

*Forschungsanstalt
Chemisches Labor*

Abstrakt.

058

(Ausg. 22.1.)

Anlage Nr. 157

BVA: *K. 2. 11. 32*

Molten, GRTS

Abtlg. WA Kl. 1/2/3

Bezeichnung:

Erweichung der Kontakte
in der Versuchsanlage

00050

1.) Erweichung von nicht angetrockneten Kontakten

Als Anfang Februar 1935 wurde Cu-haltiger Kontakt (1 Co : 1 Kieselgur) hergestellt. Die Verfertigung erfolgte in der Weise, daß der feuchte Kuchen nach dem Anweichen auf der Drehscheibe mittels Truffel oder Weilholz angepresst und in Trockenschrank zunächst getrocknet wurde. Die trockenen Platten von ca. 10 - 15 mm Dicke wurden in der Møllinger-Mühle bei verschiedenen Walzen- und Millenabständen gemahlen und dann auf die gewünschte Korngröße abgeriebt. Das anfallende Überbleibsel wurde von Hand durch ein großes Sieb von 2 oder 3 mm Maschenweite gedrückt.

T a f e l I.

Anweichmaterial

1 Co : 1 Kgr. (1 Co : 0,18 H_2O : 0,2 Cu)
Getrocknete Massen durch Sieb gemahlen, Kornfraktionen herangezogen.

Staubgröße

bei 1 - 2 mm Korn = 50 - 55%
bei 1 - 3 " " = 30 - 40%
95 - 100

Bei diesem Erweichungsverfahren bestand keine Möglichkeit, den anfallenden Staub zu verarbeiten. Versuche, ihn mit der Kieselgur zusammen bei der Füllung anzuheften, oder mit dem feuchten Kuchen zu vermischen, hatten keinen Erfolg. Da auf diese Weise die Festigkeit des trockenen Kontakts stark herabgesetzt wurde, setzt vermehrte Staubbildung beim Lötlagen auftrat.

2.) Partillengerichte

Anfang Februar führte Hr. Becken bei Millien, Berlin, Versuche durch, bei denen der Staub mittels Fettsäure zu Partillen gefestigt wurde. Dieses Partillengerichtungsverfahren

~~10057~~

Jedoch erwies sich einmal als unwirtschaftlicher, da keine Leistung erreicht werden konnte bei Füllung kleiner Partikeln, zum andern lagen die Ausbeuten eines mit Partikeln gefüllten Syntheseeofens niedriger als bei dem mit normal gemahlten Katalysator beschickten Ofen. Während bei nicht gepressten Kernen (1 Co : 1 Kieselgur.) etwa 100 kg Kobalt auf 1 m³ Ofenraum kamen, betrug die Kobaltmenge bei Partikeln ca. 300 kg/m³. Die Kobaltmenge wird die in der Zusammensetzung des fertigen Katalysators enthaltene Gewichtsmenge Kobalt bezeichnet.

Da die verhältnismäßig großen Partikeln (φ = 4 mm, h = 4 mm, Schüttdichte = 0,95) keine gleichmäßige Füllung des Syntheseeofens ermöglichten, so wurde versucht, durch Zerklüftung in der Molligermühle ein kleineres, gleichmäßigeres Korn herzustellen.

Ein Partikelmahlversuch bei 3 mm Kilon- und 2 mm Feinsiebstand ergab folgenden Stundenfall:

T a f e l II.

<u>Ansatzmaterial:</u>	1 Co : 1 Kgr. (1 Co: 0,18 Fe ₂ O ₃ 0,02 Cu)
<u>Formgebung:</u>	Staub zu Partikeln (4 x 6 mm) gepresst, gemahlen in Kesselmühle und gesiebt.
<u>Stundenfall:</u>	bei 1 - 2 mm Korn = ca. 47 % " 1 - 3 " " " " 35 %

3.) Tablettenherstellung

Da größere Leistungen beim Staubpressen erzielen zu können, wurde von der Firma Kilon eine Tablettenpresse bestellt, nachdem durch Dr. Neelen in Berlin deren Verwendbarkeit möglichst geprüft worden war. Die erhaltenen Tabletten wurden mit einer kleinen von Kilon zur Verfügung gestellten Granuliermaschine gehärtet und dann die gemachten Kernfraktionen herausgesiebt.

~~100058~~

Bei den Fertigungsversuchen mittels Partikelpresse stellte sich bald heraus, daß sich der Staub mit jeder Pressung mehr verdichtete, d.h. also, daß bei nachmaligen Pressen des beim Granulieren entstandenen Staubes höherer Druck zur Erzeugung eines einigermaßen festen Kernes erforderlich war, als bei der vorhergehenden Pressung. Jedem Schüttgewicht des Fertighums und damit naturgemäß auch die Kobaltdichte würden von Pressung zu Pressung zunehmen, falls man versuchen wollte, den Staub ohne Zusatz von Frischmasse aufzuarbeiten.

Es wurde daher Staub mit gemahlener frischer Masse gemischt und dann die Presse so eingestellt, daß bei Granulierung der Tabletten stets ein Kern von gleichem Schüttgewicht und gleicher Kobaltdichte anfiel.

Durch Labor.-Versuche war inzwischen festgestellt worden, daß eine Erhöhung der Kobaltdichte über 120 bis 130 kg von nachteiligen Einflüssen (erhöhte Metallverluste, schlechte Co.-Ausnutzung). Mit dem bisher angewandten Kobalt:

Kieselsäureverhältnis von 1 : 1

konnte dieser Grenzwert der Kobaltdichte nicht eingehalten werden. Infolgedessen wurde das Verhältnis auf 1 Co : 1 Kieselsäure erhöht und seit dieser Zeit beibehalten.

