

101289

Aktennotiz

über die Besprechung mit

in Salzern am 7. 12. 1935.

- Anwesend: Landesrat:
- Landr.
 - Landrat:
- FAHNE V. VON, Landrat.
- Hr. Prof. Kerpel:
 - Hr. Prof. Martin:
 - Hr. Dr. Kerpel:
 - Hr. Dr. Kerpel:
 - Hr. Dr. Kerpel:
 - Hr. Dr. Kerpel:
 - Hr. Dr. Kerpel:
 - Hr. Dr. Kerpel:
 - Hr. Dr. Kerpel:
 - Hr. Dr. Kerpel:
 - Hr. Dr. Kerpel:
- (Erlaubt Kerpel teilweise)
- Handwritten signature*

Stempel: Verfasser:

Verfasser: Hr. Kerpel

Durchdruck an:

- Hr. Prof. Kerpel
- Hr. Prof. Martin
- Hr. Dr. Kerpel
- Hr. Dr. Kerpel
- Hr. Dr. Kerpel
- Hr. Dr. Kerpel
- Hr. Dr. Kerpel
- Hr. Dr. Kerpel
- Hr. Dr. Kerpel
- Hr. Dr. Kerpel

1328

Zeichen:

Datum:

Abtlg. VIA Neu/rtg

Handwritten

Betrifft:

Änderungen der Verfassung

Es handelt sich ausschließlich um die Befreiung der vom
 Einfluss des parlamentarischen Systems gebundenen Mandatträger, und
 nicht um andere Verfahren zur Ausübung des im parlamentarischen
 System. Das sind deswegen gewährt werden, weil diese Befreiung
 Frage, ob man nicht etwa durch andere Arten der Ausübung von
 voneinander vermeiden könnte, das die Voraussetzungen in der
 Hinsicht hin zu kommen. Diese Möglichkeit scheint aber nur
 weil wir aus anderen Gründen gewonnen sind, diese Befreiung
 in der Halptendenz in der bisherigen Form vorzunehmen, sich
 wegen der Kerpelgen usw. Es war dann gedacht, die Befreiung
 fraktioniert vorzunehmen; aus dem im parlamentarischen System ge-
 führt nur das Gebiet herauszunehmen und das Mandat mit der
 Kerpelgen zusammen abzufriedenen. Es scheint dass die Befreiung
 was man mit dieser Kerpelgen entgeht. Die Befreiung besteht in
 der Herstellung reiner Mandatträger von Gehalt und Mandat in
 der durch Einfluss gebundenen Mandatträger. Jeder sind gewisse
 verschiedene Wege aus Teil beschritten, aus Teil sind gewiss
 schlagen werden.

101270

1329

1.) Einwirkung über Gmelin:

1 t Gehalt plus 90 kg Thiermilchpulver plus Verunreinigung gegeben 29 tba Nitratmenge. Zum kochen 20 % Natriumsulfat zum kochen bis auf 70°, nicht kochen weil 30 tba, (Angabe von Herrn Dr. Huber) bereits filtriert, anschließend nach oben, bei einem Wassergehalt von 14 tba der Nitratmenge kochte diese Menge in 3 Schümpen verarbeitet werden. Die Fällung der Gmelin soll bei 70° erfolgen, und zwar müssen 3 mal 800 kg Gmelinmenge zugesetzt werden. Die Fällung soll ohne Überschuss erfolgen.

Es gibt 2 Möglichkeiten:

- 1.) Abstumpfen der Lösung mit Soda und Zusatz von fester Gmelinmenge.
- 2.) Zusatz von Natriumsulfat zu der ganzen Lösung.

