

OK

Entwicklung der Kontaktformgebung in
der Versuchsanlage.

1.) HERSTELLUNG VON NICHT VERFORMTEN KONTAKT.

Als Anfang Februar 1955 wurde Cu-haltiger Kontakt (1 Co : 1 Kieselgur) hergestellt. Die Verformung erfolgte in der Weise, dass der feuchte Knochen nach dem Auswaschen auf der Futsche mittels Truffel oder Wellholz angepresst und im Trockenschrank zunächst getrocknet wurde. Die trockenen Platten von ca. 10 - 15 mm Dicke wurden in der Holligermühle bei verschiedenen Walzen- und Mälenabständen gemahlen und dann auf die gewünschte Korngröße abgeriebt. Das anfallende Überkorn wurde von Hand durch ein grobes Sieb von 2 oder 3 mm Maschenweite gedrückt.

Tafel I.

Anfangsmaterial: 1 Co : 1 Kgr. (1 Co: 0,18 ThO₂: 0,02 Cu)

Verfahren: Getrocknete Chargen durch Sieb granuliert, Kornfraktionen herausgesiebt.

Siebanfall: bei 1-2 mm Korn = 50 - 55% } m = 0,25-0,3, KD = 95-100
 bei 1-3 " Korn = 30 - 40%

Bei diesem Körnungsverfahren bestand keine Möglichkeit, den anfallenden Staub zu verarbeiten. Versuche, ihn mit der Kieselgur zusammen bei der Fällung zusammenzusetzen, oder mit dem feuchten Knochen zu vermischen, hatten keinen Erfolg, da auf diese Weise die Festigkeit des trockenen Knochens stark beeinträchtigt wurde, sodass vermehrte Staubbildung beim Körnen auftrat.

2.) Pastillenherstellung.

Anfang Februar führte Dr. Hoelen bei Kilian, Berlin Versuche durch, bei denen der Staub mittels Presse zu Pastillen gefertigt wurde. Dieses Pastillenpressverfahren jedoch erwies sich einmal als unwirtschaftlich, da keine Leistung erreicht werden konnte bei Formung kleiner Pastillen. Im anderen lagen die Ausbeuten eines mit Pastillen gefüllten Syntheseeofens niedriger als bei den mit normal gekörntem Katalysator beschickten Öfen. Während bei nicht gepresstem Korn (1 Co : 1 Kieselgur) etwa 100 kg Kobalt auf 1 m³ Ofenraum kamen, betrug die Kobaltdichte bei Pastillen ca 100 kg/m³. Als Kobaltdichte wird die in der Masseinheit

~~0000~~

des fertigen Katalysators enthaltene Gewichtsmenge Kobalt bezeichnet.

Da die verhältnismässig grossen Pastillen ($\beta = 6$ mm, $h = 4$ mm, Schüttgewicht = 0,95) keine gleichmässige Füllung des Syntheseeofens ermöglichen, so wurde versucht, durch Verkleinern in der Holligermühle ein kleineres, gleichmässigeres Korn herzustellen.

Ein Pastillennahlversuch bei 3 mm Rillen- und 2 mm Walzenabstand ergab folgenden Staubaufall:

Tafel II.

ANALYSE: 1 Co : 1 Kgr. (1 Co: 0,16ThO₂: 0,52O₂)
FRISCHMASS Staub zu Pastillen (4x6 mm) gepresst, gemahlen, in
Kornmühle und gesiebt.

Staubaufall bei 1 - 2 mm Korn = 47%
" 1 - 3 " " " " 35%

3.) Tablettenherstellung

Um grössere Leistungen beim Staubpressen erzielen zu können, wurde von der Firma Kilian eine Tablettenpresse besorgt, nachdem durch Dr. Hoelen in Berlin deren Verwendungsmöglichkeit geprüft worden war. Die erhaltenen Tabletten wurden mit einer kleinen von Kilian zur Verfügung gestellten Granulierungsmaschine gekürzt und dann die gewünschten Korn-Fraktionen herausgesiebt.

Bei den Foragebungsversuchen mittels Pastillenpresse stellte sich bald heraus, dass sich der Staub mit jeder Pressung mehr verdichtete, d.h. also, dass bei nochmaligen Pressen des beim Granulieren entstandenen Staubes höherer Druck zur Erzeugung eines einigermaßen festen Kornes erforderlich war, als bei der vorhergehenden Pressung. Das Schüttgewicht des Fertigkoras und damit naturgemäss auch die Kobaltdichte würde von Pressung zu Pressung zunehmen, falls man versuchen wollte, den Staub ohne Zusatz von Frischmasse aufzuarbeiten.

