

*Reichshauptamt
Chemische Abteilung
Oberhausen-Holten*

047

Oberhausen-Holten, den 31. Januar 1936.
RB Abtlg. NVA Schenk/Stg.

~~100015~~ *K. G. Gahr*

Erfahrungen bei der Herstellung eines

Kubels Mg - Kontakt.

(100 Co : 15 MgO : 200 Kgr)

1.) APPARATUR!

Rehaltigung in
einem 130-Liter-
Kippbehälter
aus V2A

Der Kontakt wurde in der Kator.-Werkstatt der NVA mit 2 kg
Chargen hergestellt und die alte Einrichtung benutzt. Die
Soda-Lösung wurde in einem 200-Liter-Füllbehälter aus V2A, die
mit freier Flamme erhitzt. Der Rührer hatte eine biegsame
Welle und der besonders konstruierte Rührkörper sorgte für
eine intensive Durchmischung. Der gefüllte Kontakt wurde
auf Futschen abgesaugt und ausgewaschen. Die Filtertücher
wurden täglich gewaschen. Das Kondensat zum Auswaschen
wurde in einem eisernen Kessel durch direkt einströmenden
Dampf erhitzt und durch ein Schumacher-Druckfilter klar
filtriert. Nach dem Auswaschen wurde der das Filterkuchen
in kleine Stücke zerbrochen und im Schilde-Trockenschrank
in 5 - 6 Stunden bei 130° getrocknet. In Ermangelung eines
Passiersiebes wurde der Kontakt in einer Versuchsmesser-
walzenmaschine von Büttner verkleinert. Es wurde mit einem
Abstand der Messerscheiben zwischen 2 - 4 mm gearbeitet.
Das erhaltene Produkt wurde auf dem Vibrator in 3 Teile
zerlegt.

- 1.) Das Oberkorn über 3 mm wurde von Hand durch ein Pas-
siersieb 3 mm gedrückt.
- 2.) Das Oberkorn zwischen 1 - 3 mm wurde zusammen mit dem
Korn von 1 - 3 mm, das vom Passiersieb erhalten wurde,
in Mischer 20 Minuten getrommelt und wieder die Sieb-
fraktion 1 - 3 mm herausgesiebt.
- 3.) Der Staub von allen Operationen wurde zurückgeführt.

Material und Herstellung der Lösungen!

Verwendet wurde Kobaltpulver Letmathe von der Kator.-Fabrik,
Kieselgur 120 von der Kator.-Fabrik, Soda vom Säurebetrieb,
Salpetersäure vom Säurebetrieb, Kondenswasser vom Kraft-
werk und Magnesiumoxyd von Riedel de Haen Nr. 6677.

~~2: 00046~~

a) Co-Lösung 700 Liter Salpetersäure werden mit 300 Liter Wasser verdünnt und allmählich unter Kühlung ca. 165 kg Kobaltpulver eingetragen. Dann gibt man noch soviel Kobaltpulver zu, daß der p_H -Wert auf ca. 5,5 steigt und läßt über Nacht stehen. Dann wird durch eine V2A-Futsche klar filtriert. Die Lösung soll ca. 180 - 200 g Kobalt pro Liter enthalten. Der Kobaltlösung wurden 1 - 2 % Mangan zugesetzt (hergestellt durch Lösen von Mangannitrat, Merak, Nr. 5939 in Wasser).

b) Magnesiumlösung 200 Liter Salpetersäure werden mit 100 Liter Wasser verdünnt und langsam solange MgO zugegeben, daß die Lösung einen p_H -Wert von ca. 5 hat. Dann wird die Lösung durch eine Futsche klar filtriert.

Arbeitsweise:

1,2 kg Soda wurden mit 30 Liter Kondensatwasser in 200-Liter-Füllbehälter zum Sieden erhitzt. Die Flammen werden abgestellt und die siedende Magnesiumlösung (entsprechend 150 g MgO), die in einem Glaskolben erhitzt wurde, in langsamem Strahl unter Rühren zugegeben. Dann läßt man aus dem Kippbehälter die siedende Kobaltlösung (entsprechend 1 kg Kobalt auf ca. 20 Liter verdünnt) langsam zulaufen, setzt das Rühren noch 30 sec. fort, gibt 2 kg Kieselgur zu, rührt gut durch und läßt auf die Futsche ab. Im Füllbehälter spült man mit Kondensat gut nach.

Auf der Futsche wird die Mutterlauge möglichst schnell abgeaugt und 1/2 Std. mit heißem Kondensat (80 - 90°) gewaschen. Man saugt dabei so stark, daß in dem Kuchen keine Risse entstehen und läßt demnach soviel Wasser zulaufen, daß der Kuchen ca. 1 cm mit Wasser bedeckt ist. 100 ccm Waschwasser sollen am Schluß unter 2,0 ccm N/10 HCl verbrauchen (Indikator Methylorange).

Nach dem Auswaschen wird der Kuchen aus den Futschen genommen und 2 Chargen wieder mit 50 Liter Kondensat im Füllbehälter aufgemischt. Dazu wird soviel Staub gegeben, wie bei der Formgebung laufend anfällt, also bei 50 % Staubanfall werden auf 2 Chargen = 2 kg Co, 8 kg Staub = 2 kg Co zu-

~~100047~~

gegeben und gut durchgerührt. Dann wird wieder auf die Fatsche abgelassen und nach dem Absaugen des Wassers fest angeedrückt. Der dicke Kuchen wird in kleine Stücke zerbrochen und in Trockenschrank getrocknet. Die weitere Formgebung ist bereits eingangs beschrieben.

Die Verarbeitung in der beschriebenen Form war sehr langwierig, da der Staubaufschlag 50 - 60 % betrug. Das erhaltene Korn hatte keine günstige Form. Der Anteil an 1 - 2 mm Korn war sehr groß. Das Korn war trotz des Trommelns nicht rund geschliffen, sondern hatte ungefähr die Form eines Diskus. Es ergibt sich daraus, daß die Messerwalzen für die Formgebung unseres Kators ungeeignet sind.

Das fertige Produkt hatte ungefähr die Zusammensetzung

100 Co : 11,5 MgO : 200 Kgr.

Ein Teil des Magnesiums bleibt trotz des energischen Röhrens als Magnesiumbicarbonat in Lösung und wird ausgewaschen. Daraus ergibt sich eine längere Waschdauer, wenn man auf dieselbe Alkalität herunterwaschen will wie beim Thoriumkontakt. Man kann aber ohne Schädigung der katalytischen Wirksamkeit kürzere Zeit waschen und ungefähr mit denselben Wassermengen auskommen, wie beim Thoriumkontakt. 100 ccm des Waschwassers verbrauchen dann 3 - 4 ccm n/10 HCl.

Von dem fertigen Korn wurden in der Kator.-Fabrik einige Trüge reduziert. Wie auf Grund unserer Untersuchungen über die Reduzierbarkeit zu erwarten, ist der Reduktionswert 10 - 20 % niedriger, wenn unter denselben Bedingungen reduziert wird. Außerdem konnte gleichzeitig nur mit einem Trug in der Kator.-Fabrik reduziert werden (sonst 2), weil der Gasvolumenstand des Kornes größer ist.

Hergestellt wurden 4316 kg Korn
mit 24 % Co
" 11,5 % MgO/Co
" 200 % Kgr/Co

und zur Kator.-Fabrik geschickt.

Durchschrift

Rae *Heint*