

20666

136
281 | *Jelinski*

Herrn Dr. K a l k .

Betr.: R 407; zum Prüfungsbescheid vom 17. 12. 1940.

Die Reduktion bedeutet die Überführung des in Katalysator vorhandenen Metalloxydes, -hydroxydes oder -karbonates usw. in die eigentlich wirksame Form des aktiven Metalles. Wie weit der Reduktionsprozess diese Überführung bewirkt, läßt sich bestimmen durch Feststellung der Menge des nach der Reduktion vorhandenen Metalles in Katalysator.

Es hat sich in der Praxis gezeigt, daß die Wirksamkeit eines Kontaktes nicht einfach nach der Menge des durch die Reduktion gebildeten Metalles zu bewerten ist, daß also nicht bei 100% Metall der aktive Kontakt erhalten wird. Es hat sich vielmehr erwiesen, daß die besten Kontakte etwa 60 - 70% Metall enthalten.

Daher wird die Reduktion in der Technik so eingestellt, daß durchschnittlich 60 - 70% Metall im reduzierten Kontakt vorliegen. Für die Reduktion bestimmend sind folgende Faktoren: Temperatur, Zeit, Strömungsgeschwindigkeit und Gasbeschaffenheit.

Die Erfahrung hat gezeigt und eingehende Versuche haben die Tatsache bestätigt, daß selbst die Anwendung extremer Bedingungen hinsichtlich Temperatur, Zeit und Strömungsgeschwindigkeit nicht in der Lage ist, ungünstige Verhältnisse in der Gasbeschaffenheit auszugleichen. Es entstehen vielmehr durch Anwendung von extremen Bedingungen hinsichtlich Temperatur und Zeit Schädigungen in der Aktivität des Kontaktes. Die Anwendung maximaler Strömungsgeschwindigkeiten findet ihre Begrenzung in apparativen Schwierigkeiten.

Die Bedeutung der Gasbeschaffenheit sei an folgendem Beispiel erläutert: Wird ein Kontakt der Zusammensetzung 100 Co 15 ThO₂ 200 Kg der als normaler Co-Kontakt mit NaCO₃ gefüllt wurde, in dünner Schicht, nämlich 1 cm bei 21 mm ϕ reduziert, so wird mit wasserdampf-freiem Gas bei einer Beaufschlagung von 150 l H₂/Stunde (25% H₂ + 75% N₂) und einer Reduktionstemperatur von 350° bereits bei 14 Minuten Dauer 97% des vorhandenen Metallkarbonats in Metall

20.11.1917

übergeführt. Der an sich erstrebte Metallgehalt von 60% stellt sich bereits bei einer Reduktionszeit von 6 Minuten ein.

Die Reduktionstemperatur von 350° liegt in diesem Fall erfahrungsgemäß günstig, die Zeit ist als Mußerat kurz zu bezeichnen, und das Ergebnis ist ein reduzierter Kontakt von bester Aktivität.

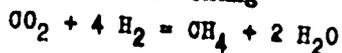
Das Bild ändert sich sofort, wenn für die Reduktion ein Gas benötigt werden muß, das einen gewissen Wasserdampfgehalt aufweist. Befinden sich im Reduktionsgas z.B. 10 g H₂O, so zeigt sich folgendes: Nach 6 Minuten Reduktionszeit bei 350° und gleichen übrigen Bedingungen sind erst 22% des Kobaltes in Metall übergeführt, nach 14 Minuten 42%, nach 30 Minuten 52%, sogar nach 120 Minuten ist trotz der kurzen Schicht von etwa 1 cm und der großen Strömungsgeschwindigkeit erst 59% Metall erreicht.

Die lange Dauer der Reduktion führt in diesem Falle bereits zu einer Schädigung der Aktivität.

Für die Technik bedeutet die vollständige Trocknung des Reduktionsgases eine beträchtliche Erschwerung, besonders wenn es sich noch um das Herausnehmen der letzten Spuren von H₂O handelt. Wie aus dem folgenden Beispiel hervorgeht, ist eine restlose Entfernung des Wasserdampfes nicht notwendig, sondern es gelingt erfindungsgemäß mit Wasserdampfgehalten bis zu ~~1 g~~ 1 g die Reduktion so durchzuführen, daß Kontakte bester Wirksamkeit erhalten werden.

Unter den obengeschilderten Reduktionsbedingungen bei 350° wurden mit einem Wasserdampfgehalt von 1 g/m³ Reduktionsgas nach 12 Min. 62% des vorhandenen Kobalts in Metall übergeführt. Reduktionstemperatur und -zeit waren in diesem Falle so günstig, daß der erhaltene Kontakt an Wirksamkeit dem mit trockenem Reduktionsgas reduzierten Kontakt in keiner Weise nachstand.

Der Einfluß von Oxyden des Kohlenstoffes, z.B. CO₂ beruht wahrscheinlich auf den gleichen Ursachen wie der Einfluß des Wasserdampfes. Bei der Reduktion wird nachweislich stets mindestens ein Teil des CO₂ gemäß der Gleichung



umgesetzt. Durch den nach dieser Gleichung gebildeten Wasserdampf wird die Reduktion in ebenso starkem Maße erschwert wie durch den bereits im Gas vorhandenen Wasserdampf. In der Praxis hat sich eine Grenze von etwa 2.5 g CO₂ je m³ Reduktionsgas als noch tragbar

200668

herausgebildet.

Die Wirksamkeit der verschiedenen Reduktionsbedingungen hinsichtlich der Aktivität sei an folgenden Zahlen veranschaulicht:

Nr.	Reduktion		Red.Zt. Min.	% Metall n.d.Red.	Flüssige Produkte g/m ³ H-Gas während 242 Min. Betr.-St.
	Temperatur	g H ₂ O/m ³ R.G.			
1.	350°	frei	6	60	124 g
2.	350°	10 g	120	59	117 g
3.	350°	1 g	12	62	123 g
		g CO ₂ /m ³ R.G.			
4.	350°	10 g	90	54	115 g
5.	350°	2.5 g	15	61	122 g

Rae