Kochzeit wäre so, wenn es sich ermöglichen läßt. Feste Gmelinmenge anzusetzen, da Natriumsulfat außerordentlich schwer löslich ist und damit zu einer großen Verdünnung der ganzen Lösung führen würde. Wahrscheinlich kann man so vorgehen, daß man die Hauptmenge, nämlich 80 %, in Form von Natriumsulfat zusetzt. Möglicherweise kann man dieses Natriumsulfat auch in fester Form zusetzen. Das Rest in Höhe von 15 % kann man dann in Form von fester, freier Gmelinmenge zusetzen. Dieser Rest würde den ständigen Verlust entsprechen. Nach der Fällung würde man ablassen lassen, Abhebern, mit warmem Wasser verflüßeln und schließlich durch Filterpressen filtrieren und mit Wasser waschen.

Die ablaufende Lösung würden vereinigt und werden in folgendem als Menge "B" bezeichnet (Menge "A" ist die ursprüngliche Nitratmenge). Diese Menge "B" enthält nach Versuchen, welche gestern im Laboratorium angestellt werden sind unter allen Umständen noch Gehalt und zwar in Mengen, welche von den Fällungsbedingungen abhängig sind. Es scheint, daß maßgebend ist nur das Flüssigkeitsvolumen, insofern nämlich, als ein der Löslichkeit der Gmelin entsprechender Anteil des Gehalts in Lösung verbleibt. Außerdem enthält diese Lösung

133
städtliche Verunreinigungen, nämlich Eisen, Kupfer, Zink, Blei und Aluminium. Nach übereinstimmender Aussage aller Fachleute, welche mit diesen Lösungen bereits gearbeitet haben, sollen die genannten Metalle tatsächlich sich ausschließlich im Filtrat finden, sofern die Fällung in genügend saurer Lösung erfolgt.

Was jedoch noch geprüft werden muß ist, wie weit man mit dem Gehalt an freier Säure während der Fällung heruntergehen kann,

- 1.) Da etwa die Löslichkeit des Cobalts zu verringern und
- 2.) in Hinblick auf das zu verwendende Material der Filterpresse, Bottiche usw.

Die Weiterverarbeitung des Oxalalniederschlags:

Der Oxalalniederschlag wird mit Natrium in äquivalentem Verhältnis zur Oxalsäure umgeköcht. Von dieser Natriumlauge werden zunächst 75 % in Form von Soda zugesetzt. Dann wird ca. 1 Stunde lang gekocht und zum Schluß wird der Rest, nämlich 25 %, in Form von Natriumlauge zugesetzt. Die Konzentration der Lösungen soll etwa eine 35 %ige Natriumlauge betragen. Dabei ist darauf zu achten, daß zum Schluß der Fällung freies Alkali vorhanden ist, da andernfalls Cobalt und Thorium in das Filtrat übergehen könnten. Es ist denkbar, daß durch Versuche festgestellt werden kann, daß das Mengenverhältnis Soda zu Natriumlauge noch günstiger gestaltet werden kann, beispielsweise nur bis zu 10 % Natriumlauge.

Nach dem Umkochen läßt man abtitzen, hebert und filtriert schließlich die entstandenen Carbonate ab. Grundsätzlich wäre es nicht nötig, den Filterkuchen auszuwaschen, wenn man nicht die Oxalsäure wiedergewinnen wollte. Bei der nachfolgenden Auflösung der Carbonate in Salpetersäure wird nämlich wahrscheinlich die Oxalsäure zerstört. Nach dem Auflösen der Carbonate in Salpetersäure sind also gewonnen worden:

- 1.) die reine Nitratlösung von Cobalt und Thorium,
- 2.) die saure cobalthaltige Lauge "B" und
- 3.) die alkali-Natrium-Oxalatlösung.

Aufarbeitung der Lauge "B":

Es wurde durch Versuche im Laboratorium festgestellt, daß man die Lauge "B" nur entcobalten kann, wenn man sie mit freiem Alkali versetzt und aufkocht. Mit Soda allein und ohne aufzukochen gehen erhebliche Mengen Cobalt in Form von Komplexen Alkali-Cobalaten in Lösung. Hierüber müssen jedoch noch genauere Versuche angestellt werden.

