

B e r i c h t

über die Untersuchung eines zerknallten Autoklaven
des KWJ für Kohleforschung Mülheim - Ruhr.

THIS DOCUMENT IS
ADMIRALTY PROPERTY

AND ITS REGISTERED NUMBER IS

P G/21589 /NID

NO MARK OF ANY KIND SHOULD BE MADE
ON IT, BUT ANY NECESSARY ANNOTATIONS
SHOULD BE MADE EITHER ON THE WORK
RECORD OR ON A SEPARATE SHEET OF PAPER,
QUOTING THE REGISTERED NUMBER.

B e r i c h t

über die Untersuchung eines zerknallten Autoklaven
des KWJ für Kohleforschung Mülheim - Ruhr.

Vorgang: Besprechung mit den Herren Dr. Pichler und Dr. Koch,
Anlieferung von Reststücken des zerstörten Autoklaven.

1.) Betriebsverhältnisse, Abmessungen.

Eine mit geringer Geschwindigkeit und bei Temperaturen unterhalb 100° und 30 atü Druck verlaufende Umsetzung organischer Verbindungen, denen zur Entfernung des entstehenden Chlorwasserstoffs metallisches Aluminium zugesetzt war, sollte nach einer Anzahl kleinerer Versuche in etwas größerem Maßstabe durchgeführt werden. Dazu diente eine schon bei anderen, nicht näher bekannten Versuchen gebrauchte Stahlflasche von 90 mm äußerem, 70 mm innerem Durchmesser und 750 mm Länge. Sie wurde mithin zum ersten Mal zu diesem Versuch benutzt und zunächst durch Abpressen mit dem Abnahmedruck von 300 atü geprüft, den sie anstandslos aushielt. Im Laufe der Umsetzung trat plötzlich ohne äußerlich erkennbare Ursache und anscheinend auch ohne vorhergehende warnende Drucksteigerung der Zerknall der Flasche ein. Der Schaden entstand also nicht durch statische Überbeanspruchung des Gerätes sondern durch die Detonation eines brisanten Stoffes. Die zerstörte Flasche zeigt Bild 1.

2.) Festigkeitsverhalten.

Es interessierte in erster Linie die Frage, welcher Druck etwa zur Sprengung notwendig war. Deshalb war die Feststellung der Daten über die Festigkeitseigenschaften des Mantelwerkstoffes erforderlich. Zwei Längszerreißproben von 6,62 und 5,89 mm Dicke aus der Wand ergaben folgende Werte:

Streckgrenze	Festigkeit	Dehnung	Einschnürung
	kg/mm ²	5d % lod	%
~ 41	57,8	21,4 16,2	34
~ 35	59,0	26,0 18,2	54

Rechnet man nach der Formel für dünnwandige Rohre den Druck aus, der den Bruch bei statischer Beanspruchung hervorgerufen haben würde, so ergibt derselbe zu

$$p = \frac{\sigma \cdot 2 \cdot s}{d_m} = \frac{5900 \cdot 2 \cdot 1,0}{8,0} \approx 1470 \text{ atü.}$$

Die Brucherscheinung ist jedoch ganz offensichtlich die von einer dynamischen Beanspruchung ausgelöste. Der Sprengdruck dürfte bei mindestens 2000 bis 2500 atü gelegen haben.

3.) Analyse und Gefüge.

Wir ermittelten zur näheren Kennzeichnung des Werkstoffes auch Analyse und Gefüge (Bild 2 und 3).

C	Si	Mn	Ni	Cr	P	S
%	%	%	%	%	%	%
0,24	0,40	0,77	0,16	0,01	0,051	0,038

b.w.

Die Flasche besteht somit aus einem Stahl entsprechend der Güte St 50.11, der im Walzzustand belassen bzw. normalisiert worden war.

Die Bilder, die den Gefügestand in der Nähe der Innenwand wiedergeben, zeigen allerdings eine weitgehende Zerstörung des Stahles durch Korngrenzenrisse, die von der inneren Oberfläche der Flasche aus gerechnet noch in etwa 4 mm Tiefe nachzuweisen sind. Schon die dickere Zerreißprobe mit der geringen Einschnürung von 34 % fällt durch mehrere, nach der Innenwand zu liegende Risse auf. Im Inneren der Flasche befinden sich eine größere Anzahl von blasenartigen Verdickungen und Aufreisungen. Die Ausbildung der Risse deutet auf den Angriff von hochgespanntem, heißen Wasserstoff hin. Zu einer derartigen Gefügezerstörung ist jedoch eine wesentlich längere Zeit erforderlich, als der oben beschriebene Versuch gedauert haben kann. Außerdem bedarf es dazu höherer Drücke und Temperaturen.

Die Schädigung des Stahles, welche die Gefügeuntersuchung aufgedeckt hat, steht daher mit dem Schadensfall nicht im Zusammenhang. Sie muß aber berücksichtigt werden bei der Überlegung, welcher Druck in etwa notwendig gewesen wäre, um die Flasche zu zerstören, da der unbeeinflusste Wandquerschnitt nur noch rund 60 % des gemessenen betrug.

Eine gewisse Minderung des oben ^{für statische Belastung,} ~~ermittelten Sprengdruckes~~ dürfte deshalb zu erwarten sein, wenn auch andererseits der tatsächlich im Autoklaven entwickelte Druck davon kaum beeinflusst wird.

E s s e n , den 15. 8. 1944

FRIED. KRUPP

Heinrich

Zerbrochene Gasflasche vom K F I - Kohleforschung,
Külheim - Suhr.

089011

3 nat.Gr.



Zerprengte Gasflasche von I 7 J - Kohleforschung,
Külheim - Ruhr

Itzung: 31ige Salpetersäure, Vergr. 100x

089168



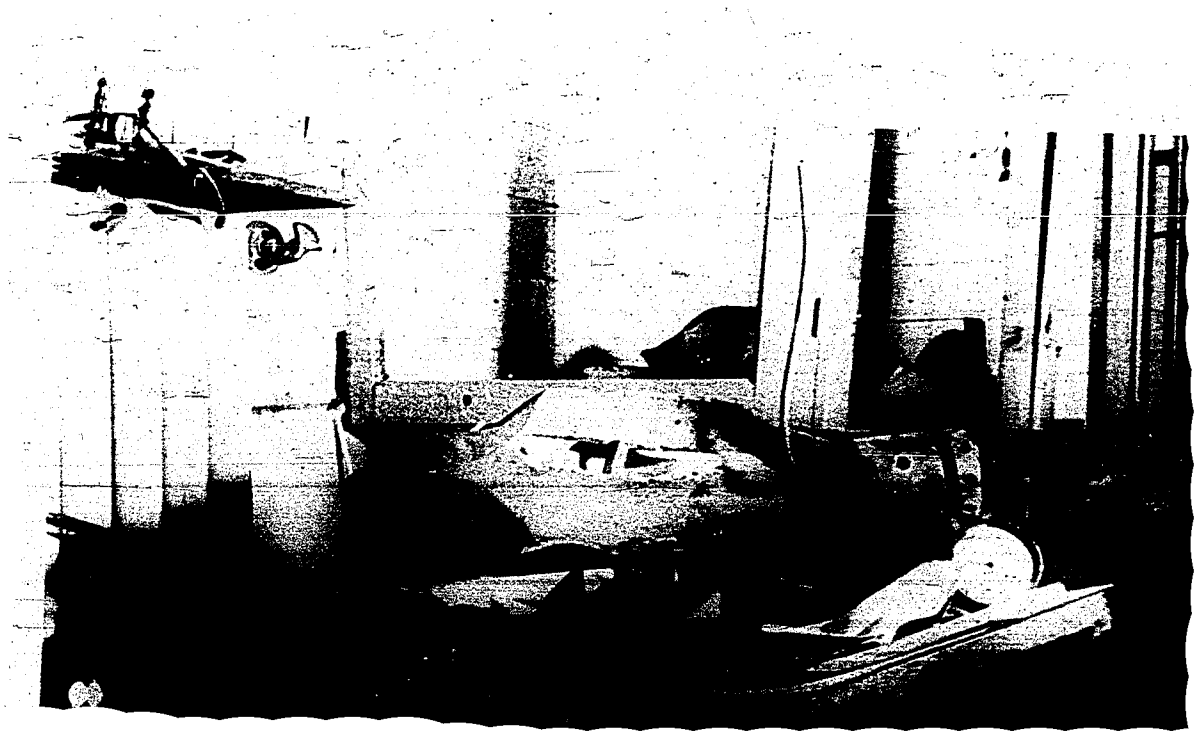
Abb. 2 Längsschnitt (radial)

089169



Abb. 3 Querschnitt





Herrn
Geh. Reg. Prof. Dr. P. Fischer

München 27
Scheinerstr. 5

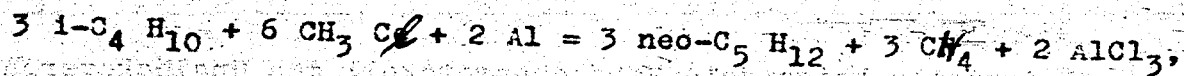
Dr. K./Ti.

21.4.44

Sehr geehrter Herr Geheimerat!

Ergänzend zu den kurzen Angaben, die ich Ihnen telephonisch über den tödlichen Unglücksfall des Herrn Dr. Richter machen konnte, möchte ich Ihnen im folgenden eine nähere Schilderung der Zusammenhänge und des Hergangs geben.

