

000541

Hauptlaboratorium

Tr/Mm.

J.Nr. 43/1/19.

27.1. / 17.2.1943.

Herrn Direktor von A s b o t h .

Betr.: Toka-Anlage.

Auf Grund der bei Herrn Prof. Martin geführten Besprechungen haben wir die Toka-Anlage noch einmal nach den in diesen Besprechungen neu aufgestellten Gesichtspunkten durchgerechnet. Grundsätzlich gegenüber dem früheren Entwurf, der mit Aktenvermerk vom 27.10.1942 festgelegt worden ist, sind Abänderungen insofern getroffen, als nunmehr nicht von Chromnitrat, sondern von Natriumbichromat ausgegangen werden soll. Verändert ist weiterhin der Aufschluß des ausgebrauchten Kontaktes, für den früher eine Glühung mit Soda bei reduzierender Atmosphäre bei 900°C vorgesehen war. Neuere Arbeiten haben ergeben, daß der Aufschluß auch in flüssiger Phase durch Druckkochen mit 30%iger Natronlauge bei ca. 200°C ausgeführt werden kann. Grundsätzlich ist von Herrn Prof. Martin ferner festgelegt worden, daß im allgemeinen die Aluminiumhydratproduktion nicht in der Toka-Anlage durchgeführt werden soll, sondern daß fertiges Aluminiumhydrat von der Firma Hoesch in Düren bezogen werden soll. Ebenso soll der Druckaufschluß des Kontaktes bei Hoesch durchgeführt werden. Um aber die Produktion des Kontaktes vollkommen sicherzustellen, ist von Herrn Prof. Martin angeordnet worden, daß in der Toka-Anlage sowohl eine Druckaufschlußstation wie eine Fällungsstation für das Hydrat eingebaut werden soll, damit jederzeit der gesamte Gang der Kontaktherstellung unabhängig von fremden Firmen bei uns durchgeführt werden kann.

Die Durchführung der Hydratherstellung bei Hoesch dürfte auch noch erstens wegen Personalschwierigkeiten bei Hoesch und zweitens wegen der noch nicht bei Hoesch geklärten Frage der Kohlensäurebeschaffung auf technische Schwierigkeiten stoßen.

Weiterhin ist im Rahmen der von Prof. Martin angeordneten Eigenherstellung des Chromnitrats ein Verfahren bearbeitet

worden, um das bei der Druckkochung gewonnene Chromoxyd in ein für die Kontaktherstellung brauchbares Chromnitrat zu verwandeln. Auch diese Verfahrensgänge wurden in das vorliegende Schema mit eingearbeitet.

Wir haben in der Zwischenzeit außerdem in Zusammenhang mit der Firma Imperial Meissen die Möglichkeit der Filterung des Aluminiumoxyds nach der Fällung mit Drehfiltern geprüft und, wie im Aktenvermerk vom 17.12.42 festgelegt, dabei gefunden, daß diese Filterung durchführbar ist.

Hinsichtlich der Trocknung und Calcinierung des Aluminiumoxyds dürften zwei Möglichkeiten gegeben sein. Einmal wurde von der Firma Wistra der Vorschlag gemacht, das Aluminiumhydrat in geeigneten Schalen durch einen Mehrfachmuffelofen hindurchzutransportieren, der, ähnlich wie die Öfen für das Brennen von Bierflaschen, Porzellanstöpseln u.s.w., gebaut ist. Der Vorschlag hat den Vorzug großer Sicherheit, erfordert aber etwas Handarbeit, da täglich ca. 400 Schalen à 20 l zu füllen wären. Eine Vortrocknung braucht nicht vorgenommen zu werden. Die Ofenanlage wäre billig und ziemlich schnell zu erstellen. Die zweite, von Herrn von Asboth vorgeschlagene Möglichkeit besteht darin, das Aluminiumhydrat zuerst auf beispielsweise einen Walzentrockner vorzutrocknen und es sodann in einer indirekt beheizten Drehtrommel zu brennen.

