

(E77)

3439 - 30/5 01 - 31

RESEARCH SUGGESTIONS

KIESELGUHR

*Reibungen in Schmelzschmelze
Oberhausen-Kolten*

87
Oberhausen-Kolten, den 7. Mai 1937.
AD Abtlg. DVA 100/stg.

Herrn Dr. H e c k e l .

Petr.: Regenerierte Kieselgur.

Wir müßten eine nähere Kenntnis der besonderen Beschaffenheit der regenerierten Kieselgur bzw. der Unterschiede zwischen der frischen und der regenerierten Kieselgur gewinnen.

Zu diesem Zweck müßten wir vor allem einmal den mikroskopischen Befund der Schild-Kieselgur gegenüber der frischen Kieselgur 120 aufnehmen, sowie desgleichen von im Labor regenerierten Kieselgur-Proben. Es ist denkbar, daß ein Vergleich nur zwischen gleichen Korngrößen möglich ist. In diesem Falle müßten die zu untersuchenden Proben vorher einer leicht auszuführenden Schlämmanalyse unterworfen werden. Herr Jacob hat früher derartige Zerlegungen durch Schlämmen ausgeführt. Falls charakteristische Bilder erhalten werden, müßte man versuchen, typische Formen durch Nagelorn zeichnen zu lassen.

Außerdem könnten wir durch Feststellung des Adsorptionsvermögens sowie der Aufsaugfähigkeit versuchen, Aufschluß über die Oberflächenbeschaffenheit bzw. Oberflächenentwicklung bei der regenerierten Gu^r zu erhalten. Die hierfür anzuwendenden Methoden sind in dem bekannten Buch von R e c y l beschrieben.

Sollten wir auf diesem Wege zu einer Kennzeichnung der bei 100° geglühten Kieselgur kommen, so wäre es denkbar, daß wir dann später auch angeben könnten, in welcher Weise sich die bei 400° geglühte Kieselgur anders verhält.

Vergleichsweise müßten wir auch frische Kieselgur 120 einmal mit Säure behandeln und dann bei 900 bis 1000° in bekannter Weise glühen. Es wäre dann festzustellen, ob auch durch diese Behandlung die frische Gur bereits die hervorragenden Eigenschaften der regenerierten Kieselgur annimmt, und zwar sowohl bei der katalytischen Prüfung, als auch bei der mikroskopischen und analytischen Untersuchung.

*Prüfungen in Altmetallehre
Lehrstuhl für*

— 2 —

179

Herr Dr. Klein hat sich vor einigen Tagen darauf aufmerksam gemacht, daß er befürchte, daß die angelieferte Kieselgur 120 nicht mehr von gleichmäßiger Beschaffenheit sei, sondern zuweilen auch schlechtere Partien enthalte. Näheres darüber ist ihm natürlich nicht möglich zu sagen. Bevor wir dies durch seriensmäßige Untersuchung in einzelnen feststellen, möchte ich zunächst bitten, einmal Stichproben aus verschiedenen Sendungen, welche der Betrieb jetzt verarbeitet, sich näher anzusehen.

Hdr.: Hr. Dr. Eahr,
" " Schenk,
" Jacob.

*Recheningen. Aktiengesellschaft
Oberhausen-Kattin*

Oberhausen-Kattin, den 25. Aug. 1937.
RB Abtlg. EVA Rog/Stg.

Herrn Dr. F o c k e l .

Betr.: Kieselgur-Regeneration.

Bekanntlich will die Kator.-Fabrik zum Zwecke der Entparaffinierung den ausgebrauchten Kator vorher brikettieren. Hierbei tritt unzweifelhaft eine Verdichtung der Kieselgur ein.

Da wir nun bereits bei der nicht gepressten Kieselgur eine Verdichtung durch Regeneration festgestellt haben, so wird es von Interesse sein, das Verhalten der Kieselgur aus brikettierter Masse festzustellen, wenn man sie auf normale Weise regeneriert. Insbesondere ist das Gewichtsverhältnis Kobalt-Kieselgur zu ermitteln, welches zu einer normalen Kobaltdichte von 70 bzw. 100 führt.

Geeignete Proben sind aus der Kator.-Fabrik zu besorgen.

Oberh.-Holten, den 1. September 1937.
Abt. BYA Ros/Ndz.-

Herrn Dr. Meckel.

Betr. Kieselgur.

1) Die mikroskopische Untersuchung der 4 Sack-Proben hat ergeben, dass I und II lange Stäbchen enthalten und Griess geben, während III und IV sich umgekehrt verhalten. Es entsteht die Frage, ob hier ein ursächlicher Zusammenhang besteht.

