

R-413

Ruhrchemie A.-G.
Dortm

Oberhausen-Holten, den 22.10.1938.

A II f
H 21

Verfahren zur Wiedergewinnung von Thorium.

Gegenstand des Hauptpatents... (Patentanmeldung R 102 874 IVd/12m) ist ein Verfahren zur Aufarbeitung von Eisen-Thorium-Schlamm, nach welchem der Niederschlag in Schwefelsäure gelöst und durch Zugabe von Kaliumsulfat das Thorium als Kaliumthorium-sulfat ausgefällt wird, welches dann nach Auswaschen mit kalter Kaliumsulfatlösung mit heisser Sodalösung verkocht wird, wobei das Thorium als Thoriumhydrocarbonat ausfällt. Da die Kristalle des Kaliumthorium-sulfats jedoch Eisensulfat eingeschlossen enthalten lässt sich auf diese Weise nur ein Thoriumhydrocarbonat das wenigstens ca. 1 Teil FeO_3 /100 Teile $Th O_2$ enthält.

Es wurde später erkannt, dass beim Verkochen des Kaliumthorium-sulfats mit Sodalösung ein eisenärmeres Thoriumhydrocarbonat zu erhalten ist, wenn beim Verkochen ein bestimmtes Kalium-Natriumverhältnis aufrecht erhalten wird. Dieses Verfahren ist Gegenstand des Zusatzpatents... (Patentanmeldung R 103 507 IVb/12m). Aber auch das auf diese Weise gewonnene Thoriumcarbonat kann noch nicht völlig befriedigen, da es immer noch ca. 0,3 - 0,5 Teile Fe_2O_3 / 100 Teile $Th O_2$ enthält.

Es wurde nun gefunden, dass ein völlig eisenfreies, wenigstens aber weniger als 0,1 Teil Fe_2O_3 / 100 Teile ThO_2 enthaltendes Thoriumhydrocarbonat aus Eisenthoriumschlamm gewonnen werden kann, wenn das bei der Aufarbeitung des Eisenthoriumschlammes erhaltene Kaliumthorium-sulfat nicht sogleich mit Sodalösung verkocht, sondern erst mit überschüssiger

Soda bis zur Wiederauflösung des zuerst ausfallenden Thoriumhydrocarbonats behandelt und die entstehende Alkalithoriumdoppelcarbonatlösung anschliessend auf 90° erhitzt wird. Diese Erhitzen bewirkt die Ausfällung des in der Lösung kolloidal verteilten Eisenhydroxyds. Zusammen mit dem Eisen wird eine kleine Menge Thorium ausgefällt. Zwecks Wiedergewinnung des Thoriums wird dieser Niederschlag zusammen mit frischem Eisenthoriumschlamm in den Prozess zurückgegeben. Die vom ausgefällten Eisen befreite Thoriumlösung wird dann in an sich bekannter Weise in Thoriumhydrocarbonat übergeführt.

Dies geschieht z.B. in der Weise, dass die Alkalithoriumcarbonatlösung mit Schwefelsäure versetzt wird, wodurch Thoriumhydrocarbonat ausfällt, welches nach der Filtration mit Wasser ausgewaschen wird. Die anfallende neutrale Natriumsulfatlauge wird wieder in den Prozess zurückgeführt.

Die Aufarbeitung der Alkalithoriumdoppelcarbonatlösung kann auch in der Weise geschehen, dass sie mit konzentrierter Salzsäure versetzt wird, wobei ebenfalls Thoriumhydrocarbonat ausfällt, welches nach der Filtration mit Wasser ausgewaschen wird. Die thoriumfreie Lösung wird tief gekühlt, z.B. auf -5 bis -10° wodurch das in ihr gelöste Alkalisulfat auskristallisiert. Das Alkalisulfat wird wieder bei der Umsetzung von frischem Eisenthoriumschlamm verwandt, während die zurückbleibende Kochsalzlauge aus dem Prozess ausgeschieden wird.

Die im vorhergehenden geschilderten Aufarbeitungsmethoden sind auf den beiliegenden Schaubildern 1 u. 2 dargestellt, die keiner weiteren Erläuterungen bedürfen.

