

000089

Aktennotiz

über die Besprechung mit ^{xx}

Verfasser: Dr. Heckel

Durchdruck an:

in Holtzen am 5.3. 19 38

Anwesend: He. Prof. Martin,
 " v. Asboth,
 " Dr. Gehrke,
 " " Bätz,
 " Dipl.-Ing. Hahnstein,
 " Herbke,
 " Dr. Huber,
 " " Johsrich,
 " Dipl.-Ing. Köppern,
 " Dr. Meyer,
 " " Schaller,
 " " Roelen,
 " " Büchner,
 " " Heckel.

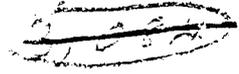
He. Prof. Martin,
 " Dir. Waibel,
 " " Hagemann
 " v. Asboth,
 " Dr. Fischer,
 Kator.-Fabrik (Dr. Gehrke).

Zeichen: Datum:

RE Abtlg. BVA Hl/Stg. 8.3.1938

Betrifft: Regeneration.

Auf die Frage Martins nach dem Stand der Arbeiten zur Regeneration von Kontaktlösungen berichtet Roelen zunächst über die Reinigung durch Eindampfen und Auskristallisieren von Kobaltnitrat. Es konnten bei viermaligem Eindampfen insgesamt 86 % des eingesetzten Kobalts wiedergewonnen werden. Martin wünscht, daß die Versuche auch auf magnesiumhaltige Kobaltlösungen ausgedehnt werden. Roelen sieht in der Gegenwart von Magnesium keinerlei Schwierigkeiten. Die gegenwärtigen Versuche werden fortgesetzt, bis Kalzium im auskristallisierten Kobaltnitrat erscheint. Johsrich hat sich mit verschiedenen Firmen in Verbindung gesetzt wegen der Lieferung von säurefestem Material zum Eindampfen von Lösungen. Es kommt möglicherweise auch ein neues Kunstharz in Frage. Als Grenzen für die Beanspruchung ist eine Temperatur von 130° und ein Gehalt von 5 % an freier Salpetersäure angegeben worden. Martin weist darauf hin, daß im gegenwärtigen Zeitpunkt nickelhaltige Chromstähle für den vorgesehenen Zweck auf keinen Fall zu erhalten sind. Roelen berichtet dann über die Fluoridreinigung. Bei den Versuchen hat sich ergeben, daß trotz eines Überschusses an Magnesium in den Versuchslösungen das Fluorid nicht vollständig entfernt werden konnte, sodaß beim nachträglichen Zusatz von



Thorium eine gewisse Menge Thoriumfluorid ausfiel. Um diese Schwierigkeit zu umgehen, hat Büchner Versuche gemacht, durch überschüssige Fällung des Kobalts bei niedriger Temperatur die Unterschlußfällung durch eine möglichst weitgehende Fällung des Kobalts zu ersetzen. Es konnten bei Fällung im Temperaturbereich von etwa 30° 99,5 % des Co und 70 % des Mg ausgefällt werden. Die restliche geringe Menge von 0,5 % Co konnte durch Erhitzen auf 80° ebenfalls noch zur Fällung gebracht werden. Die erhaltenen Kobaltmagnesiumniederschläge waren kalkfrei. Es wurden anschließend Versuche gemacht, das gefällte Kobaltmagnesiumcarbonat ohne vorherige Auflösung in aufgeschlämmtem Zustand zur Fällung zu verwenden. Mehrere auf diese Weise hergestellte Kontakte zeigten bis jetzt gute normale Anfangsaktivität.

Schaller berichtet von seinen Versuchen zur Fluoridreinigung. Im Falle eines Großversuchs mit 900 kg Kobalt und der allerdings recht ungünstigen Zusammensetzung 100 Co : 8 CaO : 8 MgO konnte bei allmählicher Zugabe von Natriumfluorid in etwa äquivalenten Mengen der Kalk nur ungenügend entfernt werden. Jedoch könnte in diesem Falle die ungünstige Zusammensetzung der Lösung und ungenügende Fluoridzugabe bei Beginn der Fällung das Ergebnis verschlechtern haben. Gehrke hat in Kleinversuchen mit Fluorid eine Reinigung bis auf 0,1 bis 0,15 Ca, bezogen auf 100 Kobalt, erreicht. Mit Rücksicht auf die Dauer der Ausfällung wird unter Umständen der Behälterraum eine gewisse Rolle spielen. Martin regt an erneut zu prüfen, ob nicht bei Gegenwart größerer Mengen Magnesium im Kontakt die schädliche Wirkung des Kalziums zurückgedrängt wird. Evtl. könnte bei der Fluoridreinigung die spätere Ausfällung geringerer Mengen Thorium als Fluorid in Kauf genommen werden. Abgesehen von der Verdampfung ergeben sich für die Regeneration somit augenblicklich zwei Wege,

- 1.) Fluoridreinigung,
- 2.) Fällung des Kobaltcarbonats und direkte Verwendung dieses Kobaltcarbonatniederschlages zur Kontakt-herstellung.

