

3979-30/W150-22

Vortrag bei der Gesellschaft für Korrosions-  
forschung und Werkstoffschutz vom 13.4.1942  
in der Technischen Hochschule, Bln.-Charlottenburg.

Thema: Porenprüfung an Schutzanstrichen.

Vortragender: Regierungsrat Dr. Duffek.

Der Vortragende zeigte an einem aufgebrauchten Apparat die Ab-  
scheidung von Indikatoren an den Fehlerstellen bzw. Poren von  
Einbrennlacken auf kleinen Blechstreifen. Es entstanden auf dem  
Parafilm an den betreffenden Fehlerstellen weisse oder rote  
Punkte und Zeichen. ~~Über die Farbstoffe wollte sich der Vor-~~  
tragende nicht näher äussern. Sie sind vorläufig noch geheim  
und können aber von der Firma physikalische Werkstätten,  
Göttingen, bezogen werden. Es handelt sich um Farbstoffe mit  
der wasserstoffionischen Konzentration  $pH = 7$  (neutral), die sich  
an den Schadstellen elektrolytisch abscheiden. Die Prüfung  
geschieht bei 24 Volt, bei den weissen Substanzen schon bei  
4-8 Volt Spannung innerhalb von 2-3 Sekunden.

Nach Angabe des Redners sind durch den Parafilm nirgends ge-  
walttätige Durchdringungen. ~~Solche~~ Fehler sind nur aufgetreten bei  
hoher Stromdichte in Chromatoladrealitäten, von mehr Poren  
als vorhanden waren. Diese Methode ist nur  
brauchbar bei elektrisch nicht leitenden Überzügen, insbeson-  
dere bei nicht stabilen Lacken, wie sie die Einbrennlacke  
darstellen. Der Redner wies darauf hin, dass die früheren  
Einbrennlacke nicht ihre letzte Stabilität erreicht hätten.  
Für die Einbrennlacke würde insbesondere der Indikator Nr. 5  
angewandt bei 8 Volt Abscheidungsspannung. Bei den früheren  
Methoden wurde in einer Kochsalz- oder Magnesiumlösung das  
Probestück eingetaucht und gemessen, wieviel Strom hindurch-  
geht. Die gemessene Ampèrezahl gibt dann an, wieviel von der  
gesamten Fläche Strom durchlässt, ist d.h., wie gross die  
Poren sind. Die neue Methode gibt aber auch ein genaueres Bild

D.W.

3979-30/WIFO-23

Erdölsuche mit Bakterien.

Seit einiger Zeit werden Versuche gemacht, Erdölvorkommen dadurch zu bestimmen, dass man die Anwesenheit bestimmter Bakterien feststellt. Es wurde der Gedanke geäußert, dass die unbedeutenden Ansammlungen brennbarer Gase, die aus erdölhaltigen Lagern in die oberen Bodenschichten ansteigen, für die Bakterien, die die Kohlenwasserstoffgase oxydieren, einen Nährboden bilden. Die Entdeckung solcher Bakterien auf untersuchten Böden kann auf das Vorhandensein von Erdöl oder Gas in der Tiefe schliessen lassen. Hierzu wurde nun ein besonders Verfahren der Bakterienaufnahme ausgearbeitet. In den Böden oberhalb der Erdöllager wurden Kohlenwasserstoffbakterien gefunden, während auf Plätzen, die im Untergrund kein Naphta haben, solche Bakterien nicht angetroffen wurden. Das Verfahren wird daraufhin erprobt, ob es sich für industrielle Bedürfnisse dazu eignet, richtige Punkte für Erkundungsbohrungen zu prüfen und zu bestimmen. Mit besonderen Einrichtungen für Bodenanalyse dient ein Feldlaboratorium zur Untersuchung.

Berlin, den 13.1.1942  
Dr. Heu/hae.