Sollte es bei diesem Befund bleiben, so würde die Aufarbeitung der großen Menge dieser verdünnten cobalthaltigen Flüssiger eine unständliche Arbeit erfordern. Einfacher wäre es, wenn man diese Lauge mit Kalkmilch versetzen würde und dadurch das gesamte Cobalt ausfällen würde.

Die Firma V o o s hat sich bereit erklärt, dieses mit Kalk ausgefällt Cobalt in Letmathe in ihren Schachtofen wieder aufzuarbeiten.

Wir hätten die Möglichkeit, die Kalkmilchfällung auch mit unseren gesamten übrigen Abwässern vorzunehmen und könnten unsere gesamten Cobaltabfälle dann in einem Arbeitsgang aufarbeiten lassen. Die praktische Ausführung dieser Kalkmilchfällung ist noch zu klären. Es ist ferner noch zu klären, wie sich Thorium verhalten würde, welches etwa in diese Abwässer hinein gelangen würde und welche Maßnahmen es zu ergreifen wären.

Verarbeitung der Natrium-Oxalatwässer.

1.) Möglichkeit:

Man könnte die alkalischen und verhältnismäßig sehr verdünnten Natriumoxalatwässer zunächst durch Eindampfen konzentrieren. Das Eindampfen könnte auch nach Vorschlag von Herrn Dr. H a b e r in der Weise erfolgen, daß man die Lösung in einen Yarn einspritzt, in welchen man von unten heiße Verbrennungsgase der Lösung entgegenströmen läßt. Wir könnten diesen Arbeitsgang deswegen mit Vorteil ausführen, weil uns sauerstoffreiches Gas zur Verfügung steht (Fackelwasserstoff oder Kokereigas). Die Eindampfung nimmt man zweckmäßig vor,

solange die Flüssigkeit noch alkalisch sind, weil man dann in Klüngergeräten arbeiten kann. Die eingedampfte Lösung wird in Kolbentische gefüllt und mit soviel Salpetersäure versetzt, daß sie gerade gelatinös ist. Die salpetersaure Lösung würde man stehen lassen und absetzen. Die kristallisierte Oxalsäure wird durch Absetzen gewonnen, während die salpetersaure Lösung, welche noch noch Oxalsäure enthält, bei der nächsten Fällung direkt als Fällungsmittel verwendet werden kann. Ein Nachteil dieses Verfahrens ist, daß man eine Salpetersäure-Menge braucht, welche der Gesamtbeholdung entspricht, um die Oxalsäure wiederzugewinnen. Trotzdem, daß man diese Arbeitgänge mit Natriumoxalat versetzt, ist es nicht möglich, auf verhältnismäßig konzentrierte Lösung zu kommen wegen der Schwerfälligkeit des Natriumoxalates. Aus diesem Grunde ist es, wie schon vorher erwähnt, vielleicht möglich, die Natriumoxalatlösung selbst zur nächsten Fällung wieder zu verwenden. Ein weiterer Nachteil dieser Arbeitsweise ist außerdem, daß sie nur rund 85 % der Oxalsäure wiederzugewinnen gestattet.

II. Eine andere Möglichkeit der Aufarbeitung der Natriumoxalatlösung wäre folgende:

Man gibt soviel Kalk zu, daß alle Oxalsäure als Calciumoxalat ausfällt. Der Kalk könnte zugegeben werden z.B. als Kalkmilch nach vorhergehender Neutralisation oder aber als Calciumnitrat oder aber e in Form der billigen Calciumhydroxid-Lösung. Wir könnten hierzu unseren Abfallkalk verwenden, nachdem wir ihn vorher in Salpetersäure gelöst haben. Schwefelsäure kann man jedoch für die Fällung des Oxalates nicht verwenden.

Das ausgefällte Calciumoxalat würde man durch Absetzen und Filtrieren abtrennen und schließlich mit konzentrierter Sodalösung waschen. Dabei würde man vorsichtig durch Zugabe von etwas Natriumbicarbonat Calciumverluste durch einen zu wesentlichen freien Alkalien vermeiden können. Nach dem Waschen würde man filtrieren und eine konzentrierte Natriumoxalat-Lösung erhalten. Es ist darauf hinzuweisen, dass diese Lösung jedoch maximal nur 65 g Natriumoxalat in Liter enthalten kann.

