

1010000

7123

~~227~~

Paraffin-Synthese mit Eisenkontakt.

Kontakt:

Für die Gewinnung von Paraffin hat sich ein bester Kontakt bei Kontakt mit der Zusammensetzung 100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 150 Kgr. 10 Erhöhung des Kieselgurgehaltes bei sonst gleicher Zusammensetzung von 100 auf 150 Teile bedeutet eine dreifache Verbesserung des Kontaktes:

1. Die Reproduzierbarkeit bei der Herstellung wird erleichtert durch bessere Auswaschung;
2. Die Wärmeverteilung während der Synthese wird verbessert und bewirkt geringere Vergasung und höhere Ausbeute;
3. Die Kosten für den Kontakt erfahren den höheren Anteil, erweist sich entsprechend eine Senkung.

Die Herstellung des Kontaktes erfolgt durch Fällung der heissen Nitratlösungen mit 9,7-facher NH₃ auf vorgelegte, kurze Zeit alkalisiertem Kieselgur. (s. Anlage 1).

Die Auswaschung auf der Filterpresse benötigt etwa 10 Minuten, ist also etwas länger als die Auswaschung des Kontaktes, die etwa 25 Minuten benötigt. Die längere Dauer ist wohl mit auf den strukturellen Unterschied zwischen Hydroxyd- und Peracetylverbindungen zurückzuführen. Eine Erhöhung der Waschdauer über die angegebenen Zeit hinaus bringt keine nennenswerten und nur sehr langsame Verbesserung der Nachwirkung, eine Verkürzung erscheint aus Gründen der Sicherheit unweckmäßig.

Die Reproduzierbarkeit des Kontaktes hängt stark ab von der genauen Einhaltung der günstigen Fällungs- und Waschbedingungen. Abweichungen bedingen sofort Verringerung der Ausbeute, Änderung in der Zusammensetzung der Produkte, Verschlebung der Verhältnisse usw. Bei sorgfältiger Arbeit ist in den letzten Monaten die Reproduktion der Kontakte durchwegs gelungen.

Die Verforzung des Kontaktes geschieht jetzt ausschließlich als Medienkorn von 2 mm Durchmesser.

Die Reduktion des Kontaktes erfolgte im Kleinen bei 300° mit halbstündiger Dauer. Die Reduktion im Grossbetrieb muss sich nach der Her-

1125
101957

	Wassergas		Indanus	
	nach Kreislauf 1+2	nach Gerade-Durchgang	nach Kreislauf 1+2	nach Gerade-Durchgang
CO	38,9	27,1	46,0	23,7
H ₂	48,8	32,6	33,2	31,7
CH ₄	0,5827	1,8	7,2	2,0
H ₂	5,8	11,8		13,6
Verhältnis CO:H ₂	1:1,26	1:1,20		1:1,34

Diese Art der Aufarbeitung des Gases, die durch die Kontaktherstellung zu regeln ist, erübrigt vollständig die Anwendung eines anderen, etwa CO reicheren Gases und gestattet das Arbeiten mit Wassergas selbst dann, wenn bei der Gaserzeugung Schwankungen in dem Verhältnis CO:H₂ eintreten.

Die Lebensdauer des Kontaktes kann nach den bisherigen Erfahrungen der des CO-Kontaktes gleichgesetzt werden, dürfte also etwa 4 Monate betragen. Das Ausfüllen der ausgebrauchten Kontakten konnte nach sofortiger Entparaffinierung (z.B. mit H₂ oder durch Extraktion) ohne Schwierigkeit geschehen. Der Kontakt war nach der Entparaffinierung noch durchaus körnig und fest und fiel glatt, sodass ein Hochreinigen der einzelnen Röhre praktisch nicht erforderlich war. Dieses günstige Verhalten des Eisenkontaktes darf man wohl auf seine Zusammensetzung zurückführen. Infolge der bei der Fällung alkalisierten Kieselgur ist von Anfang an eine ausgezeichnete Festigkeit vorhanden. Ausserdem geht auf Grund der Verdünnung durch Kieselgur die Reaktion bei der Synthese nicht in gleicher Weise in die unerwünschte Richtung der Kohlenstoffabscheidung, wie es bei trägerlosen Kontakten der Fall ist und zu den bekannten Schwierigkeiten führt.

