

Oberhausen-Holten, den 25. Mai 1939.  
 BB Abt. BVA Hl/Op.

3439 - 30/5.01 - 99

Herrn Dr. G e h r k e .

Betr.: Schwefelgehalt in den Lösungen zur Kontakttherstellung  
Ihr Schreiben vom 12.5.1939.

In früheren Versuchen war von uns festgestellt worden, dass der Sulfatgehalt von reinen Kobaltlösungen des Mass von 1 Gew.-%  $SO_3$  auf 100 Co wohl übersteigen durfte, ohne dass eine Schädigung des Kontakts eintrat, beispielsweise bei einzelnen Versuchen bis zu 8%  $SO_4$ .

Auf Grund Ihres Schreibens vom 12.5.39 haben wir die seinerzeit gesuchten Beobachtungen einer nochmaligen Nachprüfung unterzogen und bis jetzt voll bestätigt gefunden.

Die frühere Beobachtung, dass im Bereich der genannten Konzentrationen die Schwefelsäure zu rund 100% bei der Fällung in das Filtrat geht, wurde auch jetzt somit bestätigt.

Es wurden in die Kontaktlösung gegeben zu 25 g Co:	
3% $SO_4$ = 0,75 g	Im Filtrat gefunden 0,85 g
6% $SO_4$ = 1,5 g	" " " 1,57 g.

Der etwas höhere  $SO_4$ -Gehalt im Filtrat erklärt sich aus der Auswaschung von  $SO_4$ -Resten aus der Kieselgur des Kontakts.

Derartige Kontakte enthalten dann Sulfat nur noch in verschwindend geringen Mengen und zeigen eine durchaus normale Aktivität.

Es ist jedoch dabei zu betonen, dass es sich um Sulfatzusätze zu reinen Kobaltlösungen aus Katanga-Metall handelt. Für den technischen Betrieb würde eine Erhöhung des  $SO_4$ -Gehaltes über die bisherige Grenze von 1% hinaus nur mit strenger Inanspruchnahme der eigenen Leistungsanforde-

raugen an die Lösungen zu vereinbaren sein. Trifft z.B. der steigende  $\text{SO}_4$ -Gehalt zufällig mit einem hohen Ca-Gehalt zusammen, so würde mit starker  $\text{SiO}_2$ -Bildung eine Verschlechterung des Kontakts zu erwarten sein.

Werden jedoch die übrigen Verunreinigungen der Lösung gering gehalten, so dürfte sich eine Erhöhung von 1  $\text{SO}_4$  auf 2-3  $\text{SO}_4$  von 100 Co nicht nachteilig auswirken. Wir glauben also, dass bei den gegenwärtigen Sulfatmengen eine besondere gute Entfernung der übrigen Verunreinigungen aus den Lösungen genügen wird, um trotz eines erhöhten Sulfatgehaltes vollaktive Mischkontakte und Magnesium-Kontakte zu erhalten.

Sollte sich jedoch herausstellen, dass diese Massnahme, nämlich eine sorgfältige Reinigung der zu regenerierenden Lösungen, nicht ausreicht, so könnte ein weiteres Mittel angewendet werden, um auch aus sulfathaltigen Lösungen vollaktive Katalysatoren zu erhalten. Wir haben nämlich gefunden, dass man aus dem fertig ausgewaschenen Kuchen die letzten Reste von Schwefelsäure dadurch abwaschen bzw. unschädlich machen kann, dass man nach beendeter normaler Waschung abschliessend den Kuchen mit verdünnter Alkalilösung behandelt. Hierbei hat sich noch gezeigt, dass man bei Anwendung dieser sog. aktivierenden Waschung die erste Waschung mit Wasser auf ein Drittel der normalen Wassermenge beschränken kann.

Die Wirkung dieser aktivierenden Waschung ist derart, dass nunmehr auch vollaktive Katalysatoren aus reinen Sulfatlösungen erhalten werden können, was auf anderen Wegen bisher nicht möglich war. Es ist daher als sicher vorauszusehen, dass diese  $\text{SO}_4$ -haltigen Nitratlösungen erst recht mittels aktivierender Waschung auf volle Aktivität gebracht werden können.

Ddr.: Ka,

Ks,

W,

Pi.