Zur Aufklärung bitte ich festzustellen, ob etwa im Griess die langen Stäbchen angereichert sind, bzw. welche mikroskopischen Strukturunterschiede sich zwischen dem Griess und dem festen Anteil einer Gur erkennen lassen.

2.) Ich bitte von Herrn Dr. Strumpf die Angaben zu besorgen welche erforderlich sind zur Anschaffung eines Apparates zur Bestimmung des Litergewichtes.

3.) Wir müssten einmal untersuchen, ob wir durch Verfolgung der Adsorptionsfähigkeit z.B. gegenüber Methylblau die Oberfläche von Kieselgurproben vergleichsweise ermitteln können.

4.) Wir haben früher schon festgestellt, dass Diatomitstaub sich als Trägermasse ausgezeichnet eignet. Daher müssen wir auch das Diatomitpulver in unsere vorgesehenen Träger-Untersuchungen mit einbeziehen und weiterhin versuchen, durch Änderung der Herstellungsbedingungen unserer Kieselgur mehr zu einer diatomitähnlichen Beschaffenheit zu kommen.

5.) Wie verläuft die Paraffinbeladung mit Diatomit als Trägersubstanz ?

Hdr. Büchuer

Oberhausen-Holten, den 4. August 1938.
SB Abt. B7A Ros/Op.

Herrn Dr. Heckel.

Batr.: Kieselgurreinigung.

Die Vorteile der gereinigten Kieselguren könnten folgender Art sein:

- 1.) Sicherung einer gleichmässigen Beschaffenheit und damit Sicherung einer katalytischen Wirksamkeit,
- 2.) Verlängerung der Lebensdauer,
- 3.) Herabsetzung der Kieselgurmengen,
- 4.) Verringerung der Verunreinigungen in den regenerierten Lösungen,
- 5.) Erhöhung der Kornfestigkeit.

Von diesen Punkten ist allein die Erhöhung der Kornfestigkeit noch garnicht untersucht. Andererseits aber könnte dies für die Einführung der Reinigung unter Umständen ausschlaggebend sein, falls eine merkliche Kornverbesserung zu erzielen wäre.

Ich halte es daher für vordringlich, diese Frage zunächst im Labor grundsätzlich und eingehend zu klären.

Ddr.: Ldf.



*Rubrikation in Aktiengesellschaft
Chemische Werke*

Griffing & Kuhn (883)

Oberhausen-Holtan, den 10. November 1930.
RD Abt. BVA HL/Op.

11/10/30

Ree

Herrn Dr. R o o l e n .

Betr.: Reinigung von Rohguren.

Die starken Schwankungen im Schüttgewicht von gereinigten Rohguren veranlassten mich, aus einer Rohgur durch nachträgliches Schlämmen, den Sand entfernen zu lassen. Aus der gereinigten Rohgur der Grube Oberrohe 3 wurden hierdurch erhalten 34 g Sand und 41 g Gur. Das Schüttgewicht der gereinigten Gur sank durch diese Behandlung von 202 auf 118 g pro Liter.

Ich schlage vor, die Säurebehandlung der Rohgur gleich mit einer Abtrennung des Sandes zu verbinden. Es wäre zu erstreben, dass apparative Vorkehrungen zur gesonderten Abscheidung und Entfernung des Sandes im Anschluss an die Behandlung der Gur mit Säure getroffen werden.

Es würde damit zu erzielen sein:

- 1.) Entfernung des katalytisch wertlosen und für die Kontaktfestigkeit schädlichen Teiles der Kieselgur.
- 2.) Erzielung eines gleichmässigen Schüttgewichtes der Gur und damit grössere Gleichmässigkeit der Kontaktherstellung.
- 3.) Verwendungsmöglichkeit für Guren, die wegen hohen Sandgehaltes bis jetzt für viele Zwecke nicht zu gebrauchen waren

Necker

Pauline v. Hohenhausen
Lehrerin

Oberhausen-Telton, den 24. März 1939.
29 Abt. NYA See/Op.

Herrn Dr. Heckel.

Betr.: Kieselgur.

