

Verfahren zur Herstellung reiner für die Kontaktzu-
bereitung geeigneter Magnesia

Zur Herstellung magnesiahaltiger Kohlenoxyd-Hydrierkontak-
te und ähnlicher Katalysatoren ist ein Ausgangsmaterial erfor-
derlich, das möglichst frei von Verunreinigungen, insbesondere
von Calciumverbindungen ist. Die zur Verwendung kommende han-
delsübliche Magnesia enthält in den meisten Fällen wesentliche
Mengen Ätzkalk und/oder Gips, was für die Wirksamkeit der her-
gestellten Kontakte sehr nachteilig ist.

Man kann die vorhandenen Kalkverbindungen in an sich be-
kannter Weise, z.B. durch Waschung mit destilliertem Wasser,
entfernen. Hierzu benötigt man jedoch erhebliche Mengen von
destilliertem oder praktisch völlig kalkfreiem Wasser.

Die Abtrennung der Kalkverbindungen gelingt trotzdem
nur unvollständig. So konnte man beispielsweise bei Waschung
mit der zwanzigfachen Wassermenge aus einer Magnesia nur 70 %
der vorhandenen Kalkbestandteile entfernen. Die Verwendung
derart grosser Mengen von destilliertem Wasser verbietet sich
aus wirtschaftlichen Gründen. Mit kalkhaltigem Grund- oder
Leitungswasser ist aber eine nur sehr geringe und völlig un-
zureichende Entfernung der Kalkverbindungen möglich.

Es wurde gefunden, dass man handelsübliche Magnesia aus-
serordentlich weitgehend von unerwünschten Kalkbestandteilen
befreien kann, wenn man sie mit den Mutterlaugen behandelt,
die bei der Kontakt Herstellung, d.h. bei der Ausfällung der
Kontaktmetall-Salzlösungen, z.B. mit Soda entstehen. Mit der
15-fachen Mutterlaugenmenge liess sich eine kalkhaltige Magne-
sia beispielsweise zu 98 % vom Kalk und zu 82 % von der gleich-
zeitig vorhandenen Schwefelsäure befreien.

Ein weiterer Vorteil dieser Magnesia-Vorbehandlung mit
Hilfe von Mutterlaugen der Kontakt-Herstellung besteht darin,
dass gleichzeitig auch die in den Mutterlaugen vorhandenen Bi-
carbonate, insbesondere das Magnesiumbicarbonat entfernt und
mit der gereinigten Magnesia dem Kontakt-Herstellungsbetrieb
wieder zugeführt werden. Die Mutterlauge der Kontakt Herstellung

pflegt auf Natronsalpeter verarbeitet zu werden. Hierzu ist eine entsprechende Eindampfung erforderlich, bei der etwa vorhandene Bicarbonate stören, weil sie auf die eisernen Apparateteile korrodierend einwirken. Mutterlaugen, welche zur erfindungsgemässen Vorreinigung der eingesetzten Rohmagnesia verwendet wurden, zeigen diesen Nachteil nicht.

In der verwendeten Mutterlauge sind meist auch geringe Mengen von Kobalt enthalten, die ebenfalls als Bicarbonate vorliegen. Auch dieses Kobalt wird bei der Magnesiavorbehandlung niedergeschlagen. Mag es sich hierbei auch nur um geringe Kobaltmengen von nur etwa 10 mg pro Ltr. handeln, so gewinnt man bei der Aufarbeitung von 100 cbm Mutterlauge auf diese Weise bereits 1 kg Kobaltmetall.

Das neue Magnesia-Reinigungsverfahren hat folgende Vorteile:

1.) Man kann zur Kontakt-Herstellung, wo es auf möglichst weitgehende Abwesenheit von Kalkverbindungen ankommt, eine gebrannte Magnesia handelsüblicher Beschaffenheit verwenden (Dolomit-Magnesia).

2.) Von der im Kontaktbetrieb eingesetzten Magnesia, die bisher als Bicarbonat mit den Mutterlaugen verloren ging, lassen sich ungefähr 12 % zurückgewinnen.

3.) Der Kobaltgehalt der Mutterlaugen, der sich auf etwa 0,05 bis 0,5% des eingesetzten Kobalts beläuft, kann ebenfalls nutzbar gemacht werden.

Weitere Einzelheiten sind aus dem nachfolgenden Ausführungsbeispiel ersichtlich.

Ausführungsbeispiel

Von einer gebrannten Magnesia technischer Reinheit, die 3,36 % CaO und 0,16 % SO₄ als Verunreinigung enthielt, wurden 300 kg in einem Rührwerkskessel mit 500 l Mutterlauge zusammengebracht, die von der Fällung eines Kobalt-Magnesia-Thorium-Kieselgur-Kohlenoxydhydrierungskontaktes zurückgeblieben war. Diese Mutterlauge enthielt pro Liter Lösung 93,70 g NaNO₃;

5,05 g NaHCO_3 ; 0,63 g Na_2CO_3 ; 0,87 g $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$ und 0,01 - 0,1 g Co. Die Magnesia wurde 30 Minuten lang bei Zimmertemperatur mit dieser Laugenmenge verrührt. Auf einer Nutsche wurde sodann die Lösung abgetrennt und darauf noch mit weiteren 4000 Ltr. Mutterlauge nachgewaschen.

Die behandelte Magnesia enthielt nur noch 0,056 % CaO und 0,028 % SO_4 . Der Kalkgehalt war also zu 98 %, die Schwefelsäure zu 82 % entfernt worden.

Die zur Behandlung verwendete Mutterlauge enthielt pro Liter Lösung 0,24 g MgO. Die von der Nutsche ablaufende Mutterlauge war praktisch magnesiafrei, da in ihr mit Dinatriumphosphat in Gegenwart von Ammonsalzen und Ammoniak keine Magnesiafällung mehr eintrat. Ebenso war in der ablaufenden Mutterlauge der qualitative Kobalt-Nachweis negativ.

Patentansprüche

1.) Verfahren zur Herstellung reiner für die Kontaktzubereitung geeigneter Magnesia aus kalkhaltiger Magnesia, dadurch gekennzeichnet, dass die kalkhaltige Magnesia mit Mutterlauge vorbehandelt wird, die bei der Kontaktherstellung entstehen.

2.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Behandlung mit der Mutterlauge solange fortgesetzt wird, bis die in der Mutterlauge als Magnesiumbicarbonat vorhandenen Magnesia-Mengen entfernt sind.

3.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Behandlung mit der Mutterlauge solange fortgesetzt wird, bis die in ihr vorhandenen Kobaltverbindungen entfernt sind.