

S B 110

N i e d e r s c h r i f t 198

über die Erfahrungsaustauschsitzung in Schwarzheide  
am 26. August 1938.

---oo0oo---

- Anwesend die Herren:
- |                |                          |
|----------------|--------------------------|
| Hochschwender  |                          |
| Jung           |                          |
| Wagner         |                          |
| Klein          |                          |
| Kühne          |                          |
| Lenneberg      | Schwarzheide             |
| Müller-Lucanus |                          |
| Sauter         |                          |
| Steinbrecher   |                          |
| Weingärtner    |                          |
|                |                          |
| Buse           |                          |
| Grimme         | Rheinpreußen             |
| Kölbel         |                          |
|                |                          |
| Heckmann       | Rauxel                   |
|                |                          |
| Ritter         |                          |
| Comblés        | Krupp-Benzin             |
| Süssespeck     |                          |
|                |                          |
| Roth           |                          |
| Werres         | Hoesch-Benzin            |
|                |                          |
| Kowalski       | Schaffgotsch-Benzin      |
|                |                          |
| Seyffert       | Lützkendorf              |
|                |                          |
| Löpman         |                          |
| Schwenke       | Ch.W. Essener Steinkohle |
|                |                          |
| Alberts        |                          |
| Feißt          |                          |
| Gehrke         | Ruhrbenzin/Ruhrchemie    |
| Heckel         |                          |
| Schuff         |                          |

---oo0oo---

Alberts schlägt vor, zuerst den Bericht Schuff vollständig entgegen zu nehmen und dann zu den einzelnen Punkten Stellung zu nehmen.

Schuff berichtet:

Seit 1.7.1938 liefert die Katorfabrik Holten ausschließlich Th/Mg-Kontakte, kurz Mischkontakte genannt.

Die als günstig erkannten Herstellungsbedingungen bei Fällung und Reduktion wurden unverändert beibehalten. Dementsprechend weisen die Reduktionswerte verhältnismäßig geringe Schwankungen auf und 75 % aller Mischkontakte liegen im Bereich 55 - 65 % Reduktionswert. Aus dem Verhalten im Betrieb ergeben sich keine Anhaltspunkte dafür, daß innerhalb dieses Bereiches die Aktivität dem Reduktionswert parallel sich ändert.

Der Anteil der Mischkontakte an den in Betrieb befindlichen Kontakten beträgt jetzt bei Schwarzheide etwa 20 %, Rheinpreußen 60 %, Rauxel 75 % und Ruhrbenzin 100 %.

Die physikalische Beschaffenheit der Mischkontakte ist durchweg besser zu bewerten als die der Th-Kontakte, was sich bezüglich der Gasbelastbarkeit und Entleerung auswirkt. Entleerungsschwierigkeiten bestehen nicht, soweit die Mischkontakte in vorher einwandfrei entleerten Öfen eingefüllt waren. Es wird nochmals festgestellt, daß eine an sich vorhandene gute Aktivität sich im Betrieb nur voll auswirkt, wenn die Kornbeschaffenheit der Kontakte gut, Staubfreiheit vorhanden ist und die Einfüllung in absolut saubere Öfen geschieht. Der sorgfältigen Säuberung entleerter Öfen muß und wird daher die größte Aufmerksamkeit geschenkt werden. Insbesondere das Ausblasen der Öfen mit Druckluft nach der Entleerung hat sich übereinstimmend bei allen Werken als wirksamste Nachreinigung erwiesen. Der Erfolg ist daraus zu ersehen, daß für derart behandelte Öfen die bisher gelieferte, als normal angesehene Kontaktmenge zur Ofenfüllung nicht mehr ausreicht.

Die günstigen physikalischen Kontakteigenschaften und die Säuberungsmaßnahmen bei den Öfen bewirken gute Gasverteilung und gute Gasaufarbeitung, sowie wirksamere Regenerierung.

Die systematischen Vergleichsversuche der Brabag, Schwarzheide, zur Regenerierung von Kontakten mit  $H_2$  und Benzin als Extraktionsmittel haben ebenfalls den außerordentlich nachteiligen Einfluß einer ungenügenden Füllmenge in schlecht entleerten Öfen gezeigt.

Hinsichtlich der Kontaktregenerierung mit  $H_2$  soll wie-

derholt werden, daß bei den von den Lizenznehmern aufgewandten stark unterschiedlichen  $H_2$ -Mengen nicht gesagt werden kann, daß sich größere  $H_2$ -Mengen oder häufigeres Hydrieren auf die Kontakteigenschaften besonders günstig ausgewirkt hätten. Wohl wird man sagen können, daß bei dem ausgeprägten Aufspeicherungsvermögen der Th-Kontakte für Paraffin ein intensives und häufiges Hydrieren auch bei fortschreitendem Alter immer noch einen kleinen Vorteil bringen kann und ihn insbesondere bei den stark staubhaltigen Kontakten auch noch gebracht hat, sodaß die Werke, bei denen die Beschaffung des  $H_2$  keine Schwierigkeiten bereitete, sicher einen gewissen Vorsprung in der Ausbeute ihrer Anlage in den vergangenen Monaten hatten.