Die Calcinierung des Kontaktes muß nach unseren Erfahrungen in Ruhe geschehen. Hierfür fällt also die Möglichkeit, in der Drehtrommel zu arbeiten, fort. Ein Mehrfachmuffelofen mit Schalen dürfte hier durchaus geeignet sein. Ein solcher Ofen wurde mit der Wistra besprochen und ein Angebot wird von Wistra bearbeitet. Für die Durchführung der Mischung und Knetung des Kontaktes aus den Komponenten Staub, Aluminiumoxyd, Chromnitrat und Wasser werden Mischer mit Bodenaustragschnecke vorgeschlagen, wie sie von der Firma Gielow & Schlotius, Düsseldorf, gebaut werden. Für die Formgebung selbst sind Kolbenpressen ähnlicher Bauart, wie sie jetzt verwendet werden, bei Pfeleiderer bestellt und werden schon demnächst geliefert. Bei dem Nachteil, viel

Handarbeit erforderlich zu machen, haben sie den Vorteil, daß sie bei dem schwierigen Material sich verhältnismäßig gut in der bestehenden Toka-Anlage bewährt haben. Versuche mit fleischwölfähnlichen Apparaten bei kontinuierlicher Massezuführung zu arbeiten, sind noch nicht abgeschlossen.

Nach diesen einleitenden Bemerkungen sei das Verfahren anhand des beiliegenden Verfahrensschrittes erläutert.

- a) Herstellung von Chromnitrat aus Bichromat.
- b) Herstellung von Chromnitrat aus Chromoxyd.
- c) Lösung von Aluminiumhydrat.
- d) Druckaufschluß des Kontaktes.
- e) Fällung des Aluminiumhydrates.
- f) Kalzinierung des Aluminiumhydrates.
- g) Formgebung und Kalzinierung des Kontaktes.

Das Verfahrensschrittschema ist gerechnet auf die Herstellung von 2,35 t Kontakt pro Tag = 59 t pro Monat = 698 t pro Jahr. Bei einer Kontaktlebensdauer von 4 Monaten braucht die Toka-Anlage 48 Reaktorenfüllungen à 15 cbm = 720 cbm Kontakt, die bei einem Schüttgewicht von 0,75 540 t wiegen. Die vorgesehene Toka-Anlage leistet also das 1,3-fache dieser so errechneten Kontaktmenge. Für die Herstellung dieser Kontaktmengen sind folgende Materialien erforderlich (gerechnet ohne Berücksichtigung von ~~gek~~ Fahrverlusten):

- 1.) 1,92 t  $Al_2O_3$  Molgew. 102 entspr. 3,5 t Alum. Hydrat 55%ig
- 2.) 0,843 t  $Na_2Cr_2O_7 \cdot 2H_2O$  Molgew. 300
- 3.) 0,43 t  $Cr_2O_3$  Mol. Gew. 152 entspr. 2,15 t Chromnitrat  $Cr(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  Molgew. 400
- 4.) 2,71 t NaOH Molgew. 40 entspr. 6,76 t 40%iger Natronlauge
- 5.) 0,544 t  $SO_2$  Molgew. 64 für Reduktion des Bichromats.
- 6.) 0,278 t  $H_2SO_4$  100%ig Molgew. 98 für Reduktion
- 7.) 1,00 t  $H_2SO_4$  für Lösung des unreinen Chromoxyds 100%ig
- 8.) 1,07 t  $HNO_3$  Molgew. 63 für Chromnitratherstellung 100%.
- 9.) 1,49 t  $CO_2$  Molgew. 44
- 10.) 0,07 t Natriumthiosulfat  $5H_2O$  Molgew. 248
- 11.) 0,84 t Soda Mol. Gew. 102

Die Schwefelsäure kann als 75 % Säure angewendet werden. Für die Lagerung soll ein 14-tägiger Vorrat zugrunde gelegt werden. Es wären dann zu lagern;

12 t Natriumbichromat  
7,5 flüss. SO<sub>2</sub>  
24 t 75%ige Schwefelsäure  
95 t 40%ige Natronlauge  
15 t 100%ige Salpetersäure  
50 t gebrauchter Kontakt  
50 t Aluminiumhydrat 55%  
21 t CO<sub>2</sub>  
1 t Natriumthiosulfat 5 H<sub>2</sub>O  
10 t Soda calciniert

Auf die CO<sub>2</sub>-Lagerung sowie auf die HNO<sub>3</sub>-Lagerung kann verzichtet werden, wenn der Anfall beider Produkte auf dem eigenen Werk genügend gesichert erscheint.

a) Herstellung von Chromnitrat aus Bichromat.

