

450000287

Materialprüfungsbetrieb Lu 510

30.12.

TA/N-Bg - Lu 10

Auftrag Nr. 359-032

Komm.-Nr. 79528/1401

1928 A - 45

Prüfungsbericht (9. Nachtrag)

TA/Mat/Fk-Lu 510 15. Sept. 1944.

Verhalten verschiedener Werkstoffe in CO- und H₂-haltigen Synthesegas.

Verkäuflicher Bericht vom 16. 4. 1940

1. Nachtrag dazu	"	25. 10. "
2. "	"	20. 2. 1941
3. "	"	3. 7. "
4. "	"	15. 4. 1942
5. "	"	1. 12. "
6. "	"	28. 1. 1943
7. "	"	20. 5. "
8. "	"	6. 9. "

Prüfungsbestellung des Herrn Obering. Berger vom 8. 8. 1939.

Aufgabe:

Es lagen folgende Proben zur Untersuchung vor:

- 1) Abschnitt eines rissigen Kaltgasringes vom Rest Ofen 74, bez. R.
- 2) Angriffsproben aus folgenden Werkstoffen, eingebaut in Versuchsofen Nr. 1, Op 7 über 42 Tage bei 410-440°C in Butylkreislaufgas:

Sicromal 85 A	(10 % Cr, 17 % Mn)
V2A E	(18 % Cr, 8 % Ni, 1 % Si)
K4 MS	(1,3 % Mn, 1,3 % Si)
DCT 5	(20 % Cr, 10 % Ni)
Chronifar	
N5A inkromiert	
N8A	
N9A	

- 3) Zwei Abschnitte eines verzinkten Roststabes, der in Oppau während drei Fahrten eingebaut gewesen war und sich offensichtlich gut gehalten hat.
- 4) Angriffsproben aus folgenden Werkstoffen, eingebaut in Op in Ofen Nr. 2:

ZF 30 P	(28 % Cr, < 0,07 % C)
V2A E	
V 17 F	(17 % Cr, 0,1 % C)
N 10	
N 9	
N 8	
N 8 A	
N 8 V	

450000208

N 5
H 5 A
X 5 V
S 3

- 5) Eine Angriffsprobe, gezeichnet Jk 1 Deutro (angeliefert am 15.10.43), von der die schriftlichen Unterlagen in Oppau vorbragt sind. 93 Tage in Kammer E unter dem Rest eingebaut bei 440°C und 240 atü.
- 6) Zwei Rohrabschnitte, 120/170 mm \varnothing aus M8- und zwei weitere Abschnitte aus M9-Werkstoff, beide aus Verbindungsleitung Vorheiz-Ofen, 90 Tage bei 400-450°C in Betrieb.
- 7) Abschnitt einer M8-Vorheizerschlange, 8/14 mm \varnothing , bei 250 atü und etwa 800°C geplatzt.
- 8) Ein Blechstückchen, etwa 40 x 50 mm, allseitig von grobkristallinen Bruchkanten begrenzt, Werkstoff angeblich Mangankupfer, von einer Kontaktröhrauskleidung aus Leuna, 250 atü bei 400-440°C, Betriebszeit unbekannt, aber jedenfalls sehr lange.
- 9) Zwei Proben V2A-Blech, Ausschnitte aus einer Ofenauskleidung in Butylfabrik Op, bezeichnet "Oben" und "Unten", jetzt entnommen nach der zweiten Fahrzeit. Analoge Proben von derselben Auskleidung nach der ersten Fahrzeit waren uns am 22.11.1943 zur Untersuchung zugeleitet worden (Kontaktröhre Nr. 26 von Ofen E 14; erste Fahrzeit 17.5.-13.9.43 = 89 Tage, 250 atü und 400-440°C in Butylkreislauf).