Die Monatsmittelwerte ergeben im Mittel von 5 Monaten dieses Jahres pro Ofen einen Aufwand an Rein- $H_2$  von  $2550\text{ m}^3$  bei Ruhrbenzin,  $4400\text{ m}^3$  bei Brabag-Schwarzheide,  $5100\text{ m}^3$  bei Rheinpreußen und  $11000\text{ m}^3$  bei Gewerkschaft Viktor. Bezieht man die Mengen auf durchgesetztes Synthesegas, so sind davon in gleicher Reihenfolge der Werke an  $H_2$  aufzuwenden: 0,33 %, 0,84 %, 1,44 % und 2,06 %. Es ist dabei erwähnenswert, daß die drei erstgenannten Werke die Kreislaufregenerierung mit Einspeisung von Frisch- $H_2$  verwenden, daher auch weniger davon verbrauchen als Viktor, wo die eigentliche Hydrierung im direkten Durchgang mit großen  $H_2$ -Mengen und anschließend eine Schlußhydrierung mit Kreislaufgas erfolgt. Nur in diesem Falle und zwar entsprechend der Arbeitsweise von Viktor mit heißem, hochprozentigem  $H_2$  beobachtet man den exothermen Charakter der Hydrierreaktion, indem über mehrere Stunden die erzeugte Wärme die Ofentemperatur ohne Zusatzheizung hält.

Die Erfahrungen mit Mischkontakten haben gezeigt, daß die einzelnen Fahrperioden so viel länger sind als bei den Th-Kontakten, daß nur viel seltener Hydrierungen notwendig sind. Bei einer Laufzeit von 4 Monaten wird man mit 2 - 3 Hydrierungen zu rechnen haben. Hinsichtlich der Hydrierdauer dürfte heute feststehen, daß man mit 12 Stunden auskommt. Das bedeutet z.B. für die bei der Ruhrbenzin geübte Kreislaufhydrierung einen Aufwand von  $2500\text{ m}^3$  Frisch- $H_2$  pro Ofen und bei insgesamt 3 Hydrierungen  $7500\text{ m}^3\text{ H}_2$  für die gesamte Laufzeit des Kontaktes. Für die Synthese ist die Tatsache des geringeren Speicherungsvermögens für Paraffin und der sehr weit-

gehenden Entfernung desselben durch Hydrierung eine zusätzliche vorteilhafte Eigenschaft der Mischkontakte gegenüber den Th-Kontakten. Während Th-Kontakte bei der 1. Hydrierung 1200 - 1500 kg, bei weiteren 2 Hydrierungen oft nur 500 und 100 kg Paraffinöl geben, findet man in gleicher Reihenfolge bei Mischkontakten etwa nur noch die Hälfte davon (Ruhrbenzin). Die Menge des gleichzeitig anfallenden  $\text{CH}_4$  steht zur Flüssigproduktenmenge im Verhältnis 16 : 14, was auch stets beim Rauxeler Versuchsofen gefunden wurde und was nur möglich ist bei einem hälftigen Abbau der Paraffinmoleküle, eine Reaktion, die alsdann ohne Kontraktion verläuft.

Die Untersuchung der ausgebrauchten Mischkontakte bei Rücklieferung in die Katorfabrik Holten haben 20 - 30 % Paraffin ergeben, während früher bei Th-Kontakten 40 - 50 % gefunden wurden. Dieses Restparaffin ist weder durch  $\text{H}_2$  noch durch andere Gase, wie sie bei einzelnen Werken als Vorbehandlung benutzt werden, zu entfernen, auch nicht bei Temperaturen bis  $220^\circ$ . Diese Tatsache ist von Bedeutung für die Wiederverarbeitung der alten Kontakte, die laut früheren Angaben zur direkten Auflösung nicht mehr als 15 % Paraffin enthalten sollten. Andernfalls müssen sie vor der Wasserdampfentparaffinierung brikettiert werden, was aber voraussetzt, daß sie vorher inaktiviert und nicht mehr pyrophor sind. Eine vollständige Entparaffinierung erlaubt bis heute nur die Extraktion mit geeigneten Kohlenwasserstoff-Fraktionen der Synthese. Eine Methode zur Inaktivierung durch Oxydation wäre erwünscht. Einen entsprechenden Versuch wird die Ruhrbenzin durchführen.