000183

*Rubibenzin Aktiengesellschaft*  
Oberhausen-Holten

Oberhausen-Holten, den 24. November 1938.  
RB Abt. BVA Roe/Op.

Herrn Professor M a r t i n .

Betr.: Lebensdauer der Katoren.

Am 29. August des vorigen Jahres haben wir mit der katalytischen Prüfung eines Thorium-Kators begonnen, welcher sich als besonders gut erwies. Im September dieses Jahres erreichte er eine Laufzeit von über einem Jahr.

Diesen Kator konnten wir nun mit Erfolg wiederbeleben.

Betriebsdaten:

Zusammensetzung: 100 Co - 15 ThO<sub>2</sub> - 200 Kgr.

Formgebung: 2 mm-Fadenkorn; Masse aus der Katorfabrik

	vor	nach
	der Wiederbelebung	
Betr.-Stunden:	8758	8762 - 8871
Temperatur:	199°	185°
Kontr.:	30%	64%
Flüssige Prod.: g/cbm Idealgas	30	110
Zahl der Hydrierungen:	16	—

- 2 -

Besonders hingewiesen sei darauf, dass das Korn nach der Wiederbelebung noch vollständig unverändert und von einem frisch hergestellten nicht zu unterscheiden war.

Diese Ergebnisse sind in mehrfacher Hinsicht von Bedeutung:

A) Lebensdauer:

Erstmalig konnte ein Benzin-Kator nach einer Betriebsdauer von mehr als einem Jahr wieder auf eine Ausbeute von 110 g/cbm I-Gas gebracht werden.

Hiermit sind für die drucklose Synthese ausserordentlich lange Laufzeiten als grundsätzlich erreichbar nachgewiesen.

B) Formgebung:

Ein richtig geformter Kator behält selbst bei längster Betriebsdauer und scharfer Beanspruchung zwecks Wiederbelebung seine Form und Festigkeit unverändert bei, während er gleichzeitig, infolge innerer Zugänglichkeit, eine ergiebige Ausnutzung der aktiven Stellen ermöglicht.

C) Kator-Chemie:

1.) Hiermit ist ein Beweis dafür erbracht, dass Gefügeänderungen, welche nicht wieder rückgängig gemacht werden können (z.B. Rekristallisation des Kobalts), nicht die Ursache sein können für das allmähliche Erlahmen im Laufe der üblichen Betriebsdauer von etwa fünf Monaten.

2.) Die Ergebnisse sind eine weitere Stütze für die Annahme, dass zur vollständigen Wiederbelebung lediglich die Entfernung von Bestandteilen aus der Katormasse erforderlich ist, welche unter den Bedingungen der Synthese nicht flüchtig sind, also ausser Paraffin vor allem von Kohlenstoff, möglicherweise auch von anderen Reaktionsprodukten, von Schwefel, Sauerstoff usw.

Ddr.: Hg,  
 W,  
 A,  
 Fi,  
 Gr,  
 Schu.

*Rae*

Aktennotiz

über die Besprechung mit

Verfasser: Dr. Heckel.Durchdruck an:

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

in Holten am 20.5. 19 38.  
Anwesend: He. Prof. Martin,  
 " v.Asboth,  
 " Dr. Fischer,  
 " " Gehrke,  
 " " Bätz,  
 " Dipl.-Ing. Hanstein,  
 " Herbke,  
 " Dipl.-Ing. Köppern,  
 " Dr. Meyer,  
 " " Schenk,  
 " " Roelen,  
 " " Büchner,  
 " " Heckel.

Zeichen:Datum:

RB Abtlg. BVA HL/Stg. 23.V.38.

Betrifft: Katalysator.

Martin spricht von den möglichen Vorteilen der magnesiumhaltigen Katalysatoren. Nach Angabe von Gehrke sind bis jetzt 56 Kübel geliefert worden. Schenk erhält von Martin den Auftrag festzustellen, ob unter diesen Kübeln solche dabei waren, die trotz hohen Reduktionswertes in der Aktivität nicht befriedigt haben. Einen Vorzug der magnesiumhaltigen Katoren scheint es zu sein, daß sie mit einer höheren Gasmenge als normal belastet werden können.

Die Angabe der Brabag, daß der Olefingehalt der leichten Produkte niedriger liegt als bei reinen Thoriumkatoren, etwa 28 - 35 gegenüber 40 - 50, müßte noch nachgeprüft werden. Evtl. sollte ein Ofen der Ruhrbenzin mit Magnesium-Thorium-Mischkontakten für diese Prüfung verwendet werden. Nach Aussage von Roelen ist es sehr schwer die gewünschte Feststellung im Labor zu treffen, da die Versuchsbedingungen den Bedingungen des Großbetriebs nicht ohne weiteres anzugleichen sind.

Martin ist der Ansicht, daß die Katorfabrik evtl. für die Dauer von 2 - 3 Monaten auf die ausschließliche Herstellung von Magnesium-Thorium-Mischkontakten übergehen könnte. Auf seine Frage nach der Körnung erklärt Gehrke, daß die bisherigen Mischkontakte mit 1 - 3 mm Korn geliefert wurden. Bis jetzt seien zwei von den gelieferten Mischkontakten ausgebaut worden und gut gefallen.

Die Rücklieferung von magnesiumhaltigen Kontakten seitens der Lizenznehmer ist vorläufig noch nicht einheitlich. Besondere Anforderungen werden bei der Herstellung des Magnesium-Thorium-Mischkontaktes an die Reduktion gestellt. Roelen weist an Hand von Versuchen der BVA nach, daß der Wassergehalt des Reduktionsgases bei der Reduktion des Mischkontaktes eine ausschlaggebende Rolle spielt. Bei einem bestimmten Wassergehalt läßt sich trotz Temperaturerhöhung der Reduktionswert des Kontaktes nur sehr langsam und schwer steigern. Auch bei der Anwendung von trockenem Reduktionsgas ist der Reduktionswert mit steigender Temperatur und steigender Reduktionsdauer nur langsam zu erhöhen. Roelen führt diese Erscheinung auf die außerordentlich feine Verteilung des Magnesiums im Kontakt zurück. Zur Klärung der Unterschiede zwischen Thorium- und Magnesiumkontakten sollen im BV-Labor Versuche gemacht werden über die Reduzierbarkeit von Kobalt-Thorium- und Kobalt-Magnesiumkontakten bei getrennter Fällung und nachträglicher Mischung der Komponenten. Schenk glaubt, daß die Verzögerung der Reduktion auf eine schwierigere Desorption des bei der Reduktion gebildeten Wassers zurückzuführen ist.

Roelen schneidet die Frage des minimalen Reduktionswertes von Kübeln der Katorfabrik an. In Laborversuchen haben Kontakte mit 45 - 47 % Reduktionswert im Dauerversuch eine ausgezeichnete Wirksamkeit gehabt, da die Katorfabrik augenblicklich einen Reduktionswert von 55 - 60 % zu halten in der Lage ist, ist Martin der Ansicht, daß dieser Reduktionsgrad beibehalten werden soll. Wie Roelen betont, ist der Kohlensäuregehalt des Reduktionsgases besonders schädlich. Die Katorfabrik beabsichtigt, die Kohlensäure

durch Ätzkalk herauszunehmen. Martin hält in diesem Falle die Verwendung von Ätzkali für vorteilhafter. Nach Aussage von Fischer sind außerordentlich geringe Mengen, z.B. 0,1 Vol.%, nicht mehr durch Laugen zu entfernen. Bei früheren Versuchen gelang es auch bei Drücken bis 750 atü nicht, mit Ätzkali Kohlensäure und Wasser vollständig herauszunehmen. Die Katorfabrik hat in der letzten Zeit versucht, den steigenden Kohlensäuregehalt des Reduktionsgases durch die Hereinnahme größerer Mengen von frischem Stickstoff-Wasserstoff auszugleichen, doch ist dieser Weg auf die Dauer nicht gangbar. Eine überschlägige Rechnung von Martin ergibt einen möglichen Verbrauch von 1500 kg Ätzkali täglich bei völliger Herausnahme der Kohlensäure. In Anbetracht dieser großen Menge müßte die weitere Verwendung der bei der Reaktion entstehenden Pottasche klargestellt werden.