Patentansprüche:

- Anspruch 1. Weitere Ausgestaltung des Verfahrens zur Wiedergewinnung von Thorium aus Eisenthoriumsclämmen durch Überführen des Thoriums in Kaliumthorium-sulfat nach dem Patent... (Patentanmeldung R 102 874 IVd/12m) dadurch gekennzeichnet, dass das noc. wenig Eisen enthaltende Kaliumthorium-sulfat mit überschüssiger Alkalicarbonatlösung bis zur Wiederauflösung des zuerst gefällten Thoriumcarbonats behandelt wird, worauf die Alkali-thoriumdoppelcarbonatlösung durch Erhitzen und anschließende Filtration von den letzten Eisenanteilen befreit wird.
- Anspruch 2. Weitere Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die vom Eisen befreite Thoriumdoppelcarbonatlösung mit Schwefelsäure zersetzt und die vom ausgefallten Thoriumcarbonat abgetrennte Sulfatlauge zur Aufarbeitung von frischem Eisenthorium-schlamm wieder verwendet wird.
- Anspruch 3. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die vom Eisen befreite Thoriumdoppelcarbonatlösung mit Salz-

säure zersetzt, die vom ausgefallten Thoriumcarbonat abfiltrierte Lauge auf Temperaturen unter 0° gekühlt und das dabei auskristallisierende Alkalisulfat zur Aufarbeitung von frischem Eisenthoriumschlamm wiederverwendet wird.

RUHCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT.

Fig. 1

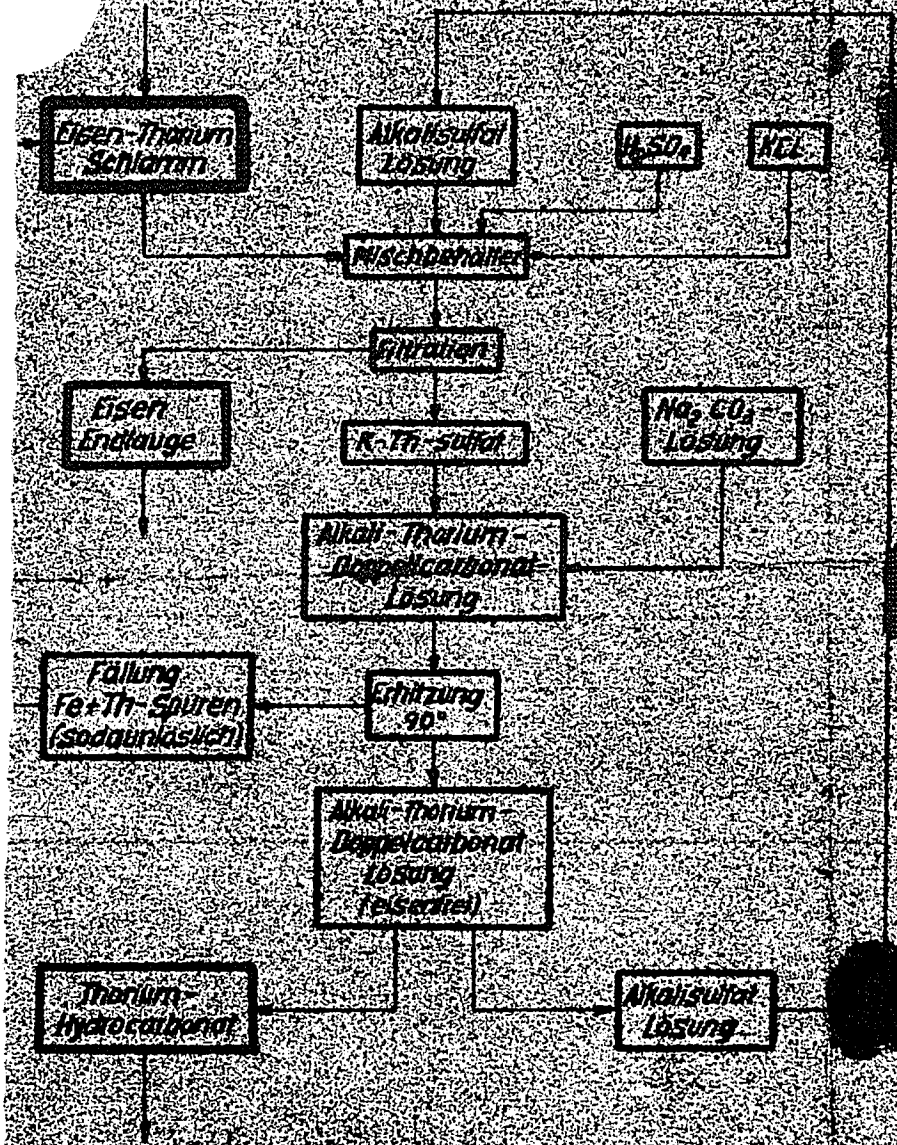


Fig. 2