Die früher angeschnittene Frage der Produkteigenschaften bei Verwendung von Mischkontakten zur Synthese ist von Rheinpreußen und Ruhrbenzin bearbeitet und geklärt worden. Von Interesse war in erster Linie das motorische Verhalten der verschiedenen stabilisierten Benzine, die aus einer Reihe junger und alter Th- und Mischkontakte gewonnen wurden. Außerdem lagen dauernd die Eigenschaften der zum Versand gehenden Stabilbenzine vor, bei denen entsprechend der immer mehr zunehmenden Zahl der Mischkontakte ebenfalls eine Änderung hätte beobachtet werden müssen. Es hat sich ergeben, daß z.B. der zwischen 35 und 45 % schwankende Olefingehalt der Benzine keinen Einfluß auf die Oktanzahl ausübt, die in erster Linie

durch das Siedeverhalten des Benzins festgelegt ist. Der Olefingehalt eines Benzins aus Th-Kontakten scheint unter gleichen Synthesebedingungen höher zu sein als bei Mischkontakten, der Unterschied ist aber nicht größer als man ihn auch im Gange der Gesamtsynthese beobachtet, wo er hauptsächlich durch verschiedene Temperatur und verschiedenes Alter der Kontakte verursacht sein dürfte. Auch bei Rheinpreußen hat sich das Stabilbenzin mit zunehmender Verwendung von Mischkontakten in der Olefinzahl und dem Siedeverhalten praktisch nicht geändert. Der Vergleich der Benzine von 2 Ofengruppen, die je einen Th- und einen Mischkontakt enthielten, der noch ergänzt wurde durch Bestimmung der Menge und des Olefingehaltes der C<sub>6</sub>-Fraktion, hat ergeben, daß sowohl Menge als auch Olefingehalt sich nur unwesentlich bei den verschiedenen Kontakten unterscheiden, etwas beeinflusst durch die verschiedenen Temperaturen und Gasbelastungen, größenordnungsmäßig mit den entsprechenden Werten von Stabilbenzin der Gesamtanlage übereinstimmen. Die Schwankungen der Olefingehalte betragen etwa 10 %, was nach dem vorher Gesagten ohne Einfluß auf das motorische Verhalten der Benzine ist. Abschließend kann heute gesagt werden, daß weder die Kontaktzusammensetzung noch das Kontaktalter einen bestimmenden Einfluß auf die motorischen Eigenschaften der Benzine haben.

Durch die Entwicklung des Mischkontaktes mit seinen guten physikalischen und chemischen Eigenschaften ist die Gewähr gegeben, daß die erreichten Produktionen und Ausbeuten gehalten und durch Steigerung der Gasaufarbeitung noch erhöht werden können. Die Tatsache, daß die Idealausbeuten aller Werke nunmehr zwischen 115 und 120 g/Nm<sup>3</sup> liegen, gibt uns Veranlassung, rückschauend die Unterlagen zu betrachten, die beim Bau der Anlagen von der Ruhrchemie zugrundegelegt wurden. Diese Unterlagen entstammen den Ergebnissen der Versuchsanlage Holten und des sogenannten Rauxeler Ofens, der in Gemeinschaft mit der Gewerkschaft Viktor-Rauxel betrieben wurde. Es sei nebenbei bemerkt, daß es sich bei der Ofenfüllung um einen Th-Preßkontakt mit 1400 kg Co handelte, mit dem Verhältnis Co : Kieselgur = 1 : 2 und der Kieselgur S 11.

Den Projektierungen wurde damals ein Synthesegas mit 15 % Inerten und eine damit sicher erreichbare Ausbeute von

83 g/Nm<sup>3</sup> Synthesegas, d.h. 98 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas an flüssigen Produkten bei 65 - 70 % Kontraktion und 1000 Nm<sup>3</sup>/h Ofenbelastung in einer Stufe zugrundegelegt, obwohl im Versuchsbetrieb teilweise auch wesentlich höhere Ausbeuten erhalten wurden. Dabei war eine Lebensdauer des Kontaktes von 6 Wochen eingesetzt worden. Bei diesem und einem inertreicheren Gas wurde das zweistufige Arbeiten für unbedingt erforderlich gehalten. Es wurde angenommen, daß die Synthesegasausbeute proportional dem Gehalt an Aktivgas (CO + 2H<sub>2</sub>) ist. Diese Linearbeziehung gilt nach den Erfahrungen von Rheinpreußen auch bei Inertgehalten zwischen 20 und 40 %.

Der erste Großofen in Rauxel, der die Konstruktionsgrundlage für den Bau der Syntheseöfen darstellt, hat die Ergebnisse des Holtener Versuchsbetriebs bestätigt.

Es sei bemerkt, daß während der Projektierung der Großanlagen und noch zurzeit der Inbetriebnahme der 2. Füllung des Rauxeler Ofens im September 1935 die kurz vorher gefundene Zwischenbelegung von Kontakten mit H<sub>2</sub> im Versuchsbetrieb Holtener erstmalig mit Erfolg durchgeführt und ausgearbeitet wurde, und damit die Aussicht auf eine beachtliche Steigerung der Lebensdauer der Kontakte vorhanden war. Am 18.11.1935 nach einer 1. Fahrzeit von 60 Tagen wurde die Rauxeler Füllung erstmalig hydriert. Aber erst eine 2. Hydrierung nach weiteren 14 Tagen hatte vollen Erfolg. In mehr als 4000 Betriebsstunden mit 13 Hydrierungen wurde mit einer Belastung von 960 m<sup>3</sup>/h Synthesegas bei 66 % Kontraktion und 75 % CO-Umsetzung eine Ausbeute von 100 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas erreicht. Das Synthesegas hatte 7 - 8 % Inerte. Rechnet man die Ausbeute ausschließlich der 1. Fahrzeit, so ergeben sich 104 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas bei gleicher mittlerer Kontraktion und CO-Umsetzung mit 1000 m<sup>3</sup>/h Belastung.

Wenngleich diese Laufzeit mit unseren heutigen Kontakten noch nicht erreicht ist, berechtigen die Erfahrungen mit den Mischkontakten, bei denen mit einer Lebensdauer von 4 Monaten und mehr gerechnet werden darf, zu der Hoffnung, daß dieses Ziel in Kürze erreicht wird.

Bei zweistufiger Verarbeitung des Gases mit sicherheits- halber 60 % Kontraktion in Stufe I und gleichen Belastungen in jeder Stufe ergibt sich für 1000 m<sup>3</sup>/h eine notwendige Ofenzahl von 1,4, d.h. eine Grundbelastung von 714 m<sup>3</sup>/h/Ofen.

Nimmt man in beiden Stufen gleiche CO-Aufarbeitung und Verflüssigung und diese wiederum sicherheitshalber zu 70 % d.h. einen Gesamtumsatz von ca. 90 % an, so folgt als Ausbeutezahl  $120 \text{ g/Nm}^3$  Idealgas. Die Ofenleistung ist dann nur abhängig vom Inertgehalt des Synthesegases und beträgt für 15 % Inerte 1,75 tato.

Betrachtet man heute die Monatsmittelwerte in graphischer Darstellung (Anlage), so ist festzustellen, daß sich die Ergebnisse des Rauxeler Ofens den weitgehend linearen Beziehungen zwischen CO-Umsatz, Kontraktion und Ausbeute zwanglos einfügen und die von der Ruhrchemie angegebenen Ziffern praktisch erreicht sind. ---

Zu den einzelnen Punkten dieses Berichtes wird wie folgt Stellung genommen:

1.) Physikalische Beschaffenheit der Mischkontakte.

Alberts möchte die Mischkontakte in Fraktionen von 1-2 und 2-3 mm Korngröße aufgeteilt haben, um in der Großanlage untersuchen zu können, ob die beiden Kornarten Unterschiede in ihrer Wirksamkeit aufweisen.

Jung weist darauf hin, daß Schwarzheide über die Wirksamkeit solcher Kornfraktionen Beobachtungen gemacht hat, daß aber keine eindeutigen Ergebnisse dabei erlangt wurden. Wohl kann gesagt werden, daß alle Beobachtungen eine günstige Wirkung der Kornklassierung erwarten lassen. Die Katorfabrik Schwarzheide kann ebenfalls diese Kornklassierung durchführen.

In letzter Zeit wurden in Schwarzheide bei einzelnen Öfen bei Füllung mit Feinkorn hohe Widerstände gemessen. Dies kann aber hauptsächlich auf den Staubgehalt der kohlenensäuregetränkten Kontakte zurückgeführt werden, da ölgetränkte Kontakte in der Korngröße 1-3 mm Widerstände von 50-80 mm ergeben haben, während ölgetränktes 1-2 mm-Korn einen maximalen Widerstand von 100 mm aufwies.

Die bei der Ruhrbenzin in letzter Zeit gemessenen Widerstände bei 1-2 mm Korngröße liegen zwischen 120 und 200 mm. Alberts macht darauf aufmerksam, daß er die gesamte Anlage eine gewisse Zeit mit 1-2 mm-Kontakt und späterhin ebenfalls längere Zeit mit 2-3 mm-Kontakt betreiben will und daß daher auch den anderen Lizenznehmern diese Kornfraktionen zugesandt

werden, da eine Umstellung der Kontaktfabrik nur für die Lieferungen der Ruhrbenzin vermieden werden soll. Es ist zu empfehlen, diese aus Einzelfraktionen bestehenden Ofenfüllungen auf ihr Verhalten genau zu beobachten.

Die Lizenznehmer erklären sich mit dieser Regelung einverstanden.

## 2.) Ofenentleerung.

Mischkontakte ließen sich bei der Ruhrbenzin ohne Vorbehandlung dann gut entleeren, wenn der Ofen beim Füllen sauber war. Das gleiche Verhalten wurde bei Rheinpreußen auch bei Thoriumkontakten beobachtet, wenn sie in neue Öfen eingefüllt wurden. Bei schlecht entleerten Öfen entstehen auch bei Mischkontakten Entleerungsschwierigkeiten.

Schuff glaubt, daß zur Herstellung eines physikalisch einwandfreien Thoriumkontaktes eine Sonderverformung notwendig bleibt, um eine gute Gasverteilung im Ofen und eine gute Entleerung zu erreichen, während Mischkontakt normal verformt zur Anwendung gelangen kann.

Bei sämtlichen Werken soll weiterhin der Füllungsgrad der Öfen genauestens überwacht werden, sodaß auch hierüber in einiger Zeit genügend Vergleichsmaterial vorhanden sein wird.

Schuff weist darauf hin, daß in gut entleerten Öfen wieder die normal gelieferte Kontaktmenge voll untergebracht werden kann. Als extremen Fall führt er einen Sechser-Block an, der nach guter Reinigung 6 Kübelfüllungen glatt aufnehmen konnte, während die vorhergehende Füllung nur  $4\frac{1}{2}$  Kübel ausmachte.

In Rauxel konnten solche Schwankungen im Füllungsgrad nicht festgestellt werden.

Die Nachreinigung der Öfen erfolgt bei Schwarzheide und Ruhrbenzin durch Ausblasen mit Druckluft von 7 atü, die durch Sonden in den Ofen eingeführt wird. Bei Schwarzheide konnten auf diese Weise bis zu 300 kg Kontakt noch aus dem Ofen herausgeholt werden, nachdem durch Stochern nur rd. 60 kg entfernt worden waren.

Rauxel bläst den Ofen nur in schweren Fällen mittels einer Sonde aus. Normalerweise genügt eine Luftaufgabe (600 - 700 m<sup>3</sup>/Std.) durch Düsen oben auf dem Ofen. Auch hierbei wur-

den Staubmengen von 200-300 kg aus dem Ofen entfernt. Nach dieser Behandlung ist der Ofen metallisch blank und kann sofort gefüllt werden. Für solch eine normale Entleerung und Nachbehandlung wird eine Zeit von rd. 6 Stunden benötigt.

3.) Regeneration mit Wasserstoff oder Extraktionsmitteln bei Thorium- und Mischkontakten.

Alberts weist darauf hin, daß die in den Monatsmitteln angegebenen Wasserstoffmengen bei den einzelnen Werken sehr stark schwanken, da überall noch Versuche gemacht werden. Aber selbst für den Betrieb mit Thoriumkontakten sind die Wasserstoffmengen schon stark gesenkt und für einen Betrieb mit reinem Mischkontakt ist mit einer weiteren Verminderung des Wasserstoffbedarfes um mehr als die Hälfte zu rechnen.

Grimme glaubt, daß auch die Gasqualität für die Häufigkeit der Hydrierungen maßgebend ist. Die Überwachung der Hydrierungen erfolgt bei Rheinpreußen durch einen Dichteschreiber. Die Hydrierung wird solange fortgesetzt, bis der Methangehalt auf den bisher für erforderlich gehaltenen Wert von 3 % Unterschied zwischen Ein- und Austritt des Kreislaufgases gefallen ist.

Thoriumkontakte wurden bisher bei Rheinpreußen bei Kreislaufhydrierung bis zu 36 Stunden mit Wasserstoff behandelt, um diesen Unterschied in den Methangehalten zu erreichen. Bei Mischkontakten sind hierzu 12 Stunden als ausreichend gefunden worden.

Alberts schlägt vor, diesen Fragen bei allen Werken erneut Aufmerksamkeit zu schenken und Versuche möglichst mit ganzen Ofenblöcken durchzuführen, bei denen der Einfluß der Hydrierungszeit näher untersucht wird.

Rauxel versucht seinen hohen Wasserstoffverbrauch durch lange Ausdehnung der ersten Fahrperiode zu erniedrigen. Es gelang bei einigen Mischkontakten, bei guter Aufarbeitung eine dreimonatige Laufzeit ohne Hydrierung zu erreichen.

