000546

3445 — 30/5.01 — 22

Cobalt and Thorium

Recovery

B29

Kobaltverluste über der Kontaktauflösung

an Kobaltverlusten aus dem Bisulfauflösungsbetrieb ~~kommen die~~ auf 3 Ursachen zurückzuführen.

1) chemische
2) technische
3) physikalische

Der ~~[illegible]~~ [illegible] Verlust [illegible] gemäß 1 u. 2 nur in untergeordneter Bedeutung zu sein. Letzteres durch unvollkommene oder fehlerhafte Wartung der Apparate [illegible] der Filterpressen [illegible] [illegible] der Tränkung der [illegible] [illegible] Kobaltlauge gebrauchte und [illegible] Verunreinigungen nicht [illegible] [illegible] Abwässer [illegible]. Zu keiner Möglichkeit für Aufbereitung der Abwässer besteht für solche Kobaltlaugen zur Verhinderung von Kobaltverlusten. Beim Auskochen der Pressenkuchen durch Kobaltlösungen ist in der Abscheidung [illegible] wird nicht [illegible] Vorgängen [illegible] dass die [illegible] gewaschen [illegible], so ~~wird durch [illegible] Kobalt [illegible] [illegible] [illegible] Abwässer geführt.~~

Für Verwendung der [illegible] für Geli ist nicht [illegible] durch ~~Wiederaufbereitung der Abwässer [illegible] [illegible] [illegible] [illegible]~~ größere Verluste vermieden werden.

Es bleiben also [illegible] nur kleine konstituierbare Verluste, und zwar die durch

Katorfabrik

Fällung und alkal. Filtration

Kieselgurwagen Nr. 18944

Staubzusatz je Presse 50 cm

000548

Zeit	Chargen-Nr. lfd. Nr.	Chargen-Nr. pro Tag	Fällbehälter Nr.	Presse Nr.	Presse filtrierte Chargen	Fäll- u. Pumpzeit in Min.	Rührdauer vor nach Ksg.-Zus.	Waschzeit Min.	Waschzeit ccm n/10 Säure	Nitrat-Lösung Einstellg. Nr.	Nitrat-Lösung Behält. Nr.	Soda-Lösung Einstellg. Nr.	Soda-Lösung Behält. Nr.	Nitratlösung l/Charge	Sodalösung l/Charge	Kiesel. gur netto	Bemerkungen
12 45	18917	41	I	1	1001	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	12 45	[illegible]	/	/	300	300	44	18941 begonnen
12 55	18955	42	II		1006	4	45							275	275	44	18941 begonnen
12 05	18969	43	I	5	1011	4	8							300	300	44	um 12 25 fertig
12 15	18980	44	II	6	1021	4	45							275	275	44	Entleerung
12 25	18101	45	I	6	1023	4	45							300	300	44	
12 35	18102	46	II			4	45							275	275	44	Umrammer-
12 40	18112	47	I	4	1024	4	5							300	300	44	Band um
12 50	18164	48	II			4	45							275	275	44	4 Uhr
12 00	18165	49	I	5	1031	4	45							300	300	44	6 Fm 46,50 m³
12 10	18166	50	II	5	1032	4	45							275	275	44	Soda 10,5

Datum: 22.4.41 Schicht: — Namen: [illegible] Vorarbeiter: Kidding

Kt/B 30 je 100 Bl 2 41 Ka 1948 – G/0746

gute Überwachung auf ein Minimum herabgemindert werden können. Die Größenordnung dieser Verluste kann kaum geschätzt oder bestimmt werden.

Verluste durch jugendliche Einbrüche [illegible] ereignen, z.B. Unfälle [illegible] Rohrleitung, Brennen [illegible] bestimmt werden.

Kurz überreichte Lehrlinge [illegible] [illegible] der [illegible] der [illegible] [illegible] Temperatur und [illegible] Jedoch [illegible] [illegible]

[illegible] der [illegible] der [illegible] Nomenklatur [illegible] [illegible] Betrieb von einem [illegible] herausstellt, beziehen sich der Grund von diesen

Katorfabrik

Fällung und alkal. Filtration

Kieselgurwagen Nr. [illegible]

Staubzusatz je Presse 50 cm

Zeit	Chargen-Nr. lfd. Nr.	Chargen-Nr. pro Tag	Fäll-behälter Nr.	Presse Nr.	Presse filtrierte Chargen	Fäll- u. Pumpzeit in Min.	Rührdauer vor nach Ksg.-Zus.	Waschzeit Min.	Waschzeit ccm n/10 Säure	Nitrat-Lösung Einstellg. Nr.	Nitrat-Lösung Behält. Nr.	Soda-Lösung Einstellg. Nr.	Soda-Lösung Behält. Nr.	Nitrat-lösung l/Charge	Soda-lösung l/Charge	Kiesel-gur netto	Bemerkungen
																	000550

Datum: [illegible] Schicht: [illegible] Namen: [illegible] Vorarbeiter: [illegible]

Kt/B 30 je 100 Bl 2 41 Ka 1948 - G/0746

Alle sehr. Dies ~~[illegible]~~ Albumen wird kontrolliert durch den Apparat. Das Gerät zeigt den pH-Wert im Milieu an. Der Alkalichlorgehalt des Albumens wird festgestellt und der pH-Wert kontrolliert. Die pH-Werte schwanken zwischen 8,0 und 9,5. Man hofft, daß es ebenso wie bei Hühnereiern, daß dann mit Wasser zu verdünnende Albumin nicht mehr nötig ist, um restlos alles Kohlenstoff zu filtern. [illegible] wurde das Pulver des Albumens zum Trocken erhitzt so fällt dann dann ein Teil des bei [illegible] Temperatur in wasserunlösliche Form gebracht. Es wird [illegible] Albumin wegen in der [illegible] Lösung Albumin [illegible] ~~[illegible]~~ [illegible] Die [illegible] wurden [illegible] folgende Versuche angestellt [illegible] die Spritzenwirkung [illegible] der [illegible] Albumen bestimmt werden, als die [illegible] um ein völlig [illegible] Albumen zu bekommen.

Katorfabrik

Fällung und alkal. Filtration

Kieselgurwagen Nr. [illegible]

Staubzusatz je Presse [illegible] cm

Zeit	Chargen-Nr. lfd. Nr.	Chargen-Nr. pro Tag	Fäll-behälter Nr.	Presse Nr.	Presse filtrierte Chargen	Fäll- u. Pump zeit in Min.	Rührdauer vor nach Ksg.-Zus.	Waschzeit Min.	Waschzeit ccm n/10 Säure	Nitrat-Lösung Einstellg. Nr.	Nitrat-Lösung Behält. Nr.	Soda-Lösung Einstellg. Nr.	Soda-Lösung Behält. Nr.	Nitrat-lösung l. Charge	Soda-lösung l. Charge	Kiesel. gur netto	Bemerkungen
																	000552

Datum: _____ Schicht: _____ Namen: _____ Vorarbeiter: [illegible]

Kt/B 30 je 100 Bl 2 41 Ka 1948 - G.0746

200 cm² Auffüllung der Tabelle [illegible]
wurde und sechsfachen Dungen abwechs-
lung versucht und so gerade die Kon-
zentration von NaOH festgestellt, bei
gleichbleibender Temperatur durch eine Tabelle über
Auffüllung der Lo aus der Lösung berechnet.
Für 200 cm³ durch Auffüllung wurden
0.144 g NaOH dafür verbraucht. Da aus Kontrol-
versuchen die [illegible] Reduzierung festgestellt
ist, ohne 25 cm³ Lösung, so wurden dafür
115 g NaOH gebraucht. [illegible] Eingen
und 21 Bestimmungen gerechnet werden, [illegible]
es wurden pro Tag 16 bis 20 NaOH und pro
Monat 48 bis gebraucht. Nach [illegible] Lösungen
Werten 5.45 [illegible], wobei [illegible]
Mischungsverhältnis [illegible] 95 00 [illegible]
[illegible] Kosten.

Die [illegible] angestellt, [illegible]
ein Teil [illegible] wenn die
Auffüllung zu [illegible] wird, dann
Verbrauch von 60 [illegible]
der Auffüllung [illegible]. Die zum Trocken
entnommene Auffüllung beträgt vor Beginn
Auffüllung der Lo [illegible] NaOH [illegible]
[illegible] für 200 cm³ 0.288 g, ~~0.144~~ für

Katorfabrik

Fällung und alkal. Filtration

Kieselgurwagen Nr. [illegible]

Staubzusatz je Presse [illegible] cm

Zeit	Chargen-Nr. lfd. Nr.	Chargen-Nr. pro Tag	Fäll-behälter Nr.	Presse Nr.	Presse filtrierte Chargen	Fäll- u. Pump zeit in Min.	Rührdauer vor nach Ksg.-Zus.	Waschzeit Min.	Waschzeit ccm n/10 Säure	Nitrat-Lösung Einstellg. Nr.	Nitrat-Lösung Behält. Nr.	Soda-Lösung Einstellg. Nr.	Soda-Lösung Behält. Nr.	Nitrat-lösung l/Charge	Soda-lösung l/Charge	Kiesel-gur netto	Bemerkungen
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]			[illegible]	[illegible]	[illegible]	
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]								[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]								[illegible]
	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]								[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]								
	[illegible]	[illegible]	[illegible]														[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]														[illegible]
	[illegible]	[illegible]	[illegible]														[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]														
	[illegible]	[illegible]	[illegible]														[illegible]
																	[illegible]
																	000554

Datum: [illegible] Schicht: Namen: [illegible] Vorarbeiter: [illegible]