Ergebnisse der Untersuchung:

Zu 1) Die metallographische Untersuchung des Ringes zeigte (vgl. Bild Nr. 28315), daß nicht das erwartete Gefüge von Mangankupfer sonst verwendeter Art vorliegt, sondern eine ganz grobe Kristallstruktur (MnS-) mit zahlreichen Oxydaleinschlüssen in den Kerngrenzen. Es wurde daher chemische Analyse des Werkstoffes veranlaßt. Sie ergab folgende Zusammensetzung (D.-Nr. 9432):

Cu	96,2	%
Mn	3,5	%
Fe	0,1	%
Ni	0,05	%

Es handelt sich somit zwar um Kupfer mit 3,5 Mn, aber nicht um kaltverformtes, sondern um ein Gusstück, überdies von mäßiger Reinheit, so daß keine Beständigkeit gegen die Betriebsgase vorhanden war.

Zu 2) Die Proben wurden metallographisch untersucht. Dabei zeigte sich, daß die V2A-Probe eine chromreichere Oberflächenschicht aufwies, wie sie schon Bild Nr. 28241 in der Bildbeilage zum Prüfungsbericht (8. Nachtrag) vom 6.9.1943 zeigte (Dicke etwa 1/25 mm). Ganz ähnlich

war die Oberfläche der Siromal 85 A - Probe, etwas schwächer, war die chromreichere Schicht bei der NCT 5 - Probe. Irgendwelche Störungen des Werkstoffgefüges unterhalb der Oberflächenschicht waren bei diesen Werkstoffen nicht vorhanden.

Keine Veränderung zeigte die Probe Chromifer und die inkromierten Werkstoffe.

K 4 MS zeigt unter einer an Cr angereicherten Schicht eindeutig Zerstörungen durch Wasserstoffangriff.

Zu 3) Der Werkstoff des Roststabes besaß folgende Festigkeitseigenschaften:

Streckgrenze	21,4	kg/mm ²
Zugfestigkeit	38,7	"
Dehnung (L= 100)	37,2	%
Einschnürung	58,5	%

Nach Tüpfelbefund und metallographischer Untersuchung handelt es sich um dampfverzinkten N5-Werkstoff. Einen Querschnitt durch die Zinkschicht zeigt Bild Nr. 28294. Die Zinkschicht ist ziemlich dick (etwa 0,5 mm) und zeigt nirgendwo eine Angriffswirkung. Ihre kristalline Struktur ist auffallend feinkörnig, im allgemeinen ist die Struktur so, wie sie aus den Bildern Nr. 15539 und 15561 hervorgeht. Die Verzinkungsbedingungen konnten festgestellt werden, sie sind folgende:

In 48 Stunden auf 200°C, 5 Stunden Temperatur gehalten, in 102 Std. auf 730°C, 20 Stunden gehalten. Abkühlung in 2-3 Tagen. Gehalt des Pulvers an Zink 16 %.

In Besprechungen über diesen verzinkten Rost aus Op tauchte gelegentlich die Frage nach der Dampfverzinkung von N8-Werkstoff im Zusammenhang mit niedrigerem C-Gehalt auf. Von Seite von Lu kann zu dieser Frage nichts beigetragen werden, da hier noch nie Verzinkungen von N8-Werkstoff versucht worden sind.

Zu 4) Aus der Untersuchung dieser Proben, die ja schon des öfteren in Versuchsöfen eingebaut waren, haben sich im wesentlichen keine neuen Gesichtspunkte ergeben. S3-Werkstoff zeigt Wasserstoffangriff, die N-Stähle zeigen eine dünne, V2AE eine dickere chromreichere Oberflächenschicht, FF 30 P wiederum eine ganz dünne, aber ohne sonstige Einwirkungen im Inneren. Die V17F - Probe dagegen zeigt an mehreren Stellen CO-Angriff vom Rand her (vgl. Bild Nr. 28437).

Zu 5) Die metallographische Untersuchung ergab, daß die Inkromierungsschicht zerstört und der Werkstoff vom Rand her von Wasserstoffangriff befallen ist (vgl. Bild Nr. 28 426).

Zu 6) Härtemessungen an Querschnitten durch die Rohre ergaben folgende Werte:

Proben-Bezeichnung:	N8/1	N8/2	N9/1	N9/2
Härte in kg/mm ²	215-230	215-230	204-215	194-215

Diese Härtewerte können noch als genügend angesehen werden. Die Rohre sind weiter verwendbar.

