

keit, dass infolge noch ungeklärter Abweichungen in den Reaktionsbedingungen im einen Fall vorwiegend niedermolekulare, im anderen Fall höhermolekulare Alkohole gefasst wurden, oder aber, dass während des Aufarbeitungsganges unter der Einwirkung von Temperaturen, sowie von Lösungsmitteln und anderen chemischen Stoffen teils Abbauprodukte, teils höhermolekulare Produkte entstanden sind. Für die letztere Vermutung spricht die auf Seite 13, 14 (Tafel VIII, IX, X) erwähnte Beobachtung, dass während des fraktionierten Lösens des Halbesters und seiner Verseifung zum Alkohol die C-Atomzahl der Alkoholfraktion anscheinend immer mehr zunahm. Für das starke Absinken der OH-Zahlen kann evtl. auch eine teilweise Dehydratisierung der Alkohole als Erklärung dienen.

Die bei den Versuchen zur Abtrennung der Alkohole gefundenen Substanzen erinnern in charakteristischen Merkmalen (Löslichkeit, Schmelzpunkt) an gewisse, bei der Zerlegung des Propanextraktes erhaltene Produkte (s. S. 8). Beobachtungen, die teils auf Bildung hochmolekularer Stoffe, teils auf Abbauvorgänge hindeuten, sind also für die hier beschriebenen Untersuchungen ganz allgemein charakteristisch.

Sollten die im Pottextrakt enthaltenen Alkohole wirklich so labil sein, dass sie schon während des analytischen Aufarbeitungsganges verändert werden, so wäre eine zweckentsprechende Abänderung des Abtrennungsverfahrens zu suchen. In der zur Verfügung stehenden Zeit konnte diese Frage noch nicht endgültig geklärt werden.

Versuchsteil.Alkalische Verseifung von Propanextrakt und Fällung der Bariumseifen.

500 g Propanextrakt wurden in 500 ccm heissem Benzol gelöst, mit 1000 ccm einer 5%igen methanol. K OH versetzt und 3 Std. lang am Rückflusskühler gekocht. Nach dem Abdestillieren der Lösungsmittel wurde das Verseifungsprodukt in 1200 ccm Wasser aufgenommen. Die Hauptmenge des freien Alkalis wurde mit 60 ccm einer 50 %igen Essigsäure neutralisiert. Nach Zusatz von 5 g Kristallsoda wurde die Suspension bei ca. 50°C unter gutem Rühren langsam mit einer wässrigen Lösung von 100 g krist. Bariumchlorid versetzt. Hiernach wurde noch eine wässrige Lösung von 57 g Kristallsoda hinzugefügt. Da das so entstandene Gemisch aus Bariumseife, Unverseifbarem und Bariumcarbonat sich noch nicht absetzte, so wurde es durch Zufügung von weiteren 60 g krist. Bariumchlorid und 70 g Kristallsoda soweit beschwert, dass es sich am Boden des Gefässes absetzte. Nach dem Abgiessen des Wassers und Trocknen wurde zunächst die Hauptmenge des Unverseifbaren durch einfaches Verrühren mit Petroläther und Abdekantieren abgetrennt, worauf das restliche Unverseifbare im Soxhlet extrahiert wurde. Aus der Bariumseife wurden mit verdünnter Salzsäure die Säuren freigemacht und erst mit Petroläther, dann mit Äthyläther ausgeschüttelt. Ein dunkler Niederschlag der hierbei im Wasser suspendiert blieb, wurde abfiltriert und erwies sich als alkohol-löslich.

Barytverseifung von Butanextrakt.

500 g geschmolzener Butanextrakt wurden in 1 Ltr. siedenden Äthylalkohol eingerührt und hierzu eine heisse wässrige Lösung von 125 g $\text{Ba(OH)}_2 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$ gegeben. Das Gemisch wurde 8 Stunden lang am Rückflusskühler unter Rühren gekocht. Nach dem Abkühlen wurde die Wasser-Alkoholmischung abgegossen und mit Äthyläther ausgeschüttelt (Ätherextrakt I). Das feste Verseifungsprodukt wurde getrocknet und erst mit Gasolin,

dann mit Äthyläther extrahiert. (Ätherextrakt II). Die Kennzahlen der verschiedenen Extrakte sind in Tafel II angegeben.