3979-30/WIFO - 24

Versuche der Temperaturmessung an warmen Metallflächen  
mittels Hartwachs-Paraffingemischen.

---

Es wurden Gemische von Hartwachs und Paraffin von verschiedenster Zusammensetzung hergestellt und in fein ausgezogenen Kapillaren die Schmelzpunkte zu bestimmen versucht. Da aber die vorliegenden beiden Stoffe sich nicht vollständig klar ineinander lösten, war der genaue Schmelzpunkt nicht zu erkennen. Es gab niemals klare Lösungen im Schmelzröhrchen. Auch war nach dem ganzen Verlaufe der Untersuchung anzunehmen, dass uns für unsere Zwecke die Schmelzpunkte der Gemische garnichts nützen würden, da weit unter dem eigentlichen Schmelzpunkte bereits eine starke Erweichung des Gemisches eintritt, die vom Schmelzen schwer zu unterscheiden ist. Deshalb entschlossen wir uns zu einem anderen Verfahren, welches dem späteren Anwendungszweck näher kam und, wie sich bei der Ausführung zeigte, nur wenig streuende Werte ergab (wie beigelegte Zeichnung zeigt).

Ein Blechnäpfchen (Deckel eines Kanisters) wurde auf einem Becherglas mit Wasser zum Schwimmen gebracht und ein Thermometer mit  $1/10^{\circ}$  Einteilung bestimmte die Temperatur des Wassers und somit die des Bodens des Blechnäpfchens. Während mit einem Bunsenbrenner das Wasser langsam erwärmt wurde, ließen wir feinste Paraffinschnitzel auf den Boden des Blechnäpfchens fallen. Sobald die Erweichungstemperatur erreicht war, sank der Schnitzel in sich zusammen wie eine Schneeflocke auf der warmen Hand. Nachdem wir auf diese Weise die Erweichungstemperatur für die unten angegebenen Gemische bestimmt hatten, ließen wir die Temperatur des Wassers im Becherglas noch über  $73^{\circ}$  ansteigen und wiederholten den Versuch für sämtliche Gemische in umgekehrter Richtung, wobei der Erweichungspunkt noch klarer und einwandfreier zu erkennen war. Während der Versuche wurden die Blechnäpfchen bei Übergang von einem Gemisch zum nächsten immer wieder ausgewechselt, um Fehler der Durchmischung mit der Schmelzflüssigkeit des vorangegangenen Gemisches zu vermeiden. Um ganz sicher zu gehen, dass das neue Näpfchen

die gleiche Temperatur wieder angenommen hatte, wurde von dem vorangegangenen Gemisch immer noch einmal ein Schnitzel in dieses neue Nöpfchen fallen gelassen. Es zeigte sich, dass infolge des dünnen Bleches dieses Nöpfchens die Temperaturangleichung fast augenblicklich stattfand. Es muss also als sicher angenommen werden, dass die im Wasser gemessenen Temperaturen gleich den Temperaturen des Blechnöpfchens waren. Es wurden folgende Werte gefunden:

<u>Hartwachs</u>	<u>:</u>	<u>Paraffin</u>	<u>Hartwachs</u>	<u>Erweichungstemperatur</u>
1	:	0	100 %	72,5 - 71,5°
92	:	8	92 %	67,9 - 68,2°
3	:	1	75 %	65,5 - 65°
2	:	1	66,6 %	64°
1,5	:	1	60 %	61,5 - 60,5°
1	:	1	50 %	59,6 - 57,2°
1	:	2	33 1/3 %	51,8 - 50,8°
1	:	4	20 %	49,3°
0	:	100	0 %	43,6 - 42,2°

Bei den ersten Versuchen wurden die Mischungsverhältnisse in einfachen Zahlen gewählt und nur, um die verbleibende Lücke der Kurve auszufüllen, wurde dann das Verhältnis 92:8 noch hinzugefügt.