Aus dem Lager werden täglich 0,84 t Natriumbichromat über eine Waage einem Lösebehälter zugeführt. Erforderliche Größe des Lösebehälters 6 cbm, der Lösebehälter muß verbleit und ausgemauert sein, er muß mit einem kräftig wirkenden Rührwerk versehen werden. Die Anbringung einer verbleiten Heizschlange ist erforderlich.<sup>\*)</sup> In dem Lösebehälter wird das Bichromat in 3,4 t Wasser gelöst, dem 0,37 t 75%ige Schwefelsäure zugesetzt werden. Die Schwefelsäure ist über einen 500 l Meßbehälter aus dem Schwefelsäurevorratstank zu entnehmen. Nach der Lösung des Bichromats wird mit 0,54 t SO<sub>2</sub> reduziert. Hierbei erwärmt sich die Lösung um ca. 20 - 30°. Zweckmäßige Reduktionstemperatur liegt bei etwa 50 - 70°. Aus dem Reduktionsbehälter wird das Material dann in den Vorfällbehälter gegeben, der gleich-

<sup>\*)</sup> Das SO<sub>2</sub> muß gemessen, verdampft und im Lösebehälter gut verteilt werden. Schlanke Form ist wegen der guten Absorption zu empfehlen.

falls verbleit und ausgemauert ist, da er im sauren Gebiet korrosionsbeständig sein muß. Es ist hier ein 25 cbm - Behälter vorgesehen mit einem gut wirkenden Rührwerk. In ihm wird die reduzierte Lösung mit einer dünnen Sodalösung unter kräftiger Rührung versetzt, und zwar werden 0,84 t Soda in 12 cbm Wasser gelöst zugeführt. Man benutzt hierfür im allgemeinen die aus der Fällung des Aluminiumhydrats stammende Sodalösung. Aus dem Vorfällbehälter wird mittels einer Pumpe, beispielsweise Größel-Panzer-Pumpe, das Material in den Hauptfällbehälter gegeben. Der Hauptfällbehälter ist mit einer Dampfschlange versehen und gleichfalls mit einem Rührwerk. Hier wird durch Zugabe von Natronlauge das im Vorfällbehälter ausgefällte Chromhydroxyd zu Chromit gelöst und dann durch Kochung zur Ausflockung gebracht. Das ausgefällte Material wird sodann über ein Drehfilter filtriert. Eine gute Kühlung muß erfolgen.

Da wegen der Alkalität der Lösung das Drehfilter mit PC-Tuch bespannt ist, muß die Filtration bei max. 50°C durchgeführt werden. Das im Nachfällbehälter ausgefällte Material wird in eine ausreichende dimensionierte Maische abgezogen, die mit Rührwerk, Kühlschlange (ca. 30 m<sup>2</sup>) und Kühlmantel versehen ist. Aus dieser Maische wird das Material mittels Pumpe in den Trog des Drehfilters gedrückt. Vom Drehfilter fällt das Material in eine Heißmaische, in der es mit Kondensatwasser versetzt und mit Dampf aufgekocht wird. Von der Heißmaische geht das Material sodann wieder in die Kühlmaische, wird abgekühlt und geht wieder auf das Drehfilter. Diese Anordnung ist vorgesehen, weil erfahrungsgemäß bei gleicher Kühlung und Heizung in einem Topf die Kühl- bzw. Heizschlangen unerträglich starken Korrosionen unterworfen sind und weil außerdem eine zweite Maische sowieso als Ausweichgefäß gebraucht wird. Die Washung ist vier mal durchzuführen, der Kondensatverbrauch beträgt 8 cbm pro Maischg. zuzüglich 4 cbm für die Nachwaschung auf dem Filter, so daß im ganzen hier 50 cbm Wasser pro Tag verbraucht werden. Es wird empfohlen, an dieser Stelle chlorfreies Kondensat zu nehmen, da chlorhaltiges Kondensat sich bei der nachfolgenden Lösung des Chromhydroxyds in Salpetersäure unter Bildung von Königswasser unangenehm korrodierend auswirken würde. Nach

