

AktennotizÜber die Besprechung mit ~~XX~~

Verfasser: Dr. Heckel

Durchdruck an:

in **Holten** am **6.10. 19 38.**Ma,
Hg,
V,
Roe, ✓
Ru,
Gr,
Dr. Klein.Anwesend:

Dr. Arndt	} Auer-Gesellsch.
Pr. Mayer	
Dr. Klein,	Erabag
Dr. Roelen	} Ruhrbensin
Dr. Bühner	
Dr. Heckel	

Zeichen:

Datum:

599
RB Abt. NYA Hl/Op. 10.10.1938.Betrifft: Thorium-Regenerierung.

Die Herren der Auer-Gesellschaft berichten zunächst über die Versuche, bei der Auer-Gesellschaft die Regeneration des Thoriums nach dem ROE-Verfahren durchzuführen. Bei kleinen Einsätzen im Laboratoriumsmaßstabe bis 5 kg Thoriumoxyd wurden keinerlei Schwierigkeiten beobachtet. Bei der Durchführung des Versuches mit größeren Mengen sei eine Abscheidung von Thorium-Sulfat vor dem Ausfällen des Kalium-Thorium-Doppelsulfates aufgetreten. Das erhaltene Doppelsulfat liess sich ausgezeichnet abschleudern. Durch Decken mit konzentrierter Kalium-Sulfat-Lösung konnte jedoch trotz Anwendung eines grösseren Überschusses an Decklauge der Eisengehalt im Doppelsalz nur unvollständig entfernt werden. Die Umsetzung des Doppelsulfates zum Thorium-Hydrokarbonat verlief glatt. Die erzielten Ausbeuten lagen in gleicher Höhe wie die bei früheren Versuchen erhaltenen, nämlich um 98%.

Roelen stellt fest, dass nach dem ROE-Verfahren bis jetzt von beiden Seiten hohe Ausbeuten erzielt wurden, doch sei verläufig noch der hohe Eisengehalt des erhaltenen Hydrokarbonats nachteilig. Auf seine Frage nach dem Arbeitsgang bei dem von der Auer-Gesellschaft selbst entwickelten Verfahren schildert Dr. Arndt die Arbeitsweise folgendermassen:

Der Eisen-Thorium-Schlamm wird in Salzsäure gelöst unter Erwärmen bis auf 80°. Nach dem Abkühlen wird die Hauptmenge der Lösung abgehobert, der Rest filtriert und die Gesamtmenge mit Schwefelsäure versetzt. Thorium-Sulfat fällt aus, wird abgeschleudert und mit verdünnter Schwefelsäure gewaschen. Hierdurch soll das Eisen weitgehend entfernt werden. Das Thorium-Sulfat wird hierauf mit Wasser angerührt und in der bekannten Weise zu Thorium-Hydro-Karbonat umgesetzt. Die Ausbeute an Thorium-Oxyd beträgt bei diesem Verfahren 92 bis 94%. Auch ist bei diesem Produkt der Eisengehalt beträchtlich niedriger als bei dem mit dem ESH-Verfahren erhaltenen Produkt.

Da inzwischen im NY-Labor Arbeiten durchgeführt wurden, um die gute Ausbeute des ESH-Verfahrens mit möglicher Reinheit des Endproduktes zu verbinden, berichtet Eichner über die von ihm erhaltenen Ergebnisse. Auf Grund dieser Arbeiten kann gesagt werden, dass die Löslichkeit des Eisens in Abhängigkeit steht von dem Verhältnis Natrium zu Kalium in der Lösung. Es gelang, bei dem von Eichner durchgeführten Versuchen, den Eisengehalt des Endproduktes bis auf 0,5% herabzusetzen. Die bei Auer beobachtete Abscheidung des Thorium-Sulfates ist in ihren Ursachen noch unklar. Da das Ausfallen von Thorium-Sulfat abhängig ist einerseits von der Schwefelsäure-Konzentration der Lösung und andererseits auch von der Temperatur, besteht die Möglichkeit, durch entsprechende Änderung der Arbeitsbedingungen, diesen Nachteil zu vermeiden.

Um Klarheit zu schaffen wird folgendes vereinbart:

Hin gegen Eisen-Thorium-Schlamm soll nach beiden Regenerationsverfahren bei der Firma aufgearbeitet werden. Die Aufarbeitung soll unter Mitarbeit von Eichner erfolgen, um die in der letzten Zeit gewonnenen Kenntnisse in der Praxis mitzuvermerken. Klein erachtet sich, eine entsprechende Menge Thorium-Schlamm an Auer abgeben zu lassen. Es wird vereinbart, dass in Zukunft die Schlämungen in der Katorfabrik vor Ausführung der Verfallung sorgfältig filtriert werden sollen. Mit dieser Maßnahme wird erreicht, dass keine Eisen- und feste organische Substanzen in den Verfallungsschlamm gelangen und somit die spätere Feingewinnung des Thoriums erschweren.

Die Herren von der Amer-Gesellschaft kommen auf die Abwasserfrage zu sprechen. Dem Werk in Graudenburg ist von der zuständigen Behörde lediglich ein Salzgehalt von 300 mg im Liter zugestanden. Bei der Durchführung der Versuchs war die Abwassermenge so erheblich, dass teilweise die Fabrikation eingestellt werden musste. Es ist also nötig, die sauren Abwässer durch Kalt abzustempfen. Da auf 300 kg Thoriumoxyd etwa 10 t ein Abfließen anfallen, erfordert dieser Vorgang einen erheblichen Aufwand an Rohmaterial und Material. Roelen weist darauf hin, dass über die Abwasserfrage zweckmäßigerweise erst nach einer völligen Klärung des angewandten Verfahrens zu sprechen sein wird, wenn eine bessere Übersicht über die tatsächlichen Erfordernisse vorliegt.

Bei der Besprechung der Probenahme und Analysemethoden weist Klein darauf hin, dass erhebliche Differenzen zwischen den Analysen und der auf Grund der Analysen berechneten Thoriummenge bestehen. Bei den von der Erbag gelieferten 7 Wagen beträgt die gesamte Differenz etwa 500 kg Thoriumoxyd. Klein schließt die Probenahme bei der Erbag wie folgt:

Aus jedem Fass Vorfällungschlamm werden 5 bis 6 mal mit Stochhebern Proben genommen. Diese Proben werden in 700 - Kanen vereinigt. Die Gesamtprobe aus einem Wagen umfasst mehrere Kannen. Nach guter Durchmischung des Inhaltes von sämtlichen Kannen in einen Kubel werden drei Probeflaschen für die Analyse entnommen. Die Bestimmung des Thoriums wird bei Amer durch Lösen in Salzsäure und nachfolgende Fällung als Oxalat vorgenommen. Roelen weist darauf hin, dass die vorhandene Differenz eine einseitige Differenz sei. Damit bestehe die Möglichkeit, einen grundsätzlichen Unterschied zu beseitigen. Nach einem Vorschlag des HF-Lagers soll, wenn möglich, von jeder Probe bestimmt werden

1. Das Nettogewicht,
2. das Trockengewicht,
3. der Thoriumgehalt.

Klein hält es für wünschenswert, die Analysemethoden anzusehen und evtl. auch Laboraten, um die gegenseitigen Arbeitsmethoden kennenzulernen.

Eine Diskussion zur Erklärung der bis jetzt aufgetretenen Differenzen hinsichtlich der Thoriummengen ergibt, dass

Möglicherweise die Unterschiede sich aus nachstehenden Punkten erklären:

1. Ungenauigkeit der Volumensmessung im Betrieb. Es ist durchaus möglich, dass bei der Messung eines mit Thoriumlösung gefüllten Behälters im Betrieb der Fehler hinsichtlich des Volumens 1% beträgt.
2. Die Probenahme aus der Lösung erfolgt bei Amer nach Abfiltrieren des unzulässigen Rückstandes. Es besteht die Möglichkeit, dass auch während der Filtration Verluste in Höhe von etwa 1% eingetreten sind.
3. Verunreinigungen, die bei der Verladung des Thoriumschlammes in der Katorfabrik unter Umständen hinzukommen können und wie sie auch bei Amer gefunden wurden, z.B. Hägel, Draht, Metallstücke u.ä. Derartige Verunreinigungen werden in allgemeinen bei der Probenahme nicht erfasst und vermindern den tatsächlichen Thoriumgehalt.

Klein betont die Notwendigkeit einer möglichst scharfen analytischen Erfassung des zum Versand kommenden Verfallungsschlammes. Diese Notwendigkeit besteht schon mit Rücksicht auf eine klare Rohstoffbilanz der Katorfabrik. Auf Vorschlag von Koelen wird folgendes vereinbart:

1. Schlammprobenahme. Durch einen vereidigten Probenehmer sollen aus dem zum Versand kommenden Verfallungsschlamm Proben entnommen werden. Die Technik der Probenahme soll noch mit dem Probenehmer vereinbart werden. Für die Größen der Proben und die weitere Verarbeitung der Proben sollen die im Vorschlag Koelens vom 22.9.1938 gemachten Angaben gültig sein.
2. Behälter-Probenahme. Sobald der Verfallungsschlamm in die Behälter zur Anflüsung eingesetzt ist, sollen Proben aus dem gelüsten, nicht filtrierten Schlamm entnommen werden. Das Volumen des Behälters soll durch Eichung festgelegt werden und zwar unter Berücksichtigung der Temperatur.

Die Möglichkeit der Probenahme bei Anwendung des BSH-Verfahrens soll noch geprüft werden.

Klein regt an, dass zur besseren Übersicht zwischen der Amer-Gesellschaft und der Erabag ein Austausch der bekanntlichen Waagegewichte erfolgen soll.

Über die Analysemethoden, die in Zukunft zur Anwendung

kommen, wird noch ein Austausch zwischen den einzelnen beteiligten Werken zustande kommen.

Dr. Arndt fragt noch nach dem höchstzulässigen Gehalt an SO_2 im Thorium-Hydro-Karbonat. Es wird eine Grenze von 0,5% SO_2 , bezogen auf Thoriumoxyd, als zulässige Höchstgrenze festgelegt. Die bei der Auer-Gesellschaft lagernden 732 kg Thorium-Hydro-Karbonat sollen noch nach Bedarf abgerufen werden. Die Herren der Auer-Gesellschaft regen an, dass in Zukunft der Transport des Verfallungsschlammes von Schwarzeide nach Oranienburg, wenn möglich, mit Lastwagen durchgeführt wird.

Neuberg

Arndt