

Oberh.-Wolten, den 14. Mai 1938.  
RS-Abt. NYA 80/Kdm.-

~~XXXXXXXXXX~~

~~015~~

Herrn Prof. K a r t i n .

Betr. Wiedergewinnung des Thoriums aus dem Verfüllungs-  
schlamm nach dem Sulfat-Verfahren.

Gelegentlich der Arbeiten über die Ausfällung des Kobalts aus seinen salpetersauren Lösungen mit Ammonsulfat wurde bereits im Juni 1937 gefunden, dass das Thorium sich mit Kaliumsulfat fast quantitativ aus nicht vorgefällten Nohlösungen abcheiden lässt.

Diese Art der Abtrennung von Eisen wurde nun auf den bei der Verfüllung anfallenden Eisen-Aluminium-Thorium-Schlamm angewandt.

Aus der Wiederauflösung dieses Schlammes in Salpetersäure wird durch ca. 5 Äquivalente Kaliumsulfat bezogen auf Thorium durch einstündiges Rühren in der Kälte thorium-Kaliumsulfat abgeschieden.

Eine wesentliche Reparatur an Kaliumsulfat tritt ein, wenn die Auflösung des Schlammes in Schwefelsäure vorgenommen wird. Auch kann ein Teil des Kaliums durch Natrium ersetzt werden. Das Kaliumsulfat-Thorium-sulfat-Doppelsalz lässt sich bei ca. 90°C glatt in das Hydrotartrat überführen, wobei eine Umfällung gewonnen wird, die das gesamte Doppelsalz-Kaliumsulfat neben Natriumsulfat enthält. Mit dieser Lauge wird der größte Teil des Kaliumsulfates in die neue Umsetzung zurückgeführt. Das Kaliumsulfat-Thorium-sulfat-Doppelsalz zerfällt sich mit Wasser, lässt sich jedoch mit einer kaltsättigten Kaliumsulfatlösung (114 g  $K_2SO_4/L$ ) die schwach mit Schwefelsäure angesäuert ist, gut waschen und von der anhaftenden Eisenschlamm befreien. Die angesäuerten Decklaugen werden ebenfalls in dem Lösungsprozess zurückgegeben.

Durch die Zurückführung der Laugen wird der Chemikalienbedarf stark herabgesetzt. Es fällt nur eine Endlauge an, die neben Eisen- und Aluminiumsulfat kaum Spuren von Thorium ent-

~~Thüringische Akademie der Wissenschaften  
Chemisches Institut~~

Mit. In dieser Endlage sind 25 g  $K_2SO_4/L$  und 75 g  $Na_2SO_4/L$  enthalten, die ersetzt werden müssen. Das Natriumsulfat entsteht zwangsläufig bei der Umsetzung des Kaliumsulfat-Thorium-sulfat-Doppelsalzes mit Soda, so dass lediglich eine kleine Menge Kaliumsulfat in den Löseprozess gegeben werden muss. Das Verfahren ist nunmehr einfach geworden und umfasst folgende Arbeitsschritte:

- 1.) Auflösen des Schlammes in einem Gemisch von Unfällung, ausgebrauchter Decklage, Schwefelsäure und Kaliumsulfat und Ansrühren des Kaliumsulfat-Thorium-sulfat-Doppelsalzes.
- 2.) Trennen des Doppelsalzes (kristallin, gut filtrierbar) von der Eisenendlage und Ausdocken mit saurer Kaliumsulfatlösung.
- 3.) Anrühren des Doppelsalzes und Umsetzung mit Sodabehandlung bei  $90^\circ$ .
- 4.) Trennen des Thorium-Hydrokarbonats von der Unfällung und Ausdocken mit Wasser (gut filtrierbar).
- 5.) Auflösen des Thorium-Hydrokarbonats in Salpetersäure und filtrieren.

Bei dieser Art der Ausführung werden auf 100 Teile Thoriumoxyd gebraucht:

- |                  |   |
|------------------|---|
| ca. 160 Gew.-Tle | konzentrierte Schwefelsäure ( $66^\circ B^d$ ), |
| " 60 "           | " Kaliumsulfat (dopp. gereinigt),               |
| " 120 "          | " Soda technisch,                               |
| " 400 "          | " Salpetersäure 60 %                            |

Es fallen an auf 100 Teile Thoriumoxyd:

- |                |   |
|----------------|---|
| ca. 2000 Teile | Eisenendlage                                  |
| " 400 "        | Decklage                                      |
| " 1000 "       | Unfällung                                     |
| " 600 "        | feuchtes Doppelsalz                           |
| " 500 "        | Thoriumnitratlösung mit ca. 200 g $ThO_2/L$ . |

Die Thoriumnitratlösung ist noch schwach gelb, von organischer Substanz und Spuren Kobalt herrührend, gefärbt und enthält nur noch Spuren von Eisen und Schwefelsäure.

