

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

über die Erfahrungsaustauschsitzung in R a u x e l  
am 2. Juli 1937 - 9.30 Uhr.

Anwesend die Herren:	Buse	Rheinpreussen
	Grimme	
	Braune	Rauxel
	Heckmann	
	Jung	
	Müller-Lucanus	Ruhland
	Wagner	
	Walther	
	Comblés	
	Ritter	Krupp
	Alberts	
	Bahr	
	Heckel	Ruhrbenzin
	Feist	
	Neweling	
	Roelen	
	Martin	
	Laube	Ruhrchemie
	Velde	

- - -

I. Grobreinigung

Rheinpreussen: Kasten I zeigt folgenden Betriebszustand:

1. Laufzeit: Nach Beladung durch 107 t Schwefel war ein Abfall von 50 % Wirkungsgrad eingetreten. Die Kreislaufregeneration erforderte 3 Wochen.
2. Laufzeit: (17.1.-21.4.37.) Nach einer Steigerung der Beladung von 107 auf 195 t Schwefel war wiederum 50 % Wirkungsgrad erreicht. Die Kreislaufregeneration erforderte wiederum 3 1/2 Wochen.
3. Laufzeit (21.4.-24.5.37.) Von Anbeginn zeigt der Kasten einen schlechten Wirkungsgrad. Nach Aufnahme von weiteren 35 t Schwefel ist wiederum ein Wirkungsgrad von 50 % erreicht.

Die nun ausgeführte dritte Regeneration muss über 5 Wochen ausgedehnt werden, da aus den früheren Betriebsperioden über 40 t Schwefel, die damals nicht regeneriert wurden, jetzt mitregeneriert werden müssen.

In der augenblicklichen 4. Laufzeit ist der Kasten I als letzter geschaltet, da Kasten II durch seine lange Laufzeit als I. Kasten (während der Regeneration des I. Kastens) regenerationsbedürftig wurde. Die Beladung beträgt 170 t Schwefel. Bei 140 t wurde ein starker Abfall des Wirkungsgrades beobachtet, doch konnte durch bessere Kühlung des Gases dieses Absinken rasch beseitigt werden. Dieser Reiniger befindet sich seit 10 Tagen in Regeneration. Über die Zwischenregeneration kann allgemein gesagt werden, dass sie bei möglichst tiefer Temperatur durchgeführt werden muss; denn nur dann ist eine hohe Sauerstoffzugabe möglich. In Rheinpreussen wird mit 0.4-0.5 % Sauerstoff bei der Regeneration begonnen und dieser Gehalt bis zum Schluss auf 2 % gesteigert.

Rauxel: Kasten I ist mit 230 t Schwefel beladen. Sein Wirkungsgrad beträgt 35-40 %. Aus den Kästen I, II und III wird ungefähr je  $\frac{1}{3}$  des vorhandenen Schwefelwasserstoffes herausgenommen. Kasten IV befindet sich in Reserve.

Ruhland: Die diskontinuierliche Regeneration ist auch hier trotz des geringen Schwefelgehaltes zu zeitraubend. Klönne garantierte einen Wirkungsgrad von 6 t Schwefel/Tag, doch wurde bisher nur eine Leistung von 3 t Schwefel/Tag erreicht. Bei der augenblicklich durchgeführten kontinuierlichen Regeneration beträgt der Sauerstoffgehalt 0.12 % vor der Grobreinigung und 0.06 % nach der Grobreinigung. Es wird darauf hingewiesen, dass solch niedrige Sauerstoffzusätze keine grosse Regenerationswirkung zeigen. Für Ruhland hat Klönne Umgangsleitungen vorgeschlagen, um immer den Kasten mit höchster Beladung als I. Kasten schalten zu können. Weiterhin wird darauf hingewiesen, dass der IV. Kasten möglichst lange in Reserve stehen soll, da eine Belastung mit gereinigtem Gas eine Verschlechterung der Wirksamkeit der Masse mit sich bringt (vielleicht durch Austrocknung).

Ruhrbenzin: Der augenblicklich als I. geschaltete Kasten II wird mit kontinuierlicher Sauerstoffzugabe gefahren. Bei 210 t Schwefelgehalt wird ein Wirkungsgrad von rd. 60 % erreicht. Alberts stellt fest, dass die von Klönne vorgesehenen Anlagen für die diskontinuierliche Regeneration mindestens um 100 % zu klein gebaut sind.

Die Druckverluste in der Grobreinigung bei voller Belastung betragen bei Rauxel 50 mm je Kasten bei 16-facher und 100 mm bei 8-facher Schaltung. Sie sind also normal. Ruhland dagegen hat bei 45000 m<sup>3</sup> Stundenbelastung und 16-facher Schaltung je Kasten einen Druckverlust von 200 mm. Ob diese hohen Werte durch Staub oder Temperatureinflüsse (Schalenbildung) hervorgerufen sind, muss untersucht werden.

## II. Feinreinigung

Ruhland: 2 Reiniger sind in Betrieb, bei denen der Sauerstoffzusatz vor b erfolgt. Da nach der Grobreinigung noch genügend Sauerstoff im Gas vorhanden ist, sind weder nach dem Turm a noch nach dem Turm b bei beiden Systemen grössere Mengen von Schwefelwasserstoff nachweisbar. Trotzdem zeigen die beiden Systeme in ihrer Arbeitsweise nach dem Turm a Unterschiede. Die Schwefelgehalte betragen:

	<u>System I</u>	<u>System II</u>
nach a	0.6-0.7	0.6-0.7 g org.S/100 m <sup>3</sup>
	0.3-0.4	1.3-1.5 g H <sub>2</sub> S /100 m <sup>3</sup>
nach b	0.3-0.4	0.3-0.4 g org.S/100 m <sup>3</sup>

Schwefelwasserstoff ist, wie schon gesagt, nur in Mengen unter 0.1 g bei beiden Systemen nachweisbar.

Um eine bessere Reinigungswirkung im zweiten Turm zu erzielen, wäre es nötig, diesen bei höherer Temperatur als den Turm I in Betrieb zu halten. Ruhland hat, um diese Fahrweise zu untersuchen, nach 2 Systemen ein drittes so eingeschaltet, dass in dessen Gaserhitzer die Gastemperatur erhöht werden kann, bevor das Gas in einen der beiden nachgeschalteten Siebtürme

eintritt. Diese Siebtürme haben eine Schichtdicke von 1300 mm. Die bisher festgestellten Widerstände sind normal. Über die Wirkungsweise dieses dritten Turmes bei höherer Temperatur kann aufgrund der kurzen Betriebsdauer noch nichts bestimmtes gesagt werden.

Die in Ruhland und bei der Ruhrbenzin erfolgten Verpuffungen werden eingehend besprochen.

Rauxel hat bisher bei den mit Sauerstoffzusatz in Betrieb befindlichen Reinigern eine durchschnittliche Beladung der Masse von rd. 10 % erreicht.

Rheinpreussen und Ruhrbenzin können über die Reinigung nichts Neues berichten.

Es wird nochmals auf die Wichtigkeit der Sauerstoffbestimmungen nach der Feinreinigung bei Zugabe von Sauerstoff vor den Reinigern hingewiesen. Rauxel, dessen Sauerstoffgehalt vor der Reinigung ziemlich hoch liegt, will Feinbestimmungen auch nach der Synthese durchführen.

Ruhrbenzin hat die Inbetriebnahme eines Feinreinigers so durchgeführt, dass von Anbeginn an das Gas dem Synthesehaus zugeleitet wurde. Wird mit rd. 3000 m<sup>3</sup>/Std. und einer Temperatur nach dem Gaserhitzer von 200-240<sup>o</sup> das neue System beschickt, so können in diesem merkliche Mengen an organischem oder anorganischem Schwefel im Gas nach der Reinigung nicht festgestellt werden.

Ruhland hat den gleichen Versuch durchgeführt. Nach den bisher vorliegenden Erfahrungen ist sogar zu empfehlen, mit grösseren Mengen (10000 m<sup>3</sup>/Std.) diese Inbetriebnahme durchzuführen, da hierbei vor allem die Gasverteilung eine günstigere sein wird.

Ruhrbenzin soll Versuche über eine diskontinuierliche Regeneration mit Sauerstoff sowohl im Labor als auch im Betrieb durchführen.

Die augenblicklich auf den einzelnen Werken nach der

Feinreinigung erreichten Schwefelgehalte sind folgende:

<u>Ruhland</u>	0.4	g Gesamtschwefel/100 m <sup>3</sup>	
<u>Rauxel</u>	0.2-0.3	g	" "
<u>Rheinpreussen</u>	0.4-0.5	g	" "
<u>Ruhrbenzin</u>	0.3-0.4	g	" "

### III. Ofenhaus

Ruhrbenzin und Ruhland haben mehrere Kontakte in ungetränktem Zustande, aber mit Kohlensäure beladen, in Betrieb. In Ruhland nehmen diese Kontakte in bezug auf Kontraktion und Aktivität eine durchaus normale Stellung ein. Bei der Ruhrbenzin ist eine Änderung der Aktivität bei dieser Art von Einfüllung nicht festgestellt worden.

Über die Fahrweise der Öfen wird allgemein nichts Neues mitgeteilt. Die Zwischenbelegung mit Wasserstoff hat nach den letzten Erfahrungen von Ruhrbenzin und Ruhland bei guten Kontakten immer Erfolg. Die erste Fahrzeit wird nach den bisherigen Erfahrungen möglichst lange ausgedehnt. Ob die dadurch entstehende hohe Paraffinbeladung den guten Erfolg der Zwischenbelegung bedingt, ist bis jetzt noch nicht einwandfrei festgestellt.

Rheinpreussen soll, sobald kein Kohlenoxyd mehr im Regenerationswasserstoff nachweisbar ist, bei möglichst hoher Temperatur (30 atü) Zwischenbelegungen durchführen, um auch im grossen zu zeigen, ob diese Betriebsart günstigere Ergebnisse zeitigt.

Ruhrbenzin berichtet über Ausfüllschwierigkeiten bei Kontakten, die entweder unter Öl eingefüllt oder in verschiedenen Betriebsperioden extrahiert wurden. Ähnliche Beobachtungen haben Rheinpreussen und Ruhland gemacht. Da aber neuerdings, vor allem auch bei Rauxel, Ausfüllschwierigkeiten bei Kontakten, die nicht mit Öl in Berührung kamen, auftraten, müssen andere Gründe hierfür vorliegen. Roelen weist auf Laborbeobachtungen hin, nach denen der Kieselgurgehalt für die Aufnahme

von Paraffin und damit auch für ein Zusammenbacken des Kornes bestimmend ist. Bei niedrigem Kieselgurgehalt wurde ein paraffinfeuchter, zusammengebackener Kontakt erhalten. Es soll von den einzelnen Betrieben aus besonders darauf geachtet werden, ob diese Ausfüllschwierigkeiten bei den in letzter Zeit gelieferten Kontakten, die ein Cobalt:Kieselgur-Verhältnis von 1:2 haben, auch auftreten. Roelen weist darauf hin, dass regenerierte Kieselgur ein erhöhtes Aufsaugevermögen für Paraffin besitzt und dass diese Ausfüllschwierigkeiten mit der Verwendung einer solchen Kieselgur ebenfalls sich beheben lassen.

