

*Agnes Schilling-Greller  
Oberhausen-Holten*

349

Oberhausen-Holten, den 9. August 1939.  
RB:Abt. DVA Roa/Op.

~~001~~

~~00412~~

Herrn Dr. Gehrke.

Befolgend übersenden wir Ihnen die Angaben über  
die Herstellung von kobaltreichem Katalysator.

R

Dkr.: Ma,  
Hg.

Herstellung von Kontakt mit hoher Co-Dichte, ge-  
füllt auf gereinigter Kieselgur 100 Co, 15 ThO<sub>2</sub>,  
12,5 Kgr.

1.) Fällung und Filtration.

Veniger die Fällung selbst als die Behandlung und Weiterverarbeitung des feuchten Filterkuchens von Katormasse, die auf gereinigter Gur mit hoher Co-Dichte gefüllt ist, erfordert gewisse Vorsichtsmaßnahmen..

In mehreren untereinander übereinstimmenden Versuchen wurde festgestellt, dass bei einem Kontakt: 100 Co, 15 ThO<sub>2</sub> auf 12,5 gereinigte Gur gefüllt, eine Veränderung 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 Schädigung so stark, dass nach ca. 35 Stunden die Kontraktion auf < 10% bei druckloser Prüfung mit Synthesogas und 185° C absank.

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

Sine unmittelbar nach dem Öffnen der Presse nach dem Waschen und Trockenablassen entnommene Probe zeigte nach dem Trocknen im 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 breite Filterkuchen auf Filternutschen weiter trockenge-saugt werden. Das Ausstreichen auf die Nutschen genügte, um die Aktivität des später reduzierten Kontaktes völlig zu vernichten.

Für die BVA hat sich dann die Filtration und das Waschen

auf der Nutsche ohne Benutzung der Filterpresse als gangbar erwiesen. Da durch Ausstreichen des Filterkuchens auf Trockbleche der Kontakt ebenfalls unbrauchbar wird, musste die Trocknung mit unverändert von der Nutsche abgehobenen Stücken 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 vorbehandelter 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 60% in den flüssigen Produkten zeigte, wurde das Schüttgewicht in unreduziertem Zustand 387 g/Ltr. und die Co-Dichte in reduziertem Zustand mit 380 - 390 g/Ltr. ermittelt. Eine früher <sup>untersuchter</sup> ~~vorgewommene Prüfung mit einem~~ Kontakt mit niedrigerem Schüttgewicht liess den Paraffinanteil auf 42 - 45% sinken.

Eine Probe des wie oben angegeben unsachgemäss 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 aufgezählten Vorsichtsmassregeln Beachtung finden. Infolge des geringen Kieselgurgehaltes bleibt der Kontakt allerdings in feuchtem Zustande weniger forabeständig. Er neigt vielmehr dazu, breiig zu bleiben. Diesem Umstand 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 unweckmässig ist. Auf der Nutsche dauert dann das Absaugen der Mutterlauge zu lange (mangels Auflockerung durch Kgr.), das Waschen wird leicht ungleichmässig und seitraubend. Ausserdem verleiten 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 schon genügend getrocknet ist.

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

## 2.) Die Trocknung.

Infolge seiner hohen Aktivität ist der auf gereinigter Gur hochkonzentrierte Co-ThO<sub>2</sub>-Kontakt gegen Übertrocknung besonders 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 Trocknung unter 10° wird der Kontakt infolge Bildung von CO<sub>2</sub> grau und neigt in unreduziertem Zustand zu Verbrennen! Eine direkte Verminderung der Aktivität konnte zwar bei scharfer Trocknung nicht beobachtet werden, doch leidet die Kornfestigkeit 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 genügend 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. H<sub>2</sub>/4 g Co/ h einen Reduktionswert von ca. 70%. Der Schwund beträgt bei einem Kontakt mit rund 580 - 590 g/Ltr. Schüttgewicht rund 40%. Mit fallendem Schüttgewicht steigt der Schwund und der Staubgehalt im reduzierten Korn.

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

#### 4.) Herstellung in der NYA.

Als günstigste Arbeitsweise hat sich für die Fällung des Kontakts: 100 Co, 15 ThO<sub>2</sub>, 12,5 Gur, gereinigt, folgendes Verfahren für 1 kg Co erwiesen:

In die vom Sieden erhitzte Lösung von 2,6 kg Soda in 40 Ltr. H<sub>2</sub>O wird die ebenfalls siedende Lösung von 1 kg K Katanga Kobalt und 150 g ThO<sub>2</sub> 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 Nutsche gebracht, nach Absaugen der Mutterlauge zweifach mit Kondenswasser gedeckt und dann solange gewaschen, bis im Waschwasser unter 0,01 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/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 585g/Ltr.

Bei wiederholten Reduktionsversuchen bei 350° und den oben angegebenen Bedingungen betrug der Reduktionswert im Mittel 70% und der Schwund 10%.

*H. Nuhn*