Kt/B 30 je 100 Bl 2 41 Ka 1948 – G/0746

Katorfabrik

Fällung und alkal. Filtration

Kieselgurwagen Nr. ____

Staubzusatz je Presse ____ cm

Zeit	Chargen-Nr. lfd. Nr.	Chargen-Nr. pro Tag	Fäll-behälter Nr.	Presse Nr.	Presse filtrierte Chargen	Fäll- u. Pump zeit in Min.	Rührdauer vor nach Ksg.-Zus.	Waschzeit Min.	Waschzeit ccm n/10 Säure	Nitrat-Lösung Einstellg. Nr.	Nitrat-Lösung Behält. Nr.	Soda-Lösung Einstellg. Nr.	Soda-Lösung Behält. Nr.	Nitrat-lösung l/Charge	Soda-lösung l/Charge	Kiesel. gur netto	Bemerkungen
																	000556

Datum: 22.4.41 Schicht: III Namen: [illegible] Vorarbeiter: [illegible]

KSI® 30 x 100 Bl 2 41 Ka 1948 - G/0746

Katorfabrik

Fällung und alkal. Filtration

Kieselgurwagen Nr. [illegible]

Staubzusatz je Presse _____ cm

Zeit	Chargen-Nr. lfd. Nr.	Chargen-Nr. pro Tag	Fällbehälter Nr.	Presse Nr.	Presse filtrierte Chargen	Fäll- u. Pumpzeit in Min.	Rührdauer vor nach Ksg.-Zus.	Waschzeit Min.	Waschzeit ccm n/10 Säure	Nitrat-Lösung Einstellg. Nr.	Nitrat-Lösung Behält. Nr.	Soda-Lösung Einstellg. Nr.	Soda-Lösung Behält. Nr.	Nitratlösung l/Charge	Sodalösung l/Charge	Kiesel. gur netto	Bemerkungen
4 00	68253	132		8	48	3	50	25	[illegible]					[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
4 00	68254	138	32		51	4	45										[illegible]
4 15	68255	139	1	5	49	[illegible]	[illegible]	25	40								[illegible]
4 25	68256	140	2		52	[illegible]	[illegible]										[illegible]
4 35	68257	141	4	0	235	[illegible]	[illegible]	25	[illegible]								[illegible]
4 35	68258	142	3			[illegible]	[illegible]										[illegible]
4 55	68259	143	1	7	507	[illegible]	[illegible]	25	[illegible]								[illegible]
4 55	68260	144	3			[illegible]	[illegible]										[illegible]
5 15	68261	145		8	40	[illegible]	[illegible]	25	[illegible]					400	200	123	[illegible]
5 25	68262	146	3		553	[illegible]	[illegible]										[illegible]
5 35	68263	147	1	5	346	[illegible]	[illegible]	25	42								[illegible]
5 35	68264	148	3		434	[illegible]	[illegible]										[illegible]
5 50	68265	149	1	0	251	[illegible]	[illegible]	25	[illegible]								[illegible]
5 50	68266	150	503			4	[illegible]										
																	[illegible]
																	[illegible]
																	000558

Datum: 22. 4. 47 Schicht: II Namen: [illegible] Vorarbeiter: [illegible]

KG/M 30 je 100 Bl Z 41 Ka 1948 - G/0746

Katorfabrik

Fällung und alkal. Filtration

Kieselgurwagen Nr. [illegible]

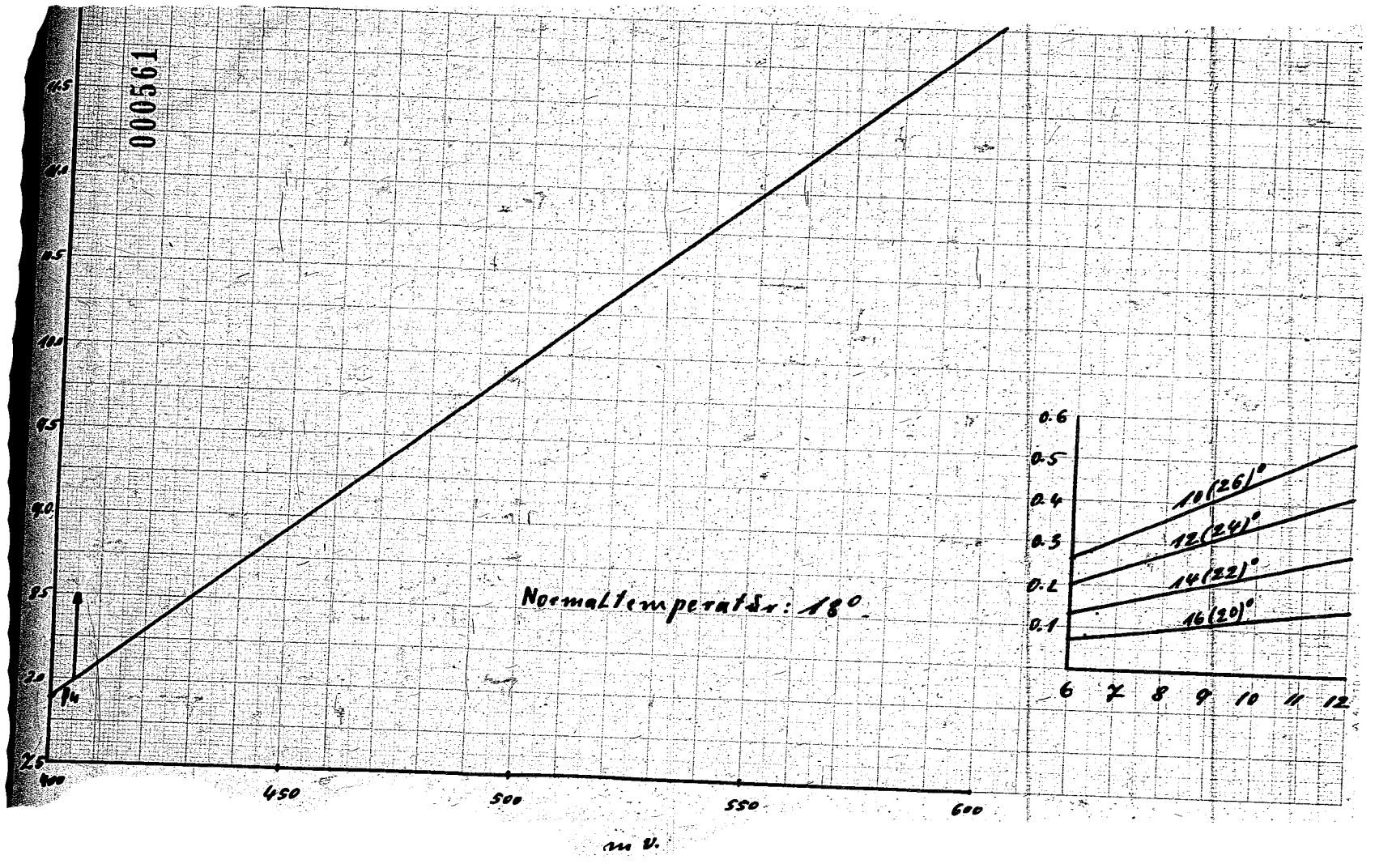
Staubzusatz je Presse 30 cm

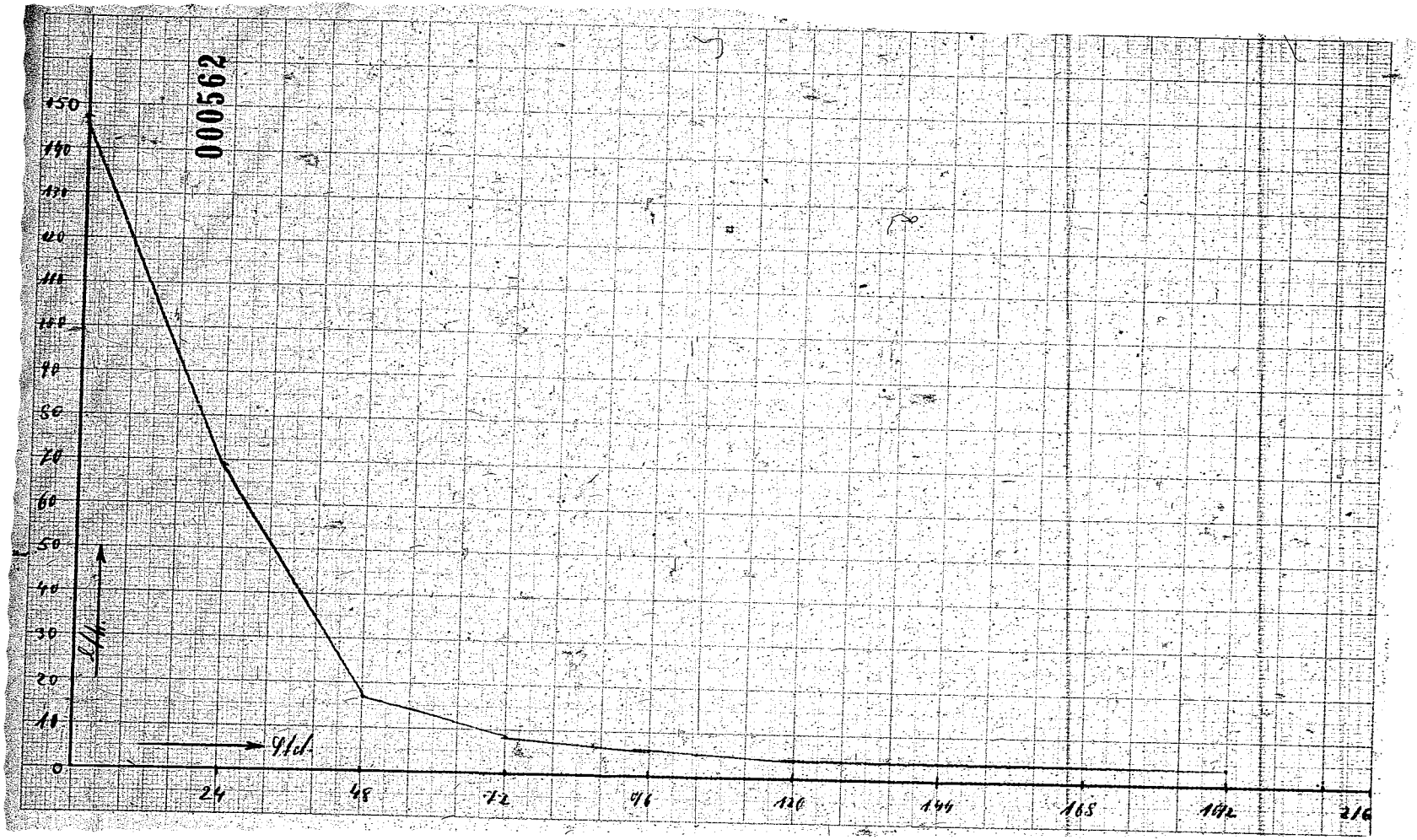
Zeit	Chargen-Nr. lfd. Nr.	Chargen-Nr. pro Tag	Fäll-behälter Nr.	Presse Nr.	Presse filtrierte Chargen	Fäll- u. Pumpzeit in Min.	Rührdauer vor nach Ksg.-Zus.	Waschzeit Min.	Waschzeit ccm n/10 Säure	Nitrat-Lösung Einstellg. Nr.	Nitrat-Lösung Behält. Nr.	Soda-Lösung Einstellg. Nr.	Soda-Lösung Behält. Nr.	Nitrat-lösung l/Charge	Soda-lösung l/Charge	Kiesel-gur netto	Bemerkungen
8 35	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
8 35	68268	2	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
7 35	68269	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
7 35	68270	4	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
7 35	68271	5	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
7 35	68272	6	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
7 50	68273	7	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
7 50	68274	8	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
8 05	68275	9	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
8 05	68276	10	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
8 20	68277	11	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
8 20	68278	12	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
8 35	68279	13	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
8 35	68280	14	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
8 50	68281	15	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
8 50	68282	16	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
9 05	68283	17	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
9 05	68284	18	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
9 20	68285	19	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
9 20	68286	20	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]

