

26. Januar 1940.

Geheim!

Herren: Prof. Martin
Dipl.-Ing. von Asboth
Direktor Alberts
Dr. Hagemann

Sekretariat Hg.	
Eingang:	2.2.1940
Lfd. Nr.:	115
Beantw.:	

Betrifft: Weiterverarbeitung des Al_2O_3 aus der Katorfabrik zu fertigen Kontakt für die LT-Anlage.

Aus den Versuchen im Laboratorium ging hervor, daß nicht jedes Al_2O_3 als aktiver Träger für das Cr_2O_3 dienen kann. Durch systematische Untersuchungen wurden die für die Aktivität des Kontaktes optimalsten Bedingungen bei der Fällung des Al_2O_3 gefunden. Sie sind kurz folgende: Das Al_2O_3 wurde aus einer 5%igen $KAlO_2$ -Lösung kalt (20°) und schnell (ca. 2 Stunden) mit CO_2 gefällt. Der Niederschlag mußte mindestens 8 mal gewaschen werden (Aufkochen in H_2O), um ihn alkalifrei zu bekommen. Nach dieser Methode wurde das Al_2O_3 in größerem Maßstabe in der Katorfabrik hergestellt (siehe Bericht Dipl.-Ing. Stahlpfarrer) und daraus der Aromatisierungskontakt - es handelte sich zuerst um die Herstellung von 400 l - gemacht. Für die Kontaktherstellung wurde als Grundlage die Arbeitsvorschrift von Dr. Rottig verwendet, die im wesentlichen beibehalten wurde. Es wurde folgendermaßen von uns im Laboratorium gearbeitet:

Ansatz für ca. 300 g Kontakt:

250 g Al_2O_3 (kalsiniert)

390 g $Cr(NO_3)_3 \cdot 9 H_2O$

21 g $Ni(NO_3)_2 \cdot 6 H_2O$

2 g $Mn(NO_3)_2 \cdot 6 H_2O$

175 g H_2O

Das bei 700° kalsinierte Al_2O_3 wurde in die Lösung der Nitrats bei $95^\circ - 100^\circ$ langsam eingetragen. Die Temperatur wurde unter kräftigem Rühren des Kontaktbreies weiter erhöht, bis ein zähflüssiger Teig entstand, der auf ein V2A-Blech gegeben und nachher "geschlagen" wurde, damit er zu einem glatten Kuchen verläuft, der ca. 5 - 6 mm dick war. Bei einer Temperatur von 80°

wurde der Kontakt in den Trockenschrank geschoben, die Temperatur wurde langsam binnen 6 Stunden auf 130° gesteigert, wo die Haupt-Nitrose-Entwicklung stattfand, anschließend schneller (ca. 4 Std.) bis auf 200° erhöht. Der Kontakt war in dieser dünnen Schicht bereits nach weiteren 2 - 4 Stunden bei 200° trocken (Gesamtrockenperiode 12 - 14 Std.). Nach dem Erkalten wurde er im Indu-Gasofen bei 600° 2 Stunden lang getempert und nachher zerkleinert und gesiebt. Das Produkt von 1 - 3 mm wurde als Korn genommen. Es entstand beim Zerkleinern ca. 25 - 30 % Kontaktstaub, der in den nächsten Kontaktkuchen wieder eingearbeitet werden konnte.

Nach dieser Verfahrensbeschreibung wurde auch der Katalysator in größerer Menge hergestellt. Für die reibungslose Abwicklung dieser Aufgabe wurden folgende Apparaturen verwendet:

- 1.) Ein Pfeleiderer-Mischer aus V2A, beheizbar, ca. 12 l Inhalt (Er wurde von der Werkstatt hergestellt).
- 2.) Ein Ofen zum Trocknen und Tempern des Al_2O_3 und des Kontaktes. (Es wurde der alte Crackofen, der für diesen Zweck zu einer Trockenkammer umgebaut worden war, dazu verwendet).
- 3.) 12 V2A-Bleche (1000 x 600 x 25 mm) mit Gestell für den Trockenofen zur Beschickung mit Frischkontakt.
- 4.) 6 Sicromal-Kästen (ca. 80 l Inhalt) für das Einsetzen des Al_2O_3 und des getrockneten Kontaktes in die Trockenkammer zum Tempern ($600 - 700^{\circ}$).
- 5.) Ein Holliger-Brecher zum Zerkleinern des Kontaktes.
- 6.) Ein Schwängsieb für das geforderte Korn (1 - 3 mm) beim fertigen Kontakt.

Das aus der Katorfabrik kommende Al_2O_3 wurde in den Sicromalkästen im Trockenofen bei 100° getrocknet und anschließend bei 700° 2 Stunden getempert. Es wurde ein mahliges, weißes Pulver von weichem Griff erhalten, das ein Schüttgewicht von 0,70 hatte. Der Wasserverlust beim Trocknen betrug 20 %, beim Tempern 33 % des schon vorgetrockneten Produktes.