Martin wünscht die Herstellung von 1 - 2 Kübeln Mischkontakt mit geringerem Thoriumgehalt als 5 %, die bei der Ruhrbenzin eingesetzt werden könnten. Gehrke schlägt vor, diese beiden Kübel evtl. als Übergangskübel zu den beiden reinen Magnesiumkontakten für Rauxel herzustellen. Martin gibt Heckel den Auftrag festzustellen, wieviel Salpetersäure bei der Reinigung von Rohkieselgur verbraucht wird.

gez.: Heckel.



Aktennotiz

über die Besprechung mit

in Holten am 23.3. 19 38Anwesend:Verfasser: Dr. Heckel.Durchdruck an:

He. Prof. Martin,  
 " Dir. Waibel,  
 " " Alberts,  
 " " Hagemann,  
 " Dr. Fischer,  
 " " Gehrke.

Zeichen:Datum:

RB Abtlg. EVA Hl/Stg. 29.3.38.

Betrifft: Katalysator.

Anwesend: He. Prof. Martin,  
 " Dir. Alberts,  
 " v. Asboth,  
 " Dr. Fischer,  
 " " Gehrke,  
 " " Bätz,  
 " Dipl.-Ing. Hanstein,  
 " Herbke,  
 " Dr. Huber,  
 " " Johswich,  
 " Dipl.-Ing. Köppern,  
 " Dr. Meyer,  
 " " Schaller,  
 " " Schuff,  
 " " Roelen,  
 " " Büchner,  
 " " Heckel.

Auf die Frage Martins nach der Kontaktqualität bestätigt Roelen sein bereits schriftlich abgegebenes Urteil, daß die Kontaktqualität in der letzten Zeit nach den Prüfungen des BV-Labors nicht schlechter geworden sei. Schuff erwähnt, daß die Kontakte der letzten Zeit eine etwas höhere Temperatur während des Anfahrens benötigen. Alberts teilt mit, daß nach Aussage von Grime-Rheinpreußen eine steigende Tendenz der Aktivität festzu-

stellen sei. Martin ist der Ansicht, daß wirklich einwandfreie Vergleiche bezüglich der Kontaktqualität erst dann gezogen werden können, wenn entsprechend verformte und gleichmäßig stabile Kontakte miteinander verglichen werden können. Gehrke berichtet, daß nach Änderung der Fällungsart die Festigkeit der Kontakte gestiegen ist. Eine Verminderung der Aktivität infolge der geänderten Fällung konnte bisher nicht nachgewiesen werden. Der in der BVA hergestellte Fadenkontakt konnte im Büttner-Trockner ohne Schwierigkeit von 55 - 60 % Wasser auf 7 - 18 % getrocknet werden. Der Staubanfall war sehr gering. Die Weiterverarbeitung des getrockneten Fadenkontaktes soll über das Passiersieb erfolgen. Der Staubgehalt wurde mit ungefähr 1,5 % bestimmt. Bei der Herstellung des Kugelkornes im Eirich-Granulator wurde durch Verringerung der Tourenzahl ein Korn mit geringerer Dichte erzielt. Das Schüttgewicht betrug etwa 40 gegenüber 55 und höher bei früheren Versuchen. Ein Nachteil beim Arbeiten <sup>mit</sup> geringerer Tourenzahl liegt in dem erhöhten Anfall an grobem Material. Versuche mit wechselweise höherer und geringerer Tourenzahl werden noch durchgeführt. Köppern wird in nächster Zeit Formungsversuche mit einer neuen Presse vornehmen. Martin betont, daß jeder diskutabile Weg zur Verformung beschritten werden müsse, da die Art der Kontaktform sich nicht nur bei der Synthese, nämlich in Bezug auf Gaswiderstand und Gasverteilung, auswirkt, sondern auch hinsichtlich des späteren Ausfüllens der Öfen.

Bei der Rücklieferung ausgebrauchter Kontakte werden im allgemeinen 2 - 3 Kontaktarten unterschieden, 1) der extrahierte und entzündliche Kontakt, 2) der paraffinhaltige und zeitweise entzündliche Kontakt und 3) der feuchte und zu Klumpen geballte Kontakt.