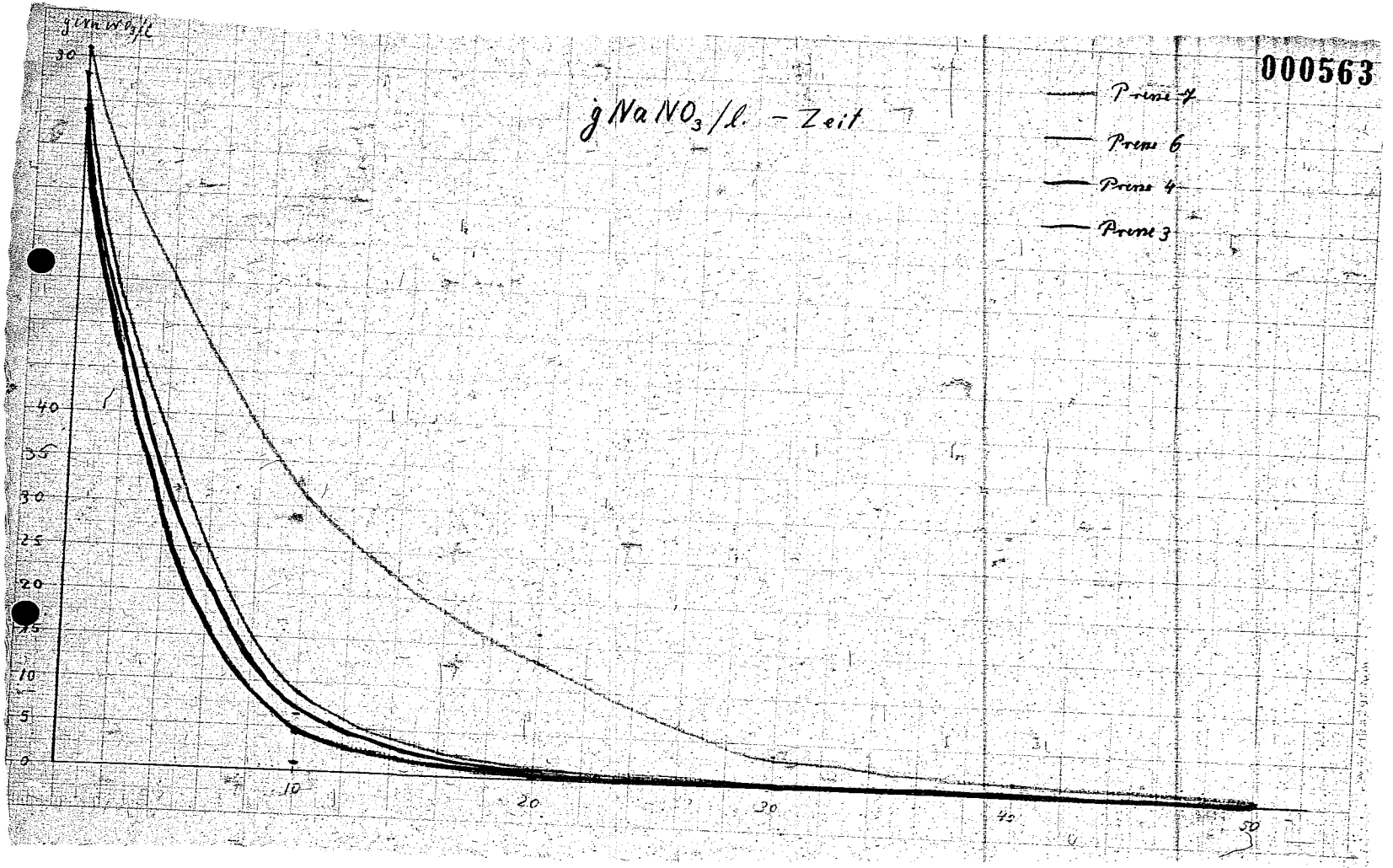
000560

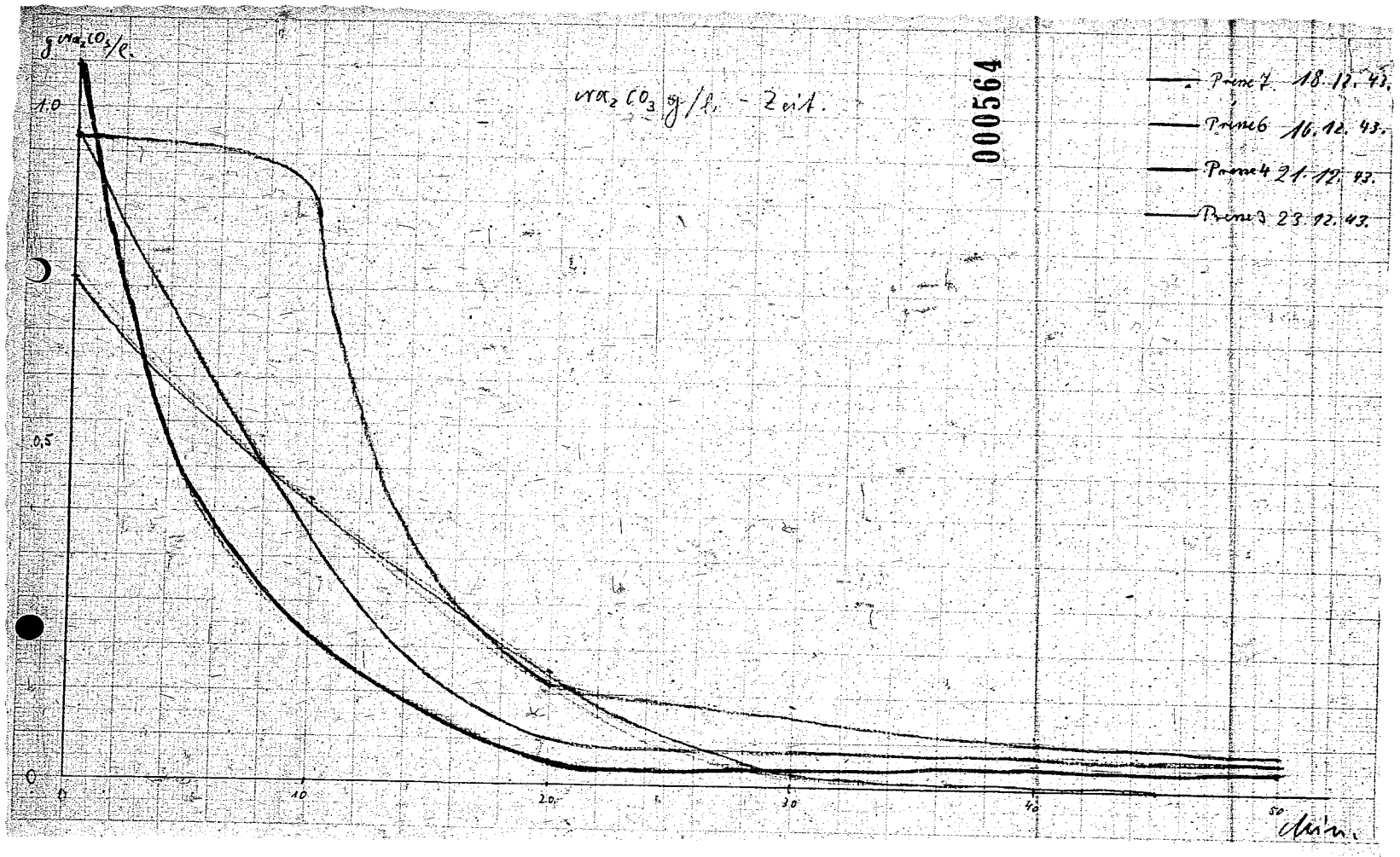
Datum: 23.4.41. Schicht: 2 Namen: [illegible] Vorarbeiter: [illegible]

