

Ruhrchemie A.G.
Patentstelle
R 575

Oberhausen-Helten, den 5. Juli 1943.
Fö/Tr/Rg/Dee.

Verfahren zur Herstellung von reinem
Chromnitrat.

In der Technik finden Chrom-Verbindungen, vornehmlich als Zusatz zu Kontakten in der Behandlung von Kohlenwasserstoffen, in zunehmendem Maße Verwendung. Nach einer gewissen Benutzungsdauer bedürfen diese Kontakte einer Aufarbeitung, da sie im Laufe der Verwendung einer Reihe von Verunreinigungen aufgenommen haben, von denen sie vor ihrer Wiederbenutzung befreit werden müssen. Hierbei macht es besondere Schwierigkeiten, das dem Chrom hartnäckig anhaftende Eisen auf so geringe Mengen im Fertigprodukt zu beschränken, daß Störungen bei seiner Verwendung nicht mehr erhalten werden.

Die Trennung von den Hauptmengen Al, das häufig als Kontaktträger verwendet wird, geschieht beispielsweise durch alkalischen Druckaufschluß.

Zur Herstellung von reinem Chromnitrat, aus dem durch einfache Zersetzung in der Wärme das insbesondere als Kontaktzusatz benötigte Chromtrioxyd zu gewinnen ist, müssen die so hergestellten chromhaltigen Produkte vornehmlich von Verbindungen des Al, Fe und Si befreit werden. Zu diesem Zwecke geht man erfindungsgemäß in der Weise vor, daß zunächst eine schwefelsaure Lösung hergestellt wird. Man wählt Schwefelsäure als Lösungsmittel, da bei dieser Säure Oxydation ausgeschlossen ist, während bei Benutzung von Salpetersäure eine weitgehende Oxydation des vornehmlich

in dreiwertiger Form vorliegenden Chroms zur sechswertigen Form stattfindet. Die erhaltene Lösung, die Chrom in dreiwertiger und gegebenenfalls daneben in sechswertiger Form enthält, wird mit geeigneten Reduktionsmitteln versetzt. Das in dreiwertiger Form vorliegende Fe wird hierbei in die zweiwertige Form übergeführt. Als besonders zweckmäßig hat sich hierfür $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ erwiesen. Es kann sowohl in der Kälte wie in der Wärme gearbeitet werden. Für eine möglichst gleichmäßige und schnelle Reduktion ist jedoch ein Arbeiten in der Wärme zweckmäßig. Die annähernd kochende Lösung wird nun mit einer verdünnten, beispielsweise 6%-igen Sodalösung bis zu einem p_H -Wert von ca. 4,8 bis 4,9 versetzt. Hierbei fällt das gesamte Chrom in Form von $\text{Cr}(\text{OH})_3$ als dichtes, gut filtrierbares Material bis auf ca. 1% aus. Man saugt unmittelbar scharf ab. Die Mutterlauge enthält über 90% des ursprünglich vorhandenen Fe_2O_3 in Form von zweiwertigem Eisen.

Zur weiteren Reinigung des Chromhydroxyds ist es vorteilhaft, unmittelbar nach dem Absaugen der Mutterlauge eine Extraktion mit Natronlauge vorzunehmen, um noch vorhandenes Al_2O_3 möglichst weitgehend zu entfernen. Das nach gründlichem Auswaschen und Absaugen erhaltene Produkt hat einen Wassergehalt von 85 bis 90 %, der durch kurzzeitiges Trocknen bei 100° auf 30 bis 50 % herabgesetzt wird. Zur Darstellung von reinem Chromnitrat von der Formel $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$ wird das halb trockene Produkt mit rauchender Salpetersäure (D_{20} 1,48-1,51) in einer Menge versetzt, die die zur Herstellung des Nitrats theoretisch benötigte Menge um 10 bis 15% übersteigt.

Es gelingt, nach dem erfinderischen Verfahren aus stark, vornehmlich mit dreiwertigem Eisen verunreinigten, technisch anfallenden, dreiwertiges Chrom enthaltenden Massen, Chromnitrat in einer solchen Form zu gewinnen, die unmittelbar zur Herstellung hochwertiger Produkte Verwendung finden kann, ohne den üblichen Weg über das sechswertige Chrom zu gehen.

Patentanspruch

Verfahren zur Herstellung von reinem Chromnitrat aus Cr in dreiwertiger Form enthaltenden Massen, die vornehmlich mit Verbindungen des Al, Fe und Si verunreinigt sind, dadurch gekennzeichnet, daß in saurer, z.B. schwefelsaurer Lösung das Fe durch geeignete Reduktionsmittel in zweiwertige Form überführt und darauf die Lösung bis zu einem p_H von ca. 4,8 neutralisiert wird, worauf das gefällte Chromhydroxyd nach Auswaschen mit NaOH, heißem Wasser und gegebenenfalls verdünnten Säuren sowie gegebenenfalls nach Trocknen in Salpetersäure geeigneter Konzentration gelöst wird.