Wir haben gefunden, dass lockere und gereinigte Kieselgur die Bildung höher siedender Kohlenwasserstoffe begünstigt, während andererseits die Anwendung gesinterter Gur die Bildung leicht siedender Kohlenwasserstoffe zur Folge hat. Da nun jedoch einerseits die reine Gur schlecht sintert, andererseits die bisher als sinterungsfördernde Bestandteile anwesenden Stoffe als Verunreinigungen wirken, so schlage ich folgendes vor:

Wir müssten versuchen, Rohgur zu reinigen, dann mit Magnesium in geeigneter Form (Karbonat oder Oxyd) zu versetzen und dann durch Glühen die Gur sintern. Auf diese Weise müsste man eine Kieselgur mit abgerundeten Teilchen erhalten, ohne dass die sinterungsfördernden Bestandteile als Verunreinigungen wirken können.

Ddr.: BU.

Oberh.-Holten, den 14. Juni 1939
RD Abt. BVA Roe/Hdm.-

Herrn Dr. B u c h n e r .

Betr.: Kieselgurreinigung.

Gelegentlich unserer Besprechung am 10.5.39 mit Herrn Alvermann in Münster habe ich angeregt, die Abwasserschwierigkeiten bei der Kieselgurreinigung dadurch zu umgehen, dass die Reinigung mit Kohlensäure statt mit Mineralsäure erfolgt und vorgeschlagen, zu diesem Zweck das Verhalten von grubenfrischer sowie gelagerter (oxydierter) Rohgur gegenüber Kohlensäure zu untersuchen.

Mit Ihrem Bericht vom 12.6. liegen hierüber die ersten Ergebnisse vor. Daraus geht hervor, dass tatsächlich mittels Kohlensäure aus der Haldengur eine genügend eisenarme gegläthete Gur erhalten werden kann, nicht dagegen auch aus der frischen Grubengur.

Sie ziehen ^{hieraus} in Ihrem Bericht den Schluss, dass zur Lösung der Eisenverbindungen ^{aus} in der frischen Grubengur stärkere Säuren erforderlich seien wie z.B. schweflige Säure oder Schwefelsäure aus den Ofenabgasen. Ganz abgesehen von den nach wie vor bestehenden Unklarheiten hinsichtlich der Verwendung von Ofenatgasen sowie der Unannehmlichkeit der Koppelung zweier Betriebsteile, würde die Einführung der Ofenabgase in die Lösungslauge auch zur Folge haben, dass der ursprüngliche Zweck der Kohlensäurereinigung nicht erreicht werden würde, nämlich zu vermeiden, dass stabile, lösliche Mineral-salze in das Grundwasser gelangen.

Ich schlage daher vor, zu versuchen, ob nicht die Kohlensäurereinigung auch bei frischer Grubengur genügend weit ^{während} getrieben werden kann dadurch, dass man die Gur vor oder ~~nach~~ ^{während} der Behandlung oxydiert. Man könnte beispielsweise die grubenfrische Gur zunächst mit Luft behandeln, sei es im grubenfeuchten Zustand oder aufgeschlämmt, gegebenenfalls auch bei erhöhter Temperatur. Man könnte auch statt Luft Sauerstoff nehmen. Die Kohlensäurebehandlung würde dann anschliessend mit der auf diese Weise voroxydierten Gur ausgeführt.

*Publikation: Naturwissenschaften
Chemie, 1934*

- 2 -



Man konnte auch versuchen, die Oxydation gleichzeitig mit der Kohlensäurebehandlung zu verbinden, indem man ein Kohlensäure-Luft-Gemisch durch die Aufschlammung schickt oder dadurch, dass man Gemische von Kohlensäure mit Luft, oder Kohlensäure mit Sauerstoff durch die Aufschlammung umwälzt.

Ich bitte, entsprechende Versuche in Angriff zu nehmen.

Ddr.: El.

53

Über das Verhalten der anorganischen Verunreinigungen
in Kieselguren bei der Förderung und Verarbeitung zu
Kieselgur Kr. 120.

A) Eisen und Schwefel.

In der Rohgur, welche noch nicht mit Luft in Berührung gekommen ist, liegen Eisen und Schwefel in niedrigen Wertigkeitsstufen vor, beispielweise Eisen und Schwefel in zweiwertiger Form. Wahrscheinlich sind beide Elemente auch irgendwie organisch gebunden. Genaueres über die Verbindungen, in welchen Eisen und Schwefel in der rohen Gur vorliegen, ist nicht bekannt. Jedenfalls sind beide Elemente in ausserordentlich reaktionsfähiger Form vorhanden. Dies hat zur Folge, dass bei Luftzutritt sofort Umsetzung mit dem Sauerstoff der Luft eintritt. Das Eisen geht hierbei über in rostähnliche Verbindungen, welche nicht mehr wasserlöslich sind und das Eisen in dreiwertiger Form enthalten. Der Schwefel geht über in Schwefelsäure. Diese kann mit vorhandenen Basen Sulfate bilden, beispielsweise mit einem Teil des Eisens oder mit Aluminium, Kalzium usw.

