

7129 ^{X679}
Oberh.-Holten, den 14. Mai 1938.

RB Abt. BVA BU/Ndm.-

Herrn Prof. M a r t i n .

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

Gelegentlich der Arbeiten über die Aussalzung 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 Rohlösungen abscheiden lässt.

Diese Art der Abtrennung von Eisen wurde nun auf den bei der Vorfällung 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 Ersparnis 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-Thoriumsulfat-Doppelsalz lässt sich bei ca. 90° C glatt in das Hydrokarbonat 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-Thoriumsulfat-Doppelsalz zersetzt sich mit Wasser, lässt sich jedoch mit einer kaltgesättigten Kaliumsulfatlösung (114 g K_2SO_4/L) die schwach mit Schwefelsäure angesäuert ist, gut ausdecken und von der anhaftenden Eisenlauge befreien. Die ausgebrauchten Decklaugen werden ebenfalls in den Löseprozess 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-

hält. In dieser Endlauge sind 25 g K_2SO_4 /L^{tr.} und 75 g Na_2SO_4 /Ltr. 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 Arbeitsgänge:

- 1.) Auflösen des Schlammes in einem Gemisch von Umfällauge, ausgebrauchter Decklauge, Schwefelsäure und Kaliumsulfat und Ausrühren des Kaliumsulfat-Thorium-sulfat-Doppelsalzes.
- 2.) Trennen des Doppelsalzes (kristallin, gut filtrierbar) von der Eisenendlange und Ausdecken mit saurer Kaliumsulfatlauge.
- 3.) Anmischen des Doppelsalzes und Umsetzung mit Sodälösung bei 90°.
- 4.) Trennen des Thorium-Hydrokarbonats von der Umfällauge und Waschen 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 (60° Bé),
" 80 "	" Kaliumsulfat (dopp. gereinigt),
" 120 "	" Soda technisch,
" 400 "	" Salpetersäure 60 %.

Es fallen an auf 100 Teile Thoriumoxyd:

ca. 2000 Teile	Eisenendlange
" 400 "	" Decklauge
" 1000 "	" Umfällauge
" 600 "	" feuchtes Doppelsalz
" 500 "	" Thoriumnitratlösung mit ca. 200 g ThO_2 /Ltr.

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

Die mit diesen Lösungen gefällten Kontakte sind nach einer Laufzeit von 300 Stunden bisher noch voll aktiv.

Analysenbeispiele:

Thoriumlösung Versuch 8

215,4 g ThO_2 /Ltr
1,0 g $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ /Ltr
0,3 g SO_4 /Ltr

Thoriumlösung Versuch 14

154,0 g ThO_2 /Ltr
- $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ /Ltr
- SO_4 /Ltr

Ddr.: Hg.
W.
Fi.
Gr.

A. Beckner

Rege

Materialbedarf des Sulfatverfahrens.

(Angaben für 100 kg Thoriumdioxid)

160 kg Schwefelsäure 60° Bé	100 kg RM 2,30	RM 3,70
80 " Kaliumsulfat	100 " ca." 20,- [†])	" 16,--
120 " Soda	100 " " 8,40	" 10,10
1,6 cbm Kondenswasser	1 cbm " 0,35	" 0,56
0,5 t Dampf	1 t " 2,30	" 1,15
200 kg Salpetersäure = 27 kg N	1 kg " 0,85	" 23,--
	insgesamt	RM 54,51

[†]) Syndikatpreis für Kaliumsulfat ist angefragt.