Zu 7) Unter dem Mikroskop wurde starke Aufkohlung am Innenrand beobachtet; in der Kohlungszone sind zahlreiche kleine Radialrisse (etwa 0,3 mm lang) und einige größere (0,8 bis 1 mm) vorhanden. Ein Riß geht durch die Wand durch. Das Gefüge des Werkstoffes ist martensitisch, die Härte betrug 408 kg/mm² (gemessen mit Diamantpyramide).

Das Rohr ist durch Übertemperatur und anschließende Aufkohlung zerstört und unverwendbar.

Zu 8) Ein Querschliff (vgl. Bild Nr. 28456) zeigte, daß der Werkstoff (qualitative Prüfung ergab etwa 2 prozentiges Mn-Cu) sehr grobkörnig geworden und von der einen Seite her sehr stark in oxydische Korrosionsprodukte übergegangen war. Die Oxydation schreitet längs der Korngrenzen vor. An der stark korrodierten Seite ist der Werkstoff noch feinkörnig, so daß also die Grobkristallisation schneller als die Oxydation vor sich gegangen ist. Die Anfertigung einer Biegeprobe gelang nicht, da der Werkstoff zu bröckelig war. Die Korrosion hat also den zwischenkristallinen Zusammenhang gelöst.

Da die Vorgeschichte der Probe nicht bekannt ist, können genauere Schlüsse nicht gezogen werden, immerhin ist zu folgern, daß Mangan-~~kupfer auf die Dauer durch und durch angegriffen wird.~~

Zu 9) Einen metallographischen Vergleich der insgesamt 4 Proben zeigen die Bilder Nr. 28701, 28702, 28475 und 28476. Es ist vorweg zu nehmen, daß nur die mit "Oben" bezeichnete Probe aus V2AE-Werkstoff (wie vermutet) besteht, die mit "Unten" bezeichnete Probe aber aus V2AP-Werkstoff. Die V2AE-Probe hat sich oberflächlich mit der bekannten Cr-reicheren Schicht überzogen, deren Dicke nicht mehr weiter zugenommen hat (Dicke etwa 0,3 mm). Die V2AP-Probe zeigte eine Schicht, die zwar auch Cr enthält (kenntlich an den heller getönten Stellen), außerdem aber wohl in größerer Menge C (dunkel getönte Stellen), verbunden mit einer Sauerstoffeinwirkung (Korngrenzenangriff). Außerdem ist in der Tiefe des Werkstoffes eine durchgehende Korngrenzenkoagulation eingetreten. V2AP-Werkstoff hält also auf die Dauer nicht stand.

450006271

Zusammenfassung:

Aus den Angriffsversuchen läßt sich zusammenfassend folgendes sagen:

Von den hochlegierten Werkstoffen haben sich ohne jede Schädigung V2AL, Sicroal 85 A, KOT 5 und PF 30 gehalten. 17 prozentiger Cr-Stahl (V 17 F) erleidet in schwachem Maß CO-Angriff (soll nach Angabe von Herrn Dr. Steinheil auch verspröden).

N-Stähle bilden eine Cr-reichere Oberflächenschicht, zeigen aber in der Tiefe keine Schädigung.

Einwandfrei ausgeführte Dampfverzinkung von N5-Werkstoff hat sich ebenfalls bewährt.

1. Bildtafel

227 Kott

gez. Funk.

Verteiler:

- Über Herrn Dir. Dr. Schierenbeck an Betriebskontrolle, Oppau
- " die Herren Dir. Dr. Eymann / Dipl. Ing. Schulz an Herrn Dr. Göggel, Op
- " Herrn Oberingenieur Raethel, Lu 591
- " Dr. Beckmann, Op 36a / Herrn Dr. Bossert, Op 9
- " Dr. Dürr, Butylfabrik / Herrn Dr. Indest
- " Dr. Steinheil, Butylfabrik Op
- " Dr. Wengler / Herrn Dipl. Ing. Weber - TA/2-2b, I. G. Heydebreck
- " Dipl. Ing. van Rossum, Materialprüfungsbetrieb Merseburg.

