

MINISTÈRE DU COMMERCE ET DE L'INDUSTRIE.

DIRECTION DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE.

BREVET D'INVENTION.

Gr. 8. — Cl. 2.

N° 847.409

756

Procédé pour séparer le thorium de matières qui en contiennent avec du fer.

Société dite : RURCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT résidant en Allemagne.

Demandé le 10 décembre 1938, à 14^h 59^m, à Paris.

Délivré le 26 juin 1939. — Publié le 10 octobre 1939.

(Demande de brevet déposée en Allemagne le 7 janvier 1938. — Déclaration du déposant.)

La présente invention est relative à un procédé pour séparer le thorium de matières qui en contiennent avec du fer, en particulier de schlamms contenant du fer et du thorium, obtenus par précipitation.

On ne peut effectuer qu'avec des difficultés particulières la séparation du thorium d'avec des matières qui en contiennent avec du fer. Ces mélanges sont obtenus, par exemple, dans le traitement, au moyen d'alcalis, de solutions renfermant du thorium avec du fer. Un traitement de ce genre est nécessaire lorsque l'on travaille les solutions qui sont obtenues par traitement de catalyseurs utilisés pour l'hydratation de l'oxyde de carbone et qui, en outre du cobalt et du thorium, contiennent du fer qui est passé dans la solution en provenance du kieselguhr utilisé comme masse de support. Si l'on traite ces solutions, avec précaution, au moyen d'alcalis, le thorium précipite d'abord avec le fer. Il n'est pas possible de récupérer le thorium à partir de ces schlamms contenant du fer et du thorium, par traitement direct par une lessive de soude, car, même par action prolongée d'une lessive de soude concentrée, la plus grande partie reste encore non dissoute.

On a constaté, selon l'invention, que

l'on peut effectuer la récupération du thorium à partir de matières qui en renferment avec du fer, en particulier à partir de schlamms contenant du fer et du thorium, obtenus par précipitation, lorsque l'on fait passer d'abord, à cet effet, les schlamms en solution acide, ce pour quoi on peut utiliser l'acide azotique, l'acide sulfurique, l'acide chlorhydrique ainsi que tous les autres acides donnant des sels solubles. On réussit ainsi, de façon surprenante, à maintenir en solution la plus grande partie du thorium sous une forme ne contenant pas de fer grâce à ce que la solution des deux éléments est traitée au moyen d'une solution de carbonate alcalin en excès, par exemple de soude, de préférence dans le rapport 1 : 4 à 1 : 8 calculé sur l'oxyde de thorium maintenu en solution, le fer précipitant sous forme d'hydroxyde. De préférence, lors de cette précipitation, on utilise des températures faiblement élevées, par exemple de 40 à 50°, de façon à empêcher sûrement une séparation par cristallisation du sel double de sodium et de thorium formé. La récupération du thorium à partir de la solution de carbonate de sodium et de thorium ne contenant pas de fer peut se faire alors en faisant bouillir la solution diluée avec

Prix du fascicule : 10 francs.

de l'eau et un peu de lessive de soude, le sel de thorium s'hydrolysant quantitativement à la température d'ébullition pour donner le carbonate hydraté.

5 De la façon indiquée, on réussit à obtenir déjà la séparation d'environ 90% de thorium sous une forme ne contenant pas de fer. Toutefois, à l'aide du procédé, on peut également séparer du fer le thorium rési-
10 duel. Pour cela, on dissout dans un acide le précipité consistant en hydroxyde de fer et en le reste du thorium, et l'on attaque la solution obtenue avec la même quantité de soude, rapportée à l'oxyde de thorium
15 existant au début, auquel cas, pour séparer aussi complètement que possible le thorium du fer, on opère à des températures de préférence très voisine du point d'ébullition de la solution, par exemple 80 à 90°.
20 Pratiquement, la totalité du thorium encore présent reste en solution. L'hydroxyde de fer précipité ne renferme plus, en général, que 0,5% environ de l'oxyde de thorium contenu au début dans les schlamms de
25 fer et de thorium, cet oxyde de thorium pouvant éventuellement être obtenu en dissolvant et précipitant encore une fois.