Grimme regt an, die Wasserstoffkosten, wie sie sich nach den verschiedenen zur Anwendung gelangenden Verfahren ergeben, baldigst festzustellen, damit ein Vergleich möglich ist. Beim Schachtverfahren soll auch die Verwendung von Restgas in Betracht gezogen werden, während Schwarzheide seine Kohlen-

säureentfernung und Methanisierung hierbei nicht mit einrechnen darf. Diese Festsetzung der Kosten interessiert vor allem auch im Hinblick auf die durch destillative Extraktion erzielten Regenerationsfolge.

Wagner weist darauf hin, daß beim Vergleich der Wasserstoffregeneration mit der Regeneration durch destillative Extraktion letztere bei Thoriumkontakten schon nach 1000 Betriebsstunden um 10 Punkte überlegen ist. An Mischkontakten ist diese Art der Wiederbelebung im großen noch nicht versucht. Vorgesehen ist, eine Ofenfüllung mit Mischkontakt, die 2000 Stunden ohne Regeneration in Betrieb ist, in den nächsten Tagen zu extrahieren, um dabei auch Auskunft über die im Kontakt angesammelten Paraffinmengen zu erhalten.

Ein Ofen zweiter Stufe wurde nach 4000 Betriebsstunden extrahiert. Hierdurch konnte die Aktivität des Kontaktes wieder auf den Stand wie nach 2600 Betriebsstunden gebracht werden, doch kann über das weitere Verhalten aufgrund der kurzen Laufzeit nach der Extraktion noch nichts gesagt werden.

Kölbel hat im Labor Vergleichsversuche mit Thorium- und Mischkontakten angestellt. Obwohl die Paraffinbeladung des Mischkontaktes um 25 % niedriger ist als die des Thoriumkontaktes, sind die Auswirkungen der Extraktion auch bei Mischkontakten, vor allem nach längerer Laufzeit, besser als die einer Wasserstoffbehandlung. Druckextraktionen haben sich den normalen destillativen Extraktionen weiterhin überlegen gezeigt.

Heckmann erklärt, daß in Rauxel jetzt auch Extraktionen zu Regenerationszwecken in Angriff genommen werden und weist darauf hin, daß hier eine Extraktion die volle Aktivität des Kontaktes wiederherstellen müsse, da hier eine Schädigung durch Schwefel nur gering sein kann und durch Harzbildner sozusagen ausgeschlossen ist, da im Synthesegas von Rauxel Harzbildner nicht vorhanden sind.

Ritter fragt an, welches Medium zur Extraktion benutzt wird:

Schwarzheide benutzt ein unraffiniertes Spaltbenzin, das bei geringem Spalteffekt gewonnen wurde.

Rauxel benutzt eine ungelagte Schwerbenzin-Fraktion, die bei 180-220° übergeht und die bei der Destillation des Rohöles

gewonnen wird.

Alberts verweist auf das schlechte Lösungsvermögen der synthetischen Produkte bei hochmolekularen Paraffinen und Harzkörpern. Er glaubt, daß andere Lösungsmittel, wie Benzol, zur Anwendung gelangen könnten, da einmal die zuerst vorzunehmende Reinigung des Extraktionsmittels über ausgebrauchten Kontakt möglich und zum andern eine weitgehende Wiedergewinnung des Lösungsmittels durch Trocknen des extrahierten Kontaktes wahrscheinlich ist.

Weingärtner berichtet über eine neue Durchführungsart der Extraktion, bei der das Extraktionsmittel durch im Ofendeckel verteilte Düsen flüssig auf den Kontakt gegeben wird. Diese Art der Extraktion ist bis jetzt nur zur Paraffinentfernung vor der Entleerung des Ofens und nicht zu Wiederbelebungs-zwecken durchgeführt worden.

Alberts möchte mehrere Ergebnisse mit Mischkontakt von Rauxel abwarten, da dann erst ein klares Bild über die Wirkungsweise der destillativen Extraktion gegeben ist.

Die im Bericht Schuff angegebene erste Laufzeit ohne Hydrierung von 60 Tagen kann mit Mischkontakt als allgemein erreicht angesehen werden. Nach Alberts wird bei der Ruhrbenzin nach folgendem Programm verfahren:  
Die erste Laufzeit wird über 60 Tage bis  $193^{\circ}$  ausgedehnt. Sie soll bei  $1200 \text{ m}^3$  Stundenbelastung mehr als 60 % Kontraktion bringen. Die zweite Laufzeit beträgt 40 Tage. In ihr wird durch Verminderung der Belastung bis auf  $1000 \text{ m}^3/\text{Std.}$  ebenfalls eine Kontraktion von mehr als 60 % gehalten. Also nach 100 Tagen erfolgt die zweite Hydrierung, der eine dritte Laufzeit von 20-30 Tagen unter Absenkung der Belastung bis auf  $800 \text{ m}^3/\text{Std.}$  folgt. Die Gesamtlaufzeit beträgt also rd. 4. Monate, über welche Zeit durch Temperaturerhöhung und Belastungssenkung die Kontraktion auf mehr als 60 % gehalten wird. Daß bei regelmäßiger Durchführung eines ähnlichen Programms - vielleicht mit Extraktion anstelle der Wasserstoffbehandlung - noch längere Laufzeiten erreicht werden, ist anzunehmen.