Mit dieser hier vorliegenden Mischungsreihe lässt sich nun umgekehrt ziemlich genau die Temperatur eines von der Sonne bestrahlten Bleches von Kraftstofftanks oder Öltanks und Tankwagen bestimmen. Es ist möglich, in wenigen Minuten darüber auszusagen, welche Temperatur das Blech mindestens infolge der Sonneneinstrahlung angenommen hat. Es ist nur nötig festzustellen, welche der auf das Blech gebrachten Flocken des Paraffingemisches gerade eben noch schmilzt. Trotz der Temperatursprünge von 3 - 5° zwischen den einzelnen Gemischen ist die Messung immer noch genauer als mit dem Thermometer, da die Berührung des Paraffins und somit die Wärmeübertragung besser ist als bei jedem an die Blechwand gehaltenen Thermometer. Außerdem ist es eine bekannte Erfahrung, dass Thermometer draußen im Betrieb sehr leicht zu Bruch gehen.

92

66

Temp

62

Temp

60

58

56

52

50

48

46

44

42

40

Hard pffe

fourtyfour

97 = Hard as X

96 = fourtyfour

10

20

30

40

50

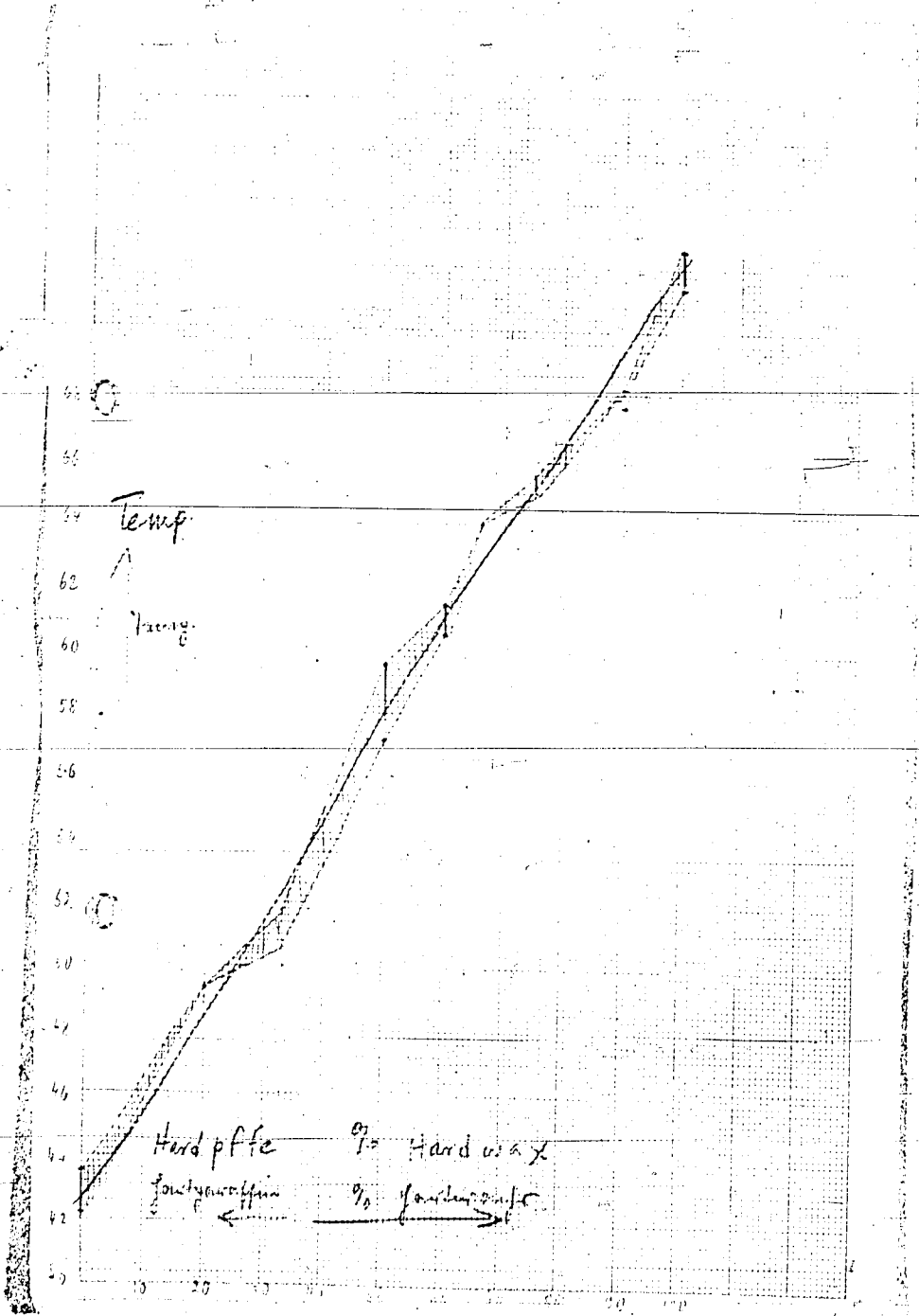
60

70

80

90

100



Gruppe: Sachbearbeiter: Hasselbach Fernspr.: Akt.-Z.:

an Außenstelle Abt. F Herrn Dir. Prankel Sachbearb.

3979-30/WIFD-25

Betrifft: Besprechung über Verfahrensverbesserung der Salpetersäure-Gewinnung aus Ammoniak mit Dr. Weißbach. Anlage Meibek am 4.12.42

Nach Besichtigung der Anlage und des Labor wurden die Möglichkeiten einer Verfahrensverbesserung wie folgt erörtert:

1.) Eine bessere Ausnutzung der Anlage läßt sich durch direkten Wärmeaustausch an den Verbrennungselementen, statt wie jetzt durch die Vorerwärmer, erreichen. Bei einem Wärmeaustausch an den Verbrennungselementen läßt sich ein Dampf mit 40 atü erzeugen (dadurch Gewinnung elektr. Energie) und zwar ca. 5 t Dampf pro t Stickstoff.

Betrieblich wird dies bereits in Wolfen angewendet.

2.) Durch Ausschaltung der Vorwärmer (180°) ist ein erhöhter Durchsatz mit 12 % Gemisch, also ca. 9 t Stickstoff statt bisher 5 t Stickstoff pro Tag bei gleicher Netzzahl möglich.

Bei höherer Belastung soll der Platinverlust der Netze zudem geringer sein wie Piesteritz festgestellt haben will. Der Gewichtsverlust der Platinnetze (0,3 g pro t N2) wird allein durch die mechanische Beanspruchung der Netze bewirkt.

Ein Verbrennungselement läuft seit längerer Zeit ohne Störung mit diesem erhöhten Durchsatz in Meibek.

3.) Durch Änderung des Kontaktverfahrens läßt sich eine große Ersparnis an Platinkontakten in der Weise erreichen, daß man 2 Platinnetze durch einen V2O5 + Bi2O3-Kontakt ersetzt. Hierbei bleibt nur noch ein Platinnetz im Verbrennungselement (Doppelkontaktverfahren).

Bei Anwendung dieses Verfahrens kann ebenfalls mit erhöhtem Durchsatz wie nach Ad 2) gefahren werden.

4.) Bei einer kontinuierlichen Druckoxydation werden etwa 20 % des Sauerstoffverbrauches gespart und gleichzeitig eine Durchsatzsteigerung um 20 - 25 % ermöglicht.

In Piesteritz läuft bereits eine kontinuierliche Druckoxydation.

Haus-Mitteilung der Außenst. Abteilung \_\_\_\_\_ den \_\_\_\_\_ 194

Gruppe: \_\_\_\_\_ Sachbearbeiter: \_\_\_\_\_ Fernspr.: \_\_\_\_\_ Akt.-Z.: \_\_\_\_\_

an Außenstelle Abteilung \_\_\_\_\_ Sachbearb. \_\_\_\_\_

5.) Bei erhöhtem Durchsatz wird außerdem noch der Wirkungsgrad der Kondensatfänger gesteigert, weil der Taupunkt zur Abscheidung dann höher liegt. Auf diese Weise erhält man ein konzentrierteres Gas, das reicher an Wasserdampf ist und die Kondensatfänger können dann mit einer Temperatur von 37 - 38°C gegen vorher mit 32°C gefahren werden, um die gleiche Wassermenge abzuscheiden. Durch die größere Differenz zwischen Kühlwasser-Temperatur und Gas erklärt sich der höhere Wirkungsgrad der Kondensatfänger.

In der Anlage Melbeck ist aber eine restlose Anwendung der erhöhten Durchsatzmenge wie z.B. nach ad<sub>2</sub>) durch Engpässe in den übrigen Betriebseinrichtungen begrenzt wie bei Ansauggebläsen, Dampffänger, Kondensarfänger, Gaskühler und Absorptionseinrichtungen.

Die Kälteerzeugung sowie die Sauerstoffproduktion reichen aus, weil ein neuer Linde-Frenkel-Apparat sowie eine Kältemaschine aufgestellt werden. Ebenfalls wird eine größere Kühlwasserpumpe anstelle der vorhandenen eingebaut.

Geplant ist bei allen 10 Elementen der Einbau des Doppelkontakt, wodurch etwa 2 Elemente bei einer Verbrennung des 12 % Gemisches in Reserve gehalten werden können.

*Hanselmann*

## Betriebsbeschreibung Anlage 504 (Sondershausen)

Das vom Ammoniakwerk Merseburg gelieferte  $\text{NH}_3$  wird über ein aus mehreren liegenden Behältern à etwa  $50 \text{ m}^3$  über eine Verdampfanlage zum  $\text{NH}_3$ -Gasometer geleitet. Die im Verdampfer erzeugte Verdunstungskälte dient der Kalifabrik zur Gewinnung von Kältelauge.

Das  $\text{NH}_3$  wird aus dem Gasometer gemeinsam mit Luft (ca. 90 % Luft und 10 %  $\text{NH}_3$ ) in die Verbrennungselemente geleitet. Hier wird das  $\text{NH}_3$  an als Katalysator dienenden glühenden Platinnetzen zu ca. 100 %  $\text{NO}$  oxydiert; hierbei fallen noch Spuren  $\text{NH}_3 + \text{N}_2$  an.

Das gebildete  $\text{NO}$ , der Luftrest und das gebildete Reaktionswasser werden anschließend durch den Abhitzkessel geleitet, woselbst der  $750^\circ$  heiße Wasserdampf zur Dampferzeugung bis zu 8 atü dient. Durch einen Kondensatfänger wird dann  $2/3$  des Reaktionswassers abgeschieden und anschließend in einem Gaskühler das  $\text{NO}$  abgekühlt. Hierdurch fällt die Temp. auf ca.  $40^\circ$ . Mit Unterschreitung des Temperaturpunktes bei  $150^\circ$  bildet sich auf Grund des Reaktionsgleichgewichts aus  $\text{NO}$  nunmehr  $\text{NO}_2$ . Das  $\text{NO}_2$  durchläuft dann Oxydationstürme, in denen 50 - 60 %ige  $\text{HNO}_3$  zwecks Kühlung herabrieselt. Hierbei wird  $\text{HNO}_3$  u.  $\text{N}_2\text{O}_4$  gebildet, wobei ca. 5 % des  $\text{NO}$  nicht umgesetzt werden. Durch diese Oxydation wird Wärme frei (exotherm), die dann aber durch die Bildung von  $\text{HNO}_3$  (endotherm) zum geringen Teil wieder absorbiert wird. Durch Wasserkühlung wird die überschüssige Wärme abgeleitet. Im ersten Oxydationsturm beträgt die Temp. etwa  $30^\circ$ ; im zweiten Oxydationsturm etwa  $20 - 25^\circ$  je nach Kühlwasser u. = Außentemperatur. Im 2. Turm entstehen dann ca. 95 %  $\text{N}_2\text{O}_4$  und ca. 5 %  $\text{NO}$  plus Luftrest. In dem mit 99 %iger  $\text{HNO}_3$  beschickten Nachoxydator wird das restliche  $\text{NO}$  zu  $\text{NO}_2$  bzw.  $\text{N}_2\text{O}_4$  oxydiert. Aus dem Nachoxydator gehen die Gase ( $\text{NO}_2$  bzw.  $\text{N}_2\text{O}_4$ ) in den Solegaskühler, woselbst das Gas auf  $-5 - 8^\circ$  abgekühlt wird. Hierdurch wird auch die Dampftension der  $\text{HNO}_3$  herabgesetzt, so daß eine entsprechende Menge  $\text{HNO}_3$  ausgeschieden wird. Die hier und im Nachoxydator ablaufende



