

Ruhrchemie Aktiengesellschaft Oberhausen-Holtent, den 30.6.38.
X/Fö/Axn.

A. II.

26. 21

Verfahren zur Wiedergewinnung von Thorium in eisenfreier Form aus durch Fällung erhaltenen Eisen-Thorium-Schlämmen.

Bei der Verarbeitung von ausgebrauchten Katalysatoren für die Kohlenoxydhydrierung, die neben Kobalt oder Nickel noch Thorium enthalten, fallen infolge Einwirkung der zum Lösen verwandten Säuren auf die als Trägersubstanz verwandte Kieselgur Lösungen an, die neben den genannten Metallen noch Eisen und Aluminium enthalten. Einerseits ist bei dem außerordentlichen Mangel an Thorium eine Wiedergewinnung dieses Metalls unerlässlich, andererseits würden minderwertige Kobalt- und Nickelkatalysatoren erhalten, wenn Eisen und Aluminium in dieselben hineingelangen würden. Es ist somit erforderlich, die Gewinnung des Thoriums aus den ausgebrauchten Katalysatoren in eisen- und aluminiumfreier Form durchzuführen.

Bei der Wiedergewinnung des Thoriums aus den ausgebrauchten Katalysatoren entsteht bei Zugabe der ersten Anteile Sodalösung ein Eisen-Thorium-Schlamm, der Thorium und Eisen beispielsweise im Verhältnis 1 : 3 enthält. Der Gegenstand der Erfindung besteht nun darin, daß ein solcher Eisen-Thorium-Schlamm in schwefelsaure Lösung gebracht, das Thorium durch Zugabe von Kaliumsulfat als Thoriumkaliumsulfat ausgefällt und dieses nach Abtrennung und Auswaschung durch Behandlung mit konzentrierter Sodalösung in Thoriumhydrocarbonat übergeführt wird, das alsdann in bekannter Weise aufgearbeitet wird. Die beim Decken und beim Umkochen erhaltenen Laugen lassen sich weiter im Verfahren verwenden. Die durch Auflösung des Tho-

riumhydrocarbonats in Salpetersäure erhaltenen Lösungen sind völlig eisenfrei und können daher zur Herstellung neuer Mengen Katalysator für die Kohlenoxydhydrierung dienen.

B e i s p i e l e .

1.) 360 kg feuchter Vorfällungsschlamm = 50 kg ThO_2 werden erstmalig in 720 l Schwefelsäure ca. vierfach normal in der Kälte eingetragen und unter Rühren gelöst. Alsdann werden in die Lösung 150 kg Kaliumsulfat und 100 kg Natriumsulfat eingetragen und $1\frac{1}{2}$ Stunden lang gerührt. Das Thorium-Kalium-sulfat-Doppelsalz scheidet sich aus und wird von der Eisenmutterlauge abgetrennt. Mit einer kaltgesättigten Kaliumsulfatlösung wird das Doppelsalz so lange ausgedeckt, bis die Eisenreaktion in der Decklauge nur noch Spuren anzeigt. Das praktisch eisenfreie Doppelsalz wird jetzt mit wenig Wasser angemaischt und auf ca. 90° erwärmt. Unter Umrühren wird jetzt soviel konzentrierte Sodalösung (ca. 200 g/l) zugefügt, bis der p_H -Wert bei 7,5 bis 8,0 stehen bleibt. Hierzu sind ungefähr 60 kg Soda erforderlich. Das abfiltrierte Hydrocarbonat wird mit heißem Wasser sulfatfrei gewaschen, in 60%-iger Salpetersäure gelöst und filtriert.

2.) Man trägt 360 kg feuchten Vorfällungsschlamm entsprechend 50 kg Thoriumoxyd in eine Mischung von 410 l Sodaumfällauge, 170 l schwachsaure Decklauge und 160 l konzentrierte Schwefelsäure ein und gibt 20 kg Kaliumsulfat hinzu. Nach $1\frac{1}{2}$ Stunden Rühren verarbeitet man das ausgefallene Thorium-Kalium-Deppelsalz wie in Beispiel 1 weiter.

- P a t e n t a n s p r u c h .

Verfahren zur Wiedergewinnung von Thorium in eisenfreier Form aus durch Fällung erhaltenen Eisen-Thorium-Schlamm, dadurch gekennzeichnet, daß aus der Lösung des Eisen und Thorium enthaltenden Gemisches in Schwefelsäure durch Zugabe von Kaliumsulfat Thoriumkaliumsulfat ausgefällt wird, das nach Abtrennung und Auswaschung durch Kochen mit konzentrierter Sodalösung in Thoriumhydrocarbonat übergeführt wird.

-RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT