

31. März 1942.

Nr. 42/3/7

000794

Kühlflüssigkeit für Syntheseöfen mit Eisenkontakten.

CORROSION TESTS

Versuchsmaterial.

Der Korrosionsversuch wurde in einem blank gezogenen 3/4" Gasrohr durchgeführt.

Vorbereitung des Versuches.

Drei je 150 mm lange Stücke des Versuchsrohres wurden innen abgedreht und die Innenfläche vollkommen rostfrei geputzt. Die lichte Weite der Rohre betrug dann 22 mm. Eine Stirnseite der Rohre wurde durch Anschweißen einer rostfreien und polierten Platte verschlossen. Die drei Versuchsstücke wurden mit je 45,2 g einer Mischung aus

7 % NaNO_3

40 % NaNO_2

53 % KNO_3

gefüllt. Die verwendeten Chemikalien Merck "Zur Analyse" wurden auf Cl' und Fe geprüft und frei von diesen gefunden. Das Versuchsstück Nr.1 wurde mit 0,46 g, Nr.2 mit 0,92 g und Nr.3 mit 1,84 g chlorfreiem Wasser versetzt und die offenen Stirnseiten der Rohre mit einer rostfreien und polierten Platte durch Anschweißen verschlossen.

Versuchsbedingungen.

Die Versuchsstücke wurden in einem elektrischen Ofen, welcher durch ein Kontaktthermometer regulierbar, auf ca. 270 bis 280° 1104 Stunden lang ununterbrochen erhitzt. Die Temperaturschwankungen betragen etwa $\pm 10^\circ$. Außer mit dem Kontaktthermometer wurde die Temperatur mittels eines Thermometers verfolgt. Die Versuchsstücke wurden in dem elektrischen Ofen senkrecht aufgestellt und von oben und unten gut isoliert, so daß sie unbedingt in ihrer ganzen Länge konstant auf der Versuchstemperatur gehalten wurden.

Durchschrift

Befund nach dem Versuchsende.

Nach Beendigung des Versuches wurden die Versuchsstücke auf Zimmertemperatur abgekühlt und dann geöffnet. - Beim Versuchsstück 1 (1 % Wasser) wurde festgestellt: der Salzkuchen sieht schneeweiss aus; in der Mitte des Salzkuchens wurde ein kleiner Rostfleck beobachtet. Das vom Salzkuchen nicht ausgefüllte Rohrstück zeigt nur stellenweise Rostflecke, sonst sind die Flächen rostfrei. Der Teil des Versuchsstückes, der mit der Salzschnmelze in Berührung war (bis auf 66 mm Höhe, bei 22 mm ϕ , von der Salzschnmelze angegriffene Fläche $4,94 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2$; Gesamtinnenfläche des Rohrstückes $11,12 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2$), zeigt eine festsetzende, rötlichbraune Schicht. - Beim Versuchsstück 2 (2 % Wasser) wurde festgestellt: die mit der Salzschnmelze in Berührung gekommene Fläche des Versuchsstückes (bei 65 mm Höhe, 22 mm ϕ , von der Salzschnmelze angegriffene Fläche $4,87 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2$; Gesamtfläche $11,12 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2$) zeigt eine festsetzende dünne, rötlichbraune Rostschicht; der von der Schnmelze nicht berührte Teil zeigt stellenweise rötlichbraune Rostflecke; die obere Stirnplatte ist rostfrei. Der Salzkuchen sah wie beim Versuchsstück 1 schneeweiss aus, hat aber in der Mitte einen größeren Rostfleck. - Beim Versuchsstück 3 (4 % Wasser) wurde festgestellt, daß die mit der Salzschnmelze in Berührung gekommene Eisenfläche (bis auf 70 mm Höhe, 22 mm ϕ , von der Salzschnmelze angegriffene Fläche $5,21 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2$; Gesamtinnenfläche $11,12 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2$) eine dichte, rötlichbraune Rostschicht zeigt. Die Rostbildung ist augenscheinlich viel größer als bei den Versuchsstücken 1 bzw. 2. Die von der Schnmelze nicht berührten Teile zeigten auch einen Rostansatz, welcher fast über die ganze Fläche verteilt ist. Auch die obere Stirnplatte zeigt einige kleine Rostflecken. Der Salzkuchen zeigt in der Mitte einen größeren Rostfleck.