KS/m 30 m 100 Bl 2 41 Ka 1948 - G/0746

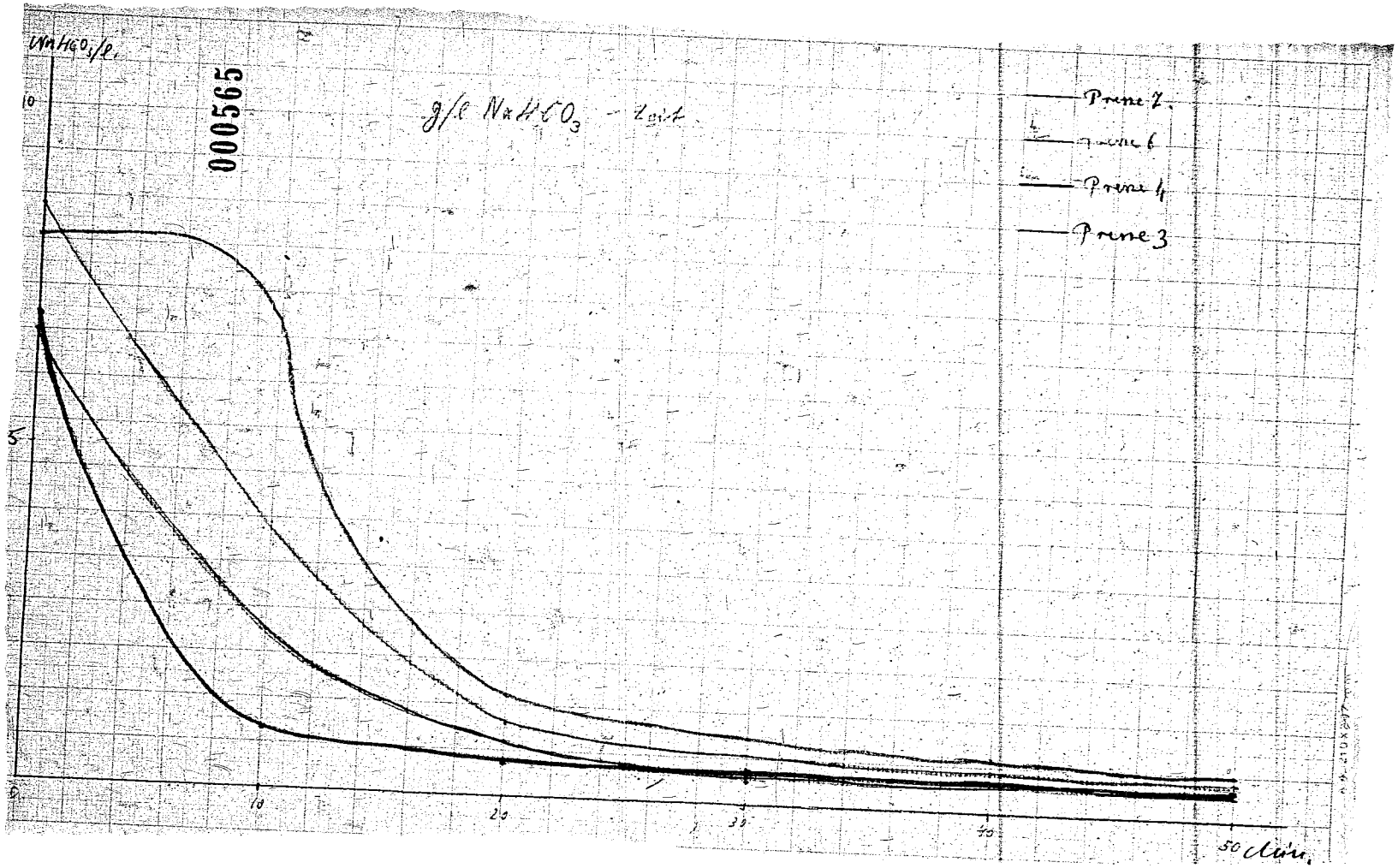

12.5
11.0
10.5
10.0
9.5
9.0
8.5
8.0
7.5
14
400
450
500
550
600
mV.
Normaltemperatur: 18°
0.6
0.5
0.4
0.3
0.2
0.1
10(26)°
12(24)°
14(22)°
16(20)°
6
7
8
9
10
11
12

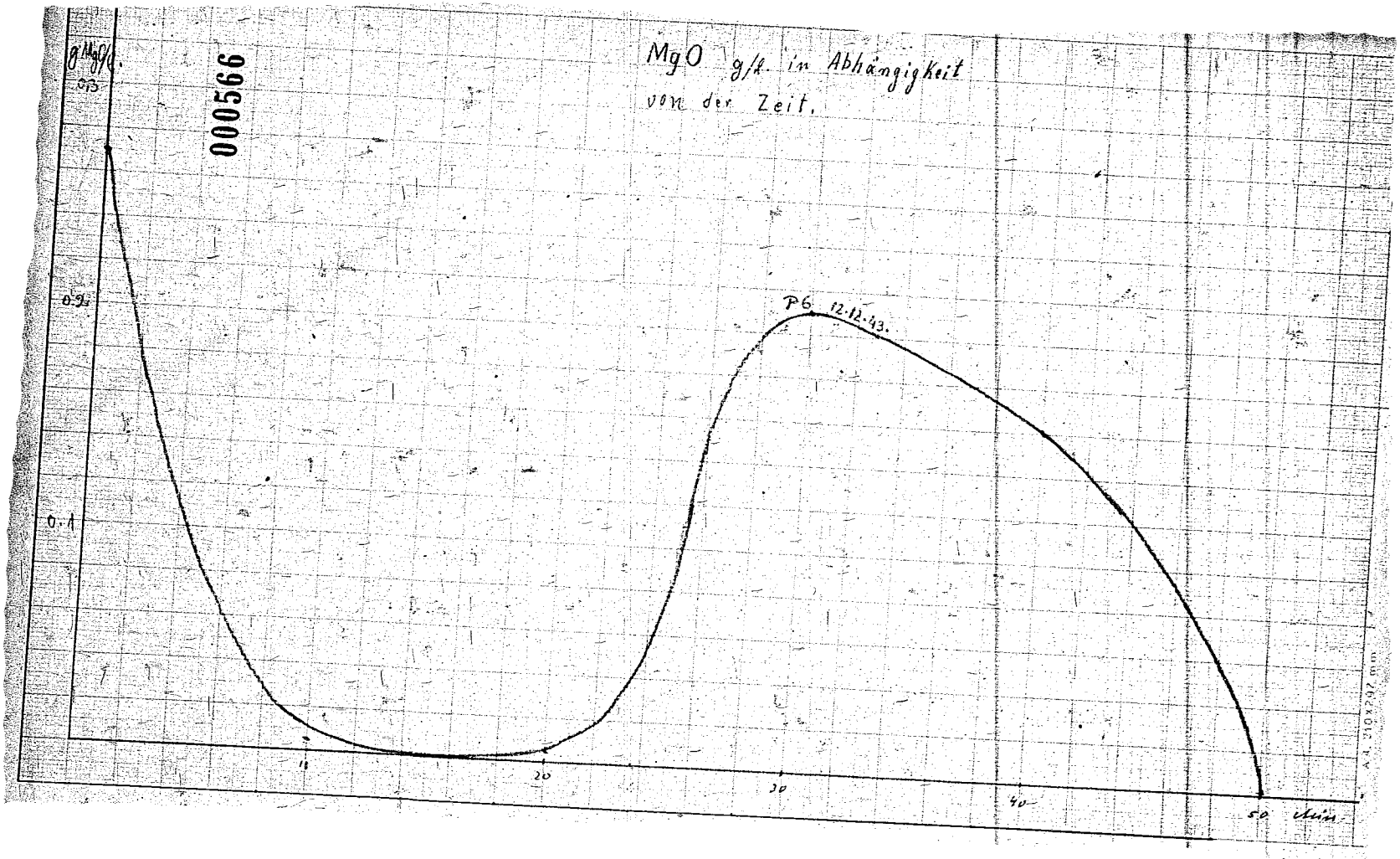

000562
150
140
130
120
110
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
24
48
72
96
120
144
168
192
216


g NaNO3/l. - Zeit
Probe 7
Probe 6
Probe 4
Probe 3
g NaNO3/l
50
45
40
35
30
25
20
15
10
5
0
10
20
30
40
50


g Na_2CO_3/l.
1.0
0.5
0
10
20
30
40
50
min.
Na_2CO_3 g/l. - Zeit.
Prime 7. 18. 12. 43.
Prime 6 16. 12. 43.
Prime 4 21. 12. 43.
Prime 3 23. 12. 43.

000564


000565
NaHCO3/l.
g/l NaHCO3 - Zeit
Probe 7
Probe 6
Probe 4
Probe 3
10
5
0
10
20
30
40
50 Min.


MgO g/l. in Abhängigkeit
von der Zeit.
g MgO/l.
0.3
0.2
0.1
P6 12.12.43.
10
20
30
40
50 min.

