

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

über die Erfahrungsaustauschsitzung in Ruhland am  
1. Oktober 1937 10<sup>25</sup> Uhr.

Anwesend die Herren:

Jung	
Klein	
Kühne	
Lenneberg	Ruhland
Müller-Lucanus	
Sauter	
Steinbrecher	
Braune	
Heckmann	Rauxel
Grimme	
Kölbel	Rheinpreussen
Strüwe	
Comblés	
Ritter	Krupp
Gehrke	
Laube	Ruhrchemie
Alberts	
Feißt	Ruhrbenzin
Schuff	

I. Grobreinigung

Rheinpreussen: Kasten I hat nach der dritten Regeneration 23 t Schwefel aufgenommen bis zum Leistungsabfall von 20 %. Nach der vierten Regeneration, die über 5 Tage ausgedehnt wurde, wurden 8 t Schwefel aufgenommen. Ein Leistungsabfall von 20% war nach 2 Tagen eingetreten. Die fünfte Regeneration, ebenfalls über 5 Tage ausgedehnt, brachte für kurze Zeit einen Wirkungsgrad von 95-96 %, doch erfolgte der Abfall auf 0 % innerhalb sehr kurzer Zeit. Bei einer Füllung von 14 Lagen waren rd. 270 t Schwefel in den Kasten eingebracht. Beim Ausfüllen wurden zwar keine Nester, jedoch eine ungleichmäßige Verteilung des Schwefels in den einzelnen Lagen festgestellt. Vor dem Entleeren wurde eine drei-tägige Regeneration durchgeführt, bei der der Sauerstoffgehalt bis auf 4 % gesteigert wurde. Fünf kleinere Überhitzungsstellen wurden bemerkt. Der Sulfatgehalt der ausgebrauchten Masse lag bei 4 %, d.h. also gleich

hoch wie der Sodagehalt.

Ruhrbenzin: Kasten II hat heute bei 16 Lagen rd. 260-270 t Schwefel aufgenommen. 180 t waren in der ersten, 60 t in der zweiten und 30 t in der dritten Fahrperiode aufgenommen worden.

## II. Feinreinigung

Ruhrbenzin: Bei System I, das in beiden Türmen nur Einsatzkübel hat, wurde der Turm a bei einer ziemlich gleichmäßigen Belastung von  $14000 \text{ m}^3/\text{Std.}$  mit 9-11 % Schwefel beladen. Turm a wurde neu gefüllt und dann in der Richtung b - a über 50 Tage mit  $21000 \text{ m}^3/\text{Std.}$  Belastung gefahren. Der Turm b wurde bis auf 8-10 % Schwefelbeladung anreichert. Augenblicklich ist das System II in Betrieb, das aus 2 Siebtürmen besteht, davon einer mit Feinreinigungsmasse auf Kaliumbasis gefüllt. Die Belastung beträgt rd.  $20000 \text{ m}^3/\text{Std.}$  Die bisherige Laufzeit hat gezeigt, daß bei niedriger Temperaturhaltung eine gute Reinigung zu erzielen ist.

Ruhland hat ebenfalls ein System mit Feinreinigungsmasse auf Kaliumbasis seit 2 Monaten in Betrieb. Der Reinigungseffekt ist sehr gut. Der organische Schwefel, der bisher bis auf 0,26-0,35 g /  $100 \text{ m}^3$  herausgenommen werden konnte, wird nach diesem Aggregat bis auf 0,15-0,17 g /  $100 \text{ m}^3$  entfernt. Ruhland will vorerst nur noch mit Feinreinigungsmasse auf Pottaschegrundlage beliefert werden. Die Porosität der Pottasche-Feinreinigungsmasse muß bei der Herstellung noch gesteigert werden, da sie um rd. 10 % niedriger liegt als die der normalen Feinreinigungsmasse.

Über den Einfluss von Sauerstoffzugabe an verschiedenen Stellen der Feinreinigung soll vor allem Ruhland bei der nächsten Sitzung nähere Angaben machen, da verschiedene Versuche hierüber laufen.

Ebenso kann noch kein abschließendes Urteil über die Durchführung der Feinreinigung mit 3 Türmen bei Zwischenschaltung eines Gaserhitzers abgegeben werden. Auch hierüber soll später berichtet werden. Laborversuche haben eindeutig gezeigt, daß bei dieser Fahrweise eine Reinigung des Ruhländer Synthesegases bis auf 0,10 - 0,15 g Schwefel /  $100 \text{ m}^3$  erzielt werden kann.

Die in Ruhland in Betrieb befindlichen Siebtürme haben verhältnismäßig gut gearbeitet. Ein an zweiter Stelle geschalteter Turm

hat stärker in seiner Wirksamkeit nachgelassen als dies an Kübel-einsatz-Türmen beobachtet wurde.

