

Oberhausen-Holtten, den 22. Oktober 1938.
RB Abt. BYA Rca/Op.

Thorium

Betr.: Wiedergewinnung des Thoriums aus dem Vorfall erschlossenes
Verbessertes Sulfatverfahren.

Die bisherigen Versuche über die Durchführung des im Mai d.Js. ausgearbeiteten Sulfatverfahrens haben gezeigt, dass man zwar auf diese Weise eine hohe Ausbeute an Thorium erhält, jedoch keine genügende Eisenfreiheit erreicht. Beispielsweise hatte das nach dem Sulfatverfahren bei der Amer - Gesellschaft gewonnene Thorium einen Eisengehalt von 1,5%, 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 Sulfatlösung hat. Die zahlenmäßigen Ergebnisse sind aus dem beiliegenden Kurvenblatt zu entnehmen. Hieraus geht hervor, dass mit steigendem Kaliumgehalt der im Thorium verbleibende Eisenrest immer geringer wird. Bei einem Verhältnis 1 : 1 betrug der Eisengehalt nur noch 0,2%.

Man könnte nun ^{daran} denken, auf Grund dieser Ergebnisse mit der Herstellung eines eisenarmen 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 unständlich wegen der grossen Menge rückzuführender Laugen.

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

II.

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

ten. Abgesehen von einer mangelhaften Ausbeute betrug der Eisengehalt im wiedergewonnenen Thorium noch 0,38%. 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 immerhin ausschlaggebender 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 Sodaulösung allein nicht genügt, um alles Eisen zu entfernen. Wird jedoch die Lösung vor dem Filtrieren auf 90° erhitzt, so wird dadurch das kolloid gelöste Eisen ebenfalls ausgefällt und man erhält eine sehr eisenarme, alkalische Thoriumlösung. Dieser beim Erhitzen ausfallende Eisenniederschlag enthält etwas Thorium, ca. $\frac{1}{3}$ des eingesetzten Thoriums. Man gibt daher zweckmäßig diesen Schlamm zum nächsten Einsatz zurück.
- c) Die eisenfrei 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 zugesetzt.

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. (80%ig), einzusetzen.

Das erforderliche Natrium kann im Kreislauf verbleiben:

Die Natrium-Sulfat-Endlauge 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 Laugezurückführung.

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

Bedarf für 100 kg ThO₂:

300 l Schwefelsäure = 5% kg	12,70 RM
50 kg Chlorkalium, 80%,	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>52,95 RM</u>

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

Nach dem geschilderten Verfahren wurde mehrfach Thoriumschlamm aufgearbeitet. Schwierigkeiten bei der Durchführung stellten sich nicht ein.

Hervorzuheben ist die ausgezeichnete Qualität des wiedergewonnenen Thoriums: es sieht rein weiss aus, löst sich ausserordentlich leicht und ohne Rückstand in verdünnter Säure und enthält im Kittel nicht mehr als 0,1% Eisen, bezogen auf 100 Thoriumdioxid.

