

Verfahren zur Herstellung reiner für die Kontaktau-
bereitung geeigneter Magnesia.

Zur Herstellung magnesiahaltiger Kohlenoxyd-Hydrierkon-
takte und ähnlicher Katalysatoren ist ein Ausgangsmaterial erfor-
derlich, das möglichst frei von Verunreinigungen, insbesondere
von Calciumverbindungen ist. Die zur Verwendung kommende handels-
übliche Magnesia enthält in den meisten Fällen wesentliche Mengen
Kalk und/oder Gips, was für die Wirksamkeit der hergestell-
ten Kontakte sehr nachteilig ist.

Man kann die vorhandenen Kalkverbindungen in an sich
bekannter Weise z.B. durch Waschung mit destilliertem Wasser,
entfernen. Hierzu benötigt man jedoch erhebliche Mengen von
destilliertem oder praktisch völlig kalkfreiem Wasser.

Die Abtrennung der Kalkverbindungen gelingt trotzdem
nur unvollständig. So konnte man beispielsweise bei Waschung
mit der zwanzigfachen Wassermenge aus einer Magnesia nur 70 %
der vorhandenen Kalkbestandteile entfernen. Die Verwendung
derart großer Mengen von destilliertem Wasser verbietet sich
aus wirtschaftlichen Gründen. Mit kalkhaltigem Grund- oder
Leitungswasser ist aber eine nur sehr geringe und völlig un-
zureichende Entfernung der Kalkverbindungen möglich.

Es wurde gefunden, daß man handelsübliche Magnesia aus-
serordentlich weitgehend von unerwünschten Kalkbestandteilen
befreien kann, wenn man sie mit den Mutterlaugen behandelt, die
bei der Kontaktherstellung, d.h. bei der Ausfällung der Kontakt-
metall-Salzlösungen, z.B. mit Soda, entstehen. Mit der 15-fachen
Mutterlauge nmenge ließ sich eine kalkhaltige Magnesia beispiele-
weise zu 98 % vom Kalk und zu 82 % von der gleichzeitig vorhande-
nen Schwefelsäure befreien.

Ein weiterer Vorteil dieser Magnesia-Vorbehandlung mit
Hilfe von Mutterlaugen der Kontakt-Herstellung besteht darin,
daß gleichzeitig auch die in den Mutterlaugen vorhandenen Bi-
carbonate, insbesondere das Magnesiumbicarbonat, entfernt und
mit der gereinigten Magnesia den Kontakt-Herstellungsabtrieb
wieder zugeführt werden. Die Mutterlauge der Kontaktherstellung
pflegt auf Natriumsalpeter verarbeitet zu werden. Hierzu ist eine
entsprechende Eindampfung erforderlich, bei der etwa vorhandene

Bicarbonat stören, weil sie auf die eisernen Apparateteile korrodierend einwirken. Mutterlauge, welche zur erfindungsge-
mäßigen Vorreinigung der eingesetzten Rohmagnesia verwendet wurden,
zeigen diesen Nachteil nicht.

In der verwendeten Mutterlauge sind meist auch geringe
Mengen von Kobalt enthalten, die ebenfalls als Bicarbonate vor-
liegen. Auch dieses Kobalt wird bei der Magnesiavorbehandlung
niedergeschlagen. Mag es sich hierbei auch nur um geringe Kobalt-
mengen von nur etwa 10 mg pro ltr. handeln, so gewinnt man bei
der Aufarbeitung von 100 cbm Mutterlauge auf diese Weise bereits
1 kg Kobaltmetall.

Das neue Magnesia-Reinigungsverfahren hat folgende Vor-
teile:

1.) Man kann zur Kontakt-Herstellung, wo es auf möglichst
weitgehende Abwesenheit von Kalkverbindungen ankommt, eine ge-
brannte Magnesia handelsüblicher Beschaffenheit verwenden (Dolo-
mit-Magnesia).

2.) Von der im Kontaktbetrieb eingesetzten Magnesia, die
bisher als Bicarbonat mit den Mutterlauge verloren ging, lassen
sich ungefähr 12 % zurückgewinnen.

3.) Der Kobaltgehalt der Mutterlauge, der sich auf etwa
0,05 bis 0,5 % des eingesetzten Kobalts beläuft, kann ebenfalls
nutzbar gemacht werden.

Weitere Einzelheiten sind aus dem nachfolgenden Ausführ-
ungsbeispiel ersichtlich.

Anführungsbeispiel

Von einer gebrannten Magnesia technischer Reinheit, die
3,36 % CaO und 0,16 % SO₄ als Verunreinigung enthielt, wurden
300 kg in einem Rührwerkskessel mit 500 l Mutterlauge zusamen-
gebracht, die von der Fällung eines Kobalt-Magnesia-Thorium-
Kieselgur-Kohlenoxydhidrierungskontaktes zurückgeblieben war.
Diese Mutterlauge enthielt pro Liter Lösung 93,70 g NaNO₃; 5,05 g
NaHCO₃; 0,63 g Na₂CO₃; 0,87 g Mg (HCO₃)₂ und 0,01 - 0,1 g Co.
Die Magnesia wurde 30 Minuten lang bei Zimmertemperatur mit dieser
Leugenmenge verrührt. Auf einer Nutsche wurde sodann die Lösung
abgetrennt und darauf noch mit weiteren 4000 Ltr. Mutterlauge
nachgewaschen.

Die behandelte Magnesia enthält nur noch 0,056 % CaO und 0,028 % SO_3 . Der Kalkgehalt war also zu 98 %, die Schwefelsäure zu 82 % entfernt worden.

Die zur Behandlung verwendete Mutterlauge enthält pro Liter Lösung 0,24 g MgO . Die von der Matsche ablaufende Mutterlauge war praktisch magnesiefrei, da in ihr mit Dinatriumphosphat in Gegenwart von Ammonsalzen und Ammoniak keine Magnesiafällung mehr eintrat. Ebenso war in der ablaufenden Mutterlauge der qualitative Kobalt-Nachweis negativ.

Patentansprüche

1.) Verfahren zur Herstellung reiner für die Kontaktzubereitung geeigneter Magnesia aus kalkhaltiger Magnesia, dadurch gekennzeichnet, daß die kalkhaltige Magnesia mit Mutterlauge vorbehandelt wird, die bei der Kontaktherstellung entstehen.

2.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlung mit der Mutterlauge solange fortgesetzt wird, bis die in der Mutterlauge als Magnesiumbicarbonat vorhandenen Magnesia-Mengen entfernt sind.

3.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlung mit der Mutterlauge solange fortgesetzt wird, bis die in ihr vorhandenen Kobaltverbindungen entfernt sind.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT