

Holten, den 15. Januar 1937.  
Abt. Kt. Hu/Wd.

000178

BWA: 16. 1. 37

Herrn Dr. F i s c h e r .

Betr.: Verarbeitung von Eisen-Thoriumschlamm der Vorfällung.

Nach unseren früheren Untersuchungen, enthält der bei p.H. 6,3 mit Sodalösung aus der Lösung des ausgebrauchten, entparaffinierten Kontaktes in Salpetersäure gefüllte Eisen-Thoriumschlamm :

1. Das gesamte in der Kobalt-Nitratlösung enthaltene Eisen.
2. Das gesamte Thorium.
3. ca 3,6 % Kobalt, berechnet auf den Gesamtkobaltgehalt der regenerierten Lösung des Kontaktes.

Ausser diesen Dingen enthält die Lösung des ausgebrauchten Kontaktes in Salpetersäure :

a. ziemlich viel Sand, der sich in den Vorschalttöpfen der Pumpen in der Hauptsache abscheidet. Trotzdem findet sich noch Sand im vorgefällten Eisen-Thoriumschlamm.

Der Sand stammt aus unserer bei der Kontakt-herstellung verwendeten Kieselgur, wie sich durch Versuche feststellen liess.

b. Eine erhebliche Menge colloidalen und suspendierter Kieselgur in feinsten Verteilung, die bei der Vorfällung mit niedergerissen wird und sich im Eisen-Thoriumschlamm wiederfindet.

#### Verarbeitung des Eisen-Thoriumschlammes.

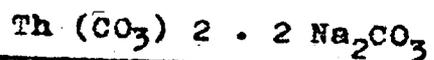
Um ganz genaue Unterlagen für die Verarbeitung im Grossen zu haben, sind wir gerade dabei, eine Durchschnittsprobe der letzten grösseren Anfälle an Eisen-Thoriumschlamm zu untersuchen, u.zw.

- a. Wassergehalt.
- b. Gehalt an Thoroxyd.
- c. Gehalt an Eisen.

Die Untersuchung ist am Vormittag, des 16.1.1937 beendet.

#### Gewinnung des Thoriums.

Im Eisen-Thoriumschlamm liegt das Thorium in Form von Karbonat oder basischem Karbonat vor. Theoretisch müsste also Thorium durch eine Sodalösung mit 115 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  1/Liter als



Thoriumnatriumdoppelkarbonat sich extrahieren lassen. Durch Hydrolyse dieser Lösung mit viel Wasser und etwas NaOH fällt dann Thorium als Hydrat.

Dieser einfachste Weg wurde zunächst in einem Vorversuch probiert, u.zw. sind in der Thoriumindustrie für 100 kg Thoroxyd 167 kg kalz. Soda zur Extraktion nötig.

1 kg Eisen-Thoriumschlamm, nass, wurde 4 Stunden bei  $15^\circ \text{C}$  unter dauerndem Rühren mit Sodalaugelauge extrahiert. Aus den 2,4 Litern der Versuchslösung konnten nur

1,05 g Thoriumoxyd, rein

herausgeholt werden. Die direkte Extraktion war nicht durchzuführen, weil der vorliegende Schlamm zu sehr verunreinigt ist.

Es bleibt keine andere Möglichkeit, als dem Eisen-Thoriumschlamm in einer Säure zu lösen, die Verunreinigungen durch Filtration zu entfernen. Diese Lösung des Schlammes in Säure filtriert sehr schlecht, wegen der in Lösung befindlichen colloidalen Kieselsäure. Am raschesten ist diese saure Lösung durch Fällung von Kobalt und Thorium zusammen mit Oxalsäure, die sowohl Thorium und Kobalt als Oxalate fällt, zu verarbeiten. Für unsere Zwecke der Kontaktherstellung ist eine Tren-

nung von Thorium und Kobalt nicht erforderlich. Wir können diese Lösung nach Feststellung ihres Gehaltes an Kobalt und Thorium direkt wiederverwenden. Die Kobalt-Thoriumoxglate werden nach Waschen mit Wasser mit Soda und Natronlauge verkocht, die Oxalsäure ausgewaschen. Nach Lösung der Hydratkarbonate in Salpetersäure sind die Lösungen der Nitrate direkt verwendbar.

Das Verfahren wird nicht teuer, wenn man sich dazu entschliesst, die Oxalsäure zurückzugewinnen und im Kreislauf zu verwenden. Die Apparatur dazu ist vorhanden. Es hat sich bei der Regeneration von ca 3,5 t Kobaltmetall aus ausgebrauchten Kontakten gezeigt, dass das Verfahren nach einer gewissen Einlaufzeit ohne jede Schwierigkeit arbeitet. Weitere Versuche zur Verarbeitung dieses Eisen-Thoriumschlammes, sind noch im Gange. Bericht folgt später.

Ddr.: Kl.