Betreff: Verhalten verschiedener Werkstoffe in CO- und H₂-haltigen Synthesegas

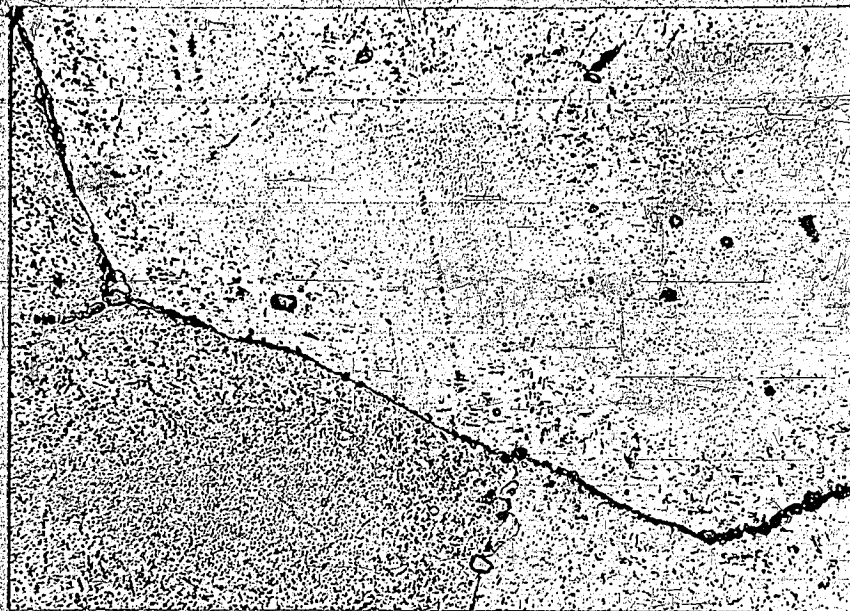


Bild Nr. 28315
V. = 200:1

Kaltgasring vom Hoch-Ofen 74.
In-Su (3,5 % Mn), Gasströmung mit Oxidulabschlämme an den Korngrenzen.

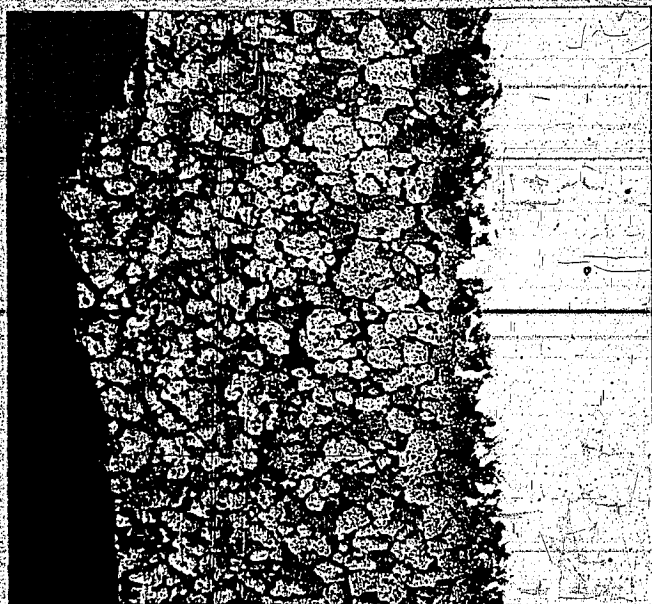


Bild Nr. 28294
V. = 100:1

Verzinkter Reststab aus H₂-Werkstoff.
Feinkristallines Gefüge der Zinkschicht, gute Verzinkung, keine Angriffswirkung.



Bild Nr. 15429
V. = 100:1

Vergleichsbild zu 28294.
Gefüge guter Verzinkungen, Schichtdicke durchschnittlich etwa 0,3 µm.