#### 4.) Paraffingehalte ausgebrauchter Kontakte.

Nach Feststellung der Katorfabrik können Mischkontakte mit einem Paraffingehalt bis zu 15 % ohne Schwierigkeiten aufgelöst werden. Nur die Extraktion im Ofen hat bisher als vorbereitende Maßnahme zur Entleerung den Paraffingehalt der Kontakte unter 20 % gebracht. Alle anderen Methoden, wie Wasserstoffbehandlung oder Hochfahren mit Synthesegas I oder II,

hatten keinen Erfolg. Da nach Gehrke's Ansicht oxydierte Kontakte, vor allem Mischkontakte, weiterhin leicht löslich bleiben, sollen Versuche angestellt werden, durch Anoxydation mit Wasserdampf oder durch Luftzugabe die leichte Entzündbarkeit der Kontakte zu beseitigen.

#### 5.) Eigenschaften der Produkte.

Zu den bei der Untersuchung durch Rheinpreußen und Ruhrbenzin erhaltenen Ergebnissen, die kaum Unterschiede gegenüber den Reaktionsprodukten von Mischkontakt und reinem Thoriumkontakt aufweisen, ist vonseiten der anderen Lizenznehmer nichts hinzuzufügen.

#### 6.) Produktionszahlen.

Die von Schuff aufgrund der Monatsmittelwerte aufgestellten Kurventafeln (siehe Anlage I), die die Beziehungen zwischen Kohlenoxydumsatz, Kontraktion, Ausbeute und Verflüssigung wiedergeben, werden besprochen. Diese Kurven zeigen vor allem, daß die Ausbeute an flüssigen Produkten linear sowohl mit dem Kohlenoxydumsatz als auch mit der Kontraktion ansteigt und daß auch Kohlenoxydumsatz und Kontraktion ebenfalls linear bedingt sind. Die bei dieser Auswertung mit einbezogenen Zahlen des "Rauxeler Ofens" und des "Südafrika-Versuches" ordnen sich in die aus den Monatsmittelwerten der 4 Werke gewonnenen Zahlen gut ein.

Hochschwender weist darauf hin, daß augenblicklich zur Erzielung einer befriedigenden Ofenleistung der Kontakteinsatz noch sehr hoch ist. Dem wird entgegengehalten, daß verschiedene Umstände diesen hohen Kontakteinsatz bedingen können und zwar sowohl die verschiedene Gasreinheit bei den einzelnen Werken als auch die nicht immer vollständige Entleerung der Öfen bzw. der hierdurch bedingte schlechte Füllungsgrad. Ferner wird gezeigt, daß durch Einführung des Mischkontaktes schon heute eine Verlängerung der Lebensdauer erreicht wurde, die noch weiter zu erhöhen berechtigte Aussicht besteht.

Zum Schluß wird nochmals, wie schon in Schuff's Bericht geschehen, darauf hingewiesen, daß die bei der Projektierung der ersten Werke angenommene Lebensdauer heute weit überschritten ist und die sonstigen Leistungen bzw. Ausbeuten erreicht und auch überschritten sind. Insbesondere sind die Ergebnisse des

"Rauxeler Ofens" in allen Teilen erreicht bzw. überholt.

7.) Der Kontaktbedarf im Monat September 1938.

Der Kontaktbedarf der einzelnen Werke im Monat September 1938 wird wie folgt angegeben:

Rauxel . . . . .	12	
Rheinpreußen . . . . .	16	
Ruhrbenzin . . . . .	12-14	
Schwarzheide . . . . .	30	
Krupp-Benzin . . . . .	30-40	Ofenfüllungen.

Der Kontaktbedarf für den Monat Oktober 1938 soll der Ruhrchemie bis spätestens 1. Oktober schriftlich angegeben werden.

Alberts macht auf die seinerzeit beschlossene dreimonatige Versuchszeit für die Lieferung von Mischkontakt aufmerksam. Diese Frist läuft Mitte September ab. Sie soll aber verlängert werden, bis die neu aufzunehmenden Versuche mit einem Mischkontakt mit nur 2,5 % Thoriumoxyd eindeutige Ergebnisse gezeigt haben.

