

3448-30/5.01-21..

A.42

Preliminary Preparation

Testing & Cataloging

Experimental Details

000739

B.V.A.-Arbeitsvorschrift Nr. 3.

Herstellung des Kobalt-Thorium-Katalysators.

(Kobalt-Normalkontakt: 100 Co : 15 ThO<sub>2</sub> : 200 Agr.)  
Labor-Charge mit 25 g Kobalt.

---

1.) Ansätze.

- a) 124 g Kobalt-Nitrat ( $\text{Co NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ ) entsprechend 25 g Co-Metall,
- b) 7,85 g Thorium-Nitrat ( $\text{Th (NO}_3)_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ ) entsprechend 3,75 g Thoriumoxyd (15 %/Co),
- c) 59 g wasserfreie Soda,
- d) 50 g Kieselgur (200 %/Co),
- e) 3 Liter destilliertes Wasser werden zum Sieden erhitzt.

2.) Fällung.

- a) Kobalt-Nitrat und Thorium-Nitrat werden gemeinsam in Wasser gelöst, auf 500 ccm verdünnt und zum Sieden erhitzt. 59 g Soda werden in 750 ccm destilliertem Wasser gelöst und in dem Fällgefäß aus V2A-Stahl zum Sieden erhitzt. Die Flamme wird entfernt und unter starkem Rühren die Fällung durch rasches Eingießen der Kobalt-Thorium-Lösung in die Sodallösung durchgeführt. Sofort nach der Fällung werden 50 g Kieselgur eingerührt. Die gesamte Fällzeit soll unter einer Minute betragen.
- b) Anstelle der festen Salze von Kobalt-Nitrat und Thorium-Nitrat kann man auch Kobaltnitrat- und Thoriumnitratlösungen verwenden, wie man sie z.B. durch Lösen von Kobaltsmetall und Thoriumhydrocarbonat in Salpetersäure oder von anderer Herkunft erhält. Da die Kobalt-Thorium-Lösungen meist wechselnde Mengen freier Salpetersäure enthalten, braucht man zur Fällung eine größere Menge Soda, als oben angegeben.

Man verfährt dann folgendermaßen:

5 ccm der auf 500 ccm verdünnten Kobalt-Thorium-Lösung werden mit einer verdünnten Nodallösung, die 100 g Soda im Liter enthält, titriert:

- 1.) bis zur beginnenden, bleibenden Trübung. Die Anzahl ccm Nodallösung sind dann die  $g$  Soda, die man zu  $59 \frac{g}{10}$  Soda hinzufügen muß, um eine vollkommene Fällung zu erhalten.
- 2.) bis zur vollkommenen Fällung, d.h., bis die über dem Niederschlag stehende Flüssigkeit ungefärbt und klar ist. Die verbrauchten ccm Nodallösung geben dann an, wieviel  $g$  Soda insgesamt für die Fällung notwendig sind.

3.) Filtration.

Nach der Fällung wird die Mutterlauge möglichst rasch durch eine Nutsche (Nutschmesser 190 mm) mit Schleier- und Schülfilter Nr. 589<sup>3</sup> soweit abgesaugt, daß in dem Filterkuchen keine Risse entstehen (die Zeit von Beginn der Fällung bis zur Entfernung der Mutterlauge soll nicht über 2 Minuten betragen). Dann wird 6 mal mit je 500 ccm heißem destilliertem Wasser ausgewaschen, wobei man stets darauf achtet, daß in dem Filterkuchen keine Risse entstehen. Zum Schluß wird auf der Nutsche möglichst weit abgesaugt und der Kuchen mit Hilfe eines Spatels fest angepresst.

4.) Trocknung und Zerkleinerung.

~~Der Kontakt wird in eine Schale gebracht, in kleine Stücke aufgeteilt und bei  $110^{\circ}$  -  $120^{\circ}$  im Trockenschrank gleichmäßig durchgetrocknet, wozu bis zu 12 Stunden erforderlich sind. Der trockene Kontakt wird gewogen, dann auf einem Sieb durch vorsichtiges Erdrücken zerkleinert. Die Stückchen zwischen 1 - 3 mm werden abgeseibt.~~

Aus dem Gewicht des trockenen Kontakts kann man den Kobaltgehalt berechnen. Es empfiehlt sich aber, die Zusammensetzung des Kontakts von Zeit zu Zeit analytisch nachprüfen zu lassen.

Oberhaus.-Solten, den 4. Januar 1938.

gez.: Koelen.