

000555

Aktennotiz

über die Besprechung mit

intern

in Koltzen

am 2. 12. 42 19

Anwesend:

Martin,
Hagemann,
Asboth,
Ribus,
Gehrake,
Schwarz,
Schnur,
Tapp,
Kottig,
Spiske,
Tramm.

J.-Nr. 42/12/2.Verfasser: Tr. Tramm

Durchdruck an:

Prof. Martin
Dr. Hagemann
Hr. v. Asboth
Hr. Gehrake
Hr. Kottig
Hr. Ing. Spiske
Hr. Tramm

Zeichen: Datum:

Abt. HL-Pr. Bm. 2.12.1942.

Betrifft: Reaktor-Anlage.

Die Frage des chromfreien Materials für die Herstellung der Reaktoren wird besprochen. Alle bisher zur Verfügung gestellten Materialien haben bei einer über 20-stündigen Beanspruchung bei 540°C versagt und die typischen Aktivierungserscheinungen gegenüber der Reaktionsperiode und Bildung von Rost in der Ausbrennperiode. Lediglich das z. St. der Sitzung in Prüfung befindliche Material 7911/3 der Leytchen Röhrenwerke hat eine 40-stündige Beanspruchung bei 540°C ausgehalten und wird anschließend noch bei 560°C geprüft. Die Kohlenstoffabscheidung ist etwas niedriger als beim Dichromal 8, eine Aktivierung ist bei diesem Material bisher nicht zu beobachten. Die betrieblich auftretende Oberflächentemperatur wird mit mindestens 560°C angegeben. Eine Prüfung der Materialien im Versuchsbetrieb ist nach Ansicht von Tramm unerwünscht, da die Gefahr besteht, daß eine einmal einsetzende Aktivierung, beispielsweise durch lokale Überhitzung infolge der dabei eintretenden Rostbildung weiterhin zu lokalen Kohlenstoffabscheidungen und damit zu Überhitzungen der einmal lödierten Stelle und endlichen Zerstörung führt. Dichromal 8 bietet, wie die Betriebserfahrungen zeigen, gegen diese Erscheinungen in fast allen Fällen ausreichende Sicherheit. Neue Materialien müssen aber in dieser Richtung erst geprüft werden. v. Asboth teilt mit, daß die Hälfte der Reaktoren nunmehr in Dichromal 8 bestellt ist, so daß also zumindest für die halbe Kapazität der Anlage durch evtl. andere Materialwahl keine Verzögerung in der Inbetriebnahme eintreten wird. Ein Schützen des Materials, beispielsweise durch Aussauerung der Öfen mit keramischem Material, ist nicht möglich, da nach den vorliegenden Voraussetzungen

Blatt 2 zur Aktennotiz vom 2.12.1942.

Im brasilianischen Material immer unerwünschte Kollidstoffabscheidungen vorgekommen sind.

Weiterhin wird die Herstellung des Kontaktes besprochen. Vorgelesen ist eine Herstellung, die sich anstandslos an die bestehende Fok-Anlage anlehnt. Der Gang der Herstellung des Kontaktes wird von Tramm kurz geschildert. Ein etwa 55 liges Aluminiumoxydhydrat (Lieferant: Hoechst, Düren) wird in 1 l iger heißer Nitronlösung unter Verwendung eines 50 l igen Übersäusses gelöst. Die Lösung wird klar filtriert nach Verdünnung unter ganz bestimmten Temperaturbedingungen und in bestimmter Zeit mit Salpetersäure gefällt, um ein stärkeartiges Produkt zu erhalten. Die Fällung wird gewaschen, und zwar ist Beachtung bis zur Alkali-Freiheit vorzugeben. Das Aluminiumoxydhydrat wird schon bei 250° getrocknet und bei 700° kalziniert. Das kalziniertere Material wird gemahlen und nach der Mahlung in einem gut abgedichteten Netzwerk mit festem, kristallisiertem Chromoxyd unter Zugabe von fertigem Kontaktsaub bis zur plastilinartigen Konsistenz vermischt. Diese Masse wird durch Strangpressen in 5 mm Stränge geformt, die bei 600° kalziniert werden. Eine Regenerierung des Kontaktes ist in der Form vorgegeben, daß in Gegenstück zum üblichen Chromoxydschlus hier nach Verheilung des Kontaktes mit Kalzinierter auch die Masse z.B. in Brikettform regeneriert bei 900° 2 h lang getrocknet wird. Das getrocknete Material wird in 5 l iger Nitronlösung gelöst, durch Zentrifugieren vom unverändert gebliebenen Chromoxyd getrennt und es nach erhaltenen eisenfreien Aluminatlösung das Aluminium in üblicher Weise direkt wieder als aktives-Hydroxyd gefällt. Es ist vorgegeben, das Chromoxyd zur Aufarbeitung an die IG. Verlangen zu schicken, es besteht aber die Möglichkeit, das Material auch hier durch direktes Lösen in Salpetersäure wieder in Chromnitrat zu verwandeln. Derartig von uns regenerierte Kontakte haben einwandfreie Aktivitätsproben ergeben.

