

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

1.) Fällung und Filtration.

Weniger die Fällung selbst als die Behandlung und Weiterverarbeitung des feuchten Filterkuchens von Katormasse, die auf gereinigter Gur mit hoher Co-Dichte gefällt 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 gefällt, eine Verminderung 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 Synthesegas 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:

Eine unmittelbar nach dem Öffnen der Presse nach dem Waschen und Trockenblasen 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 breiige Filterkuchen auf Filternutschen weiter trockengesaugt 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 Trockerbleche 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 zeigt von rund 60% in den flüssigen Produkten zeigte, wurde das Schüttgewicht in unreduziertem Zustand 587 g/Ltr. und die Co-Dichte in reduziertem Zustand mit 380 - 390 g/Ltr. ermittelt. Eine früher <sup>untersuchter</sup> ~~vorgenommene~~ 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 aufgezeigten Vorsichtsmassregeln Beachtung finden. Infolge des geringen Kieselgurgehaltes bleibt der Kontakt allerdings in feuchtem Zustande weniger formbeständig. 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 unzweckmässig ist. Auf der Nutsche dauert dann das Absaugen der Mutterlauge zu lange (mangels Auflockerung durch Kgr.), das Waschen wird leicht ungleichmässig und zeitraubend. Ausserdem verleiten die <sup>dickeren</sup> Schichten leicht zu einem Zusammenpressen auf übliche Form. Beim Trocknen erfolgt die Trocknung ungleichmässig, die äussere Schicht

kann schon „angesengt“ 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 Nutschen 2 kg-Chargen zu verarbeiten.

## 2.) Die Trocknung.

Infolge seiner hohen Aktivität ist der auf gereinigter Gär 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 O<sub>2</sub>O<sub>3</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 Staubanfall 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. N<sub>2</sub>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 BVA.

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:

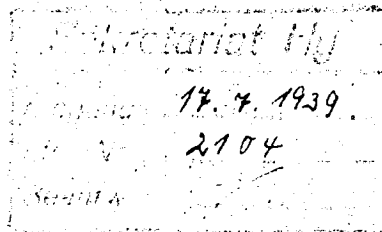
In die zum Sieden erhitzte Lösung von 2,6 kg Soda in 40 Ltr. H<sub>2</sub>O wird die ebenfalls siedende Lösung von 1 kg Katanga Kobalt und 150 g ThO<sub>2</sub> in 20 Ltr. Wasser als Nitrate gelöst, unter Rühren eingegossen. Nach Zugabe der 125 g vorgereinigter Kieselgur (Grube Else) wird noch 30 - 40 Sekunden gerührt, die Fällung auf eine Nutsche gebracht, nach Absaugen der Mutterlauge zweimal 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 40%.

1872  
Oberh.-Holtz, den 12. Juli 1939.

RE. 01. VA Roe/ dm.-



Herrn Dr. ...

Betr.: kobaltreichen Katalysator.

Unsere Arbeiten über kobaltreiche Katalysatoren sind soweit fortgeschritten, dass wir nunmehr erstmals eine grössere Menge für die Verwendung in der Druckversuchsanlage zur Verfügung stellen können. Es handelt sich um einen kobalt-thorium-Katalysator mit der Kobaltdichte 387 auf gereinigter Basegur.

Eine Durchschnittsprobe des Grünkorns zeigte folgende Zusammensetzung:

<u>Gew.</u>	<u>Anteile</u>
41,30	100 %
6,02	14,6 ThO <sub>2</sub>
5,65	8,9 gr

Das Schüttgewicht des Grünkorns beträgt 585 g/Ltr. Von dieser Masse lagern 500 kg = 850 Liter zur Verfügung der Druckversuchsanlage im nichtreduzierten Zustande.

Bei der Reduktion dieses Katalysators ist zu beachten, dass kobaltreiche Katalysatoren bedeutend leichter reduzierbar sind als unsere normaler Katalysator. Dementsprechend wäre in der Katorfabrik zu verfahren.

Ferner ist bei so kobaltreichen Massen auch der Aufwand, welcher bei der Reduktion eintritt, erheblich grösser als bei normal Korn. Er wurde bei dieser Masse mit 40 bis 50 % bestimmt.

Vor.: ...

... g,

...

... r.