In Laufe der Versuche wurde festgestellt, daß das Mischungsverhältnis von gepresstem Staub und frischer Masse weitgehend variiert werden kann, sodaß die Menge des bei der Öffnung anfallenden Staubes keine Rolle spielt. Die Staubmenge ist in gewissen Grenzen abhängig vom Pressdruck bzw. von der Härte der Tabletten.

In Durchschnitt fallt etwa folgende Staubmenge beim Granulieren von Tabletten an:

~~100059~~

Tafel III.

Ammonienchlorid 1 Co : 2 Kgr (1 Co: 0,18 H₂O)
Staubmenge Staub und gereinigte Frischmasse zu 100 g
 von gepresst, granuliert und gesiebt.
Staubentfall: bei 1 - 2 mm Korn = 60 - 70 % $\rho = 0,47$
 bei 1 - 3 " " = 40 - 50 % $\rho = 0,77$ $\rho = 115-140$

Die Staubmengen werden um 8 - 10 % verringert, wenn das Korn mit Staub zusammen vor dem Sieben in einer Zentrifuge agglomeriert wird, um ein transportfähiges Korn zu erzeugen. Auf diese Weise wurde die größte Menge des in der Versuchsanlage hier und in Normal gebrauchten Katalysators hergestellt.

4.) Rückzug nach Aufschäumen und Erhitzen von Staub und Wasser.

Vor einigen Tagen ist es gelungen, ein haltbares und transportfähiges Korn dadurch herzustellen, daß der Staub statt der ob. Prozedur durch Wiedererhitzen mit Wasser weiterverarbeitet wird. Das Verfahren beruht auf der Beobachtung, daß bei längerem Erhitzen von trockenem Staub mit Wasser zusammen die Masse wieder plastisch und schlickig wird. Diese Masse kann direkt durch die Aufgaberichtung in den Mittwertrechner gegeben werden. Die trockenen Stäubchen oder Klümpchen werden durch das Passieren gegeben und dann die gewünschte Korngröße herangezogen. Der Staubentfall spielt keine Rolle, da der Staub sowohl allein, als auch in Mischung mit feuchten Klümpchen wieder neu geförnt werden kann. Die Staubmengen sind geringer als bei der Fröschung.

T a f e l I V .

Ansatzmaterial: 1 Gg : 2 Kgr (10g : 0,18 ThO₂)
Zusammensetzung: Staub und feuchte Masse geknetet, zu
Küretchen geformt und nach Trocknung durch
Sieb granuliert,
Staubanteil: bei 1-2 mm Korn = 50-60% $\eta = 0,37 - 0,42$,
 " 1-3 " " = 12-37% $\eta D = \text{ca. } 100 - 110$

Die neue Staubverarbeitung bietet gegenüber dem Pro-
zess folgende Vorteile:

- 1.) Verringerung der Kobaltmenge und des Schüttge-
wichtes,
- 2.) Möglichkeit zur Herstellung des Kontaktes aus
1 Gg : 1 Kgr.,
- 3.) Bessere Umsetzungen als Presskörn,
- 4.) Staubfreies Korn.

Über diese neue Art der Kontaktherstellung erfolgt be-
sonderer Bericht.

gen. Neelen. gen. Klein.

- Herrn: Hr. Prof. Martin,
• Hr. Wibel,
• Dipl.-Ing. Alberts,
• Hr. Fischer,
• " Neelen,
• " Reist.

63

*Phosphor-Atmosphäre
Erdbeben Station*

063

Ergebnis über die Arbeit in der Versuchsanlage
zur Erhaltung des Kaliumchlorid-Formals

Reihe	Zusammensetzung des Ervers (1,00 Gg 1.18 mg. 60 i. Kgr. (70-80%))	Korngrößen	Beimenge in %	Co.-dicke Reduktionart 100 cm kg 60 pro m	Art der Vorrichtung
1-11-24 Mg 1.0g. Mg 75	1 1 1	2-3 mm 1-2 mm 0,75-3 mm	0,55-0,5	95-100	In Synthesen- ofen redu- ziert Feuchter Kuchen auf Heubeh- eingelegt, getrocknet, ver- kleinert durch Korndale & Kondensat. Keine Staubverar- beitung.
1-11-25 Mg 1.0g. Mg 75	1 1 1	Peristollen 4 x 6 mm	0,5	800	Vorverarbeitung des Gesamt- staubes durch Peristollen- pressung in Berlin
1-11-26 Mg 1.0g. Mg 75	1 1 1	1 - 3 mm	-	115-125	In Synthesen- ofen 600.
1-11-27 Mg 1.0g. Mg 75	1 1 1	0,75-3 mm	0,45-0,55	115-140	In Redukti- onsöfen 600.
1-11-28 Mg 1.0g. Mg 75	1 1 1	1 - 3 mm	0,74-0,57	115-125	Bei Kontakt aus 2 Gg 1 Kgr. Zubereitungsmenge 400g Staubverarbeitung.
1-11-29 Mg 1.0g. Mg 75	1 1 1	1 - 2 mm 1 - 3 mm	0,45-0,55	115-140	Bei Kontakt aus 2 Gg 1 Kgr. Zubereitungsmenge 400g Staubverarbeitung. Tabletten in Maschine grün- liert und fertiggem. heraus- gedrückt.)