101274

Man würde eine konzentrierte Oxalatlösung erhalten können, wenn man nicht mit Soda, sondern mit Fettsäure arbeiten würde wegen der sehr viel größeren Löslichkeit des Calciumoxalates. (In der Hitze ca. 10 g im Liter.) Die Entscheidung hierüber ist eine Kalkulationsfrage.

III. Eine weitere Möglichkeit zur Aufarbeitung der alkalischen Natriumoxalatlösung bestünde darin, dass man die Kalkfällung vermeidet, dann aber das entstandene Calciumoxalat nicht selbst aufarbeiten versucht, sondern es in die Säurefabrik von Rudolf K & P & Co. A.G. in Schwab im Rheingau verschiebt und dort zu reiner Oxaläure aufarbeiten lässt. Für 1 t Kobalt würde etwa 2,2 t Calciumoxalat (80%) d. h. ca. 10 t einschließlich Feuchtigkeit zu verschieben. Die Fracht auf dem Wasserwege würde etwa 120 RM. betragen je 10 t. Dazu kommen 150 RM. (angemessene Bearbeitungskosten); das würde zusammen ca. 300.- RM. an Oxaläterskosten für die Tonne Kobalt bedeuten. Damit würde die Beschaffung der Oxaläters um etwa die Hälfte weniger kosten als wenn man reine Oxaläters kaufen würde.

II. Reinigung durch Fällung mit Soda und Natriumhydroxid.

Es ist bereits in Letzterem aus unzureichenden Gehaltlösungen reine Kobaltlösung hergestellt durch Abtrennung der Verunreinigungen mittels Sodafällung und Fällung mit Natriumphosphat.

Die Durchführung dieser Reinigung ließe sich auf zwei verschiedenen Wegen bewerkstelligen.

1. Weg

- Verfällung mit Soda und Ausfällen des Thoriums einschließlich des Eisens und Aluminiums. Das Thorium müsste gesondert wieder aufgearbeitet werden.
- Aus dem Filtrat werden die noch darin enthaltenen Schwermetalle durch Fällung mit Natriumphosphat entfernt.
- Die filtrierte Kobaltlösung wird mit Soda in Unter-

sehr gefällt, wobei das Calcium in Lösung bleibt.

1334

a) Das Cobaltcarbonat wird in Salpetersäure gelöst.

b) Sag:

a) Die verwaschene Nitratlösung wird mit Soda im Überschuß gefällt, wobei das Filtrat Calcium-Aluminium und ein Teil Cobalt enthält. Diese Cobaltlösung müßte gesondert aufgearbeitet werden.

b) Der Carbonatniederschlag wird mit Salpetersäure fraktioniert gelöst derart, daß das Thorium zuerst löslich. Dieses müßte gesondert aufgearbeitet werden.

c) Die filtrierte Cobaltlösung wird durch Fällen mit Natriumphosphat von den noch darin befindlichen Schwermetallen befreit.

Die Einzelheiten dieser Arbeitsgänge sind erst zum Teil besprochen worden und müssen noch durch experimentelle Überprüfung geklärt werden.

Von einer näheren Besprechung dieser Möglichkeiten wurde abgesehen, da inzwischen eine weitere Möglichkeit gefunden wurde.

III. Herr **A o s e n d a h l** macht folgenden Vorschlag:

Die Elektrolyse, welche z. Zt. in Lössen aufgestellt wird, soll hier nach Helten verlegt werden. Die Regeneration würde dann in folgender Weise vorgenommen:

Die zu regenerierende Laterz-Zelle wird in Wasser aufgeschwemmt. In diese Aufschwemmung wird das bei der Elektrolyse anfallende Chlor ein geleitet. Damit wird das in der Laterz-Zelle enthaltene Cobalt gelöst. Diese Lösung kann in Kolbenzelle durchgeföhrt werden.