Kontaktqualität: Allgemein werden die im Monat Mai und Juni gelieferten Kontakte als in der Qualität zu schwankend bezeichnet. Neben sehr guten Kontakten wurden solche mit völlig unzureichender Aktivität zum Versand gebracht. Hierzu erklärt die Ruhrchemie, dass diese Unregelmässigkeit einmal durch Versagen der Wasserstofftrocknung bei der Reduktion, das andere Mal durch Anlieferung und Verwendung einer schlechteren Kieselgur-Sorte bedingt ist. Beide Übelstände wurden sofort, nachdem sie erkannt waren, abgestellt. Braune weist energisch darauf hin, dass durch diese Belieferung mit schlechten Kontakten eine Einschränkung der Gasproduktion in Rauxel um  $\frac{1}{4}$  notwendig wurde und dass <sup>fer</sup>ferhin, um die Anlage mit normalen Durchsätzen in Betrieb halten zu können, von Rauxel im Monat Juli 20 Ofenfüllungen und in den weiteren Monaten je 12 Ofenfüllungen benötigt werden. Die Ruhrchemie erklärt, dass diese grossen Kontaktmengen in den nächsten Monaten an die einzelnen Lizenznehmer nicht zum Versand gebracht werden können, da die Leistungsfähigkeit der Kontaktfabrik nicht so rasch erhöht werden kann. Nach eingehender Aussprache wird von Wagner folgender Entschliessungsvorschlag gemacht:

Die Erfahrungsaustauschsitzung wünscht dringend, dass eine Kommission zusammentritt, die einen Kontaktverteilungsschlüssel für die nächste Zeit festsetzt,

ferner wird von der Erfahrungsaustauschsitzung angeregt, bei der Ruhrchemie eine Aufsichtsperson einzusetzen, die, falls notwendig, diktatorisch in die Betriebsführung der Kontaktfabrik eingreifen darf.

Wagner begründet diese Wünsche und Anregungen damit, dass nach seiner durch Einblick in den Betrieb gewonnenen Überzeugung eine Überlastung der zuständigen Personen eingetreten ist. Von Ruhland und Rheinpreussen wird besonders betont, dass eine Unterstützung des obengenannten Vorschlages kein Werturteil über die Betriebsführung sein soll. Diese Wünsche und Anregungen werden Herrn Prof. Dr. Martin telefonisch übermittelt.

Die Aussprache über diese Fragen wurde in Anwesenheit von Prof. Martin und Laube nachmittags um 15<sup>45</sup> fortgesetzt. Prof. Martin erklärt noch einmal die Schwierigkeiten, vor allem die Materialschwierigkeiten, die die Verzögerung des Ausbaues der Kontaktfabrik bedingen. Er weist darauf hin, dass im Monat Juli und August je 45 Ofenfüllungen zur Verteilung gelangen können und dass erst im September mit einer Steigerung der Produktion zu rechnen ist. Zur Verteilung dieser Kontaktmengen sollen die Lizenznehmer selbst Vorschläge machen, nachdem festgestellt ist, dass von keiner anderen Stelle aus etwas über die Kontaktverteilung bisher festgelegt war.

Nach längerer Diskussion wird für Monat Juli zur Kontaktverteilung folgender Vorschlag gemacht, der auf der Gaskapazität der einzelnen Werke beruht, gemacht:

Es stehen Ofenfüllungen zu:

Ruhland	18	
Rheinpr.	9	
Rauxel	9	
Ruhrbenzin	9	45 = 20%

Prof. Martin verzichtet auf 2 Ofenfüllungen der Ruhrbenzin, sodass erhalten sollen:

Ruhland	20	Ofenfüllungen
Rheinpr.	9	"
Rauxel	9	"
Ruhrbenzin	7	"

Beträgt die Produktion der Kontaktfabrik im Monat Juli mehr als 45 Ofenfüllungen, so tritt folgende Verteilung in Kraft:

die 46. und 47. Füllung erhält	Ruhrbenzin
die 48., 49. und 50.	" Ruhland
die 51.	" Rauxel.

Die einzelnen Lizenznehmer werden ersucht, zu diesem Vorschlag ihre baldige Zustimmung zu geben. Rauxel und Ruhland weisen

nochmals darauf hin, dass zur Aufrechterhaltung der vollen Produktion im Monat Juli 20 bzw. 60 Ofenfüllungen notwendig sind.