*Reichsanstalt für  
Erkenntnis*

- 3 -

076

00070

Die mit diesen Lösungen gefüllten Kontakte sind nach einer  
Laufzeit von 100 Stunden bisher noch voll aktiv.

Analysenbeispiele:

Thermische Versuch 2

219,4 g  $\text{TiO}_2/\text{Ltr}$   
1,0 g  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ltr}$   
0,3 g  $\text{SO}_2/\text{Ltr}$

Thermische Versuch 14

194,0 g  $\text{TiO}_2/\text{Ltr}$   
-  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ltr}$   
-  $\text{SO}_2/\text{Ltr}$

Dkr.: Kgo  
V,  
Ti,  
Sr.

*A. Kühner*

*Rm*

Durchschrift

~~100071~~

Materialbedarf des Sulfatverfahrens.  
(Angaben für 100 kg Thoriumoxyd)

100 kg Schwefelsäure 66° 24	100 kg KM	2,30	KM	3,70
80 " Kaliumsulfat	100 " ca."	20,- <sup>*)</sup>	"	18,--
120 " Soda	100 " "	8,40	"	10,20
1,6 cbm Kondenswasser	1 cbm "	0,35	"	0,58
0,5 t Dampf	1 t "	2,30	"	2,25
200 kg Salpetersäure = 27 kg N	1 kg "	0,05	"	21,--
	insgesamt			<u>KM 54,51</u>

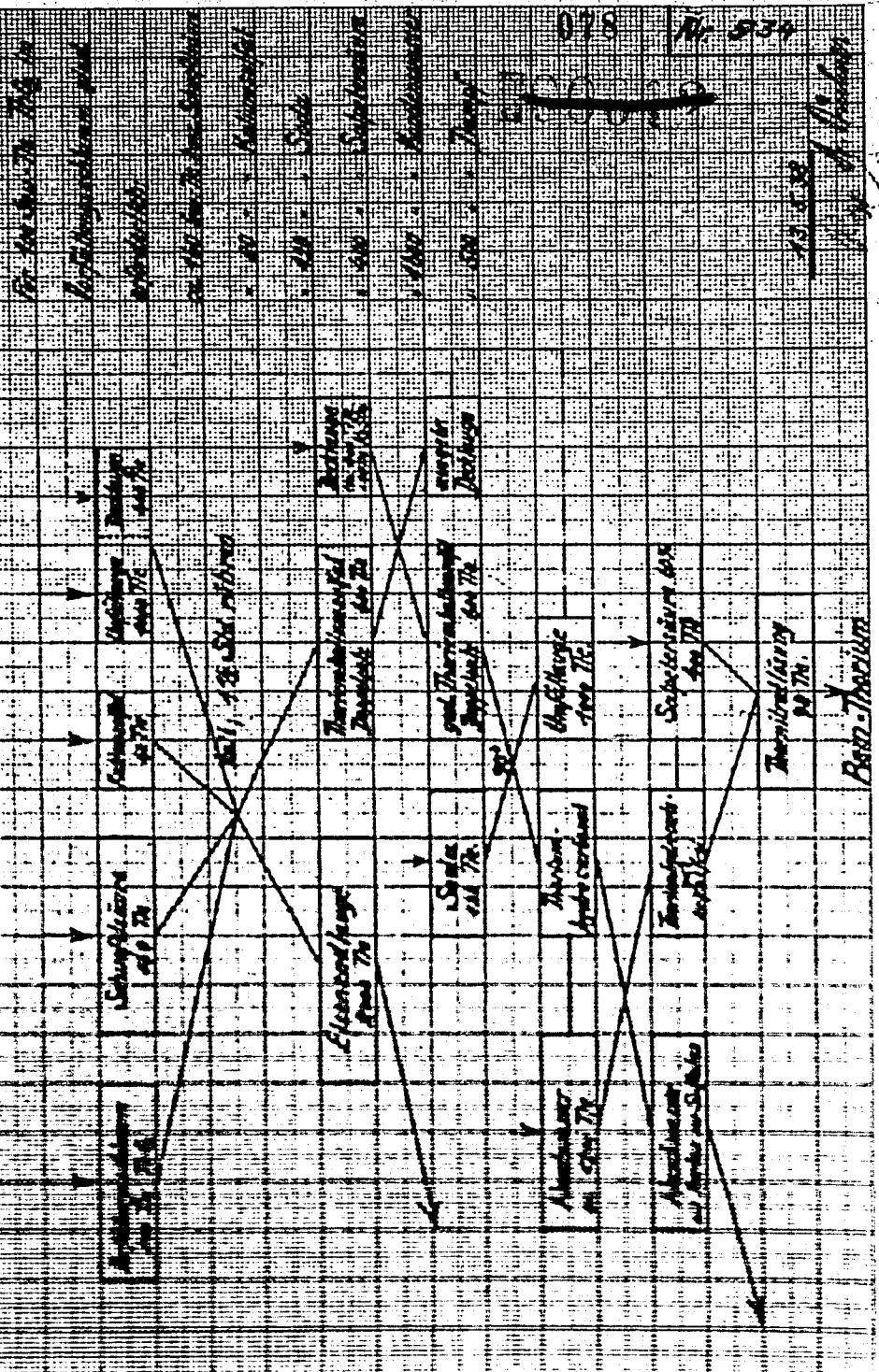
\*) Syndikatpreis für Kaliumsulfat ist angefragt.