Diese Vorgänge, welche also bei Eintritt von Luft zu feuchter Rohgur eintreten, können bei grösseren Gurmengen zur Erwärmung führen. Eine solche Erwärmung tritt meistens ein, wenn grössere Mengen Rohgur in Haufen längere Zeit an der Luft lagern. Diese Erscheinung wird von den Kieselgurfachleuten als sogenannte kalte Verbrennung bezeichnet.

Wird Rohgur nicht in Haufen sondern flach ausgebreitet in der Luft gelagert, so ^{soll} angeblich die sogenannte kalte Verbrennung nicht eintreten. Es ist also noch zu prüfen, in welcher Weise der Reaktionsverlauf abhängig ist von der Temperatur.

Wird Rohgur, welche ^{nicht oder} fast nicht mit Luft in Berührung gekommen ist, auf Temperaturen von 400 bis 500° erhitzt, ohne dass beliebige Mengen von Luft hinzutreten können, so gehen Eisen und Schwefel in Ferrosulfat über. Dies ist der Fall in Röstöfen und auch in der Hauptmenge der Keilerguren.

Einzelne Stellen in dem Keilerhaufen kommen mit grösseren Luftmengen in Berührung. In diesen oxydiert dann das Eisen zu Eisenoxyd und der Schwefel zu Schwefelsäure, welche mehr oder weniger weitgehend durch die Hitze ausgetrieben wird. Auf diese Weise kann die Bildung der roten Kester in den Keilern erklärt werden.

Wird die Kieselgur nun bei 1000 bis 1100° geglüht, so treibt die Kieselsäure aus dem Ferrosulfat die Schwefelsäure aus, welche flüchtig ist und damit aus der Kieselgur entfernt wird, während Ferrosilikat entsteht. Derjenige Anteil des Eisens jedoch, welcher unter dem Einfluss des Luftsauerstoffes schon vorher in Ferriform übergegangen war, reagiert nicht mit Kieselsäure und bildet kein Silikat.

Von dem ursprünglich in der Rohgur enthaltenen Eisen kann also nur derjenige Anteil in Form von Eisensilikat festgelegt werden, welcher nicht vor dem Glühen durch Reaktion mit Luftsauerstoff in Ferriform übergegangen war. Die Einwirkung der Luft auf die Kieselgur vor dem Glühen kann nun ausserordentlich verschieden sein, je nach Art der Behandlung, Lagerung usw. Beispielsweise wird eine im Frühjahr geförderte Gur meist unverzüglich gemellert bzw. geröstet und dann geglüht. In einer solchen Gur wird praktisch alles Eisen als Silikat festgelegt werden können. Die in später Jahreszeit dagegen geförderten Anteile werden zum grossen Teil längere Zeit draussen gelagert und somit der Luft ausgesetzt. In solchen Guren lässt sich dann durch Glühen nicht mehr alles Eisen als Silikat festlegen. Ein mehr oder weniger grosser Anteil des Eisens wird vielmehr als weiterhin reaktionsfähiges Oxyd enthalten bleiben.

Auf diese Weise lassen sich die jahreszeitlichen Schwankungen in der Beschaffenheit in der Kieselgur Nr. 120 erklären.

B) Kalzium und Schwefel.

Ein Teil des Kalziums kann in der Rohgur als Karbonat vorliegen. Ein anderer Teil kann bereits in der Rohgur als Kalziumsulfat enthalten sein. Letzteres ist bei einigen Guren mit grosser Wahrscheinlichkeit ausschliesslich der Fall, z.B. bei Kieselguren aus den Gruben B e c k e r und Kieselgur-Industrie.

Durch Zutritt von Luft ändert sich bei normaler Temperatur oder auch beim Rösten an den genannten Bindungsformen des Kalziums nichts. Ebensowenig ist die Kieselsäure in der Lage, beim Glühen aus Gips die Schwefelsäure auszutreiben im Gegensatz zum Ferrosulfat, unter Einschränkung ^{auf} der bei der Herstellung der Kieselgur Nr. 120 angewendeten Temperaturen von 1000 bis 1100°.

Enthält also die Rohgur Gips, so ^{er} scheint dieser unverändert in der Kieselgur 120 wieder.