[illegible]

Versuche mit Filtraten der Entwässerungsschlammpressen in der Wanne Lösung

In einem früheren Bericht habe ich dargelegt, unter welchen Bedingungen [illegible] Störungen in der Katerfabrik vorgekommen waren, [illegible] auf den vorhandenen Gerüchen. Ich hatte [illegible] diesbezüglich [illegible] und gefunden, dass mit kontinuierlich [illegible] Zusatz der Firma [illegible], welches mit einer [illegible] gegen eine [illegible] arbeiten, besonders bequem in der Weise verfahren der Entwässerungsschlammpressen in der Wanne Lösung [illegible] werden kann. Diese Abwässer werden nicht in den Klärbecken gefüllt, um keine [illegible] Schlammbunkerwelle, die durch die [illegible] hindurchgehen, abgetrennt zu lassen, sondern sofort in die Kläranlage geleitet. Es [illegible] eine [illegible] die Möglichkeit, etwa [illegible] zu lassen [illegible] durch Zusatz von Alkalien im Überlauf [illegible] Es war [illegible] eine [illegible] Kontrolle der Wirkungsgrade der Abwässer besonders wichtig. Eine [illegible] Apparatur war [illegible] [illegible] mit einer Kontrolle im [illegible] [illegible] werden. Für den Langzeitversuch wurde eine [illegible] [illegible] [illegible] Versuchsanordnung für die eigentliche Messung wurde [illegible] [illegible] Versuchsdauer [illegible] Nachanalysen werden [illegible]

[illegible]

Infolge der durch Feindeinwirkung bedingten Störungen, war es mir nicht möglich zu überprüfen, wieviel Kobalt nun effektiv auf diesem Wege aus der Katorfabrik herausgeschleust wird.

Das Schaubild 1 zeigt das Absinken der Durchgangsmenge durch die Filtereinrichtungen mit der Zeit.

Die pH-Werte des Abwassers wurden während eines Monats beobachtet. Die schwankten zwischen 8,8 und 9,9 .

Dieses Schwanken ist darauf zurückzuführen, dass die Fällung des zur Auswaschung der Kieselgurpressen verwendeten Waschwassers nicht immer gleichartig geschieht. Je nach vorhandener Menge wird einmal mit Sodalösung, welche 104 g im Liter erhält, oder mit fester Soda gefällt, um die Volumina der Wässer klein zu halten. Als Kriterium gilt Phenolphthalein-Alkalität. Es ist klar, dass bei einem solchen Verfahren nicht immer die gleichen Mengen in Anwendung kommen, und daher die Alkalität schwankt.

Nachdem nun nachgewiesen war, dass das filtrierte Abwasser stets alkalisch war, wurde nunmehr das klarfiltrierte Abwasser selbst untersucht. Es liess sich stets darin noch Kobalt nachweisen und zwar Mengen bis zu 20 mg im Liter. Da ein Waschwasserbottich etwa 28 m^3 enthält, in 24 Std. bei vollem Betrieb aber 21 Bottiche anfallen, so gehen mit dem klaren Filtrat 330 kg Kobalt im Monat verloren, die auch in einem Klärbecken nicht festgehalten werden könnten.

In den letzten Betriebsmonaten ist jedoch eine geschicktere Ausnutzung des Waschwassers angewendet worden. Durch mehrmalige Ausnutzung wurde eine höhere Konzentration an Kobalt erreicht. Ausserdem konnte durch diese Massnahme der Anfall des Waschwassers überhaupt um 50 % (ca.) gesenkt werden. (Vorschlag Feller) Bei vollem Betrieb fallen nunmehr nur noch ca. 10 Waschwasserbottiche täglich an. Somit kann man auch die Verlustmenge an gelöstem Kobalt auf 50 % ansetzen, also nicht mehr 330 kg, sondern 165 kg. Die Versuche wurden jedoch bei der alten Fahrweise angestellt.

Das im Abwasser verbliebe Kobalt wird gewöhnlich als Hydrokarbonat angesehen und ist demnach molekular gelöst. Ich erachtete es für richt nachzuprüfen ob das wirklich der Fall ist. Zu dieser Untersuchung ste te ich mir geeignete Kolloidfilter her, was nach einigen Versuchen auch befriedigend gelang, und schickte das klarfiltrierte Abwasser hindurch. Das Ergebnis bestätigt die Annahme, dass das Kobalt im Abwasser molekular gelöst ist. Es gelang nur auf dem Kolloidfilter Eisenhydroxy festzuhalten, dass also offenbar kolloid gelöst war, während in dem "Ultrafiltrat" die Kobaltkonzentration nur um einen innerhalb der Fel

lergrenze der Analysenmethode liegende Betrag angenommen hatte. Die folgenden Versuche sollte die Bedingungen aufklären, unter denen man dieses restliche gelöste Kobalt aus dem Abwasser abscheiden kann. Es wurde zunächst festgestellt, dass beim Erhitzen auf Kochtemperatur aus dem Abwasser ein Niederschlag von Kobalthydroxyd ausgefällt. Das heisst: Da beim Erhitzen auf Siedetemperatur das Karbonat- Bikarbonat-Gleichgewicht zur Karbonatseite hinverschoben wird, fällt nunmehr Kobalt als Karbonat aus. Im pH-Wert zeigt sich das an, indem der Wert von z.B. 8,1 auf 9,4 ansteigt. Es wurde nun versucht, zu ermitteln, ob nicht schon niedere Temperaturen als Siedetemperaturen genügen, was jedoch nicht der Fall ist. Wird die Siedetemperatur nicht erreicht, so bewirken nachträglich angewendete höhere Temperaturen weitere Ausfällung.

Für den Betrieb würde das bedeuten, dass die Ausfällung des Abwassers bei Siedetemperatur zu geschehen hat, wie es andernorts auch betrieben wird. Da bei uns die technischen Mittel dafür nicht vorhanden sind, muss davon abgesehen werden.

Wird nun zu ausgekochtem Abwasser Alkali zugesetzt, so fällt erneut Kobalthydroxyd aus. Damit ist bewiesen, dass die angewendete Fällmethode auch bei Heissfällung nicht ausreichend ist. Durch Betriebsversuche wurde zunächst ermittelt, wie hoch der pH-Wert sein muss, damit sicher kein Kobalt in gelöster Form mehr verloren gehen kann. Diese Versuche werden mit Ätzkali durchgeführt, da Ätznatron nicht zur Verfügung stand. Ein Kollicht mit Abwasser, welches mit Soda auf den pH-Wert 9,1 gebracht worden war und der 28 m^3 enthielt, wurde mit steigenden Mengen Ätzkali versetzt und der pH-Wert und die Kobaltkonzentration bestimmt. Die pH-Messungen wurden mit einem elektrisch arbeitenden Gerät ausgeführt. Die untenstehende Tabelle, sowie das Schaubild 2 geben die Ergebnisse wieder.

Versuch Nr.	kg KOH	pH-Wert	mg gelöstes Kobalt im Liter Abwasser
1	0	9,1	11,2
2	2o	9,2	6,4
3	4o	9,8	3,2
4	6o	1o,8	0,o
5	8o	12,8	0,o

Temperatur 24° C.

Bei einem pH-Wert von 10,8 und 60 kg KOH-Zusatz war also das Filtrat erst kobaltfrei. (Umgerechnet auf NaOH 45 kg)

Wie sich durch weitere Versuche ergab genügt vielfach ein Zusatz von 30 kg KOH. Da aber die Menge in den Bottichen schwankt, so wurde aus Sicherheitsgründen bei einem Zusatz von 60 kg geblieben.

Durch Laboratoriumsversuche konnte festgestellt werden, dass die notwendige Alkalimenge sich um 3 verringert, wenn nach dem Sodazusatz bis zur Phenolphthalein-Alkalität auf Siedehitze gebracht wird.

Eine Beobachtung die bei diesen Versuchen gemacht werden konnte, war die, dass mit steigendem Alkalizusatz die Farbe des Niederschlages nach Violett vertieft wird, was auf eine grössere Aggregation der Teilchen, also ein Dichterwerden des Niederschlages hindeutet.

Es war oben schon angedeutet worden, dass bei der jetzt angewendeten Fällmethode sehr kleine Teilchen entstehen, die zum Teil durch die Filtertücher hindurchgehen. Da, wie nachgewiesen wurde, die Fällung aber unvollständig ist, darf es nicht überraschen, wenn sehr kleine Teilchen entstehen; ist doch unvollständige Fällung geradezu eine klassische Methode zur Herstellung sehr feiner Niederschläge und kolloider Lösungen. Schon aus diesem Grunde würde eine Fällung nicht nur bis zur Phenolphthalein-Alkalität sondern darüber hinaus bis zu einem pH-Wert von 10,8 zu empfehlen sein.

Wenn nach der neuen Betriebsweise bei vollem Betrieb etwa 30 Waschwasserbottiche anfallen, so würden pro Tag 450 kg NaOH oder pro Monat 13,5 t NaOH verbraucht oder 30 t 45 %ige Lauge um günstigenfalls 300 kg Kobalt zu gewinnen, wenn man annimmt, dass durch das Gröbertertücher hindurchgehen würde.

Theoretisch muss jedoch bei entsprechendem Mehrverbrauch ein ausreichender pH-Wert auch mit Soda zu erreichen sein. Die gefällten Waschwässer hatten bisher einen Säuregrad von pH = 9,1. Eine Sodalösung mit 104 g Soda im Liter zeigt aber erst einen pH-Wert von 11,5. Der Mehrverbrauch würde also erheblich sein, bis man zu einem Wert von 10,8 käme. Infolge der Störungen konnten Versuche hierüber nicht gemacht werden. Demgemäss steht die Feststellung noch aus, ob es empfehlenswerter ist, mit Soda bis zu Phenolphthalein-Alkalität und anschliessend mit Ätznatron bis zum pH-Wert von 10,8 oder aber nur mit Soda bis zu diesem Wert zu fällen.

