

164
168
034

Aktennotiz

XXXXXX
Über die Beprüfung der
Katalysator-Resistenz

In Kälte am 4.2. 1938.

Anwesend:

- Prof. Martin,
• Dir. Hagemann,
• von Asboth,
• Prof. Fischer,
• Gehrke,
• Huber,
• Meyer,
• Schaller,
• Weelen,
• Michner,
• Heckel.

Verfasser: Prof. Heckel.

Durchdruck an:

Prof. Martin,
• Dir. Hagemann,
• von Asboth,
• Dr. Fischer,
Katerfabrik (Dr. Gehrke).

Zeichen: Datum:

HL Attlg. RWA III/Stg. 9. 2. 1938.

Bericht: Katalysator.

Meyer berichtet über die Regenerationsversuche unter Verwendung von Ammoncarbonat. Bei einmaliger Behandlung eines ausgebrannten Festkörpers mit Ammoncarbonatlösung konnten 80 % des Kobalts und 60 - 70 % des Thoriums in Lösung gebracht werden. Wurde eine salpetersaure Löhlösung im Überschuss mit Ammoncarbonatlösung versetzt, so gingen Cobalt und Thorium in Lösung, während Eisen, Aluminium und Calcium ausfielen. In der Kälte verläuft dieser Vorgang ungefähr so, dass 75 % des Eisens und Calciums ausfallen. Durch Temperaturerhöhung auf 60° konnte der Prozentsatz des ausgefallenen Eisens und Calciums noch gesteigert werden. Die so gereinigten Lösungen enthielten dann noch etwa 0,45 - 0,46 g Fe und Ca/Liter, bei einem Co-Gehalt von etwa 15 - 20 g/Liter. Bei dieser Arbeitsweise würden geringe Mengen Thorium in den Eisen niederschlag gehen. Martin hält dies für unbedenklich, weil in diesen Fällen doch nur kleine Mengen Thorium aus dem Eisenabschlamm 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 vorsetzten Cobalt-Thorium-Lösung zuzufügen, und zwar bereits in der Kälte, um die Ausfällung von Eisen und Calcium zu beschleunigen. Nach Angabe von Huber sind die Komplexe beständig gegen Soda. Zur Entfernung von kolloidal gelösten Eisen bei der Filtration schlägt Martin den Zusatz eines oberflächenreichen oder galvanisierten Niederschlages vor. Bei der Sättigung der gesuchten Ammoncarbonatlösung entsteht ein Gemisch von Katalyzor und mit metallischem Cobalt. Der Metallgehalt wurde

9. 2. 1938.

169

durch den Reduktionswert bestimmt, von Leboth äußert sich zur technischen Ausgestaltung. Als Material für die Apparatur kommt in erster Linie V177 oder Chromstahl infrage. Für die Zersetzung könnte man sich einer Metall-Kolonne bedienen, wobei Voraussetzung sei, daß sich das anfallende Kobaltpulver gutartig verhält. Die Kolonne müßte frische Einsätze aus Chromstahl erhalten. Fesentlich sei für den Betrieb der Kolonne, daß die Zersetzungstemperatur nicht zu hoch liegt, da sonst die Kondensation der übergehen den Fraktionen nur schwer zu bewältigen ist und zu stark verdunnte Ammoniumcarbonatlösung wieder anfallen. Es besteht die Möglichkeit, daß durch den Einsatz von Soda zur Eisen- und Kalkausfällung gleichzeitig auch die Abscheidung des Ammonium und Ammoniumcarbonats 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 Ammoniumcarbonatlösung auszuführen, und zwar auch bei magnesiumhaltigen Lösungen. Daß größere Mengen von Kobalt-Thorium nach diesem Verfahren hergestellt werden soll, soll das BV-Labor die Brauchbarkeit für Kontakte prüfen. Es soll eine 1-kg-Charge neben den üblichen Verfallungen zur Aktivitätsprüfung hergestellt werden. Reeken wird beantragt, auch im BV-Labor parallel mit der Motorfabrik die Versuche durchzuführen, die zur weiteren Klärung des neuen Regenerationsganges erforderlich sind. Auch diese Versuche sollen auf magnesiumhaltige Lösungen ausgedehnt werden.

Reeken berichtet über Versuche zur Regeneration durch Auskristallisieren von Kobaltnitrat. Vorgefällte Zehlösung wurde durch Abkämpfen soweit konzentriert, daß Kobaltnitrat kristallisiert geworden wurde, unter gleichzeitiger Anreicherung von Kalk und organischer Substanz in der Butterlauge. Beim Konzentrieren von magnesiumhaltiger Zehlösung wurde ein Kobalt-Magnesium-Doppelsalz erhalten. Aus dem erhaltenen Kobaltnitrat wurden mehrere Kontakte hergestellt, die die 200 Betriebsstunden eine sehr gute Aktivität zeigten. Bei diesem Arbeitsgang mußte das Thorium in der bisher üblichen Weise aus dem Verfallungsschlaufe gewonnen werden. Martin hat bedenkt, daß der Kristallisier- und Zentrifugenbetrieb bei den hoch konzentrierten und deshalb wertvollen Kobaltlösungen zu groß und unter Umständen verlustreich sei. Bei der Ausführung dieses Verfahrens müsse außerdem die Thoriumfabrik wenigstens teilweise ausgebaut werden. Wenn es dagegen gelingt, durch das Ammoniumcarbonat-Verfahren die Regeneration zu vereinfachen ohne daß eine Verschlechterung des Kontaktes eintritt, so könnten beträchtliche Anlagekosten gespart werden. Es sei daher alles daranzustellen, noch bestehende Unklarheiten und Schwierigkeiten beim Ammoniumcarbonat-Verfahren zu überwinden. Die Herstellung der Motorfabrik dürfe keine Verzögerung erleiden. Die Motorfabrik könnte die ersten J 1 rotalt nach der alten Methode aufarbeiten, die restlichen J 1 nach der Ammoniumcarbonathethode. Wenn eine Prüfung in selben dann die Freiheitlichkeit des Indanspi-Verfahrens ergeben hat, so besteht immer noch die Möglichkeit, die ersten J 1 auf diese Methode umzustellen. Martin unterstreicht besonders, daß hier nicht abgeschlossene Versuche an Lizenznahmer nicht berichtet werden darf.

Blatt 1 zur Aktennotiz vom 10. Februar 1938.

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

Martin kommt auf den schon früher geplanten Versuch zurück, vorgetrocknetes Fadenkorn aus der DVA in Plässern zur Katorfabrik zu bringen und auf den Dörrtrockner zu geben. Den Gedanken Lixins v. Isbott's, das bei Kirch hergestellte Material dort gleich zu trocknen, lehnt Martin ab. Das Material soll ebenfalls hier in Holten getrocknet werden.

Hufnagel

KL