Martin schneidet die Frage an ob es möglich ist, die Benzextraktion und nachfolgende Synthesegasbehandlung, die sich bei der Ruhrbenzin vor dem Ausfüllen des Kontaktes bewährt hat, bei allen Lizenznehmern durchzuführen. Alberts erklärt, daß die Einrichtung zur Extraktion und die Möglichkeit zur fraktionierten Destillation bei allen Lizenznehmern vorhanden sei. Zur Vermeidung

der leichten Entzündlichkeit des ausgebrauchten Kontaktes soll versucht werden, durch ein Gemisch von Wasserdampf und Luft den Kontakt zu oxydieren. Eine gewisse Schwierigkeit liege dabei im Einhalten in der Begrenzung der zuzuführenden Sauerstoffmenge. Martin hält die Benetzbarkeit des ausgebrauchten Kontaktes für sehr wesentlich. Hinsichtlich der Benzin-Extraktion glaubt er, daß für die einzelnen Werke ein Anreiz darin liegt, das Paraffin zu gewinnen. Alberts bezeichnet die im Synthesegesamtprodukt anfallende Menge Hartparaffin mit 2 - 3 %. Sollten sich die verformten Kontakte, wie man erwartet, beim Ausfüllen günstig verhalten, so könnten die Kosten in diesem Punkt wesentlich gesenkt werden. Martin wünscht, daß in die Versuchsöfen kein Kontakt eingefüllt wird, der nicht verformt ist. Bei der Erörterung der durch Entparaffinierung mit Wasserdampf oder durch Benzinextraktion entstehenden Kosten hat v. Asboth die Kosten der Wasserdampf-Entparaffinierung mit etwa 450.-- RM pro Ofen in Erinnerung, während Alberts die Kosten der Benzinextraktion mit ungefähr 850.-- RM beziffert. Da die Schwierigkeiten bei der Brikettierung und nachfolgenden Wasserdampf-Entparaffinierung je nach Kontaktart z.T. sehr wechseln, sollen die Kosten dieser Entparaffinierungsart noch einmal einer Nachprüfung unterzogen werden. Alberts betont, daß man heute aufgrund der bei der Ruhrbenzin vorliegenden Erfahrungen in der Lage ist, den Lizenznehmern eine genaue Arbeitsvorschrift zur sicheren Extraktion und Ausfüllung der Öfen zu geben. Martin schlägt vor zu versuchen, den ausgebrauchten Kontakt ohne Auflösen wieder zu aktivieren. Koelen berichtet über derartige Versuche des PV-Labors, die ausgebrauchten Katoren durch Oxydation und Reduktion zu beleben und wieder in Betrieb zu nehmen. Diese Versuche sollen fortgesetzt werden.

Bezüglich der magnesiumhaltigen Kontakte wird nach allgemeiner Erfahrung festgestellt, daß das Korn sehr hart ist und keinen Staub enthält. Die im Großbetrieb in der letzten Zeit eingesetzten Kontakte mußten, um die Methanbildung herabzudrücken, zum Teil mit sehr hohen Gasmengen angefahren werden. Schuff erwähnt, daß die Methanbildung auch bei reinen Thoriumkontakten

anfangs vorhanden ist, jedoch nur sehr kurze Zeit, während sie bei den Magnesiumkontakten etwa 2 - 3 Tage anhält. Bei dem ersten Magnesium-Thorium-Kontakt war im Großbetrieb erst nach einer Laufzeit von 50 Tagen die erste Hydrierung notwendig.

Wenn die Rotorfabrik eine weitere Serie von Magnesium-Thorium-Kontakten herstellt, so ist es nötig, daß diese Kontakte späterhin auch von den Lizenznehmern ungefähr gleichzeitig entleert und zurückgeschickt werden, um dann gemeinsam zur Aufarbeitung zu gelangen.

Schuff ist der Ansicht, daß mit Ausnahme der Anfahrzeit die magnesiumhaltigen Kontakte im Großbetrieb keine wesentlichen Unterschiede hinsichtlich der Methanbildung zeigen gegenüber reinem Thoriumkontakt. Roelen bestätigt dies aufgrund von Laborversuchen. Fischer hält es für möglich, daß der Grund der Methanbildung bei magnesiumhaltigen Kontakten in einer Spinellbildung zwischen dem Eisen der Kieselgur und dem Magnesium des Kontaktes zu suchen sei.

Roelen geht kurz auf die Kieselgurreinigung mit Kohlensäure und Salpetersäure ein und die Wirkung der Temperaturbehandlung von Kieselgur, die bei starkem Glühen einer Reinigung gleichkommt.

Gehrke berichtet über die Fluoridreinigung. Es hat sich gezeigt, daß nach etwa 4 - 5 Stunden die mit Natriumfluorid behandelten Lösungen genügend weitgehend entkalkt sind, wenn in der Lösung auch größere Mengen von Magnesium vorhanden waren. Bei reinen Kobaltlösungen ohne Gegenwart von Magnesium liegen die Verhältnisse offenbar etwas günstiger. Kontakte aus fluoridgereinigten Lösungen werden augenblicklich im RV-Labor geprüft.

<sup>notig</sup> Martin weist noch auf die Kohlensäuretränkung hin. Es wird möglich sein, angesichts der steigenden Produktion die Kohlensäuretränkung weiterhin beizubehalten und die Belieferung mit den notwendigen größeren Mengen sicherzustellen.

Ruhbenzin Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holtten

Oberh.-Holtten, den 13. August 1937.  
Abt. BVA Roc/Edm.-

- 1) He <sup>im</sup>
- 2) Bal <sup>Bal</sup>
- 3) Lina <sup>Munz</sup>
- 4) Ramm <sup>W.</sup>

5) Schenk <sup>W.</sup>

6) Abt. <sup>Edm.</sup>

Reparatur

Herrn Prof. Martin.

### Betr. Kator.-Herstellung.

Nachfolgend berichte ich über den derzeitigen Stand unserer Versuche zur Verbesserung der Kator.-Herstellung, nachdem uns nunmehr an den bis jetzt von uns in Angriff genommenen Stellen des Verfahrens besser erscheinende Lösungen grundsätzlich gelungen sind.

Eine Übersicht über die vorgesehenen Arbeitsgänge gibt das beiliegende Schema.

#### 1.) Zusammensetzung.

In den Labor.-Versuchen haben wir inzwischen gelernt, die thoriumfreien Co-Ag-Katoren in solcher Güte herzustellen, dass sie den Co-Th-Katoren vollständig gleichwertig sind, auch in Dauereta-aversuchen von bis jetzt rund 2000 Betriebsstunden. Gleich gute und regelmäßige Ergebnisse gaben auch mehrere halbtechnisch hergestellte 1 kg-Chargen.

Infolgedessen sind die nachfolgend beschriebene Arbeitsgänge besonders auf den thoriumfreien Kobalt-Magnesium-Kator abgestellt.

#### 2.) Auflösen.

Wir konnten feststellen, dass sich bei Einhalten gewisser Bedingungen das Auflösen der ausgebrauchten Katoren auch ohne vorherige Katparaffinierung in befriedigender Weise bewerkstelligen lässt.

Diese Versuche haben wir grösstenteils mit Co-Th-Katoren ausgeführt, wobei wir auf die geringere Löslichkeit des Thoriums Rücksicht nehmen mussten. Demgegenüber liessen sich gebrauchte Co-Ag-Katoren besonders leicht und schnell verarbeiten.

Es bietet keine Schwierigkeiten, Schlangen von hoher Konzentration, z.B. 150 g Co/Liter, unmittelbar beim Auflösen herzustellen.

### 3.) Kator.-Paraffin.

Bei einem mehrere Tage hindurch ununterbrochen betriebenen, halbtrockenen Löseversuch konnten wir das Kator.-Paraffin auf einfache Weise dadurch gewinnen, dass wir es von Zeit zu Zeit von der Oberfläche der Lösung, wo es sich angesammelt hatte, abnahmen.

Dieses Rohparaffin war dann noch durch anhaftende salpetersaure Lauge und Fettstoffe verunreinigt. Wir konnten es durch Schmelzen und Absitzen mit nachfolgender üblicher Fensilbehandlung soweit reinigen, dass es in der Qualität dem durch Wasserdampf-Entparaffinierung gewonnenen W.-Paraffin überlegen ist.

