

3446-30/5.01-31  
ANALYSES OF CATALYSTS

000252

Anlage zum Schreiben vom 23.5.1938.

Holten, den 23. Mai 1938.  
HSt/Wd.

Die nachfolgenden sechs Kontakte wurden im Laboratorium synthetisch aus Lösungen bzw. Suspensionen hergestellt, die aufgrund der Analyse und des Kieselgureinsatzes folgende Zusammensetzung hatten:

I. Eingesetzte Mengen für Kontaktherstellung.

	1	2	3	4	5	6
Co g/l	40,42	39,82	39,69	39,82	40,08	39,81
ThO <sub>2</sub> "	5,72	5,75	5,88	6,01	5,95	6,19
Kieselgur"	80,8	83,9	75,0	76,5	80,0	79,6
ThO <sub>2</sub> :100 Co	14,15:	14,44:	14,81:	15,10:	14,85:	15,55:
	100	100	100	100	100	100
Kieselg.:Co	2,00:1	2,23:1	1,89:1	1,92:1	1,96:1	2,00:1

II. Gefunden im fertigen Kontakt.

a) Zum Vergleich mit dem Einsatz.

	1	2	3	4	5	6
Co <i>g/l</i>	17,14	21,48	21,45	23,90	22,04	24,33
ThO <sub>2</sub> "	2,40	3,07	3,15	3,63	3,29	3,80
Kieselgur"	34,40	47,97	40,82	46,13	43,61	43,53
ThO <sub>2</sub> :100 Co	14,00:	14,29:	14,68:	15,19:	14,93:	15,62:
	100	100	100	100	100	100
Kieselg.:Co	2,01:1	2,23:1	1,90:1	1,93:1	1,98:1	1,995:1

b) Analytischer Befund zur Berechnung von Kieselgur.

	1	2	3	4	5	6
Freies H <sub>2</sub> O(Xylol)%	31,50	9,80	16,80	6,50	13,00	4,50
geb. H <sub>2</sub> O(Differenz)%	4,00	4,56	4,62	5,60	4,96	4,14
CO <sub>2</sub> (volumetr.)%	5,90	7,32	7,36	7,75	7,14	8,10
Gesamtglühverlust%	41,40	21,68	28,78	19,85	25,10	16,74
Kieselgur(100-CoO-ThO <sub>2</sub> -Gesamtglühverl.)%	34,40	47,97	40,82	46,13	43,61	48,53

c) Zusammensetzung des Kontaktes.

	1	2	3	4	5	6
CoO %	21,80	27,28	27,25	30,39	28,00	30,93
ThO <sub>2</sub> %	2,40	3,07	3,15	3,63	3,29	3,80
freies Wasser %	31,50	9,80	16,80	6,50	13,00	4,50
geb. Wasser %	4,00	4,56	4,62	5,60	4,96	4,14
CO <sub>2</sub> %	5,90	7,32	7,36	7,75	7,14	8,10
Kieselgur %	34,40	47,97	40,82	46,13	43,61	48,53

Sa. jeweils 100 %

unter gutem Umrühren mit überschüssiger gesättigter Kaliumjodatlösung gefällt wird. Nach 1/2 stündigem Stehen wird abfiltriert und mit Kaliumjodhaltigem Wasser erschöpfend ausgewaschen. Der Niederschlag von Thoriumjodat wird nunmehr vom Filter in das Becherglas zurückgespritzt und mit 70 cm<sup>3</sup> konz. Salpetersäure wieder aufgelöst. Nach dem Verdünnen mit dest. Wasser auf etwa 250 cm<sup>3</sup> werden etwa 100 cm<sup>3</sup> gesättigter Kaliumjodatlösung zugegeben, bis das Thorium wieder vollständig gefällt ist. Der Niederschlag wird nach dem Absitzen abfiltriert, mit Salpetersäure und jodathaltigen Wasser ausgewaschen und sodann durch Auswaschen mit heissem verd. Ammoniak in das Hydroxyd übergeführt, wobei er rein weiss bleiben muss. Geringe Mengen Eisenhydroxyd machen sich durch bräunliche Färbung bemerkbar. Das Auswaschen muss solange fortgesetzt werden, bis eine Probe des ablaufenden Waschwassers nach Zugabe von Silbernitrat und etwas schwefliger Säure keinen gelben Niederschlag (AgJ) mehr zeigt. Nun wird verascht und das Thoriumoxyd bis zur Gewichtskonstanz kräftig geglüht.

