

*Prüfung der Kieselgurproben
Oberhausen-Kolten*

Oberhausen-Kolten, den 24. Nov. 1938

RB Abtlg. BVA Hl/Stg. 024

~~10008~~

Prüfung von Kieselgurproben

der Kieselgur - Industrie, Hannover.

In der letzten Zeit wurde eine größere Anzahl von Kieselgurproben der Kieselgur-Industrie Hannover einer Prüfung in verschiedener Richtung unterzogen. Die Prüfung erfolgte um einerseits festzustellen, welche Guren der Kieselgur-Industrie Hannover für die Verwendung als Träger geeignet sind und andererseits mit dem Ziel, diejenigen Eigenschaften der Kieselguren zu erkennen, die für die Aktivität des Kontaktes von Bedeutung sind.

Die Prüfung gliederte sich wie folgt:

I. Chemische Prüfung.

- 1.) Säurelöslichkeit. Bestimmung von Fe, Al, Ca, SO₄
- 2.) Wasserlöslichkeit. " " Ca, Cl, SO₄ und des pH-Wertes.

II. Physikalische Prüfung.

- 1.) Bestimmung des Griesanteiles. (Schlämzung nach Schulz-Hackert.)
- 2.) Bestimmung des Sandanteiles.
- 3.) Filtrierzahl nach Dr. Strumpf.
- 4.) Sedimentation nach Andreasen.
- 5.) Litergewicht.
- 6.) Wasseraufsaugfähigkeit.
- 7.) Glühverlust.

III. Mikroskopische Beobachtung.

IV. Aktivitätsprüfung.

Die einzelnen Untersuchungsmethoden, sowie die Einzel-ergebnisse der Prüfung sind in den 5 Anlagen zusammengestellt. Die gefundenen Ergebnisse und ihr Zusammenhang mit der Katalysatorherstellung soll im Folgenden kurz besprochen werden.

I. Chemische Prüfung.

1.) Säurelöslichkeit

Eine sichere Beziehung zwischen Säurelöslichkeit und Aktivität ist nicht zu erkennen. Die Säurelöslichkeit der Kieselgur ist jedoch von besonderem Einfluß bei der Regenerierung von Kontakten. Die gelösten Mengen von Terunreinigung ^{an} schwanken innerhalb ziemlich weiter Grenzen, sodaß u.U. bei Guren mit hoher Säurelöslichkeit ein Vielfaches der Menge an Fe, Al, oder Ca entfernt werden muß gegenüber einer Gur mit geringer Säurelöslichkeit.

2.) Wasserlöslichkeit.

Die Prüfung des p_{H^+} -Wertes und die Cl-Bestimmung erfolgten, um einen evtl. Zuschlag bei der Herstellung der Gur, z.B. Na_2CO_3 oder NaCl zu erkennen. Der Cl-Gehalt der untersuchten Guren ist durchweg sehr gering, auch der p_{H^+} -Wert schwankt nur wenig. Bei der Bestimmung des wasserlöslichen Ca und SO_4 fällt auf, daß die ungeglühte Gur 1050 die übrigen Werte weit übertrifft.

II. Physikalische Prüfung.

1.) Bestimmung des Griesßgehaltes.

Die Bestimmung des Griesßgehaltes nach der angegebenen Methode entspricht etwa dem Schlämmen von Kieselgur auf einem 120er Sieb. Die Menge des Griesß- oder Grobanteiles ist nach den Erfahrungen der Kator.-Fabrik mitbestimmend für die Höhe des Staubanfalles bei der Kontaktherstellung. Niedriger Gehalt an Griesß ist daher wünschenswert.

Überhaupt keinen Griesßgehalt hatten die ungeglühten Guren 10 80 und 12 80, bei den übrigen Kieselguren schwankte er innerhalb sehr weiter Grenzen. Ein Zusammen-

~~700100~~

hang zwischen Griesgehalt und Aktivität besteht nicht, Übereinstimmung mit früheren Versuchen, bei denen die einzelnen Anteile getrennt als Träger verwendet wurden.

2.) Bestimmung des Sandanteiles.

Der Gehalt an Sand in der Kieselgur ist wegen der Wertlosigkeit als Träger sowie wegen des Staubanfalles unerwünscht. Die gefundenen geringen Mengen Sand wirken sich auf die Aktivität noch nicht aus.

3.) Filtrierzahl nach Dr. Strumpf.

Die Filtrierzahl nach Dr. Strumpf hat nur insofern für die Beurteilung der Kieselgur Bedeutung, als sie einen Rückschluß auf die vorhandene Teilchengröße zuläßt. Je feiner die Einzeltelchen, um so langsamer geht die Filtration vor sich und um so höher wird die Filtrierzahl. Eine Beziehung zwischen der Filtrierzahl der Kieselgur und der Filtrierfähigkeit eines Kontaktes, der auf die betreffende Gur gefällt wurde, besteht nicht. Die Art des gefällten Niederschlages gibt den Ausschlag für die Filtriergeschwindigkeit von Kontakten, nicht die Filtrierfähigkeit der Gur.

4.) Sedimentation nach Andreasen.

Diese Untersuchungsmethode gibt einen guten Einblick in die Verteilung an grobem und feinem Material in der Kieselgur. Für die Aktivität ist jedoch eine Änderung der Verteilung innerhalb der gefundenen Zahlen ohne Bedeutung.

5.) Litergewicht.

Das Litergewicht gestattet einen Einblick in die Auflockerung der betreffenden Kieselgur, ist jedoch für die Aktivität nicht von sichtbarer Bedeutung.

6.) Wasseraufsaugfähigkeit.

Aus der Wasseraufsaugfähigkeit lassen sich Rückschlüsse ziehen auf den verfügbaren Porenraum einer Kieselgur. Bei den untersuchten Proben der Kieselgur-

Industrie Hannover sind die gefundenen Unterschiede gering. Eine Parallele zur Paraffinbeladung der Kontakte konnte nicht gefunden werden.

7.) Glühverlust.

Als wichtige Feststellung wurde gefunden, daß Kontakte auf Kieselguren mit hohem Glühverlust eine volle Aktivität nicht erreichen. Die ungeglühten Guren 10 30 und 12 30, die den höchsten Glühverlust aufweisen, haben eine ungenügende Aktivität. Die Notwendigkeit einer Glühbehandlung bei hoher Temperatur geht aus folgenden Zahlen hervor:

Zgr Glühverlust Kt.Nr.		Aktivitätsprüfung				
		Betriebsstunden				
		100	200	300		
10 30	2,7 %	P 481 P 482	Mittl. Kontr.	63 %	59 %	
			" Ölausbeute	55 cm ³	67 cm ³	
10 30	0,3 %	P 586	" Kontr.	70 %	67 %	64 %
1 Std. b. 1000° geglüht			" Ölausbeute	86 cm ³	79 cm ³	81 cm ³

Die Notwendigkeit der hohen Temperaturen findet ihre Parallele bei der Regenerierung der Kieselgur.

Aus den Erfahrungen, die bei der Regenerierung von Kieselgur gemacht wurden, geht ebenso wie aus den letzten Prüfungen von Keller-Guren und hochgeglühten Guren hervor, daß ein Zusammenhang besteht zwischen der Temperaturbehandlung einer Kieselgur und ihrer Eignung als Träger.

III. Mikroskopische Untersuchung.

Die mikroskopische Untersuchung der Kieselguren zeigt teilweise beträchtliche Unterschiede innerhalb der verschiedenen Proben: Dass eine bestimmte der mikroskopisch untersuchten Formen von besonderer Wirkung hinsichtlich der Aktivität ist, konnte bis jetzt nicht festgestellt werden.

IV. Aktivitätsprüfung.

1.) Einzelbrände der Kieselguren, die zur Herstellung von Kieselgur 120 verwendet werden.

Von besonderem Interesse war die Prüfung derjenigen Einzel-Kieselgurproben, deren Mischung als Kieselgur 120 von der Kieselgur-Industrie Hannover geliefert wird. Aus den mit S I bis S IV bezeichneten Proben wurden je 2 Kontakte hergestellt und der Aktivitätsverlauf über 1500 Betriebsstunden verfolgt (Blatt 408 u. 409).

S I zeigte von allen 4 Proben die höchste Anfangsaktivität und die besten Anfangsausbeuten. Nach etwa 200 Betriebsstunden waren Ausboute und Aktivität auf den Stand der anderen Kieselguren gesunken, um sie nach weiteren 300 Betriebsstunden noch zu unterschreiten. Auch nach der Zwischenhydrierung ist der durchschnittliche Verlauf im Verhältnis zu den anderen Guren etwas gedrückt. Die Paraffinbeladung war etwa normal.

S II begann mit etwas niedrigerer Anfangsaktivität als S I. Der weitere Verlauf war ähnlich wie bei S I. Der Aktivitätsverlauf nach der Zwischenhydrierung war ebenfalls gedrückt. Als Ursache ist wohl die stärkere Paraffinbeladung und das ungenügende Austragen des Paraffins während der Hydrierung anzunehmen.

S III hatte bis zur Zwischenhydrierung einen ziemlich ausgeglichenen Aktivitätsverlauf. Nach der Zwischenhydrierung waren die Ausbeuten schwankender und gegen Ende der Versuchszeit gedrückt. Die Paraffinbeladung war normal.

*Prüfung im Maschinenbau
Chemische Technik*

-- 6 --

~~100109~~

S IV zeigte von den untersuchten Proben die größte Gleichmäßigkeit im Hinblick auf die Daueraktivität sowohl vor als auch nach der Hydrierung. Die Paraffinbeladung von S IV war normal, nach der Hydrierung etwas geringer als bei den anderen Säuren.

Zusammenfassend ist zu sagen, daß alle 4 Kieselguren als brauchbar anzusprechen sind, S I fällt auf durch hohe Anfangsaktivität, S IV durch gleichmäßige Daueraktivität, während S II und S III ungefähr in der Mitte liegen.

2.) Bei der Aktivitätsprüfung der übrigen Kieselguren (Blatt 407) tritt hervor, daß die beiden ungeglühten Kieselguren 10 30 und 12 30 eine unbefriedigende Aktivität aufweisen. Der Grund dafür ist, wie schon früher erwähnt, im Fehlen der Glühbehandlung bei hoher Temperatur zu suchen.

3.) Die zahlreichen übrigen Proben der Kieselgur-Industrie waren Proben der an den Betrieb gelieferten Kgr Nr. 120. Diese zeigten alle in der beobachteten Betriebszeit mindestens eine mittelmäßige, meist aber gute Aktivität.

- Anlagen:
- 1) Prüfungs-Methoden,
 - 2) Zahlentafel Nr. 406,
 - 3) " " 407,
 - 4) Kurvenblatt " 408,
 - 5) " " 409.

Natur

Dir.: Hr. Prof. Martin,
" Dir. Waibel,
" Dr. Fischer,
" " Klein,
Kator.-Fabrik.

Ru