Die Aufschwemmung wird durch Filtrieren vonget in den thoriumhaltigen Lösselgarnschub und in die neutrale Cobaltchloridlösung. Die letztere wird gegebenenfalls noch einer einfachen Zwischenreinigung unmittelbar der Elektrolyse zugeföhrt, welche reines Cobaltmetall ergibt. Dieses wird in Salpetersäure gelöst und dient dann zu neuen Fällungen.

Das Gemenge von Thorium und Kieselgur wird durch Auflösen in Schwefelsäure oder auf eine andere Weise in Kieselgur und Thoriumlösung getrennt. Aus dieser Thoriumlösung sollte durch noch näher zu klärende Arbeitsgänge das Thorium in wiederverwendbarer Form gewonnen werden.

Die vorbeschriebene Arbeitsweise enthält eine zweifache Filtration der Kieselgur. Um diese zu vermeiden, hat Herr Rosenzahl folgende andere Art der Regeneration vorgeschlagen:

Nach der Auflösung des Cobalts mittels Chlor in der üblichen Aufschlammung des zu regenerierenden Kates wird die Aufschlammung durch Zufügen von Salzsäure zu Ende geführt, so daß nicht nur der Rest des etwa angedickten Cobalts, sondern auch das gesamte Thorium in Lösung geht. Dann wird die Kieselgur abfiltriert. Aus dem Filtrat wird das Thorium durch Verfüllung mit Soda in bekannter Weise abgetrennt. Die verbleibende Cobaltlösung wird dann der Elektrolyse zugeführt.

Diese Arbeitsweise wäre außerordentlich einfach und hätte zwei große Vorteile gegenüber der zuerst geschilderten, nämlich, daß die Kieselgur nur einmal abfiltriert zu werden braucht und daß für die Aufarbeitung des Thoriums keine neuen unbekannteren Arbeitsgänge ausgearbeitet zu werden brauchen.

Von allen bisherigen Vorschlägen zur Durchführung der Regeneration erscheinen diese neuen Möglichkeiten weitens am vorzuziehbarsten. Die benötigten neuen Einrichtungen können in kurzer Zeit beschafft werden und sind nicht sehr umfangreich. Außerdem ist mit größter Wahrscheinlichkeit vorzuzusetzen, daß wir ein absolut reines Cobalt und Thorium aus dem zu regenerierten Lösungen gewinnen werden. Dies kann man von jedem der anderen Regenerationsarten mit gleicher Sicherheit behaupten. Es soll daher mit allen Mitteln versucht werden, diese neue Arbeitsweise sobald wie möglich zu verwirklichen.

Herr Rosenfeld gab an, daß die Leistung der Elektrolyse täglich 1 % Gehalt betrage, unter Umständen jedoch bis auf 1,5 % täglich gesteigert werden könne.

Durch die Verlegung der Elektrolyse von Leuchtgas nach Holten erhöht die Homogenisierung von Gehalt in Leuchtgas keine Einbuße, da weiter wie bisher Carbonat, und zwar in möglichst reiner Beschaffenheit hergestellt werden wird.

Fischer schlug vor, das elektrolytisch abgezeichnete Gehalt durch schwaches Glühen weiter zu reinigen, falls es eine geringe Menge organischer oder anderer flüchtiger Stoffe enthalten sollte.

Manien wies auf die Möglichkeit hin, die angegebenen Mengen ohne vorherige Intersaffinierung in Salzsäure zu lösen.

Rose

*Reichsbank für Aktienbesitzer
Oberhausen-Holtten*

Oberhausen-Holtten, den 9. 11. 1938.
Abtlg. BVA Roe/Stg.

701278

1337

Rep

B. - Anlage.

Anliegend überreiche ich die zu der Aktennotiz vom
6. 11. über die Reinigung von Cobaltlösung gehörenden sche-
matischen Darstellungen der einzelnen Arbeitsgänge.

