

Herrn Dr. Gehrke.

Bericht über Grossversuch II
Thoriumsulfatverarbeitung nach dem Sulfatverfahren.
(Kreislaufverfahren)

In 400 l Decklauge vom Grossversuch I wurden 150 l Schwefelsäure 66° Bé und darauf 500 kg Vorfallungsschlamm mit 13,8 % ThO_2 = rd. 69 kg ThO_2 eingetragen.
Dazu wurde die Umkohlauge vom Grossversuch I (700 l) gepumpt, und 33 kg Kaliumsulfat zugegeben.
An Kalium-Thoriumsulfat wurden 329 kg mit 20,6 % ThO_2 = rd. 67,8 kg ThO_2 erhalten. (98,3 % vom Einsatz.)
Das Doppelsulfat wurde mit 700 l Decklauge gedeckt und enthält 1,4 Teile Eisen auf 100 Teile ThO_2 .
329 kg Doppelsulfat wurden bei 65° C in ca 1 1/2 Stunden mit 500 l Kondensat und 59 kg Soda zum Hydrocarbonat umgesetzt.
Ausbeute = 245 kg Hydrocarbonat mit 27,14% ThO_2 = rd 66,5 kg ThO_2
Gesamteinsatz = 69 kg ThO_2 .
Gesamtausbeute = 66,5 kg ThO_2 als Hydrocarbonat ~ 96,4 %
Das Hydrocarbonat enthält die im Vorfallungsschlamm enthaltenen mechanischen Verunreinigungen, (Kieselgur, Paraffin, Sand etc.) und ergibt beim Lösen in Salpetersäure eine schmutzige Suspension, die nach 3 Stunden langem Stehen soweit geklärt ist, dass sie ohne Filtration einigermaßen klar abgesogen werden kann. Sowohl die dekantierte wie die filtrierte Lösung sind in den katalytischen Prüfungsgang gegeben worden.

Ddr.: Ma,
W,
Fi,
Koor Hg v

A. Brühner

Herrn Dr. Gehrke.

Bericht über Grossversuch III.

Der Rest der ausgebrauchten Decklauge wurde mit 90 l Schwefelsäure versetzt, und in die Mischung 394 kg Vorfällungsschlamm mit 14,5 % ThO_2 eingetragen. Alsdann wurde die Umkohlauge von Grossversuch II und der Rest des Kaliumsulfates (40 kg) zugegeben. Das entstandene Thorium-Kaliumsulfat wurde abgepresst und stark trocken geblasen.

Erhalten: 197 kg Kalium-Thorium-sulfat mit 27,75 % ThO_2 .

In der Mutterlauge waren noch 1,5 g ThO_2 /Ltr. vorhanden, die nicht mehr gewonnen wurden, weil kein Kaliumsulfat mehr vorhanden war.

Einsetz: 394 kg Vorfällungsschlamm mit 14,5% ThO_2 = 57,0 kg ThO_2 .

Ausbringen: 197 kg Doppelsulfat mit 27,75% ThO_2 = 54,7 kg ThO_2 .

In der Mutterlauge: 1500 l mit 1,5 g ThO_2 /Ltr. = 2,2 kg " (noch gewinnbar)

Ausbeute: ohne ThO_2 in der Mutterlauge = 96,0 %

Ausbeute: mit " " " " = 99,0 %

Das erhaltene Thorium-Kaliumsulfat-Doppelsalz (197 kg) wurde zusammen mit dem Rest des Doppelsulfates vom Versuch I (180 kg) nach dem Wunsche von Herrn Dr. Gehrke in eine Lösung von 150 kg Soda in 500 l Wasser eingetragen und bei ca 30°C verrührt. Thorium-Natriumdoppelcarbonat kristallisierte zum Teil aus und blieb bei der Filtration einer Probe beim Eisen-Kieselgurschlamm. Eine Probe des tiefgelben Filtrates wurde nach dem Vorschlag von Herrn Dr. Huber mit Wasser verdünnt und mit Natronlauge hydrolysiert. Der Unterzeichnete fand, dass sich die Umsetzungsanlagen nach Menge und Zusammensetzung besser in das Verfahren eingliedern lassen, wenn die Ausfällung des Thoriums nicht mit Wasser und Natronlauge, sondern durch Zugabe von Schwefelsäure bis $\text{pH} = 7,0$ vorgenommen wird. Das Rückgewinnungsverfahren arbeitet in dieser Form im Kreisprozess gemäß der beigefügten Tafel.

Der Eisengehalt des auf diese Weise gewonnenen Hydrocarbonates beträgt ca 0,38 Fe_2O_3 auf 100 ThO_2 . Ausserdem ist das Hydrocarbonat frei von mechanischen Verunreinigungen und kann sogleich wieder in die Katoraynthese eingesetzt werden. Da bei dem Eisen-Kieselgurschlamm noch Kristalle von Natrium-Thoriumcarbonat vorhanden sind, empfiehlt es sich, diesen Schlamm mit verdünnter Schwefelsäure auszusieben, und die schwefelsäure Lösung nach der Klärung in den Kreislauf zurückzuführen. Die Bedingungen, unter denen die geringste Doppelcarbonatkristallisation eintritt, müssten zunächst durch Labor-Versuche festgelegt werden.