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

Durch Laberversuche war inzwischen festgestellt worden, dass eine Erhöhung der Kobaltdichte über 120 bis 130 kg von nachteiligen Einfluss ist (erhöhte Methangefahr, schlechte

Co-Ansatzung). Mit dem bisher angewandten Kobalt:Kieselgurverhältnis von 1:1 konnte dieser Grenzwert der Kobaltdichte nicht eingehalten werden. Infolgedessen wurde das Verhältnis auf 1 Co:2 Kieselgur erhöht und seit dieser Zeit beibehalten.

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

Im Durchschnitt fallen etwa folgende Staubmengen beim Granulieren von Tabletten an:

Tafel III.

Ansatzmaterial: 1 Co : 2 Kgr (1 Co: 0,18 ThO₂)

Verfahren: Staub und gemahlene Frischmasse zu Tabletten gepresst, granuliert und gesiebt.

Staubanfall: bei 1 - 2 mm Korn = 60 - 70 %) $\eta = 0,45-0,55$
bei 1 - 3 " " = 40 - 50 %) $KD = 115-140$

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

4.) Kneten nach Aufschlüssen und Kneten von Staub und Masse.

Vor einigen Tagen ist es gelungen, ein haltbares und transportfähiges Korn dadurch herzustellen, dass der Staub statt durch Pressen durch Wiederaufrühren mit Wasser aufgearbeitet wird. Das Verfahren beruht auf der Beobachtung, dass bei längerem Kneten von trockenem Staub mit Wasser zusammen die Masse wieder plastisch und schlüpfrig wird. Diese Masse kann direkt durch die Aufgabevorrichtung in den Mitteltrockner gegeben werden. Die trockenen Stränge oder Würstchen werden durch das Passiersieb gegeben und dann die getrocknete Korngröße herausgesiebt. Der Staubanfall spielt keine Rolle, da der Staub sowohl allein, als auch in Mischung mit feuchten Kneben wieder neu gefermt werden kann. Die Staubmengen sind geringer als bei der Pressfermung.

Tafel IV.

Ansatzmaterial: 1 Co : 2 Kgr (1 Co: 0,18 ThO₂)

Verfahren: Staub und feuchte Masse geknetet, zu Würstchen gefermt und nach Trocknung durch Sieb granuliert.

Staubanfall: bei 1-2 mm Korn = 50-60%) $\eta = 0,57-0,42, KD = ca 100-110$
" 1-3 " " = 32-37%)

~~00966~~ 072

Die neue Staubverarbeitung bietet gegenüber dem Pressen folgende Vorteile:

- 1.) Verringerung der Kabeldicke und des Schüttgewichtes,
- 2.) Möglichkeit zur Herstellung des Kontaktes aus 100 : 1 Kgr.
- 3.) Bessere Umsetzung als Presskern,
- 4.) Staubfreies Kern,

Über diese neue Art der Kontaktherstellung erfolgt besonderer Bericht!

Rohler *Thlin*

- Dr. No. Prof. Martin
- Dr. Wadbel
- Dipl.-Ing. Alberty
- Dr. Fissner
- Dr. Rostem
- Dr. Felsert

Verzeichnis über die Mäher in der VersuchsanlageNormierkatalysator-Sorten.

Zeit	Zusammensetzung des Katalysators (100 Gg : 18 TMO, 60 : 1 Kgr Wasser)	Korngrößen	Schichtgewicht	Co.-Dichte 10.-kg Co pro m	Reduktionsart	Art der Formgebung
17.11.34 bis Auf- bau 33	1 : 1	1-8 mm 1-3 mm 0,75-3 mm	0,25-0,5	95-100	Im Synthese- ofen redu- ziert	Feuchter Kuchen auf Matsche angepresst, getrocknet, zer- kleinert durch Kornmühle & Handsieb. Keine Stanbverar- beitung.
Ende Februar 1935	1 : 1	Tabletten 4 x 6 mm	0,5	200	dito	Verarbeitung des Gesamt- staubes durch Pastillen- pressung in Berlin
1935	1 : 1	1 - 3 mm	-	115-125	Im Synthese- ofen	Bei Kontakt aus 100 : 1 Kgr Tablettenpressung ohne Stanb- verarbeitung.
1 : 2	0,75-3 mm	0,45-0,55	115-140	dito.	Bei Kontakt aus 100 : 2 Kgr Tablettenpressung mit Stanb- verarbeitung.	
1 : 1	1 - 3 mm	0,34-0,37	115-125	Im Redukti- onsofen	(Tabletten in Maschine Stanb- liert und Fertigtorn heraus- gesiebt.)	
1 : 2	1 - 2 mm 1 - 3 mm	0,45-0,55	115-140	dito.		

7.11.35.