

3448 - 30/5/41 - 38

B

000085

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Hollen
Abt. HL - Rg/Mm.

27. April 1942.

Z.N. 42/4/24 FILLING FOR CRACKING
PLANT

Herrn Direktor von A s b o ' t h .

Betrifft: Materialprüfversuche.

Die von Ihnen übersandten 4 verschiedenen legierten Bleche wurden inzwischen auf ihre Brauchbarkeit untersucht. Nachstehend soll über die Ergebnisse kurz berichtet werden.

Die Versuche wurden in der Weise durchgeführt, daß die Bleche in kleine Stücke von ca. 1 cm² zerschnitten wurden. Diese Stücke wurden in Duranglasrohre eingefüllt (Durchmesser 19 mm) und anschließend das Schüttvolumen festgestellt. Die Prüfung wurde zunächst bei sämtlichen Blechen auf eine Temperatur von 480°C abgestellt, durchgesetzt wurde eine Oktan-Oktan-Fraktion des AK-Benzins, die "Beaufschlagung" betrug 20 Vol.-% Flüssigeinsatz bezogen auf das Reaktionsvolumen, die Reaktionsdauer 60 Minuten. Jeder Versuch lief 25 Stunden.

Um die Resultate besser zu veranschaulichen, seien nachstehend die Bilanzen einzeln aufgeführt.

Materialproben:	S 3	S 8	35407 gewalzt	35407 gebeizt
Flüssigausbeute Gew.-%	96,4	95,4	55,9	55,4
Crackgas Gew.-%	2,9	3,1	11,3	13,8
H ₂ Gew.-%	0,4	0,5	3,7	3,7
Kohlenstoffverl. Gew.-%	0,3	1,0	29,1	27,1

Wie ersichtlich, zeigen die Bleche S 3 und S 8 unter den angegebenen Bedingungen weder eine besonders hohe Kohlenstoffbildung noch Neigung zur Bildung von Spaltgas. Dagegen sind die Proben 35407 für den vorgesehenen Zweck völlig ungeeignet, da fast 30 % der eingesetzten Substanz schon nach 25 Stunden zu Kohlenstoff umgewandelt werden. In den ersten Reaktionsstunden zeigen diese Proben allerdings auch ein völlig normales Bild.

Durchschrift

A. S. 10000 2 42 20000 11/17/42

Ungefähr von der 5. Reaktionsstunde ab tritt in steigendem Maße eine Aktivierung ein, wobei die Endgasmenge von ca. 0,4 - 0,5 l zu Beginn des Versuches auf ca. 6 - 7 l am Schluß des Versuches ansteigt. Da das Endgas zu über 70 % Wasserstoff enthält, ist auch schon hieraus die praktisch vollständige Aufspaltung eines Teiles des Einsatzproduktes in Wasserstoff und Kohlenstoff ersichtlich. Daß die Aktivierung auch die Spaltung begünstigt, zeigen die Werte von ca. 12 Gew.% dieser beiden Proben gegen nur ca. 3 Gew.% bei den beiden anderen Proben. Ferner wurden die Proben S 3 und S 8 noch einer zusätzlichen Prüfung unter erschwerenden Bedingungen, d.h. bei einer Temperatur von 520°C , unterzogen. Die übrige Versuchsführung blieb unverändert. Nachstehend die Bilanzen.

	S 3	S 8
Flüssigausbeute Gew.%	62,2	79,9
Crackgas Gew.%	7,7	14,1
Kohlenstoffverlust Gew.%	25,5	2,5
H ₂ Gew.%	4,6	4,5

Wie ersichtlich, hat nun auch bei der Probe S 3 eine sehr starke Aktivierung stattgefunden, kenntlich an der auf ca. 26 Gew.% angestiegenen Kohlenstoffmenge, während die Spaltgasmenge verhältnismäßig noch tief liegt. Damit dürfte auch diese Probe für den vorgesehenen Zweck ausscheiden, der Versuch lief ebenfalls 25 Stunden, die Aktivierung trat innerhalb dieser 25 Stunden in langsamem und gleichmäßigem Tempo ein, erkenntlich daran, daß die Endgasmenge von ca. 1 l in den ersten Stunden auf über 10 l in den letzten Stunden anstieg.

Lediglich die Probe S 8 zeigt auch bei 520°C ein angenähert normales Bild, die Kohlenstoffmenge ist nicht wesentlich vergrößert, der Anstieg der Crackgasmenge dürfte rein thermisch bedingt sein. Eine Aktivierung des Materials innerhalb von 26 Stunden konnte nicht festgestellt werden, die Endgasmenge blieb praktisch konstant. Somit dürfte von den 4 eingangs erwähnten Proben lediglich die Probe S 8 für den vorgesehenen Zweck geeignet sein.

Durchschrift



Abt. III - Spk/Nbg

42/4/23

25. April 1942

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Herrn Dr. H a g e m a n n.

