

H. W. Fischer
den 23. Oktober 1939.

3448 - 30/5.01 - 17

Herren Professor Martin
Dr. Hagemann
Direktor Alberts
Dipl.-Ing. Heveling
Dr. Schuff

2.44

B e r i c h t

000611

Über den Einfluß des Fe-Gehaltes der
Kieselgur auf die Eigenschaften von Kon-
taktan für die K.W. Synthese.

Es sollte untersucht werden, ob durch Extraktion
des Eisens aus der Kieselgur Kontakte hergestellt werden
können, an denen eine K.W. Synthese ohne nennenswerte
CH₄-Bildung möglich ist.

Unbehandelte Kieselgur mit einem Gehalt von 3,56% Fe
wurde mit 8%iger HNO₃ vorbehandelt. Bei 60 - 70°C wurde ca.
2 - 3 Stunden gerührt, abgesaugt und gewaschen, g.F. wurde
mit frischer Säure erneut extrahiert. Die gewaschene und vor-
getrocknete Gur wurde bei ca. 600° - 700° unter Luftzutritt
calciniert. Es stellte sich heraus, daß durch Extraktion mit
HNO₃ das Fe nur sehr schwer zu entfernen ist, selbst nach
15maliger Extraktion konnte keine Eisenfreiheit erzielt werden.
Es wurden daher auch Extraktionsversuche mit Salzsäure durch-
geführt; hierbei ließ sich das Eisen bis auf einen kleinen
Restgehalt sehr schnell entfernen. Es bestehen dann jedoch
Schwierigkeiten zur restlosen Entfernung des Cl. Es wurden
insgesamt 5 Kontakte untersucht, die mit verschieden vorbe-
handelter Kieselgur hergestellt wurden. Das Kobalt-Thorium-
oxyd-Kieselgur-Verhältnis betrug stets 100:18:200. Die Guren
waren wie folgt vorbehandelt:

1.)	1 x HNO ₃ extrahiert	Fe-Geh.	2,25 %
2.)	2 x " "	"	2,1 %
3.)	15 x " "	"	1,2 %
4.)	1 x H Cl	"	0,13 %
5.)	von Katorfabr. aus regenerierter Kg hergestelltes Grünkorn		0,5 %

000612

Die Kontakte wurden in üblicher Weise durch Füllung aus den Nitraten hergestellt. Es wurden reinste Reagenzien (Merck) verwandt. Das Kobaltnitrat war nickelfrei.

Die Reduktion wurde in dünner Schicht im Wasserstoffstrom bei 400°C durchgeführt. Es zeigte sich eine klare Abhängigkeit des R.W. von Fe-Gehalt. Nach einstündiger Reduktion hatte der Kontakt mit höchstem Fe-Gehalt einen R.W. von 72, der Kontakt mit Fe-Gehalt 2,15 einen R.W. von 61, der Kontakt, der aus oftmals vorbehandelter Gur hergestellt war, konnte erst nach $3\frac{1}{2}$ Std. Reduktion bei 475 auf einen R.W. von 50 gebracht werden.

Die Kontakte wurden in den üblichen Laborprüfofen bei Normaldruck und normaler Beaufschlagung mit S_y -Gas auf ihre Aktivität geprüft. Es zeigte sich, daß ein aus häufig extrahierter Gur hergestellter Kontakt sehr schlecht anspricht - unterhalb 200° findet keine Umsetzung statt -. Die besten Resultate lieferte ein Kontakt, der aus einer schwach vorbehandelten Gur ($2 \times \text{HNO}_3$ extrahiert) hergestellt war. Auch ein von der Katorfabrik aus regenerierter Gur hergestellter Kontakt mit geringem Eisengehalt brachte eine gute Umsetzung. Die CH_4 Bildung der Kontakte mit guter Umsetzung liegt vielleicht etwas tiefer als normal, von einer völligen Unterdrückung der Methanbildung kann jedoch keine Rede sein. Es wurde festgestellt, daß die Kontakte eine Konvertierung weniger stark katalysieren als normale-Kontakte, d.h., es tritt bei den eisenarmen Kontakten fast keine Bildung von CO_2 auf.

In der Anlage sind Umsetzung und Bildung von CH_4 , bezogen auf gebildete K.W., über eine Betriebszeit von ca. 500 Stunden dargestellt. Eine wesentliche Abweichung der Produkte von den üblichen Daten konnte nicht festgestellt werden.