Im größeren Maßstab mußte der Kontakt chargenweise folgendermaßen hergestellt werden:

5 575 g Cr (NO₃)₃ 9 H₂O, 303 g Ni (NO₃)₂ 6 H₂O und 285 g Mn(NO₃)₂ 6 H₂O wurden in V2A-Töpfen im eigenen Kristallwasser bei erhöhter Temperatur gelöst und die Lösung auf einer Heizplatte eingeeignet (schwache Nitroseentwicklung). In die ca. zur Hälfte eingedampfte Lauge wurden 3 570 g kalsiniertes Al₂O₃ eingerührt und der dickflüssige Brei in den Mischer gegossen (3/4 voll), wo er unter ständigem Rühren weiter eingedickt wurde. Eine innige Durchmischung in diesem Stadium ist ausschlaggebend für die Kornfestigkeit. Fließt der Kontaktbrei nicht mehr von dem Spachtel (der Endzustand ist auch am Gefüge gut erkennbar), wird er auf V2A-Bleche gegeben, geschlagen (glatte Fläche - gute Verteilung) und in den Trockenofen bei 80° geschoben. Auf ein V2A-Blech gehen 2 Chargen des Pfeleiderer-Mischers, das sind 7 140 g Al₂O₃ oder ca. 8,5 kg Trocken-Kontaktkuchen. Die Schicht dieses Kuchens beträgt dann 12 - 15 mm. Sie erfordert eine längere Trocknung: Die Temperatur wird von 80° langsam binnen 10 Std. auf 160° gesteigert, nachher binnen 4 Std. auf 200° erhöht. Bei dieser Temperatur muß der Kontakt noch ca. 10 Std. im Ofen gelassen werden. Wird der Kontakt zu schnell auf eine Temperatur von 130° gebracht, verursacht die stürmische Nitroseentwicklung ein Platzen der oberen Schicht und ein Weichwerden des Kornes (50 - 80 % Staub). Der erkaltete Kontakt wird von den Blechen geschlagen, in die Sicromalkästen in Brockenform eingefüllt und anschließend bei 600° 2 Std. lang getempert. Nach dem Erkalten werden die Stücke im Holliger-Brecher zerkleinert und im Schwingsieb auf die geforderte Korngröße (1 - 3 mm) gebracht. Die anfallende Kontaktstaubmenge war bei den thermisch einwandfrei behandelten Kontakten sehr gering und betrug kaum 10 %, der wieder rückgeführt werden kann.

Das nach dieser Methode hergestellte Kontaktkorn war sehr porös, dabei hart und druckfest und zeigte ein Schüttgewicht von 0,72. Eine Durchschnittsprüfung ergab bei der Aktivitätsprüfung im Labor-Versuchsofen ohne Zusatz von Steinmaterial bei 470 - 480° 50 - 60 % Aromaten.

Für die Planung einer Kontaktfabrik für die G.L.F.-Anlage ist die Jahresproduktion von 60 000 kg Kontakt richtunggebend. Es wird aus Gründen der besseren Ausnützung beabsichtigt, die gesamte Menge Kontakt in einem halben Jahr zu erzeugen und die Kontaktherstellung nachher einzustellen. Dies hängt jedoch noch ganz von der Haltbarkeit des Kontaktes im Großbetrieb ab, doch soll hier mit der halbjährigen Produktion kalkuliert werden:

Eine Jahresproduktion von 60 000 kg Kontakt - das sind 50000 kg Al_2O_3 - oder 26 500 kg Al in 180 Tagen würde eine tägliche Verarbeitung von ca. 150 kg Al - oder ca. 280 kg Al_2O_3 - oder ca. 340 kg Kontakt erfordern. (Da die Staubmenge sofort in die nächste Charge eingearbeitet wird und der Staubanfall unter 10 % liegt, tritt dadurch keine wesentliche Verschiebung in den Produktionszahlen ein).

Da in unserem Mischer (ca. 12 l Inhalt) bei einer Charge 3,5 kg Al_2O_3 angewandt werden konnten, müßten zur Erzeugung von täglich 340 kg Kontakt 2 Mischer von je 60 l Inhalt angeschafft werden. Eine Füllung würde 25 kg Al_2O_3 betragen, das entspricht ca. 30 kg Kontakt und es müßten täglich pro Mischer 5 - 6 Chargen durchgearbeitet werden. Die Charge eines Mixers würde 3 1/2 Blech füllen. Demnach würden 42 Bleche zum Einsatz in den Trockenofen und ein zweiter Satz Bleche für die laufende Produktion am nächsten Tag notwendig sein. Über die Art der Trocknung ob Spiralband - Kanal - oder gewöhnliche Kammertrocknung - soll noch die Entscheidung fallen. Die anderen Apparaturen (Sieb, Brecher) müssen der Tagesleistung entsprechend größer dimensioniert bestellt werden.

Bei der Einkonzentrierung im Kneter ist wegen der starken Nitrosentwicklung für beste Absaugung (Windkanal) zu sorgen, ebenso müssen der Brecher und das Schwingsieb staubdicht arbeiten können.