Berechnung: Angewandt: 10 g/1000/200 = 2 g Kontaktmasse  
Gef. g ThO<sub>2</sub>.50 = % ThO<sub>2</sub>

Trotzdem auch bei der Thoriumbestimmung das Volumen der Kieselgursuspension nicht berücksichtigt worden ist, so ist eine Korrektur des erhaltenen Thoriumoxydgehaltes doch nicht nötig, da die Differenz, wie eine einfache Überlegung zeigt, nur 0,01 % ThO<sub>2</sub> beträgt.

<u>Beispiel:</u> Tiegel mit ThO <sub>2</sub> :	8,5870 g
" leer	8,5062 g
ThO <sub>2</sub> =	0,0808 g
ThO <sub>2</sub> = 0,0808 . 50 =	4,04 %
<u>Thoriumoxyd =</u>	<u>4,04 %</u>

#### Bestimmung des Glühverlustes.

Als Gesamtglühverlust wird der Gehalt des Grünkorns an allen beim Erhitzen auf etwa 1200 - 1300° flüchtigen Bestandteilen bezeichnet. Der eigentliche Glühverlust ergibt sich dann aus der Differenz:

Gesamtglühverlust - freies Wasser ( mit Xylol bestimmbar ).

Zur Bestimmung des Gesamtglühverlustes werden etwa 5 g Kontaktmasse in einem Porzellantiegel von 40 mm Durchmesser zwei Stunden lang im Ofen auf etwa 1200 - 1300° erhitzt.

Berechnung.

Gesamtglühverlust =  $\frac{\text{Gewichtsabnahme des Tiegels in g, } 100 \%}{\text{Einwage in g}}$

Glühverlust = Gesamtglühverlust - freies Wasser ( mit Xylol bestimmt ).

Beispiel.

Tiegel + Kontaktmasse = 18,2329 g

Tiegel (leer) = 13,2435 g

Einwage Kontakt = 4,9894 g

Tiegel vor dem Glühen = 18,2329 g

" nach " " = 17,0429 g

Gewichtsverlust des Tiegels b. Glühen = 1,1900 g

Gesamtglühverlust =  $\frac{1,1900 \cdot 100}{4,9894} = 23,85 \%$

freies Wasser (mit Xylol bestimmt) = 11,5 %

Glühverlust = 23,85 - 11,5 = 12,35 %

Glühverlust = 12,35 %.

Bestimmung des Kieselgurgehaltes.

Der Gehalt an Kieselgur ergibt sich als Differenz von 100% nach Abzug der bei der Analyse ermittelten Werte für  $\text{CoO}$ ,  $\text{ThO}_2$ , freies Wasser und Glühverlust.

Beispiel: Gefunden in der Kontaktmasse:

CoO	=	33,63 %
ThO <sub>2</sub>	=	4,04 %
H <sub>2</sub> O	=	11,5 %
<u>Glühverlust</u>	<u>=</u>	<u>12,35 %</u>
Sa.:	=	61,52 %

Der Gehalt an Kieselgur ( glühverlustfrei ) ist dann :  
 $100 - 61,52 = 38,48 \%$

Kieselgur ( glühverlustfrei ) = 38,48 %

Zusammensetzung der frischen Katalysatormasse (sog. Grünkorn).

CoO	=	33,63 %
ThO <sub>2</sub>	=	4,04 %
freies H <sub>2</sub> O	=	11,5 %
<u>Glühverlust</u>	<u>=</u>	<u>12,35 %</u>
<u>Kieselgur</u>	<u>=</u>	<u>38,48 %</u>
Sa.:	=	100,00 %

Dabei bedeutet:

1. freies Wasser = mit Xylol bestimmbares Wasser
2. Glühverlust = Kohlensäure und gebundenes Wasser
3. Kieselgur = 100 - CoO - ThO<sub>2</sub> - freies H<sub>2</sub>O - Glüh-  
(glühverlustfrei) verlust.

gez. Tramm

gez. Henke.Stark.