

3041-9

30/4.02

900000071 Leuna, den 26.4.1945

Herstellungsvorschrift für den K.K.-Kontakt

Al₂O₃ zu SiO₂ = 1 : 9

Weiß, übliche runde Formkörper vom Schüttgewicht 0,7 und 10 - 30 kg Druckfestigkeit und großer Elastizität.

1. Herstellung der Tonerde

Natriumaluminatlösung: Käufliche Tonerde wird in heißer 25 %iger NaOH aufgelöst, wobei 1,5 Mol Na₂O auf 1 Mol Al₂O₃ gerechnet werden. Aluminatlösung enthält 200 g Al₂O₃ pro Liter. Zusatz von 45 %iger Salpetersäure bei pH 6 - (Antimonelektrode). Temperatur bei der Fällung darf bis ungefähr 50°C kommen. 1/3 des Endvolumens der fertigen Fällung wird zu Beginn als Wasser vorgelegt. Die Fällung wird abgepresst, der Filterkuchen auf der Filterpresse oder durch Dekantieren mit reinem Wasser gewaschen bis das Waschwasser keine Reaktion auf NO₃⁻ zeigt. Dann Trocknung bei 120°, bis Glührückstand ungefähr 70 % beträgt.

2. Herstellung des Kieselgels

Wasserglaslösung (spez. Gewicht = 1,333) (27 % SiO₂) und 2 N-Schwefelsäure fließen bei pH 3 - 4 und Temperatur 10 - 15°C zusammen. - Das klare Sol wird durch Erhitzen auf 70 - 80°C zum Erstarren gebracht, in Stücke von 3 - 5 cm gebrochen und durch Dekantation solange gewaschen bis Waschwasser keine Reaktion auf SO₄⁻ mehr zeigt. - Als Waschwasser: Destilliertes Wasser, gereinigtes Kondensat, im technischen Betrieb ein durch Kies filtriertes Bachwasser von 2 - 3 deutschen Härtegraden. 100 kg SiO₂ brauchen rund 40 cbm Waschwasser. Das gewaschene Kieselgel wird bei 120° bis auf einen Glührückstand von 70 % getrocknet und auf einer Rohrschwammühle (Vibrator) so fein gemahlen, daß mindestens 90 % des Pulvers durch ein 10 000-Maschensieb fallen. (see conversion tables, but about 270-300 mesh)

3. Herstellung des Kontaktes aus den Gelen

Die Tonerde wird in einem Knetter mit so viel Wasser verknetet, daß eine plastische Masse entsteht und dann mit 45 %iger Salpetersäure peptisiert. Verwendet werden 10 % der Salpetersäuremenge, die zur Bildung von Al(NO₃)₃ notwendig wäre. Tonerde quillt stark auf. Dann Zugabe des Kieselgels unter ständigem Kneten im Verhältnis Al₂O₃ : SiO₂ = 1 : 9. Weiteres Kneten der Masse über 6 - 10 Stunden.

Eine andere Art zur Herstellung der Kontaktmasse bestand darin, die beiden Gele trocken in einem Mischer zu mischen und hierauf im Knetter nur kurze Zeit (1 - 3 Stunden) mit Wasser (also ohne Zugabe von HNO₃) durchzuarbeiten.

Die geknetete Kontaktmasse wird in einer Strangpresse und anschließend in einer in der Bonbonsindustrie üblichen Kugelmühle (Frankoma-Maschine) zu Kugeln verformt, die Kugeln bei 120° getrocknet, anschließend 4 Stunden bei 450° geblüht.

Röntgenaufnahmen des Kontaktes ergaben zeigten allgemeine Schwärzung, neben einigen schwachen und undeutlichen Linien des Aluminiumoxydes. - Der Kontakt ist also amorph. Daneben liegt noch wenig kristallisierte Tonerde vor. - Wird der Kontakt längere Zeit über 550°C erhitzt, treten im Röntgenogramm scharfe nicht näher definierbare Linien auf; es hat also eine Rekristallisation stattgefunden.

* H₂O is added to the precipitation chamber before the two solutions are run in together.

** with additional H₂O to make it a plastic mass.

xxx 50-60% solid material