der vierten Waschung und Filterung geht das Chromhydroxyd in 2 Lösebehälter. Es wird gerechnet, daß die 0,43 t Chromoxyd 900 kg Wasser enthalten. Sie werden mit 1,07 t 100%iger Salpetersäure gelöst und enthalten dann gerade das Chromnitrat in der Konzentration, wie es für die Anteilung mit dem Aluminiumhydrat notwendig ist. Bei der Konstruktion der Lösebehälter ist auf die starke Korrosion Rücksicht zu nehmen. Es wird daher vorgeschlagen, die Lösetöpfe aus salpetersäurefestem Deutromaterial zu bauen und außerdem zu emaillieren. Die Emaillierung ist erforderlich, weil der Kontakt sehr eisenempfindlich ist. Es sind 2 Lösetöpfe vorgesehen, die mit einem Heizmantel zu versehen sind. In den Töpfen ist ein Rührwerk anzuordnen. Als Größe der Töpfe werden 2,5 cbm ausreichend sein. Zwischen Filter und Lösebehälter wird vorgeschlagen, ein Lager für 1,2 t  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , entsprechend ca. 4 t feuchtem Chromhydrat, das etwa 40 cbm Raum einnimmt, zu errichten. Am zweckmäßigsten wird es sein, das Material in Beetform etwa 4 m lang, 80 cm breit, in einem mit Industriefliesen ausgelegten Raum zu lagern. Der Raum ist mit guter, heizbarer Belüftung zweckmäßig durch entsprechend groß dimensionierten Thermonez zu versehen, damit eine Trocknung des Materials erreicht wird. Das Chromnitrat lagert direkt im Lösebehälter bis die es im Mischer verbraucht wird, wobei der Lösebehälter beheizt wird. Für die Heizung ist eine Regelung vorzusehen, so daß Temperaturen von 60 - 70° in den Kesseln gehalten werden.

b) Herstellung von Chromnitrat aus Chromoxyd.

Der eben geschilderte Arbeitsgang der Herstellung des Chromnitrats aus Natriumbichromat wird beim Anfahren der Anlage und weiterhin lediglich zur Deckung der Chromverluste durchgeführt. Normalerweise wird das Chromnitrat aus dem Chromoxyd hergestellt, das bei der Auflösung des ausgetragenen Kontaktes in heißer Natronlauge ungelöst bleibt. Nach der Druckkochung, auf die unter Punkt 4 näher eingegangen wird, wird die das Chromoxyd in suspendierter Form

enthaltende Natriumaluminatlösung in die Kühlmaische des gleichen Drehfilters gebracht, das für die Chromhydratfiltration aus Bichromat verwendet wird. Nach entsprechender Kühlung auf max. 50° wird die Aluminatlösung auf dem Drehfilter abfiltriert. Das Filtrat geht in einen 50 cbm-Lagerbehälter und wird hier gestapelt. Das Chromoxyd geht in die Heißmaische, wird hier mit 8 cbm Wasser je Waschung versetzt und dann über die Kaltmaische wieder auf das Drehfilter gegeben, genau wie oben beim Hydrat geschildert. Hier kann als Waschwasser ohne weiteres Ruhrwasser genommen werden. Nach vollendeter Waschung wird das Material vom Drehfilter mittels eines Becherwerkes über ein ähnlich eingerichtetes Zwischenlager wie es für das fertige Chromhydrat vorgesehen ist, in den Lösebehälter, der für Lösung und Reduktion des Bichromats verwendet wurde, gebracht. Das Chromoxyd enthält etwa 0,035 t Eisenoxyd, 0,035 t Aluminiumoxyd, 0,43 t Chromoxyd und 0,84 t Wasser. Im Lösebehälter wird es mit 1,12 t 75%iger Schwefelsäure versetzt, wobei kräftig gerührt wird. Die Schwefelsäure ist vor dem Eintragen des Chromoxyds schon in den Lösebehälter zu geben. Mittels der Heizschlange wird die Lösung auf über 100°C erwärmt. Auf den Abzug des Schwadens aus dem Lösebehälter bei diesem Kochprozeß ist besonders Rücksicht zu nehmen. Der Behälter ist mit einem sehr kräftig wirkenden Rührwerk zu versehen, da das Chromoxyd die Eigenschaft hat, ziemlich stark zu verbacken und daher zerschlagen werden muß. Nach Auflösung des Chromoxyds werden von Hand ca. 70 kg Natriumthiosulfat in den Behälter gegeben. Hierbei wird das Eisen zu zweiwertigem Eisen reduziert. Die Reduktion verläuft nach den bisherigen Beobachtungen innerhalb weniger Minuten. Das Chrom bleibt als dreiwertiges Chrom erhalten. Aus dem Lösebehälter geht das Material sodann in den Vorfällbehälter und wird hier mit 0,84 t Soda und 12 t Wasser vorsichtig unter starkem Rühren versetzt. Das Chromhydroxyd fällt aus, das Eisen aber bleibt als zweiwertiges Eisen in Lösung, wenn ein PH-Wert von 4,5 nicht überschritten wird. Das Material wird dann mittels der Größel-Panzer-Pumpe über eine Holzfilterpresse filtriert. Holz wird vorgeschlagen, weil die Lösung in diesem Stadium noch schwach sauer ist und eine eiserne Presse angreifen würde. Gummierte Pressen u.ä.

werden aber schwer zu beschaffen sein. Die aus der Presse ablaufende Lösung enthält das zweiwertige Eisen. Sie geht in das Abwasser, nachdem sie vorher noch vollständig neutralisiert worden ist. Diese Neutralisation findet zweckmäßig in einem Klärbecken statt, in dem sich auch etwa nicht ausgefälltes Chromhydroxyd noch absetzen würde und dadurch gewinnbar wäre. Das in der Filterpresse abgeschiedene Chromhydroxyd wird in einer gummierten Maische aufgemaischt und von dieser mittels der Gröppel-Pumpe in den Nachfällbehälter gegeben. Im Nachfällbehälter wird das Chromhydroxyd, nachdem es durch das Rührwerk gut im Wasser verteilt ist, bei ca. 40 - 50° mit 0,21 t NaOH entsprechend 530 kg 40%iger Natronlauge versetzt, die aus dem Vorrattank über einen Meßbehälter entnommen wird. Die so alkalisierte Lösung wird sodann zum Kochen gebracht, wobei das Chrom als gut filtrierbares Chromhydrat ausflockt. Die Filtration dieses Materiales geschieht, genau wie bei der Herstellung des Chromhydrates aus Bichromat schon beschrieben, über dem gleichen Drehfilter und in der gleichen Kühl- bzw. Heißmaische wie dort. Es ist noch zu bemerken, daß Behälter, in denen die Auflösung des Chromhydrats mit Salpetersäure stattfindet, mit einem guten Abzug wegen der entstehenden Nitrose zu versehen sind.

c) Lösung des Aluminiumhydrats.

Wir kommen jetzt zur Auflösung des Aluminiumhydrats. Es ist vorgesehen, eine Charge von jeweils 1,92 t  $Al_2O_3$  entsprechend 3,5 t 55%iges Aluminiumhydrat in einem Autoklaven zu lösen. Für die Lösung wird eine Temperatur von 120 - 130° gebraucht werden, doch ist der Autoklav für 20 atü Betriebsdruck ausgelegt, weil vorgesehen ist, daß in ihm auch der Aufschuß des gebrauchten Kontaktes durchgeführt werden soll. Die 3,5 t Aluminiumhydrat werden in dem Autoklaven mit 6,76 t 40%iger Natronlauge und 2,3 t Wasser versetzt und dann bis zur völligen Lösung gerührt. Um eine schnelle Abkühlung des Materials zu bewirken, ist vorgesehen, auf dem Autoklaven einen Rückfluskkühler anzubringen, der etwa 400 kg Dampf niederschlägt und daher bei etwa



20 cbm Wasserbedarf 6 qm Kühlfläche zu enthalten hat. Die auf ca. 100° heruntergekühlte Lösung wird über die oben schon erwähnte Kühlmaische und das oben ebenfalls schon erwähnte Drehfilter filtriert, falls die Lösung nicht vollständig klar ist. Im anderen Falle kann sie auch direkt mit der Pumpe, die das Filtrat aus dem Drehfilter in den 50 cbm Aluminattank fördert, dorthin gegeben werden.

d) Druckaufschluß des gebrauchten Kontaktes.

