

9. Dez. 1943

Eigene Anmeldung.

78

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

T 76 353 IVcl/120

150000199

304-12
304-02

18365/100

Erfinder:

W. Seueyhal.

W. Spaten,

W. Drückel.

Unser Zeichen: O.Z. 14 484 Lu/T

Ludwigshafen a. Rh., den 29. November 1943

Verfahren zur Gewinnung salzreicher Sulfonate.

Die bei der Einwirkung von Chlor und Schwefeldioxyd auf gesättigte Kohlenwasserstoffe oder Kohlenwasserstofföle oder Halogenkohlenwasserstoffe erhaltenen Sulfochloride lassen sich durch Erwärmen auf 80 bis 90° mit Lösungen von Alkalihydroxyden oder Alkalicarbonaten verseifen; die dabei entstehenden Lösungen enthalten Sulfonate und Alkalichlorid. Beim Eindampfen der Lösungen erhält man daher salzhaltige Sulfonate, was für viele Anwendungszwecke unerwünscht ist.

~~Es wurde nun gefunden, dass man weitgehend oder völlig alkalisalzfremde Sulfonate erhält, wenn man die sich beim Abkühlen der Verseifungsflüssigkeit auf Temperaturen unterhalb etwa 25° bildende untere Schicht entfernt. Es hat sich nämlich gezeigt, dass sich in der oberen Schicht hauptsächlich Sulfonate mit wenig Alkalichlorid befinden, während die Unterschicht aus einer Lösung von Alkalichlorid neben wenig Sulfonat besteht. Man kann auf diese Weise bis zu 99 % der in der ursprünglichen Verseifungslösung enthaltenen Sulfonate in Form eines alkalichloridarmen Sirups gewinnen, so dass nur sehr wenig Sulfonat mit der Unterlage verloren geht.~~

Als Ausgangsgut kommen insbesondere solche Lösungen in Betracht, die durch Einwirkung von Chlor und Schwefeldioxyd auf gesättigte Kohlenwasserstoffe oder Kohlenwasserstofföle oder deren Halogenabkömmlinge mit mehr als 10 Kohlenstoffatomen im Molekül und Verseifung der entstandenen Sulfochloride erhalten sind.

Besonders vorteilhaft ist es, Lösungen zu verarbeiten, die durch Verseifen von Sulfochloridierungsprodukten gesättigter Kohlenwasserstoffe usw. erhalten werden, bei denen die Sulfochloridierung nur so weit getrieben wurde, dass höchstens die Hälfte, zweckmässig nur 30 bis 40 %, des Umsetzungsgemischs aus Sulfochloriden besteht (vgl. die Patentschrift 715 747). Es empfiehlt sich, die Konzentration der zur Verseifung dienenden Alkalilauge oder Alkalicarbonatlösung nicht zu gering zu wählen, damit die Kon-

zentration der Lösung an den bei der Verseifung entstehenden Erzeugnissen und damit die Ausbeute an salzarmem Sulfonat möglichst hoch wird. Die Alkalilauge darf jedoch nicht so konzentriert sein, dass die Sulfonatlösung mit noch vorhandenen nichtungesetzten Kohlenwasserstoffen eine Emulsion bildet. Es wird daher zweckmässig z.B. mit etwa 5-16%iger Lauge gearbeitet.

Die Abkühlung der Ausgangslösungen kann man durch Kühlmittel oder durch einfaches Stehenlassen in kühlen Räumen bewirken. Bei Lösungen mit einem Gehalt von etwa 35 % an festen Stoffen genügt bereits ein Abkühlen auf 15 bis 20°, um salzarmes Sulfonat zu erhalten, während bei verdünnten Lösungen zur Erreichung der gleichen Wirkung unter Umständen ein Abkühlen auf etwa 0° und darunter angezeigt ist. Die Ausbeute an salzarmen Sulfonaten ist besonders gut, wenn die Sulfonate weitgehend als Monosulfonate mit einer Alkylkettenlänge von mehr als 12, zweckmässig von mehr als 15, Kohlenstoffatomen vorliegen.

Man arbeitet z.B. in der Weise, dass nach der Verseifung die heisse Sulfonat-Alkalichlorid-Lösung von den nichtungesetzten Kohlenwasserstoffen, die sich oben abscheiden, abgelassen und auf die gewünschte Temperatur abgekühlt wird. Nach dem Kühlen wird die Flüssigkeit ruhig stehen gelassen; dabei findet die Trennung in die obere Sulfonatschicht und die untere Alkalichloridlösung statt. Diese Schichtentrennung kann man auch in fortlaufend arbeitenden Abscheidern vor sich gehen lassen.

Die erhaltene alkalichloridarme Sulfonatschicht kann zur Entfernung der darin noch gelösten Kohlenwasserstoffe, gegebenenfalls nach Zusatz von Wasser, in einem Verdampfer eingedampft werden. Man erhält so ein kochsalzarmes und ölfreies Sulfonat, das beim Verlassen des Verdampfers plastisch ist und in diesem Zustand unter gleichzeitiger Abkühlung zu bei gewöhnlicher Temperatur festen Gebilden, wie Schuppen, Tafeln, Stangen, Blöcken oder Riegeln, verformt werden kann.

Beispiel 1.

Ein durch Sulfochlorieren von Paraffinkohlenwasserstoffen des Siedebereichs 230 bis 320° erhaltenes Gemisch, das zur Hälfte aus Paraffinsulfochloriden und zur anderen Hälfte aus Kohlenwasserstoffen besteht, wird bei 90° mit 5%iger wässriger Natronlauge

verseift. Nach dem Abtrennen der oberen Schicht, die aus unverseifbaren Bestandteilen besteht, wird die erhaltene heisse wässrige Sulfonatlösung mit etwa 20 % Feststoffgehalt auf -2° abgekühlt und dann stehen gelassen. Die Lösung trennt sich in zwei Schichten; die obere enthält nahezu die Gesamtmenge des vorhandenen Monosulfonats mit wenig Natriumchlorid und die untere 75 % des gesamten Natriumchlorids. Wird die obere Sulfonatschicht eingedampft, so erhält man ein festes Gemisch, das 2,5 % Natriumchlorid, 1 % Natriumsulfat, 1,2 % Neutralöl und 95,3 % Paraffinsulfonate enthält. Dampft man die Verseifungslösung unmittelbar nach der Abscheidung der unverseifbaren Anteile in der Wärme ein, so erhält man ein Erzeugnis mit 18,5 % Natriumchlorid.

Beispiel 2.

Ein durch Sulfochlorieren eines Paraffinkohlenwasserstoffgemischs vom Siedebereich 240 bis 320° erhaltenes Erzeugnis, das zu 30 % aus Paraffinsulfochloriden und zu 70 % aus unverseifbaren Bestandteilen (meist Paraffinkohlenwasserstoffe und etwas Chlorparaffinkohlenwasserstoffe) zusammengesetzt ist, wird mit 10%iger wässriger Natronlauge bei 90° verseift. Nach der Verseifung wird das Gemisch bei der gleichen Temperatur ruhig stehen gelassen; dabei scheidet sich das Unverseifbare als Oberschicht ab. Die unten befindliche Sulfonatlösung wird wie folgt auf salzarmes Sulfonat verarbeitet:

3000 kg der noch heissen Sulfonatlösung mit einem Gehalt von 25 % Natriumsulfonat werden auf 5° abgekühlt und bei dieser Temperatur in geeigneten Behältern dem Absitzen überlassen. Dabei entstehen als Oberschicht 1635 kg Sulfonatlösung mit einem Gehalt von 45 % Natriumsulfonat und 1365 kg einer Unterlauge mit 8 % Natriumchlorid und 0,9 % Natriumsulfonat. Der Sulfonatanteil wird nach dem Abtrennen der unteren Schicht zur Entfernung öligter Beimengungen mit der gleichen Menge Wasser verdünnt und in einem Schlangenverdampfer zur Trockne eingedampft.

Man erhält ein festes Gut von der Zusammensetzung 2,5 % Natriumchlorid, 1,5 % Neutralöl, 0,5 % Wasser und 95,5 % Natriumsulfonat. Auf diese Weise werden 98 % des in der ursprünglichen Kochsalzhaltigen Verseifungslösung enthaltenen Natriumsulfonats als Kochsalzarmes Sulfonat gewonnen. Ohne die geschilderten Massnahmen, also bei blossem Eindampfen der ursprünglichen heissen

Sulfonatlösung, enthält das feste Enderzeugnis bis zu 18 % Natriumchlorid.

Beispiel 3.

Ein durch Sulfochlorieren einer nachhydrierten, zwischen 240 und 340° siedenden Fraktion eines paraffinbasischen rumanischen Erdöls erhaltenes Erzeugnis, das zu 30 % aus Sulfochloriden und zu 70 % aus Kohlenwasserstoffen oder Chlorkohlenwasserstoffen besteht, wird mit 8 %iger wässriger Natronlauge bei 85 bis 90° verseift. Die erhaltene heisse Sulfonatlösung wird nach dem Abtrennen der als Oberschicht abgeschiedenen unverseifbaren Anteile auf 0° abgekühlt. In dem sich als Oberschicht abtrennenden Sulfonatanteil befinden sich 96 % der in der ursprünglichen Verseifungslösung enthaltenen Sulfonate mit wenig Natriumchlorid, während in der Unterlauge sich die Hauptmenge des bei der Verseifung gebildeten Natriumchlorids neben wenig Sulfonat befindet. Durch Eindampfen des Sulfonatanteils erhält man ein Erzeugnis, das aus 2,4 % Kochsalz, 1 % Natriumsulfat, 0,5 % Wasser, 0,7 % Neutralöl und 95,4 % Natriumsulfonat besteht. Ohne die beschriebene Verarbeitung, also bei einfachem Eindampfen der heissen Sulfonatlösung, erhält man ein Erzeugnis mit 17,5 % Natriumchlorid.

Patentanspruch.

Verfahren zur Gewinnung salzarmer Sulfonate aus wässrigen Lösungen, die durch Verseifen von Sulfochlorierungserzeugnissen gesättigter Kohlenwasserstoffe oder Kohlenwasserstofföle oder deren Halogenabkömmlingen erhalten worden sind, dadurch gekennzeichnet, dass man die sich beim Abkühlen der Verseifungsflüssigkeit auf Temperaturen unterhalb etwa 25° bildende untere Schicht entfernt.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

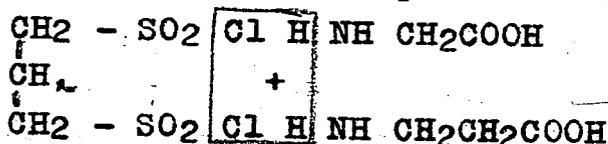
Aktennotiz

Besprechung am 14. 9. 43

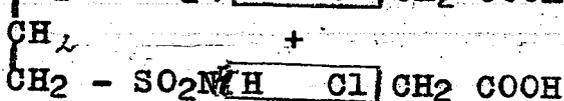
3046-15
30/4.02

Anwesende: Herr Dr. Smeykal
" Dr. Röhre
Frau DI. Dörr

1.) Die O.Z. 11 136 betrifft die Herstellung von kapillaraktiven Stoffen, die man dadurch erhält, daß man Sulfochlorierungsprodukte, die mindestens acht Kohlenstoffatome enthalten, mit Amino- oder Iminogruppen enthaltenden, kurzkettigen aliphatischen Sulfon- oder Carbonsäuren umsetzt. $RSO_2 \begin{matrix} Cl & H \\ | & | \end{matrix} NH - CH_2 - CH_2 - SO_3H$. Es wurde nun gefunden, daß man zu Zwischenprodukten für Kunststoffe gelangt, wenn man niedrigmolekulare Disulfochloride mit Amino- oder Iminogruppen enthaltenden aliphatischen Sulfon- oder Carbonsäuren umsetzt.



2.) Zu den gleichen Kondensationsprodukten gelangt man dadurch, daß man Disulfochloride in Disulfamide umwandelt und diese mit Halogencarbonsäuren umsetzt. $CH_2 - SO_2 \begin{matrix} NH & H \\ | & | \end{matrix} - Cl CH_2 COOH$



In der Höchster Anmeldung I 63 619 IVd/120 werden Sulfamidgruppen enthaltende Verbindungen (unter die ^{formal}zweifelloso auch Disulfamide fallen) mit organischen Halogenverbindungen kondensiert, die saure salzbildende Gruppen enthalten. Die Anmeldung ist wohl auf die Herstellung von Kondensationserzeugnissen abgestellt; in der Beschreibung ist aber nur von kapillaraktiven Stoffen, Netz-, Schaum-, Dispergier- und Reinigungsmitteln die Rede, nicht aber von Zwischenprodukten für Kunststoffe. Der Anmeldung I 63 619 IVd/120 entspricht das amerikanische Patent 2 225 960.

Es ist zu ^{prüfen}überlegen, ob für unsere Produkte noch ein patentbehinderndes Merkmal gegenüber der O.Z. 11 136 und der I 63 619 IVd/120 bzw. dem amerikanischen Patent 2 225 960 bleibt, oder ob die beiden Anmeldungen unsere Arbeitsweisen schon umfassen.

Ø Herrn Dr. Herold
" Dr. Röhre
" Dr. Smeykal

Für die Herstellung unserer Produkte noch ein patentbehinderndes Merkmal gegenüber der O.Z. 11 136 bleibt, da wir ja von niedermolekularen Sulfochloridprodukten ausgehen und zu ganz anderen Stoffen, nämlich kristallinen Polymeren gelangen. In unserer Ansicht dürfte auch hier noch eine Erfindungsmöglichkeit bestehen, da wir nicht zu anderen Kunststoffen kommen. Es ist aber abzusehen, daß Gelegenheit bei dem nächsten Besuch von Herrn Dr. Herold zu besprechen. Ansonsten wäre es angebracht, entsprechende Aufträge und der Schlichterung über Paris die Leitung zu überlassen.

23. Dez. 1943

Eigene Anmeldung.

JK

Erfinder:
Dr. Falkenberg

Erfindung

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

3046-15

I 76325 IVc/396

150000204

30/4.02

18305/1

Unser Zeichen: O.Z.14480 We/Hö
Ludwigshafen a. Rh., den 24. November 1943.

Kunstmassen.

Es wurde gefunden, dass man Kunstmassen mit vorzüglichen Eigenschaften erhält, wenn man weichzumachende thermoplastische Massen mit gelatinierend wirkenden Weichmachern unter Zusatz von über 180° siedenden, bei Raumtemperatur noch flüssigen Rückständen der Herstellung von 1,3-Dioxanen aus Olefinen und Formaldehyd (vgl. z.B. Patent (Anmeldung I 59 859 IVd/120), verarbeitet.

Als weichmachende thermoplastische Massen eignen sich beispielsweise Celluloseabkömmlinge, wie Celluloseester, z.B. Nitro- oder Acetylcellulose, oder Celluloseäther, z.B. Äthyl- oder Benzylcellulose, Polyamide und vor allem Polymerisate von Vinylverbindungen, wie Vinylchlorid oder -acetat, Acrylsäureestern, Acrylnitril, oder Mischpolymerisate dieser Stoffe untereinander oder mit anderen polymerisierbaren Stoffen.

Sie werden mit Weichmachern an sich bekannter Art, die auf diese thermoplastischen Massen gelatinierend wirken, verarbeitet, insbesondere mit geeigneten Estern, z.B. solchen von Phosphorsäure oder von Polycarbonsäuren, wie Phthalsäure, oder organischen Sulfonsäuren, z.B. den durch Behandlung von Mittelölen aliphatischer Natur mit Schwefeldioxyd und Chlor und nachfolgende Verseifung erhältlichen höhermolekularen aliphatischen Sulfonsäuren. Beispielsweise kommen zum Weichmachen von Polyvinylchlorid Tri-kresylphosphat, Dibutylphthalat und Ester aus höhermolekularen aliphatischen Sulfonsäuren mit Alkoholen oder Phenolen in Frage.

Die geeignete Zusatzmenge der Dioxanrückstände richtet sich nach dem angewandten Weichmachungsmittel oder Weichmachergemisch und nach der thermoplastischen Masse.

Ausser den Weichmachern und den Dioxanrückständen können den thermoplastischen Massen natürlich auch noch Füllstoffe, Farbstoffe oder Pigmente und andere übliche Zusatzstoffe zugesetzt

werden. Die Dioxanrückstände können zusammen mit den Weichmachern oder getrennt davon in die plastischen Massen eingearbeitet werden, und zwar durch Kneten, Walzen oder beliebige andere Mischverfahren, z.B. auf der Strangpresse; gegebenenfalls können die Rückstände auch in Dispersionen oder Lösungen der thermoplastischen Massen eingearbeitet werden.

Durch den Zusatz der Dioxanrückstände erhalten die weichgemachten Massen eine höhere Geschmeidigkeit und eine erheblich bessere Festigkeit und Wasserbeständigkeit. Im allgemeinen wird auch die Kältefestigkeit noch erhöht. Ein weiterer Vorteil besteht darin, dass durch die Verwendung der obengenannten Rückstände, die für sich allein keine oder nur geringe weichmachende Wirkung haben, plastische Massen eingespart werden; bereits bei geringem Gehalt an thermoplastischer Masse werden Festigkeiten erzielt, wie sie sonst unter Verwendung der gelatinierend wirkenden Weichmachungsmittel allein erst bei höherem Anteil an thermoplastischer Masse erreicht werden.

Für die Herstellung z.B. von Lacken, Bekleidungsfolien, Kunstleder, Wachstuch, Belagmaterial, Kabelisolierungen, Schläuchen, Dichtungen sowie von Zwischenschichten für Verbundgläser sind die nach der vorliegenden Erfindung erzielten Eigenschaften der thermoplastischen Massen besonders erwünscht.

Die in den nachstehenden Beispielen angegebenen Teile sind Gewichtsteile.

Beispiel 1.

330 Teile eines Gemisches von Alkylsulfonsäurephenylestern mit durchschnittlich 15 C-Atomen in der Alkylgruppe, 170 Teile eines zwischen 135 und 380° siedenden, bei Raumtemperatur noch flüssigen Rückstandes aus der Herstellung von Dimethyl-1,3-dioxan aus Isobutylen und Formaldehyd und 500 Teile Polyvinylchlorid werden bei 160° 5 Minuten lang auf einem Walzwerk homogenisiert. Nach dem Abziehen von der Walze erhält man ein Fell mit einer Reißfestigkeit von 160 kg/cm², einer Wasseraufnahme von 0,3 % (7 Tage Lagerung bei 20°) und einer Kältefestigkeit von -40°.

./.

Ein aus 500 Teilen Polyvinylchlorid und 500 Teilen des genannten Gemisches von Alkylsulfonsäurephenylestern hergestelltes Fell hat demgegenüber eine Reißfestigkeit von 115 kg/cm², eine Wasseraufnahme von 10,5 % und eine Kältefestigkeit von -25°.

Beispiel 2.

330 Teile Trikresylphosphat, 170 Teile des in Beispiel 1 angewandten Dimethyldioxanrückstandes und 500 Teile Polyvinylchlorid werden, wie in Beispiel 1 beschrieben, verwalzt. Das erhaltene Fell zeigt eine Reißfestigkeit von 150 kg/cm², eine Wasseraufnahme von 3,2 % und eine Kältefestigkeit von -30°.

Ein aus 500 Teilen Polyvinylchlorid und 500 Teilen Trikresylphosphat hergestelltes Fell hat demgegenüber eine Reißfestigkeit von 110 kg/cm², eine Wasseraufnahme von 9,3 % und eine Kältefestigkeit von -20°.

Patentanspruch.

Kunstmassen, dadurch gekennzeichnet, dass sie thermoplastische Massen, gelatinierend wirkende Weichmacher und über 180° siedende, bei Raumtemperatur noch flüssige Rückstände der Herstellung von 1,3-Dioxanen aus Olefinen und Formaldehyd enthalten.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

-8. Dez. 1943

Eigene Anmeldung.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

150000207

Unser Zeichen: O.Z. 14470

We/Hö

Ludwigshafen a. Rh., den 17. November 1943

Verfahren zur Herstellung von Sulfonsäureestern.

Sulfonsäureester kann man durch Umsetzung von Phenolen oder Alkoholen mit Sulfohalogeniden herstellen; dabei arbeitet man vorteilhaft in Gegenwart von halogenwasserstoffbindenden oder -abspaltenden Mitteln. Als halogenwasserstoffbindende Mittel eignen sich basisch reagierende Stoffe, wie Alkali- oder Erdalkalioxyde oder -hydroxyde und deren Carbonate, sowie ganz besonders Ammoniak und Amine; als halogenwasserstoffabspaltende Mittel kommen vor allem saure Kondensationskatalysatoren, wie Zinkchlorid, Aluminiumchlorid oder Eisenchlorid, in Frage.

Es wurde nun gefunden, dass man auf die gleiche Weise auch Halogenalkohole mit beliebigen Sulfohalogeniden, z.B. solchen der aliphatischen, aromatischen oder araliphatischen Reihe, verestern kann. Überraschenderweise lassen sich nach diesem Verfahren selbst die niedersten Vertreter der Halogenalkohole, z.B. Äthylenchlorhydrin, verestern, obwohl man hätte erwarten müssen, dass dabei das Halogen der Halogenalkohole abgespalten oder ausgetauscht würde, besonders bei höherer Temperatur. Eine solche unerwünschte Reaktion tritt aber, wenn überhaupt, nur in untergeordnetem Masse ein.

Besonders vorteilhaft arbeitet man beispielsweise so, dass man in ein Gemisch aus einem Sulfohalogenid und einem Halogenalkohol unter Kühlung Ammoniak bis zur Sättigung einleitet. Das ausgeschiedene Ammoniumchlorid kann abfiltriert, abgeschleudert oder ausgewaschen werden. Die Umsetzung kann gewünschtenfalls in Gegenwart von Lösungsmitteln, wie Benzol, Benzin oder Äther durchgeführt werden. Um eine Sulfamidbildung möglichst zu vermeiden, lässt man die Temperatur zweckmässig nicht über 30 bis 40° steigen; vorteilhaft arbeitet man bei Temperaturen um etwa 0°.

Die für die Umsetzung in Betracht kommenden Sulfohalogenide können auf beliebige Weise hergestellt sein. Vorteilhaft

verwendet man die durch gleichzeitige Einwirkung von Schwefeldioxyd und Chlor auf gesättigte Kohlenwasserstoffe oder deren Halogenabkömmlinge in flüssiger Phase, vorzugsweise unter Bestrahlung mit kurzwelligem Licht, erhältlichen Sulfochloride. Die Sulfochloride brauchen nicht unbedingt frei von Neutralöl zu sein, da die gebildeten Halogenalkoholester genügend beständig sind, sodass sie bei einer anschliessenden Wasserdampfbehandlung zur Entfernung des Neutralöls nicht angegriffen werden.

—Als Halogenalkohole lassen sich die verschiedensten Chlor-, Brom- und Jodalkohole verwenden, und zwar vom einfachsten Vertreter an.

Die erhaltenen Erzeugnisse sind mehr oder weniger dickflüssige Öle, die hervorragend als Lösungs- und Weichmachungsmittel, z.B. für Polyvinylverbindungen oder Celluloseabkömmlinge, geeignet sind. Hierbei verleihen sie den Kunstmassen bessere mechanische Eigenschaften und grössere Kältebeständigkeit als die entsprechenden Ester aus nicht halogenierten Alkoholen. Ausserdem stellen sie wichtige Zwischenprodukte für die Herstellung von Wasch-, Netz- und Desinfektionsmitteln dar.

Beispiel 1.

600 Teile eines durch Behandlung mit Schwefeldioxyd und Chlor zu etwa 50 % in das Sulfochlorid übergeführten, aus der katalytischen Hydrierung des Kohlenoxyds erhaltenen und nachhydrierten Kohlenwasserstofföls mit den Siedegrenzen 200-350°, das durch Schwefeldioxyd-Extraktion weitgehend neutralölfrei gemacht wurde und 11,4 % hydrolysierbares Chlor enthält, und 200 Teile Äthylenchlorhydrin werden unter kräftigem Rühren mit trockenem, gasförmigem Ammoniak gesättigt. Durch Kühlung wird dafür gesorgt, dass die Temperatur nicht wesentlich über 10-20° steigt. Das ausgeschiedene Ammoniumchlorid wird in Wasser aufgenommen und vom Öl getrennt. Zur Entfernung des überschüssigen Äthylenchlorhydrins wird noch mehrmals mit verdünnter Schwefelsäure ausgewaschen. Man erhält 678 Teile Chloräthanol-sulfonsäureester, der praktisch frei von Sulfonsäure und Sulfamid ist.

Der Chloräthanol-sulfonsäureester hat die Fähigkeit, Polyvinylchlorid z.B. im Verhältnis 40:60 auf der Mischwalze bei 140-160° gut zu gelieren. Das Walzfell hat eine Kältebeständigkeit von -30° und eine Zerreißfestigkeit von 191 kg/cm².

Beispiel 2.

In der gleichen Weise wie in Beispiel 1 werden 500 Teile eines neutralölhaltigen Sulfochlorids (mit 6 % hydrolysierbarem Chlor), das ebenfalls durch etwa 50 %ige Sulfochlorierung des in Beispiel 1 genannten Kohlenwasserstofföls von den Siedegrenzen 200-350° erhalten wurde, bei etwa 0° mit 74,5 Teilen Äthylchlorhydrin verestert. Um das ausgefallene Ammoniumchlorid besser filtrierbar zu machen, wird ein wenig Wasser eingerührt und dann abgenutscht. Die ölige Masse wird zur Entfernung des Neutralöls im Vakuum mit überhitztem Wasserdampf behandelt. Es bleiben 230 Teile Äthylchlorhydrinester zurück.

Ein wie in Beispiel 1 hergestelltes Walzfell aus Polyvinylchlorid mit 40 % des Äthylchlorhydrinesters hat eine Kältebeständigkeit von -25° und eine Zerreißfestigkeit von 185 kg/cm².

Beispiel 3.

Unter kräftigem Rühren werden 142 Teile eines durch Behandlung von Propan mit Schwefeldioxyd und Chlor in Tetrachlorkohlenstofflösung gewonnenen Gemisches von Propan-1- und Propan-2-sulfochlorid, 100 Teile Äthylchlorhydrin und 400 Teile Benzol bei 0° mit gasförmigem Ammoniak gesättigt. Nach dem Abnutschen des Ammoniumchlorids wird destilliert. Es werden 153 Teile eines Propansulfonsäureäthylchlorhydrinesters erhalten, der fast vollständig zwischen 125 und 130° bei 3 mm Hg übergeht.

Beispiel 4.

Ein Gemisch von 142 Teilen Propansulfochlorid, 80,5 Teilen Äthylchlorhydrin und 5 Teilen wasserfreiem Chlorzink wird mit so viel Cyclohexan versetzt, dass der Siedepunkt des Gemisches etwa 100° beträgt. Dann wird am Rückflüsskühler gekocht, bis nur noch wenig Chlorwasserstoff entwickelt wird, was etwa 8 Stunden erfordert. Die Titration mit Natriummethylat zeigt, dass der Sulfochloridgehalt der Mischung nach dieser Zeit auf 4,2 Teile gefallen ist. Die Masse wird abgekühlt, mit verdünnter Natronlauge und Wasser bis zur Neutralisation gewaschen und destilliert. Es werden

143 Teile Propansulfonsäureäthylenchlorhydrinester von Kp_4
120-130° erhalten.

Ein Teil des Sulfochlorids geht durch die gleichzeitig als Nebenreaktion auftretende Abspaltung der Sulfochloridgruppe unter Bildung von Schwefeldioxyd und Propylchlorid verloren. Bei höherer Temperatur als 100° tritt diese Nebenreaktion noch mehr in den Vordergrund.

Patentansprüche.

1.) Verfahren zur Herstellung von Sulfonsäureestern durch Umsetzung von Sulfohalogeniden mit Alkoholen in Gegenwart von halogenwasserstoffbindenden oder -abspaltenden Mitteln, dadurch gekennzeichnet, dass die Sulfohalogenide mit Halogenalkoholen umgesetzt werden.

2.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man bei Temperaturen unterhalb 30-40°, zweckmässig um etwa 0°, arbeitet.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

3046-16

160000211

30/4.02

Patent Application -
Processes

Arbeiter:
W. Heinhalt,
W. Fochinke.

Eigene Anmeldung.

3046-16
30/4.02
B

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
I 76 787 IVd/23b

1. ...
2. ...
3. ...

Unser Zeichen: O.Z. 14 451 Rh/T
Ludwigshafen a. Rh., den 2. Nov. 1943
160000212

Verfahren zur Abtrennung aromatischer Kohlenwasserstoffe aus Gemischen.

Es ist bekannt, dass man Gemische von aromatischen Kohlenwasserstoffen mit anderen, insbesondere aliphatischen Kohlenwasserstoffen dadurch zerlegen kann, dass man sie mit selektiven Lösungsmitteln behandelt. In den dabei erhaltenen Schichten sind die zu gewinnenden Kohlenwasserstoffe angereichert. Es gelingt jedoch in der Regel nicht, die Stoffe, z.B. aromatische Kohlenwasserstoffe, auf diese Weise rein zu gewinnen.

Um eine weitergehende Reinigung aromatischer Kohlenwasserstoffe zu erzielen, hat man schon vorgeschlagen, die sie enthaltenden Gemische in Gegenwart von Flüssigkeiten, die mit den nichtaromatischen Kohlenwasserstoffen azeotrope Gemische bilden, einer rektifizierenden Destillation zu unterwerfen. So kann man z.B. den mit Hilfe von flüssigem Schwefeldioxyd erhaltenen, an aromatischen Kohlenwasserstoffen angereicherten Extrakt nach Entfernung des Extraktionsmittels zusammen mit Methanol rektifizierend destillieren und so reine aromatische Kohlenwasserstoffe erhalten.

Es wurde nun gefunden, dass man die Zerlegung von Kohlenwasserstoffgemischen zur Gewinnung reiner aromatischer Kohlenwasserstoffe wesentlich vereinfachen kann, wenn man die Gemische mit solchen selektiven Lösungsmitteln extrahiert, die mit den nichtaromatischen Kohlenwasserstoffen azeotrope Gemische bilden, und den Extrakt ohne Abtrennung des Extraktionsmittels rektifizierend destilliert.

Der gleichzeitig als Extraktionsmittel wie als Destillationshilfsmittel in Frage kommende Stoff lässt sich durch Vorversuche leicht ermitteln. Vielfach eignen sich dafür die für die Extraktion üblichen selektiven Lösungsmittel. Zur Gewinnung von reinem Toluol und Xylol verwendet man z.B. Methanol, Acetonitril oder verflüssigtes Schwefeldioxyd. Diese Stoffe haben sowohl ein

460

Benzol D₂₀ 0,87901
Toluol D₂₀ 0,852
Xylol D₂₀ 0,856
Methanol D₂₀ 0,792

hohes Extraktionsvermögen für aromatische Kohlenwasserstoffe als auch die Eigenschaft, mit den dem Toluol oder Xylol beigemischten aliphatischen Kohlenwasserstoffen azeotrope Gemische zu bilden, die eine praktisch restlose Abtrennung der unerwünschten Kohlenwasserstoffe von den aromatischen ermöglichen.