Wie Ihnen aus unseren Berichten bekannt ist, hatten wir im Oktober v. Js. festgestellt, daß Isobutan mit Methylchlorid überraschend glatt zu Neopentan umgesetzt werden kann, wenn man als Katalysator Aluminiumchlorid plus metallisches Aluminium anwendet. Ohne metallisches Aluminium erhält man dagegen überhaupt kein Neopentan, sondern nur Isopentan. Wir haben dann auch gefunden, daß Al-pulver sich offenbar besser eignet als Al-grieß, Fe-pulver oder Mg-Späne waren nicht wirksam. Die Umsetzung verläuft anscheinend gemäß der Gleichung



möglicherweise spielen die Methylaluminiumchloride $\text{CH}_3 \cdot \text{AlCl}_2$ und $(\text{CH}_3)_2 \text{AlCl}$ als Zwischenstufen eine Rolle. Diese aluminium-organischen Verbindungen werden nach den Angaben der Literatur aus Methylchlorid und Aluminium erhalten und sind unzersetzt destillierbar (vgl. z.B. Grosse u. Mavity J. organ. Chem. 5 106/21 (1940))

Die Neopentanausbeute war nach unseren Erfahrungen besonders gut bei einem Überschuß an Methylchlorid und einer Temperatur von etwa 60°.

- 2 -

Die Reaktion verlief stets ziemlich träge und brauchte zu ihrer Vollendung etwa 2 Tage. Rund 20 Ansätze haben wir in einem 400 ccm fassenden Autoklaven durchgeführt, ohne daß sich der geringste Hinweis auf einen möglichen explosiven Charakter der Reaktion ergeben hatte. Ich füge die Abschrift eines Versuchsprotokolls bei, das den typischen Verlauf zeigt. Versuche, den Reaktionsablauf zu beschleunigen, hatten bisher nicht zum Ziel geführt, und wir setzten einen Versuch aufs Programm, in dem etwas größere Mengen Neopentan hergestellt werden sollten. Wir dachten daran, ausgehend von reinem Neopentan, zu prüfen, ob es unter den Bedingungen seiner bisherigen Darstellung beständig sei. Ich hatte mit Herrn Dr. Richter verabredet, daß als Versuchsgefäß der sogenannte Bergius-Autoklav (ca. 3 l Inhalt, 450 at Prüfdruck) genommen und der Ansatz dem vergrößerten Inhalt entsprechend erhöht werden sollte.

Herr Dr. Richter kam erst einige Wochen nach dieser Besprechung zur Ausführung des Versuches, eine weitere Rücksprache mit mir fand darüber nicht statt, und ich wußte am Unglückstage nichts von der Tatsache, daß der Versuch im Gange war. Da Herr Dr. Richter der Autoklav zu unhandlich erschien, wählte er einen anderen Autoklaven (2,5 l Inhalt, 300 at Prüfdruck), den er vorher sorgfältig reinigen ließ. Da nach unseren bisherigen Erfahrungen nur mit einem Enddruck von 50 bis allenfalls 100 at nach 2 Tagen Versuchszeit zu rechnen war, mußten 300 at Prüfdruck ja eine völlig ausreichende Sicherheit bieten.

Wie das gleichfalls beigelegte Versuchsprotokoll des Unglücksversuches zeigt, ist die Reaktion zunächst wie erwartet verlaufen. Gegen Schluß wurde allerdings deutlich, daß eine stärker exotherme Umsetzung in Gang kam. Nach der letzten Aufzeichnung sind nur noch etwa 3 bis 5 Minuten bis zu der brisanten Explosion vergangen. Anscheinend ist Herr Dr. Richter nicht mehr durch einen stärkeren Druckenstieg gewarnt worden.

- 3 -

Die Detonation muß in Bruchteilen einer Sekunde erfolgt sein und hat den Autoklaven zerrissen, bevor die Druckwelle zum Manometer (Meßbereich 500 at) gelangen konnte, das nicht beschädigt worden ist.

Einen Anhaltspunkt über die Ursache dieser Explosion haben wir aus der Literatur nicht gewinnen können, natürlich werden wir uns mit entsprechenden Vorsichtsmaßnahmen um die Aufklärung bemühen. Vielleicht hat man auch beim Aluminium mit ähnlich gefährlichen Explosionen zu rechnen, wie sie zuerst Staudinger bei Alkylhalogeniden wie Chloroform in Berührung mit Natrium oder Kalium beobachtet hat.

Auf Veranlassung von Herrn Dr. Fichner ist mit der Hochdruckkonstruktionsabteilung bei Krupp inzwischen noch eine Untersuchung des Autoklavenmaterials hinsichtlich seiner Festigkeitseigenschaften und der bei der Explosion vermutlich aufgetretenen Drucke vereinbart worden.

Soweit der Bericht über den tiefbedauerlichen Unglücksfall, aus dem wohl eindeutig hervorgeht, daß hier eine völlig überraschende Reaktion eingetreten sein muß.

Zum Schluß bestätige ich noch den Empfang Ihres Briefes vom 13.4., auf den ich in den nächsten Tagen gesondert antworten möchte.

Mit besten Grüßen
Ihr sehr ergebener

