

*Plastik- und Metallgesellschaft
Oberhausen-Holten*

Oberhausen-Holten,
RB Abt. BVA Hl/Op.

040

~~010~~ 1959.

~~010~~

~~010~~

Herstellung von Kontakt mit hoher Ge-Dichte, an-
Schluss auf gereinigter Kiesschicht 100 Ge, 15 Tg.,
12,5 Kgr.

1.) Füllung und Filtration.

Weniger die Füllung selbst als die Behandlung und Weiterverarbeitung des feuchten Filterkuchens von Katernasse, die auf gereinigter Gur mit hoher Ge-Dichte gefällt ist, erfordert gewisse Vorichtsmaßnahmen..

In mehreren untereinander übereinstimmenden Versuchen wurde festgestellt, dass bei einem Kontakt: 100 Ge, 15 Tg., auf 12,5 gereinigte Gur gefällt, eine Verminderung der katalytischen Aktivität dann eintrat, wenn der feuchte Filterkuchen nach der Herausnahme aus dem Filter gepresst, gerührt oder auch nur in dünnerer Schicht zum Trocknen ausgestrichen wurde. Der Aktivitätsabfall war im Falle einer auf diese Weise vorgenommenen Schmälgung so stark, dass nach ca. 55 Stunden die Kontraktion auf $< 10^5$ bei Druckloser Prüfung mit Synthesegas und $105^{\circ} C$ abnahm.

Bei Herstellung des Probekontakte in der BVA sind wiederholt aus jeder Phase der Füllung, Filtration und Fertigverarbeitung Proben entnommen und auf Aktivität untersucht worden. Bei der Verarbeitung in der Filterpresse wurde dabei folgendes festgestellt:

Bis unmittelbar nach dem Öffnen der Presse nach dem Waschen und Trockenblasen entnommene Probe zeigte nach dem Trocknen in Labor keinen messbaren Aktivitätsabfall. Da in der BVA zum vollständigen Trockenblasen der Filterpresse Pressluft nicht genügend zur Verfügung steht, musste bei der technischen Weiterverarbeitung der noch feuchte und kreisige Filterkuchen auf Filtermatten weiter trocknungsgeugt werden. Das Ausstreichen auf die Matten geschah, um die Aktivität des später reduzierten Kontaktes völlig zu vernichten.

Für die BVA hat sich dann die Filtration und das Waschen

~~100041~~

auf der Nutsche ohne Benutzung der Filterpresse als gangbar erwiesen. Da durch Ausstreichen des Filterkuchens auf Trochbleche der Kontakt ebenfalls unbrauchbar wird, musste die Trocknung mit unverändert von der Nutsche abgehobenen Stücke vorgenommen werden. Dass beim Waschen und Trockensaugen auf der Nutsche sich die Arbeit mit Spachtel lediglich auf das örtliche Schliessen der entstehenden Risse beschränken muss, ist für die Güte des Kontaktes unerlässlich.

Ein so verhandelter Kontakt ist aussergewöhnlich dicht. Bei einem Probekontakt, der bei der Anwendung von 10 atü Druck und ca. 176° C mit Synthesegas optimale Paraffinanteile zeigte von rund 6% in den flüssigen Produkten zeigte wurde das Schüttgewicht in unreduzierten Zustand 337 g/Ltr. und die Co-Dichte in reduzierten Zustand mit 300 - 310 g/Ltr. ermittelt. Ein früher ^{untersuchter} vergewöhnlicher Kontakt mit niedrigerem Schüttgewicht liess den Paraffinanteil auf 42 - 45% sinken.

Ein Probe des wie oben angegeben ungeschädlich behandelten, völlig inaktiven Kontaktes hatte ein Schüttgewicht von nur 334 g/Ltr.