Das bei der rektifizierenden Destillation erhaltene Gemisch von Lösungsmittel und nichtaromatischen Kohlenwasserstoffen kann entweder durch Auswaschen mit Wasser, z.B. wenn Methanol als Extraktionsmittel diente, oder durch Kühlung des Destillats, wobei sich zwei Schichten bilden, z.B. bei der Verwendung von verflüssigtem Schwefeldioxyd oder Acetonitril als Extraktionsmittel, in seine Bestandteile zerlegt werden. Das abgetrennte Extraktionsmittel wird zweckmässig zum Teil als Rücklauf in die Destillationskolonne zurückgeführt, zum Teil erneut für die Extraktion von Kohlenwasserstoffgemischen verwendet.

Die Extraktion sowie die azeotrope Destillation können diskontinuierlich oder kontinuierlich durchgeführt werden. Man arbeitet bei der Extraktion zweckmässig bei tiefen Temperaturen mit oder ohne Temperaturgefälle unter Verwendung von Gegenstromkolonnen, insbesondere von Glockenboden- oder Füllkörperkolonnen. Zur Kühlung des bei der Rektifikation erhaltenen Destillats wird zweckmässig die kalte Extraktlösung verwendet.

Das Verfahren eignet sich besonders zur Gewinnung von reinem Toluol und Xylol. Dabei ist es zweckmässig, aus dem zu zerlegenden Kohlenwasserstoffgemisch zunächst entsprechende enge Fraktionen, z.B. für Toluol von 100 bis 115° oder für Xylol von 130 bis 145°, herauszuschneiden und diese dann in der angegebenen Weise zu extrahieren.

Bei den in den folgenden Beispielen angegebenen Mengen handelt es sich um Raumteile.

Beispiel 1.

1700 Teile einer zwischen 100 und 115° siedenden Kohlenwasserstoffmischung mit 65 % aromatischen Kohlenwasserstoffen (D_{20} : 0,811) werden mit einem Gemisch aus 1675 Teilen Methanol und 170 Teilen Wasser unter Rühren bei -33° extrahiert. Nach

dem Absitzenlassen erhält man als Oberschicht 1445 Teile Flüssigkeit (D_{20} : 0,804) mit 61 % aromatischen und 39 % aliphatischen Kohlenwasserstoffen, die zweckmässig in die Extraktionsvorrichtung zurückgeführt werden.

Die 2100 Teile betragende Unterschicht wird ohne Abtrennung des darin enthaltenen Methanols rektifizierend destilliert. Man erhält

1) von 56 bis 64°: 300 Teile Destillat, bestehend aus 226 Teilen Methanol und 74 Teilen Kohlenwasserstoffmischung mit 46 % aromatischen Kohlenwasserstoffen.

2) von 64 bis 64,5°: 900 Teile Destillat, bestehend aus 674 Teilen Methanol und 226 Teilen 100 %igem Toluol (D_{20} : 0,864).

Der Rückstand (900 Teile) besteht aus wässrigem Methanol. Aus der zweiten Fraktion wird das Methanol durch Ausschütteln mit Wasser entfernt und zusammen mit der ersten Fraktion und dem Rückstand erneut zur Extraktion von Kohlenwasserstoffgemischen verwendet. Durch mehrfache Wiederholung dieser Arbeitsweise oder durch kontinuierliche Extraktion und Destillation erhält man etwa 90 % des in der Ausgangsmischung enthaltenen Toluols in 100 %iger Reinheit.

Beispiel 2.

530 Teile einer von 100 bis 115° siedenden Kohlenwasserstoffmischung mit 65 % aromatischen Kohlenwasserstoffen (D_{20} : 0,811) werden mit 440 Teilen Acetonitril bei -35° extrahiert. Nach dem Absitzenlassen erhält man 220 Teile Oberschicht und 750 Teile Unterschicht. Die Oberschicht besteht aus einem Kohlenwasserstoffgemisch mit 38 % aromatischen Kohlenwasserstoffen und enthält nur Spuren Acetonitril. Die Unterschicht ergibt bei der rektifizierenden Destillation

1) von 62 bis 80°: 222 Teile Destillat, bestehend aus 130 Teilen Acetonitril und 92 Teilen Kohlenwasserstoffgemisch mit 39 % aromatischen Kohlenwasserstoffen.

2) von 80 bis 110,5, vorwiegend bei 81°: 373 Teile Destillat, bestehend aus 290 Teilen Acetonitril und 83 Teilen reinem Toluol (D_{20} : 0,864).

3) bei 110,5°: 155 Teile reines Toluol (D_{20} : 0,865).

Aus der zweiten Fraktion wird das Acetonitril durch Ausschütteln mit Wasser abgetrennt. Die Ausbeute an reinem Toluol

beträgt, bezogen auf die angewandten aromatischen Kohlenwasserstoffe, 68 %.

Beispiel 3.

550 Teile eines bei der Kokerei erhaltenen Xylols (D_{20} : 0,829, Siedebereich 120 bis 143°, Zusammensetzung: 26 % paraffinische, 11,5 % olefinische und 62,5 % aromatische Kohlenwasserstoffe) werden mit 535 Teilen Acetonitril bei -35° extrahiert. Die 245 Teile betragende Oberschicht, die 46,5 % paraffinische, 18,5 % olefinische und 35 % aromatische Kohlenwasserstoffe neben Spuren von Acetonitril enthält, wird in die Extraktionsvorrichtung zurückgeführt. Die Unterschicht (840 Teile) ergibt bei der rektifizierenden Destillation

1) von 72 bis 80,5°: 130 Teile Destillat, bestehend aus 95 Teilen Acetonitril und 35 Teilen Kohlenwasserstoffgemisch (68 % paraffinische, 31 % olefinische und 1 % aromatische Kohlenwasserstoffe).

2) von 80,5 bis 137°, vorwiegend bei 82°: 490 Teile Destillat, bestehend aus 440 Teilen Acetonitril und 50 Teilen Kohlenwasserstoffgemisch (20 % paraffinische, 18 % olefinische und 62 % aromatische Kohlenwasserstoffe).

3) von 137 bis 141°: 220 Teile Destillat, bestehend aus 98,7 % Xylol und 1,3 % Olefinen.

Die zweite Fraktion wird in die Extraktionsvorrichtung zurückgeführt.

Patentanspruch.

Verfahren zur Gewinnung reiner aromatischer Kohlenwasserstoffe aus Gemischen mit nichtaromatischen Kohlenwasserstoffen durch Extraktion mit selektiven Lösungsmitteln, dadurch gekennzeichnet, dass man als Extraktionsmittel einen Stoff verwendet, der mit den nichtaromatischen Kohlenwasserstoffen azeotrope Gemische bildet, und den Extrakt ohne Abtrennung des Extraktionsmittels rektifizierend destilliert.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT 

15. Nov. 1943

Eigene Anmeldung 160000216

Übersetzung

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
Patentabteilung

3096-161X
3/11/40

Erfinder:
W. Follmer
W. Follmer
W. Follmer

J. 76 234-IVc/170.

Unser Zeichen: O.Z. 14464.

Ludwigshafen/Rh., 9. November 1943
St/Sp.

Verfahren zur Reinigung nichtwässriger Flüssigkeiten.

Es ist bekannt, dass man aus wässrigen Salzlösungen die darin enthaltenen Salze, wie Calcium-, Magnesium-, Mangan- oder Eisensalze, durch Behandeln mit anorganischen oder organischen Kationenaustauschern, wie natürlich vorkommenden Zeoliten oder künstlich hergestellten, ihnen im Aufbau ähnlichen Permutiten sowie mit gewissen Kationenaustauschern auf Kunstharzbasis, entfernen kann. Von dieser Austauschfähigkeit der genannten Stoffe wird bekanntlich in der Wasserreinigungstechnik zur Enthärtung des Wassers weitgehend Gebrauch gemacht. Mit bestimmten Arten der erwähnten Kunstharze kann man auch säurehaltige wässrige Flüssigkeiten entsäuern oder alkalisch reagierende wässrige Flüssigkeiten von ihrem Gehalt an basisch wirkenden Stoffen befreien. In allen diesen Fällen handelt es sich ausschliesslich um die Reinigung von wässrigen Flüssigkeiten, in denen die zu entfernenden Verbindungen, wie Salze, Säuren oder Basen, mehr oder weniger stark dissoziiert sind.

Es wurde nun gefunden, dass man mit Kationenaustauschern auf Kohle- oder Kunstharzbasis, wie sulfoniertem Anthrazit oder Phenol-Formaldehyd-Harzen, basisch reagierende gelöste Stoffe, insbesondere Ammoniak oder Amine, auch aus nichtwässrigen Flüssigkeiten entfernen kann.

Als nichtwässrige Flüssigkeiten kommen alle bei der Arbeitstemperatur flüssigen nichtbasischen organischen Verbindungen in Betracht, wie Kohlenwasserstoffe und ihre Substitutionsprodukte, z.B. Hexan, Heptan, Tetrachlorkohlenstoff oder Trichloräthylen usw., ferner Alkohole, Äther, Ester, Aldehyde, Acetale, Ketone, Nitrile, aromatische Kohlenwasserstoffe, wie Benzol, Toluol oder Xylol, ferner Chlorbenzol oder Nitrotoluol. Auch Tetra- oder Dekahydronaphtha-

lin, Cumol, Pinen, sowie heterocyclische Verbindungen, wie Thio-phen, Furan oder Dioxan, sind geeignet. Auch Gemische der vor-
genannten Stoffe können verwendet werden. Die zu reinigenden
Flüssigkeiten können entweder vollkommen wasserfrei sein oder
auch kleine Mengen Wasser enthalten. Sie können ferner andere
als Lösungsvermittler wirkende Stoffe enthalten, die eine Lö-
sung von bestimmten basischen Stoffen in an sich nicht zur
Lösung dieser Stoffe befähigten Flüssigkeiten zustande bringen.

Die basisch reagierenden Stoffe, die aus den nicht-
wässrigen Flüssigkeiten entfernt werden sollen, können anorga-
nischer oder organischer Natur sein, insbesondere kommen Ammo-
niak und Amine in Betracht. Grundsätzlich kann das Verfahren
aber zur Entfernung von allen basisch reagierenden Stoffen
dienen, die mit den gleichen Kunstharzen auch aus wässrigen
Lösungen entfernt werden können.

Die Reinigung der nichtwässrigen Flüssigkeiten mit
Hilfe der erwähnten Kunstharze kann in der für die entspre-
chende Reinigung wässriger Flüssigkeiten bekannten Weise vor-
genommen werden. Beispielsweise kann man die zu behandelnde
Flüssigkeit mit dem Kunstharz, das in Pulverform oder gekörnt
angewandt werden kann, verrühren. Man kann die Flüssigkeit
aber auch durch eine in einem turmförmigen Behälter angeord-
nete Schicht des Kunstharzes entweder von unten nach oben
oder von oben nach unten hindurchfließen lassen, wobei das
Kunstharz etwa als Filter für die zu entfernenden basischen
Stoffe wirkt. Die höchstmögliche Strömungsgeschwindigkeit der
zu reinigenden Lösung richtet sich bei der zuletzt genannten
Arbeitsweise nach der Aufnahmegeschwindigkeit der Filter-
schicht für den zu entfernenden Stoff. Dieses Durchströmungs-
verfahren eignet sich besonders für die fortlaufende Arbeits-
weise. Dabei verwendet man vorteilhaft zwei oder mehr Filter,
die wechselweise benutzt werden, sodass jeweils ein Teil der
Reinigung der nichtwässrigen Flüssigkeit dient, während ein
anderer Teil wiederbelebt wird. Das Verfahren lässt sich bei
gewöhnlicher oder erniedrigter Temperatur und bei gewöhnli-
chem, ermäßigtem oder erhöhtem Druck ausführen.

Ist die Aufnahmefähigkeit der Kunstharzschicht er-
schöpft, was man durch eine Analyse der aus ihr austreten-
den Flüssigkeit leicht feststellen kann, dann kann die Fül-

lung wiederbelebt werden. Dies kann ebenfalls in der bei der Behandlung von wässrigen Lösungen bekannten Weise geschehen, indem man sie mit sauer reagierenden Flüssigkeiten behandelt. Die Wirksamkeit des Kunstharzes kann so immer wieder hergestellt werden und das Harz bleibt lange Zeit brauchbar.

Neben den basisch reagierenden Stoffen werden aus den nichtwässrigen Flüssigkeiten oft auch färbende Bestandteile entfernt, was in vielen Fällen erwünscht ist und eine zweite Reinigungsmaßnahme erspart.

Es war überraschend, dass mit Kationenaustauschern auf Kunstharzbasis die basisch reagierenden Stoffe auch aus nichtwässrigen Flüssigkeiten entfernt werden können, da diese darin nicht oder sehr wenig dissoziiert sind.

Beispiel 1:

In einem Rührbehälter werden 600 Gewichtsteile Methanol, das im Liter 2,5 mg Ammoniak enthält, mit 20 Gewichtsteilen eines alkalibindenden Phenol-Formaldehyd-Kunstharzes eine halbe Stunde lang bei gewöhnlicher Temperatur kräftig verrührt, dann lässt man absitzen und filtriert. Mit dem zurückbleibenden Kunstharz werden nun wiederholt so lange jeweils 600 Gewichtsteile ammoniakhaltiges Methanol behandelt, bis keine nennenswerte Abnahme des Ammoniakgehaltes des Methanols mehr stattfindet. Auf diese Weise können mit 20 Gewichtsteilen Kunstharz 45000 Gewichtsteile Methanol vollständig von Ammoniak befreit werden, d.h. 1 Gewichtsteil Kunstharz reicht zur Reinigung von über 2000 Gewichtsteilen ammoniakhaltigem Methanol aus. Durch die Behandlung wird das stark gelb gefärbte Methanol überdies vollkommen farblos.

Beispiel 2:

In einem turmförmigen Gefäß wird eine Schicht von 1 Liter des in Beispiel 1 verwendeten gekörnten Kunstharzes angeordnet. Durch diese Schicht lässt man stündlich 5 Liter Methanol, das im Liter zwischen 30 und 140 mg Ammoniak und Amine (berechnet als Ammoniak) enthält, von unten nach oben durchfliessen. Sobald in dem aus dem Behälter austretenden Methanol der Gehalt an Ammoniak bzw. Aminen auf 10 mg ansteigt, wird auf ein frisches Filter umgeschaltet.

Zur Regenerierung des ersten Filters wird das Methanol zunächst mit destilliertem Wasser verdrängt. Sodann werden 3 Liter

7,5%ige Salzsäure in 3 Anteilen von je 1 Liter hindurchgeleitet, wobei nach jedem durchgeflossenen Liter 15 Minuten lang unterbrochen wird. Darauf wird das Filter mit Wasser gespült, bis keine Salzsäure mehr nachweisbar ist.

Auf diese Weise kann ein Filter sechs Mal beladen und regeneriert werden, ohne dass die Wirksamkeit sich verringert. Je Beladung werden von dem Filter etwa 10 g Ammoniak oder Amine aufgenommen.

Beispiel 3:

In einem turmförmigen Gefäss werden 10 Liter (Schichthöhe 1 m) des in Beispiel 1 verwendeten Kunstharzes angeordnet. Durch diese Schicht werden je Stunde 40 Liter Benzol, das im Liter 1 g Isoamylamin enthält, geleitet. Der Amingehalt des Benzols sinkt bei einmaligem Durchgang auf 7 bis 8 mg Isoamylamin je Liter.

Patentanspruch:

Verfahren zur Entfernung basisch reagierender gelöster Stoffe aus nichtwässrigen Flüssigkeiten oder Flüssigkeitsgemischen, dadurch gekennzeichnet, dass man die Lösungen mit Kationenaustauschern auf Kohle- oder Kunstharzbasis behandelt.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

3046-17

170000220

30/4.02

Patent Application -

Apparatus

6. Dez. 1943

Eigene Anmeldung.

Merseburg

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

PROBINGENST. SU-7011
30.11.1943
30/11/43

I 76 2 79 IX b / 42k

Ludwigshafen/Rh., den 19. November 1943
Hb/Wg.

Unser Zeichen: O.Z. 14 474.

Erfinder:
Dr. Heudecker

170000221

18304

Geräte zur temperaturfehlerfreien Messung von Drucken
oder druckabhängigen Grössen.

Jede Messung, die sich auf die Darstellung eines Druckes oder Druckunterschiedes durch die Höhe einer Flüssigkeitssäule gründet, unterliegt neben anderen Einflüssen dem "Temperaturfehler" (Hauptfehler), der darin besteht, dass die Höhe der Drucksäule, die durch Längenmessung festgestellt wird, bei Temperaturänderungen infolge der thermischen Ausdehnung und Dichteänderung der Flüssigkeit verändert, die Spiegellage verschoben und das Messergebnis verfälscht wird. Wir bezeichnen die lineare Änderung einer Drucksäule je Grad Temperaturänderung mit k ("Barometerkorrektur").

Im zweiseitigen Rohr wirkt eine Erwärmung - bei gleichbleibendem Druck - auf die Lage der Flüssigkeitsspiegel so ein, dass beide Spiegel gehoben werden und zwar entsprechend der Länge der Säule in jedem Schenkel; der Spiegel der längeren Säule steigt um k mehr als der andere.

Man kann den Temperaturfehler nachträglich durch Rechnung entfernen, nachdem man die Temperatur festgestellt hat; das erfordert Zeit und ist nicht immer möglich. Man hat sich deshalb schon seit langem um eine selbsttätige Ausschaltung des Fehlers bemüht. Man hat die Messgeräte mit zusätzlichen Einrichtungen versehen, z.B. mit metallenen Leisten oder Schienen, die besonders gelagert sein müssen, und die, indem sie dem Temperatureinfluss mitunterliegen, die Ableseskala in der gleichen Weise verschieben sollen, wie sich die Spiegellage ändert. Solche Hilfseinrichtungen erfordern besonderen Aufwand an Arbeit und Werkstoff und sind umständlich und unvollkommen.

Im Gegensatz hierzu wird gemäss der vorliegenden Erfindung die Beseitigung des Fehlers allein durch die Gestaltung des U-Rohres bewirkt ohne Zuhilfenahme äusserer Mittel; sie liegt im Gerät selbst. Sie erstreckt sich nur auf den einen der beiden Flüssigkeitsspiegel, den "Anzeigespiegel"; auf seinen Stand gründet sich die Messung. Die erfindungsgemäss hergestellten Geräte bedürfen deshalb einer einmaligen sorgfältigen Eichung.

Die Erfindung geht von dem Gedanken aus, dass die an sich unvermeidliche Einwirkung von Temperaturänderungen auf das Volumen und den Spiegelstand der Messflüssigkeit in den Schenkeln von den Maßverhältnissen, die die Form des U-Rohres bestimmen, abhängt und durch geeignete Formgebung in bestimmter Weise verteilt und gelenkt werden kann. Die Erfindung besteht darin, dass das Verhältnis der wählbaren Abmessungen des U-Rohres, vor allem der Rohrweiten, zueinander und zum Flüssigkeitsvolumen V , das ebenfalls, wenn auch begrenzt, wählbar ist, so bemessen wird, dass die thermische Gesamtvolumenänderung, nämlich die kubische Ausdehnung dV des gesamten Flüssigkeitsvolumens, soweit in den einen Schenkel verlegt wird, dass der Spiegel im anderen Schenkel seine Lage mit der Temperatur nicht mehr ändert, d.h. fehlerfrei spielt und eine reine Druckanzeige liefert. Es ist auf diese Weise auch möglich, andere kleinere Fehler, soweit sie temperaturbedingt sind, zu beseitigen, z.B. Gerätefehler, wie den aus der Ausdehnung des Werkstoffes entspringenden "Glasfehler" oder die Wirkung der Ausdehnung einer zweiten Flüssigkeit (s. weiter unten) oder den Einfluss von Kapillarwirkungen.

Handelt es sich um den Temperaturfehler allein, so hat man dafür zu sorgen, dass der höherliegende Spiegel, d.i. der im längeren, geschlossenen Schenkel, durch die Temperaturänderung, z.B. Erwärmung, gerade um k gehoben wird. Dies wird dadurch erreicht, dass der Teil des geschlossenen Schenkels, in dem der Spiegel spielt, erweitert ausgeführt, und zwar so weit bemessen wird, dass der Volumbetrag dV in ihm seinen Zylinder mit dem Radius R von der Höhe k bildet, d.h. dass

$$dV = R^2 \pi \cdot k \quad \text{oder} \quad R = \sqrt{\frac{dV}{\pi \cdot k}} \quad \text{wird.}$$

Anders ausgedrückt: Die Maßverhältnisse werden so gewählt, dass der Flüssigkeitsstand im geschlossenen Schenkel durch die ther-

mische Ausdehnung der gesamten Flüssigkeit um den Betrag erhöht wird, um den der Spiegelabstand wächst,

oder: dass bei Temperaturerhöhung der geschlossene Schenkel unter Erhöhung seines Flüssigkeitsstandes um den linearen Zuwachs der Drucksäule den Volumzuwachs der gesamten Flüssigkeit aufnimmt, oder kurz: die Rohrabmessungen werden der Bedingung

$$dV = R^2 \pi k$$

unterworfen.

Handelt es sich jedoch um die Ausschaltung noch anderer Temperatureinflüsse, die neben dem Hauptfehler auf die Lage des Anzeigespiegels, z.B. in dem Betrage s, einwirken (Nebenfehler), so wird das Verhältnis der Rohrweiten R/r der leicht ableitbaren abgewandelten Bedingung

$$dV = R^2 \pi \cdot (k - s) - r^2 \pi \cdot s$$

unterworfen, wodurch erreicht wird, dass der untere Spiegel am Einfluss des Hauptfehlers in solcher Richtung und so weit - nämlich in dem Betrag s - wieder teilnimmt, dass der Einfluss der Nebenfehler gerade aufgehoben wird. Auf diese Weise werden beide Fehlerarten durch eine Massnahme beseitigt.

Diese Bedingungsgleichungen stellen zugleich die Bedingungen für die Herstellung dar. Zu ihrer Erfüllung stehen mehrere Wege der Ausführung offen. Die Art der Messflüssigkeit macht dabei keinen Unterschied.

Man kann, wie im ersten Ausführungsbeispiel dargetan, von einem bestimmten, frei gewählten r ausgehen und zunächst näherungsweise (dann durch Wiederholung genau) das Flüssigkeitsvolumen V ermitteln, das bei der durch den Messbereich gegebenen (Gesamt-) Säulenlänge S in beiden Schenkeln für dieses sonst gleichmässig gedachte, glatte, nur mit einer kurzen Erweiterung versehene Rohr vom Radius r gebraucht wird. Man erhält V aus $r^2 \pi \cdot S +$ schätzungsweise 5 % Zuschlag (wegen der Erweiterung). $V \cdot \alpha$ ergibt dann dV, k ist bekannt oder berechenbar (für den mittleren Messbereich), und somit kann R berechnet werden als der Radius der Erweiterung, die zu einem sonst durchgehend glatten U-Rohr vom Radius r gehört.

Man kann aber auch, wie im Beispiel 2, von einem bestimmten, frei wählbaren Radius R' eines Teils des U-Rohres und einem ebensolchen kleineren (im Beispiel halb so grossen) r' des übrigen

(engeren) Teiles ausgehen. Die Gesamtsäulenlänge sei wieder S . Aus R' ergibt sich nach $R'^2 \pi k = dV$ ohne weiteres dV und nach $dV = \alpha \cdot V$ auch V (streng). Man kann nun die Kenntnis von V benutzen, um zu erfahren, wie lang jeder der beiden Säulenteile für sich - der vom Radius R' und der vom Radius r' - werden muss, wenn sie zusammen das Volumen V fassen sollen ($x =$ Länge des breiteren, $y =$ Länge des schmalen Teiles):

$$R'^2 \pi x + r'^2 \pi y = V$$

$$\text{und } x + y = S.$$

Die beiden Teilstücke x und y sind also berechenbar, und man hat es daher in der Hand, V in zwei wählbaren Rohrweiten unterzubringen (oder auch umgekehrt die Längen x , y zu wählen und die Weiten R , r zu berechnen), d.h. einen Teil des U-Rohres verengt auszuführen, um beispielsweise den Quecksilberbedarf auf das sparsamste Mass zurückzuführen und aufs beste auszunutzen.

Man hat es dabei weiter in der Hand, das U-Rohr in fast beliebiger Weise aus den Strecken x und y , d.h. aus weitem und engem Rohr, auch unter weiterer Aufteilung dieser Strecken in Teilstücke, zusammzusetzen; man hat nur dafür zu sorgen, dass die weiten Teilstücke zusammen die Länge x , die engen zusammen die Länge y haben und dass der obere Flüssigkeitsspiegel in einem weiten Teilstück spielt. Für den unteren ist dann Temperatur-Fehlerfreiheit gewährleistet. So kann man einen Teil von x in den anderen (offenen) Schenkel verlegen, z.B. an die Stelle, in der der untere Spiegel spielt. Im Ausführungsbeispiel 2 ist ein solcher Fall beschrieben. Geräte dieser Art teilen mit anderen bekannten den Vorteil der Meniskengleichheit (gleicher Kapillardepresion; die Meniskenkorrektur fällt weg); sie unterscheiden sich aber sinnfällig von ihnen durch die Massverhältnisse, die zur Temperaturfehlerfreiheit führen.

Der Anwendungsbereich des erfindungsgemässen Verfahrens erstreckt sich auf alle Geräte und Anordnungen, die der Messung (Anzeige, Aufzeichnung, Regelung, Überwachung) von Drucken oder druckabhängigen Grössen mittels zweiseitenkliger Rohre dienen. Diese allgemeine Anwendbarkeit, insbesondere auch die Ausschaltbarkeit der Nebenfehler, lässt auch den Anwendungsbereich von an sich bekannten Nebeneinrichtungen und zusätzlichen Hilfsmitt-

teil wesentlich erweitern. So wird beispielsweise die Verlegung des Ortes der Anzeige (meist Höherlegung) und die Vergrösserung der Ausschlagsweite (Steigerung der Messempfindlichkeit) mittels einer zweiten, über die erste (Quecksilber) geschichteten Flüssigkeit (Hilfsflüssigkeit) allgemein anwendbar, was bisher nicht der Fall war wegen der grossen Wärmeausdehnung der leichten Flüssigkeiten, die hier besonders grosse Fehler bewirken kann. Die Erfindung gestattet, wie die Ausführungsbeispiele 3 und 4 zeigen, verhältnismässig kleine Flüssigkeitsmengen zu verwenden und die Wirkung ihrer Ausdehnung auf die Spiegellage als Nebenfehler (s) zu behandeln. Man unterwirft die Rohrmasse der zweiten Bedingungs-gleichung und hat im übrigen freie Hand bezüglich der Formgebung des offenen Schenkels. Führt man diesen mehr oder weniger verengt, gegebenenfalls kapillar, aus, so spielt der obere Spiegel der Hilfsflüssigkeit, der nunmehr die Anzeige bewirkt, in ihm fehlerfrei mit wählbarer Empfindlichkeit, die bis auf ein Vielfaches von der des Hg-Spiegels gesteigert werden kann. In ähnlicher Weise erweitert sich ganz allgemein die Möglichkeit, leichte netzende Flüssigkeiten als Messflüssigkeit (anstelle von Quecksilber) zu verwenden, was unter anderem ebenfalls wegen der weit grösseren (10- bis 15-fachen) Messempfindlichkeit von Bedeutung ist.

Dass die Befreiung der Spiegellage vom Temperatureinfluss nach dem hier beschriebenen Verfahren für Quecksilbergeräte, vor allem auch für selbsttätig arbeitende Messeinrichtungen, Kontaktgeräte, Regler, Schreib- und Signalgeräte von grossem, unmittelbarem Wert ist, liegt auf der Hand. Die Erfindung bedeutet einen grundlegenden Fortschritt der gesamten U-Rohr-Messtechnik.

Beispiel 1

für ein einfaches Barometer (hierzu Abb. 1).

Die wählbare Rohrweite sei 8 mm ($r = 4$ mm), die Füllung Quecksilber. Die Gesamtsäulenlänge S (für eine mittlere Druckhöhe H von etwa 750 mm) sei 1050 mm. Man verwendet ein 4-mm-Glasrohr von etwa 1300 mm Länge.

Das Füllvolumen $V = r^2 \pi S (+ 5 \%)$ wird gleich

$$\begin{array}{r} 4^2 \cdot \pi \cdot 1050 = 52\,760 \text{ mm}^3 \\ + 5\% \quad \quad = 2\,640 \text{ mm}^3 \\ \hline V = 55\,400 \text{ mm}^3 \end{array}$$

Der räumliche Ausdehnungsbeiwert α des Quecksilbers beträgt 0,000181.

$$dV = \alpha \cdot V \text{ wird (je } ^\circ) = 0,000181 \cdot 55\,400 = 10 \text{ mm}^3$$

$$k = \alpha \cdot H \text{ wird (je } ^\circ) = 0,000181 \cdot 750 = 0,136 \text{ mm.}$$

Nun gilt: $R^2 = \frac{dV}{\pi \cdot k}$;

$$R = \sqrt{\frac{dV}{\pi \cdot k}} = \sqrt{\frac{10}{3,14 \cdot 0,136}} = \sqrt{23,5} = 4,85 \text{ mm;} \\ 2 R = 9,70 \text{ mm.}$$

Für die Rohrerweiterung ist demnach ein 9,7 mm weites Rohr zu verwenden.

(Der Volumzuschlag für diese Erweiterung, d.h. der Mehrbedarf für eine 9,7 mm breite Säule gegenüber einer nur 8 mm breiten (beide 100 mm hoch) berechnet sich nunmehr auf etwa 2370 mm³; geschätzt waren 5% = 2640. Der Unterschied von 270 ist gegenüber V = 55 000 so gering, dass die Rechnung nicht wiederholt zu werden braucht.)

Das 9,7 mm Rohr wird an das 8 mm-Rohr angesetzt. Es bildet den oberen Teil des langen Schenkels, der später, nach der Füllung mit 55,4 cm³ Quecksilber, evakuiert und geschlossen (abgeschmolzen) wird. Die Form des U-Rohres ist aus der Zeichnung ersichtlich. Das Gerät wird in bekannter Weise (empirisch) geeicht, wobei sich schon der Vorteil der temperaturfehlerfreien Spiegellage im vollen Masse geltend macht, und fertiggestellt. Die Teilung kann unmittelbar auf dem glatten Rohrschenkel aufgetragen werden. Sie kann auch auf Torr umgerechnet werden.

Werden Geräte dieser und der folgenden Art mit anderen Flüssigkeiten als Quecksilber beschickt, so dienen sie der temperaturfehlerfreien Messung anderer Druckbereiche (z.B. 0 bis 1 m Wassersäule).

Beispiel 2

für ein Druckmessgerät mit Quecksilbereinsparung, Universalgerät (hierzu Abb. 2).

Die beiden wählbaren Rohrweiten seien 8 mm für den weiteren, 4 mm für den verengten Teil ($R' = 4$, $r' = 2$), die Gesamtsäulenlänge S sei wieder 1050 mm für einen Messbereich von 0 bis etwa 900 mm, Hauptmessgebiet um 750 mm; $k = 0,136$ mm. Gesucht

sind die Längen x und y des breiten und des schmalen Säulenteiles.

Aus R' und k ergibt sich ohne weiteres dV zu $R'^2 \pi k = 16 \cdot 3,14 \cdot 0,136 = 6,83 \text{ mm}^3$.

Aus dV folgt V :

$$V = \frac{dV}{\alpha} = \frac{6,83}{0,000181} = 37\,700 \text{ mm}^3.$$

Dieser Rauminhalt setzt sich zusammen aus dem des breiten und dem des schmalen Teiles:

$$R'^2 \pi x + r'^2 \pi y = V,$$

und ausserdem gilt $x + y = S$.

$$\text{Hiernach wird } x = \frac{V - r'^2 \pi S}{(R'^2 - r'^2) \pi} = \frac{37\,700 - 4 \cdot 3,14 \cdot 1050}{(16 - 4) \cdot 3,14} = \underline{650 \text{ mm}}$$

$$\text{und } y = S - x = 1050 - 650 = \underline{400 \text{ mm.}}$$

Die Verteilung der beiden Strecken auf das U-Rohr ergibt sich aus der Zeichnung. Man geht von einem 400 mm langen 4 mm-Rohr aus, das ein zusammenhängendes Stück bleibt, das nahe dem einen (rechten) Ende die U-Biegung erhält und an dessen beiden Enden 8 mm-Rohrstücke (je etwa 700 mm lang) angesetzt werden. Das U-Rohr wird mit der berechneten Flüssigkeitsmenge beschickt und in bekannter Weise fertiggestellt. Der längere Schenkel wird geschlossen, der kürzere (offene) kann mit einer $\frac{1}{2}$ mm-Teilung für die Ablesung von $\frac{1}{1}$ mm-Hg versehen oder auch empirisch geeicht werden. Die Teilung kann auch für Torr berechnet werden.

Die berechnete Füllmenge beträgt $37,7 \text{ cm}^3$ Flüssigkeit (Quecksilber oder auch jede beliebige andere). Bei dieser Füllmenge ist stets der schmale Teil der Säule 400 mm, die beiden breiten Teile zusammen 650 mm lang. Das Gerät stellt eine sowohl für Barometer, Manometer, wie auch als Dampfdruckmessgerät, Tensionsthermometer und für viele andere Zwecke besonders geeignete Form dar.

Patentansprüche.

1. Geräte zur temperaturfehlerfreien Messung von Drucken oder druckabhängigen Grössen mittels zweiseitenkliger, mit Flüssigkeit beschickter Rohre (U-Rohre), dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis der Rohrabmessungen, insbesondere der Rohrweiten, zueinander und zum Volumen der Flüssigkeit so bemessen ist, dass

die thermische Gesamtvolumenänderung (dV) so weit in den einen Schenkel verlegt wird, dass der (tieferliegende) Flüssigkeitsspiegel im anderen Schenkel, der zur Anzeige benutzt wird, seine Lage mit der Temperatur nicht ändert.

2. Geräte nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass zur Ausschaltung der thermischen Volumenänderung der Flüssigkeit der Teil des Schenkels, in dem der obere Spiegel spielt, so weit bemessen ist, dass der Volumbetrag dV in ihm einen Zylinder mit dem Radius R von der Höhe k bildet entsprechend der Formel $dV = R^2 \pi k$.

3. Geräte nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass zur Ausschaltung noch anderer auf das Messergebnis wirkender Temperatureinflüsse (s) als der Volumenänderung der Flüssigkeit die Bedingung $dV = R^2 \pi \cdot (k - s) - r^2 \pi \cdot s$ eingehalten ist.

4. Geräte nach Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der obere Flüssigkeitsspiegel in einem erweiterten Rohrstück spielt, wobei die Weite des übrigen Rohres wählbar ist.

5. Geräte nach Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass ein Teil des U-Rohres verengt ausgeführt wird, jedoch so, dass der obere Spiegel im nicht verengten Teil spielt, wobei beide Rohrweiten wählbar sind.

6. Geräte nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass das U-Rohr aus mehreren Teilstücken verschiedener Weite zusammengesetzt ist.

7. Geräte nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Spiegel in Rohrstücken gleicher Weite spielen.

8. Geräte nach Ansprüchen 3 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass der eine (untere) Flüssigkeitsspiegel mit einer zweiten Flüssigkeit überschichtet ist, deren in einem gegebenenfalls verengt oder kapillar ausgeführten Rohrteil spielender Spiegel die Anzeige bewirkt.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT R

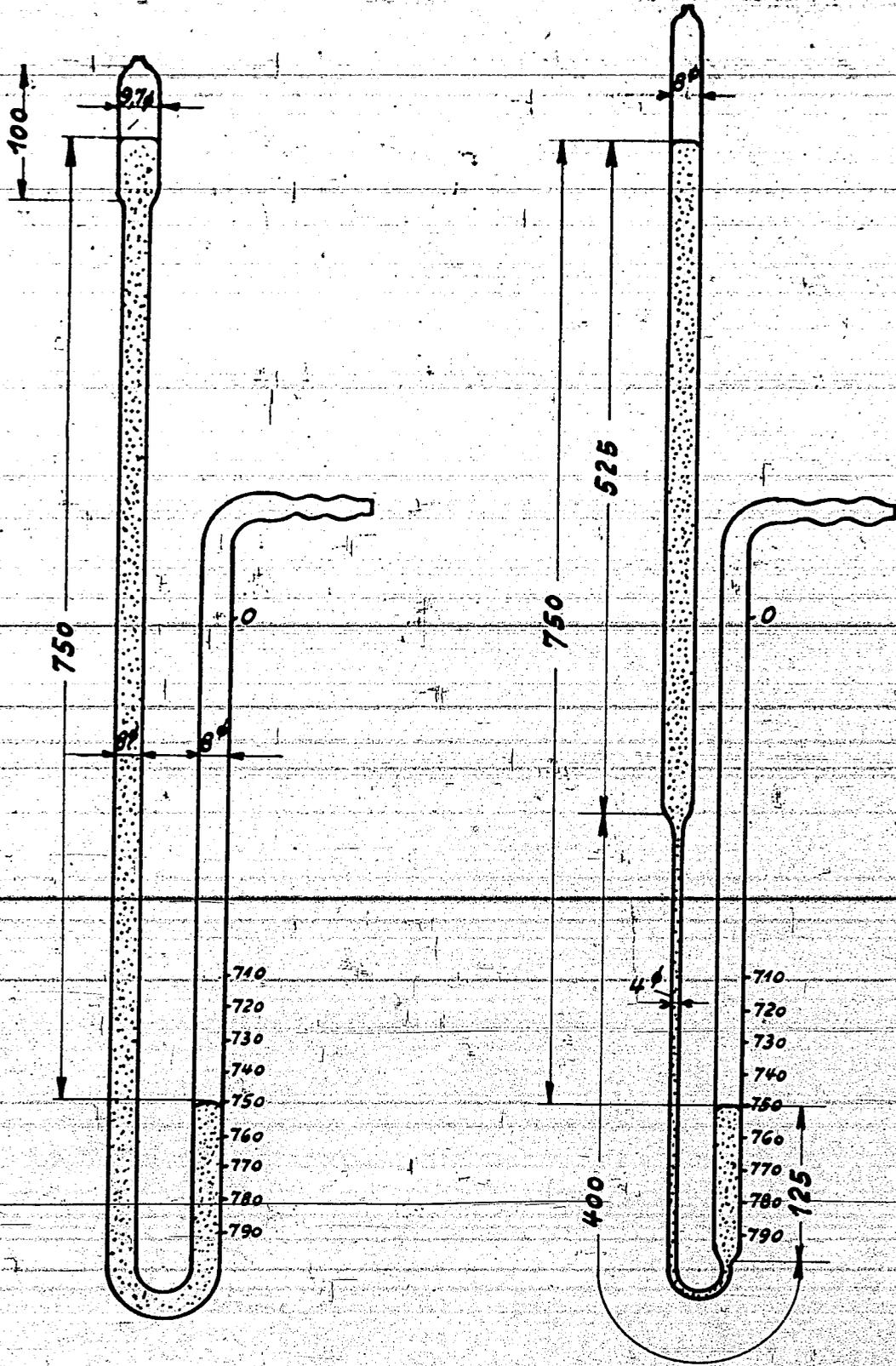


Abb. 1

Abb. 2

Betreff:

O.Z. 14474

Geräte zur temperaturfreien Messung von Drücken oder druckabhängigen Größen

In Folgendem wird rechnerisch die Richtigkeit des Anspruches obiger O.Z. bewiesen, daß eine temperaturfehlerfreie Messung von Drücken mittels zwischenkammeriger Rohre möglich ist, wenn die Rohrweiten und Abmessungen bestimmt gewählt werden. Die Unabhängigkeit von der Temperatur gilt jedoch nur für konstanten Druck.

In den anliegenden Bildern ist ein Barometer für 0° und t° C gezeichnet. Die Bedeutung der verwendeten Zeichen ergeben sich aus der Figur. Die beiden Unbekannten sind $c_2 = x$ und $L_2 = y$. β = Raumausdehnungszahl der manometrischen Flüssigkeit.

Temperatur	0° C	t° C
Wichte der manometrischen Flüssigkeit	γ_0	$\gamma_0 / (1 + \beta t)$
Länge der engen Flüssigkeitssäule	$l_0 = a + b + c_0$	$l_2 = a + b + x$
Länge der weiten Flüssigkeitssäule	L_0	$L_2 = y$
Gesamtes Flüssigkeitsvolumen	$V_0 = \gamma^2 \pi (a + b + c_0) + R^2 \pi L_0$	$V_2 = \gamma^2 \pi (a + b + x) + R^2 \pi L_2$ $V_2 = V_0 (1 + \beta t)$
Höhenunterschied der beiden Flüssigkeitssäulen	$H_0 = L_0 + a - c_0$ $L_0 = H_0 - a + c_0$	$H_2 = L_2 + a - x$ $L_2 = H_2 - a + x$ $H_2 = H_0 (1 + \beta t)$
	$V_0 = \gamma^2 \pi (a + b + c_0) + R^2 \pi (H_0 - a + c_0)$	$V_2 = \gamma^2 \pi (a + b + x) + R^2 \pi (H_2 - a + x)$
	$V_0 - \gamma^2 \pi (a + b) - R^2 \pi (H_0 - a) = \pi \cdot c_0 (\gamma^2 + R^2)$	$V_2 - \gamma^2 \pi (a + b) - R^2 \pi (H_2 - a) = \pi \cdot x (\gamma^2 + R^2) - V_0 \beta t + R^2 \pi \beta H_0 t$
	(1) $\pi \cdot c_0 (\gamma^2 + R^2) = \pi \cdot x (\gamma^2 + R^2) - V_0 \beta t + R^2 \pi \beta H_0 t$	

Es wird nun nach der Patentanmeldung der Radius des weiten Rohres so bestimmt, daß in Gleichung (1) die temperaturabhängigen Glieder sich fortheben, d.h. die Bedingung

$$(2) \quad V_0 \beta t - R^2 \pi \beta H_0 t$$

erfüllt ist. Damit ergibt sich aus obiger Gleichung (1), daß $x = c_0$, d.h. für alle Temperaturen bleibt der Flüssigkeitsstand im rechten Schenkel des Manometers auf gleicher Höhe für den Druck H_0 (bei 0° C).

Ändert sich nun der Druck von H_0 auf H_1 , dann lautet Gleichung (1)

$$\pi (R^2 + \gamma^2) (c_0 - x) = \beta t (R^2 \pi H_1 - V_0)$$

Nach Gleichung (2) ist

$$V_0 = R^2 \pi H_0$$

Somit

$$(R^2 + \gamma^2) (c_0 - x) = \beta t R^2 (H_1 - H_0)$$

$$(3) \quad (c_0 - x) = \beta t \frac{H_1 - H_0}{1 + \frac{\gamma^2}{R^2}}$$

170000231

D.h. bei einem anderen Druck als H_0 bleibt der rechte Schenkel nicht mehr auf gleicher Höhe, wenn sich die Temperatur ändert. Die Abhängigkeit davon gibt obige Gleichung (3).

Zahlenbeispiel:

Für $B = 0,000 181$
 $H_1 - H_0 = 30 \text{ mm}$, $t_1 - t_0 = 30^\circ$
 $r/R = 0,82$ (Beispiel 2 der O.Z. 14474)
wird $c_0 - x = 0,1 \text{ mm}$.

Nimmt man ein Barometer der bisher üblichen Ausführung mit Rohren von überall gleichem Durchmesser und liest man nur am rechten Schenkel, ohne den Temperatureinfluß zu berücksichtigen ab, dann ergeben sich Fehler in gleicher Größenordnung, wie oben berechnet. Ist der rechte Schenkel 50 mm hoch, dann beträgt der Fehler für $t = 30^\circ\text{C}$ 0,27 mm.

Zusammenfassung

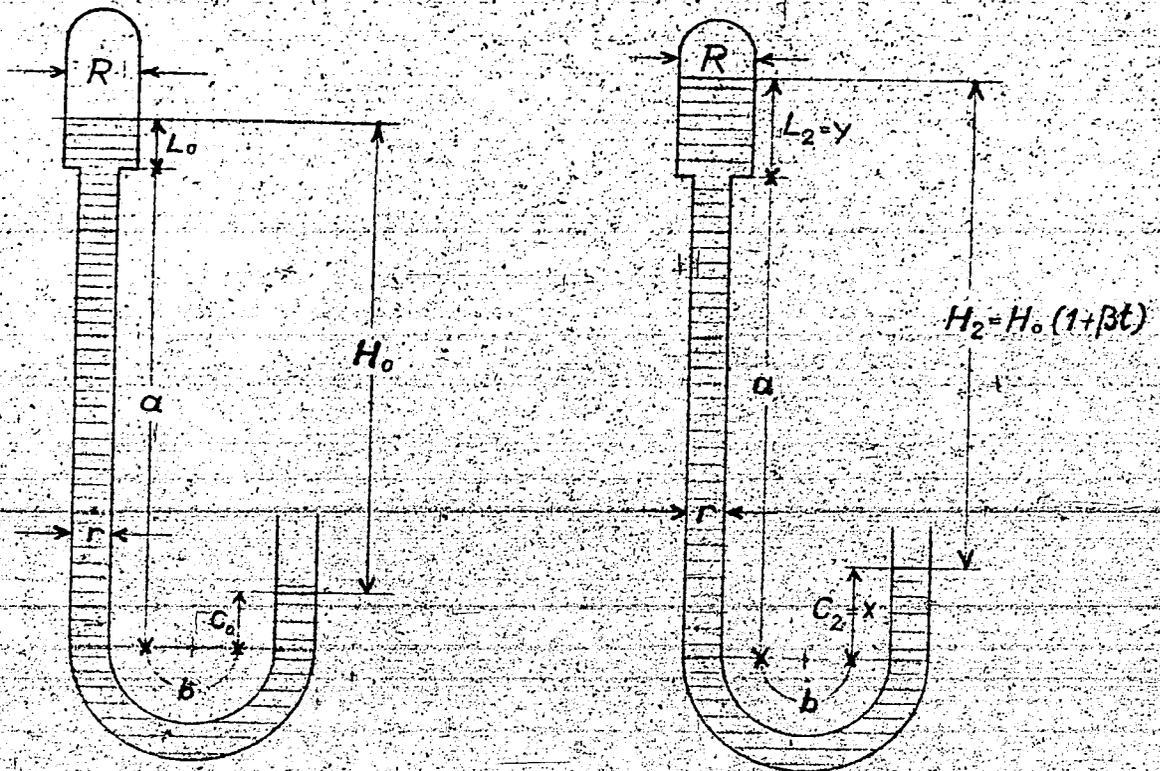
Die temperaturfehlerfreie Messung von Drücken gemäß O.Z. 14474 ist nur für den bestimmten Druck möglich, für den die Durchmesser der Rohre berechnet sind. Für alle anderen Drücke ergeben sich Fehler, die etwa $\frac{1}{3}$ derjenigen bei einem Barometer üblicher Ausführung sind, bei dem man ebenfalls nur den rechten Schenkel, ohne die Temperatur zu berücksichtigen, ablesen würde.

Bei einer verlangten Meßgenauigkeit von $\frac{1}{10}$ mm bringt die Erfindung demnach zwar eine Verbesserung, doch ist sie nicht ausreichend groß, um den Mehraufwand (Glasbläserarbeit, Eichung) zu rechtfertigen.

Wille

39881

170000232



0°C

t°C

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen am Rhein
Tag. 19. S. 4. 2. Name *B. Müller*
Maßst. *1:100*
Barometer m. Temperaturausgleich BKOBs 3219-16
Urheberrechtsschutz nach DIN 30

H. Dr. Kellmann 23.5.44

180000233

Boq 3046-18

Target 30/4.02

Horizontal Coal Hydrogenation

Converter

30 46-14

30/402

183000234

Hydrierung

Liegende-Hochdrucköfen

1

Geheim!

4769

Der Beauftragte für den Vierjahresplan
zu Händen Herrn Dr. Kranepuhl

(1) Berlin V 9
Saarlandstraße 128

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne
§ 88 RGISB.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei
Beförderung als „Einschreiben“.
Aufbewahrung unter Verantwortung des
Empfängers unter gesichertem Verschluss

Geheim!

180000235

E 62/45y
Gr/Schw. 13. Januar 1945 A.

Anliegend übersenden wir Ihnen Abzug eines Berichtes über die am 11.1.45 in
Berlin stattgefundene Besprechung betr. liegende Öfen zu Ihrer Kenntnisnahme.

Heil Hitler!

AMMONIAKWERK MERSEBURG
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Anlage

2 Besprechungsbericht v. 12.1.45
1 Geheimquittung (zurückgebeten)

- 1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 RGISB.
- 2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postbeförderung als "Einschreiben".
- 3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter gesichertem Verschluss.

Schmelzofenbericht

1945 im Auftrage des RWA in Berlin

An die Herren: Dir. Dr. Pior, Dir. Dr. Bauer, Dir. Dr. Wiesel, Dir. Dr. Hochschwender, Dir. Dr. von Bismarck, Dr. Mohr, Dr. Kranzpuhl, Dr. Schmitt, Dr. Raichle, Dr. Schmidt, Dr. Schweb

Die liegenden Ofen

Bei den unterirdischen Verlagerungen der Hydrierwerke bedeuten die stehenden Ofen große Anforderungen für die Gestaltung der auszusprengenden Räume. Von den Herren Prof. Dr. Krauch und Dir. Geilenberg wird daher immer wieder die Forderung erhoben, Hochdrucköfen liegend anzuordnen. Zu dieser Frage wurde in folgender Stellung genommen:

Gasphasenöfen

Während von den übrigen Herren weitgehend die Meinung vertreten wurde, daß in der Gasphase ein Schrägliegen des Ofens weitgehend zu vertreten sei, wurden von Seiten Leunas Bedenken gegen die bisher vorliegenden Konstruktionen geäußert, da bei Schrägliegen Gefahr besteht, die Ofen durch unruhiger Fahrweise bzw. der Gefahr des Durchgehens zu neigen ist. Dr. Urban, der in KS 1 eine Kleinanlage mit liegenden Gasphasenöfen zur Verarbeitung von etwa 300 t Rohöl/Tag angeblich im Bau hat, betonte, daß die Anlage nur durch Zusammenfallen verschiedener einmalig günstiger Umstände in dieser Form zur Ausführung gelangt. Während in den Anlagen KS 2 und KS 3 alle Ofen so gestellt werden, daß die Ofen während der Vegetation vorangezogen, während die Ofen in KS 1 liegen so schräg, daß sie gut von Hand gefüllt werden können; sie besitzen Blenden mit Trichtern, um das Röhren bis an die Blenden hin mit Kontakt vollfüllen zu können.

Das Ergebnis dieser Diskussion war, daß nach Möglichkeit die Gasphasenöfen gestellt werden, um ein sicheres Fahren gewährleisten zu können und der in KS 1 gemachte Versuch abgewartet wird.

Auch der weit vorliegenden Versuch eines liegenden Methanolofens in Leuna konnte infolge der wiederholten Störungen bisher nicht angefahren werden, so daß auch hier die Ergebnisse noch fehlen.

Die oberirdische Verlagerungen bedeutet ein liegender Ofen einen wesentlich größeren Platzbedarf und eine erheblich größere Gefährdung durch Splitterwirkung.

Stumpphasenöfen

Bei der Stumpphase bestehen darüber große Bedenken gegen eine liegende Anordnung. Die Herren waren sich alle klar darüber, daß in einem Versuch eine zeitweilige Anordnung eines Versuches mit einem liegenden Stumpphasenofen, der aber nicht in Verbindung mit einem Hydrierwerk stehen darf, schon der Gefahr zu viele Störungen ausgesetzt ist. Von Seiten Leuna wird festgestellt, daß ein derartiger Versuch in der heutigen Zeit Fachkräfte und Material beansprucht, die nur von anderen wichtigen Arbeiten, wie Wiederinbetriebnahme größerer Werke oder Verlagerungen abgezogen werden können, was in Anbetracht der Aussichtslosigkeit mit liegenden Stumpphasenöfen in absehbarer Zeit zu erfolgen, kaum zu veranlassen ist. Der im Bericht vorgelegte Entwurf befriedigt in keiner Weise, da die Gefahr der Brandhaltung bei Betriebsstörungen außerordentlich empfindlich ist, ausserdem eine Ganzzeit gefordert wird, die praktisch in Betrieb

nicht zu erreichen ist, so wird den einzelnen Hydrierwerken anheim gestellt besondere Vorkehrungen für Abzug des Phosphors an der Rücklauf einmündigen.

Zusammenfassung

Der Oberins steht fest, daß die Firma "Königliche Oefen" augenblicklich in der Lage nicht ist, als weder für die Planung oder im Bau befindlichen Anlagen noch für die oberirdisch verlaufenden Anlagen die Verantwortung übernommen werden könne, sondern die Frage nur für spätere Planungen von Bedeutung sei.

Dr. Hochschuler betonte die auch schon erwähnte Tatsache, daß die Oefen nur einen kleinen Teil der stehenden Apparate darstellen, während Gasreinigung, Gasabreinigung, Druckwasserreinigung sowie Destillationen hohe Bedeutung haben, die nur durch Neukonstruktion in ihrer Höhe verringert werden können, während für die eigentlich interessierende Frage mit den anderen Werken vorhandenen Apparaten gearbeitet werden muß.

In Bezug auf die Destillationen wurde auf einen Vorschlag der Firma Weisner hingewiesen, die Schrägkolonnen empfiehlt. Nach Mitteilung von Dr. Orlick existieren in Frankreich Patente für Schrägkolonnen, während nennenswerte Erfahrungen nicht vorliegen. Die Konstruktion dieser Kolonnen (viereckig) ist wenig vertrauenswürdig. Dagegen versichert Dr. Orlick, daß bei Neukonstruktionen von Kolonnen bei entsprechender Anforderung die Bauhöhe gegenüber den heutigen Kolonnen wesentlich verringert werden kann.

Dr. Dr. Schuch, Dr. Becker
H. Schaub

Dr. Krupp, pub. Reichsamt

in Aktenvermerk

Besprechung in der Länderbank über liegende Öfen
am 11. Januar 1945.

Anwesend: Dir. Dr. Pier I.G.Lu.
Dr. Sauer Leuna
Dr. Wissel Pölitz
Dr. Hochschwender } Brabag
Dr. Schmidt }
Dr. Schwab } Leuna
Dr. Orlicek }
Dr. v. Blumencron Wesseling
Obering. Raichle } I.G.Lu.
Dr. Oettinger }
D. I. Obenaus } G.B. Chemie
Dr. Franepuhl }

Zusammenfassung:

- 1.) Für liegende Gasphaseöfen sind befriedigende Konstruktionen vorhanden.
- 2.) Ein technischer Großversuch mit einem liegenden Gasphaseofen wird im Februar in Klein-Scholven I antaufen.
- 3.) Für liegende Sumpphaseöfen soll ebenfalls ein Großversuch un-
gehend vorbereitet werden (3 Standortvor schläge).
Ohne einen Versuch kann das Risiko, eine Anlage mit liegendem
Sumpphaseofen zu bauen, nicht übernommen werden.

I. Grundsätzlich besteht Einigkeit darüber, dass die liegenden Öfen nur gebaut werden, wenn ein Zwang dazu besteht. Solange man die freie Wahl hat, wird man bei senkrechten Öfen bleiben, die man verfahrensmässig beherrscht.

Die liegenden Öfen bieten sicher Vorteile bei unterirdischen Anlagen, weil berymännlich ausserordentliche Schwierigkeiten vermieden werden können, wenn man nicht so hohe Räume einzuziehen muss. Bei oberirdischen Anlagen bieten sie nur dann Vorteile, wenn Tarnmöglichkeiten durch die liegenden Öfen in stärkerem Maße gegeben sind als durch stehende Öfen. Die Tarnmöglichkeit ist nur dann gegeben, wenn bei anderen Betriebsteilen die grossen Höhen vermieden werden. Die Tarnung durch Vegetation allgemein hat nur bedingten Wert, da wahrscheinlich nach kurzer Zeit weder Laub- noch Nadelwald in der Nähe erhalten bleiben wird, weil ausserdem die Ermittlung der Anlage aufgrund der Eisenmagneten auch durch die optische Tarnung nicht verhindert wird. Als Nachteil kommt hinzu, dass ein liegender Ofen grössere Angriffsflächen bietet und die Verletzbarkeit der Ofen durch Splitter sehr gross ist. Ausserdem ist wegen des Zementmangel eine Einbunkerung der liegenden Öfen neuerdings ebenfalls in Frage gestellt. Angesichts der jetzigen schweren Bomben, wie sie z.B. neuerdings in Pölitz geworfen sind, wird die ganze Einbunkerung illusorisch.

II. Die liegenden Öfen werden für die Gasphase ohne Schwierigkeiten verwendet werden können. Konstruktionen dafür liegen vor bei der Abt. Hochdruckversuche, Ludwigshafen, Dr. Pier und Scholven. In Klein-Scholven I soll im Februar eine Fabrikation mit einem liegenden Gasphaseofen antaufen, so dass ein technischer Einsatz damit gegeben ist.

+ ebenfalls

III. Der Verwendung in der Sumpfhase stehen nach Ansicht aller Beteiligten scharfe Bedenken entgegen (Verkokungsgefahr, geringer Asphaltabbau, grössere Verluste usw.) Nach allgemeiner Ansicht muss ein technischer Versuch gefahren werden, weil sich niemand finden wird, der ohne vorangegangenen Versuch eine Fabrikation mit liegenden Sumpfhaseöfen fährt.

Ein Konstruktionsvorschlag von der I.G. liegt vor mit einem auswechselbaren, porösen Rohr zur Einleitung des Gases. Ein weiterer Vorschlag wird von der Brabag gemacht: (Dr. Hochschwender) Auflösung des Querschnittes in mehrere Einzelrohre. Die Brabag hat nur Modellversuche gemacht, die nicht befriedigend verliefen. Auch bei den Hochdruckversuchen sind die Versuche mit Röhrenöfen negativ ausgefallen (zu kurze Verweilzeit des Produktes). Es müsste, um längere Verweilzeit zu bekommen, Kapazität dazwischen geschaltet werden. Bei schneller Rührung können im liegenden Ofen praktisch die Werte der senkrechten Ofens erreicht werden, aber die Verwendung der Rührung wird technisch noch nicht beherrscht. Für die Sumpfhaseöfen ist also auf jeden Fall die Durchführung eines Versuchs notwendig. Dieser Versuch muss losgelöst von einem Werk erfolgen, um eine gewisse Versuchsdauer zu gewährleisten. Umgekehrt muss eine Wasserstoffquelle zur Verfügung gestellt werden. Der Versuch könnte daher erfolgen in Klein-Scholven I. Die Schwierigkeit besteht hier darin, dass nur der schwer zu verarbeitende Kokereiteer zur Verfügung steht. Zweckmässig würde Erdöl eingesetzt. Das bringt aber neue Transportbelastung. Die zweite Möglichkeit zur Durchführung des Versuchs besteht darin, dass man sich an die Wasserstoffleitung von Leuna nach Schkopau anhängt. Nachteil: Grosse Störungsmöglichkeit durch Fliegerangriffe in dem gesamten Gebiet. Drittens: Anhängen an die Wasserstoffleitung von Blechhammer nach Heydebreck.

IV. Die Durchführung solcher Versuche ist praktisch zurzeit sehr schwer; beispielsweise bemüht sich Leuna schon seit längerer Zeit, den Versuch mit dem liegenden Methanolofen zu fahren, muss aber den Versuch wegen der dauernden Fliegerangriffe immer wieder unterbrechen, so dass Ergebnisse nicht beigebracht werden konnten.

V. Der Aufwand bei der Durchführung der liegenden Ofen ist sehr gross; ausser den Ofen müssen auch andere Anlagenteile, z.B. die Winkler-Anlage (ca. 35 m hoch), die Kontakt-Anlage (15-20 m hoch), Druckwasserreinigung (20 m hoch), die Waschanlage (20 m hoch) usw. auf die liegenden Ofen eingestellt werden, d.h., diese Apparaturen müssten zum Teil umkonstruiert werden und die vorhandenen Apparate wären nicht verwendbar. Diesem grossen Aufwand steht das Risiko gegenüber, dass der liegende Ofen verfahrensmässig noch nicht gesichert ist, dass also niemand sagen kann, ob der liegende Ofen auch wirklich störungsfrei zu fahren ist.

VI. Der Vorschlag der Firma Meissner für eine liegende Destillation wurde nur kurz diskutiert. Auch hier wurde ein Versuch für notwendig erachtet. Es besteht ferner Einigkeit darüber, dass bei den Destillationfirmen genügend Konstruktionen für Destillationen von geringerer Höhe vorhanden sind. Wenn also doch eine neue Konstruktion gemacht werden soll, wie die Firma Meissner vorschlägt, dann würde man diese vorhandenen Vorschläge der bekannten Destillationsfirmen voraussichtlich verwenden können. Bisher war Grundsatz, vorhandene Apparaturen zu verwenden, um frühe Termine zu erzielen.

Verteiler:

Prof. Dr. Krauch
Dr. Sauer
Dr. Lier

Dr. Hochschwender
Dr. Wiszel
Dr. Schunk

Dr. Urban
Dr. Obenaus
Dr. Kranepuhl
Tagehefter

von Dr. Kranepuhl

Ammoniakwerk Merseburg

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Fernschreiber

Me 100, Ruf 352

Fernschreiben

Aufgenommen:

- 9. Jan 1945

Tag:

Zeit:

durch:

aus

Empfänger

180000240

rwa bln den 9.1.45 fs. 340 12 uhr 15 / lsch
an: Leunawerke
dir. dr. s a u e r

zu besprechungen ueber liegende hochdruckoefen und st- anlagen
ist ihre anwesenheit in meinem amt am donnerstag , den 11.1.,
dringend erforderlich . ich rechne besteiimt mit ihrer teilnahme.
gebechem/ obenau +++

ig Leunawerke
rwa blnmo

B r i e f e n t w u r f

Zu dem Schreiben vom G.B.Chem (Dr.Ringer) vom 19.12.44 nehmen wir wie folgt Stellung:

Allgemeines

Die vorgesehene Tarnung muß das ganze Jahr wirksam sein. Bei Anlagen in Nadelwald bestehen allerdings Bedenken, daß der Baumabstand für eine derartige Anlage zu gering wird. Weiteré Bedenken bestehen hinsichtlich der Widerstandsfähigkeit der Vegetation gegenüber Abgasen, phenolhaltigen Abwässern und der großen Wärme-einwirkung. Entsprechende Erfahrungen dürften bei den "Ofen"-Anlagen vorhanden sein, die wir einzuholen empfehlen. Auch der Bau der sehr schweren Fundamente dürfte auf die Vegetation nicht ohne schädlichen Einfluß sein. Aus den Unterlagen geht nicht hervor, wie weit neben der optischen Tarnung auch an Massnahmen gegen Rotterdam- und Metho-Gerät gedacht wurde.

Gasphase Zu Anlage 1) Da ein Teil der Regeneration sicher Flüssigkeit und Gas führen wird, halten wir die waagrechte Anordnung der Regeneratoren für unvorteilhaft, da ihre Leistung stark verringert wird; dieses bedeutet eine wesentlich stärkere Belastung für Vorheizler und Gaskühler.

Zu Anlage 2) Bei der aufgeführten Ausführung der Blenden wird eine ungleichmässige Gas- Öldampfbeaufschlagung des Kontaktes erwartet. Es wird vorgeschlagen, den ersten Schlitz der Blende waagrecht auszuführen, so dass das Gas nicht den oberen Kontaktraum bevorzugen kann. Ausserdem muss das Kältegas vor diesem 1. Schlitz zugesetzt werden, nicht wie auf der Zeichnung zwischen ersten und zweiten Schlitz.

Wichtig erscheint besonders ein Vorhydrierungsversuch, um beurteilen zu können, ob die vorgesehene Konstruktion für die Beherrschung der Wärmetönung hinreichend oder ob eine Neukonstruktion erforderlich ist. Hierbei könnte man daran denken, den Ofen waagrecht zu legen, ihn stärker zu unterteilen und die Gasführung so zu gestalten, dass das Gas zwangsläufig von unten nach oben gehen muss.

Sumpfphase

Zu Anlage 4) Wir halten diese Art der Ausführung für undurchführbar, da für die Standhaltung kein genügend grosser Raum zur Verfügung steht. Weiterhin kann diese Ofenkonstruktion nur für eine Einfachkammer Verwendung finden. Im Interesse einer gesicherten Inbetriebsetzung halten wir bei der Sumpfphase ein Abweichen von den bewährten Konstruktionen (stehende Öfen) nicht vertretbar. Diese Stellungnahme gilt insbesondere auch für Anlage 5. Nach unseren Erfahrungen ist die hydraulische Rührung mit Abstand am besten, während eine mechanische Rührung nach unseren Erfahrungen seit 1927 in der zur Verfügung stehenden kurzen Zeit nicht zu entwickeln ist. Für die waagrechte Lage der Regeneratoren gilt in verstärktem Masse das unter Gasphase gesagte.

Grundsätzliches

Obige Stellungnahme betrifft nur das engere Hydrierverfahren. Im übrigen halten wir die Angelegenheit für so wichtig, dass wir den Vorschlag von Herrn Dr. Ringer begrüßen, in Leuna mit massgebenden Herren anderer Hydrierwerke eine diesbezügliche Besprechung abzuhalten.

gez. Schwab

Dieser Versuch kann aber nicht bei uns gemacht werden, da es der Erstellung der normalen Erzeugung im Wege steht. Überhaupt ist Entwicklungsarbeit- u. zeit erforderlich, die nicht mehr zur Verfügung steht.

gez. Dr. Schunck.

Der Beauftragte für den Vierjahresplan

Berlin W 9, den 19.12.44

Saarlandstraße 128

Fernsprecher: 12 00 48 (Hausapparat)

Fernschreiber: 01 - 11 13

Drahtanschrift: Gebedem

Der Generalbevollmächtigte
für Sonderfragen der chemischen Erzeugung

Zeichen: I Dr. Ri/E

Tgb.-Nr.

180000242

Bezug:

Betr.: Liegende Hochdrucköfen und liegende Destillations-Kolonnen.

G e h e i m !

G e h e i m !

Anlagen nicht zurück
H H & Sauer

Herrn

Direktor Dr. S a u e r

L e u n a

Sehr geehrter Herr Dr. Sauer!

Ich hätte eigentlich im Auftrag von Prof. Krauch nach Leuna fahren sollen, um mit Ihnen und den anderen zuständigen Herren in Leuna über die liegenden Hochdrucköfen zu sprechen. Wegen der Reiseschwierigkeiten muss ich versuchen, den Auftrag schriftlich zu erledigen.

Wie Sie wissen, legt Prof. Krauch grössten Wert darauf, die stehenden Hochdrucköfen durch liegende Öfen zu ersetzen und ist hierin anscheinend noch besonders beeindruckt durch die Ausführung einer Anlage "Kuckuck", die Prof. Krauch in den letzten Tagen besichtigt hat. Ich bin von der Zweckmässigkeit dieser Ausführung noch nicht ganz überzeugt. Für Prof. Krauch ist der Hauptgrund, gut getarnte Anlagen im Wald zu erstellen, da die Termine für die U-Anlagen, wie zu erwarten, sehr ungünstig werden.

Die liegende Anordnung ergibt unvermeidlich sehr grosse Flächen, die wohl auch nach Ihrer Auffassung unbedingt vermieden werden müssten. Ich hatte mir die Errichtung einer solchen Anlage so vorgestellt, dass 1) möglichst kleine Aggregate aufgestellt werden, unter tunlichster Verkürzung aller Rohrleitungen usw., 2) alle Anlageteile mit gutem Splitterschutz versehen werden, wobei ich die Kammer aufteilen würde und jeden Ofen, Wärmeaustauscher, Abscheider getrennt, mit einer soliden, hohen und engen Schutzmauer umgeben würde. Diese Ausführungsweise hätte den Nachteil, dass die Anlage teilweise über den umgebenden Wald hinausragt. Ich glaube aber nicht, dass man eine Hydrieranlage, die selbst bei kleiner Kapazität sehr umfangreich werden würde, in einem Wald so getarnt aufgestellt werden kann, dass sie der Feindsicht entzogen wird. Mit den liegenden Öfen ist es ja nicht getan. Hinzu kommen die Wasserstoffherstellung, Ölwäscher, Energieanlagen usw., die kaum alle verdeckt unter Bäumen aufgestellt werden können. Vielleicht ist aber meine Ansicht verkehrt. Auf jeden Fall müssen wir versuchen, neue Wege zu gehen, da die U-Anlagen, wie gesagt, nicht zum Ziel führen werden.

In Anlage erhalten Sie einen Bericht von Dr. Pier über liegende Öfen, zu der Prof. Krauch um schnellste Ausserung der zuständigen Herren aus Leuna bittet.

Der Vorschlag für die Gasphase ist klar und voraussichtlich in der vorgeschlagenen Form auch wohl technisch durchführbar. Dr. Pier hält es für notwendig, dem Ofen eine solche Neigung zu geben, dass eine Gesamtbauhöhe von 8 m herauskommt. Diese Bauhöhe wäre im normalen Waldgelände schon nicht mehr tragbar, wenn man der Ansicht von Herrn Prof. Krauch folgt. Ausserdem will Dr. Pier den Ofen zur Füllung senkrecht aufstellen, um über eine Bühne zu füllen. Hierzu schlägt er die in der Zeichnung dargestellte Spillanlage vor. Wenn schon eine derartige Einrichtung erforderlich sein sollte, fragt man sich, warum der Ofen nicht dann gleich senkrecht stehen bleibt, was für den Splitterschutz viel vorteilhafter wäre. Die speziellen Fragen, zu denen um Stellungnahme gebeten wird, sind also

1) ob es auch in Leuna für notwendig gehalten wird, den Gasphaseofen mit einer Neigung von etwa 12° aufzustellen und

2) ob es notwendig ist, den Ofen bei senkrechter Aufstellung zu füllen.

/noch Irgend welche Erfahrungen mit den liegenden Methanolöfen von Herrn Dr. Giessen liegen wohl/nicht vor. Ich bitte um Mitteilung, für wann Sie im Normalfall mit den ersten Erfahrungen hierfür rechnen.

Der Vorschlag für den Sumpphaseofen ist, was die technische Durchführung anbetrifft, verständlicherweise wesentlich unsicherer. Der Vorschlag von Dr. Pier lässt ohne Durchführung von geeigneten Versuchen, eine Reihe von Fragen offen. Die Ausführung ohne ausreichende Vorversuche erscheint sehr gewagt. Prof. Krauch glaubt, dass die Schwierigkeiten nicht so gross sein können und wird in dieser Auffassung bestärkt durch eine Unterhaltung mit Herrn Joost, der eine brauchbare Lösung auch hierfür neben den von Scholven zur Ausführung kommenden liegenden Gasphaseöfen in Aussicht gestellt hat.

Es wäre sehr günstig, wenn baldmöglichst eine gemeinsame Aussprache mit Herrn Joost und Herrn Urban über diese Frage stattfinden könnte. Falls Sie der gleichen Auffassung sein sollten will ich versuchen, eine solche Besprechung für Anfang Januar in Leuna herbeizuführen.

In der Anlage ist ferner der Vorschlag der Firma Meissner für liegende Destillationskolonnen beigelegt. Ich bitte Sie, auch diesen Vorschlag in Leuna prüfen lassen zu wollen. Soweit es sich um Kolonnen für U-Anlagen handelt, möchte ich die Frage aufwerfen, warum die Kolonne nicht in verschiedene Schüsse aufgeteilt wird, wenn man schon an Neukonstruktionen denkt. Hierdurch könnte an den bewährten Glockenböden festgehalten werden. Für Übertageanlagen würde eine solche Ausführung wohl zu grosse Flächen benötigen. Solange aber keine Erfahrungen über die Wirksamkeit der von Meissner vorgeschlagenen Bodenkonstruktion vorliegen, erscheint mir die Aufstellung einer solchen Kolonne sehr bedenklich, da erhebliche Überraschungen möglich sind. Wie wir Geilenberg vorgeschlagen haben, soll die Firma Meissner veranlasst werden, schnellstens eine Versuchskolonnen mit einigen Böden auszuführen, um Konstruktionsunterlagen zu erhalten.

Ich wäre Ihnen für eine baldige Stellungnahme unter Rückgabe der Unterlagen sehr dankbar.

Mit bestem Gruss

Anlagen.

Dr. Pier

L i e g e n d e Ö f e nZusammenfassung:

In dem folgenden Bericht wird eine kurze Übersicht über die Anwendung liegender Hochdrucköfen bei der Hydrierung gegeben. Grundsätzlich ist für die beiden Stufen des Verfahrens, die Hydrierung in Sumpffphase und Gasphase, die senkrechte Anordnung der Öfen und Vorheizer die vorteilhafteste und daher technisch erprobte. Wenn man von ihr abweichen muss, dann liegen die Verhältnisse für die Sumpffphase und für die Gasphase verschieden.

Für die Gasphase ist die Anwendung liegender Öfen sofort durchführbar, wenn auch mit einer kleinen Verminderung der Ofenleistung und geringer Erhöhung der Vergasung zu rechnen ist. Es sind nur geringe konstruktive Änderungen der Ofeneinsätze erforderlich. Der ~~Umbau des elektrischen Vorheizers bietet keine Schwierigkeiten, dagegen~~ erfordert der Umbau des Gasvorheizers auf niedrige Bauhöhe mit liegenden Haarnadeln eine Abänderung und bedingt daher eine kleine Terminverzögerung.

Für eine Kammeranordnung und Konstruktion der liegenden Öfen sowie für eine Vorrichtung zum senkrechten Aufstellen derselben beim Einfüllen des Kontaktes und beim Einbau der Ofeneinsätze sind Zeichnungen beigelegt.

In der Sumpffphase bringt das Abgehen von der bewährten senkrechten Anordnung, die automatisch eine Durchmischung des Ofeninhalts mit dem Wasserstoff ergibt und ein schädliches Absitzen fester Teilchen leicht vermeiden lässt, grössere Schwierigkeiten. Es werden einige Möglichkeiten aufgezeigt, wie man auch in liegenden Öfen einen einwandfreien Verlauf der Hydrierung erreichen kann. Dies erreicht man durch Herbeiführung einer guten Durchmischung des Ofeninhaltes mit Wasserstoff, indem man diesen z.B. durch im Ofen angeordnete poröse Rohre oder Massen zuführt. Diese Anordnungen sind bisher im Grossen und im Dauerbetrieb nicht erprobt. Es sind daher noch halbtechnische Versuche für die Anwendung liegender Öfen im Grossen zweckmässig, bei normalen Verhältnissen sogar erforderlich. Wenn man durch besondere Umstände gezwungen ist, die Sumpffphaseöfen liegend anzuordnen, so wird man es wagen und versuchen, die wichtigsten Fragen bis zur praktischen Inbetriebnahme durch Versuche zu klären.

Für eine Kammeranordnung und die Konstruktion eines liegenden Sumpffphaseofens sind Zeichnungen beigelegt.

B e r i c h t

Zur Zeit ist eine Verlagerung von Hydrieranlagen an andere Standorte notwendig geworden. Diese Verlagerung erfolgt nach unterirdischen und oberirdischen Standorten.

Bei der Projektierung unterirdischer Hydrieranlagen wurde erwogen, die in den bisherigen Hydrierwerken stehend angeordneten Öfen horizontal zu legen, einmal um dem Wunsche des Bergbaus, keine zu hohen Räume ausschliessen zu müssen, entgegenzukommen und dann, um auf den schwer unterzubringenden Kammerkran verzichten zu können. Inzwischen sind zwar für die unterirdischen Anlagen Konstruktionen für Kammeranordnung in der üblichen bewährten Weise mit stehenden Öfen gefunden worden. Trotzdem bietet die Anwendung liegender Öfen grosses Interesse, auch für die geplanten kleinen, oberirdischen Anlagen, bei denen ein Kammerkran fehlt, und bei denen die Öfen in natürlicher Tarnung, z.B. im Wald, aufgestellt werden müssen.

In der folgenden Zusammenstellung wird nur die Hochdruckkammeranlage betrachtet; während die übrigen Anlagenteile, wie Destillationen, Maschinen, Wasserstoffherzeugung, Waschkolonnen usw., die zum Teil auch erhebliche Bauhöhen aufweisen, hier nicht behandelt werden sollen.

Bekanntlich wird die Hydrierung in zwei Stufen, der Sumpfphase und der Gasphase, durchgeführt. Da sich die Anwendung liegender Öfen auf diese beiden Stufen verschieden auswirkt, wird sie im folgenden getrennt behandelt.

I. Liegende Öfen bei der Gasphasehydrierung:

Grundsätzlich bietet das Arbeiten in liegenden Öfen für die Hydrierung in der Gasphase, wo ein homogenes Oldampf-Wasserstoffgemisch über festen Katalysatoren verarbeitet wird, keine Schwierigkeiten. Anlage 1 zeigt in grossen Zügen den Aufbau einer Gasphasekammer mit liegenden Öfen. Kleine Änderungen gegenüber der bisherigen Ofenausführung mit Blendeneinsätzen sind erforderlich.

Durch das Schrumpfen und Setzen des Kontaktes entstehen an der Oberseite der liegenden Öfen Hohlräume, wodurch der Kontakt ungleichmässig beaufschlagt würde. Dem kann man dadurch begegnen, dass man den Ofen soweit als möglich schräg legt; eine Neigung von 12° , das sind etwa 4 m Höhe bei 18 m Ofenlänge, reichen als untere Neigungsgrenze aus und ergeben eine Bauhöhe von 8 m. Die Blenden werden zweckmässig so vorgesehen, dass die ungleichmässige Beaufschlagung des Kontaktes in den oberen Schichten kompensiert wird. Anlage 2 zeigt einen derartigen Gasphaseofen im Schnitt. Der Eintritt des Reaktionsgemisches erfolgt an dem höher liegenden Ende des Ofens, um ein Tanzen des Kontaktes zu vermeiden.

Bei dem bisherigen Gewicht der Ofeneinsatzteile (Kontaktrost, Blenden) erfolgt der Einbau des Ofeneinsatzes und des Kontaktes zweckmässig in senkrechtem Zustand. Ein senkrecht Aufstellen des Ofens ohne Kammerkran kann z.B. in einer etwa 8 bis 10 m tiefen Grube, die auf der einen Seite eine schiefe Ebene als Einfahrt erfolgen. Mit einer einfachen Spillvorrichtung könnte der Ofen ein- und ausgefahren werden. Anlage 3 gibt die schematische Stellung einer solchen Vorrichtung.

Auch Vorheizern und Wärmeaustauscher lassen sich ohne weiteres in liegender Form ausführen, da es möglich ist, die erforderliche Strömungsgeschwindigkeit einzuhalten. Bei Elektrischen Vorheizern, wie sie in der Vorhydrierung verwendet werden, lässt sich der Umbau praktisch ohne Terminverzögerung durchführen, bei gasbeheizten Vorheizern, wie sie für die Benzinierung mit ihrem grösseren und ständigen Wärmebedarf zweckmässig angewandt werden, bedingt die Abänderung eine Terminverzögerung gegenüber der gebräuchlichen stehenden Anordnung.

Eine Gasphasekammer mit drei liegenden Öfen, zwei Wärmeaustauschern, einem Elektrovorheizern und einem Kühler hat einen Platzbedarf von etwa 500 qm, während der Platzbedarf einer Kammer mit einem Ofen etwa nur die Hälfte betragen wird.

Bei Verarbeitung von Mittelöl in geradem Durchgang liefert eine Gasphasekammer mit einem liegenden Ofen 4000 t/Monat Benzin und Dieselöl oder bei Rückführung des Dieselloles 2500 t/Monat Benzin. Die entsprechenden Produktionen in Kammern mit 2, 3 und 4 Öfen sind aus der folgenden Tabelle zu ersehen.

Die Qualität des in einer Stufe gewonnenen Flugbenzins entspricht nicht ganz der üblichen, vielmehr liegt die Oktanzahl niedriger. Um Flugbenzin normaler Qualität zu erzeugen, müssen 2 Kammern, eine Vorhydrierungs- und eine Benzinierungskammer aufgestellt werden. Die Produktionen beim zweistufigen Arbeiten sind auch aus der Tabelle zu entnehmen.

Weiterhin ist der Wasserstoffverbrauch für die verschiedenen Fälle bei Verarbeitung von Braunkohle- und Steinkohlemittelöl in die Tabelle aufgenommen.

Tabelle.

Ofenzahl der Kammer

a) Arbeiten auf Vorhydrierungsprodukt = Benzin u. Dieselöl:

Produktion t/Monst	4 000	8 000	12 000	16 000
Wasserstoffbedarf cbm/h	2500-3700	5000-7500	7000-11000	9500-19500

b) Arbeiten in 1 Kammer mit Rückführung auf Benzin:

Produktion t/Monat	2 500	5 000	7 200	9 500
Wasserstoffbedarf cbm/h	3000-4500	5800-8500	8500-13000	11500-17300

c) Arbeiten auf normales Flugbenzin mit einer zusätzlichen Benzinierungskammer:

Produktion t/Monat	3 200	6 500	9 500	12 500
Wasserstoffbedarf cbm/h	4000-6000	7500-11500	11500-17300	16300-23000

II. Liegende Öfen bei der Sumpffphase-Hydrierung:

In der Sumpffphase liegen die Verhältnisse für die Anwendung liegender Öfen wesentlich ungünstiger. Hier muss auf eine ausreichende Durchmischung der flüssigen Reaktionsteile mit dem Wasserstoff geachtet und ein schädliches Absetzen fester Teilchen (Kohle, Kontakt) vermieden werden. Die bewährte Anordnung des stehenden Ofens ohne jeden Einbau gewährleistet dies ohne weiteres. Bei liegenden Öfen kommen zur Erzielung einer ausreichenden Durchmischung von Wasserstoff und Öl und zur Vermeidung des Absitzens fester Teilchen insbesondere folgende Massnahmen in Frage:

Anwendung eines Rührers,
 Umpumpen des Ofeninhaltes,
 Zerlegung des grossen Ofenquerschnittes in viele kleine,
 Zuführung von Wasserstoff längs des ganzen Ofens in feiner Verteilung u.a.

Kleinversuche haben gezeigt, dass durch Anwendung eines Rührers Annäherung an Leistung und Umsatz im stehenden Ofen erreicht werden kann. Hierbei hat es sich als notwendig erwiesen, den Rührer verhältnismässig schnell (etwa 100 Umdrehungen in der Minute) laufen zu lassen. Für einen 18 m langen Ofen ist die Konstruktion eines genügend steifen Rührers notwendig, für den einwandfreie Stopfbüchsen, bad bestes Dichtungsmaterial unbedingt erforderlich sind. Da die Konstruktion eines solchen Rührers von 18 m Länge Schwierigkeiten erwarten lässt, kommt ~~zuerst~~ in Frage, dass man einen Turbinenrührer anwendet, der den Ofeninhalt umwälzt und so die lineare Strömungsgeschwindigkeit erhöht und das Absitzen fester Teilchen vermeidet.

Theoretisch wurde die Möglichkeit untersucht, den Wasserstoff im Öl gelöst durch Umpumpen immer wieder zurückzuführen; die Rechnung ergibt, dass etwa die zehnfache Menge des normalen Durchsatzes umgepumpt werden muss. Es wäre denkbar, diese grosse Menge mittels Mammutpumpe zurückzuführen.

Ferner wurde vorgeschlagen, die Strömungsverhältnisse dadurch zu verbessern, dass man den grossen Ofenquerschnitt in viele kleine Querschnitte auflöst und dadurch eine Durchmischung von Gas und Öl erreicht. Versuche haben jedoch gezeigt, dass bei dieser Arbeitsweise die Flüssigkeit mit der Geschwindigkeit des Gases durch den Reaktionsraum geführt wird. Wegen zu geringer Verweilzeit erfolgt dann kein ausreichender Umsatz zu Mittelöl, auch ist der Abbau der Asphalte ¹⁾ ungenügend.

Nach neuen Modellversuchen ergibt sich ein weiterer aussichtsreicher Weg für die Anwendung liegender Öfen. Ausreichende Verteilung des Wasserstoffes und ein Vermeiden des schädlichen Absitzens fester Teilchen lassen sich durch den Einbau waagrechter,

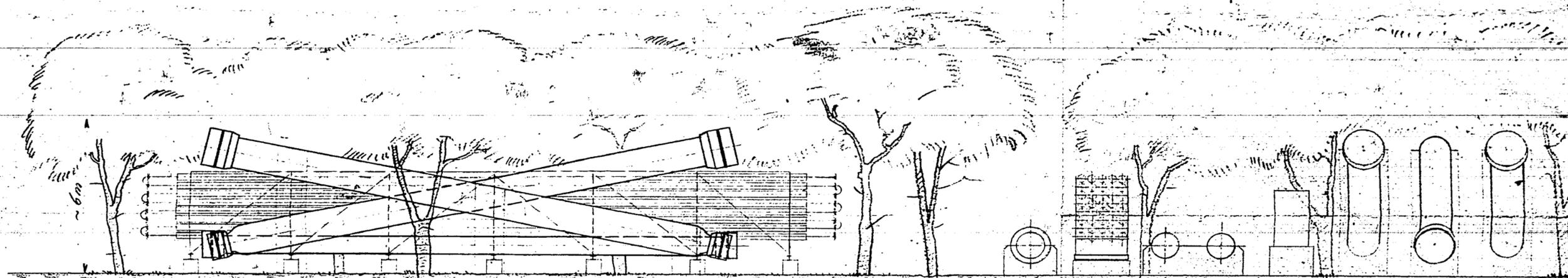
¹⁾ So betrug z.B. bei einem Versuch zur Hydrierung von Steinkohle in einem Schlangenoferen die Leistung nur 0,1 statt 0,16 kg/Liter und Stunde im senkrechten Ofen, der Asphaltgehalt des

- 1800002-18

sich über die ganze Länge des Ofens erstreckender, am Boden angeordneter Rohre erzielen, aus denen der Wasserstoff in feiner Verteilung ausströmt. Die Modellversuche mit diesen Rohren werden fortgeführt, ebenso sind Hydrierungsversuche mit einer derartigen Anordnung in die Wege geleitet. Auch diese Ofen wird man geneigt aufstellen.

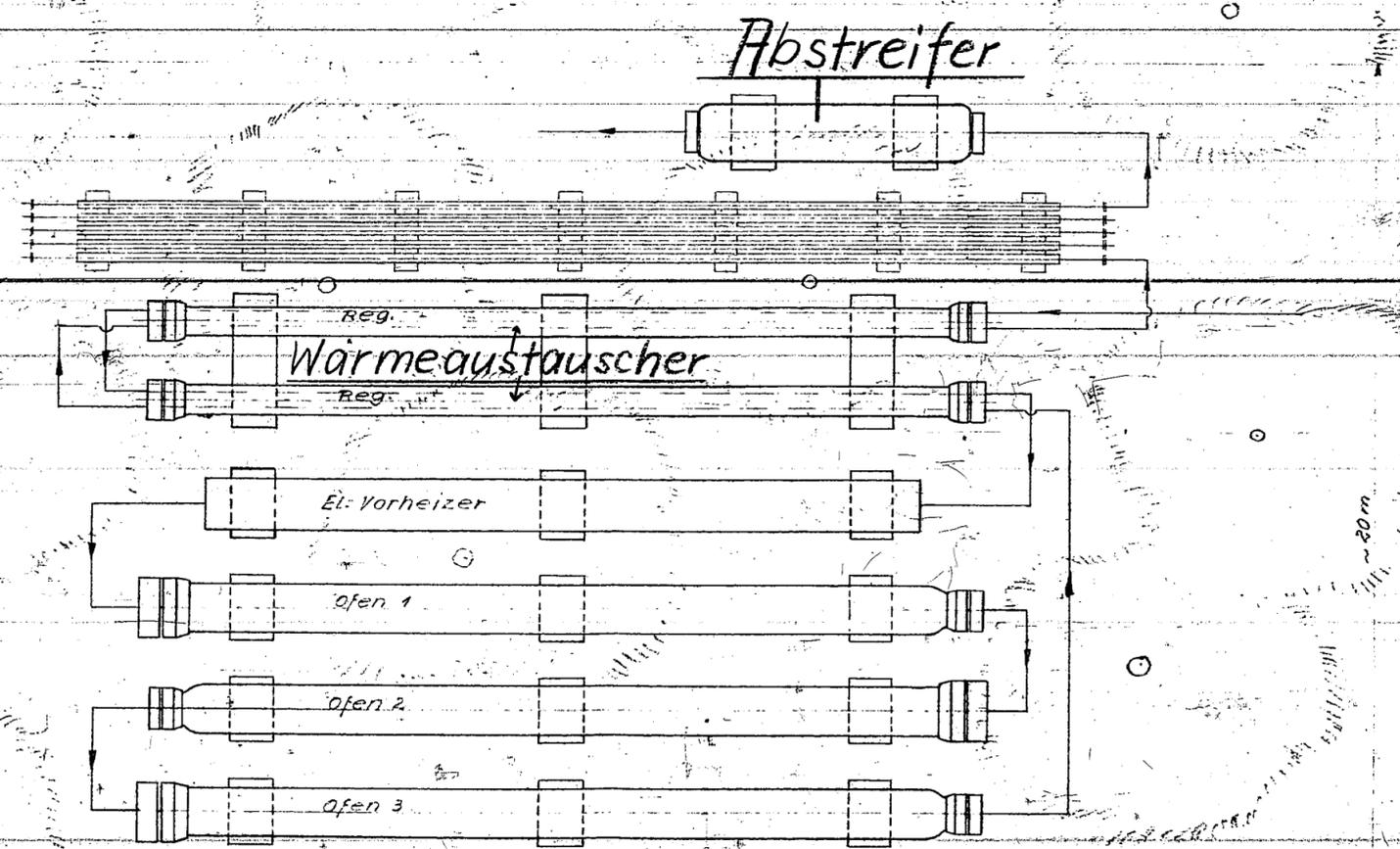
Anlage 4 zeigt den Schnitt eines solchen Ofens. Die Rohre für die Zufuhr fein verteilten Wasserstoffes sind am Boden des Ofens sichtbar, dazwischen liegen Zuführungsrohre für Kaltgas zur Temperaturregelung. Das Einspritzprodukt tritt an der Unterseite des oberen Ofensendes ein; auf der gleichen Seite werden an der oberen Kante Gas und Destillatöle abgeführt. Der Abschlamm wird am tiefer liegenden Ende des Ofens abgezogen. Einspritzprodukt und Wasserstoff begegnen sich in Kreuzform.

Anlage 5 zeigt die Anordnung einer Dampfphasekammer mit liegenden Ofen, bei der der Heissabscheider stehend angeordnet ist. Hierbei ist auch der Vorheizler mit liegenden Haarnadeln gezeichnet. Um die Terminverzögerung, die dieser Umbau des Vorheizlers, der bisher mit senkrechten Haarnadeln ausgerüstet war, zu verringern, besteht eine weitere Möglichkeit. Bisher wurden die 15 m langen Haarnadeln des Vorheizlers senkrecht nach oben ausgefahren, wodurch die Raumhöhe praktisch die doppelte Vorheizlerhöhe wurde. Durch Umänderung des Vorheizlers können die Haarnadeln seitlich ausgefahren werden, wodurch eine wesentliche Einsparung an Bauhöhe eintritt.



Liegende Anordnung der Gasphase-Kammer

Öfen liegen geneigt
 Wärmeaustauscher liegen waagrecht.
 Elektro-Vorheizer liegt waagrecht.



Schema einer Gasphase-Kammer in liegender Anordnung.

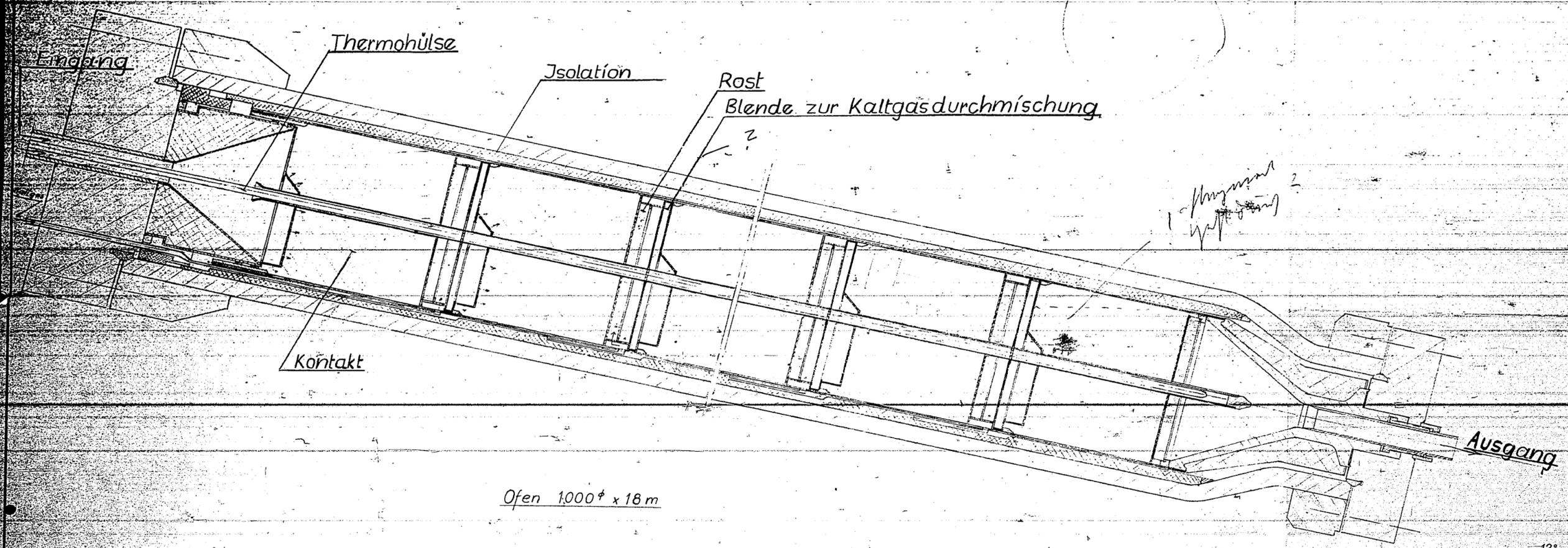
1800CC249

Anlage 1

Bestell Nr.	Bau Nr.	Bestellung	Besteller	Jahr
Paßsystem Einheitsbohrung		Betriebsdruck	atü	Probdruck
gezeichnet	Tag	Name		
geprüft				
normgepr.				
Maßstäbe	I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein			
Alle Rechte an dem Erfindungsgegenstand vom 18. 6. 1901 vorbehalten sind. Die Zeichnung ist nach Gebrauch sofort zurückzugeben. Sie darf weder vervielfältigt zu Zweckes der Weiterverbreitung oder an dritte Personen mitgeteilt werden. (Gesetz vom 7. 6. 1909 § 10.) Siehe auch DIN 24.				Ersetzt für Ersetzt durch

Zug. Nr.

Genehmigung
Teil
Werk-
statt
Lager Nr.
Anzahl
Anmerkungen



Ofen 1000φ x 18 m

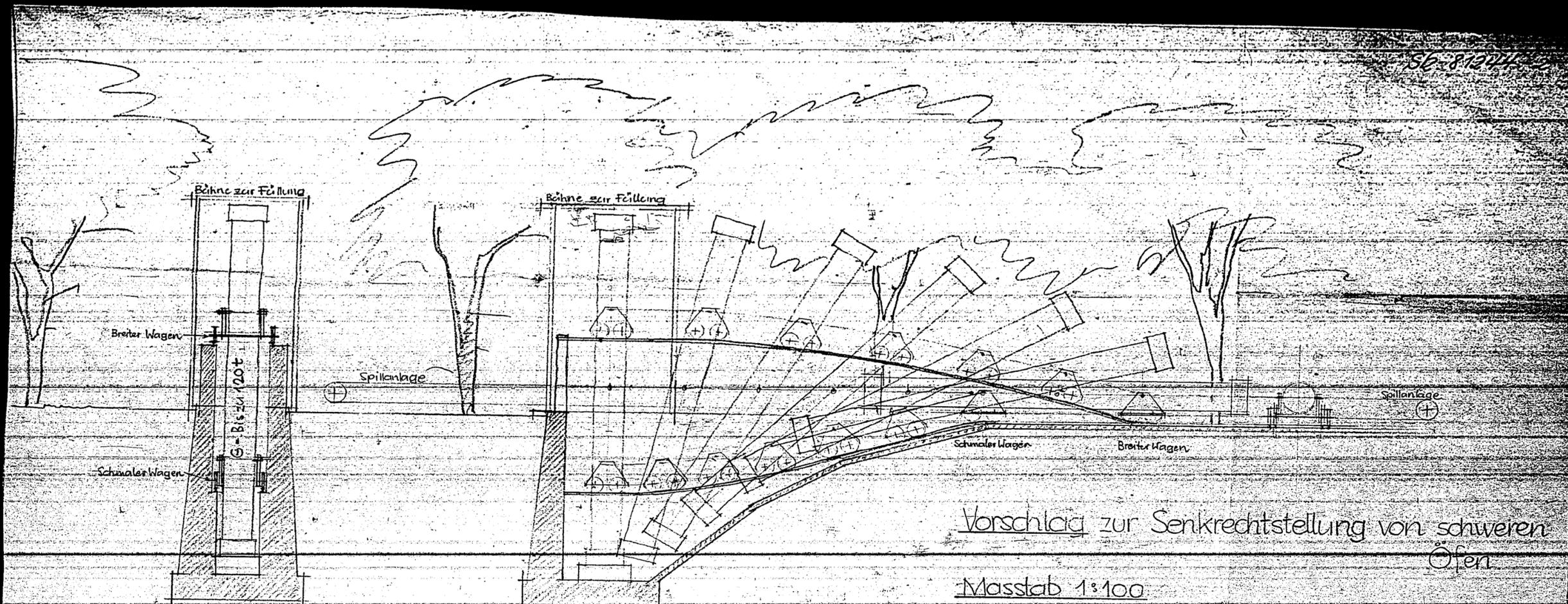
Liegender Gasphase-Ofen

1S000C250 Anlage 2

Bestell Nr.	Bau Nr.	Bestellung	Besteller	Jahr
Paßsystem Einheitsbohrung		Betriebsdruck	atü	Probdruck
Tag		Name		
Abweichung normgemäß				
Hersteller I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein				

Alle Profile aus dem Überdruckbereich von 19. 6. 1957 gültig sind zu sein. Die Zeichnung ist nach dem
Anschluß selbst herbeizulegen. Bei der Arbeit werden die Zeichnung und Maßstäbe von
verwendet werden. Die Zeichnung ist in 1:1 zu zeichnen. (Stand von 1. 4. 1957 S. 113) (Stand von 1. 4. 1957 S. 113)

SE-812944

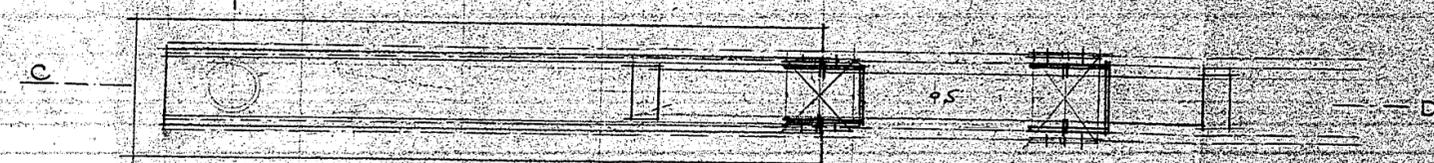


Vorschlag zur Senkrechtstellung von schweren Öfen

Masstab 1:100

Schnitt A-B

Längsschnitt C-D

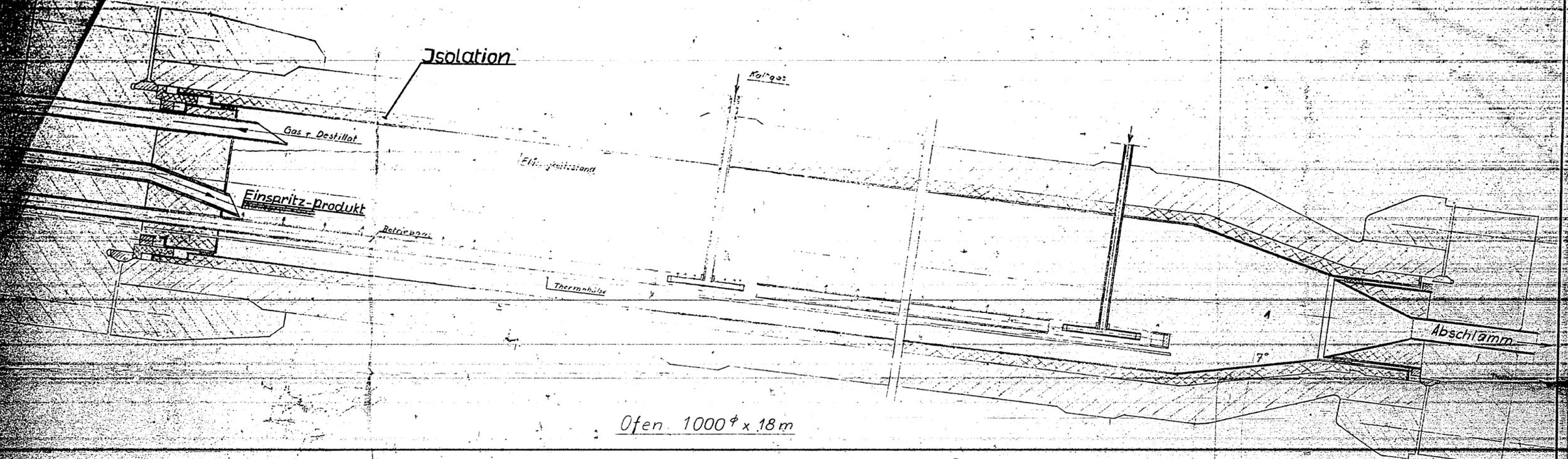


Grundriss

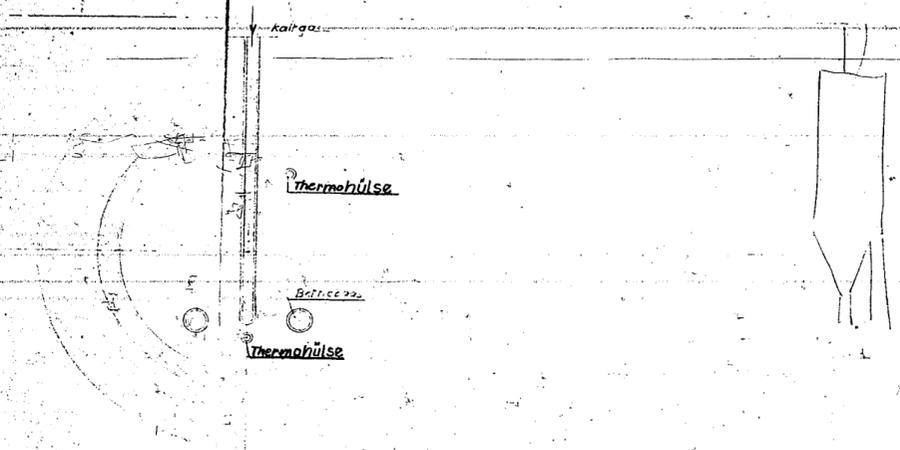
Anlage 3

J.G. FARBEN - BAUABTEILUNG, 8.12.1944

Handwritten signature and initials.



Ofen 1000 ϕ x 18 m



Liegender Sumpfphase-Ofen

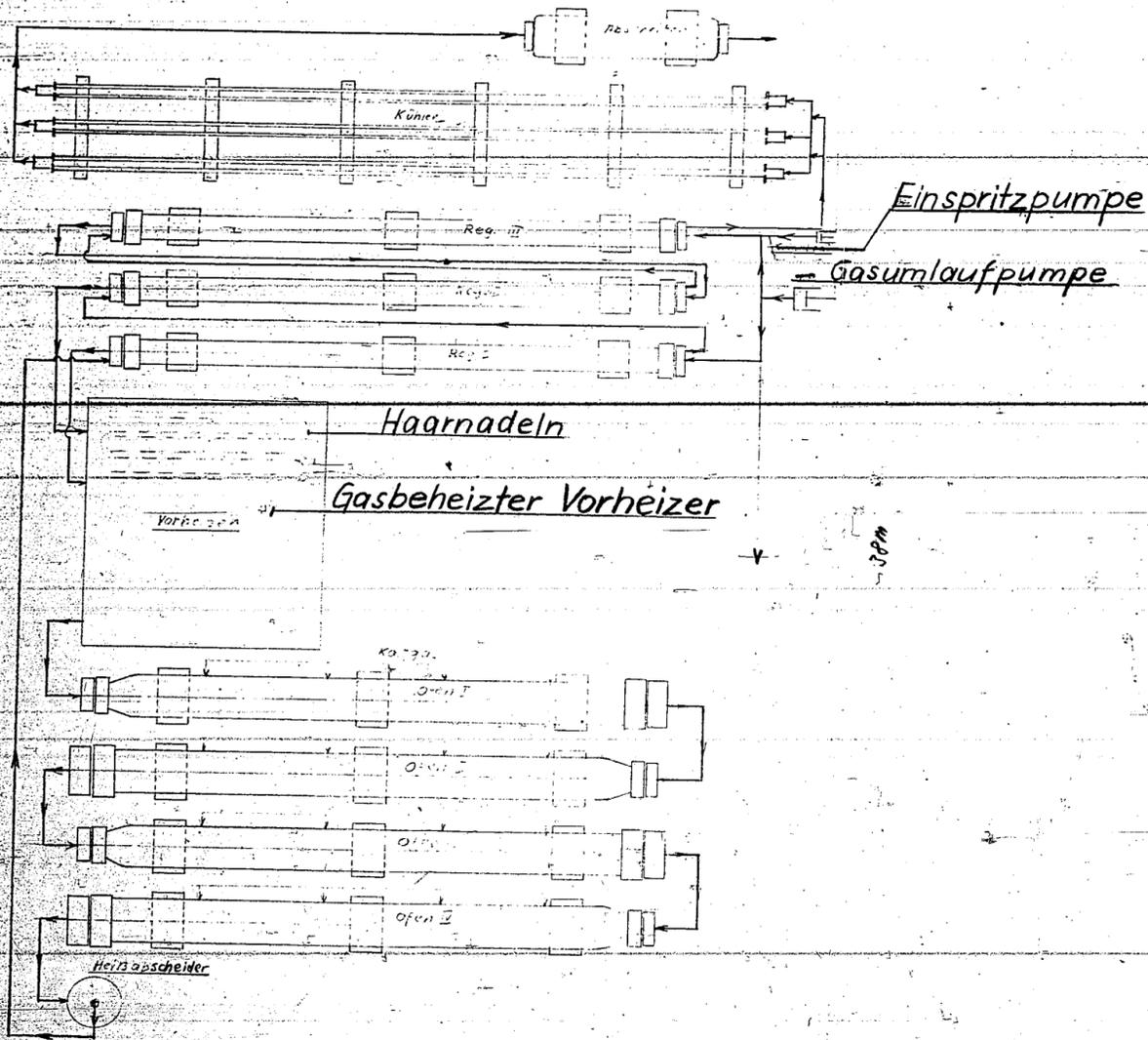
180000252

Anlage 4

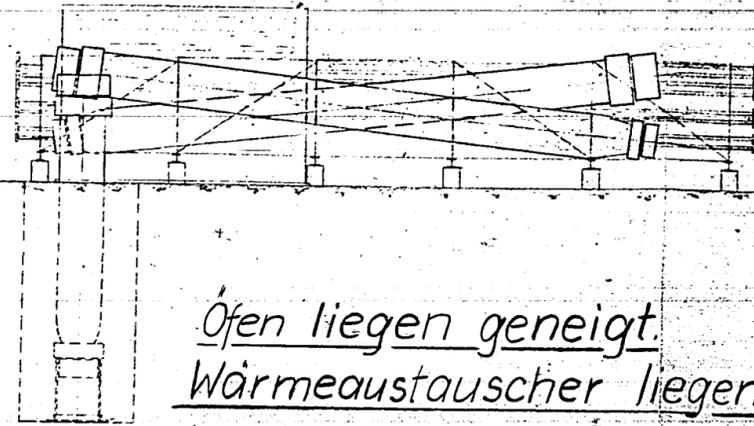
29/11
Wessing

Bestell Nr.	Bau Nr.	Bestellung	Bauteile	Jahr
		Polysylen	Betriebsdruck	atü
		Einheitsbohrung	atü	atü
		Tag	Name	
		geprüft		
		Fertigung		
Hersteller I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein				
<small>Alle Maße sind in Millimetern angegeben. Die Zeichnung ist nach dem Prinzip der Einheitsbohrung zu verstehen. Die Ausführung ist nach dem Prinzip der Einheitsbohrung zu verstehen. Die Ausführung ist nach dem Prinzip der Einheitsbohrung zu verstehen.</small>				

Ansicht von oben



Ansicht von der Seite:



Öfen liegen geneigt.
Wärmeaustauscher liegen waagrecht.
Vorheizrohr liegen waagrecht.
Heißabscheider steht senkrecht.

Schema einer Sumpfphase-
Kammer in liegender Anordnung.

18000C253

Anlage 5

Bestell Nr.	Bau Nr.	Bestellung	Besteller	Jahr
Pulsystem Einheitsbohrung		Betriebsdruck	atü	Pflichtdruck
Tage		Name		
Ausführung		Anmerkung		
I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein				
Alle Rechte von dem Erfindungsrecht von 19. 6. 1911 vorbehalten. Die Zeichnung ist nach dem Gesetz über den Patentschutz vom 19. 6. 1911 geschützt. In Zweifelsfällen ist die Zeichnung nach dem Gesetz über den Patentschutz vom 19. 6. 1911 zu prüfen. (Klein) von 1. 6. 1919 § 14.7. 1919 und die 2.				

28/11
 Müller

180000255

J. MEISSNER



Wittm
1-6

Bau von Sprengstoff- und Munitions-Fabriken
Bau von chemischen und Säure-Fabriken
Laboratorium und Grossversuchsanlage

Fabriken in Schladen/Harz
Werk I Maschinen-Fabrik und Apparatebau
Werk II Kesselschmiede und Eisenkonstruktion

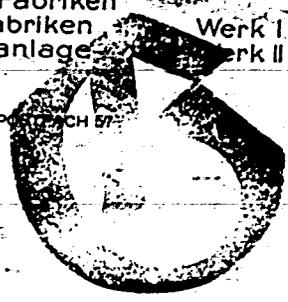
POSTANSCHRIFT: JOS. MEISSNER, KÖLN-BAYENTHAL · P. O. BOX 57

Einschreiben!

An den
Sonderbeauftragten
Geilenberg

Berlin - Wannsee

Am Sandwerder 9



Einschreibungsnummer: 010550/038	
Datum: 13. 9. 1944	
454/449	
Anmeldung an Herrn:	
Gegenzahlung:	
Geheim!	
KÖLN-BAYENTHAL, den 8.9.44	
OBERLÄNDER UFER 184	
Zur Ablage:	

26/9

IHRE ZEICHEN

IHRE NACHRICHT VOM

MEIN ZEICHEN

O/Poe.

BETRIFFT:

Rektifikation für Hydrierwerke, Raffinerien etc.

Wir möchten unserem Schreiben vorausschicken, daß wir mit einem Baubüro zusammen für sogenannte U.-Planungen im Westen eingesetzt sind, sodaß uns also die Bestrebungen über die U.-Verlagerung von Industriewerken bekannt sind.

Da die Bestrebungen bestehen, auch Hydrierwerke und Raffinerien unterirdisch zu verlagern, diesem Vorhaben aber vielfach die außerordentlich hohen Kolonnen der verschiedensten Konstruktionen für Rektifikationen etc. entgegenstehen, möchten wir auf folgendes aufmerksam machen: Von uns wurde vor einigen Jahren ein Patent auf Kolonnen angemeldet, die in liegender Form angeordnet werden. Bei der Verfolgung der Kolonnen stellt es sich heraus, daß französische Firmen derartige Kolonnen schon in größeren Stückzahlen für die verschiedensten Zwecke eingesetzt haben, und daß diese auch zur Zufriedenheit funktioniert haben.

In den letzten Jahren arbeiten wir mit einem Fachmann auf dem Rektifikationsgebiet zusammen, dem diese liegenden Kolonnen auch bekannt sind. Unsere Patentanmeldung haben wir seinerzeit fallenlassen und den Schutz lediglich auf einem Gebrauchsmuster bestehen lassen. Für den Fall, daß seitens Ihres Sonderausschusses Interesse an der Weiterverfolgung derartiger Kolonnen bestehen sollte, sind wir gerne bereit, mit Ihnen dieses Problem erneut aufzugreifen.

Mit vorzüglicher Hochachtung!

ppa. Jos. Meissner

FERNSPRECHER: NR. 95654/55/56 UND 97224 · TELEGRAMME: NITRO KÖLN · BANKKONTEN: DEUTSCHE BANK KÖLN, AN DEN DOMINIKANERN · REICHSBANK POSTSCHECKKONTO 66663 KÖLN

Beschreibung der Schrägkolonne.

Die Schrägkolonne erfordert gegenüber einer stehenden Kolonne bei gleicher Anzahl der Böden und bei gleichen Bodenabständen nur ca. $\frac{1}{3}$ der Gesamthöhe einer stehenden Kolonne. Sie kann also dort Anwendung finden, wo nur geringe Raumhöhen zur Verfügung stehen. Die Vorteile der Schrägkolonne wirken sich in Bezug auf geringe Bauhöhe erst dann besonders aus, wenn es sich um besonders hohe Kolonnen handelt.

Die Zeichnung 11802 Ch ist eine schematische Darstellung einer Schrägkolonne mit gleicher Wirkungsweise wie eine stehende Kolonne der auf der Zeichnung ebenfalls skizzierten Art. Die beiden Ausführungen umfassen den Kolonnenmantel - a -, die Böden - b - mit Dampfdurchgängen - c -, mit den Glocken - d - und mit Flüssigkeitsüberlauf - e. Wie bei der stehenden Kolonne die Flüssigkeit vom höheren zum nächsten unteren Boden durch die Überläufe gelangt und dabei auf jedem Boden von dem von unten nach oben steigenden Dampf durchspült wird, findet bei der Schrägkolonne der gleiche Vorgang statt.

Die Zeichnung 11804 Ch zeigt einen konstruktiven Entwurf einer Schrägkolonne von 2000 mm Breite, deren Leistung und Wirkungsweise einer stehenden Kolonne von 1000 mm ϕ entspricht.

Während beispielsweise bei 30 Böden, in Abständen von 240 mm angeordnet, die Höhe einer Kolonne ca. 7,2 m beträgt, ist diese bei der Schrägkolonne in einfacher Anordnung nur 2,2 m.

Zur Beschränkung des horizontalen Raumbedarfs läßt sich eine Teilung in übereinanderliegende Anordnung anwenden, ohne dabei den Vorteil der geringeren Höhe zu beeinträchtigen. Bei zweifacher Aufteilung der Kolonne, wie ebenfalls auf der Zeichnung dargestellt, ist eine Höhe von 2,3 m und bei dreifacher Teilung der Kolonne in Schräganordnung eine solche von 2,4 m erforderlich.

H. Krumm *Obbau*

*mit Erläuterungen als Anlage
zum Bericht über die Kälteanlagen*

Leipzig 9/34

180000257

Herrn Direktor Simmat

An Arbeits-tab. Göttingen

MTA/R
Wi/R

den 24. Okt. 1944

Betr.: Schrägkolonne I. Meissner, Köln-Bayenthal

Die vorgelegte Kolonnenkonstruktion ist im Prinzip möglich. Ihre Anwendbarkeit erscheint auf Niederdruck-Destillationen ausschließlich Vakuum begrenzt. Die Leistung der Kolonne wird abhängig sein von dem Neigungswinkel. Im Prinzip sollte man erwarten, daß die Leistung mit größer werdender Neigung steigt. Ein Überreißen von flüssigem Produkt von einem Boden zum anderen ist in keinem größeren Maße zu erwarten als bei normalen Kolonnen.

Über die Leistungsfähigkeit einer solchen schrägliegenden Kolonne, bezogen etwa auf die zur Verfügung stehende Flüssigkeits-Oberfläche in der Kolonne oder den gesamten Kolonnenquerschnitt, ist auf Grund theoretischer Überlegungen schwer eine Aussage zu machen.

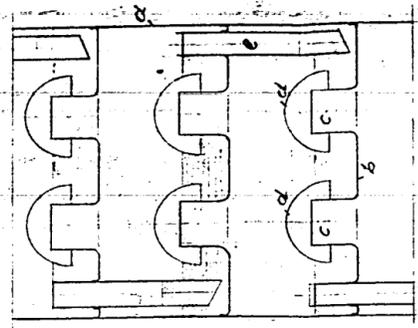
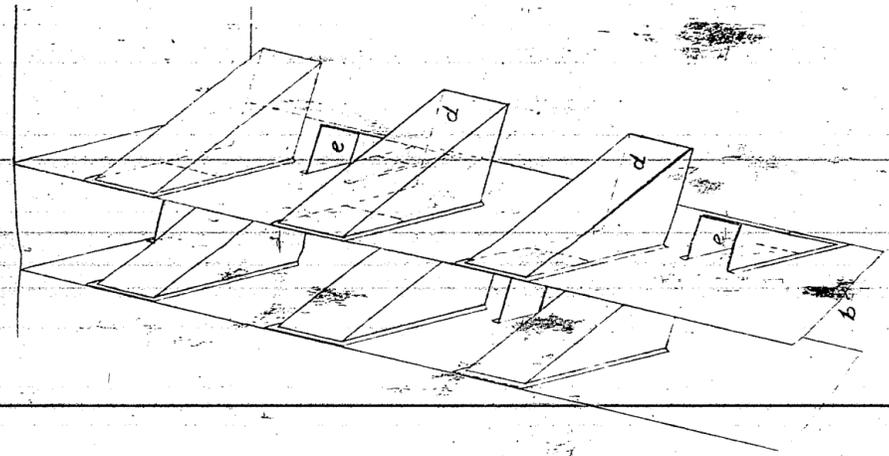
Eine Überprüfung der Leistungsfähigkeit und der sonstigen Arbeitsweise der Kolonne durch einen Modellversuch dürfte nicht schwierig sein. Vor einer großtechnischen Verwendung dieser Idee müssen zweifellos praktische Versuche in kleinem Maßstab gemacht werden.

Masch. Techn. Abteilung

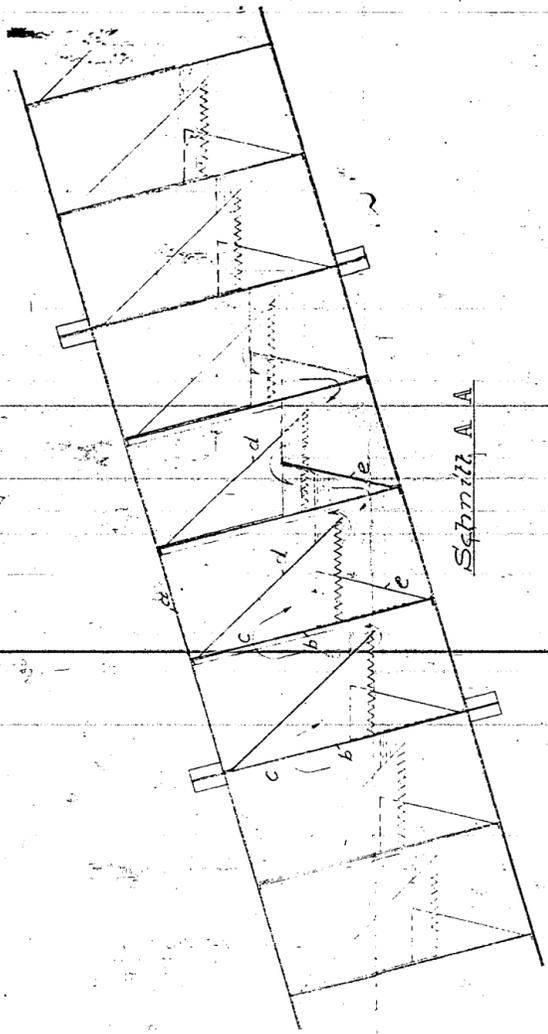
Müller

Anlagen:

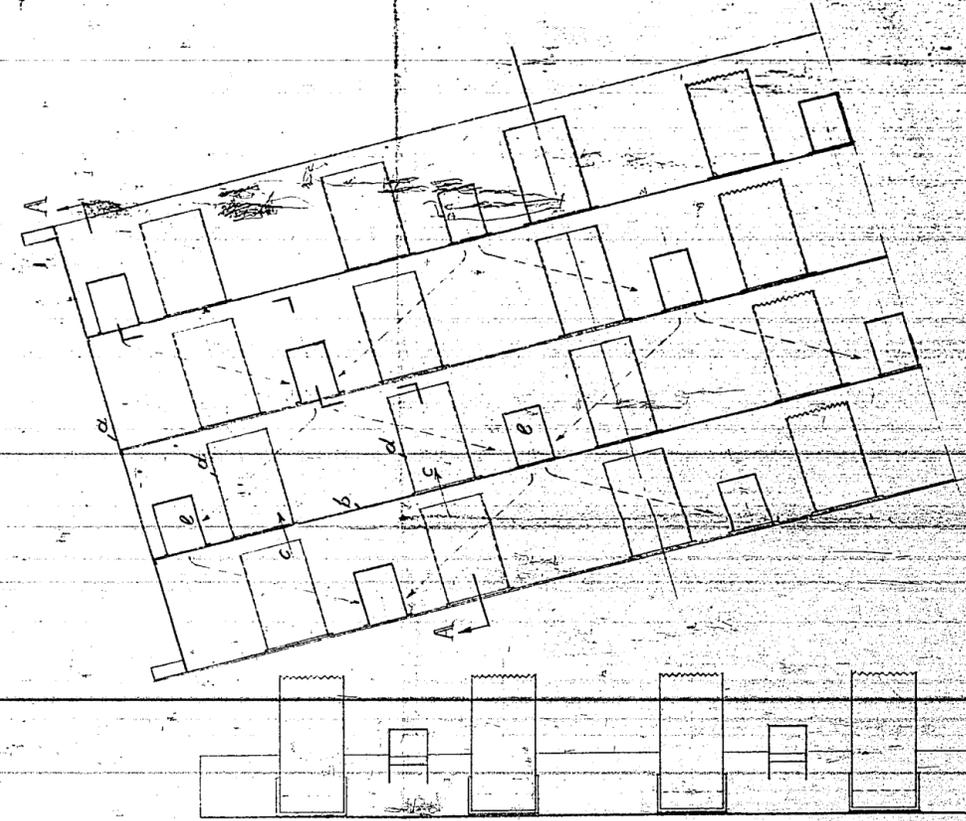
- 1 Beschreibung der Schrägkolonne
- Zeichnung Nr. 11.802 Ch und
- Nr. 11.804 Ch.



Schnitt einer Säulen Kolonne



Schnitt A-A

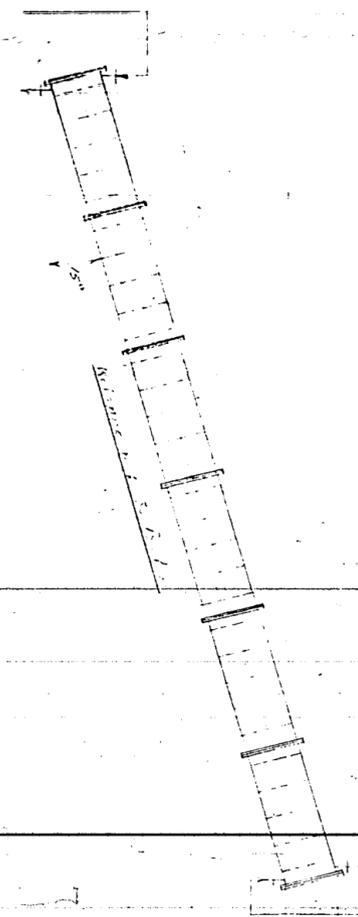


		180000258
		J. MEISSNER KÖLN-BAYENTHAL Oberländer Ufer 184
Gezeichnet:	25.7.11	
Geprüft:		
Maßstab:	Entwurf einer Säulenkolonne	
		11802-Ch

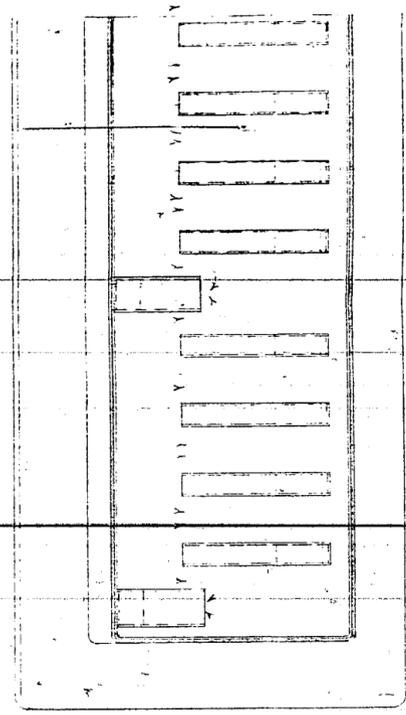
gefällige Kolonne mit 30 Bänken



2300



2200





15		150006439	
Titel	Blatt	 J. MEISSNER KÖLN-BAYENTHAL Oberländer Ufer 18a.	1887 C2
Gezeichnet	Geprüft		
Entwurf einer			
Eingangsfassade			

190000260

BAG 3046 - 19

TARGET 30/4.02

Steel for Hydrogenation

(Relations with Krupp)

190000261

3046-19

U. 531/1

30/4.02
12. Januar 1945

Herrn

Prof. Dr. H o u d r e m o n t
Fried. Krupp AG

E s s e n

Betr. Ihr Schreiben vom 4. ds. Mts.

Sehr geehrter Herr Prof. Houdremont!

Für Ihre guten Wünsche zum neuen Jahr danke ich bestens, und ich hoffe ebenfalls auf eine weitere gute Zusammenarbeit firmenmäßiger und persönlicher Art.

Wie ich aus Ihrem Schreiben entnehme, decken sich unsere Ansichten über Splitter-
schäden und deren Beseitigung grundsätzlich vollkommen. Wir haben in der Zwischen-
zeit unsere Untersuchungen nach der praktischen Seite fortgesetzt und an getroffe-
nen Apparaten weitere Messungen über die Auswirkung solcher Schäden auf den Berst-
druck bei der Wasserdruckprobe gemacht. Dabei kommt die Erhöhung des Berstdruckes
durch das Spannungsfreiglühen recht gut heraus. Es steht fest, daß in vielen bereits
vorliegenden und noch kommenden Fällen auf eine Glühbehandlung nicht verzichtet
werden kann (siehe Anlagen als Ergänzung zu dem übersandten Bericht). Nur die Ver-
gütung wird sich wohl auf einige wenige Sonderfälle beschränken.

Ein Erfahrungsaustausch bei den Hochdruck-Synthesewerken über die vorliegenden
Schadensfälle ist bereits eingeleitet, so daß ich Ihnen bald ein genaueres Bild über
die Größe der augenblicklich vorliegenden Aufgabe geben kann. Zu der noch zu
ernennenden Kommission würde ich es begrüßen, wenn Sie auch einen Vertreter aus den
Reihen der Hüttenleute vorschlagen wollten.

Meine Hauptfrage ging nun dahin, ob und wo Krupp oder die Vereinigten Stahlwerke etc
in mitteldeutschen Verlagerungswerken über geeignete Glühmöglichkeiten verfügen
oder solche einrichten könnten. Sollte das nicht möglich sein, müßten die Hydrier-
werke vorsorglich für diese Spezialarbeiten sich unverzüglich selber einrichten.
Dabei wäre es natürlich wünschenswert, wenn dies gemeinsam, in Anlehnung oder
zumindest unter Hinzuziehung der Erfahrungen der Hüttenwerke erfolgen würde. Ich
wäre Ihnen dankbar, wenn Sie sich auch dazu kurz äußern wollten.

Mit besten Grüßen und
Heil Hitler!

gez. Sauer

Anlagen

Wasserdruckversuch mit Sauerstoff-Flaschenmit Splittereinschlägen.

di ~ 190 Ø mm, s ~ 7,5 mm

Lfd. Nr.	Zustand der Flasche	K 2 mit Kugel- druck ge- messen	Rechn. Berst- druck ^x a t ü	Gemessener Berstdr.		Bruch verläuft:
				atü	% des rechn. Berstdr.	
1	Anlieferung	67	530	260	49	durch den Einschlag
2	"	76	600	480	80	"
3	"	76	600	440	73	"
4	Spannungsfrei geglüht	60	475	460	97	außerhalb der Einschlä- ge
5	<i>fen</i> " <i>fen</i>	64	505	515	100	"
6	Normalisierend geglüht	63	500	500	100	durch den Einschlag
7	" <i>fen</i>	63	500	500	100	"

x errechnet aus Nennabmessungen und
der Festigkeit.

Der niedrige Berstdruck der lfd. Nr. 1 ist auf einen Anriss in einem Einschlag zurückzuführen, von dem der Bruch ausgegangen ist.

Die Absenkung des Berstdruckes der beiden übrigen im Anlieferungszustand geprüften Flaschen ist im wesentlichen auf den durch die Splittereinschläge hervorgerufenen Eigenspannungszustand zurückzuführen.

Eine Verbesserung des absoluten Berstdruckes durch das Glühen (Spannungsfreiglühen genügt) ist festzustellen. Wesentlicher ist, daß das Verhältnis des gemessenen zum rechnerischen Berstdruck allgemein auf 100% gestiegen ist. Durch das Glühen wird die Eigenspannung beseitigt und die Empfindlichkeit des Werkstoffes gegen Randspannungen stark gemildert.

Zu beachten ist, daß bei den geglähten Flaschen die guten Werte ohne Ausschleifen erreicht worden sind.

(gez. Wy)

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Materialprüfung Me 175

190000263

Auftr. Nr. 2660

Anlage Nr. Blatt 7

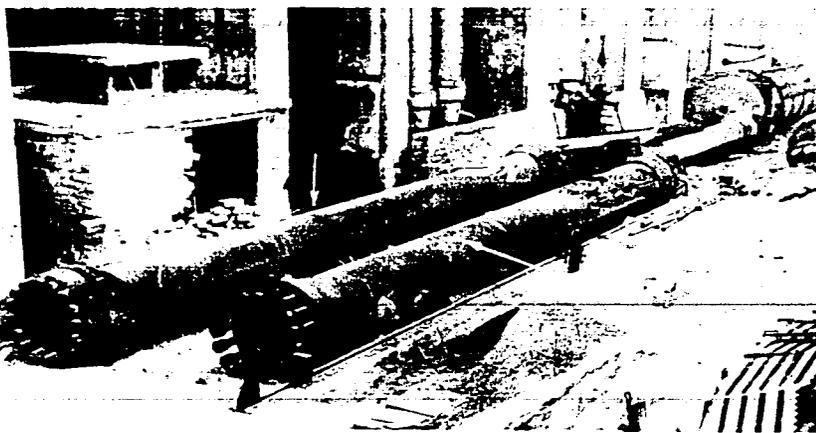
N1A

- 1 = Hochdruckmantel 1000/1200 ϕ m. Bombenaufschlagstelle (Volltrff.)
2 = Daneben gelegener Hochdruckm. 1200/1454 ϕ m. Splitterschäden

Übersichtsaufnahme

Auf 1 Bombenaufschlagstelle (←)

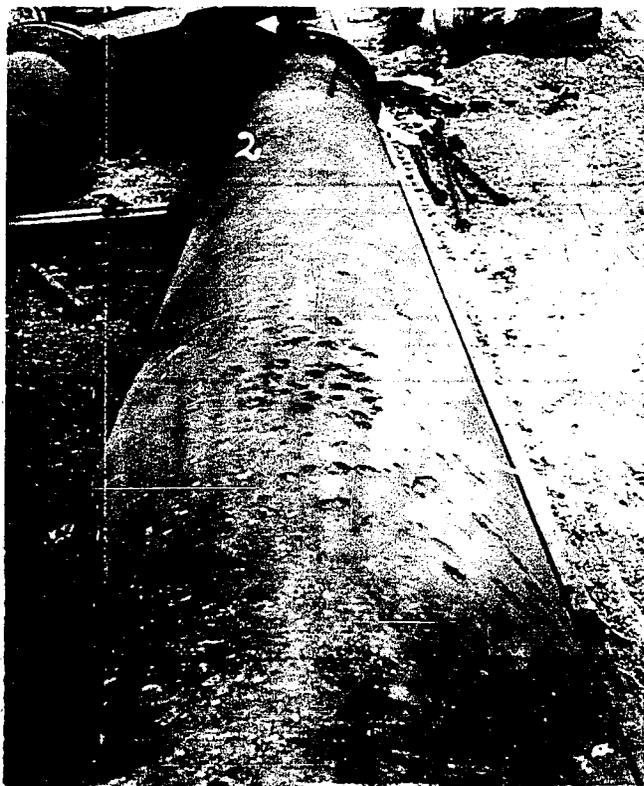
" 2 Splitterschaden. Der Mantel ist durch die Bomben-
explosion etwa $1\frac{1}{2}$ m seitwärts gerollt. (←)



Neg. 29297

Mantel 2 mit Splitterschaden

Da Mantel seitwärts gerollt, liegen die Einschlagstellen
oben und auf der abgekehrten Seite.



Dieser Mantel
muß vor Wieder-
inbetriebnahme
spannungsfrei
geglüht werden.

Stelle, die auf dem
Bild oben mit Pfeil
bezeichnet ist.

Neg. 29300

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Materialprüfung Me 175

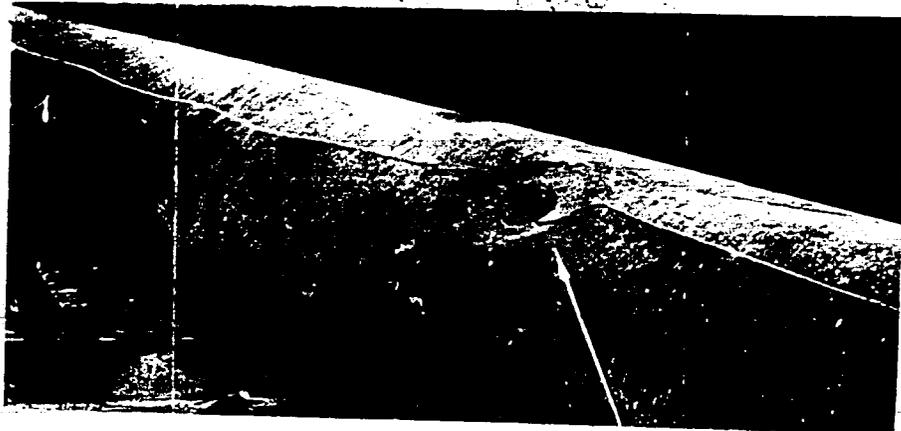
Auftr. Nr. **2660**

Ahlage Nr. **Blatt 7α**

190000264

Bombenaufschlagstelle (1) mit Durchschlag.

Die Explosion der Bombe ist außen erfolgt. Außen sichtbare Einbeulung mit in Längsriss übergehenden Rundrissen. Absplitterungen im Inneren.



Neg. 29298

Stelle, die auf dem ersten Bild auf Blatt 1 mit Pfeil bezeichnet ist.

Teilaufnahme der Aufschlagstelle.



Neg. 29299

190000265

3046-19

25/467529

AKKOHLENBEREINIGUNG
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Materialprüfung No 175

Worms, den 21. Dez. 1944

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 RStGB.
2. Weitergabe nur verblassen, bei Postförderung als „Einschreiben“.
3. Aufbewahrung unter Verschluss im Amtlichen Briefkasten unter Schlüssel.

Kurzbericht

Auswirkungen von Splitterschlägen auf dickwandige Apparateile

Die Beurteilung der betrieblichen Benutzbarkeit von Rohrleitungen und Apparaten, die von Bombensplintern getroffen worden sind, spielt heute eine große Rolle. Gleich nach den ersten schweren Angriffen auf unser Werk in diesem Jahr haben wir uns daher auf Veranlassung von Herrn Dir. Dr. Sauer mit der Untersuchung solcher Schadensstellen beschäftigt.

Der Aufschlag eines Splitters ist mechanisch gesehen ein Stoß, bei dem die Energie teilweise plastisch, teilweise elastisch aufgenommen wird. Einflußgrößen sind:

1. Streckgrenze.
2. Kerbschlagfähigkeit.
3. Form des Stückes.
4. Absolute Dicke der Wand.
5. u. 6. Masse und Geschwindigkeit des Splitters.

Mit Rücksicht auf die Punkte 1-4 haben wir zur Untersuchung verschieden geformte Stücke mit Festigkeiten von weichen Kesselblech bis zum Vergütungsstahl von 100 kg/mm² ausgesucht.

Die Bilder zeigen folgende Fälle:

1. Treffer auf zähes Material mit niedriger Streckgrenze.
2. " auf ein Material mit niedriger Streckgrenze und verhältnismäßig geringer Zähigkeit.
3. " auf zähes Material in steifer Form.
4. " auf einen Vergütungsstahl im spröden Zustand.
5. " auf einen Vergütungsstahl mit höherer Streckgrenze und normaler Zähigkeit.
6. " auf ein Material mit niedriger Streckgrenze in ausgesprochen steifer Form.

Aus den untersuchten Stücken können folgende Lehren gezogen werden:

- 1.) Die Schlußuntersuchungen (siehe Bild 7) zeigen, daß die Verformung, die das getroffene Stück erleidet, eine Kaltverformung ist.
- 2.) Überraschend ist zunächst die Feststellung, daß in den getroffenen Stücken in der Wand unter der eingedrückten Stelle Trennflächen parallel zur Oberfläche auftreten können. Die Trennflächen führen häufig zu Abspaltung von tellerförmigen Stücken an der inneren Oberfläche. Dieser Vorgang kann als Auswirkung der elastisch aufgenommenen Stoßenergie angesehen werden. Das Materialvolumen unter dem Einschlag, in dem ein großer Teil der Stoßenergie elastisch aufgenommen wird, biegt sich nicht inner, wie in Bild 1, als einheitlicher Körper durch, sondern die durch die elastisch aufgenommene Stoßenergie angeregte Schwingung wandert von der äußeren Oberfläche zur inneren hindurch. Die Energie wird von Schicht zu Schicht übertragen und wie in einer Reihe von Billardkugeln, die an dem einen Ende angeschlagen wird, alle Kugeln stehen bleiben und nur die eine am anderen Ende fortfliegt, so wird hier die Schicht an der inneren Oberfläche hinausgeschleudert. Diese Art der Zerstörung wird umso leichter auftreten, je mehr Energie elastisch aufgenommen wird, d.h. je höher die Streckgrenze des Materials liegt. Gleichzeitig sinkt damit in der Regel die Kerbschlagfähigkeit, also die zur Trennung erforderliche Arbeit. Beachtenswert ist, daß die mehr oder weniger steife Form des getroffenen Stückes von größerer Auswirkung auf die Form des auftretenden Schadens ist, als die mit Probestäben gemessenen Materialeigenschaften.

+) mit mehr oder weniger senkrechter Aufschlagrichtung.

- 5.) Die durch den Splitterschlag erzeugten Trennflächen in Richtung der Oberfläche gehen bei geschiedetem Material in der Regel über den sichtbaren Umfang der Schadensstelle nicht viel hinaus. Der durch den Einschlag erzeugte Eigenspannungszustand nimmt selbstverständlich einen größeren Raum ein, schätzungsweise 3 bis 4 mal so groß.

Folgende praktische Gesichtspunkte können für die Beurteilung der betrieblichen Wiederverwendbarkeit eines beschädigten Gefäßes gegeben werden:

- a) Jedes Gefäß muß einer Innenbesichtigung unterworfen werden. Die Schadensstellen müssen möglichst mit Röntgen- und Mesotheraufnahmen, Abklopfen mit einem Hammer und evtl. mit Oberflächenrißuntersuchung auf innere oder äußere Risse geprüft werden. Ist das Material unter dem Eindruck als gesund erkannt worden, so können die Festigkeitseigenschaften als unverändert angenommen werden, wie die Festigkeitsprüfungen gezeigt haben, siehe Bild 8.

Trotzdem zeigen Wasserdruckprüfungen auch bei gesundem Material unter dem Eindruck eine beträchtliche Herabsetzung des Sprengdruckes, selbst bei nur einzelnen Treffern, was auf die Gestaltänderung der Wand und auf den durch die Wältverformung erzeugten Eigenspannungszustand zurückzuführen ist. (Bild 9)

Die Spannungserhöhungen sind in einem Fall von uns gemessen worden. Die Verformungsmessung hat sich dabei als ein brauchbares Untersuchungsmittel zur Feststellung innerer Fehler erwiesen. (Bild 10) Der gemessene Wert von 30 kg/mm^2 ist offenbar auf einen Anriß zurückzuführen.

- b) Die weitere Beurteilung von beschädigten Apparaten ist auch bei gesundem Material unter dem Eindruck weitgehend eine subjektive Angelegenheit. Dabei sind Apparate, die betrieblich eine Grenzbeanspruchung darstellen, zweifellos anders zu beurteilen als solche, die rechnerisch die in der Technik übliche Sicherheit aufweisen. Auch bei sehr vielen flachen Eindruckstellen ist rechnerisch kein wesentlicher Verlust der Belastbarkeit festzustellen. Bedenklich bleiben allein der Eigenspannungszustand, der durch Spannungsfreiglähen beseitigt werden sollte, und die Anrisse an der Oberfläche, die durch Ausschleifen beseitigt werden müssen. Dem Eigenspannungszustand kommt bei einem Material von der Weichheit von NI und verhältnismäßig geringer Wanddicke eine geringere Bedeutung zu, als bei einem härteren Material in dickerer Wand.

- c) Schwieriger ist der Fall wenn es sich um tiefe Eindrücke handelt, die bis zur Mitte der Wand und darüber hinaus reichen. Mit Rücksicht auf die hohen Spannungsspitzen ist ein Glätten der äußeren Oberfläche des Eindruckes und ein Beseitigen der Anrisse unerlässlich. Eine genaue Untersuchung des Materials unter dem Eindruck ist hier besonders wichtig, um sich ein Urteil darüber zu verschaffen, ob man noch ohne größere Reparatur auskommt, da auch die einfachste Reparatur, das Schweißen reichlich umständlich ist. Es muß warm geschweißt werden, bei $250 - 450^\circ$ je nach Lage des Falles, und symmetrisch angewärmt werden. Unsachgemäßes Schweißen dürfte in der Regel den Gesamtzustand des Apparates verschlechtern.

- d) Ist das Material unter der Eindruckstelle ungesund geworden, dann ist eine Reparatur nicht zu vermeiden, wenn der Apparat überhaupt noch zu retten ist und nicht verworfen werden muß. Entschließt man sich zum Schweißen, so sollte auch bei einfachem C-Stahl vor und nach dem Schweißen gegläht werden. Doch ist bei unlegiertem Stahl, wenn die Verhältnisse eine rasche Inbetriebnahme notwendig machen und wenn sachgemäß vorgewärmt und geschweißt worden ist, ein Betrieb ohne Ausglühen denkbar.

Liegt die Möglichkeit eines H_2 -Angriffes vor, so muß dieser Frage besondere Beachtung geschenkt werden.

-----000-----

Die 100 mm ϕ - Abscheiderflasche für 325 atü, an der an einigen Einschlagstellen die Spannungsmessungen durchgeführt worden waren, ist in der Zwischenzeit weiter untersucht worden. Sichtbare Fehler hatte die Flasche sowohl bei der äußeren als auch bei der inneren Besichtigung, die allerdings mit Rücksicht auf den sehr geringen Halsdurchmesser nur im beschränkten Umfange durchzuführen war, nicht gezeigt.

Bei der Spannungsmessung war der Druck bis auf 325 atü gesteigert worden, d. h. bis auf den Nenndruck der Flasche. Da die Flasche nur mit 260 atü betrieben wird, liegt der vorgeschriebene Probedruck bei 350 atü. Der Betrieb hat nun die Flasche vor jeder weiteren Untersuchung zunächst bis auf diesen Probedruck zu drücken versucht. Schon bei dem Unterdruckgehen auf 325 atü zur Spannungsmessung ist ein leises Knacken in der Flasche zu hören gewesen. Ein solches Knacken tritt öfter bei Linsendichtungen auf. Da aber der Deckel der Flasche nicht mit einer Linse gedichtet war, ließ schon dieses Knacken das Entstehen neuer Trennflächen im Wandmaterial vermuten. Wie bereits erwähnt, fand diese Vermutung eine weitere Bestätigung durch die bei der Spannungsmessung erhaltenen sehr hohen Werte, Bild 10.

Beim zweiten Unterdruckgehen, bei dem der Probedruck von 350 atü erreicht werden sollte, brach die Flasche bei 315 atü in mehrere Scherben auseinander. Bild 11 zeigt die ^{geplatzte} Flasche. Der Bruch ist von Anrissen ausgegangen, die sich an den äußeren Oberflächen der Einschlagstellen befanden.

Aus dem Bruch der Flasche ist zu folgern, daß auf das Glätten der Einschlagstellen und auf das Absuchen der geglätteten Stellen auf Anrisse und das Ausschleifen dieser Anrisse besonderes Augenmerk gelegt werden muß. Die Bilder 12 und 13 zeigen einige solche Anrisse, die tief in die Wanddicke hineinreichen. Es muß festgestellt werden, daß es außerordentlich schwierig ist, nach dem Glätten der Oberfläche Anrisse dieser Art zu sehen. Verformungsmessungen, Röntgen- und Mesothoraufnahmen müssen evtl. zu Hilfe genommen werden. Die in den obigen Bildern gezeigte Tiefe der Anrisse läßt aber auch erkennen, daß es praktisch unmöglich ist, diese durch Ausschleifen zu beseitigen.

Aus dem Versuch geht also erneut hervor, welche tiefgehende Schäden durch äußerlich unscheinbar aussehende Splittertreffer bei dickwandigen Hochdruckapparaten hervorgerufen werden können, siehe auch Bild 14. Es muß mit einem ganz erheblichen Verlust an Hochdruckapparaten durch Splittertreffer gerechnet werden. Man kann nicht mehr annehmen, daß ein erheblicher Prozentsatz der getroffenen Apparate ohne Reparatur wieder in Betrieb genommen werden kann. Auf jeden Fall muß gegläht, unter Umständen vergütet werden.

Eine Reparatur durch Schweißen ist aber nur nach sehr sorgfältiger Beseitigung aller Anrisse und ebenfalls erst nach einem Spannungsfreiglühen des Apparates möglich. Denn nicht nur die Anrisse, sondern auch der hohe durch das Einschlagen der Splitter hervorgerufene Eigenspannungszustand ist als Ursache für das vorzeitige Zubruchgehen der Flasche anzusehen und dieser Eigenspannungszustand muß auch für das Schweißen beseitigt werden. Das Schweißen muß selbstverständlich, wie bereits oben erwähnt, an dem möglichst hoch und symmetrisch vorgewärmten Werkstück erfolgen.

Selbstverständlich spielen bei der Entstehung der Schäden im Augenblick des Auftreffens der Splitter und bei der Entwicklung des Bruches durch den inneren Überdruck die Materialeigenschaften eine gewisse Rolle. Es darf aber nicht vergessen werden, daß bei diesen sehr dickwandigen Stücken die Formsteifheit den Einfluß der Materialeigenschaften in der Regel überdeckt.

Folgende mechanische Eigenschaften wurden gemessen:

Entnahme- richtung	Entnahmestelle	Streckgren- ze kg/mm ²	Festigk. kg/mm ²	Duktil. %(5d)	Kontz. %	Kerbs. mkg/cm ²
	<u>Unter einer Einschlag- stelle.</u>					
Länge zur Ab- scheidungs- achse	Außenseite der Wand unmittelbar unter dem Einschlag	30,6	56,8	14,0	46,7	0,6
	Innenseite der Wand.	26,1	38,6	32,6	53,8	6,8

Man erkennt, daß die mechanischen Eigenschaften des Materials durchaus normal sind, und daß eine Veränderung derselben nur unmittelbar unter der Einschlagstelle festzustellen ist, während nach der inneren Oberfläche zu die Materialeigenschaften, wie bereits im Bilde 8 gezeigt, unverändert sind. Trotz der durchaus normalen Eigenschaften haben sich die schweren Schäden, begünstigt durch die steife Form, gebildet.

Vorgenannte Schäden sind in erster Linie an dickwandigen geschweißten Apparaten beobachtet, weil dort die Stoßenergie sich elastisch schwingend in das volle Material fortpflanzt. Bei den Wickelbehältern liegen die Verhältnisse grundsätzlich anders. Diese bestehen aus dünnwandigen, sehr gut durchgearbeiteten Materiallagen. Auf Grund der vielfachen Unterteilung der Wand und der hohen Dämpfung, die durch diese Unterteilung erzeugt wird, nimmt der Wickelbehälter nur einen geringen Teil der Stoßenergie rein elastisch in sich auf. Die Stoßenergie dringt nicht tief ein, und nach Erneuerung der zerschlagenen Wandlagen dürfte die Wiederinbetriebnahme eines getroffenen Wickelbehälters in der Regel leicht möglich sein. Es ist dies ein weiterer offensichtlicher Vorteil der Wickelkonstruktion, welcher bei deren Beurteilung bewertet werden muß.

mg

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

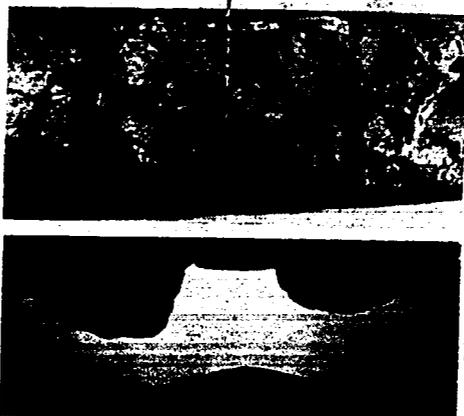
Materialprüfung Me 175

190666249

Auftr. Nr.

Anlage Nr. 1

Bild 1

	
S2 Rohr 120/171 ⁺ 325 atü	Zustand : geglüht Härte : 135 Kerbzähigkeit : 14,7 mkg/cm ² Streckgrenze : 26 kg/mm ²
AWM <u>Splitterschäden</u>	Auftr. Nr.: 2496A Dia Nr.: 1554

60687

Bild 2

	
M2 Abscheider 1344/1400 ⁺ , 28 atü	Zustand : geglüht Härte : 131 Kerbzähigkeit : 7,0 mkg/cm ² Streckgrenze : 25,0 kg/mm ²
AWM <u>Splitterschäden</u>	Auftrag Nr.: 2530A Dia Nr.: 1555

60699

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Materialprüfung Me 175

Auftr. Nr. _____

190000270

Anlage Nr. 2

Bild 3



HM1 Doppelbogen
172/220 ϕ :100atü

Zustand : vergütet
Härte : 166
Kerbzähigkeit : 11,0 mkg/cm²
Streckgrenze : 33,0 kg/cm²

AWM Splitterschäden

Auftr.Nr.: 2500M
Dia Nr.:1551

60763

Bild 4



Im Röntgenbild zeigen sich Risse.



N10 Rohr 90/171 ϕ
700atü

Zustand : vergütet
Härte : 255
Kerbzähigkeit : 1,2 mkg/cm²
Streckgrenze : 70,0 kg/mm²

AWM Splitterschäden

Auftr.Nr.: 2500N
Dia Nr.:1552

60758

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

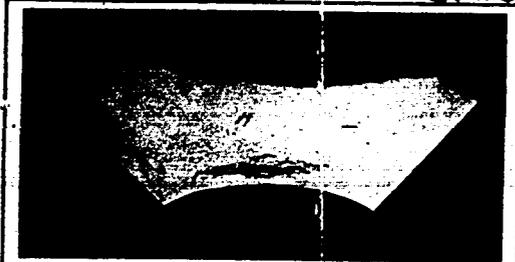
Materialprüfung Me 175

Auftr. Nr. _____

Anlage Nr. **3**

190000271

Bild 5



N10 Rohr 100/151⁰
700 alu Härte: .217
Streckgrenze: 56 kg/mm²

AWM Splitterschäden Auftrag Nr.: 2453
Dia Nr.: 1556

60696

Bild 6

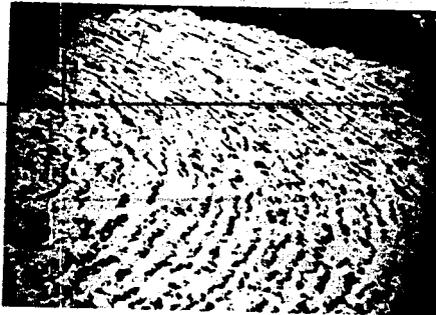


M1 Dampfkessel
16 alu Innenansicht des gewölbten Bodens

AWM Splitterschäden Auftrag Nr.: 2576
Dia Nr.: 1557

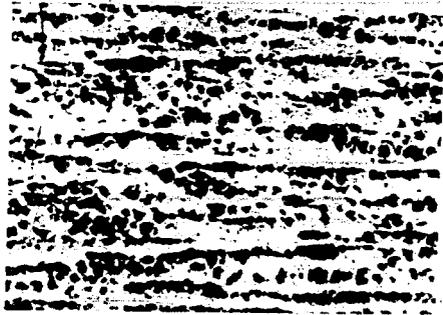
60696

Bild 7



S2 Ventil 30⁰
325 alu

kaltverformtes
Material
am Rand der
Schadenstelle



Gefüge
im unverletzten
Teil

AWM Splitterschäden Auftrag Nr.: 2464D
Dia Nr.: 1553

60696

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Materialprüfung Me 175

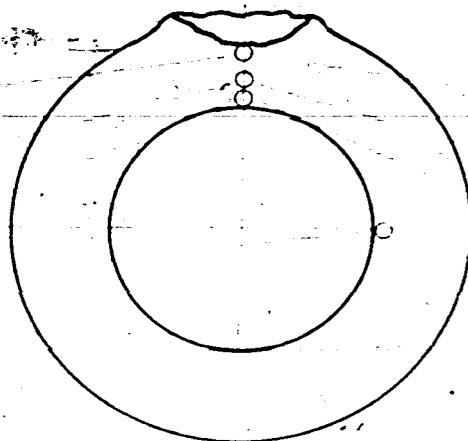
Auftr. Nr. _____

190000272

Anlage Nr. 4
Bild 8

N8

δ %	Ψ %	A_k mm/m
12	66	7
—	—	11
23	68	11
23	68	11



S2

δ %	Ψ %	A_k mm/m
16	64	2
—	—	14
30	68	14
30	68	14

AWM

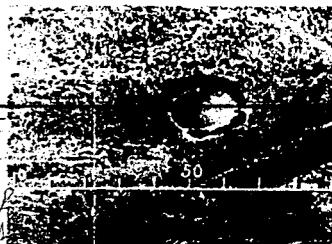
Splitterschäden

Auftr. Nr. 2500
2463
Dia. Nr. 1562

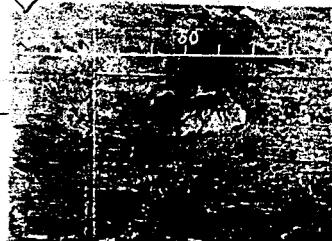
50700

Wasserdruck-Versuche mit 3 Sauerstoffflaschen.

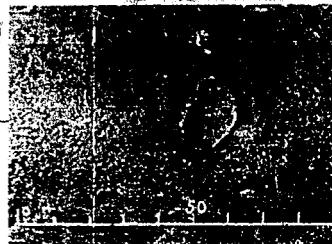
Bild 9



Flasch.
Achse



Flasch.
Achse



Flasch.
Achse

	Rechn. Berstär.		Gemess. Berstär.		Tiefe d. Eindr. Rusbg. im Inneren	
	atü	%	atü	%	% der Wandstr.	
Flasch. Achse	625	41	260	41	57 32	
Flasch. Achse	720	67	480	67	45 27	
Flasch. Achse	725	61	440	61	45 27	

AWM
Me 175

Splitterschäden

Auftr. 2659/44
Dia 1561

50701

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Materialprüfung Me 175

Auftr. Nr. /

190000273

Anlage-Nr. 2

Ansicht eines Zwischenabscheiders 325 atü Bild 10



700/865 ϕ ($\delta = 82,5$ mm)

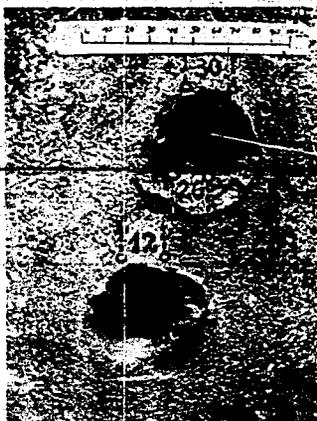
Rechnerisch:

$$\left. \begin{array}{l} \epsilon_{ti} \cdot E = 14,8 \text{ Kg/mm}^2 \\ \epsilon_{ta} \cdot E = 10,6 \text{ Kg/mm}^2 \end{array} \right\} \text{ bei } 325 \text{ atü}$$

Gemessen

an einer unbeschädigten Stelle:

$$\epsilon_{ta} \cdot E = 10,0 \text{ Kg/mm}^2 \text{ bei } 325 \text{ atü}$$



Stelle „a“ mit eingetragenen Messergebnissen in Kg/mm^2

für $\epsilon_{ta} \cdot E$ bei 325 atü

24 mm tief

17 mm tief

$$[\epsilon_{ta} \cdot E \text{ (rechnerisch)} = 13,2 \text{ Kg/mm}^2]$$

A W M
Me 175

Splitterschäden

Auftrag:

2660/44

Dia 1560

60695

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Materialprüfung Me 175

Auftr. Nr. 2660/44

190000274

Anlage-Nr. 0

Bild 11



Ansicht des
geplatzten
Zwischen-
abscheiders
(Siehe Bild 10)

Berstdruck:
315 atü

Probedruck:
350 atü

Neg: 29 296

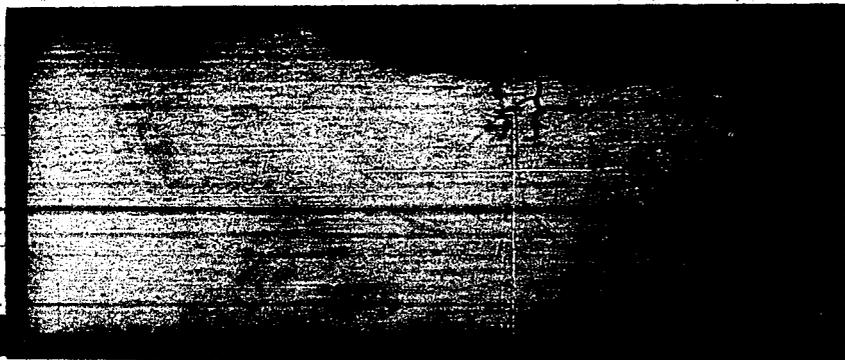
Bild 12



Anriß, beim
Aufschlag
des
Splitters
entstanden
(Ausgang
des Bruches)

Neg: 29 294

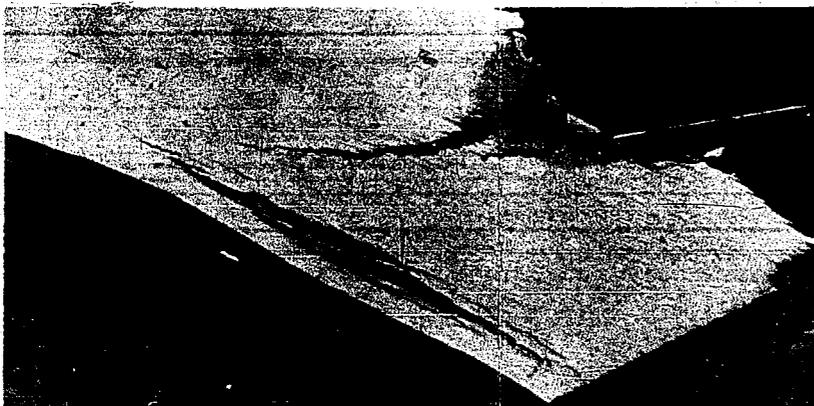
Bild 13



Anriß, beim
Aufschlag des
Splitters entstanden

Neg: 29 292

Bild 14



Sichtbare Zone
plastischer Verformung

Neg: 29 293

AWM
Me 175

Splitterschäden

Auftrag:
2660/44
Dia: 1561

AMMONIAKWERK MÉRSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Materialprüfung Me 175

Auftr. Nr. 2660

190000275

Anlage Nr. Blatt 7

N1A

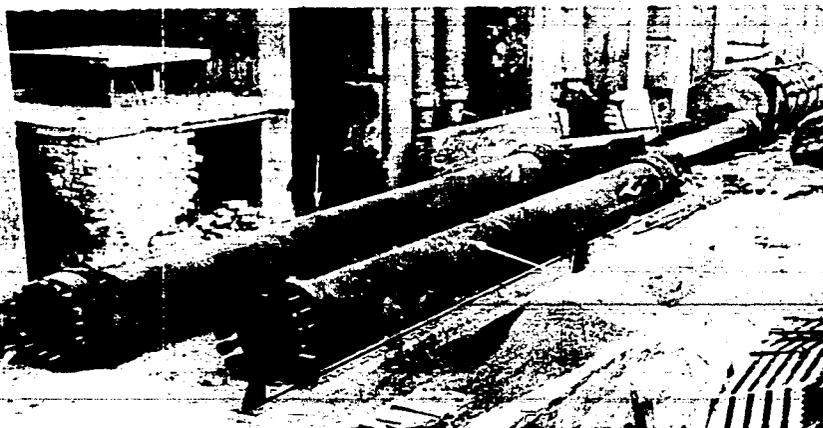
1 = Hochdruckmantel 1000/1200 ϕ m. Bombenaufschlagstelle (Volltrff.)

2 = Daneben gelegener Hochdruckm. 1200/1454 ϕ m. Splitterschäden

Übersichtsaufnahme

Auf 1 Bombenaufschlagstelle (←)

" 2 Splitterschaden. Der Mantel ist durch die Bomben-
explosion etwa 1½ m seitwärts gerollt. (←)



Neg. 29297

Mantel 2 mit Splitterschaden

Da Mantel seitwärts gerollt, liegen die Einschlagstellen
oben und auf der abgekehrten Seite.



Dieser Mantel
muß vor Wieder-
inbetriebnahme
spannungsfrei
geglüht werden.

Stelle, die auf dem
Bild oben mit Pfeil
bezeichnet ist.

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Materialprüfung Me 175

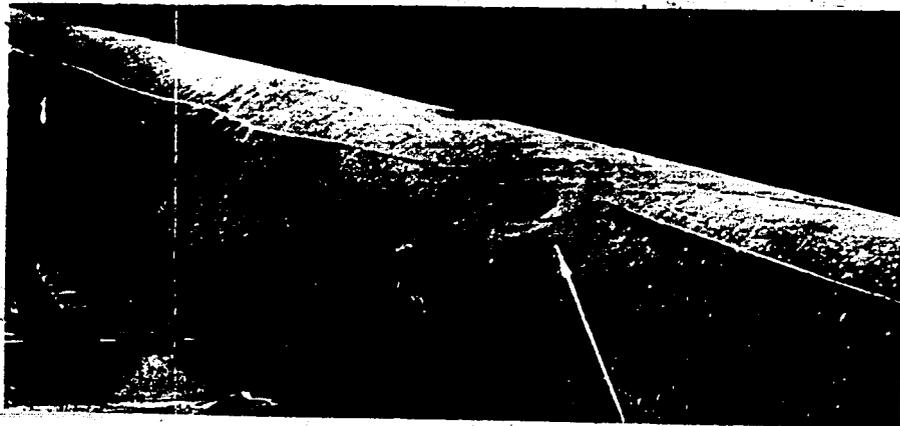
Auftr. Nr. **2660**

190000276

Anlage Nr. **Blatt 7α**

Bombenaufschlagstelle (1) mit Durchschlag

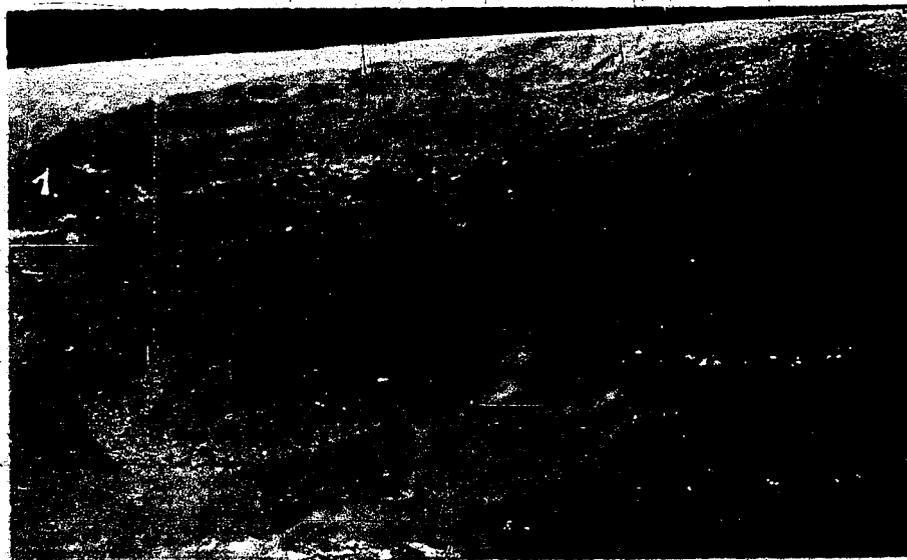
Die Explosion der Bombe ist außen erfolgt. Außen sichtbare Einbeulung mit in Längsriß übergehenden Rundrissen. Absplitterungen im Inneren.



Neg. 29298

Stelle, die auf dem ersten Bild auf Blatt 1 mit Pfeil bezeichnet ist.

Teilaufnahme der Aufschlagstelle.



Neg. 29299

1900000000

3046-19

30/4.02

Len a Werke

Materialprüfungsbetrieb Me 175

TA/Mat/GI-Lu 510

29. Nov. 1938. Sk.

N 10-Werkstoff.

Der Bochumer Verein führte auf unsere Veranlassung Versuche über die Warmfestigkeitseigenschaften von N 10 im Vergleich mit einem wolframfreien, N 10 ähnlichen Werkstoff mit erhöhtem Molybdängehalt durch. Die Versuche wurden zu einem Zeitpunkt in die Wege geleitet, als besondere Schwierigkeiten in der Beschaffung von Wolfram bestanden. Wir senden Ihnen anbei den Bericht Nr. 4482 der Versuchsanstalt des Bochumer Vereins. Der Bericht zeigt, daß das wolframfreie Material mit erhöhtem Mo-Gehalt ($G = 0,20\%$) bis zu etwa $500^{\circ} C$. die gleichen Dauerstandfestigkeitseigenschaften aufweist, wie das N 10-Material der seinerzeit festgelegten Einheitsanalyse (im vorliegenden Fall verwendete Schmelze mit $0,15\% G$). Bei Temperaturen über $500^{\circ} C$. hat das wolframfreie Vergleichsmaterial einen wesentlich stärkeren Abfall der Festigkeitswerte. Das Ergebnis der Versuche ist von Interesse sowohl bezüglich des Umstandes, daß das wolframfreie Material der untersuchten Zusammensetzung dem wolframhaltigen bei Temperaturen über $500^{\circ} C$. unterlegen ist, als auch bezüglich der Tatsache, daß der N 10-Werkstoff, was bezüglich der Legierungselemente unserer Vorschrift entspricht, bezüglich des C-Gehaltes jedoch an der bisherigen Unteren Grenze der Vorschrift liegt, so günstige Werte ergab. Wir bemerken in diesem Zusammenhang, daß der Einfluß des C-Gehaltes auf die eigentliche Dauerfestigkeit - als Bruchfestigkeit festgestellt - bei den bei verschiedenen Werken mit verschiedenen hochdauerstandfesten Stählen im Laufe der Versuche bisher unseres Wissens noch nicht klar erkannt ist. Immerhin bestehen z.B. bei der Fried. Krupp A.G., Essen Vermutungen

190000278

Leuna Werke

TA/Mat/Cl-Lu-510

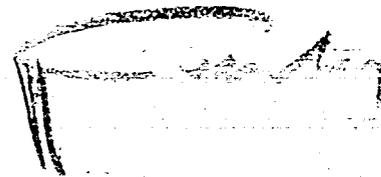
26.11.33

2

daß die niedrigen C-Gehalte die statische Wähler-Kurve bei den in Frage kommenden Temperaturen von etwa 500° C. herabsetzen.

Wir weisen auf diesen Gesichtspunkt hin, da die in Griesheim entwickelte N 10 Elektrode im Schweißgut einen C-Gehalt von nur etwa 0,1% ergab. Mit dem Werkstoff des Schweißgutes erscheinen uns besondere Langzeitversuche angebracht.

I.G. FARBEINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT



1 Bericht Nr. 4482
1 D.ö. Schrö.

190000279

11. Nov. 1940.

Nach der Einführung des V2A als nichtrostender und vor allem gegen viele Agenzien korrosionsbeständiger Stahl zeigte sich, daß das Material bei Betriebstemperaturen über 300° zu gefährlichem Kornzerfall neigt, welcher zu mancherlei Rückschlägen führte. Dieser Kornzerfall lag vor, wenn das V2A über 300° betrieben oder auch nur vorübergehend erhitzt wurde, was vor allem bei Schweißarbeiten nicht vermeidbar ist.

Um hier Abhilfe zu schaffen, wurde im Materialprüfungslaboratorium Me gefunden, daß dieser Mangel bei Zusatz von 0,2 - 2% Silber zum V2A behoben werden kann, und dieses führte zu einer Patenterteilung an unsere Herren Dr. Wyszomirski und Dr. Kuntscher.

Unterdessen ist es Krupp sowie den Edelstahlwerken gelungen, durch Zusatz von Titan oder Tantal und Niob ebenfalls unempfindliches V2A zu schaffen in den bekannten Sorten V2A Extra (Krupp) bzw. Remanit (Edelstahlwerke). Dies war zunächst eine billigere Lösung der bestehenden Schwierigkeiten.

Unser Patent auf Silberzusatz haben wir jedoch trotzdem aufrechterhalten, da verschiedene Stahlwerke, die nicht über die Patente von Krupp und Edelstahlwerke verfügen, dafür Interesse zeigten. Mit der Friedenshütte in Oberschlesien in welcher der Miterfinder Dr. Kuntscher z.Zt. tätig ist, sind die Verhandlungen soweit gediehen, daß wir beabsichtigen, dieser Firma eine einfache Lizenz zu erteilen, wobei als Entgelt eine Abgabe von 5% des Netto-Verkaufspreises der unter das Patent fallenden Stähle gefordert wird. Das Patent ist bisher nur laboratorienmäßig bei uns erprobt, und es läßt sich nicht übersehen, welche Auswirkungen dasselbe im großen hat.

Ich bitte Sie, dem Abschluß des Vertrages zuzustimmen.

3046-19
30/4.02

190000280

Firma

Fried. Krupp Aktiengesellschaft
Gußstahlfabrik,

Essen / Ruhr
Postfach

Maschinentechn. Abt. Mo.

Eingang: 19. FEB. 1938

Erläutert:

TA/Mat/GI-La 510

16. Februar 1938. Sk.

Cr-Mo-V-Stähle hoher Standfestigkeit
in der Wärme.

Wir nehmen Bezug auf die telefonische Unterredung mit Ihrem Herrn
Oberingenieur Müller am 12.2.38 und machen Ihnen nachstehend einige An-
gaben zur Vorbereitung einer späteren Besprechung mit der Bitte um
umfassende Stellungnahme.

Für die Verwendung von Stählen der oben genannten Art stehen zur
Zeit folgende Bedürfnisse im Vordergrund unserer Beobachtungen:

- 1) Hochdruck-Dampfkesselrohre (Siede- und Überhitzerrohre) mit höherer
Leistungsfähigkeit als PK 335-Material.
- 2) Hochbeanspruchte Flanschen für Hochdruck-Rohrleitungen für etwa
500° C., insbesondere für 700 atü Leitungen.
- 3) Hochbeanspruchte Schraubenbolzen für Hochdruck-Rohrleitungen für
etwa 500° C., sowohl für Heißdampf führende Teile, als auch für Ver-
bindungen unseres Hochdruckbaues, z.B. heiße 700 atü Leitungen.
- 4) Wasserstoffbeständige Hochdruckrohre hoher Beanspruchung in der Wärme,
die etwas höheren Ansprüchen als N 8 (Ihre Bezeichnung F 119) genü-
gen sollen.
- 5) Wasserstoffbeständige Hochdruckrohre höchster Beanspruchung in der
Wärme. Wir erinnern in dieser Beziehung an die frühere Besprechung
über N 10-Material und die Ihnen bekannte "Einheitsanalyse":

C = 0,16-0,22 %
 Cr = 2,50-3,00 %
 Mo = 0,35-0,50 %
 W = 0,30-0,50 %
 V = 0,70-0,85 %

**Firma Fried. Krupp A.G.,
Essen**

2A/Mat/01-La 910 14.2.70

Wir haben die oben angeführte weitgehende Gliederung für zweckmäßig gehalten, um in einzelnen alle Erfordernisse der Herstellung, Weiterverarbeitung und Verwendung des Materials im Betrieb bei der Durcharbeitung des Gegenstandes beachten zu können, wenngleich es unser Bestreben ist, mit einer möglichst geringen Anzahl von Werkstoffmarken diese Bedürfnisse abzudecken.

Bei den Punkten 1, 4 und 5 kommt der Frage der Schweißbarkeit und der nachträglichen Wärmebehandlung der Schweißungen eine besondere Bedeutung zu, insbesondere auch den Betrachtungen über die Möglichkeit einer lokalen Nachbehandlung. Bei 4 und 5 handelt es sich sowohl um Rundschweißen beim Zusammensetzen starkwandiger Rohre zu Strängen (Abschmelzstumpf- und Lichtbogenschweißung), als auch um das Aufschweißen von Berippungen über die ganze Bohrlänge. Beim Punkt 1) ist auch die Frage der Autogenschweißung zu prüfen; außerdem sind die Sondererfordernisse bei Kesselrohren, wie Kalt- und Warmbiegen und Einwalzen, zu beachten.

Für die bei uns durchzuführenden Wärmebehandlungen, insbesondere bei 2, 4 und 5, müssen möglichst einfache Behandlungsverschriften angestrebt werden, wobei die Temperaturspanne für die einzelnen Behandlungen nicht zu knapp sein sollte bei Wahrung guter Treffsicherheit. Insbesondere gilt dies auch für Punkt 5, wo wir auch eine gute Treffsicherheit bezüglich der Erzielung tragbarer Kerbschlagsfähigkeitswerte erstreben und wo die hohe Vergütungstemperatur für die Werkstätte eine Erschwerung bedeutet. Wir haben bisher davon abgesehen, bei den Rohren unter 5) die Schweißungen lokal wärmebehandeln, um höchste Gleichmäßigkeit der Gütewerte und der Standfestigkeit in der Wärme zu erzielen; wir wollen jedoch für Punkt 4) unter Weiterentwicklung des NS-Materials einen etwas leistungsfähigeren Werkstoff schaffen mit einfacher Behandlung, z.B. Lokalbehandlung von Rundschweißen oder einfache Anlaßglühung lokal oder im ganzen bei einem Preis, der ungefähr dem Preis des NS-Materials gleichkommt. Unsere genannten Kerbschlag-Abmessungen werden dabei bestehen bleiben.

Für die Schraubendolzen des Punktes 3) sind insbesondere die Unempfindlichkeit des Werkstoffes in Bezug auf Freiheit von der Feig-

Firma Fried. Krupp A.G.,
Essen

TA/Mat/Cl-Im 510 16.2.38

3

zu formänderungslosen Brüchen zu erörtern, sowie die Höhe der Beanspruchung, die s.B. bei Hochdruck-Dampfleitungen weit geringer ist, als bei unseren heißen 700 atü Leitungen.

Wir haben von den verschiedenen Kombinationsmöglichkeiten der wesentlichen Legierungselemente einschließlich des C-Gehaltes bisher besonders folgende aufgegriffen, zu denen wir auch unsere internen Markenbezeichnungen angeben:

Zu 1) Unsere Marke N 10 K (voraussichtliche Neubezeichnung K 10).

● Analysenvorschlag: C = 0,14-0,20 %
 Cr = 1,4 - 1,3 %
 Mo = 0,5 %
 V = 0,35%

Wir haben die Entwicklung bisher bewusst einseitig zur Erzielung erhöhter Standfestigkeit vorangetrieben ohne Rücksicht auf die Steigerung der Zunderbeständigkeit, inwieweit auch die letztere Frage noch zu bearbeiten ist, wird der praktische Betrieb zeigen.

Zu 2) Unsere Marke K 5.

Wir haben dafür bisher Cr-Mo- und Cr-Mo-V-Stähle, wie MC 120, BV 70, Atrix Extra usw. verwendet, streben jedoch eine Vereinheitlichung an. Von Ihren Marken haben wir behelfsweise XPK 2338 zugelassen; wir wollen jedoch diesen Stahl künftig ausschalten.

● Wir denken uns die Kalt- und Warmgarantiewerte für die künftige Festlegung etwa als Anpassung an Ihre Gewährleistungsziffern für das XPK 2338-Material. Bisher haben wir eine Kaltfestigkeit von 80-95 kg/mm² vorgeschrieben.

Zu 3) Unsere Marke K 5.

Auch für diesen Verwendungszweck haben wir unsere interne Bezeichnung K 5 vorgesehen. Hierfür gilt für unser bisheriges Vorgehen das unter 2) Gesagte. Von Ihren Marken haben wir bisher behelfsweise PKH 54 zugelassen. Die Grenzen der Verwendbarkeit dieses Materials für Heißdampfschrauben werden im einzelnen noch festzulegen sein; für unsere 700 atü Leitungen ziehen wir jedoch einen höherwertigen Stahl vor.

Wir haben uns versuchsweise unter der Bezeichnung N 10 S (S = für Schrauben, Marke MC II V der Deutschen Edelstahlwerke, Analyse gemäß

190000282

Firma Fried. Krupp A.G.,
Essen

TA/Mat/GI-La 310

16.2.38

der bisherigen N 10-Einheitenanalyse, jedoch mit 1,5-2,0 % Cr) Material beschafft, um beim ersten Auftreten der Schwierigkeiten mit KVK 2938 Material Vorrat zu haben, als noch keinerlei für uns brauchbar erscheinende Materialien auf dem Markt waren. Das N 10 S-Material wird jedoch für eine umfangreichere Anwendung zu hochwertig und zu teuer sein.

Wir haben erfahren, daß die I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Leverkusen zur Zeit mit Ihnen über einen Werkstoff für Heißdampfleitungsverschraubungen nach unseren Vorschlägen verhandelt.

Zu 4).

Wir beabsichtigen, ein Material mit der Einführungsbezeichnung N 8 V aufzugreifen, wobei wir etwa an folgende Zusammensetzung denken:

Cr =	2,5 %
Mo =	0,3 %
V =	0,35%
C =	0,20% (gegebenenfalls 0,18-0,25 oder 0,15-0,22 %).

Wir wollen eine Festlegung jedoch erst nach Zusammenstellung aller vorliegenden Prüfergebnisse von Versuchsachsmeln treffen.

Zu 5).

Wir haben zur Zeit Versuche laufen mit wolframfreiem Material, während die N 10-Einheitenanalyse noch geringe Mo-Zusätze enthält. Zunächst haben wir für dieses Material Mo-Gehalte von 0,65-0,80 % vorgesehen.

Sie können nach den Angaben Ihres Herrn Obering. Müller zum Punkt 4) auch Versuchsergebnisse vorlegen; wir bitten Sie, uns dieselben bekanntzugeben. Weiter bitten wir Sie um Mitteilung, inwieweit bei Ihnen vergleichbare Versuchsergebnisse oder Erfahrungen vorliegen mit Mo-legierten Schraubenstählen nach amerikanischem Vorbild. Schließlich bitten wir noch um Zusendung der Ergebnisse von Langzeitversuchen mit V2A-ED-Material in der Querichtung bei etwa 500-600° C.

Wir sehen Ihrer Stellungnahme mit Interesse entgegen.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

2 D.d.Schrb.

190000284

Voraussichtliche Lieferung der Firma Krupp
für vorliegende Projekte.