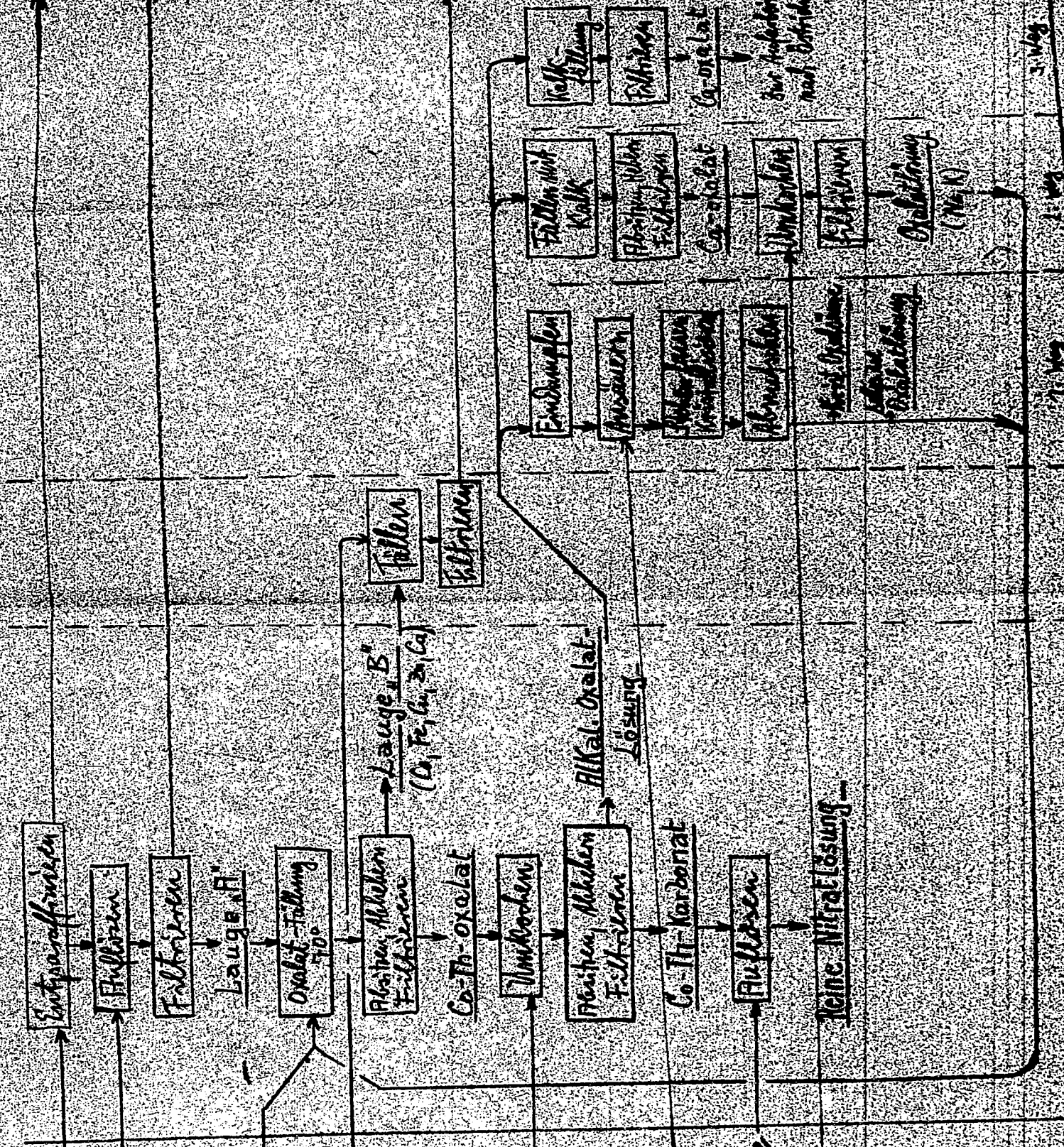
- Ddr.: Hr. Prof. Martin,
" Dir. Waibel,
" " Alberts,
" Dr. Fischer,
" " Klein,
" " Huber.

Roe

Reinigung der Kristalllösung beim Oxalatfällung.

Paraffin
Mesalin

Co-haltiger Niederschlag (und Lösung)



Katalysator

Säure

Oxalsäure

- a) Lsg. Natronlauge
- b) Kalkmilch

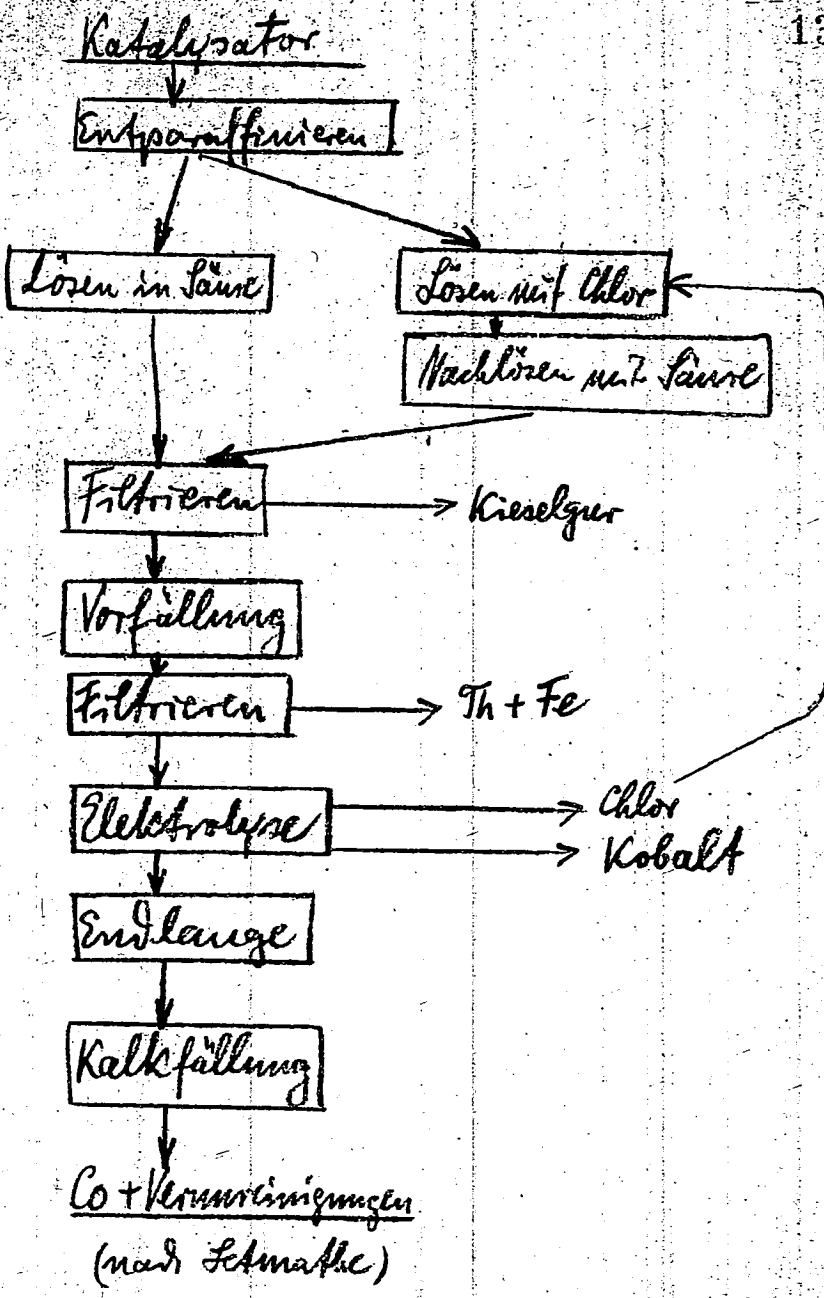
Lauge B

Säure

Kohlensäure

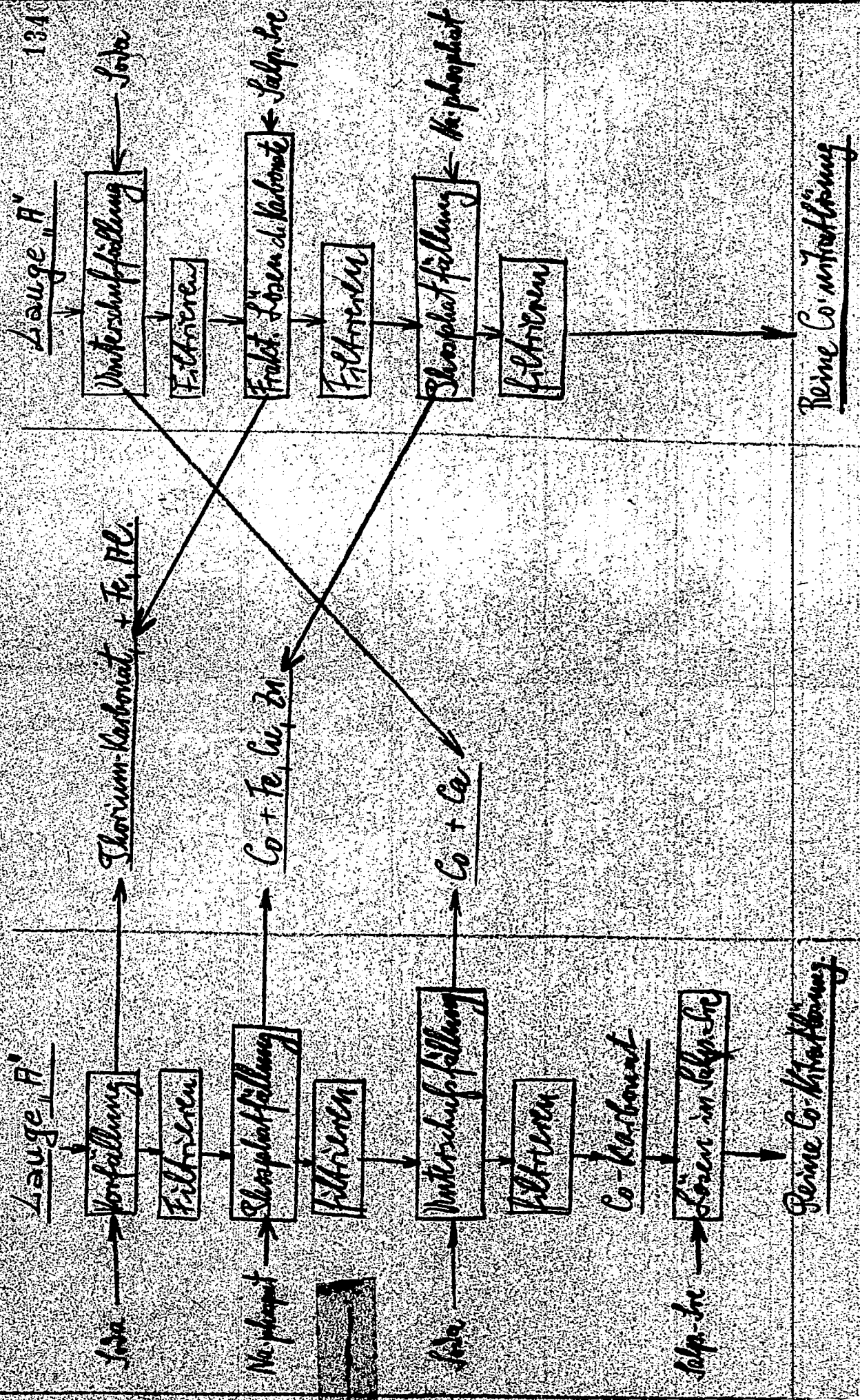
- a) Lsg.
- b) Pflanzl.

1. Weg
2. Weg



Reinigung der Nitratlösung durch Phosphatfällung

NR 117



NR 117