Die Bariumseife wurde aufgearbeitet wie im vorhergehenden Versuch beschrieben.

Die wässerig-alkoholische Lösung wurde durch Einleiten von CO_2 neutralisiert, vom Bariumcarbonat abfiltriert und zur Trockne eingedampft.

Kaltverseifung von Butanextrakt.

Eine Mischung aus 100 g Butanextrakt, 250 ccm Petroläther und 250 ccm einer 20 %igen methanol. KOH wurde bei Zimmertemperatur 3 Tage lang unter öfterem Umrühren stehen gelassen, dann mit 1 Ltr. Wasser versetzt und in bekannter Weise über die Bariumseifen verarbeitet.

Das Unverseifbare zeigte eine Säurezahl von 6,9 und eine Verseifungszahl von 9,8, während das in einem anderen Versuch durch Heißverseifung erhaltene U.V. die S.Z. 8,9 und die V.Z. 12,6 hatte.

Paraffinbestimmung.

5,0 g Propanextrakt wurden in 50 ccm heissem Aceton gelöst, die Lösung allmählich auf Zimmertemperatur abgekühlt und dann 3 Stunden lang auf 0°C gehalten. Das ausgefällte Paraffin wurde in einer auf -10°C gekühlten Nutsche abgesaugt, mit 100 ccm Aceton von -10°C gewaschen, in ein Schälchen gebracht und getrocknet. Ausbeute: 1,025 g = 20,5 %.

Isolierung der Alkoholfraktion.

100 g des von der Hauptmenge des Paraffins befreiten Unverseifbaren (S. 7) wurden mit 100 g aus Chloroform umkristallisierten Bernstein-säureanhydrid 15 Stunden lang unter Rühren auf 175° erhitzt. Das erkaltete Reaktionsprodukt wurde mit einer 10 %igen Kristallsedallösung

erst gründlich verrieben und dann mehrere Stunden lang verrührt; hierzu wurden insgesamt 2860 ccm obiger Sodalösung verwendet. Die homogene Emulsion wurde dann unter intensivem Rühren im Verlauf mehrerer Stunden tropfenweise mit 2500 ccm einer 10 %igen Lösung von krist. BaCl_2 versetzt. Das die Bariumseifen enthaltende Gemisch setzte sich gut ab. Es wurde abgesaugt, getrocknet und im Soxhlet erst mit Petroläther, dann mit Äthyläther extrahiert.

Aus der Bariumsalzmischung wurde die Estersäure durch verdünnte Salzsäure freigemacht und in Äther aufgenommen. Die nach dem Verdampfen des Äthers als halbfeste, dunkle Masse hinterbleibende Estersäure wurde zur Entfernung der noch darin enthaltenen Bernsteinsäure mehrfach mit Wasser ausgekocht und dann durch 1-stündiges Kochen mit 100 ccm einer 5%igen methanol.K OH verseift. Das Verseifungsprodukt wurde mit 400 ccm Wasser verdünnt, ausgeäthert und durch Verdampfen des Äthers die Alkoholfraktion als dunkelbraune, halbfeste Substanz gewonnen.

Fraktionierte Extraktion und Fällung des Bernsteinsäure-Halbesters.

8,17 g Halbester wurden, mit Sand vermischt, im Soxhlet mit Ligroin erschöpfend extrahiert. Hierbei wurde eine Lösung und ein in Ligroin unlöslicher Rückstand erhalten. Aus der Ligroinlösung schied sich beim Abkühlen eine feste, dunkelbraune Substanz aus, welche abgetrennt, in wenig Benzol gelöst und daraus mit der 10-fachen Menge Gasolin gefällt wurde. Es fiel ein hellbrauner Niederschlag (1). Die Ligroinlösung wurde eingedampft, der Rückstand in wenig Benzol gelöst und gleichfalls mit Gasolin gefällt; hellbrauner Niederschlag (2). Die Niederschläge (1) und (2), zusammen 1,47 g, sowie die zugehörigen Gasolinlösungen wurden miteinander vereinigt.

Der in Ligroin unlösliche Rückstand wurde gleichfalls in Benzol gelöst und mit Gasolin gefällt. Schwarzer Niederschlag (3) 2,39 g. Die Gasolinlösung wurde mit den beiden obigen Gasolinlösungen vereint und zur Trockne eingedampft; brauner, halbfester Rückstand (3,75 g).

Den Trennungsgang veranschaulicht das Schema auf Tafel XI.

Zusammenfassung.

Der Durch Behandlung von Braunkohlen-Pottextrakt mit niederen Kohlenwasserstoffen (Propan) erhaltene, praktisch asphaltfreie Extrakt wurde über die Bariumseifen in einige Hauptfraktionen (Säuren, Unverseifbares, Paraffin usw.) zerlegt.

Es wurde versucht, die so erhaltenen Hauptfraktionen an Hand von Kennzahlen zu charakterisieren.

Hierbei wurde die Abhängigkeit der Jodzahlen von Einwirkungsdauer und Konzentration untersucht.

Des Weiteren wurden Paraffinbestimmungen in verschiedenen Extrakten mit verschiedenen Lösungsmitteln vorgenommen.

Bei obigen Fraktionierungen wurden u.a. Substanzen erfasst, die einerseits auf Bildung hochmolekularer Körper, andererseits auf Abbauvorgänge hindeuten.

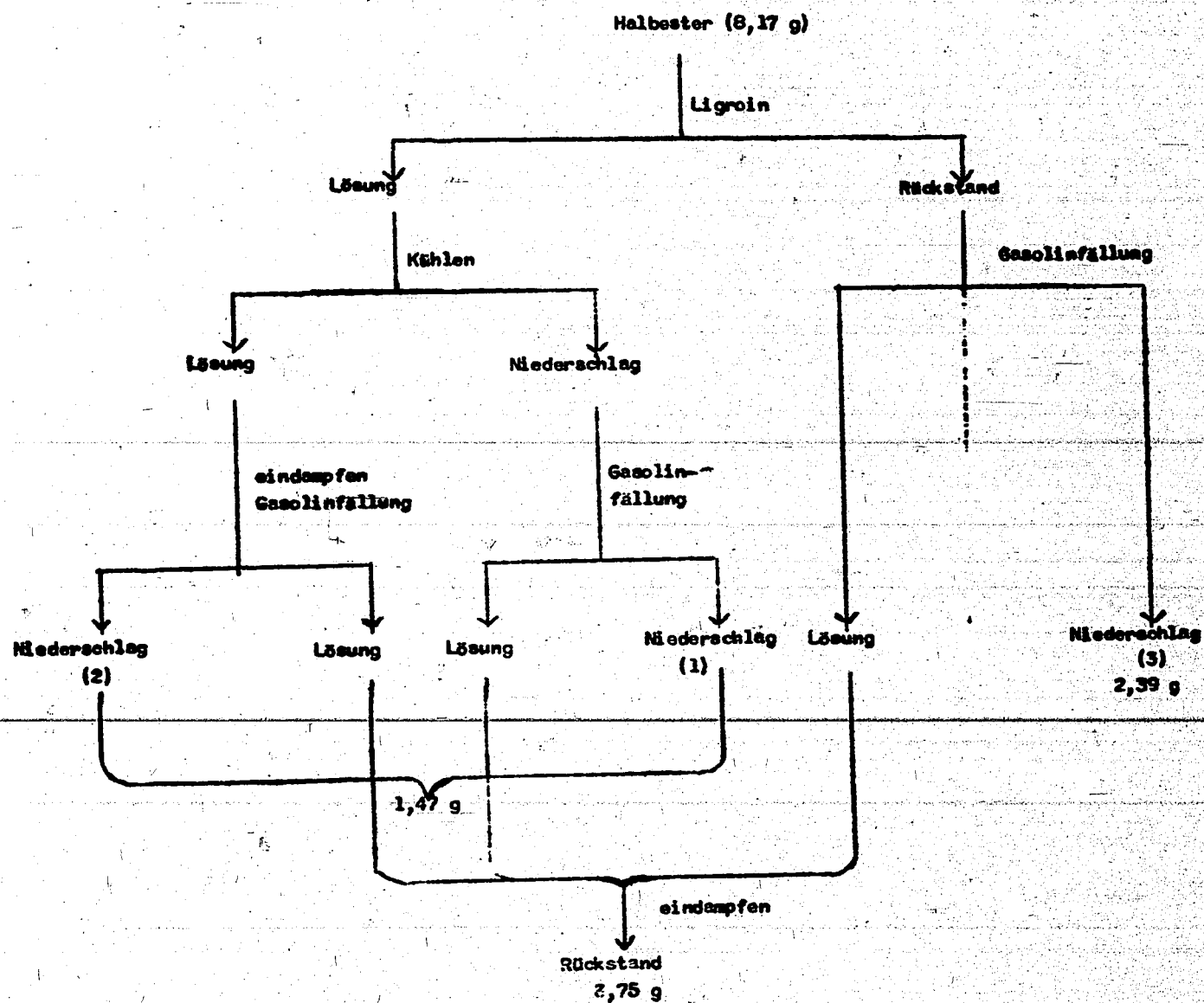
Aus Propanextrakt wurden alkoholische Bestandteile über die Bariumsalze ihrer Bernsteinsäure-Halbesten abgetrennt.