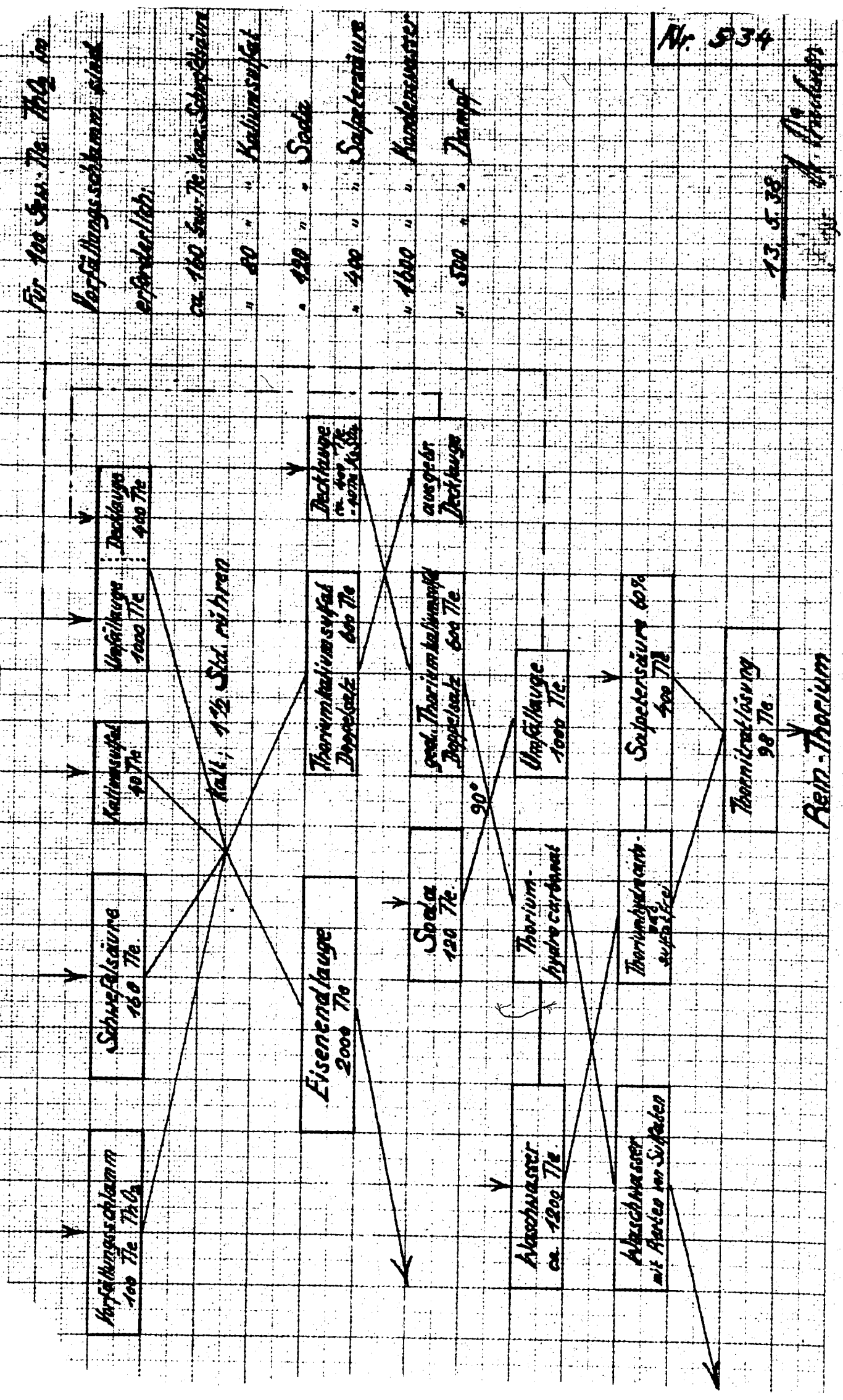
Für die Regenerierung nach dem Sodaverfahren ist nach den Angaben von Herrn Dr. S c h a l l e r gelegentlich der Kator-Besprechung die 8 - 10 fache Menge an Soda, bezogen auf Thoriumoxyd angegeben worden, d.i. = RM 67,-- für 100 kg. Bei Thorium-Magnesiumkontakten würde sich nach derselben Quelle der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

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

A. Brühner

Thoriumrückgewinnung aus Verfallungsschlamm.

Sulfatverfahren.



Für 100 Smt. Th₂O₂ im Verfallungsschlamm sind erforderlich:

- ca. 150 Smt. Th₂O₂-Schwefelsäure
- " 80 " " Kaliumsulfat
- " 120 " " Soda
- " 400 " " Salpeterminerale
- " 1500 " " Kondenswasser
- " 500 " " Dampf