000067

Betrifft: Reid - Drucke (atm)

% Füllung	G ₅ -Fraktion		G ₆ -Fraktion			G ₇ -Fraktion			G ₈ -Fraktion			
	37,8°	50°	60°	37,8°	50°	60°	37,8°	50°	60°	37,8°	50°	60°
20	0,65	1,0	1,5	0,24	0,45	0,70	0,10	0,20	0,50	0,0	0,17	0,40
40	0,68	1,1	1,6	0,24	0,45	0,75	0,10	0,25	0,52	0,0	0,18	0,43
60	0,70	1,2	1,7	0,25	0,45	0,80	0,10	0,25	0,55	0,0	0,18	0,45
80	0,72	1,2	2,0	0,32	0,50	0,84	0,18	0,25	0,60	0,0	0,20	0,50
90	0,72	1,2	2,0	0,32	0,55	0,85	0,18	0,26	0,62	0,10	0,20	0,54

Durchschnitt

Die Reid-Druckapparat-ur war selbst hergestellt worden. Sie bestand aus einer nach unten etwas konisch verlaufendem Reaktionsrohr von 40 mm ϕ , das oben ein Manometer hatte und unten durch einen Stopfen mit Innengewind, verschlossen werden konnte. Füllvolumen 500 ccm.

42/417

000068

Aktennotiz

Über die Besprechung mit

Bleichton-Gesellschaft, München

in Frankfurt/M. am 8.4. 19 42

Anwesend:

Südchemie - Dir. Dr. Römer
RCH - Dr. Tramm

Verfasser: Tramm

Durchdruck an:

Dir. Dr. Römer
Prof. Dr. Mattin
Dir. Alberts
Dipl. Ing. Stuhlpfarrer
Dr. Kolling z. Kenntnis
Dr. Tramm

Zeichen:

Datum:

Abt. Hl-Tr/Mm/Mbg

9.4. 42

Betrifft: Granosilbezug.

Grundlage der Besprechung waren die in den Schreiben der Ruhrchemie vom 5. und 18.3.42 ausgeschnittenen Fragen über den Bezug von Granosil, das für die zu errichtende KB-Anlage als Kontakt gebraucht wird.

Die Südchemie stellt Bleicherden auf mehreren getrennten Anlagen her. Die normale Lieferung besteht aus salzsäureaktiviertem Material. Dieses Material kann nicht gekörnt geliefert werden, da bei der Salzsäureaktivierung die Kornfestigkeit sehr leidet. Das gekörnte Material Granosil ist schwefelsäureaktiviert. Aus bisher unbekanntem Grund wird hier eine höhere Kornfestigkeit erzielt. Das gekörnte Material wird durch Absieben aus dem gesamten Material erhalten; es fallen ca. 8 % gekörntes Material an. Die Südchemie liefert vorläufig gekörntes Material ungern, da etwa die 11 bis 12fache Menge an schwefelsäureaktiviertem Material gleichzeitig erzeugt wird, das in seiner Aktivität wesentlich ungünstiger ist als das salzsäureaktivierte Material (Tonsil AC ist beispielsweise salzsäureaktiviert.) Die Südchemie ist gezwungen, diese überschüssigen Mengen in irgendeiner Form den salzsäureaufgeschlossenen Mengen zuzufügen, so dass 2 zusätzliche Belastungen der Südchemie bei der Lieferung gekörnten Materials

entstehen, nämlich 1.) der zusätzliche Arbeitsgang der Siebung und 2.) der Anfall verhältnismäßig großer Mengen in seiner Aktivität nicht voll befriedigenden Materials. Z.Zt. können die mit Schreiben vom 5.3. verlangten Siebanalysen nicht zur Verfügung gestellt werden, sondern lediglich die Körnung $7/30 = 0,5$ bis 2 mm , d.h. die gleiche Körnung, wie wir sie auch bisher als Granosil erhalten haben. Ich wies darauf hin, dass bei dieser Körnung das größte Korn ein etwa 60mal höheres Gewicht hat als kleinste. Dr. Römer versprach, die Frage zu prüfen, ob nicht wenigstens die Lieferung von etwa $1 - 2\text{ mm}$ Korn, wo sich kleinstes und größtes Korn im Verhältnis $1:8$ unterscheiden, durchzusetzen ist.

Dr. Römer erklärte dass die mit Schreiben vom 5.3. angeforderten Mengen nicht schwirrig zu liefern sind. Das Werk, das uns diese Mengen zur Verfügung stellen muß, hat 60 t Tagesleistung oder ca. 5 t Tagesleistung an gekörnten Material. Wir benötigen als 1. Lieferung 210 t und als weitere Lieferung pro Monat $75\text{ m}^3 = 56\text{ t}$ oder pro Tag bei 30 Arbeitstagen $1,8$ bis $1,9\text{ t}$, das sind ca. 40% der Menge, die das Werk zur Verfügung stellen kann. Der Termin vom 1.11. soll als Richttermin beibehalten werden. Dr. Römer erbittet endgültige Nachricht 3 Monate vor Beginn der Lieferungen. Das schwierigste Problem für den Versand ist Z.Zt. der im Eisenbahnbezirk Regensburg bestehende außerordentliche Waggonmangel.