450000273

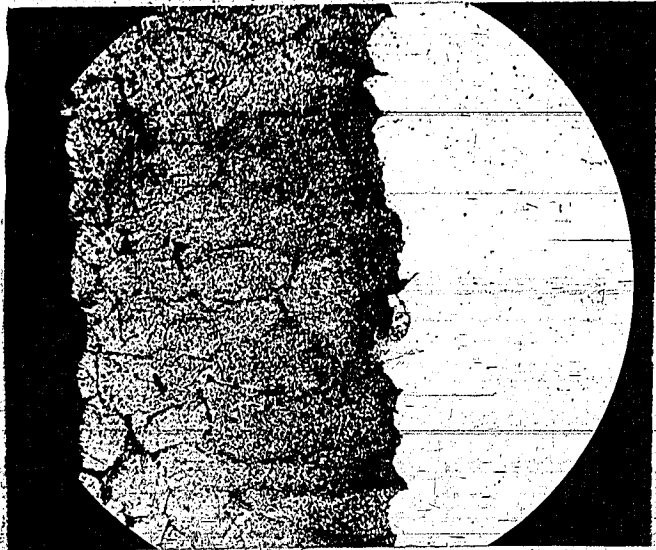


Bild Nr. 15561
V. = 100:1

Vergleichsbild zu 28294.
Gefüge guter Verzinkungen,
Schichtdicke normalerweise
etwa 0,3 mm

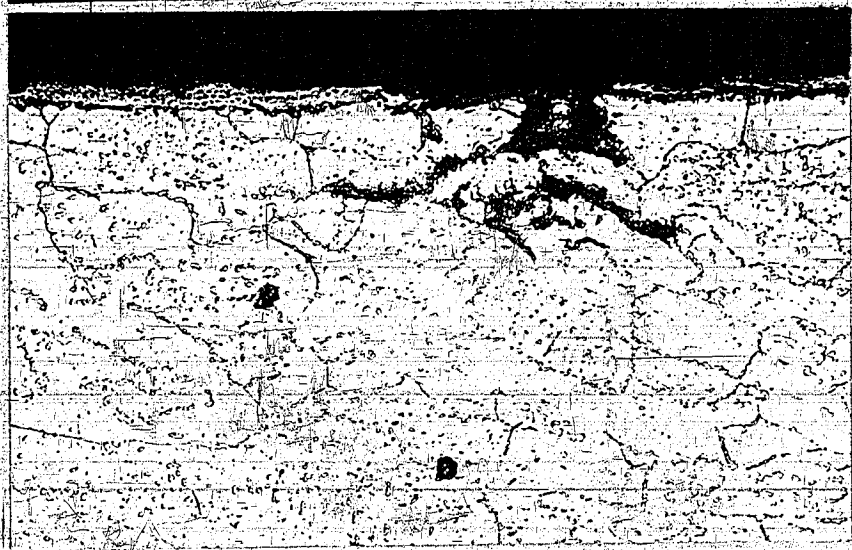


Bild Nr. 28437
V. = 500:1

Angriffsprobe aus V 17 F
Lokaler Angriff durch GG
längs der Korngrenzen

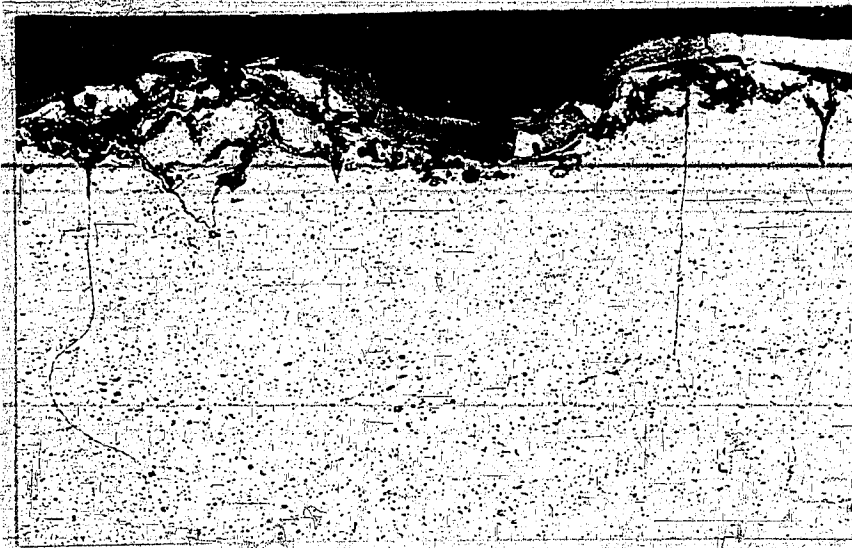


Bild Nr. 28425
V. = 200:1

IK 1 Deutro - Werkstoff,
Angriffsprobe

Inkronierungsschicht brüchig
geworden, stellenweise zer-
stört. In der darunter ge-
legenen Zone Wasserstoff-
angriff