On a constaté que pour la mise en œuvre particulièrement avantageuse du procédé
30 suivant l'invention, on doit procéder de la façon suivante : On utilise la solution de carbonate double d'alcali et de thorium qui est obtenue par addition de carbonate alcalin à la solution acide du deuxième
35 stade, éventuellement après purification avec la solution de carbonate alcalin utilisée comme lessive de lavage pour précipiter le fer dans la solution acide du premier stade. Il est particulièrement impor-
40 tant, en même temps que l'on récupère complètement le thorium, d'exclure en totalité des sous-produits nuisibles et difficiles à travailler. L'hydroxyde de fer obtenu
45 simultanément peut être utilisé, au cours de la synthèse de l'essence, pour obtenir une purification poussée du gaz de synthèse.

On va expliquer le procédé suivant l'invention à l'aide de l'exemple sui-
50 vant :

Exemple. — Par traitement avec de l'acide azotique, on fait une solution con-

tenant par litre 66 g. ThO_2 et 27 g. Fe_2O_3 à partir de schlamms contenant du fer et du thorium que l'on obtient avec des
55 carbonates alcalins comme précipité dans le traitement de solutions acides de catalyseurs au kieselguhr, cobalt et thorium, usés, ayant servi pour l'hydrogénation d'oxyde de carbone. Pour précipiter le
60 fer de cette solution, on utilise une solution de soude renfermant 150 g. par litre. Pour une partie de ThO_2 dans la solution à précipiter, on utilise 6 parties de soude anhydre. Après précipitation et ensuite
65 agitation pendant 1/4 d'heure et lavage du précipité avec 20% de la quantité de soude ajoutée pour la mise en solution, les liquides purifiés contiennent 91% de la totalité de l'oxyde de thorium, tandis
70 qu'il reste dans le précipité 9% de ThO_2 . On dissout le précipité dans de l'acide azotique et l'on attaque la solution avec la même quantité de soude que dans le
75 premier stade. Après la précipitation effectuée à 75°, on agit également pendant 1/4 d'heure, après quoi le précipité séparé par filtration est lavé au moyen d'une solution de soude de 100 g. par
80 litre jusqu'à ce que le filtrat ne contienne plus de thorium. On réussit de cette façon à séparer le thorium du fer de façon si poussée que, dans le précipité du deuxième
85 stade, il n'y a plus que 0,4% de la quantité de thorium introduite dans l'opération. En conséquence, on met ainsi en solution au total 99,6% de tout l'oxyde de thorium. La solution de carbonate double de sodium et de thorium obtenue dans le deuxième stade est utilisée pour
90 précipiter le fer dans le premier stade. La solution ainsi obtenue est attaquée, après séparation du précipité et purification avec de la soude de lavage, au moyen d'une quantité suffisante d'eau et d'un peu,
95 de lessive de soude. A partir de celle-ci on fait précipiter le thorium, par ébullition, sous forme de carbonate de thorium hydraté que l'on traite de façon connue. L'hydroxyde de fer dont on a retiré pra-
100 tiquement tout le thorium et qui est obtenu dans les stades ultérieurs, est utilisé, après séchage et traitement correspondant, comme masse servant à effectuer une purification

poussée dans la fabrication de gaz de synthèse ne contenant pas de soufre.

RÉSUMÉ.

Procédé pour séparer le thorium de 5 matières qui en contiennent avec du fer, en particulier de schlamms contenant du fer et du thorium obtenus par précipitation, caractérisé par les points suivants, ensemble ou séparément :

10 1° On traite par un acide le mélange contenant du fer et du thorium et l'on attaque alors la solution obtenue au moyen de carbonate alcalin en excès ;

15 2° La solution de carbonate double de thorium et d'alcali, séparée du précipité, est hydrolysée à température d'ébullition après dilution avec de l'eau et un peu de lessive de soude, en donnant du carbonate de thorium hydraté ;

20 3° Le précipité contenant du thorium est encore une fois mis en solution au

moyen d'un acide approprié et la solution obtenue est alors traitée avec sensiblement 25 la même quantité de carbonate alcalin que dans le premier stade, éventuellement en répétant la mise en solution et la précipitation ;

4° Dans le premier stade de précipitation, on opère à ces températures d'environ 30 40 à 50°, et, dans les stades ultérieurs de précipitation, à des températures d'environ 80 à 90° ;

5° Les solutions de carbonate alcalin à faible teneur en thorium, obtenues dans les stades ultérieurs, sont utilisées 35 comme solutions de précipitation dans le premier stade.

Société dite :

RUICHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT.

Par procuration :

Société BRANDON, SIMONNET et RINUY.