Dr. Römer teilt mit, dass die Süddeutsche ein sogenanntes CO-Material entwickelt hat. Das Material ist salzsäureaktiviert und durch Zugabe von unaktiviertem Material in Kornform gebracht. Die Körner sollen sehr hart sein. Die Aktivität soll besser sein als bei dem schwefelsäureaufgeschlossenen Material. Eine Anlage, die mit diesem Material liefern soll, ist seit 2 Jahren im Bau, wird aber voraussichtlich erst im Laufe des Sommers 1942 fertig. Da die katalytische Aktivität des Materials noch ganz unbekannt ist, wird Römer uns vorläufig 300 g laboratoriumsmäßig hergestellter Masse schnellstens zur Verfügung stellen. Es soll ferner durch Abnahme des Materials an einer bestimmten Stelle im Betriebe eine Menge von $1,6\text{ m}^3$ ausgesiebt und an uns baldmöglichst gebracht werden. Eine sorgfältige Erprobung des Materials wird nötig sein.

000070

Ob dieses Material schon als erster Einsatz in die betriebliche Anlage gebraucht werden kann, ist ganz ungewiß, weil die Dauer- versuche kaum rechtzeitig werden abgeschlossen sein können. Es bleibt also zumindest für die erste Reaktorfüllungen bei den nor- malen Granosillieferungen von evtl. etwas veränderter Körnung.

Es wurden ferner über die Möglichkeit gesprochen, ein chemisch möglichst gleichartiges Material zu erhalten. Dr. Römer weist darauf hin, dass im Schreiben vom 13.3. ein sinntstellen- der Druckfehler enthalten ist. Es muß im 5. Absatz von unten, letz- te Zeile, heißen "weil dabei die Struktur zerstört wird." Die Morallinit-Struktur der Bleicherden ist bekanntlich so zu deuten, dass SiO_2 -Ebenen von Al-Atomen, die zwischen den Ebenen stehen, zusammengehalten werden. Dieses Al-Atome werden teilweise durch Eisen und manchmal sogar durch Magnesium und Calcium ersetzt. Das so gebundene Eisen kann nicht gelöst werden und liegt etwa in der Größenordnung von 3 - 5 %. Gelöst werden kann nur das Eisen, das äußerlich anhaftet. Bei dem Aktivierungsvorgang werden die Kristal- le in irgendeiner Weise schon angegriffen, ohne dass ihre Struktur wesentlich zerstört wird. Man kann den Angriff feststellen durch ein Verschommenwerden der Röntgen Interferenzen. Worauf der An- griff wirklich beruht, ist noch nicht klar. Klar ist lediglich, dass ein zu starker Angriff schädigend wirkt.

Dr. Römer erklärt, dass infolge systematischer Durch- forschung der ganzen Felder der Südchemie ein hinsichtlich der Bleichaktivität besonders gleichmäßiges Produkt liefere, wodurch sie sich einen gewissen Vorsprung auf dem Weltmarkt gesichert habe. Die Entwicklung dieser Gleichmäßigkeit hätte allerdings Jah- re intensiver Durcharbeitung erforderlich gemacht. Da die Zwecke de RCH ganz andere sind und außer der Aktivität auch die Haltbarkeit der Kontakte eine entscheidende Rolle spielt, so ist es unwarschei- lich, daß diese Erfahrungen ohne weiteres übertragbar sind. Der Vorschlag von Tramm geht dahin, eine Reihe verschiedener, aber reproduzierbar gleicher Bleichtone zu bekommen, um diese dann in der Apparatur der Ruhrchemie entsprechend zu prüfen. Dr. Römer

000071

sieht eine gewisse Schwierigkeit, weil die Reproduzierarbeit der einzelnen Proben nicht ohne weiteres gewährleistet werden kann. Trotzdem übernimmt es Römer, einige möglichst extreme Proben in Mengen von ca. 500-g an die RCH sobald wie möglich zur Absendung zu bringen, um wenigstens die Frage zu klären, ob überhaupt eine große Empfindlichkeit des Verfahrens gegenüber Schwankungen der Kontakte bestehen.

Zusammenfassend wurden folgende Punkte festgelegt:

- 1.) Die Körnung bleibt voraussichtlich wie bisher geliefert bestehen. Ob 0,75 bis 2mm oder 1 bis 2 mm lieferbar ist, wird Römer klären.
- 2.) Die endgültige Benachrichtigung der Südchemie durch RCH über die Lieferung hat mindestens 3 Monate vor Anlieferung des Materials zu erfolgen.
- 3.) Die von RCH verlangten Mengen bereiten für Südchemie in dem festgelegten Programm keine Schwierigkeiten.
- 4.) Das neue CO-Material in einer Menge von 500-g laboratoriums-mäßig hergestellt, wird schnellstens an RCH geliefert. Bei diesem Material wird auch von Römer geprüft, ob nicht die von uns verlangten Körnungen herstellbar sind. Hier erscheint es wahrscheinlich möglich.
- 5.) Von dem CO-Material wird baldigst 1,6 m³ angeliefert.
- 6.) Es werden eine Reihe von Römer besonders ausgesuchter extremer Bleichtone für Versuchszwecke in Mengen von ca. 500 g baldmöglichst zur Verfügung gestellt.