

Oberhausen-Kolten, den 22. Oktober 1930.  
RB Abt. NVA Ros/Op.

*Thorium*

Prakt. Niederkonkurrenz des Thoriums aus dem Vorfall erschlossenen  
Verbesserten Sulfatverfahren.

Die bisherigen Versuche über die Durchführung des im  
Mai d. J. ausgearbeiteten Sulfatverfahrens haben gezeigt,  
dass man zwar auf diese Weise eine hohe Ausbeute an Thorium  
erhält, jedoch keine genügende Eisenfreiheit erreicht. Bei-  
spielsweise hatte das nach dem Sulfatverfahren bei der Amer-  
Gesellschaft gewonnene Thorium einen Eisengehalt von 1,9%  
bezogen auf Thoriumdioxid. Es wurden daher weitere Versuche  
unternommen mit dem Ziel, ein reineres Thorium zu erhalten.

I.

Es wurde untersucht, welchen Einfluss das Verhältnis  
von Kalium zu Natrium in der zur Fällung verwendeten Sulfat-  
lösung hat. Die nachlassigen Ergebnisse sind aus dem bei-  
liegenden Kurvenblatt zu entnehmen. Hieraus geht hervor, dass  
mit steigendem Kaliumgehalt der in Thorium verbleibende Ei-  
senrest immer geringer wird. Bei einem Verhältnis 1 : 1 be-  
trag der Eisengehalt nur noch 0,2%.

Man könnte nun denken, auf Grund dieser Ergebnisse  
mit der Herstellung eines eisenermen Thoriums in technischen  
Versuchen zu beginnen. Dem steht aber entgegen:

- 1.) Ein genügend niedriger Eisengehalt wird nur erreicht,  
wenn das Doppelsulfat sehr sorgfältig ausgedeckt wird,  
wofür im Betrieb nicht immer Gewähr besteht.
- 2.) Das Verfahren bleibt nach wie vor verhältnismäßig un-  
ethnisch wegen der grossen Menge rückzuführender Laugen.

Deshalb wurden die Versuche zur weiteren Vereinfachung  
des Verfahrens erneut aufgenommen.

II.

Bereits im Juli d. J. wurde auf Veranlassung von Herrn  
Dr. Gehrke der Versuch gemacht, das Thorium-Kalium-Sulfat  
in Sodälauge zu lösen und diese alkoholische Lösung aufzuarbei-

ten. Abgesehen von einer mangelhaften Ausbeute betrug der Eisengehalt im wiedergewonnenen Thorium noch 0,30%. Die Ergebnisse waren also damals nicht befriedigend.

Die erneute experimentelle Bearbeitung dieser Vorgänge hat folgendes ergeben:

- a) Zum Auflösen des Kalium-Thorium-Sulfats sind für 100 kg Thoriumdioxid 300 kg Soda erforderlich. Versetzt man soviel Soda an, so erhält man eine glatte Lösung des Thoriums.
- b) Es wurde gefunden, dass hierbei nicht alles Eisen ausfällt, dass vielmehr ein kleiner, aber innerlich unvollständig gebundener Anteil des Eisens kolloid in Lösung bleibt. Er beträgt z.B. 0,3 g  $Fe_2O_3$  im Liter, wobei diese geringe Menge der Lösung bereits eine tiefrote Färbung verleiht.  
Dies ist die Ursache dafür, warum das Filtrieren der alkalischen Sodalösung allein nicht genügt, um alles Eisen zu entfernen. Wird jedoch die Lösung vor dem Filtrieren auf  $90^\circ$  erhitzt, so wird dadurch das kolloid gelöste Eisen ebenfalls ausgefällt und man erhält eine sehr eisenarme, alkalische Thoriumlösung. Dieser beim Erhitzen auffallende Eisenniederschlag enthält etwas Thorium, ca.  $\frac{1}{2}$  des eingesetzten Thoriums. Man gibt daher zweckmäßig diesen Schlamm zum nächsten Eisensatz zurück.
- c) Die eisensfrei filtrierte alkalische Thoriumlösung ist meistens gelb gefärbt und zwar, wie wir wissen, herrührend von organischen Verunreinigungen. Beim Ausfällen des Thoriums bleibt ein Teil dieser organischen Stoffe beim Thorium. Man kann dies leicht verhindern, indem man der alkalischen Lösung vor dem Erhitzen und Filtrieren eine geringe Menge Aktivkohle zusetzt.