Ddr.: Ma,

Hg,

W,

Pi,

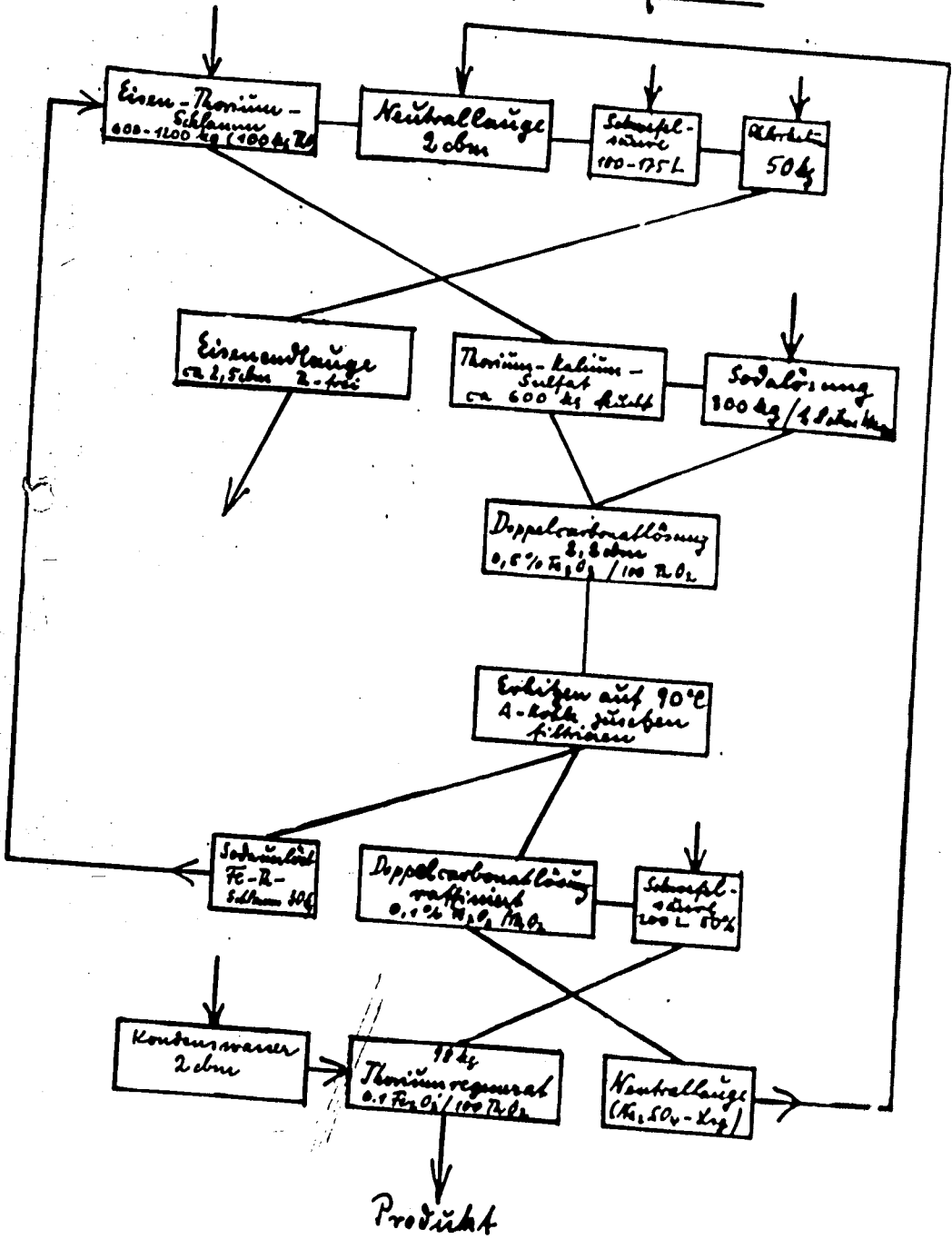
Gr,

Auer-Ges.

Durchschrift

Rudolf A. Richter

Verbessertes Sulfat-Verfahren. 0848

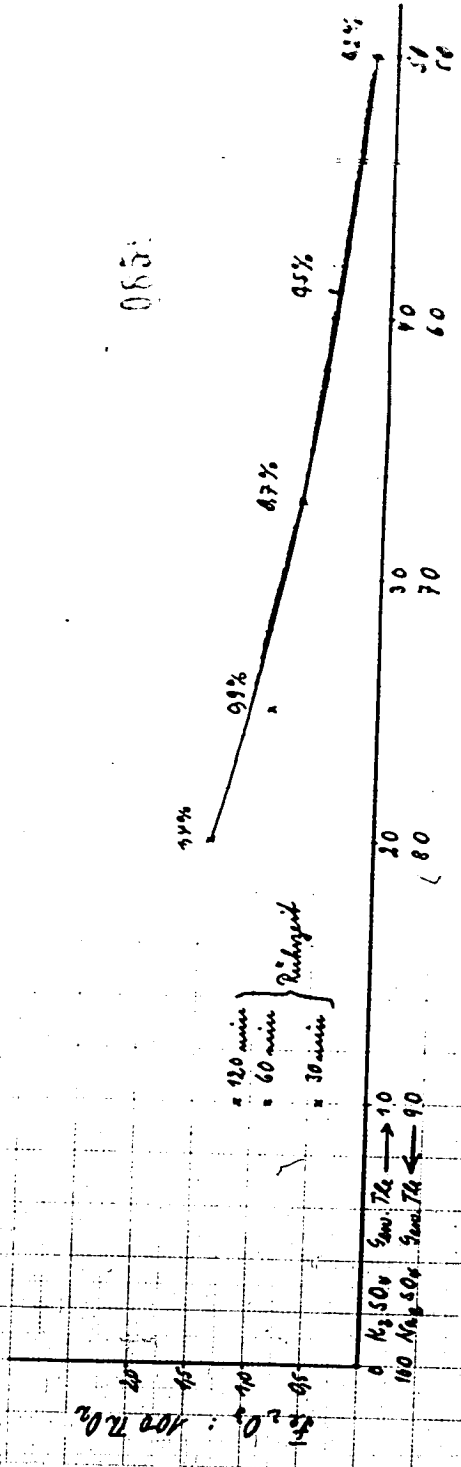


O.-Holtzen, 20. Okt. 1938
h. Bückner.

Eisengehalt des Kalium-Permanganat-Lösungsmittels
 in Abhängigkeit vom Gehalt an K_2SO_4
 Na_2SO_4 in der Kristallmasse.

Rühzeit: 1 Stunde

085:



hohe quantitative Kristallfällung

geringere Kristallfällung

Dieje K_2SO_4 enthaltenen Doppelammoniumsulfate wurden
 mit je 100 am 3 angereichert, geschüttelt, kaliumersetzt.
 Lösung in je 5 Portionen mit der Probe ausgesiebt.

G. Müller, J. 19 11
 Pol. dt. Reichsanst.