Zusammenfassung.

000571

Eine Einrichtung zur dauernden Kontrollen des pH-Wertes der Waschabwässer in der neuen Lösung wird beschrieben. Mit diesem Gerät wurde festgestellt, dass die Abwässer dauernd Phenolphthalein-Alkalität haben. Es wurde nachgewiesen, dass im Abwasser Kobalt sowohl in gelöster Form als auch in ungelöster Form enthalten ist. Um Verluste an gelöstem Kobalt zu vermeiden, reicht Phenophthalein-Alkalität nicht aus. Erst bei einem Wert von pH = 10,8 ist sicher kein Kobalt mehr in gelöster Form vorhanden. Die hierfür nötige Menge an Alkali verringert sich um 1/3 wenn die Fällung mit Soda bei Siedehitze vorgenommen wird.

Wegen der unvollständigen Fällung ist der Niederschlag von Kobaltkarbonat sehr fein, er vergröbert sich bei zunehmendem pH-Wert. Ob eine vollständige Fällung in der Kälte bei entsprechendem Mehrverbrauch auch mit Soda allein zu erreichen ist, konnte noch nicht geklärt werden.

Im klarfiltrierten Abwasser konnte kolloiden Eisen nachgewiesen werden

2.) Versuche zur Eisen-Thoriumtrennung bei der Kontaktregenerierung.

Gelegentlich einiger orientierender Versuche war festgestellt worden, dass unter geeigneten Bedingungen aus den rohen Kontaktlösungen, d.h. solchen die noch Eisen und Thorium nebeneinander sowie Kalk enthalten, Eisen und Thorium durch Aluminium verdrängt werden können. Die Rohlösungen enthalten für gewöhnlich ca. 15 g freie Salpetersäure im Liter. Mittels Sodalösung wurde der Gehalt an freier Säure auf 2 - 3 g im Liter gebracht. Bei weitergehender Neutralisierung bleibt die Lösung nicht mehr klar. Eine so verbreitete Lösung wurde mit Aluminiumhydroxyd versetzt, welches durch Fällung von Aluminiumsulfat bei Siedehitze mit Sodalösung und anschliessender Auswaschung gewonnen worden war. Der aus 250 g $Al(OH)_3 \cdot 9H_2O$ gewonnene Niederschlag wurde mit 1,7 Liter Rohlösung, die 8,3 g freie Säure im Liter hatte, 4 Stunden bei 20°C gerührt. Nach dieser Zeit war Eisen sowie Thorium aus der Lösung völlig verschwunden und die entsprechende Menge Aluminium in Lösung gegangen. Daraufhin schien es mir lohnenswert zu untersuchen, ob mittels Thoriumhydroxyd das Eisen oder aber durch Eisenhydroxyd das Thorium in genügender Masse aus der Lösung herausgedrückt werden kann.

Zunächst wurde ganz analog wie bei obenbeschriebenem Versuch mit Aluminiumhydroxyd verfahren. Es wurde Eisenhydroxyd hergestellt und dieses der Rohlösung zugesetzt. Es wurde festgestellt, dass der Austausch ein starke temperaturabhängige Reaktion ist.

Weitere Ergebnisse konnten bisher nicht erzielt werden, da wegen betrieblicher Arbeiten und Störungen die Versuche unterbrochen werden mussten.

3.) Versuche zur Filtrierbarkeit von Karbonatschlämmen.

Die von der Bettenelung der Kontakt-Trockenanlage herrührenden Schlämme von Kontaktstaub sowie Trübläufe von Waschpressen werden in Lösegefässen mit Salpetersäure wieder aufgelöst. Dabei zeigte sich, dass ein langandauerndes Erhitzen in den Lösegefässen, in denen gleichzeitig gerührt wird, für die anschliessende Filtration sehr schädlich ist. Es wurde die Vermutung ausgesprochen, dass durch die langandauernde Säureeinwirkung bei Siedehitze Kieselsäure der Gur aufgeschlossen wird, die dann im Gel-Zustand die Filter verklebt.

Um dieser Schwierigkeit zu begegnen, wurden schon in letzter Zeit die Schlämme nur kurz gelöst, filtriert und anschliessend durch Eindampfen konzentriert. Trotz des nun notwendigen Zurückpumpens in das Lösee- und Eindampfgefäss stellte sich eine erhebliche Zeitersparnis, die bis zu 2o Std. betrug, heraus. (Vorschlag Müller)

Es sollte in Modellversuchen ermittelt werden, ob wirklich die Kieselsäure die Ursache für diese Erscheinung ist.

1,4 Liter dieses Karbonatschlammes wurden mit 11o cm³ konz. Salpetersäure langsam in der Kälte versetzt. Die Hälfte der unklaren Lösung wurde auf Kochtemperatur gebracht und eine Std. lang gerührt. Das verdampfende Wasser wurde ersetzt. Nach 5o Min. wurden weitere 3o cm³ konz. Salpetersäure zugegeben und noch 1o Min. lang erhitzt. Die Reinne Lösung wurde auf einer Nutsche von 12 cm ⌀ bei 57o mm Hg. durch ein Papierfilter filtriert. Die Filtration ging schnell und dauerte 2o Min. Anschliessend wurde ausgewaschen. Vom kalten Waschwasser filtrierten pro Min. 32 cm³ durch. Der Rückstand auf der Nutsche wurde auf Kobalt untersucht. Die Untersuchung verlief negativ.

Die andere Hälfte der ursprünglichen Lösung wurde 2o Std. lang auf Kochtemperatur gehalten und mit dem gleichen Rührwerk gerührt. Verdampfendes Wasser wurde auch hier ersetzt und nach Ablauf von 19 Std. noch 3o cm³ konz. Salpetersäure zugesetzt. Die heisse Lösung wurde nach 2o Std. ebenfalls bei 57o mm Hg. und auf der gleichen Nutsche von 12 cm ⌀ durch ein Papierfilter gleicher Qualität filtriert. Die Filtration ging sehr langsam und nahm 5 Std. in Anspruch. Bei der anschliessenden kalten Auswaschung filtrierten pro Min. o,75 cm³.

Die Filtrierfähigkeit hatte sich durch das 2o stündige Rühren und Erhitzen um das 43 fache verschlechtert. Der Rückstand war auch hier frei von Kobalt.

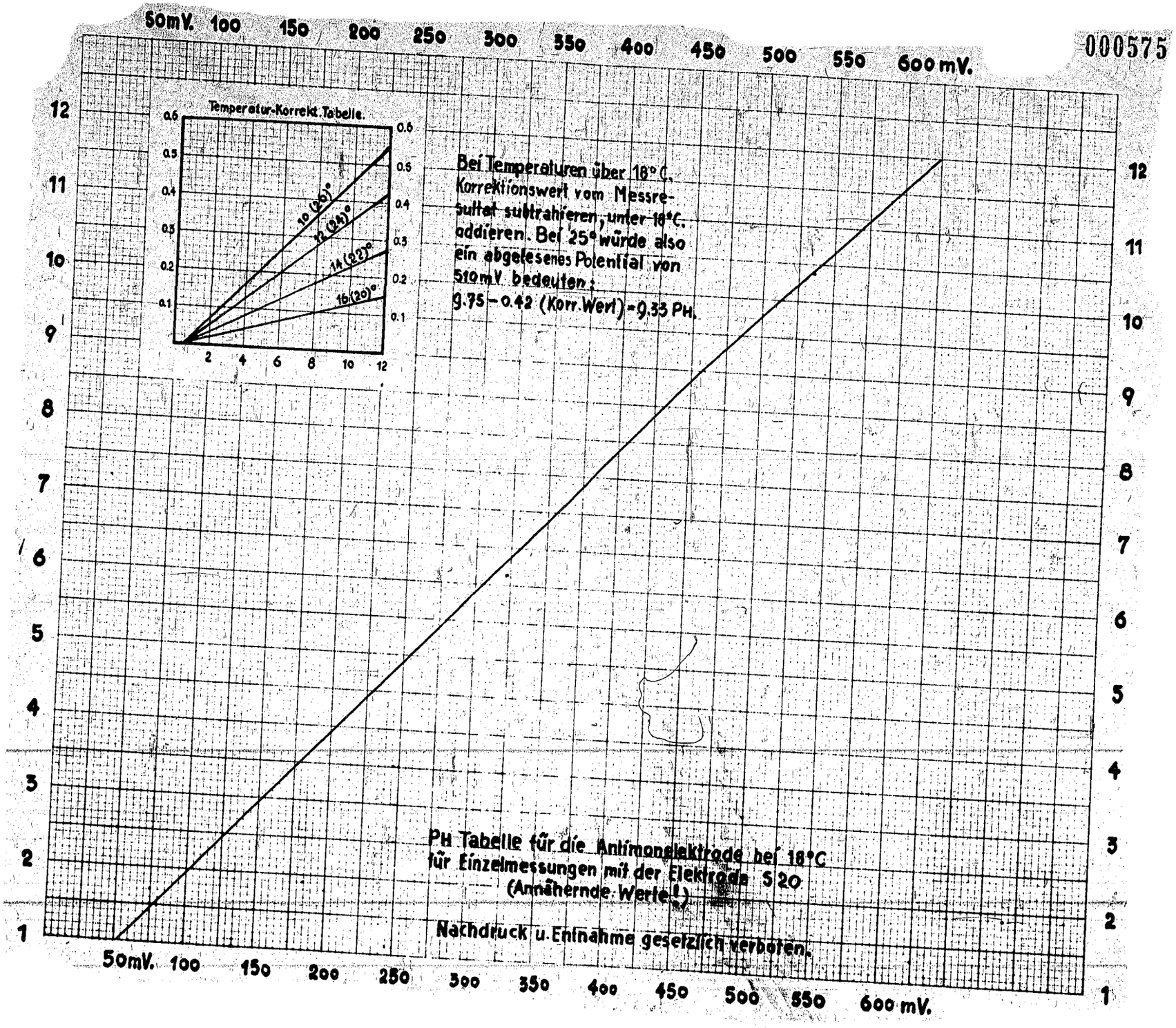
Die Filtrierrückstände wurden nun getrocknet und gleiche Anteile von beiden mit 30 %iger Natronlauge 1 Std. lang gekocht. Anschliessend wurde durch einen Frittentiegel filtriert und die klare Lösung mit Salzsäure gefällt. Die Kieselsäure wurde unlöslich gemacht und abfiltriert. Es ergab sich für die beiden Versuche kein nennenswerter Unterschied im Gehalt an Kieselsäure, somit besteht keine Veranlassung die Kieselsäure der Gur für die Erscheinung verantwortlich zu machen.