Auf Grund dieser neuen Beobachtungen wurde das in der unliegenden Tafel 2 schematisch dargestellte, verbesserte Sulfatverfahren ausgearbeitet. Es hat sich gezeigt, dass es

hierbei möglich ist, die erforderliche Menge Kalium in Form des billigsten Kaliumsalzes, nämlich des Chlorids, (60%ig), einzusetzen.

Das erforderliche Natrium kann im Kreislauf verbleiben:

Die Natrium-Sulfat-Endlage kann bei dem nächsten Ansatz unverändert eingesetzt werden.

Ein besonderer Vorteil des Verfahrens ist ferner, dass es überhaupt nicht nötig ist, das Kalium-Thorium-Sulfat zu decken. Auf diese Weise entfällt die bisher störende Laugenrückführung.

Die Kosten des Verfahrens sind aus der nachstehenden Aufstellung zu ersehen:

Bedarf für 100 kg ThO<sub>2</sub>:

300 l Schwefelsäure = 550 kg	17,70 RM
50 kg Chlorkalium, 60%	7,00 RM
300 kg Soda	25,00 RM
2 kg A-Kohle	2,50 RM
2 cbm Kondenswasser	0,70 RM
0,5 t Dampf	1,15 RM
	<u>49,95 RM</u>

Der Materialbedarf für 1 kg Thoriumdioxid wird demnach rund 0,50 RM kosten.

Such dem geschilderten Verfahren wurde mehrfach Thorianschl. am aufgearbeitet. Schwierigkeiten bei der Durchführung stellten sich nicht ein.

Hervorzuheben ist die ausgezeichnete Qualität des wiedergewonnenen Thoriums: es sieht rein weiß aus, lässt sich ausserordentlich leicht und ohne Rückstand in verdünnter Säure, und enthält im Mittel nicht mehr als 0,15 Eisen, bezogen auf 100 Thoriumdioxid.

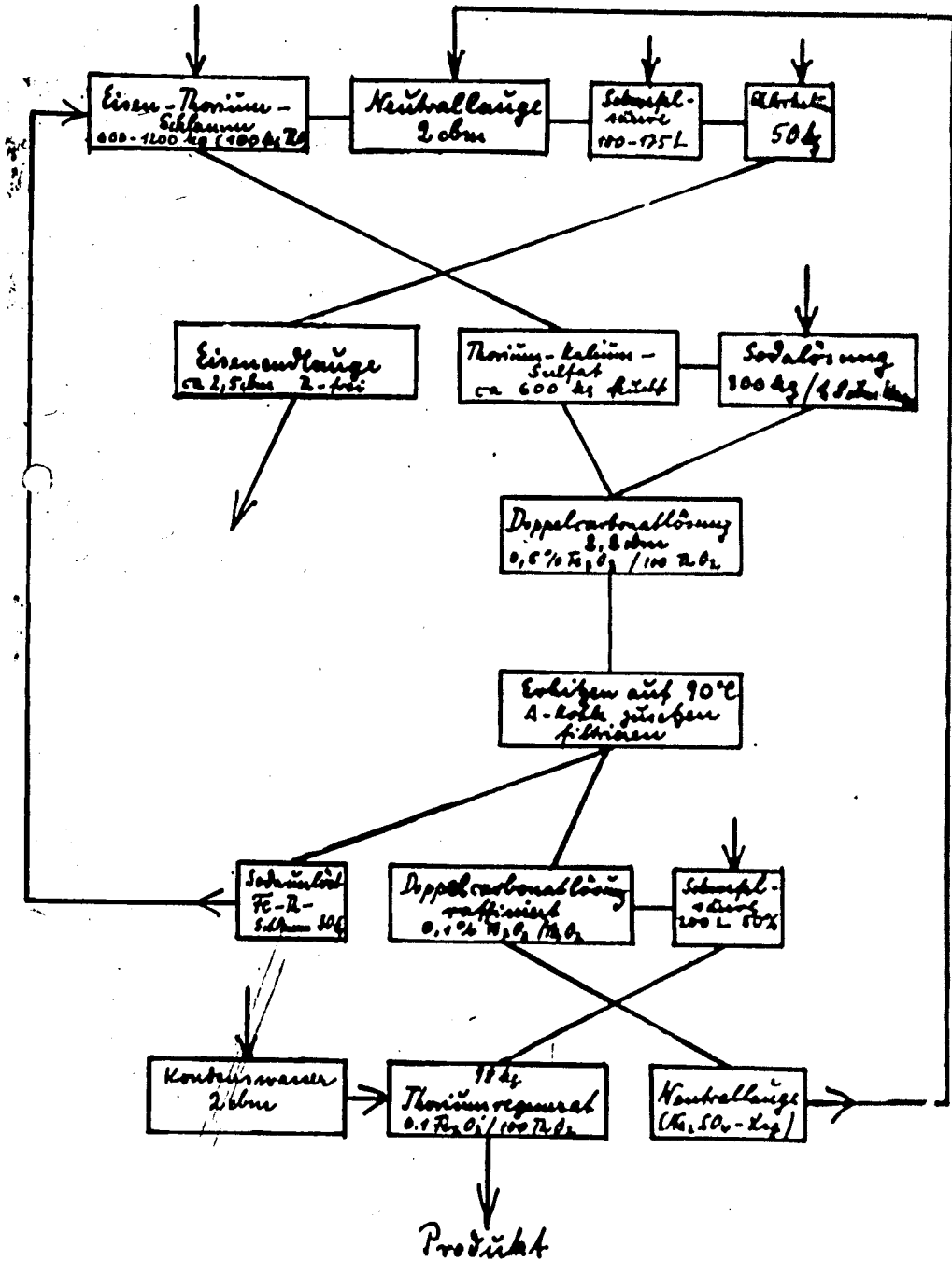
- Hdr.: Ho,
- Hg,
- W,
- Fl,
- Or,
- Auor-Ges.