Ausbeute und Produkte:

Mit dem vorgeschriebenen Katalysator konnten bei der Synthese ausgezeichnete Ausbeuten erzielt werden. Es seien z.B. die folgenden Zahlen genannt, die einstufig im Kreislaufbetrieb erhalten wurden:

CO Umsatz 67%
H₂ Umsatz 60%
Verbrauchsverhältnis CO:H₂ = 1:1,28
Vergasung (CH₄) auf ungesättigtes CO 2,5'
Ausbeute flüssige Produkte 123 g
Gasöl 6 g

Kohl., Stoff. 122
M. 457

201059

1127

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

- 5 -

fen ermöglicht wird. Mit diesem Kontakt konnten bei besten Ausbeuten,
129 g je m³ Nutzgas bei 67% CO-Umsatz, 60 - 70 % der flüssigen Produkte
als reinweißes Paraffin erhalten werden.

Herstellung des Mischkonzentrates.

36 kg Eisennitrat entsprechend 6 kg Eisen werden zusammen mit 1,5 kg Kalziumnitrat und 1,0 kg Nupfernitrat in 12 l H_2O gelöst und zum Sieden erhitzt. Gleichzeitig werden in einem Füllbehälter von 500 l Fassungsvermögen 18,5 kg Kaliumhydroxyd in 10 l H_2O gelöst und zum Kochen gebracht. In die kochende Lösung werden 10 l Natriumchlorid gegeben und unter intensivem Rühren 1 Minute kochen lassen. Hierauf wird unter bei dem Behälter die Behälter abgeleitet und die Mischnitratlösung in die Lauge unter ständiger intensiver Rührung zulaufen lassen. Die Dauer des Zulaufens wird auf rund eine Minute bemessen. Die entstandene Fällung wird sofort durch die Rampe zur Filterpresse gefördert. Nach der Fällung werden aus dem Füllbehälter mit heissem Wasser nachgespült.

Auf der Filterpresse wird der Kontakt 30 Minuten lang mit heissem Wasser ausgewaschen, anschließend weitgehend trocken belassen. In der Fedenpresse verformt und im Trockenschrank bei 105° getrocknet.

Materialkosten für Eisenkontakt zur Paraffin-synthese.

Für 1 m³ reduzierte Kontakt der Buschmannssetzung 100 Fe, 5 Cu, 100CaO
150 kg werden die folgenden Materialien benötigt:

130 kg Fe	bei 1000 kg Fe als Borsott 40,-RM	5,20 RM
465 kg HNO ₃	sur Lösung des Eisens = 105 kg N zu 0,60 RM/kg	63,00 "
93 kg HNO ₃	= 21 kg N zu 0,60 RM/kg 20% HNO ₃ Verlust bei der Lösung	12,60 "
6,5 kg Cu	= 8,1 kg CuO 100 kg/90,-RM	7,28 "
12,3 kg HNO ₃	= 2,8 kg N zu 0,60 RM/kg zur Lösung des Kupfers	1,68 "
13 kg CaO	100 kg CaO/20,-RM	2,60 "
29,2 kg H ₂ O	= 6,5 kg N zu 0,60 RM/kg zur Lösung des Kalziumoxyds	3,90 "
195 kg Agr	25,30 RM/100 kg	49,34 "
344 kg KOH (10%ig)	688 kg KOH 50%ig (100 kg KOH 50%ig . 26,10 RM)	179,90 "
		<hr/> 125,50 RM

Es entfallen demnach von den Materialkosten auf die einzelnen Materialien nachstehende prozentuale Anteile:

1. Menge zur Fällung	179,90 RM	55,3 %
2. HNO ₃ zur Lösung	81,18 RM	25,0 "
3. Kieselsgur als Träger	49,34 RM	14,2 "
4. Metalle und Metalloxyd	14,00 RM	4,5 "
	<hr/> 325,50 RM	<hr/> 100,0 "

Wie aus der Zusammenstellung hervorgeht, beansprucht die zur Fällung verwendete KOH den wesentlichen Anteil der Materialkosten. Es dürfte möglich sein, einen Teil dieser Kosten wieder zu ersetzen, wenn es gelingt, die bei der Fällung anfallende Mutterlauge mit einem Gehalt von rund 10% HNO₃ zur Kiesobdigerherstellung zu verwenden. Bei der Fällung von 1 m³ Kontakt-Volumen entstehen rund 625 kg HNO₃, die als Düngesalz einen Wert von etwa 20,-RM darstellen.