Die obenbeschriebenen Versuche wurden statt mit Karbonatschlamm mit Kieselgur wiederholt. Die gleiche Erscheinung trat auf.

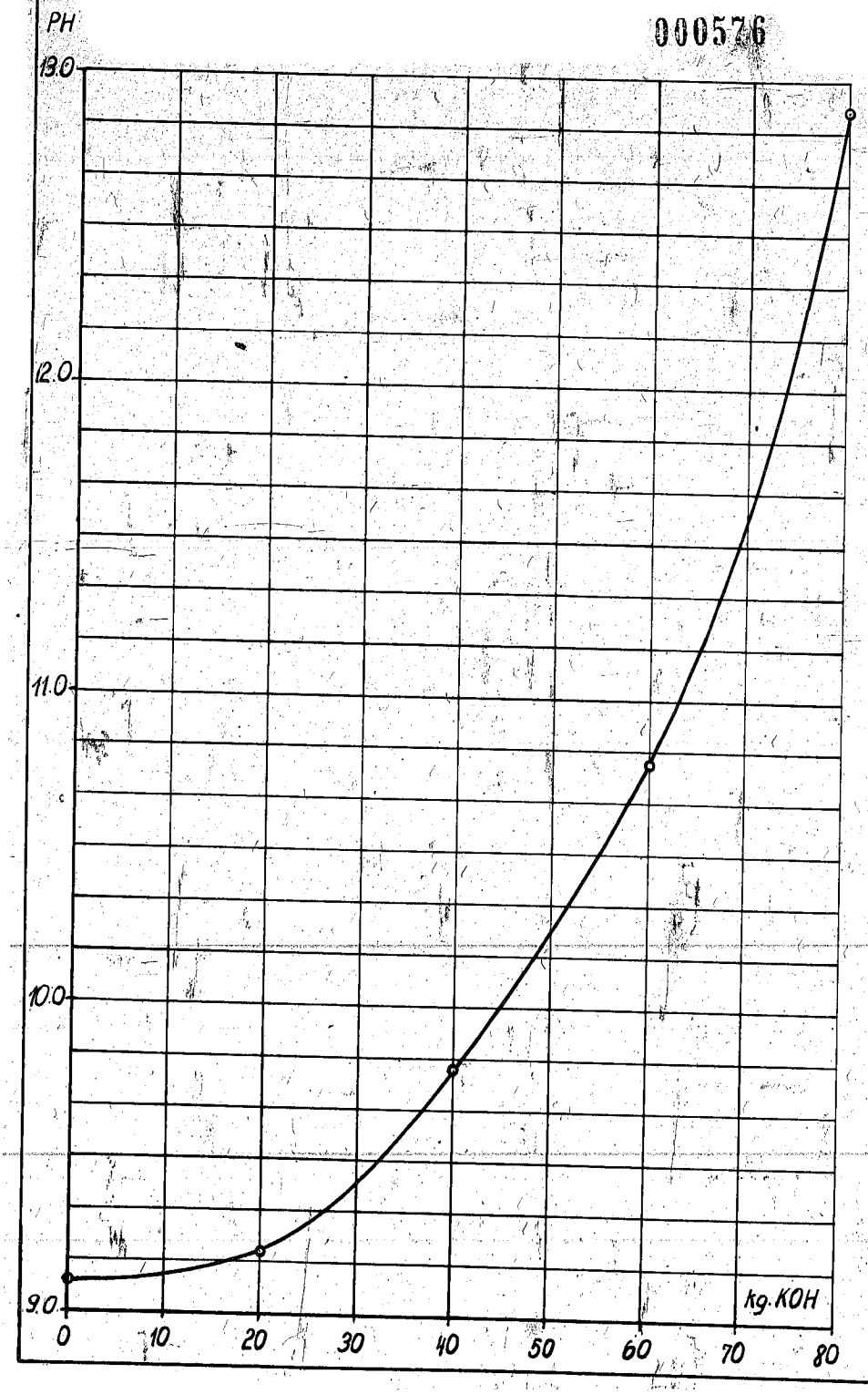
In noch ausstehenden Versuchen soll zunächst untersucht werden, ob nicht mechanische Wirkungen (z.B. Schleifwirkung der Gur selbst) für die Erscheinung verantwortlich sind.

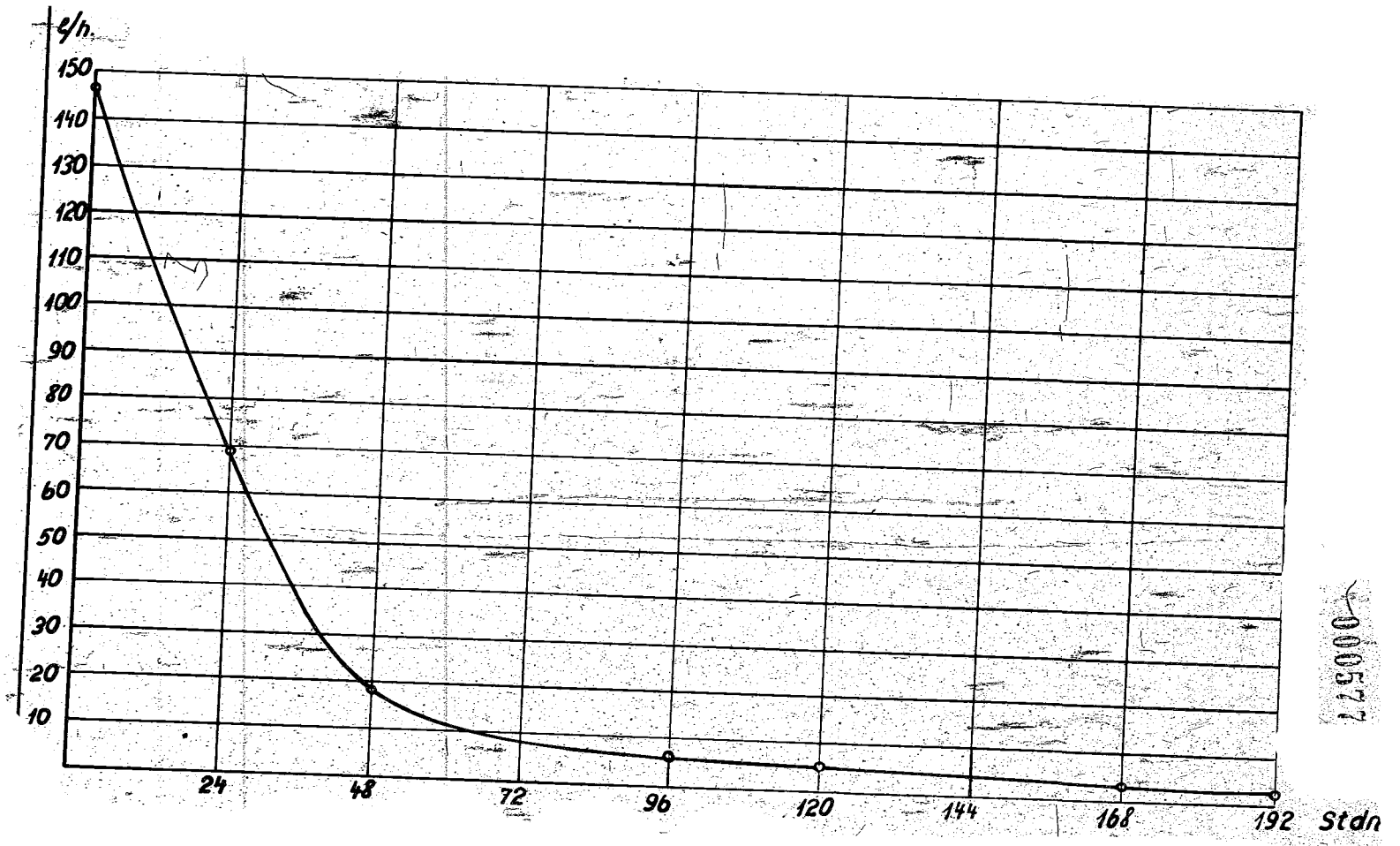
Zusammenfassung.

Es wird gezeigt, dass für die mit der Fähr- und Arbeitsdauer zeit schlechter werdende Filtrierbarkeit der Karbonatschlammlösungen gebrauchte Kieselgur nicht verantwortlich gemacht werden kann.