Der Druckaufschluß des gebrauchten Kontaktes wird grundsätzlich genau so ausgeführt wie der Aufschluß des Aluminiumhydrates; nur daß statt 3,5 t 55%iges Hydrat 2,35 t gebrauchter Kontakt in den Autoklaven gebracht werden und daß die Aufschlußtemperatur wegen der schweren Löslichkeit des geglühten Aluminiumoxyds nicht mehr bei 120 sondern bei 200°C liegt. Die Dauer der Kochung beträgt 2 - 6 h. Der Kontakt ist mittels eines Wagens aus dem Lager zu entnehmen und zu wiegen. Im Lager ist eine Mühle vorzusehen, damit stets ausreichende Mengen gemahlener Kontakt vorrätig sind. Nach vollständigem Aufschluß wird, wie beim Aluminiumhydrat, mittels des Rückflußkühlers die Hauptwärmenmenge weggenommen. Die Filtration erfolgt dann wie oben unter b) beschrieben.

e) Fällung des Aluminiumhydrates.

Die aus der Auflösung des flüssigen Aluminiumhydrates oder der Druckkochung des Kontaktes stammende Aluminatlösung wird aus dem 50 cbm Lagerbehälter in den 25 cbm Fällbehälter herübergenommen, und zwar wird jeweils eine Menge, die 1/3 der Tagesleistung, d.h. 0,64 t bei  $Al_2O_3$  entspricht, in den Behälter eingebracht. Die 0,64 t  $Al_2O_3$  entsprechen  $\frac{0,64 \times 80}{100} = 1,8$  920<sup>g</sup>kg NaOH. Da die Fällung in einer 5%igen Lösung, gerechnet auf Natronlage, stattfinden soll, muß der Rührwerksbehälter auf 18,5 cbm mit Wasser aufgefüllt werden. Die Fällungstemperatur ist wichtig. Sie muß ca. 28°C betragen. Da bei der Fällung pro Ansatz 220 000 WE Wärme frei werden, ist für eine gute Kühlung zu sorgen. Es wird vorgeschlagen, den Fällbehälter

mit einem Kühlmantel und einer ausreichenden Kühlschlange mit ca. 40 - 50 qm Kühlfläche zu versehen. Ferner ist ein gut wirkendes Rührwerk anzuordnen und eine gute Verteilung für die bei der Fällung eingeleitete Kohlensäure. Pro Fällung werden theoretisch 0,5 t CO<sub>2</sub> gebraucht. Nach unseren bisherigen Beobachtungen geht aber ein großer Teil der Kohlensäure infolge schlechter Absorption verloren. Man sollte also an dem Behälter ein Umlaufgebläse anbringen, das die nicht absorbierte Kohlensäure absaugt und wieder in den Behälter eindrückt. Nach beendeter Fällung wird die Suspension direkt vom Fällbehälter in den Trog eines Drehfilters abgelassen, das mit einem PC-Faser-Tuch bespannt ist. Die Filtration findet bei einer Fällungstemperatur von ca. 30°C statt. Die ablaufende Lauge geht in einen Vorratsbehälter und wird hier gestapelt. Sie stellt eine ca. 6%ige Sodalösung dar. Ein Teil, und zwar ca. 1/3 dieser Lösung wird im eigenen Betrieb für die Ausfällung des Chromhydroxyds gebraucht, 2/3 der Sodalösung ~~wird im eigenen Betrieb für die Ausfällung des~~ haben bisher keine Verwendung. Man könnte sie vielleicht in anderen Teilen des Betriebes verwenden, beispielsweise für eine alkalische Nachabsorption der Nitrose in der Salpetersäure-Anlage. Eine Kaustifizierung dürfte weniger empfehlenswert sein, da die Lösung doch verhältnismäßig dünn ist und für die in der Toka-Anlage durchgeführten Arbeiten in höherer Konzentration gebraucht wird, so daß zu der Kaustifizierung noch eine Einkochung nötig würde. Das vom Drehfilter kommende Aluminiumhydrat wird in einer 15 cbm - Maische mit Ruhrwasser angemaischt, zum Kochen gebracht und über einem zweiten Drehfilter mit Baumwollbespannung filtriert. Der Trogrückstand dieses Filters geht in die oben erwähnte 1. Maische zurück. Das Filtrat geht ins Abwasser. Der Filterkuchen wird in einer nachgeschalteten Maische wieder aufgemaischt, gekocht und von neuem filtriert. Es erfolgen im ganzen 5 Waschungen. Pro Waschung werden 12 m<sup>3</sup> Wasser in der Maische gebraucht und 5 cbm Wasser auf dem Filter, im ganzen also 17 cbm. Bei 5 Waschungen ist also der Verbrauch 85 cbm Wasser. Da dieser Verbrauch auf jeder Schicht eintritt, ist der Gesamtverbrauch 250 m<sup>3</sup> Wasser an dieser Stelle.