### 4.) Kieselgur-Filtration.

Die Kieselgur-Filtration verlief glatt und schnell, wenn

- 1.) mit schwacher Säure bei nicht zu hoher Temperatur gelöst wurde,
- 2.) beim Lösen so schonend wie möglich gerührt wurde,
- 3.) kalt filtriert und gewaschen wurde.

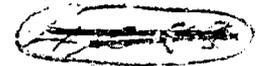
### 5.) Kieselgur-Regeneration.

Dier Labor.-Versuche hierüber sind einstweilen abgeschlossen, nachdem Arbeitsweise und Wirkung schon seit längerer Zeit klargestellt sind.

### 6.) Reinigung der Kohlösung.

Zur Entfernung von Eisen, Aluminium und Kalzium sind bei den Thorium-Katoren zwei getrennte Arbeitsgänge, sowie die Rückgewinnung des Thoriums erforderlich.

Kohlösungen von Co-Mg-Katoren konnten wir mittels Vorfällung und Fluoridfällung in einem Arbeitsgang und mit einer Filtration reinigen, wobei u.U. ein kleiner Teil des Magnesiums in den Niederschlag geht. Der Niederschlag wird, im Gegensatz zum Thoriumschlamm, nach dem Auswaschen nicht aufgearbeitet sondern weggegeben.



Die Restfällung zur Erhöhung der Co-Konzentration kann vermieden werden, wenn die Anfangs-Konzentration genügend hoch gewählt wird, sowie im Falle der Mg-Katoren da eine Filtration mit Waschen wegfällt.

#### 7.) Organische Verunreinigungen.

Unklar ist noch ob etwa in der Kohlösung auftretende organische Verunreinigungen eine besondere Reinigung erforderlich machen. Versuche hierüber sind im Gange.

#### 8.) Fällung und Auswaschung.

Die Fällung der Co-Mg-Katoren muss etwas anders geleitet werden, als die der Co-Th-Katoren, erfordert aber keine apparative Änderung.

Auswaschen wie bisher.

#### 9.) Formgebung.

Die Versuche über staublose Formgebung sind soweit gedielen, dass eine halbtechnische Apparatur jetzt grössere Mengen verarbeiten kann. Die Leistung wird voraussichtlich 1 Kubel in etwa 10 Tagen betragen.

Weitere Entwicklungsarbeit ist noch nötig an der Padenpresse. Grundsätzliche Fortschritte wurden hierbei bereits gewonnen mit Erfahrungen über das besondere Verhalten unseres, ca. 65 % Wasser enthaltenen Filterkuchens, sowie mit der Ausbildung einer neuen Arbeitsweise, um aus derartigen Massen feine Päden mit nicht mehr als z.B. 2 mm Durchmesser zu erzeugen.

Das Trocknen derartig feiner Päden verläuft überraschend gut. Es dauert nicht länger als 30 - 60 Sekunden! (Jetzige Trockendauer: ca. 2 - 3 Stunden.) Dabei kann man direkt mit Verbrennungsgasen von z.B. 400° trocknen, ohne die katalytische Wirksamkeit zu beeinträchtigen.

Eine besondere Zerkleinerung ist nicht nötig. Die Päden zerbrechen von selbst bei der nachfolgenden Behandlung (Transport, Absieben) zu den gewünschten kleineren Stückchen.

Der Staubaufall ist sehr gering (ca. 1 - 2 %).

Proben des neuen Kornes werden diesem Bericht beigegeben.

10.) Kontinuierliche Reduktion.

Die Labor.-Versuche hierüber sind abgeschlossen.  
Zur Zeit werden eine halbertechnische Apparatur in  
der B.V.-Anlage und eine technische Apparatur im KB-Betrieb  
aufgebaut.

Mit der Aufnahme der regelmässigen Erzeugung von  
Kobalt-Magnesium-Kator in der B.V.-Anlage ist in etwa 3 Wo-  
chen zu rechnen.

Ddr. W.  
A.  
Si,  
Katorfabrik,  
Asb.





Oberh.-Holtten, den 6. August 1937.  
Abt., EVA Roe/Hdm.-

Herrn Prof. M a r t i n .

Betr. Verringerung der Katorkosten;  
Ihre Zuschrift vom 5.8.37.

Über die Verbesserung der Filtrierfähigkeit des Kieselgurschlammes nach der Auflösung des Kobalts und Thoriums liegen bei uns folgende Erfahrungen vor.