Der Vorteil dieses Doppelsulfatumlösungsverfahrens liegt darin, dass ein von mechanischen Verunreinigungen freies Hydrocarbonat erhalten wird, das weniger Eisen enthält, als das nach dem Sulfatverfahren gewonnene Hydrocarbonat.

- Nachteile: 1.) Mehrverbrauch an Schwefelsäure (ca 100 %).
2.) Mehrverbrauch an Soda (ca 100 %).
3.) Aufarbeitung des Thorium-Natrium-Doppelcarbonat enthaltenden Schlammes.

A. Brühner

Ddr.: Ma,

W,

Pl,

~~KS~~ KS ✓

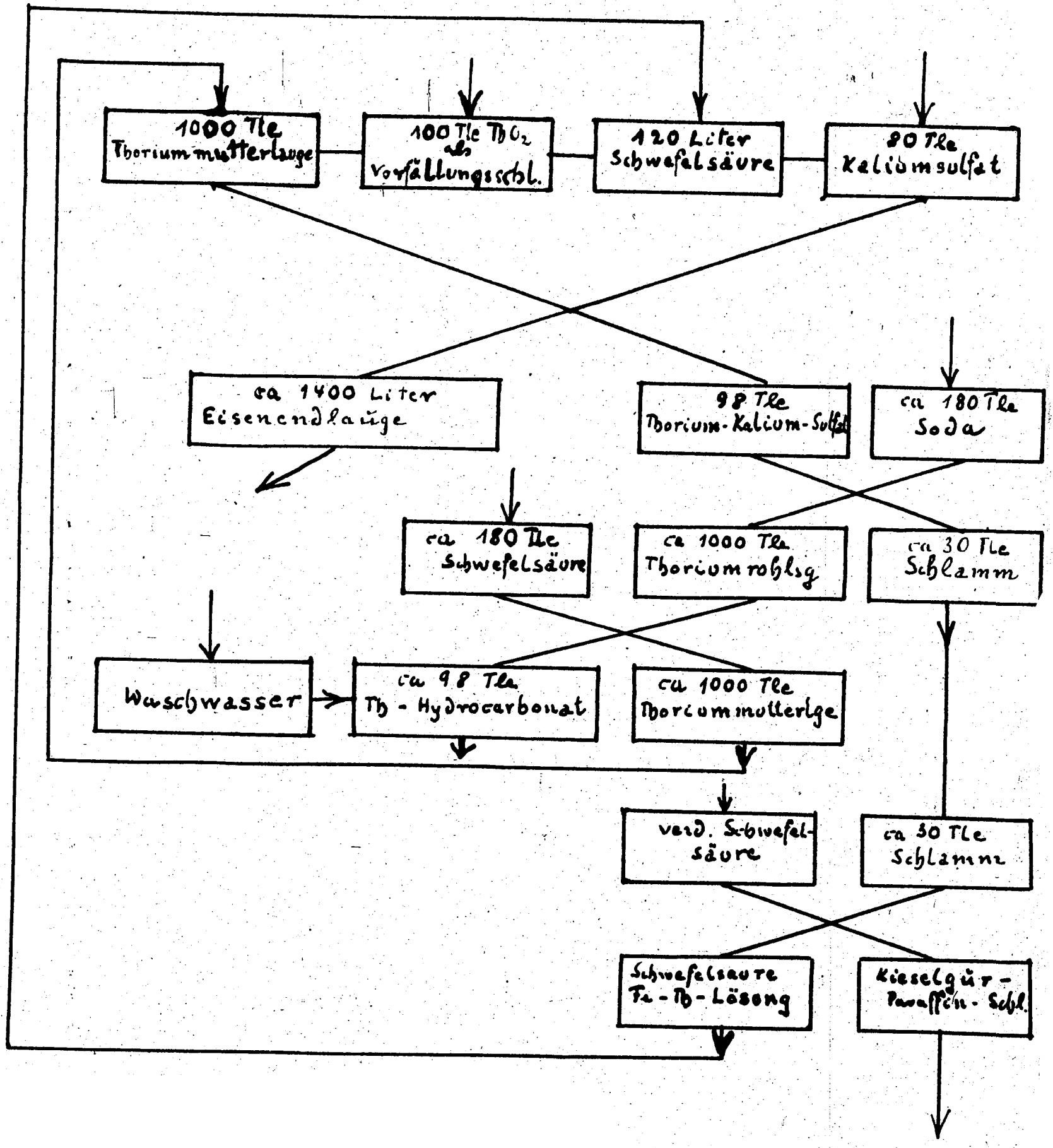
Rae

Nr. 523

Thoriumrückgewinnung aus Vorfällungsschlamm nach dem Sulfatverfahren.

7094

(mit Lösen des Doppelsulfates in überschüssiger Soda)



O-Holten, 26. Juni 1938.
 Dr. Büchner