F. & M. Lautenschläger, G.m.b.H., München 2 SW




g/h.
150
140
130
120
110
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
24
48
72
96
120
144
168
192
Stdn

Abschrift

000578

Oberh.-Holten, den 24.Januar 1939.
RB Abt. BVA B/Op.

Abschrift

Über den Besuch bei der Brabag von 5.-20.1.1939.

Betr.: Thoriumgewinnung.

A.Verfahren.

Im Verfahrengang sind die Schwierigkeiten bei der Neutralisation der Doppelkarbonatlösung mit Schwefelsäure überwunden. Die im Laufe der letzten Chargen erhaltenen Produkte hatten einen Gehalt von 0 - 0,3% SO_3/100 ThO_2. Der Eisengehalt lag bei 0,1 bis weniger als 0,07% Fe_2O_3/100 kg ThO_2. Bei dem Ansatz 8 wurde die Neutralisation mit konzentrierter Schwefelsäure vorgenommen. Bei einer Temperatur von 38°C der Doppelcarbonatlösung wurde hierbei ein den Anforderungen entsprechendes Hydrocarbonat erhalten, das kein Thiosulfat enthielt.

B.Apparatur.

Für den Dauerbetrieb umfasst die Apparatur im Bau 403 folgende Apparate: Bottich 78, 81, 86 und 87, Pressen 27 und 29, die Hälfte von Nr. 29 und die ganze Presse 30, Maischen 21 und 22, sowie die zu den Maischen, den Bottichen 86 und 87 und Bottich 81 gehörigen 4 Pumpen. Im Bau 417 den Bottich und 3 kleine Pressen mit dazugehöriger Pumpe. Die zweite Pumpe aus Bau 417 wurde neben den Bottich 78 gesetzt und dient zum Füllen der Presse 30.

C.Betrieb.

Der Eisen-Thoriumschlamm wird in Maische 21 mit Neutrallauge aus Bottich 87 angemischt (2/3 der vorhergehenden Charge) und wieder zurück nach 87 gepumpt. Für je 1000 kg ThO_2-Einsatz = 6 t Schlamm wird dreimal angemischt. Von dem Schlammsuspension wird Probe genommen und der Gesamt-Thoriumeinsatz ermittelt. In Bottich 78 ist inzwischen 1/3 der Neutrallauge (ca.4-5 cbm) eingebracht worden. Nun werden gleichzeitig ca. 1000 Liter Schwefelsäure und die Schlammsuspension aus Bottich 87 eingepumpt. Nach dem Lösen des Schlammes wird ca. 500 kg Chlorkalium (als 100% KCL gerechnet) hinzugeben und mindestens 1/2 Stunde gerührt. Ist alles ThO_2 im Bodenkörper, wird auf der Presse 30 von der Mutterlauge getrennt. Nach kurzem Trockenblasen (ca.1/2 Stunde) wird der Presseninhalt in die untere Presse 30 stehende Maische 22 gebracht, in die zuvor 3 cbm Hydrocarbonatwaschwasser aus Bottich 86 und 10 - 11 dz Soda gegeben

worden waren. Nach dem Aufheizen auf ca. 70 C wird geprüft, ob alles Eisen aus der Doppelcarbonatlösung heraus ist. Ist dieser Punkt erreicht, wird durch eine Hälfte der Presse 29 der Maischeninhalt nach Bottich 81 gepumpt. Eine der 1000 kg ThO_2-Charge ergibt 5 bis 6 halbe Pressen und 2 bis 3 Maischen. In Bottich 81 wird neutralisiert bis ph=7,0-7,2 und zwar neuerdings mit feinverteilter konzentrierter Schwefelsäure bei einer Temperatur der Lösung von ca. 38°C. Nach der vollständigen Ausfällung des Thoriums wird das Produkt auf den Pressen 27 und 28 von der Mutterlauge getrennt. Diese fliesst nach Bottich 87 und wird zum neuen Ansatz verwandt. Die ersten etwas sulfathaltigen Waschwasserteile werden in Bottich 86 gesammelt und zum Ansetzen der Sodalösung in Maischen 82 benutzt. Der Rest des Waschwassers läuft in den Kanal. Die Waschzeit der Produktpressen beträgt ca. 4 Stunden. Es wird so lange gewaschen, bis das ablaufende Waschwasser mit salzsaurer Chlorbariumlösung keinen Niederschlag mehr gibt. Das fertige Produkt wird in Holzfässer gebracht, getrocknet, gemahlen und in Bau 408 sofort wieder gelöest. Die Eisenendlauge wird in Bau 417 mit gebranntem Kalk bis ph=5,2 neutralisiert, der Eisenschlamm abgetrennt und die noch 1 - 2 g Kobalt im Liter enthaltende Lauge in Klärbecken restgefällt. Der Inhalt von Presse 29 wird jeweil in die neue Charge gegeben.

D. Produktionsmöglichkeit.

Bei dem beschriebenen Arbeitsgang ist es möglich, eine Charge von 1000 kg ThO_2 in 24 Stunden durchzusetzen. Da bei der jetzigen Produktion von monatlich 30 Kübeln konkret arbeitstäglich ca. 150-200 kg ThO_2 anfallen, reicht die Apparatur für eine fünffache Produktion. (Ein Neubau oder Umbau der Thorium-Regeneration dürfte wohl daher erübrigen.

E. Bilanzversuche.

Die Aufstellung einer Bilanz für die Charge 5 ergab folgendes Bild:

Einsatz: 22,5 cbm Eisen-Thoriumschlamm-Suspension mit 804 kg ThO_2.

Erhalten wurden:

2271 kg Hydrocarbonat feucht mit 29,9% ThO_2=720 kg ThO_2
613 kg E.Schlamm mit 20,7% ThO_2 =128 kg "

d.h. es wurden 54 kg ThO_2 mehr gefunden wie eingesetzt wurden. Der Mehrbetrag liegt wahrscheinlich in Analysenfehlern.

Die Eisenendlauge enthielt ThO_2 nur noch in Spuren(0-0,3 g ThO_2/Liter). Die Bilanz der Chargen 5,6 und 7 ergab ein Mehr nur

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Oberhausen-Holten, den 10. Juli 1944
Abt.Kt. Fr/The.

000580

B 29

Herrn Dr. Schmatlooh!

Betr.: p_H- und Leitfähigkeitsmessgeräte.

Im Hauptlaboratorium sind einige elektrochemische Geräte zur Überwachung der Wässer im Gebrauch. Es handelt sich hauptsächlich um Laboratoriumsgeräte. Die Chinhydron- und die Antimonelektrode ist dort wie hier im Gebrauch; im Hauptlaboratorium verwendet man ein sehr handliches, genau anzeigendes Gerät von Hartmann und Braun wohingegen wir ein Universalgerät von Lautenschläger benutzen, mit dem auch potentiometrische Titrationen, sowie Leitfähigkeitsmessungen ausgeführt werden können. Über p_H-Messungen im Grossbetrieb scheinen keinerlei Erfahrungen dort vorzuliegen.

Für Leitfähigkeitsmessungen sind 2 sehr schöne Apparaturen in Gebrauch. Die eine von Lautenschläger ist wohl mehr für Einzelmessungen im Laboratorium gedacht, dagegen ist die andere Apparatur, die von der Firma Woesthoff in Bochum entwickelt worden ist, speziell zur dauernden Überwachung von Wässern und Abwässern in Betrieben geeignet. Der Apparat wird mit 220 V Wechselstrom betrieben. Die Leitfähigkeit wird in reziproken Ohm an einer Skala abgelesen. Aus der gemessenen Leitfähigkeit ist die Konzentration an Elektrolyten im Wasser, bezw. sein Reinheitsgrad zu ersehen. Wie Herr Dipl.Ing. Gubin mitteilte, ist es im H.L. bei Kontaktversuchsabteilungen üblich, die Waschung auf einen bestimmten Leitfähigkeitswert des Waschwassers abzustellen. M.E. hat die Elektrode auch ohne weiteres im Grossbetrieb zu verwenden.

In unserem Betrieb wäre die Verwendung der oben beschriebenen Apparatur von grossem Vorteil in der alkalischen Fällung. Man könnte hier mit je einer Elektrode für jede Presse und einem Anzeigegerät, welches jeweils auf die in Betrieb genommene Presse umzuschalten wäre, auskommen und die Waschung bis zu einem bestimmten Leitfähigkeitswert betreiben. Herr Feller machte darauf aufmerksam, dass man damit endlich ein Mittel an der Hand hätte, um 1. und 2. Waschwasser einwandfrei zu trennen, indem die Umschaltung des Pressenablaufs auf den 2. Waschwasserbehälter bei einem bestimmten Leitfähigkeitswert geschieht. Die Inbetriebnahme des Gerätes ist nicht schwierig und kann durch Vorarbeiter geschehen. Eventuell ist es sogar möglich das Gerät mit einem Relais zu verbinden, sodass die Waschung auf ein akustisches Signal abgestellt werden kann. Nach Ansicht von Herrn Gubin bestehen keinerlei Lieferschwierigkeiten bei der Firma Woesthoff.

Ich werde Proben von Mutterlauge 1. und 2. Waschwasser der alk. Presse an das H.L. senden zwecks Feststellung, ob unser Wasser dieses Betriebsteiles mit der gleichen Apparatur gemessen werden können.

Sollte das der Fall sein, so würde ich vorschlagen, mit der Firma Woesthoff in Verbindung zu treten.

Ddr.:
Feller
Froelecke
schlagz

A/S. 19000 5 44 G/0788 82021

Ausbringungsgrade von UO2 zu UO3.

[illegible] von dem Ustrom [illegible] nur soweit [illegible] zu bringen, [illegible] Vo[illegible] [illegible]