3046-19

30/4.02

<u>1936:</u>	Oppau	4 V2A Turbinen	£	400 000
	LU/Op	Kleinere Lieferungen wie 1935	"	300 000
	Mo.	" " " "	"	1 500 000
	Albernitz	Reserve-Rosen	"	300 000
			£	<u>2 500 000</u>

<u>1937:</u>	Lu/Op	Kleinere Lieferungen wie 1935	£	300 000
	Oppau	Hydrierung 150 000 Jato Benzol		
		direkte Lieferungen	"	1 500 000
		indirekte	"	250 000
	<u>Merseburg:</u>	Lieferungen im Umfang wie 1935		1 500 000
	<u>Ausland:</u>	Hydrierungs-Projekt England		
		direkte Lieferungen	"	1 700 000
		indirekte	"	250 000
		Stickstoff-Projekt Nippon Tar	"	150 000
		" " Yabagi	"	100 000
		Methanol-Projekt Edogawa	"	50 000
			£	<u>5 800 000</u>

<u>1938:</u>	Lu/Op	Kleinere Lieferungen wie 1935	£	300 000
	Oppau	Hydrierung Oppau		
		direkte Lieferungen	"	2 500 000
		indirekte	"	350 000
	<u>Merseburg:</u>	Lieferungen im Umfang wie 1935		1 500 000
	<u>Ausland:</u>	Hydrierung England		
		direkte Lieferungen	"	2 500 000
		indirekte	"	350 000
		Stickstoff-Projekt Nippon Tar	"	150 000
		" " Yabagi	"	100 000
		Methanol-Erweiterung Edogawa	"	50 000
			£	<u>7 050 000</u>

2. I. 1936

190000285

Bestellungen bei der Firma Krupp für

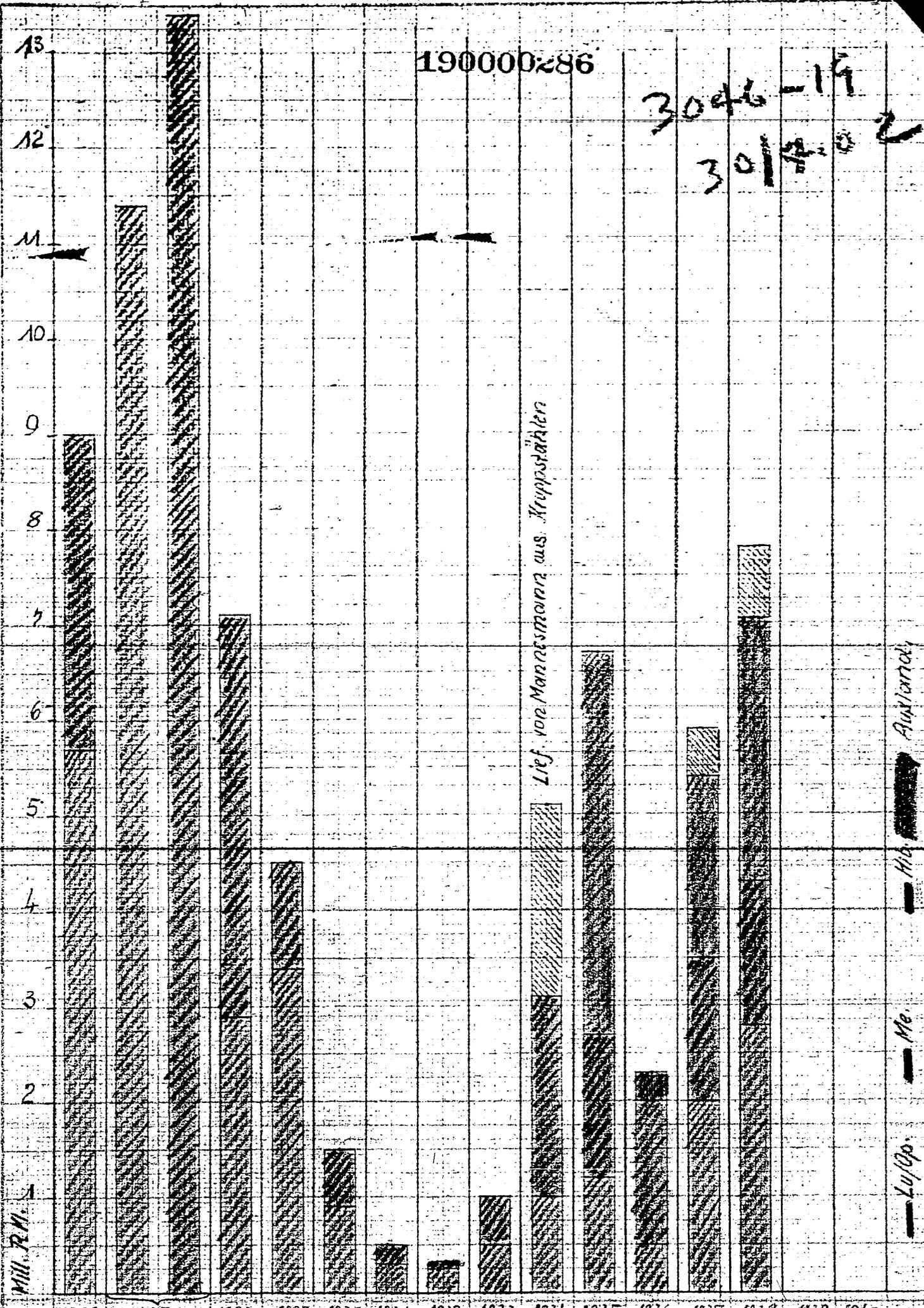
1.) Brabag I / II

	RM
9 Oefen 1000 / 18000	1 260 000.-
8 Regeneratoren 600 / 18000	480 000.-
2 Heissabscheider 1000 / 9000	140 000.-
	<hr/>
	1 880 000.-
	=====

2.) Hibernia

5 Oefen 1000 / 18000	420 000.-
6 Oefen 1200 / 18000	1 020 000.-
2 Waschermäntel 1300 / 15000	164 000.-
2 Regeneratoren 600 / 18000	118 000.-
2 Flaschen 1000 / 6000	35 000.-
3 Heissabscheider 1500 / 9000	400 000.-
32 Traggapfen	16 000.-
	<hr/>
	2 173 000.-
	=====

9. 1. 1951



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhin.

Lieferungen der Fa. Huls - Esser

9. I. 1936

20
190000287

Bag 3046 - 2

Target 30/4.02 - Luma

Specifications and Standardization
of Lubricants

AMMONIAKWERK MERSEBURG
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

An
Herrn
Direktor Dr. Sauer

20
190000288

Me 24.

Ihre Zeichen

Ihre Nachricht vom

Unsere Nachricht vom

Unsere Zeichen

LEUNA WERKE (Kr. Merseburg)

Org. Abt. Gies/Zn.

22. Juli 1941 Kl.

Betreff

Schmieröl - Normung.

Unter Bezugnahme auf unser Schreiben vom 24.2.1941 senden wir Ihnen in der Anlage die Abschrift des Protokolls der Sitzung vom 21.2.1941

2 Anlagen.

BAG Target

3046 - 30/4.02

-20

20
150000289

R

Fachnormenausschuss für Mineralöl
bei der Deutschen Gesellschaft für Mineralölforschung
Unterausschuss für Schmierstoffanforderungen

Vorläufige Mitgliederliste

- Dr. B a a d e r, Rheinisch - Westfälisches Elektrizitätswerk
Betriebsverwaltung Goldenbergwerk
Knapsack Bez. Köln
- Dr. B a n d t e Deutsche Erdöl A.-G., Erdölwerke Wilhelmsburg,
Hamburg-Wilhelmsburg 1, Reiherstiegdeich 352
- Dr. B a u m Gelsenkirchener Bergwerks A.-G., Hauptverwaltung,
Essen - Ruhr, Postfach 947
- Dr. B e y e r Reichsluftfahrtministerium Abt. G1 5
Berlin W 8, Leipzigerstr. 7
- Dr. B i e l e r Deutsch - Amerikanische Petroleum - Gesellschaft,
Hamburg 36, Neuer Jungfernstieg 21
- Dr. B r u n c k Deutsche Gasolin Akt. - Ges. Berlin - Charlottenburg
Adolf - Hitlerplatz 7 - 9
- Dipl.-Jng. C l a r Rheinmetall - Borsig, Berlin - Tegel
(als Vertreter der Wirtschaftsgruppe Maschinenbau)
- Dipl.-Jng. G a l l e, Verein für die Bergbaulichen Interesse, Essen
Friedrichsstr. 2 (zugl. auch als Vertreter des
Fachnormenausschusses für Bergbau)
- Dr. G ö n n i n g e n, Gewerkschaft Deutsche Erdöl - Raffinerie,
Hannover 1 0, Hindenburgstr. 29
- Dr. H i l l i g e r, Deutscher Verband für die Materialprüfungen der
Technik, Berlin NW 7, Dorotheenstr. 41
- Reg.-Rat Dr. J a n s s e n, Oberkommando der Kriegsmarine,
Berlin W 35, Tirpitzufer
- Dr. K a d m e r, Institut für chemische Technologie der Technischen
Hochschule, München, Walter von Dyckplatz 1
(während der Kriegszeit: Technischer Kriegsverwaltungs-
rat Dr. Kadner, Feldpostnummer 30 597)
- Dr. L ü t k e m e y e r, Rhonania-Ossag Mineralölwerke A.K.
Hamburg 36, Alsterufer 4 - 5, Shellhaus
- Reg.-Baurat Dr. K.O. M ü l l e r, Oberkommando des Heeres, Heereswaffenamt,
Wa Prüf 6, Berlin - Charlottenburg, Fasanenstr. 87
- Dr. von P h i l i p p o v i c h, Deutsche Versuchsanstalt für Luftfahrt
Berlin - Adlershof.
- Dir.Dr. Schneebreger, Wintershall Akt. - Ges. Werk Lützkendorf,
Krumpa bei Merseburg
- Reichsbahnrat Dr. S c h n e i d e r, Chemische Versuchsanstalt der Deutschen
Reichsbahn, Kirchmöser/havel
(als Vertreter des Reichsverkehrsministeriums)

BAG Target
3046 30/4.02

- 20

20
~~130000290~~

Dr. S c h ü n e m a n n, Ernst Schlieffem's Ölwerke,
Hamburg 8, Catharinenstr. 39

Dr. S c h w a i g e r, Daimler - Benz A. - G. Gaggenau i.B.

Dr. T h o m a s, Pintsch Öl G.m.b.H. Berlin - Britz

Dr. U r l a b, Deutsche Vacuum Öl A.- G. Hamburg 1
Spitalerstr. 12, Semperhaus B

Dr. V e l d e Ruhrchemie A. - G., Oberhausen - Holten

Dr. Z o r n Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H. Leuna - Werke
Kreis Merseburg.

BAG Target
3046 30/4.02

N i e d e r s c h r i f t

- 20

über die Sitzung des Unterausschusses für Schmierstoffanforderungen am 21. Februar 1941 in Berlin.

Beginn 9³⁰ Uhr

Ende: 13¹⁵ Uhr

Einladung erfolgte mit Schreiben vom 27. Januar 1941

Anwesend waren die Herren: Dr. Baader, Dr. Bandte, Dr. Raum, Dr. Beyer, Dipl.-Jng. Clar, Dr. Galle, Dipl.Jng. Goebel, Dr.Gönningen, Dr. Hilliger, Dr. Janssen, Dipl.-Jng. Kahne, Dr.Lindemann¹⁾, Dr. Lütkemeyer, Dr.K.O. Küller, Dr. Schick, Dr. Schneeberger, Dr. Schneider(Deutsche Reichsbahn), Dr.W.Schneider, Dr. Schwaiger, Dr. Urlaub, Dr.Valde, Dr.Zorn.- Dipl.Jng. Bräutigam (VDM) als Gast.

Vorsitz: Dr. Schick

- Tagesordnung:
- 1) Eröffnung durch den Obmann
 - 2) Besprechung eines neuen Entwurfes über eine Klasseneinteilung für normale Schmieröle, hauptsächlich Lagerschmieröle
 - 3) Verschiedenes.

Der Vorsitzende Dr. Schick, begrüßt die Anwesenden und geht zunächst auf die Gründe ein, die zur Schaffung des Fachnormenausschusses für Mineralöl mit seinen Unterausschüssen und zur Eingliederung des bisherigen Fachnormenausschusses für Schmierstoffanforderungen bei dem Verein deutscher Eisenhüttenleute in Düsseldorf in den Unterausschuss für Schmierstoffanforderungen im "F a c h n o r m e n a u s s c h u s s f ü r M i n e r a l ö l e b e i d e r D G M" und damit zu einer Umstellung in der Leitung der Normungsarbeit führten. Es hängt dies zusammen mit den Wünschen der Mineralölerzeuger und -verarbeiter nach einer stärkeren Beteiligung der Erzeugerseite, die ausgelöst wurden durch die Anweisungen des Leiters der Reichsgruppe Industrie und durch die Erlasse des Reichswirtschaftsministerium, betr. das Sofortprogramm zur Leistungssteigerung in Verbindung mit dem Ziel der Verbindlichkeitsklärung von Normen, in denen die Verantwortlichkeit und Überwachungs-

¹⁾ als Vertreter für Dr.Schünemann

pflicht der einschlägigen Wirtschaftsgruppen ausgesprochen wurde. Zuständig für den Schmierölsektor ist die Wirtschaftsgruppe Kraftstoffindustrie. Der Deutschen Gesellschaft für Mineralölforschung wurde im Einvernehmen mit allen Beteiligten die Geschäftsführung des Fachnormenausschusses übertragen.

Nachdem Dr. Schick der geschäftsführenden Organisation des früheren Fachnormenausschusses für Schmierstoffanforderungen, dem Verein deutscher Eisenhüttenleute, Düsseldorf, sowie den Mitgliedern und vor allem Herrn Dr. Baum die Anerkennung und den Dank für die geleistete Facharbeit ausgesprochen hat, weist er an Hand der Veröffentlichungen des Deutschen Normenausschusses auf einige grundsätzliche Gesichtspunkte für die Normungsarbeit und den hohen Wert der Normung hin, bringt jedoch gleichzeitig zum Ausdruck, dass er die Normung insbesondere von Schmierölen als eine besonders schwierige Aufgabe ansieht vor allem auch mit Rücksicht auf den Wert der zu normenden Produkte. Die hohe Verantwortung, die mit dieser Normungsarbeit verbunden ist, insbesondere auch unter Berücksichtigung der europäischen Zukunftsaufgabe des Reiches, verpflichtet zur Berücksichtigung aller Forschungsergebnisse und aller Erfahrungen der Praxis, sodass weitgehende Klarstellungsarbeit geleistet werden muß und zunächst mehr von einer Studienkommission als von einem Normungsausschuss für das gesamte Gebiet der zu normenden Schmieröle gesprochen werden könne. Daß die Normung auf dem Gebiet der Schmierstoffe nicht einfach ist, das zeigt er in einem kurzen Hinweis auf eine Sitzung beim Werberat der Deutschen Wirtschaft, in der die Hersteller, der Handel und Maschinenbau vertreten waren. Hier stand die vom Schmiermittelhandel gewünschte Abschaffung der Ölempfehlung zur Besprechung, deren Ausschalten von den Vertretern des Maschinenbaues, besonders in der gegenwärtigen Zeit, als zu gewagtes Experiment abgelehnt wurde. Als Obmann des Unterausschusses für Schmierstoffanforderungen äußerte sich Dr. Schick in jener Sitzung dahin, dass z.Zt bei den in Frage kommenden Spezialölen die Ölempfehlung noch nicht ohne weiteres entbehrlich ist aus Mangel an ausreichenden Kennziffern für dieses Öl, dass aber der Unterausschuss für Schmierstoffanforderungen sich auch dieses Gebietes angenommen hat mit dem Ziel, die bestehenden Schwierigkeiten zu überwinden. Wenn selbstverständlich Bindungen wie vertragliche Abkommen oder Vergünstigungen abzulehnen sind - eine Auffassung, der allseitig zugestimmt wurde - so sei abgesehen von der zu nächst noch bestehenden Zweckmäßigkeit eine Ölempfehlung auch häufig als der gerechte Lohn für geleistete Vorarbeit anzusehen.

Dr. Schick streift dann kurz die neuen Liefervorschriften des Oberkommandos der Kriegsmarine (Z.d.M.), welche die Öle nicht mehr nach dem Verwendungszweck, sondern in ähnlicher Weise wie die Entwürfe im Rahmen dieses Unterausschusses nach den Eigenschaften kennzeichnen und betont im Anschluß hieran die ausserordentlich wichtige Frage der Zusammenarbeit mit den als Großverbraucher in Betracht kommenden Reichsbehörden wie Wehrmacht, Reichsbahn, Reichspost, ferner

SS- und SA-Dienststellen und anderen.

Die Normung der Schmieröle wird nur dann einen Erfolg haben, wenn sie möglichst vielseitig anerkannt wird; vermieden werden muß, dass die Reihe der bisherigen Hadelstypen um einige neue, die Normale, erweitert wird. Er befürwortet stufenweises Vorgehen; daher wurde in den Entwurf der Charakter der Lager-schmieröle als Basis in den Vordergrund gestellt, da bei diesen Schmierölen mit ihrer im allgemeinen einfachen Kennzeichnung die geringsten Schwierigkeiten bei der Normung zu erwarten sind.

Zum Schluß seiner Ausführungen wendet er sich noch insbesondere an die Maschinenindustrie mit dem Wunsche, dass Ansprüche, für die eine klare Notwendigkeit nicht besteht, auch wenn sie sich eingebürgert haben, fallen zu lassen sind, und weist darauf hin, dass der deutsche Hersteller weitgehend abhängig ist von dem Charakter der zur Verfügung stehenden Roherdöle, dass das Selektivverfahren zwar eine gewisse Unabhängigkeit vom Roherdölcharakter gewährleistet, dass aber dieses Verfahren nicht unbeschränkt angewendet werden darf, da es eine entsprechende Ausbeuteminderung mit sich bringt.

Dr. W. Schneider erläuterte kurz den zur Besprechung vorliegenden Entwurf I (August 1940) und hebt insbesondere folgende Punkte hervor:

1) In den genannten Richtlinien für Schmierstoffanforderungen erfolgt die Klasseneinteilung der Schmieröle nach dem Verwendungszweck unter Angabe der erforderlichen Eigenschaften der hierfür in Frage kommenden Schmierölgruppen. Es handelt sich hierbei um Typengruppen.

Bei den vorliegenden Entwürfen erfolgt die Einteilung der Schmieröle in Klassen resp. Typen auf Grund der Zähigkeit, denen der Verwendungszweck zugeordnet wird und für die je nach den Anforderungen des Verwendungszweckes noch eine Unterteilung in Gütegrade vorgesehen ist. Es handelt sich um Zähigkeitstypen.

2). Dieser Entwurf I (August 1940) umfaßt das Zähigkeitsbereich von 1,9 E bei 20° bis 18 E bei 50°, das bedeutet, er umfaßt in der Hauptsache das Zähigkeitsgebiet fast aller Schmieröle, soweit sie nicht unter die sogenannten zylinderölartigen Schmieröle fallen. Letztere weisen eine niedrigste Zähigkeit von etwa $E_{50} = 28 - 30$ auf. Das Zähigkeitsgebiet ist also schon über das eigentliche Zähigkeitsbereich der Lagerschmieröle nach beiden Seiten hin verlängert.

3). Für das Zähigkeitsgebiet 1,9 E bei 20° bis 18 E bei 50° sind 8 Typen aufgestellt worden; das ist demnach die gleiche Zahl wie bei Entwurf II (Juni 1940) unter Berücksichtigung der Tatsache, daß letzterer Entwurf die Zähigkeitsklasse $E_{20} = 1,9 - 2,6$ nicht kennt, sondern erst mit dem Grenzwert 2,5 E beginnt unter Berücksichtigung der Typentoleranz ($3,5 E \pm 1$). Diese 8 Zähigkeitstypen gelten für ungefähr alle Öle, die bez. der Zähigkeit in dieses Gebiet fallen, also auch für die Spezialöle.

4). Die einzelnen Zähigkeitstypen dieses Entwurfes sind durch Grenzwerte angegeben, z.B. 5 - 7 E bei 50°. Für diese Typengrenzwerte gilt das gleiche, was in DIN DVM 3652 (Toleranz) gesagt ist; d.h. es dürfen bestehende Toleranzen für Prüffehler und dergl. nicht mehr berücksichtigt werden, da die Anforderungen durch 2 Grenzen gegeben sind.

Geht man vom Mittelwert aus, so fallen bei den Typen A - D die Typentoleranzen mit den Prüftoleranzen zusammen; somit liegt hier die schärfste Typisierung bzw. des Zähigkeitsgrades vor, die denkbar ist; bei den Typen E - H ist unter Zugrundelegung des Mittelwertes die Typentoleranz etwas größer als die zulässige Prüftoleranz.

5). Die einzelnen Typen mit ihren Grenzwerten sind durch Zwischenräume klar voneinander abgetrennt, sodass keine Überschneidungen vorkommen. Der Typencharakter kommt dadurch deutlich zum Ausdruck.

6). Die Flammpunktsangabe entspricht den bisherigen Normen.

7). Die Angabe des Stockpunktes zur Kennzeichnung des Kälteverhaltens der Schmieröle ist im Entwurf I (August 1940) beibehalten worden, da es sich in erster Linie um Normalraffinate für Lagerschmierung handelt. Auch stimmen die Ansichten der Sachverständigen über die zweckmäßigste Kennzeichnung des Verhaltens eines Schmieröles in der Kälte noch nicht überein.

8). Die im Entwurf angegebenen Anforderungen an die Raffinate bzw. des Gehaltes an Wasser und Hartasphalt sind die gleichen geblieben wie in den bisherigen genormten Richtlinien für Schmierstoffanforderungen, dasselbe gilt für den Wert der Neutralisationszahl. Dagegen ist der zulässige Höchstwert für den Aschegehalt von 0,05 % auf 0,02 % herabgesetzt worden.

9). Die Angabe "Reaktion: neutral" gegenüber der bisherigen Ausdrucksweise "frei" von ungebundener Mineralsäure, ungebundenem Alkali" dürfte praktisch zu keinerlei Differenzen führen.

Bei dieser Gelegenheit wird darauf hingewiesen, daß in DIN DVM 3658 (Neutralisationszahl) zwar das Prüfverfahren für die Feststellung wasserlöslicher Säuren vorgesehen ist, dass dagegen keine Angabe gemacht wurde für Prüfung auf ungebundenes Alkali. Dr. Hilliger (DVM) nimmt diese Mitteilung zur besonderen Kenntnis.

10). Neu ist die Angabe "feste Fremdstoffe: keine". Es bedarf, wenn die Qualitätsfrage besprochen wird, einer genauen Festlegung der Definition dieses Begriffes.

11). Für die Bezeichnung Spezialöle, Sonderöle, Sonderqualitäten usw. müssen klare Begriffsbestimmungen festgelegt werden, wenn man die Bezeichnungen nicht ganz wegfallen lassen will. Man findet die verschiedensten Erklärungen für diese Bezeichnungen.

Im Zusammenhang mit dem zur Diskussion stehenden Entwurf I werden unter Spezialölen die Öle verstanden, die bezüglich ihres Gütegrades hochwertiger sind als für die hier vorliegenden Normalraffinate vorgesehen ist.

In der sich anschließenden Aussprache erfolgen dann zunächst Wortmeldungen zu grundsätzlichen Gesichtspunkten, ehe in die engere Diskussion des Entwurfes selbst eingetreten wird.

Um eine Atmosphäre des völligen Vertrauens zu schaffen, bittet Dr. Baader um Aufklärung darüber, welche Gründe für die Verlegung des Ausschusses nach Berlin einerseits und für die Niederlegung des Vorsitzes durch Dr. Baum andererseits maßgeblich gewesen sind. Weiterhin spricht er sein Bedauern aus, daß zu dem Entwurf II (Juni 1940), der von einem kleinen Ausschuss des früheren Fachnormenausschusses aufgestellt worden sei, keinerlei Stellungnahme seitens des Komitees erfolgt ist. Ferner bittet er um Bekanntgabe der Zusammensetzung des neu geschaffenen Unterausschusses.

Zu den Ausführungen des Vorsitzenden äußert er sich dahin, zu bedenken, daß wir für die Normung die wissenschaftliche Forschung auf dem Ölgebiet nicht abwarten können, und dass später die Norm geändert werden kann, wenn sich ergibt, daß die Sache nicht ganz richtig war, eine Ansicht, die häufiger zum Ausdruck gebracht worden sei.

Dr. Schick erwidert hierauf, daß es ganz richtig sei, daß allzu große Bedenken nicht der Grund sein dürfen, eine an sich mögliche Normung allzu lange hinaus zu schieben, und daß er gerade aus diesem Grunde den Vorschlag gemacht habe, sich einer intensiven Studienarbeit zuzuwenden, um soweit als möglich auftretende Bedenken zu beschwichtigen. Man könne dem Fachmann nicht zumuten, daß er der Normung oder der Beschreibung eines Öles zustimmt, von deren Richtigkeit er nicht auf Grund seiner wissenschaftlichen Erfahrung überzeugt sei. Er bringt ferner zum Ausdruck, daß keinerlei Absicht bestehe, die Normungsarbeit zu verzögern, daß er aber den Zeitablauf für die gesamte Normung der Schmieröle für nicht gering ansieht. Zu den weiteren von Dr. Baader aufgeworfenen Fragen gibt Dr. Schick nochmals einen kurzen Überblick über die Gründe für die Verlegung und Umgestaltung des Ausschusses, auf die er schon bei seinen Eröffnungsaussführungen hingewiesen hat.

Dr. Baum führt zu dem Entwurf II (Juni 1940) aus, daß dieser nur die heute bestehende Lieferbasis verankern will, daß man sich, als die Frage der Verbindlichkeitserklärung auftrat, zusammenfand, um die Ölsorten, die in Deutschland handelsüblich sind, hinsichtlich ihrer Zähigkeit und ihres Gütegrades festzulegen, und daß man nach den Erfahrungen der Verbraucher die handelsüblichen Sorten unter Angabe des jeweiligen Verwendungszweckes in einer Tabelle zusammengestellt habe. Basis für den Aufbau der Klassifikation ist die Zähigkeit gewesen; man habe einen Einzelwert mit entsprechender Toleranz und keine

Grenzwerte angegeben, z.B. 6 E⁺ 1 und nicht 5 bis 7 E. Er bittet um Mitteilung darüber, was an diesem Vorschlage nicht gefallen hat.

Dr. Schick weist darauf hin, daß durch Zusendung des dem Einladungsschreiben beigelegten Entwurfes II (Juni 1940), die insbesondere für die neuberufenen Mitglieder berechnet war, klar zum Ausdruck kommt, daß dieser Entwurf nicht einfach übergangen werden soll. Die darin zum Ausdruck gebrachte Baadersche Auffassung der Einteilung nach den Zähigkeitsgraden, diene auch für den neuen Entwurf als Basis. Es wird jedoch Wert auf ein stufenweises Vorgehen gelegt; der Entwurf II (Juni 1940) bietet bei der Überfülle an Neuartigem keine geeignete Diskussionsbasis.

Dr. Baader hält es für zweckmäßig, die Unterscheidung zwischen Verbraucher- und Herstellerentwurf - eine Bezeichnung, die der Vorsitzende gern vermieden gesehen hätte - aufrecht zu erhalten und dadurch die Übereinstimmung oder den Unterschied zwischen Verbraucher- und Erzeugerauffassung zum Ausdruck zu bringen, worauf Dr. Schick ihm erwidert, der ideale Zustand sei wohl der, daß die sachlich-technische Auffassung die maßgebliche ist. Weder auf der einen noch auf der anderen Seite dürften zu stark die eigenen Interessen vertreten werden; das Ziel der Diskussion müßte die rein technische Auffassung sein.

In der weiteren Besprechung wird dann häufig Entwurf I (August 1940) als der Hamburger, Entwurf II (Juni 1940) als Düsseldorfer Entwurf bezeichnet.

Dr. Schwaiger ist der Ansicht, daß der Hauptfaktor der Besprechung die Beantwortung der drei Fragen ist: 1. Was braucht der Verbraucher für Öle? 2. Kann der Hersteller diese Öle liefern. 3. Was kann er liefern? Er betont, daß es unbedingt notwendig ist, auch bei dem Entwurf I (August 1940) den Verwendungszweck für die einzelnen Klassen anzugeben.

Er erkennt an, daß die Ölbasis gewisse Einschränkungen erfordert, doch wünscht er Angabe des Zähigkeitsverlaufes, damit der Konstrukteur weiß, mit welchen Ölen er in dieser Hinsicht besonders bezüglich ihres Verhaltens bei niederen Temperaturen rechnen kann; die Angaben der Richtlinien für Schmierstoffanforderungen genügen für den Verbraucher nicht. Er schlägt ferner vor, die Bezeichnung Spezialöle, Sonderöle usw. nicht mehr zu gebrauchen.

Dr. Schick klärt zunächst aufgetretene Mißverständnisse und weist darauf hin, daß zuerst das Zähigkeitsgerippe festgelegt werden soll, und daß die zuzuordnenden Verwendungszwecke als Diskussionspunkt für die nächste Sitzung vorgesehen sind, somit hier programmäßig fehlen. Er hebt ausdrücklich hervor, welche große Arbeit schon mit der Aufstellung der genormten Richtlinien für Schmierstoffanforderungen geleistet worden ist. Er weist dann noch insbesondere darauf hin, daß die Festlegung des Zähigkeitsverlaufes der Schmieröle, d.h.

der Polhöhe, eine sehr scharfe Qualitätskennzeichnung bedeutet, durch die die Auswahl der Öle ganz beträchtlich eingeschränkt wird, während man doch einem bestimmten Verwendungszweck eine möglichst breite Ölbasis zuführen will, soweit es begründete Anforderungen nur irgendwie gestatten. Für Lagerschmieröle z.B. könne man sicher ohne Festlegung einer Polhöhe auskommen.

Man soll ganz allgemein bei Aufstellung der Anforderungen nicht immer nur die Mineralölindustrie verpflichten, sondern auch von der Konstruktionsseite her mit Rücksicht auf die Ölbasis versuchen, die vorhandenen Öle weitgehend auch für erhöhte maschinelle Anforderungen nutzbar zu machen, was möglich ist, aber zum Teil nicht geschieht. Er erinnert an Transformatoren und Transformatoröle, ein Gebiet, auf dem von seiten des Apparatebaues nicht viel geschehen ist, sondern das Schwergewicht der Anforderungen immer auf das Öl gelegt worden ist, sowie an die Veröffentlichung von Dr. Baum über Dampfturbinenöle, aus der hervorgeht, wie ein Öl durch geeignete Maßnahmen geschont werden kann, während andererseits, wenn diese Gesichtspunkte nicht berücksichtigt werden, eine Gruppe von Ölen ausscheiden würde, die ohne weiteres brauchbar ist. Er weist darauf hin, daß im vorliegenden Falle die Bezeichnung Spezialöle nur als Diskussionsbezeichnung anzusehen ist und die Öle umfaßt, die einen hochwertigeren Gütegrad besitzen als die Normalraffinate. Er schlägt vor, in erster Linie über die Zähigkeitsgruppen zu sprechen und alles andere zunächst zurückzustellen.

Die Frage von Dr. Baader und Dr. Hilliger nach der Mitgliederliste beantwortet Dr. Schick dahin, daß diese Liste noch nicht ganz abgeschlossen ist. Sie wird, soweit sie vorliegt, von Herrn Kahne verlesen unter gleichzeitiger Erwähnung, daß noch je ein Vertreter des Reichswirtschaftsministeriums, der Reichsstelle für Mineralöl und der Post vorgesehen ist, und daß auch Dr. von Philippovich wiederum in den neuen Unterausschuß berufen wurde.

Als sich die Aussprache gelegentlich in einzelnen Punkten mit dem Entwurf II (Juni 1940) beschäftigt, weist Dr. W. Schneider auf gewisse Schwächen des Entwurfes hin, die sich auf den Stockpunkt resp. das Verhalten in der Kälte beziehen. So ist im Entwurf II (Juni 1940) für die Ölklassen A, B und C, denen bei Reinheitsgrad I die Öle für Feinmechanik: leicht, mittel und schwer, und bei Reinheitsgrad II: leichte, mittlere und schwere Spindelöle zugeordnet sind, für Klasse A nur e i n e Zähigkeit (20°) angegeben, ohne jede Anforderung für das Verhalten in der Kälte (z.B. Stockpunkt). Für Klasse B ist der Zähigkeitsverlauf durch Angabe der Zähigkeit bei zwei Temperaturen (20° und 50°) festgelegt, ebenfalls ohne Angabe des Verhaltens in der Kälte (z.B. Stockpunkt). Erst bei Klasse C wird durch die Forderung eines bestimmten Zähigkeitswertes bei 0° auch ein niedriger Stockpunkt vorgeschrieben. Es liegt hier