Über die Art der in der Feinreinigung zu entfernenden Schwefelverbindungen sind in Ruhland eingehend Versuche durchgeführt worden. Schwefelkohlenstoff und Kohlenstoffoxysulfid sind die Hauptschwefelarten. Thiophen konnte deutlich nachgewiesen werden, doch ist noch eine Rest-Schwefelverbindung vorhanden, deren Konstitution nicht bekannt ist. Hinter der Feinreinigung wird nicht, wie etwa vermutet wurde, nur Thiophen, sondern ein Gemisch der Schwefelverbindungen gefunden.

In Ruhland wurde in letzter Zeit ein Ansteigen der Harzteste nach der Feinreinigung festgestellt. Rheinpreussen berichtet über ähnliche Beobachtungen. Hier ist der Harztest vor der Grobreinigung am geringsten, nach der Grobreinigung am höchsten und nimmt nach der Feinreinigung etwas ab. Genauere Beobachtungen hierfür sollen sowohl in Ruhland als auch bei Rheinpreussen durchgeführt werden,

Die Schwefelreinheit des Synthesegases nach der Feinreinigung kann bei allen Lizenznehmern als genügend angesehen werden,

### III. Ofenhaus

Kontaktlieferung: Gehrke gibt bekannt, daß im Monat September 45 Ofenfüllungen von der Kontaktfabrik zur Ablieferung gelangten. Eine Erhöhung der Produktion war durch die bekannten Material- und Bauschwierigkeiten nicht möglich. Für den Monat Oktober ist mit Sicherheit mit einer Erhöhung auf 55 Ofenfüllungen zu rechnen. Diese sollen nach dem bisher gültigen Verteilungsschlüssel an die einzelnen Werke geliefert werden. Eine weitere Steigerung der Produktion ist im Monat November möglich, sodaß am Ende des Jahres eine monatliche Leistung von 90 Ofenfüllungen zu erwarten ist. Die Regenerationsanlagen sind im Bau weiter fortgeschritten, sodaß 27 von den im Monat Oktober zur Ablieferung gelangenden 55 Kübeln gefüllt mit ausgebrauchtem Kontakt zurückgenommen werden können. Die Regenerationsleistung wird in den nächsten Monaten so gesteigert werden, daß bis Ende des Jahres die Regeneration der Neuherstellung gleichkommt.

Braune gibt bekannt, daß <sup>in</sup> Rauxel kein ausgebrauchter Kontakt mehr gelagert werden kann. Rheinpreussen und Ruhland können in einem Monat auch keinen Kontakt mehr lagern. Es soll versucht werden, Fässer zu beschaffen, um für 1 - 2 Monate ausgebrauchten Kontakt unterbringen zu können. Die Stapelung dieser Fässer er-

folgt am zweckmäßigsten durch die Ruhrchemie.  
 Folgende Mengen ausgebrauchter Kontakte lagern bei den einzelnen Werken:

	Lagerung	
	<u>außerhalb der Öfen</u>	<u>in den Öfen</u>
Ruhland	- t	50 t
Rheinpreußen	25 t	- t
Rauxel	25 t	15 t
Ruhrbenzin	25 t	16 t

Kontaktqualität:

Ruhland: Die in Ruhland I neu eingefahrenen Kontakte sind in ihrer Qualität als gut zu bezeichnen und vergleichbar mit den besten bisher gelieferten Füllungen. Über die Kontakte von Ruhland II kann noch nichts gesagt werden, da sie erst seit kurzer Zeit in Betrieb sind, und der Betrieb eine exakte Auswertung nicht zulässt. Starke Schwankungen in der Aktivität sind auch hier nicht beobachtet worden. Die mit Kohlensäure getränkten Kontakte zeigen in der Aktivität keine Abweichungen gegenüber den mit Öl getränkten, doch sind die Ofenwiderstände bei einigen mit Kohlensäuregetränkten Kontakt vorgenommenen Füllungen so gross, dass die Öfen nicht angefahren werden konnten. Eine Mehrfüllung von 200 kg je Ofen ist bei den mit Kohlensäure getränkten Kontakten festgestellt.

Rauxel stellt ebenfalls fest, daß die frühere beste Aktivität erreicht wird, sodaß eine Belastung der Ofenfüllungen bis zu 1300 m<sup>3</sup>/Std. bei gutem Umsatz möglich ist. Versuche, auch in Rauxel Kohlensäuregetränkte Kontakte zu verwenden, haben bei der hier nur möglichen Füllungsart einige Schwierigkeiten gebracht. Der Kontakt erwärmte sich stark, es trat ein Aufglühen der Kontaktmasse ein. Der Aktivitätsabfall ist aber bei diesen Kontakten über die gleiche Zeitdauer nicht größer als bei den Ölgetränkten Kontakten.

Rheinpreußen: Im Allgemeinen ist die Kontaktqualität gut. Eine Ausnahme wurde festgestellt. Reduktions-Nr. 166 A sprang wohl gut an, fiel aber rasch in der Aktivität zurück.

Ruhland und Rheinpreußen berichten, daß auch bei ihnen anfänglich bei Kohlensäuregetränktem Kontakt Erwärmung beim Füllen eintrat, daß aber diese Schwierigkeiten jetzt vollständig behoben sind. Der Kontaktofen muß vor der Füllung gut mit Kohlensäure ausgeblasen sein. Abnorm hohe Widerstände der Kohlensäuregetränkten Kontakte

wurden in Rheinpreußen und Rauxel nicht festgestellt. Braune macht darauf aufmerksam, daß Rauxel solange kohlenensäuregetränkte Kontakte abnimmt wie kein Unterschied gegenüber den ölgetränkten feststellbar ist.

Alberts weist darauf hin, daß bei Bezug von ölgetränkten Kontakten das Tränköl von den Lizenznehmern zu liefern ist.

Grimme hat die Kohlenensäurebeladung des Kontaktes mit 2,7-3,0 % bestimmt. Diese Zahl stimmt gut mit der zur Tränkung verwendeten Menge überein. Es werden zur Einfüllung 120 kg Kohlenensäure aus Flaschen und 30 kg als Trockeneis verbraucht. Eine Untersuchung des "Trockeneises" auf Sauerstoffgehalt muß durchgeführt werden. Anhand eines Kurvenblattes wird von der Ruhrbenzin die gleichmäßige Aktivität von 6 mit Kohlenensäure getränkten Kontakten gezeigt. Die 6 Kontakte befinden sich in einem Sechser-Block, d.h. ihre Betriebsbedingungen sind alle gleich. Die Kontraktionskurve läßt kaum Verschiedenheit der einzelnen Kontakte erkennen. Das Entleeren von ausgebrauchtem Kontakt aus den Öfen macht in Ruhland, Rheinpreußen und Rauxel keine Schwierigkeiten. Ruhland hatte nur bei 3 extrahierten Ofenfüllungen länger damit zu tun. Ruhrbenzin hat recht unterschiedliche Erfahrungen gemacht.

4 Öfen des Blockes 9, die zuletzt in der II. Stufe liefen, ließen sich gut entleeren, während 2 Ofenfüllungen vom Block 6 große Schwierigkeiten beim Ausfüllen bereiteten. Auch kohlenensäuregetränkter Kontakt ließ sich aus 2 Feldern sehr schlecht entleeren, während die übrigen 4 Felder keine Schwierigkeiten machten.

Alberts weist auf verschiedene Erfahrungen hin, die beim Entleeren mit Öfen zweier Herstellungsfirmen gemacht wurden. Er glaubt, daß durch Verschiebung der Bleche auf den Rohren vielleicht schon vor der ersten Inbetriebnahme die Lamellenabstände sehr ungleichmäßig und daher das Ausfüllen schwierig ist. Eine Überwachung vor allem des Aufbündelns der Blechpakete wie auch des Aufziehens der Rohre ist unbedingt notwendig.

Ritter fragt an, ob Erfahrungen mit Öfen vorliegen, bei denen im unteren Ofenteil die Zahl der Bleche vermindert ist. Alberts weist darauf hin, daß hierüber schon Versuche vorliegen, daß aber eine Verwendung dieser Bauart bei Neubauten nicht gewagt werden kann.

Ruhland hat an Ofenmodellen gezeigt, daß innerhalb der einzelnen Lamellen vor allem unterhalb der Rohre sich beim Einfüllen Lücken bilden können. Da durch nachträgliches Erschüttern des Ofens die Wärmeübertragung zwischen Blech und Rohr geschädigt werden kann

muß hierbei vorsichtig vorgegangen werden.

Die Füllungs- und Entleerungsschwierigkeiten werden zum großen Teil durch die Frage der Kontaktform bedingt sein. Eine besondere Bearbeitung dieses Problems soll durchgeführt werden.

Vonseiten der Ruhrchemie wird darauf hingewiesen, daß vor allem bei den ~~kohlensäure~~uregetränkten Kontakten größere Kontaktreste nach der Füllung des Ofens im Kübel zurückbleiben. Von den einzelnen Lizenznehmern soll auf eine gute Entleerung der Kübel geachtet werden, während vonseiten der Katorfabrik mit jeder Kontaktlieferung das Gewicht des gereinigten leeren Kübels angegeben wird. Feißt regt an, bei allen Werken Messungen der Reaktionswassermenge vor der Kondensation durchzuführen, um durch Vergleich dieser Ergebnisse ein Bild über die Genauigkeit dieser Bestimmungsmethode zu erhalten. Die Durchführungsvorschriften hierzu werden von Grimme den einzelnen Werken zugehen.

Allgemeines: Auf Anregung der Ruhrchemie werden zur nächsten Erfahrungsaustauschsitzung auch die neu hinzugekommenen Lizenznehmer eingeladen.

Die nächste Erfahrungsaustauschsitzung findet am Freitag, den 5. November in Rauxel statt.

gez. Feißt