*Rae* *A. Müller*

Durchschrift

# Verbessertes Sulfat-Verfahren.

0844

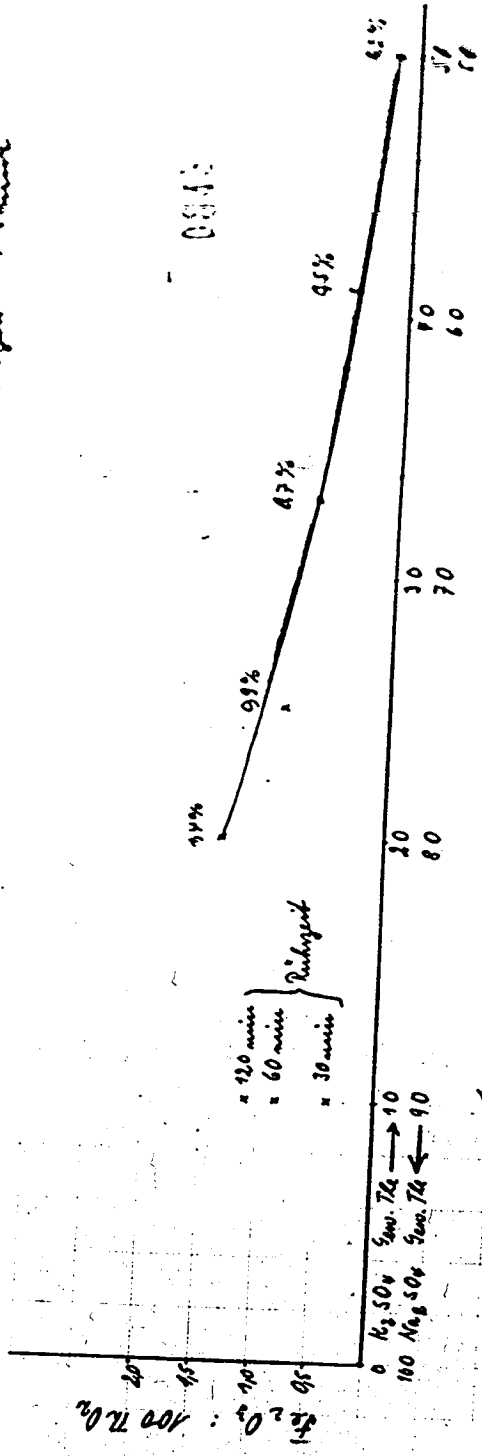


O.-Holtzer, 20. Okt. 1938  
b. Dübener.

845

Beispiel des kleinen Römischen Lehrsatzes  
 in Abhängigkeit vom Eckwert am  $K_2$  10g  
 $Na_2SO_4$  in der Kristalllänge

Rückzeit 1 Stunde



Rückzeit  
 = 120 min  
 = 60 min  
 = 30 min

kurze präzise Kristallfällung

die je 8g  $Na_2SO_4$  enthaltenen  $Na_2SO_4$ -Kristallfällung  
 mit je 100 cm<sup>3</sup> angesäuertes  $Na_2SO_4$ -Lösungsmittel  
 bringe in je 1 Portionen auf der Probe ausgedr.

präzise Kristallfällung

Dr. ... 1. 10. 18  
 Dr. ...