1.) Gelegentlich der kolorimetrischen Co-Bestimmungen haben wir gefunden, dass es unmöglich ist, optisch reine Lösungen aus den Auflöselaugen zu erhalten, wenn man die Abtrennung der ausgebrauchten Kieselgur durch Filtration in der Wärme vornimmt. Wir sind dann dazu übergegangen für analytische Zwecke diese Lösungen kalt zu filtrieren. Auf diese Weise erhalten wir mit Leichtigkeit optisch reine Lösungen.

Ausserdem machten wir dabei die Erfahrung, dass die Filtration in der Kälte sehr schnell verläuft! Dies haben wir uns bei unseren in den letzten Tagen ausgeführten halotechnischen Versuchen über die Auflösung zunutze gemacht. Wir haben die zur Filtration bestimmte Suspension zunächst bis auf Raumtemperatur abgekühlt und dann filtriert. Bei allen bisher verarbeiteten Katorarten verhielt sich dann die Kieselgur sehr gutartig und filtrierte äusserst rasch, sodass wir nicht die geringsten Schwierigkeiten damit hatten.

Ich nehme an, dass diese einfache Massnahme zunächst auf ihre Brauchbarkeit im Betrieb geprüft werden müsste, bevor wir weitere Versuche ~~zur~~ <sup>die Filtration</sup> über anstellen.

2.) Wir haben schon vor längerer Zeit hier gefunden, dass Diatomit der Kieselgur als Katorträger mindestens gleichwertig wenn nicht überlegen ist. Wir führten dieses damals bereits darauf zurück, dass das Diatomitpulver wesentlich besser filtrierte. Seine Erkundigungen über die Beschaffung ausreichender Mengen von Diatomit ergaben kein zufriedenstellendes Ergebnis. Wir haben daher von einer weiteren Erörterung der Verwendung von Diatomit abgesehen.

Wir entnehmen aber aus diesen Versuchen, dass die Kieselgur durch Steigerung ihres körnigen Charakters noch verbessert werden kann, zum mindesten hinsichtlich der Filtrierfähigkeit.

Die erste Veränderung nach dieser Richtung hin wird unsere regenerierte Gur bereits zeigen, sodass auch durch die Regenerierung der Kieselgur eine Verbesserung der Filtrierfähigkeit der Kieselgur erreicht werden wird.

In diesem Zusammenhang kann ich bereits jetzt darauf hinweisen, dass die Röntgen-Untersuchungen von Herrn Dr. S a u t e r ergeben haben, dass die regenerierte Gur ein deutlich kristallinisches Gefüge zeigt, die frische Kieselgur dagegen noch nicht. Wir werden auf Grund dieses Befundes erneut versuchen auch bereits die frische Kieselgur in eine mehr körnige Struktur überzuführen.

3.) Bei allen unseren Versuchen über das Auflösen angebrauchter Katormassen haben wir immer wieder gefunden, dass sich bei Anwesenheit von genügend Flüssigkeit der Kieselgurschlamm sehr leicht absetzt. Diesen Umstand haben wir uns auch bei unseren vor einigen Tagen ausgeführten halotechnischen Lösungsversuchen zunutze gemacht.

Die Absetzzeiten sind verhältnismässig kurz was die überwiegende Hauptmenge angeht, ab esehen von einer längere Zeit hindurch in Schwebel bleibenden feinen Trübung. Deshalb erscheinen die Versuche mit Dorr-Eindickern aussichtsreich. Man hätte nur noch nötig, die feine Trübe in Filterpressen zurückzuhalten.

4.) Wenn man bedenkt, dass die Dorr-Eindicker ausserordentlich viel Platz beanspruchen und dass uns unter Umständen die kalte Filtration, insbesondere bei Verwendung regenerierter Kieselgur eine genügend leichte Filtration ermöglichen könnte, so sollte man zunächst die kalte Filtration auf ihre Brauchbarkeit hin prüfen. Ich kann noch hinzufügen, dass auch die Auswaschung des Kobalts und Thoriums in der Kälte glatt bewerkstelligt werden konnte.

Ddr. W.

Pf.

Gehrke.

*Regeneriert*

Durchschrift