Für die Regenerierung nach dem Sodaverfahren ist nach den Angaben von Herrn Dr. S e h a l l e r gelegentlich der Inter-Konferenz die 8-10 fache Menge an Soda, bezogen auf Thoriumoxyd angegeben worden, d.h. = KM 67,-- für 100 kg. Bei Thorium-Magnesiumkontakten würde sich nach derselben Quelle der Sodabedarf auf das 17 fache erhöhen, d.h. = KM 143,-- / 100 kg. Hinzu kommt noch der Bedarf für die übrigen Stoffe n.B. Salpetersäure, Wasser, Dampf usw.

Der Vergleich ergibt also, dass das Sulfat-Verfahren hinsichtlich des Chemikalienbedarfs wahrscheinlich nicht unvortheilhaft billiger sein wird als das Soda-Verfahren.

*A. Brühner*

# Thorium-Übersichtung zur Kettengleichung Sulfidreihen.



078 R. 934

19.11.38  
W. J. H. H. H.

Thorium-232  
14,05 Std. n. h.

Thorium-230  
75,4 J. n. h.

Thorium-228  
1,91 J. n. h.

Radium-226  
1590 J. n. h.

Actinium-226  
13,02 J. n. h.

Thorium-223  
1,81 J. n. h.

Thorium-223  
1,81 J. n. h.

Thorium-223  
1,81 J. n. h.

bt

Untersuchung des Lösungsrückstandes ausgebraucher  
Co-Kgc-Kalben verschiedener Zusammensetzung.

Beobachtungswert: 2015 Steln, max. Syn-Temp. = 188°C.

Katalysator-Zusammensetzung:	Gesamt-C	H <sub>2</sub>	Freie C	Freie C <sub>10</sub> % Aus auf C <sub>10</sub>	Paraffin	Restkohlen	H <sub>2</sub> O	O <sub>2</sub>
P 102: 100 G + 15 Th <sub>2</sub> + 200 Kgr 100	4,945 %	0,444 %	4,735 %	3,38 %	0,295 %	94,70 %	3,32 %	9,944 %
P 170: 100 G + 10 Hyd + 5 Th <sub>2</sub> + 200 Kgr 100	4,845 %	0,310 %	4,545 %	0,99 %	0,300 %	96,80 %	2,305 %	2,045 %
P 171: 100 G + 10 Hyd + 3 Th <sub>2</sub> + 200 Kgr 100	4,850 %	0,440 %	4,280 %	0,39 %	0,20 %	96,30 %	2,25 %	2,24 %
P 172: 100 G + 10 Hyd + 2 Th <sub>2</sub> + 200 Kgr 100	4,600 %	0,320 %	4,660 %	1,25 %	0,114 %	96,20 %	3,110 %	2,77 %
P 173: 100 G + 10 Hyd + Th <sub>2</sub> + 200 Kgr 100	4,216 %	0,321 %	0,242 %	0,45 %	0,200 %	96,60 %	2,97 %	2,203 %
P 174: 100 G + 10 Hyd + 15 Th <sub>2</sub> + 200 Kgr 100	4,612 %	0,320 %	0,274 %	0,46 %	0,616 %	96,95 %	2,916 %	2,72 %
P 175: 100 G + 10 Hyd + 200 Kgr 100	4,930 %	0,407 %	0,200 %	0,62 %	0,200 %	96,80 %	2,89 %	2,603 %
P 176: 100 G + 15 Hyd + 200 Kgr 100	4,114 %	0,210 %	0,100 %	0,33 %	0,100 %	97,60 %	2,200 %	1,900 %

Nr. 609

Di. Synes / 5.10.30