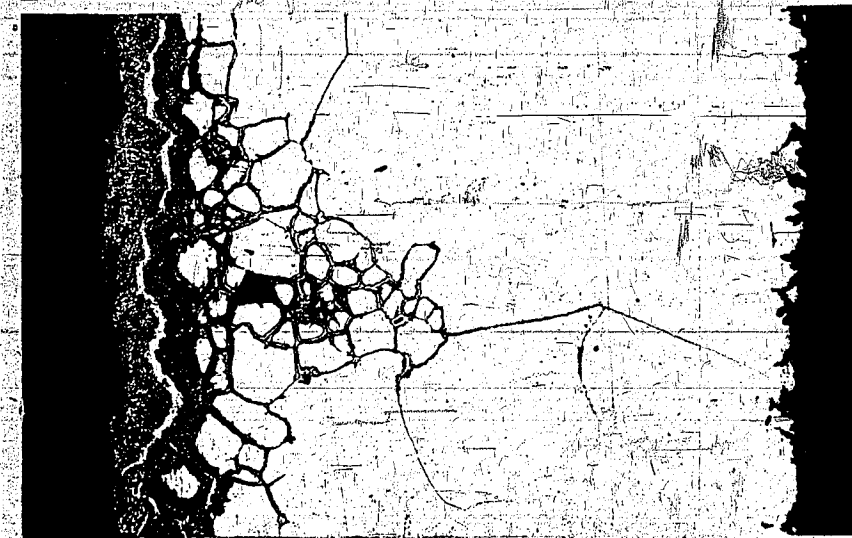


Bild Nr. 28455
V. = 50:1

Manganblechprobe
aus Lenna (Kontaktrohr-
schmelzung)

zerstört durch selbster-
kristallin vorringende
Oxydation zerstört

450000274

B11



Bild Nr. 28475
V. = 200:1

V2A - Probe aus Kontaktrohr-
auskleidung nach einer Fahrzeit.



Bild Nr. 28476
V. = 200:1

V2A - Probe aus Kontaktrohr-
auskleidung nach einer Fahrzeit.

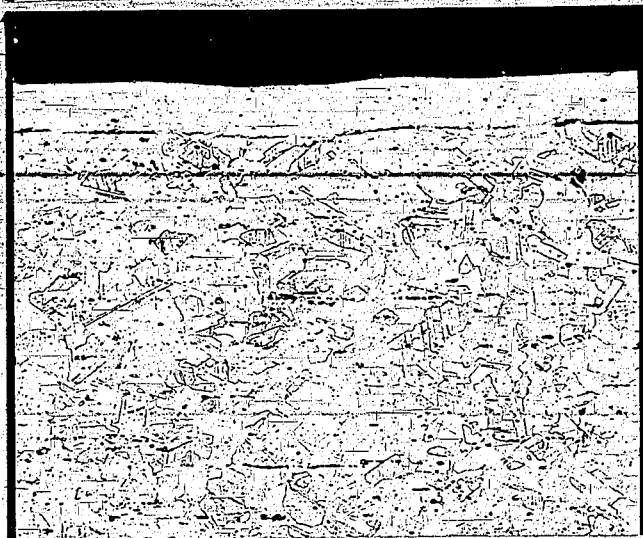


Bild Nr. 28701
V. = 200:1

V2A - Probe aus Kontaktrohr-
auskleidung nach zwei Fahrzeiten.



Bild Nr. 28702
V. = 200:1

V2A - Probe aus Kontaktrohr-
auskleidung nach zwei Fahrzeiten.