

000163

Holten, den 18. März 1937.

Abt. Kt. Kl/Ed.

BWA: 20. 3. 37

Röhrenchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

N i e d e r s c h r i f t

über die Besprechung am 15.3.1937.

Anwesend: Dr. Fischer,
Dr. Huber,
Dr. Schaller,
Dr. Klein.

Betr.: Reinigung von Rohlösungen mit NaF.

Es wurden die folgenden drei Methoden nochmals eingehend durchgesprochen:

Methode 1 (Huber):

Rohlösung mit Soda vorgefällt.

Niederschlag: Fe, Thorium, Al.

Filtrat: Co, Ca. Die Lösung wird mit NaF-Lösung bei 40-50°C versetzt, unter Zusatz von NaHCO₃ oder HNO₃ bis ein Ph-Wert von 5 erreicht ist.

Niederschlag: CaF₂.

Filtrat: Co-Nitratlösung, die sofort wieder zur Fällung benutzt werden kann.

Methode 2 (Roelen):

Die Rohlösung wird stark sauer, mit einem Ueberschuss von NaF-Lösung versetzt. (Angaben über Säurekonzentration vom BV-Labor fehlen.)

Niederschlag: ThF₄.

Filtrat: Co, Fe, Al, Ca. Diese Lösung wird mit Soda abgestumpft, bis auf Ph 5,5 bis 5,8.

Niederschlag: Fluoride und Hydroxyde von Fe, Al, Ca.

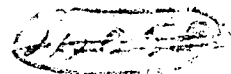
Filtrat: Co-Nitratlösung mit einem Ueberschuss von NaF, der durch Zusatz von Thorium-Nitrat ausgefällt werden soll.

Niederschlag: ThF₄ wird zu dem anfangs ausgefallten Thorium-Fluorid hinzugegeben.

Filtrat: Gereinigte Co-Nitratlösung, die direkt wieder zur Fällung verwandt werden kann.

Methode 3 (Roelen):

Die Rohlösung wird mit soviel NaF versetzt, als den dadurch fällbaren Verunreinigungen entspricht. Dann wird mit Soda



abgestumpft und der gesamte Niederschlag filtriert.

Niederschlag: Thorium, Ca, Fe, Al.

Filtrat: Co-Nitratlösung mit dem Ueberschuss von NaF, der durch Thorium-Nitrat entfernt wird. Das abfiltrierte Thorium-Fluorid wird dem Gesamtniederschlag beigelegt.

Die Vorteile der Methode 3 liegen darin, dass nur zwei Filtrationen erforderlich sind. Die Methode wurde durch einen Versuch in der Kato-Fabrik nachgeprüft. Dabei stellte sich heraus, dass der Ueberschuss an NaF bei der grossen Verdünnung sich nicht ohne weiteres quantitativ entfernen liess. Die Wiedergewinnung des Thoriums aus dem Schlamm dürfte wegen der Materialfrage auf Schwierigkeiten stossen. Während bei den Methoden 2 und 3 grosse Mengen an Fluoriden benötigt werden, wird bei der ersten Methode dagegen nur soviel NaF angewandt, dass etwa 85-90 % des Ca entfernt werden.

Es wurde daher Folgendes festgelegt:

In halbertechnischen Masstabe wird Schaller sofort Versuche nach der Methode 1 durchführen. Die Verfällung bereitet technisch keinerlei Schwierigkeiten, zumal die Belegschaft bereits gut eingearbeitet ist.

Der anfallende, noch geringe Mengen Co enthaltende Fe-Thorium-Schlamm wird von Huber in der Weise halbertechnisch aufgearbeitet, dass er nach Lösung in Salpetersäure mit Oxalsäure versetzt wird, wobei die freiwerdende Säure gleichzeitig soweit mit Soda neutralisiert wird, so dass das Cobalt mit dem Thorium zusammen als Oxalat ausgefällt wird. Die Oxalate von Co und Thorium werden mit $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaOH}$ zu Hydrokarbonaten verkocht, die nach Filtration und Auswaschung direkt wieder verwandt werden können. Die Versuche müssen so schnell wie möglich durchgeführt werden, damit nach Ostern die Brauchbarkeit der Methode einwandfrei feststeht. Es soll gleichzeitig auch dabei geprüft werden, wie die Oxalsäure bei dem Verfahren wiedergewonnen werden kann.

Die einzigen Bedenken gegen die direkte Wiederverwendung der gereinigten Co-Lösung bestehen lediglich

noch in der Co-Konzentrationsfrage. Bei der Fällung hat die Nitratlösung eine Konzentration von ca 40 g Co/l. So lange noch Frischmetall verarbeitet wird, wird es voraussichtlich möglich sein, in den Einstellbehältern durch geeignetes Zusammenmischen von Frischlösung und regenerierter Lösung die gewünschte Co-Konzentration zu erreichen.

Allgemein :

Schaller und Klein werden noch im Laufe der Woche schriftl. festlegen, welche Apparaturen und Umbauten noch erforderlich sind, um die Leistung der Katorfabrik auf 50 Kübel/Monat zu bringen.

Bdr.: Ma.
W.
Pi.
Asb.
Koe.
Hu.
Scha.