Folgende Werke verpflichten sich, zur Durchführung dieser Versuche die nachstehend angegebene Anzahl von Ofenfüllungen abzunehmen:

Rauxel . . . . .	2-4
Ruhrbenzin . . . . .	4
Rheinpreußen . . . . .	2

Gehrke macht nochmals darauf aufmerksam, daß bei der Rückgabe von ausgebrauchten Kontakten an die Katorfabrik keine Mischung von reinem Thorium- und Mischkontakt in einunddemselben Kübel zurückgegeben werden darf, da hierdurch die Regenerierung äußerst erschwert wird. Bei Versand der ausgebrauchten Kontakte ist der Katorfabrik durch Brieffelegramm der Inhalt des Kübels genau anzuzeigen.

Kölbel weist darauf hin, daß bei den letzten Kontakt-sendungen im Durchschnitt 6 % unreduziertes Korn festgestellt wurden. Vonseiten der Katorfabrik wird erklärt, daß ein geringer Prozentsatz unreduziertes Korn durch die Trogreduktion zwangsläufig anfällt, der aber nicht 6 % betragen kann.

Auf die Frage, um wieviel billiger der Mischkontakt gegenüber dem normalen Thoriumkontakt ist, kann bis jetzt nur gesagt werden, daß neben der Einsparung an Thoriumkosten die Regenerationskosten um rd. 20-30 % niedriger sind, obwohl die

Verluste an Magnesiumoxyd während der Verarbeitung sehr groß sind. In diesem Zusammenhang wird darauf hingewiesen, daß die Magnesiumoxydbeschaffung geregelt ist.

#### 8.) Allgemeine Fragen.

Grimme berichtet über Versuche, bei Rheinpreußen eine Nachreinigung des Synthesegases mit Aktivkohle oder Granosil durchzuführen. Beide Versuche zeigten im Labor gleich guten Erfolg. Im Betrieb wurde nur die Nachreinigung mit Aktivkohle bei 2 Öfen durchgeführt. Die Ergebnisse sind bis jetzt gleich günstig wie im Laborversuch; sie sollen aber eine nochmalige Bestätigung erhalten.

Von gleicher Seite konnte ferner gezeigt werden, daß die Feinreinigung dann bedeutend besser arbeitet, wenn durch irgendwelche Mittel die im Synthesegas von Rheinpreußen befindlichen Harzbildner entfernt sind.

Weiterhin wurde untersucht, ob der Kontakt Harzbildner zurückhält. Diese Versuche wurden mit reduziertem und unreduziertem Korn bei  $130^{\circ}$  durchgeführt, um zu vermeiden, daß am Kontakt neue Harzbildner entstehen. Die mit dem Synthesegas eingebrachten Harzbildner wurden von dem reduzierten Korn bei  $130^{\circ}$  zurückgehalten, während das unreduzierte Korn diese Stoffe durchschlagen ließ.

Offensichtlich bedingt durch den Gehalt an Harzbildnern, gelingt es Rheinpreußen auch heute noch nicht, die vollständige Aufsättigung der Feinreinigungsmasse bei normalen Temperaturen bis  $280^{\circ}$  zu erreichen. Es wurden daher die Temperaturen möglichst hoch gefahren. Ohne daß die sonst beobachteten Nebenreaktionen eintraten, wurde eine Endtemperatur von  $390^{\circ}$  erreicht. Auf diese Art und Weise gelang es, die Aufsättigung der Masse wenigstens zu erhöhen.

Heckmann weist darauf hin, daß das Synthesegas in Rauxel bei Verwendung von abgeseibtem gröberem Korn von 15 - 20 mm im ersten Feinreiniger in den ersten 3 Betriebswochen auf unter 1 g Gesamtschwefel/100 m<sup>3</sup> gereinigt wird, während der zweite Reiniger diesen Wert auf 0,3 g/100 m<sup>3</sup> erniedrigt. Nach dem dritten Reiniger liegt augenblicklich der Wert unter 0,1 g Gesamtschwefel/100 m<sup>3</sup>. Die Aufsättigung der Masse ist hierbei normal.

- 15 -

Als Termin für die nächste Erfahrungsaustauschsitzung wird Freitag, der 28. Oktober 1938 vorgeschlagen. Der Tagungs-ort ist ordnungsgemäß Rauxel.

gez. Feißt



# 213A

## Beziehungen zwischen CO-Umsatz, Kontraktion Monatsmittelwerten der B-Anlagen Schwab

Rheinpreussen ○ Schwarzheide ● (Stufe I ● / Stufe I x)  
 Raaxel ⊙ Holten ●

