobalt-Magnesium-Doppelsalz erhalten. Aus dem erhaltenen Kobaltnitrat wurden mehrere Kontakte hergestellt, die bis 200 Betriebsstunden eine sehr gute Aktivität zeigten. Bei diesem Arbeitsgang müßte das Thorium in der bisher üblichen Weise aus dem Vorfällungsschlamm gewonnen werden. Martin hat Bedenken, daß der Kristallisier- und Zentrifugenbetrieb bei den hoch konzentrierten und deshalb wertvollen Kobaltilösungen zu grob und unter Umständen verlustreich sei. Bei der Ausführung dieses Verfahrens müsse außerdem die Thoriumfabrik wenigstens teilweise ausgebaut werden. Wenn es dagegen gelingt, durch das Ammoncarbonat-Verfahren die Regeneration zu vereinfachen ohne daß eine Verschlechterung des Kontaktes eintritt, so könnten beträchtliche Anlagekosten gespart werden. Es sei daher alles daranzusetzen, noch bestehende Unklarheiten und Schwierigkeiten beim Ammoncarbonat-Verfahren zu überwinden. Die Fertigstellung der Katorfabrik dürfe keine Verzögerung erleiden. Die Katorfabrik könne die ersten 3 t Kobalt nach der alten Methode aufarbeiten, die zweiten 3 t nach der Ammoncarbonatmethode. Wenn eine Prüfung inzwischendessen die Zweckmäßigkeit des Eindampf-Verfahrens ergeben hat, so besteht immer noch die Möglichkeit, die ersten 3 t auf diese Methode umzustellen. Martin unterstreicht besonders, daß über nicht abgeschlossene Versuche an Lizenznehmer nicht berichtet werden darf.

000101

Blatt 3 zur Aktennotiz vom 10. Februar 1938.

Bezüglich der Kornfestigkeit berichtet Roelen über die letzten Untersuchungen. Nach diesen Ergebnissen liegt die Festigkeit der bei Birich hergestellten Kontaktproben etwa zwischen der Festigkeit des Fertigkorns und Fadenkorns. Gehrke erwähnt, daß die von der Brabag als besonders hart bezeichneten Kontaktproben aus dem Juni zu einer Zeit hergestellt wurden, als die Kieselgur in ihrer Qualität ziemlich schwankend war. Auf einen Zusammenhang zwischen der Kornfestigkeit einerseits und der Art der Kieselgur oder ihrer Vorbehandlung andererseits deuten Versuchsergebnisse hin, über die Heckel kurz berichtet.

Martin kommt auf den schon früher geplanten Versuch zurück, vorgetrocknetes Fadenkorn aus der BVA in Pässern zur Katorfabrik zu bringen und auf den Blüthertrockner zu geben. Den Gedanken ~~Xixiana~~ v. Asboth's, das bei Birich hergestellte Material dort gleich zu trocknen, lehnt Martin ab. Das Material soll ebenfalls hier in Holten getrocknet werden.

Martin