

C12  
24440 - 30/5.01 - 54

Beispiele für Anmeldung Luxmasse.

1.) Mahlung mit Alkalizusatz:

200 g getrocknete Luxmasse wurden mit 500 cm<sup>3</sup> Lauge angerührt und 2 Std. lang in einer Kugelmühle gemahlen. Als Alkalizusatz wurden verwendet: NaOH, KOH, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

2.) Zusammensetzung der Luxmasse:

	I.	II.
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	30.50%	30.40%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.9%	5.9%
TiO <sub>2</sub>	4.1%	4.1%
SiO <sub>2</sub>	1.12%	0.85%
CaO	1.3%	1.1%
MgO	Spuren	0.17%
SO <sub>3</sub>	0.12%	0.08%
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	1.9%	1.8%
NaOH	1.04%	0.84%
H <sub>2</sub> O	49.2%	50.2%
Glühverlust	4.2%	4.0%
Mn	0.3%	Spuren

3.) Kontaktherstellung.

100 kg feuchter feingemahlener Luxmasse entsprechend einem Eisengehalt von rund 15 kg Fe, wurden mit Wasser auf ein Volumen von ca. 100 l verdünnt. Den Suspensionen wurden 6 l 50%igen HNO<sub>3</sub> zugeführt, bis zur schwachsauren Reaktion der Masse, pH<sup>5-6</sup>. Weiter wurden 2.7 kg Kupfernitrat mitgegeben und die schwach saure Suspension bis zum beginnenden Sieden erhitzt.

Gleichzeitig wurden in 150 l H<sub>2</sub>O 20 kg KOH aufgelöst und zum Kochen gebracht. In die kochende Lauge wurden zunächst 1.5 kg

Kieselgur gegeben und unter lebhaftem Rühren 1 Minute kochen lassen. Anschließend wurde die siedend heiße Aufschlämmung der Luxmasse der kochenden Lauge zugegossen (Dauer etwa 50 Sek.), kurz geführt (etwa 20 Sekunden) und der gesamte Inhalt auf die Filterpresse gegeben und abfiltriert.

Auf der Filterpresse wurde 15 Min. lang mit Wasser von 90° kräftig ausgewaschen. Der gewaschene Kontakt wurde verformt und bei 105° getrocknet.

Die Reduktion erfolgte mit einem Gemisch von Wasserstoff und Stickstoff bei 300° während einer Dauer von 45 Min.

Der reduzierte Kontakt wurde bei 240° in Betrieb genommen. Er wurde mit Wassergas normaler Zusammensetzung bei einem Druck von 15 atü mit Kreislauf gefahren. Der Kreislauf enthält ein Teil Frischgas und zwei Teile rückgeführtes Restgas. Die Ausbeute betrug 125 g/m<sup>3</sup> Nutzgas. Die Produkte setzten sich wie folgt zusammen:

Benzin bis 200°	27.7%
Öl 200 - 320°	22.5%
Weichparaffin 320-460°	24.3%
Hartparaffin über 460°	25.5%

Die Bestimmung der Olefine ergab die folgenden Werte:

Fraktion bis 200°	58.9 Vol.%	} Schwefelphosphorsäure lösliche Bestandteile
" 200 - 320°	47.4 "	
" 320 - 460°	15.7 Jodzahl	
" über 460°	2.5 "	

Das erhaltene Paraffin war rein weiß.

#### 4.) Kontaktmischfällung.

In einem geräumigen Füllbehälter mit Rührwerk wurden 20 kg KOH in 150 l H<sub>2</sub>O gelöst, 36 kg Eisennitrat, 1.5 kg Kalziumnitrat und 1 kg Kupferniträt. In einem anderen Behälter in 120 l H<sub>2</sub>O gelöst. In einem dritten Behälter wurden 25 kg fein gemahlener Luxmasse mit Wasser auf rund 50 l Volumen aufgeschlämmt. Die Menge der angewendeten Luxmasse entsprach 5 kg Fe.

Die Flüssigkeiten in allen 3 Behältern wurden bis zum Sieden erhitzt. Darauf wurde die Aufschlammung der Luxmasse in die kochende Lauge eingerührt und nach Beendigung des Zulaufens eine weitere Min gerührt. Hierauf wurde innerhalb einer Min. unter intensivem Rühren die Eisen-Nickel-Lösung mit ihren Zusätzen zugegeben. Der entstandene Kontaktbrei wurde auf der Filterpresse abfiltriert und mindestens 15 Min. kräftig mit heißem Wasser ausgewaschen.

Der Kontakt wurde verformt und bei 105° getrocknet. Der Kontakt wurde drucklos mit Wassergas bei einer Beaufschlagung von 100 Volumenteilen Gas auf ein Teil Kontaktvolumen bei 230° mit allmählicher Temperatursteigerung innerhalb 72 Std. auf 245° in Betrieb genommen. Nach Erreichen einer Kontraktion von 25% wurde der Druck auf 20 atü erhöht und im geraden Durchgang weiter gefahren.

Die erhaltenen flüssigen Produkte hatten die ~~folgende~~ nachstehende Zusammensetzung:

Benzin bis 200°	59.0%
Öl 200 - 320°	21.0%
Weichparaffin 320 - 460°	13.2%
Hartparaffin über 460°	6.8%

Die Bestimmung der Olefine mit Schwefelsäure - ~~reaktion~~ - ergab:

Benzin bis 200°	75.0 Vol.%
Öl 200 bis 320°	69.5% "

*Kuhn*