Untersuchung der Salzkuchen

Die Salzkuchen wurden jeder für sich mit Wasser herausgelöst, mit Salzsäure angesäuert, die Lösung eingedampft und die Rückstände mit konz. HCl solange abgedampft, bis sie

Durchschrift

vollkommen frei von Nitrit und Nitrat waren. Die so vorbereiteten Rückstände wurden in dest. Wasser aufgelöst und die Lösungen kolorimetrisch auf Eisen analysiert. Die Untersuchungsergebnisse sind in Tab. 1. zusammengestellt.

Tabelle 1.

Versuchsstück	Die vom Salzgemisch aufgenommene Eisenmenge in mg	Korrosionsverlust d. Versuchsmaterials in mm / h, bezogen auf die von der Salzschnmelze angegriffene Rohrfläche	Gesamtinnenfläche des Rohres
1	0,16	$3,7 \cdot 10^{-9}$	$1,7 \cdot 10^{-9}$
2	0,30	$7,1 \cdot 10^{-9}$	$3,1 \cdot 10^{-9}$
3	0,35	$7,8 \cdot 10^{-9}$	$3,7 \cdot 10^{-9}$

Besprechung der Versuchsergebnisse.

Wie aus der Tabelle ersichtlich, ist die von der Salzschnmelze aufgenommene Eisenmenge verschwindend klein. Es handelt sich um eine Schichtdicke Größenordnung $4 - 8 \cdot 10^{-9}$ mm/h. Die in den Versuchsrohren beobachtete Rostschicht kann durch den Luftsauerstoff verursacht worden sein, der nach dem Zuschweißen der Rohre zurückblieb. Das Gesamtvolumen des Versuchstückes beträgt:

$$V_s = r^2 \cdot 3,14 \cdot h$$

$$= 1,1^2 \cdot 3,14 \cdot 15 = 56,99 \text{ cm}^3,$$

das von der Salzschnmelze eingenommene Volumen beträgt:

$$V_s = 1,1^2 \cdot 3,14 \cdot 6,7 = 25,46 \text{ cm}^3$$

(6,7 cm wird als mittlere Höhe der von der Salzschnmelze bedeckten Fläche angenommen).

Dannach beträgt das im Versuchsrohr eingeschlossene Luftvolumen

$$56,99 - 25,46 = 31,53 \text{ cm}^3.$$

In diesem Volumen sind enthalten:

$$31,53 \cdot \frac{20,8}{100} = 6,56 \text{ cm}^3 \text{ O}_2 = 6,56 \cdot 1,4289 = 9,37 \text{ mg O}_2.$$

Unter der Annahme, daß die Rostschicht eine Verbindung Fe_2O_3 darstellt, können 9,37 mg O_2 31,2 mg Fe_2O_3 bilden, was einem

Durchschnitt

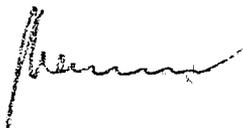
Verbrauch von 21,81 mg Fe entspricht. Rechnet man diese Menge Fe in Schichtdicke um, so ergibt sich eine solche von

$$\frac{21,81}{7,8 \cdot 11120} = 0,000251 \quad 2,5 \cdot 10^{-4} \text{ mm } ^{+)}$$

welche von der Oberfläche des Rohres korrodiert wurde. Wie ersichtlich, ist die Zahl $2,5 \cdot 10^{-4}$ um zwei Potenzen höher, als die durch die Salzschnmelze korrodierte Fe-Schicht, nämlich rund $2-4 \cdot 10^{-6}$ mm.

Zusammenfassung.

Die Korrosionsversuche wurden in einem Eisenrohr durchgeführt, das dem Angriff einer Salzschnmelze, bestehend aus 7 % NaNO_3 , 40 % NaNO_2 und 53 % KNO_3 in Gegenwart von 1, 2 und 4 % Wasser ausgesetzt war. Der Versuch dauerte bei $270 - 280^\circ$ (Schwankungen $\pm 10^\circ$) ununterbrochen 1100 Stunden. Das Wasser und die angewandten Salze waren chlorfrei. Es wurde festgestellt, daß unter den beschriebenen Versuchsbedingungen die von der Salzschnmelze aufgenommene Fe-Menge verschwindend gering und für die Korrosion praktisch ohne Bedeutung ist.

 gez. Gabin.

+) In diesem Ansatz bedeutet 7,8 spez. Gew. des Fe, 11120 ist die Gesamtfläche des Rohres in Millimetern.