Das in der Rohgur ^{auf} enthaltende Kalziumkarbonat dürfte bei der Verarbeitung von Kieselgur 120 seine Kohlensäure verlieren und als Kalziumoxyd zurückbleiben. Hieraus erklärt sich der bei einigen Guren gefundene hohe pH-Wert. Ob Kalziumoxyd bei 1000 bis 1100° mit der Kieselgur ^{Silikat} ~~Sulfat~~ bildet, darüber ist bis jetzt nichts Näheres bekannt.

C) Aluminium.

In Anbetracht der geringen Mengen ist Näheres über die Veränderung der Bindungsform des Aluminiums nicht untersucht worden.

Gemeinsame Abfassung von
Bichner, Heckel, Roelen.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Oberhausen-Holt: 7, am 2.10.1943. *111*
Abtg. P. Koe fu.

Herrn Dr. B u c h n e r .

Betr.: Kieselgur.

Ich bitte festzustellen, ob der Permanganatverbrauch der wässrigen Auszüge für die verschiedenen Kieselgurarten charakteristische Zahlen angibt. Hierbei wäre die Wasserbehandlung teils durch Sieden am Rückflusskühler, teils wegen der dabei möglichen Verluste an flüchtigen Bestandteilen durch Röhren bei beispielsweise 50° auszuführen. Von den Kieselgurarten interessieren besonders die Röstgurten, welche sowohl in der von Munster angelieferten Beschaffenheit zu prüfen wären, als auch nach weiterer thermischer Behandlung im Laborofen.

Ddr.: Hl.



Durchschrift

291

Herrn Dr. H e c k e l .

Betr.: Kieselgur.

Wir haben bisher die Auswahl der Kieselguren so getroffen, dass sie für die Herstellung von Kobalt-Fällungs-Katalysatoren besonders geeignet sind. Hierzu gehört vor allem ein möglichst geringer Gehalt an Eisen und Kalk.

Es ist wahrscheinlich, dass für die Herstellung von Eisen-Katalysatoren andere Richtlinien eingehalten werden müssen bei der Auswahl der Kieselguren. So z.B. wird man wahrscheinlich bei Kieselguren für Eisen-Katalysatoren nicht auf so geringen Gehalt an Eisen und Kalk bestehen müssen wie bisher. Wenn dies aber der Fall ist, so kann das eine erhebliche Verbreiterung unserer Rohstoffbasis hinsichtlich Kieselgur bedeuten. Wir müssten daher diese Verhältnisse sofort näher untersuchen.

Da es hierbei noch weniger als bei Eisen-Katalysatoren auf die Festlegung dieser Verunreinigungen, nämlich von Eisen und Kalk, ankommt, so kommt wahrscheinlich die Verwendung von Glühguren gar nicht infrage. Wir können daher unsere Versuche im grossen und ganzen auf Röstguren beschränken. Wichtig wäre dann die Feststellung, welche Gruben ausser den 3 bisher zugelassenen herangezogen werden können, falls die Kieselgur für die Herstellung von Eisen-Katalysatoren benutzt wird.

Zu diesem Zweck müssten wir noch einmal, wie es damals bereits geschehen ist, von allen infrage kommenden Gruben Rohguren auf ihre Anwendbarkeit hin untersuchen. Derartige Proben sind noch bei uns vorhanden. Insbesondere müssten folgende Kieselgurarten auf ihre Brauchbarkeit für Eisen-Katalysatoren untersucht werden.

1. Unterlüss: Grube Wiechel.
2. Munster: #.u.KW d.KI.
3. Luhetal: alle 3 Gruben.

Ddr.: Bli.

Roc

895

*Industriellen Filtergesellschaft
Leobersdorf, Wien*

Obern-Neu-Holten, den 17. August 1939.
NB /bt: BYA Roe/Op.

Herrn Dr. H e u k e l .

Betr.: Filtrierzahl.

Sie sollten feststellen, ob die Filtrierzahl
additiv ist.

Zu diesem Zweck mussten in den Filtrierzylinder
gleiche Gewichtsteile einer Rieselfur mit niedriger und
einer mit hoher Filtrierzahl gegeben werden. Für den Fall,
dass, wie ich vermute, die Filtrierzahl des Gemisches
höher liegt als das arithmetische Mittel der beiden ein-
zelnen Filtrierzahlen, muss man annehmen, dass die feins-
ten Anteile derjenigen Fur mit der höheren Filtrierzahl
einen „negativen Blendwert“ haben.

gez. Roelen.

Ddr.: BÜ,
Fr,
Erd.