Die Maischen sind mit sehr gut wirkenden Rührwerken versehen, da im Betrieb immer wieder beobachtet wurde, daß es nicht einfach ist, daß Aluminiumoxyd wirklich gut in der Maische zu verteilen. Die Maischen müssen ferner abwechselnd in Gebrauch sein, entsprechend muß also die Abnahme vom Drehfilter ausgebildet werden. Die Aufkochung kann durch direkten Dampf erfolgen. Als zweckmäßiger Inhalt werden  $15 \text{ m}^3$  vorgeschlagen.

f) Kalzinierung des Aluminiumhydrates.

Nach vollendeter Waschung geht das Aluminiumhydrat zur Kalzinierung. Das Aluminiumhydrat enthält 70 - 80 % Wasser. Nach einem Vorschlage der Wistra soll dieses Material in Sinterchromalschalen gestrichen werden, wobei eine Füllhöhe von 4 cm vorgesehen ist. Dabei können auf dem Quadratmeter bei 4 cm Aufstreichhöhe 44 kg nasses Material untergebraucht werden, die bei 80 % Wasser 8,8 und bei 70 % Wasser 13,2 kg  $\text{Al}_2\text{O}_3$  enthalten. Bei der Vortrocknung bis ca.  $240^\circ\text{C}$  entweichen etwa 80 - 90 % des Wassers, so daß das Produkt vor dem Eintritt in die Kalzinierung noch ca. 20 % Wasser enthält. Bei der Kalzinierung muß das Material mindestens 2 h lang  $700^\circ$  erreichen. Die Wistra schlägt für die Durchführung einen Mehrfachmuffelofen vor, in dem beispielsweise 4 Muffeln übereinander in 2 - 3 Reihen nebeneinander angeordnet sind. Auf den Muffeln lagern Kugeln, über die die Schalen verhältnismäßig leicht fortgeschoben werden können. Jede Muffelreihe ist für sich beheizt, so daß eine sehr sorgfältige Temperatureinstellung möglich ist. Bei einer derartigen Anordnung wird bei beispielsweise  $800^\circ$  Kuppeltemperatur in der Muffel im Aluminiumoxyd bereits nach 30 Min. eine Temperatur von  $700^\circ$  erreicht, falls eine ausreichende Vortrocknung erfolgt war. Bei dem Glättstreichen des Aluminiums dürfte ein Verlust an Material kaum infrage kommen. Ein entsprechendes Angebot wird von der Wistra gemacht. Der Ofen würde etwa die Abmessungen 3 m breit, 3 m hoch, 10 - 12 m lang haben. Für den Tagesbedarf müßten ca. 400 Schalen mit je 20 l feuchtem Aluminiumhydrat gefüllt werden, d.h., pro Schicht 130 Schalen oder pro Stunde 15 Schalen, eine Leistung, die voraussichtlich ein bis höchstens zwei Mann bewältigen können. Das Einschieben in

~~000550~~  
000552

den Ofen geschieht mit Hilfe einer geeigneten mechanischen Vorrichtung.

Eine zweite Möglichkeit der Kalzinierung des Aluminiumoxyds ist von Herrn von Asboth vorgeschlagen. Sie besteht darin, daß das Aluminiumoxyd auf einem Walzentröckner vorgetrocknet wird. Hierbei erreicht es einen Wassergehalt von 30 - 35 %. Es würde sodann in einer Drehtrommel mit Außenheizung, ohne daß die Feuergase mit dem Material in Berührung kommen, kalziniert werden. Beide Kalzinierungsarten erscheinen technisch ausführbar. Der Wisstra-Vorschlag dürfte in den Anlagekosten billiger und wahrscheinlich schneller zu erstellen sein. - Von der Kalzinierung geht das Material über eine Hammer-Mühle auf das Lager, das für 25 - 30 cbm vorzusehen ist.

g) Formgebung und Kalzinierung des Kontaktes.