Gegen die Filtration und das Trockenblasen in der Filterpresse können keine Bedenken erhoben werden, wenn die angezeigten Vorsichtsmassregeln Beachtung finden. Infolge des geringen Kieselsäuregehaltes bleibt der Kontakt allerdings in feuchtem Zustande weniger fernbeständig. Er neigt vielmehr dazu, breiig zu bleiben. Diesen Zustand muss durch schärferes Trockenblasen Rechnung getragen werden. Man kann vielleicht grundsätzlich sagen, dass bei dieser Art von Kontakt das Arbeiten mit dicken Schichten bei der Herstellung unzuverlässig ist. Auf der Nutsche dauert das Abwaschen der Mutterlange zu lange (mangels Anflüchtung durch Kgr.), das Waschen wird leicht ungleichmässig und seitrübend. Ausserdem verhalten die Schichten leicht zu einem Zusammenpressen auf übliche Form. Beim Trocknen erfolgt die Trocknung ungleichmässig, die äussere Schicht

kann schon „angesaugt“ sein, ohne dass im Innern des Kuchens
sich genügend getrocknet ist.

Aus diesen Gründen war es z.B. nicht geraten, anstelle der
1 kg Co-Chargen auf den Nutsche 2 kg-Chargen zu verarbeiten.

2.) Die Trocknung:

Infolge seiner hohen Aktivität ist der auf gereinigter Gur
hochkonzentrierte Co-ThO₂-Kontakt gegen Über Trocknung be-
sonders empfindlich. Wir haben in der BVA die Trocknung bei
90 - 100° in acht Stunden vorgenommen. Der Kontakt behält
dabei etwas mehr Wasser (um 15%) als bei Normalkontakten
üblich ist und hat ein rein violettes Aussehen. Bei Trock-
nung unter 100° wird der Kontakt infolge Bildung von Co₂O₃
grün und neigt in unreduziertem Zustand zu Verbrennen! Eine
direkte Verminderung der Aktivität konnte zwar bei scharfer
Trocknung nicht beobachtet werden, doch leidet die Kornfestig-
keit und der Staubeinfall steigt. Der Schwund beim Trocknen
ist bereits erheblich. Ein Filterkuchen von 10 - 12 mm
Dicke schwindet auf 5 - 6 mm.

3.) Die Reduktion:

Der Kontakt ist bereits bei niederen Temperaturen mit ge-
nügend hohem Reduktionswert reduzierbar. Bei wiederholten
Prüfungen wurden 350° C als günstigste Reduktions-Temperatur
gefunden. Bei 350° C erhält man in 45 Minuten mit 300 Ltr.
H₂/h / 4 g Co/ h einen Reduktionswert von ca. 70%. Der
Schwund beträgt bei einem Kontakt mit rund 300 - 350 g/Ltr.
Schüttgewicht rund 40%. Mit fallendem Schüttgewicht steigt
der Schwund und der Staubgehalt im reduzierten Korn.

Eine Steigerung der Reduktionstemperatur wirkt sich in un-
geföhr gleicher Richtung aus, ohne dass eine Verminderung
der Aktivität nachgewiesen werden konnte. Bei 400 - 420°
steigt der Reduktionswert unter sonst gleichen Reduktions-
bedingungen auf über 90%.

4.) Herstellung in der NYA.

Als günstigste Arbeitsweise hat sich für die Fällung des Kontakts: 100 Co, 15 ThO₂, 12,5 Gsr, gereinigt, folgendes Verfahren für 1 kg Co erwiesen:

In die zum Sieden erhitzte Lösung von 2,6 kg Soda in 40 Ltr. H₂O wird die ebenfalls siedende Lösung von 1 kg K Katanga Kobalt und 150 g ThO₂ in 20 Ltr. Wasser als Nitrate gelöst, unter Rühren eingegossen. Nach Zugabe der 125 g vorgereinigter Kieselgur (Grube Else) wird noch 30 - 40 Sekunden gerührt, die Fällung auf eine Nut-sche gebracht, nach Absaugen der Mutterlauge zweimal mit Kondenswasser gedeckt und dann solange gewaschen, bis in Vaschwasser unter 0,01 Na₂CO₃/Ltr. nachzuweisen sind.

Nach weitgehendem Trockensaugen wird der Kuchen ohne überflüssige Bewegung in genau auf die Trockenbleche des Trockenschrankes passende Stücke geschnitten und bei 90 - 100° acht Stunden lang getrocknet. Der Wassergehalt liegt dann bei 15 - 20%. Das Schüttgewicht dieses Kontaktes war in unreduziertem Zustand 50%/Ltr.

Bei wiederholten Reduktionsversuchen bei 350° und den oben angegebenen Bedingungen betrug der Reduktionswert im Mittel 70% und der Schwund 40%.

i. V. M. K. H. A.