In diesem Falle befürchtet jedoch Martin eine gewisse Labilität in der Güte des Kontaktes. Gehrke hat hinsichtlich der technischen Seite der Verarbeitung einer Kobaltcarbonat-Magnesiumcarbonat-Suspension anstelle der jetzigen Einstellösung keine Bedenken, befürchtet jedoch, daß bei kalter Fällung die Filtrierfähigkeit des Kobaltcarbonates wesentlich herabgesetzt wird. Ein kalt gefällter Kobaltcarbonatniederschlag enthält nach seinen Angaben etwa 8 % Kobalt gegenüber 16 % bei einem heiß gefällten. Die Filtrierfähigkeit wird jedoch möglicherweise von dem mitgefällten Magnesiumcarbonat verbessert.

Roelen kann von den auf Anregung Martins durchgeführten Reinigungsversuchen mit Carboraffin zur Entfernung der organischen Substanz aus der Kontaktlösung günstige Ergebnisse berichten. Die organische Substanz konnte bis auf wenige Prozente vollständig entfernt werden. Martin macht darauf aufmerksam, daß auch neben der organischen Substanz der Verbleib der Schwefelsäure in der Kontaktlösung geprüft werden soll. Büchner hat Versuche zur Entfernung der Schwefelsäure durch Bariumhydroxydzusatz durchgeführt, jedoch keinen vollständigen Umsatz erreichen können.

Martin erinnert Roelen an die Prüfung magnesiumhaltiger Kontakte unter Druck. Die Versuche über die Schädlichkeit von Kalzium bei Gegenwart von Magnesium sollen ausgedehnt werden auf solche Versuche, die neben Kalzium auch gewisse Mengen Sulfat enthalten. Da der Sulfatgehalt in ausgebrauchten Kontaktlösungen zum Teil sehr unterschiedlich ist und von dem Schwefelgehalt im Kontakt abhängig ist, muß auch der Feinreinigung des Synthesegases besondere Aufmerksamkeit gewidmet werden. Nach Angabe Gehrkes zeigen die von den Lizenznehmern zurückgelieferten Kontakte recht verschiedenen Schwefelgehalt. Den geringsten Gehalt an Schwefel haben die von der Gewerkschaft Viktor zurückgesandten Kontaktmassen. Weniger günstig verhalten sich Ruhrbenzin und Brabag. Den höchsten Gehalt hat Rheinpreußen, wahrscheinlich aufgrund seiner besonderen Fahrweise. Roelen hat die Feinreinigungsversuche bei hoher Temperatur fortgesetzt und ist auf etwa

0,3 - 0,5 g Schwefel/100 cbm heruntergekommen. Mit Zusatz von Wasserdampf lassen sich möglicherweise noch bessere Ergebnisse erzielen. Martin legt großen Wert auf Fortführung dieser Versuche mit Rücksicht auf die Schwierigkeiten, die bei ausländischen Lizenznehmern manchmal mit der Chemikalienbeschaffung für die Feinreinigung verbunden sind.

Die Großversuche in der Katorfabrik wird Schaller in der Weise fortführen, daß

- 1.) die Fluoridreinigung von magnesiumhaltigen Lösungen weiter verfolgt wird und
- 2.) auch die vollständige Fällung von Kobaltcarbonat zusammen mit Magnesiumcarbonat bei niedriger Temperatur anstelle der Unterschlußfällung überprüft wird.

von Asboth erklärt, daß für Lützkendorf die Fluoridreinigung der einfachste Reinigungsgang wäre. In diesem Falle ist niemals das gesamte Kobalt zu filtrieren. Es hätten daher die vorhandenen Filterpressen stets nur verhältnismäßig geringe Mengen an Niederschlägen zu bewältigen. Die organische Substanz müßte in diesem Falle jedoch mit Carboraffin herausgenommen werden. Martin hält es für zweckmäßig, die Carboraffinreinigung so zu leiten, daß anschließend das Carboraffin bei der Kieselgur bleibt und mit dieser zusammen abfiltriert wird. Man könnte auch an eine Filtration durch Filterpressen, die mit Carboraffin gefüllt sind, denken. Huber hat Versuche zur Reinigung mit gekörnter A-Kohle gemacht. Martin hält es jedoch für unzweckmäßig, eine gasaktive Kohle an dieser Stelle zu verwenden. Carboraffin als flüssigkeitsaktive Kohle hat im vorliegenden Falle sicher mehr Erfolg. Der Gang der Regeneration würde nach allen bisher gemachten Erfahrungen folgender sein:

- 1.) Entfernung der organischen Verunreinigungen durch Carboraffin
- 2.) Ausführung der Vorfällung,
- 3.) Natriumfluoridreinigung bei Gegenwart von Magnesium.

Der fluoridhaltige Schlamm kann vielleicht gesammelt und neuerdings einer Aufarbeitung auf Natriumfluorid zugeführt werden.

Nich