Weiterhin geht Prof. Martin auf die Einteilung der Betriebsleitung der Kontaktfabrik ein. Er weist darauf hin, dass alles getan wird, um eine gute Leistung der Anlage zu erzielen, doch muss berücksichtigt werden, dass gerade die Überwachung der Kontaktfabrik und die rasche Erkenntnis über die Kontaktaktivität der Produktion besonders schwierig bzw. zeitraubend sind. Während der Abwesenheit von Herrn Dr. Klein wird Dr. Gerke die Kontaktherstellung bis zur Formgebung und Dr. Joswig den übrigen Teil voll verantwortlich leiten. Als Vermittlungsmann ist Herr Laube und fernerhin Herr Dr. Velde anzusehen. Diese Art der Vertretung müsste volle Gewähr geben, dass irgendwelche Störungen im Betrieb möglichst rasch erkannt und beseitigt werden können. Zum Schluss weist Prof. Martin noch darauf hin, dass von amtlicher Seite aus erneut auf die Wichtigkeit einer streng vertraulichen Behandlung aller die Benzin-Synthese berührenden Fragen hingewiesen wurde. Ferner wird die Frage der raschen Rückführung der Kübel und der Stapelung von ausgebrauchtem Synthese-Kontakt bis zu der Zeit, in der die Regenerationsleistung der Kontaktfabrik normal ist, besprochen.

#### IV. Benzinveredlung

Kondensation: Ruhland berichtet über starke Korrosionen, die in kurzer Zeit bei der Kondensation II infolge von Elementbildung Cobalt/Aluminium aufgetreten sind. Holz- oder irgendwelche Kunststoffe sollen als Rohrleitungsmaterial in diesem Falle Verwendung finden.

Die Untersuchungsergebnisse der auf der letzten Erfahrungsaustauschsitzung vereinbarten Benzinproben werden ausgetauscht und besprochen.

Alberts regt an, dass die zur Neutarifizierung durch die Reichsbahn zu Grunde zu legenden Angaben über die verschiedenen Er-

zeugnisse von allen Beteiligten gleichmässig gegeben werden.

Gasol: Ruhland hat Korrosionserscheinungen am Gasol-Kompressor beobachtet, die auf das Vorhandensein von Wasser zurückzuführen sind. Alberts hält es für möglich, dass diese Erscheinungen vor allem bei liegenden Kompressoren auftreten können.

Das in Ruhland gewonnene Gasol setzt sich aus 25 % C<sub>3</sub>- und 75% C<sub>4</sub>-Kohlenwasserstoffen zusammen, wobei die Verteilung in gesättigte und ungesättigte Kohlenwasserstoffe 40 und 60 % beträgt.

Wagner berichtet über den Betrieb der Crackanlage in Rauxel. Nach 40-tägigem ununterbrochenem Betrieb wurde die Anlage untersucht und dabei nur ganz schwache Russabscheidungen (1/2 mm) festgestellt. Seit dieser kurzen Unterbrechung ist die Anlage weiter störungsfrei in Betrieb. Die Dampfphasen-Raffination arbeitet befriedigend. (Über die Lagerbeständigkeit liegen noch keine Untersuchungen vor.)

- - -

Die nächste Erfahrungsaustauschsitzung soll am Freitag, dem 30. Juli 1937 - dieses Mal an einem neutralen Ort - abgehalten werden. Der frühe Termin ist vor allem mit Rücksicht auf die notwendige neue Verteilung der Ofenfüllungen angesetzt. Näherer Termin und Tagungsort ist von der Ruhrchemie baldigst bekanntzugeben. Auf dieser Sitzung soll eingehend über Druck- und Heizwertschwankungen in der A.K.-Anlage gesprochen werden. Wagner will Näheres über die Lagerbeständigkeit des Crackbenzins bekanntgeben.

gez. FeiBt