Vom Lager aus geht das Material in die Knetvorrichtungen. Als Knetvorrichtung wurde von Herrn von Asboth und Dr. Tramm in Düsseldorf-Heerdt ein Mischer der Firma Gielow & Schlutius mit Bodenaustragschnecke besichtigt, der geeignet erscheint, Herr Gielow wollte allerdings auch ein Angebot auf einen aufklappbaren Mischer machen. Die Mischer müssen mit V<sub>2</sub>A ausgekleidet sein. Es ist vorgesehen, zwei 600 l Mischer zu verwenden, die mit jeweils 215 kg Chromnitrat, 192 kg Aluminiumoxyd, 100 kg Staub und 20 kg Wasser chargiert werden. Im ganzen sind 10 derartige Chargen zu machen, so daß die Laufzeit jeder Charge 2,5 Std. ist. Die in dem früheren Bericht vorgeschlagenen Pfeleiderer-Mischer haben den Nachteil, daß sie keine Bodenentleerung haben. Außerdem hat die Firma Gielow & Schlutius uns zugesagt, die Mischer verhältnismäßig kurzzeitig liefern zu können. Die Mischer sind heizbar eingerichtet. Aus den Knetern gelangt das Material in die Pressen. Es ist z.Zt. noch nicht klar, ob eine Strangpresse nach Art eines Fleischwolfes mit Förderschnecke hier verwendet werden kann. Die in der Toka-Anlage z.Zt. in Anwendung befindlichen Kolbenpressen sind für das zähe Material jedenfalls geeignet. Wie mir von D'dorf-Heerdt mitgeteilt wurde, wird auch für

das Ziehen von keramischer Rohrmasse, die ähnlich zäh ist wie das Toka-Material, eine Kolbenpresse verwendet, da sich hier die kontinuierliche Fleischwolf-Strangpresse noch nicht gut bewährt hat. In der Kolbenpresse ist das Material in ca. 6 mm starke Würstchen zu formen. Der erforderliche Preßdruck beträgt ca. 150 atm. Die Stränge sind direkt auf Sischromalblech zu lagern, wobei eine Schichthöhe von 2 - 3 cm eingehalten werden kann, das bedeutet, daß auf 1 qm Blech ca. 34 kg unzersetzte Kontaktmasse galagert werden können. Die Zersetzung der Kontaktmasse kann in einem Muffelofen ähnlicher Konstruktion vorgenommen werden wie für die Aluminiumhydratherstellung vorgeschlagen. Der Ofen muß eine Vorzersetzerzone enthalten, in der das Material ca. 2 h bei etwa 200° behandelt werden muß. Es sind Versuche durchgeführt worden, die Vorzersetzung abzukürzen dadurch, daß das Material schnell auf hohe Temperatur gebracht wurde. Es hat sich aber gezeigt, daß der Kontakt hierbei seine Struktur verliert und mürbe wird. Anschließend an die Vorzersetzerzone kann das Material in gleichfalls etwa 2 h von 200 auf 600° aufgeheizt werden und muß dann weitere 2 h bei 600° kalzinieren. Eine Abkürzung dieser Zeit ist ohne Aktivitätsminderung nicht möglich. In der Vorzersetzerzone verliert das Material etwa 28 % seines Gewichtes an Nitrose und Wasser, in der Aufheiz- und Kalzinierzone weitere 9 %, so daß im ganzen, gerechnet auf das Einsatzmaterial, 37 % Kalzinierverluste eintreten. Der Kalzinierofen wird etwa 18 m lang, 3 m hoch und 3 m breit. Aus ihm gelangt das Material in einen Brecher, der so ausgebildet ist, daß aus den nunmehr fertig kalzinieren Strängen möglichst viel Korn zwischen 4 - 8 mm entsteht. Der Holliger-Brecher ist nach unserer Ansicht nicht besonders geeignet, hier müssen noch geeignete Apparate ausprobiert werden. Nach dem Brecher wird abgeseibt, und zwar auf Überkorn, das wieder in den Brecher zurückgeht, über 8 mm Fertigkorn, 4 - 8 mm und Unterkorn unter 4 mm. Das Unterkorn wird in einer Mühle auf Korn unter 0,5 gemahlen und der Kontaktmetung zugeführt. Die 4 Mahlvorrichtungen für gebrauchten Kontakt, für fer-

000554

14 -

tigen Kontakt, für Kontaktstaub und für Aluminiumoxyd sind bei der Durcharbeitung der Anlage möglichst in einen Raum zusammenzuziehen. Eine gute Entstaubung ist vorzusehen.

Als Bedienungspersonal werden alles in allem ca. 60 Mann gebraucht. Entsprechende Unterkunftsräume wären vorzusehen.

000000