

Oberhausen-Holten, den 3. Juni 1938.

RB Abtlg. BVA Roe/Stg.

100888

1.) Büchner,

2.) Heckel,

3.) Landgraf,

Kator-Chemie

je besonders.

Nachbehandlung von Fertigkorn.

1.

Büchner berichtete heute über seine Versuche zur Feststellung der Wertigkeit des Kobalts im Katalysator. Er hatte folgendes beobachtet:

In Gegenwart von Thorium lieferte Oxydation des Fertigkornes immer dreiwertiges Kobalt, maximal bis zu mehr als 60 %.

In Gegenwart von Magnesium dagegen wurde dreiwertiges Kobalt nur mittels Luftbehandlung bei höherer Temperatur erreicht. Wässrige H_2O_2 -Lösung dagegen überführte sowohl unbehandeltes als auch hoch oxydiertes Fertigkorn vollständig in zweiwertiges Kobalt, welches nun nicht mehr mittels Luft oxydiert werden konnte. Dieses Verhalten erklärte Büchner mit der Bildung von sehr beständigen zweiwertigen Co-Mg-Mischkristallen.

Ich wies darauf hin, daß man diese neuen Beobachtungen zur Herstellung besserer Katoren ausnutzen müsse. Hierzu erinnerte Heckel an einen Mg-Kator, welcher sich durch eine ganz ungewöhnliche Dauer und Gleichmäßigkeit seiner Wirksamkeit auszeichnete und welcher als Fertigkorn mit Wasser behandelt worden war. Heckel vermutete, daß diese Wasserbehandlung ebenfalls Mischkristallbildung bewirkt haben könne.

2.

Behandlung des Fertigkornes mit Wasser oder verdünnten Säuren ist in unserem Labor vor einiger Zeit wiederholt ausgeführt worden (Heckel, Sohenk). Dabei ging man von der Vorstellung aus, durch Beseitigung einer verklebten Oberfläche

oder durch allgemeine Auflockerung das Innere des Korns zugänglicher zu machen. Vereinzelt gelang es auf diese Weise, unwirksame, geformte Mg-Katoren wirksam zu machen. Von dem vorhin genannten, besonders aktiven Mg-Kator abgesehen wurde jedoch keine Verbesserung über die normale Wirksamkeit hinaus erzielt, desgleichen wurde keine mit regelmäßiger Sicherheit allgemein reproduzierbare Wirkung beobachtet.

Zur Erfolglosigkeit der damaligen Versuche trug die Schwierigkeit bei, daß man, außer der Aktivitätsprüfung, kein Mittel hatte, um die Wirkung der Behandlung zu erkennen oder gar zu messen. Hier könnte nun die Oxydierbarkeit als analytisches Hilfsmittel benutzt werden.

Wir könnten zunächst einmal als richtig unterstellen, daß durch geeignete Behandlung in Mg-haltigen Fertigtorn Mischkristallbildung bewirkt werden kann, sowie daß diese Mischkristallbildung die Oxydierbarkeit des Kobalts aufhebt und eine Verbesserung der katalytischen Eigenschaften zur Folge hat. Für die experimentelle Prüfung dieser Vorstellungen schlage ich folgendes vor:

- a) Es wird untersucht, welche Maßnahmen unerlässlich, bzw. besonders wirksam sind, um die Oxydierbarkeit des Kobalts im Fertigtorn aufzuheben (Wasser bei gewöhnlicher und höherer Temperatur, Wasserdampf, Wasserstoffperoxyd, wässrige Lösungen von Säuren, Alkalien, Salzen, reduzierenden oder oxydierenden Mitteln, Behandlung mit nichtwässrigen Flüssigkeiten, längeres Erhitzen auf bestimmte Temperaturen, z.B. 150°, in bestimmten Gasen, wie N₂ usw.; Literatur-Durchsicht über Mischkristallbildung).
- b) Es wird untersucht, ob diejenigen Maßnahmen, welche die Oxydierbarkeit besonders wirksam und schnell aufheben, auch die katalytischen Eigenschaften günstig beeinflussen.

- c) Es wird untersucht, ob die geschilderte Behandlung der Katornasse auch bereits in einem früheren Abschnitt der Herstellung ausgeführt werden kann, z.B. mit den ausgewaschenen Filterkuchen (z.B. Kochen seiner Aufschlämmung in Wasser oder wässrigen Lösungen).
- d) Es wird untersucht, welche anderen Erkennungsmöglichkeiten es für die Mischkristallbildung gibt, bzw. welche Eigenschaftsänderungen sich noch für die analytische Überwachung ausnutzen lassen (Reduzierbarkeit, Oxydierbarkeit des reduzierten Kators mittels siedendem Wasser wie bereits wiederholt ausgeführt, Kohlung mittels CO, Adsorption von Gasen oder Farbstoffen, Löslichkeit in sehr verd. Säuren oder in mit CO₂ gesättigtem Wasser, Beständigkeit des reduzierten Kators gegen höhere Temperaturen, usw.).
- e) Es wird untersucht, welchen Einfluß in diesem Zusammenhange das Mengenverhältnis Co : Mg hat. Ist das günstigste Mengenverhältnis bei Mischkristallbildung infolge Nachbehandlung ein anderes als sonst ?

Rue