verdünnte  $\text{HNO}_3$  geht in die Rührwerke zur Herstellung des Rohgemisches für die Druckoxydation. Anschließend geht das Gas in den Hauptabsorptionsturm, in welchem durch conc.  $\text{HNO}_3$  das  $\text{N}_2\text{O}_4$  bei  $-10^\circ$  aufgenommen wird. Der Luftrest wird noch mit Wasser gewaschen und geht dann mit ca. 0,1 - 0,2 % Vol. %  $\text{NO}$  u.  $\text{N}_2$  in die Atmosphäre. Danach gehen die Gase in die Nachabsorption, woselbst mittels verdünnter  $\text{HNO}_3$  (aus Gaskühler u. Oxydationsturm stammend) die von den Gasen mitgeführten  $\text{HNO}_3$ -Dämpfe aufgenommen werden. Die mit  $\text{N}_2\text{O}_4$  beladene conc.  $\text{HNO}_3$  wird dann in Entgasungskolonnen geschickt, in denen das  $\text{N}_2\text{O}_4$  durch Temperatursteigerung bei ca.  $80^\circ$  ausgetrieben wird. Die zurückgebliebene conc.  $\text{HNO}_3$  geht im Kreislauf wieder zum Hauptabsorptionsturm zurück zur erneuten Absorption von  $\text{N}_2\text{O}_4$ .

Das ausgetriebene  $\text{N}_2\text{O}_4$  - Gas wird in Verflüssigern mit  $\text{H}_2\text{O}$  bezw. Kältesole verflüssigt. Von da wird das durch Tiefkühlung verflüssigte  $\text{N}_2\text{O}_4$  in Rührgefäße geschickt, die mit der erforderlichen Menge  $\text{H}_2\text{O}$  bezw. verd.  $\text{HNO}_3$  zur Bildung von conc.  $\text{HNO}_3$  beschickt sind. Dieses Rohgemisch bestehend aus  $\text{HNO}_3$  u.  $\text{N}_2\text{O}_4$  und Wasser geht dann zur Druckoxydation, in der  $\text{O}_2$  mit einem Druck von 50 atü eingeleitet wird. Im Rohgemisch muß etwa ein Überschuß von 20 %  $\text{N}_2\text{O}_4$  vorhanden sein, um bei diesem Oxydationsprozeß eine Konzentration von 98,5 %  $\text{HNO}_3$  zu garantieren.

Die konz.  $\text{HNO}_3$  wird dann wieder in eine Entgasungskolonne geschickt, in der das überschüssige  $\text{N}_2\text{O}_4$  herausgetrieben wird. Die zurückbleibende fertige  $\text{HNO}_3$  wird dann gespeichert.