

15. November 1940

002178

K

Herrn Professor Martin
Dr. Hagemann

Aufarbeitung von schwachen Kontakten mittels Kalk.

In unserem Bericht vom 22.4.40 machten wir den Vorschlag, ausgebrauchte Kontaktmassen in folgender Weise aufzubereiten: Man versetzt sie mit Wasser, dem etwas kohlensaure Kalk zugesetzt wurde, destilliert die abgetrennte flüssige Schicht von den asphaltartigen Restbestandteilen in Vakuum ab, reinigt, bzw. hellt das schwarze Destillat durch eine Nachbehandlung mit $AlCl_3$ bei 180° auf und wäscht dann noch in der üblichen Weise mit Zinkoxyd und Sodalösung auf.

Auf Veranlassung von Herrn Professor Martin (Schreiben vom 7.5.) wurde nachstehende Versuchsreihe durchgeführt, die die Frage behandelt, ob es möglich ist, durch Verkochen des Kontaktes mit $CaOH_2$ und Behandeln mit $CaCl_2$ auf einfachere Weise unmittelbar, also ohne Destillation und Nachbehandlung, zu einem brauchbaren, Chlor-armen Öl zu gelangen.

Die Versuche sind auf Anlage 1 und 2 zusammengefaßt. Der Gedanke lag nahe, die Zersetzung der noch $AlCl_3$ enthaltenden Kontaktmassen lediglich mit Calciumverbindungen wie Carbonat oder Hydroxyd, ohne Aufschlammung im Wasser, vorzunehmen, um so die Bildung von Emulsionen zu vermeiden. Die Durchführung scheiterte jedoch an der plastischen, dickflüssigen Beschaffenheit der ausgebrauchten Kontaktmassen. Es musste als Wasser vorgelegt werden. In Einzelheiten beobachteten wir:

Anlage 1. Verwendung von Kalkverbindungen allein.

In 1 Liter Wasser, versetzt mit Kalkverbindungen, wurden allmählich 600 g Kontaktöl eingetragen und genügend lange bei 95° erhitzt. Hierbei zeigte sich das Carbonat dem Hydrat überlegen, da es sich viel besser von der öligen Schicht abtrennte und die Emulsionsbildung geringer erschien. Wir haben deswegen von dem gesamten 7 Versuchsversuchen nur 1 mit $\text{Ca}(\text{OH})_2$ durchgeführt. Die ölige, obere Schicht wurde nunmehr in Scheidetrichter abgetrennt und bei verschiedenen Temperaturen (100 bis 180°) mittels Kalkverbindungen entchlort. Auch hier erwies sich das Hydrat als wenig geeignet, da bei dem Aufkochen ein heftiges Schäumen einsetzte, sodass auch nach 2 Std. die Temperatur nicht über 101° hinaus gesteigert werden konnte. (Vers. 1). Die störende Schaumbildung trat bei Verwendung von CaO nicht auf. Dagegen war in allen Fällen eine Abtrennung des Öls von dem festen Bestandteil, durch Filtration in ausreichender Zeit, nicht möglich. Ob das Hydrat oder CaO verwendet waren, ob die abgetrennte ölschicht mit Schwefelsäure gemischt und alsdann getrocknet wurde, ob man Benzol als Verdünnungsmittel setzte, immer dauerte die Filtration der aus 600 g Kontaktöl anfallenden kleinen Mengen lang. Der Entchlorationseffekt der ersten vier Versuche war unzulänglich: Nach den Zahlen der Anl. 1 enthielten die Alle noch über 1400 mg Cl_2/kg . -

Anlage 2. Zusatz von Sulfid zum CaO .

Um den Entchlorationseffekt zu verbessern, wurde ebenfalls dem CaO noch Granocil beigelegt und außerdem die Temperatur auf 240° gesteigert. Trotzdem machte die Filtration wiederum sehr erhebliche Schwierigkeiten, offenbar sind diese durch die physikalischen Eigenschaften des sauren Öls begründet, denn bei der üblichen Entchloration mittels Zinkoxyd + Essig (Vers. 7) treten sie ebenfalls auf

1006732
002180

Was den Chlorgehalt betrifft, so bleibt auch nach dem Zusatz von Granosil der Entchlörungseffekt unbefriedigend. Der Chlorgehalt sinkt bei:

Nr.5 = 2 % CaO + 10 % Granosil 4 Std. 240° auf 725 mg Cl₂/kg
Nr.6 = 5 % " + 10 % " 8 " 240° = 1089 "

Die Chlorgehalte liegen also noch viel zu hoch. Aber auch nach der Behandlung dieses eigenartigen Öles mit Zonsil + ZnO verbleibt noch ein Cl₂-Gehalt von 220 mg/kg, das ist fast das 10-fache normaler Öle.