Martin glaubt, daß dieser Herstellungsengang so kompliziert ist, daß daran das ganze Verfahren scheitern könnte. Besondere Bedenken bestehen gegen die Regenerierung. Es soll sehr schwierig sein, derartige Aufschlüsse in kleinerem Maßstabe (hier kommen 2 t Material/Tag zum Aufschluß) durchzuführen. Auch v. Asboth hält das Brennen bei 900° für besonders unangenehm. Tramm ist nach den gemachten Erfahrungen der Ansicht, daß keine besondere Schwierigkeit bei diesem Verfahren besteht. Bei einer Brenndauer von 2 h würde man einen Ofen etwa 10 mal am Tage chargieren können, der einen Glühraum von etwa 1 cbm haben müßte. Da die Brikette in keiner Weise zerlaufen, könnten sie wahrscheinlich ohne jede Umhüllung direkt auf Rollwagen gestapelt in den Ofen ein- und wieder ausgefahren werden.

v. Asboth glaubt, daß die Fällung schwierig ist, zumal nach seiner Ansicht ein ungeheurer Aufwand an Filtern und an Waschwasser notwendig ist. Die Fällung hat betrieblich bisher keine Schwierigkeiten gemacht. Tendet man nur kleine Frischwasser ohne jede Gegenstromführung an, so werden 600 cbm Koch-

Seite 3 zur Aktennotiz vom 2.12.42.

densat bzw. saulfreies Wasser pro Tag gebraucht. Bei vernünftiger Anwendung des Gegenstromprinzips wird man auf etwa 200 cbm herunterkommen. Tramm teilt mit, daß in der neuesten Entwicklung Möglichkeiten geprüft werden, den Wasserbedarf auch noch weiter heruntersetzen. Um aber vollkommen sicher zu gehen und bei der ersten Anlage keinerlei unergiebte Experimente zu machen, ist der hohe Wasseraufwand vorgeschlagen worden.

Bei der Trocknung und Salzinierung bestehen nach Ansicht v. Asboth's geringste Bedenken, dagegen glaubt Ritus, daß hier die Staubbilddung doch erhebliche Schwierigkeiten mit sich bringt. Auch hier sind betrieblich in der bestehenden Anlage keine Schwierigkeiten aufgetreten. Für außerordentlich schwierig hält v. Asboth das Problem der Knetung und Formgebung, besonders weil hier für ca. 600 000 RM V.A.-Geräte gebraucht werden, besonders diese Summe zustande kommt, wird nicht näher erläutert; gebraucht werden nach dem Aktenvermerk vom 2.7.42 5 Inst. à 120 l Inhalt mit V.A.-Bekleidung, die aber schon eine reichliche Reserve enthalten und zwei V.A.-ausgekleidete Pressen, wobei 1 Presse in Reserve stehen müßte. Die Auswahl der Konstruktion dieser Presse ist noch immer unklar, jedoch sind eine Reihe von technischen Möglichkeiten gegeben, zwischen denen entschieden werden muß. Der V.A.-Bedarf wird also, auch wenn noch ein Eindampfer für Konzentratlage gebraucht wird, ca. 1 - 2 t kaum überschreiten.

Weitere Bedenken wurden erhoben gegen die Zersetzung des Kontaktes bei 600°. In der bestehenden Toka-Anlage ist diese Zersetzung ganz einwandfrei und leicht gegangen. Die Bedenken wurden allerdings nicht näher spezifiziert.

Martin äußert den Wunsch, die Regenerierung wesentlich zu vereinfachen evtl. durch ein saures oder alkalisches Aufvermahlen des Kontaktes und anschließend Aufformung unter Quarz von kleinen Mengen Chromnitrat bzw. Aluminiumnitrat. Anstelle von Chromnitrat empfiehlt Martin Bariumbichromat. Tramm und Lottig berichten über Versuche, die unter Verwendung von Chromoxyd aus Ammoniumbichromat durchgeführt worden sind und die an sich zu guten, aber nicht formfesten Kontakten geführt haben. Die Formfestigkeit ist immer wieder durch das Chromnitrat bedingt. Aluminiumnitrat versagt vollständig und gibt inaktive Kontakte. Die Chromnitratmenge ist heute so weit reduziert, daß sie praktisch nur noch durch die Festigkeit des Kontaktes gegeben ist. Eine Reduzierung der Chromnitratmenge unter den heute verwendeten Betrag setzt die Formfestigkeit des Kontaktes herab und eröffnet damit die Gefahr der Staubbildung und unregelmäßigen Gasführung in den Reaktoren, die bekanntlich die glatte Funktionieren der Anlage, wie aus den Versuchsberichten über die Toluolherstellung hervorgeht, vollkommen infrage stellen können. Auf eine Mitverwendung von Chromoxyd aus Ammoniumbichromat wurde daher verzichtet.

Hagemann betont, daß die Kontaktfabrik 4 Monate vor der Toluol-anlage anlaufen muß, d.h., allerspätestens am 1. Mai 1943 fertig

000558

Seite 4 zur Aktennotiz vom 2.12.1942.

sein muß. Der Termin erscheint Hagemann so außerordentlich knapp, daß er dringend vor jeder Maßnahme warnt, die irgendwie eine Verzögerung bringen kann. Da die bestehende Anlage technisch recht gut läuft und einwandfreien Kontakt zu geben scheint, so wird von Hagemann und Braun vor Änderungen gewarnt, die nur durch Verzögerungen des Laufs zu erwarten sind. Asbeth erklärt dagegen, daß bis zum 15.12.42, ohne daß die Gefahr einer solchen Verzögerung besteht, noch Änderungen gemacht werden können. Bestellungen sind bislang noch nicht vorausgegeben. Martin bittet darauf als ungewissen, noch einmal zu überlegen, welche Änderungen ohne Gefährdung der Sicherheit getroffen werden können. Er beauftragt ferner Braun, sich gemeinsam mit Steffe bei den Delvay-Werken nach den Präparaten für Ammoniumbichromat zu erkundigen, das wegen der guten Lagerfähigkeit als Ausgangsmaterial günstiger erscheint als Chromnitrat und Fernerzin zu klären, ob nicht die Herstellung eines einwandfreien Aluminiumoxyds, das nicht erst wieder aufgefällt werden braucht, von einer der Aluminiumoxyd herstellenden Firmen möglich ist.