Eine Entchlörung des aus Kontaktöl nach Zersetzung abstramten Öles mittels Ca(OH)₂, CaO oder CaO + Granosil lässt sich nicht durchführen.

 Clar

Anlagen.

Zersetzung von Kontaktöl und Entchlorkung des Öles

- a) Zersetzung: In 1 Ltr. Wasser, versetzt mit Kalksalzen, werden allmählich 600 g Kontaktöl eingetragen. Man rührt 2 1/2 Std. bei 95°C.
- b) Abtrennen des Öles: Die obere, ölige Schicht wird im Scheidetrichter abgetrennt und gegebenenfalls gereinigt.
- c) Entchlorken des Öles mit Kalksalzen in der Hitze, dann filtrieren, soweit möglich.
- d) Untersuchung des entchlorkten Öles.

	1	2	3	4
a) Zersetzung				
Ca CO ₃	5 %	8 %	8 %	8 %
Ca(OH) ₂	3 %	-	-	-
(Ktöl = 100)				
Destillat	2,8 %	2,3 %	3,8 %	3,5 %
b) Abtrennen des Öles:				
reinigen	-	mit verd. H ₂ SO ₄ waschen, mit CaCl ₂ trocknen	mit verd. H ₂ SO ₄ waschen, mit CaCl ₂ trocknen	-
	-			-
c) Entchlorken des Öles:				
Anteil Öl im Ktöl	Emulsion	68 %	62 %	66 %
entchlort mit	5 % Ca(OH) ₂	5 % CaCO ₃	6 % CaO	3 % CaO
(Öl = 100)				
erhitzen	in 2 Std. auf 101°, höher nicht mögl.	in 40 Min. auf 100°	in 1 Std. aufheizen, 3 Std. 180°	in 1 Std. aufheizen, 3 Std. 180°
Schäumen	sehr stark	sehr wenig	nicht	nicht
Die Filtration war meistens nicht durchführbar, stets mehr schlecht, selbst nach Verdünnung mit Benzol.				
D) Untersuchung des entchlorkten Öles.				
mg Cl ₂ /kg	1422	1550	1579	1630

Durchschrift

Zersetzung von Kontaktöl und Entchlören der Ölschicht.

- a) Zersetzung: In 1 Ltr. Wasser, versetzt mit Kalksalzen, werden allmählich 600 g Kontaktöl eingetragen. Man rührt 2 1/2 Std. bei 95°C.
- b) Abtrennen des Öles: Die obere, ölige Schicht wird im Scheidetrichter abgetrennt und gegebenenfalls gereinigt.
- c) Entchlören des Öles mit Kalksalzen in der Hitze, dann filtrieren, soweit möglich.
- d) Untersuchung des entchlörten Öles.

	5	6	7
<u>a) Zersetzung</u>			
CaCO ₃	8 %	8 %	5 %
Ca(OH) ₂	-	-	3 %
(Ktöl = 100)			
Destillat	3,2 %	3,3 %	1,1 %
<u>b) Abtrennen des Öles</u>			
reinigen	mit verd. H ₂ SO ₄ waschen, mit CaCl ₂ trocknen	-	-
<u>c) Entchlören des Öles</u>			
Anteil im Ktöl	65 %	66 %	-
entchlört mit	10 % Granosil + 2 % CaO	10 % Granosil + 5 % CaO	5 % Tonsil + 3 % ZnO
(Öl = 100)			
erhitzen	in 1 1/2 Std. auf- heizen, 4 Std. 240°	in 1 1/2 Std. auf- heizen, 8 Std. 240°	in 6 Std. aufheizen 3 Std. 180°
Schäumen	wenig	wenig	sehr stark
Die Filtration war ausserordentlich erschwert, auch bei Nr. 7 sehr behindert.			
<u>d) Untersuchung des entchlörten Öles.</u>			
mg Cl ₂ /kg	725	1089	220

Durchschrift