Aus den Kennzahlen, Schmelzpunkten und Löslichkeitsverhältnissen ist zu schließen, dass die alkoholischen Substanzen vorwiegend hochmolekulare Körper sind.

Die Frage nach der Entstehung dieser und ähnlicher hochmolekularer Körper in Pottextrakten wird diskutiert.

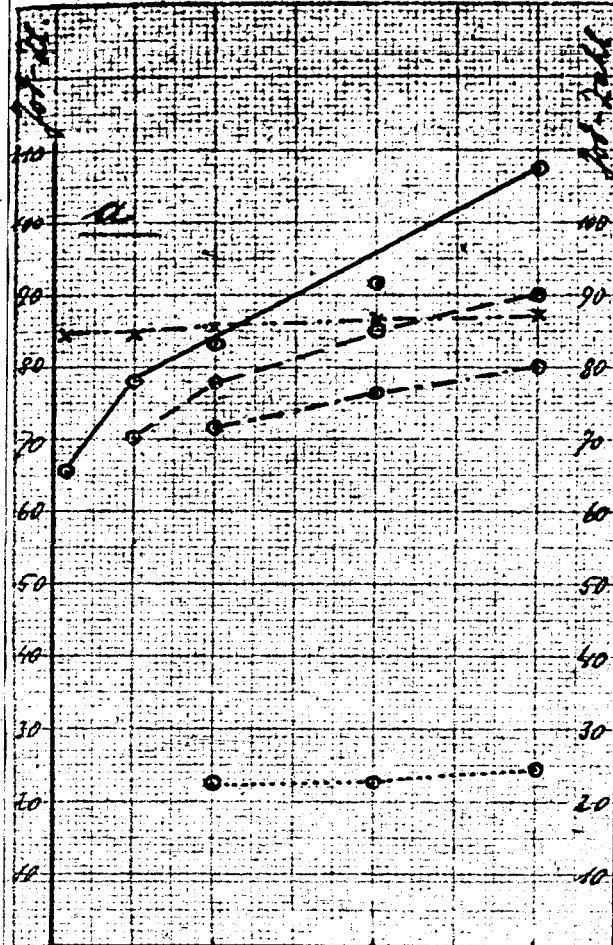
Die hier beschriebenen Untersuchungen wurden von April bis November 1937 in der Gruppe Dr. Stein ausgeführt.

Stade

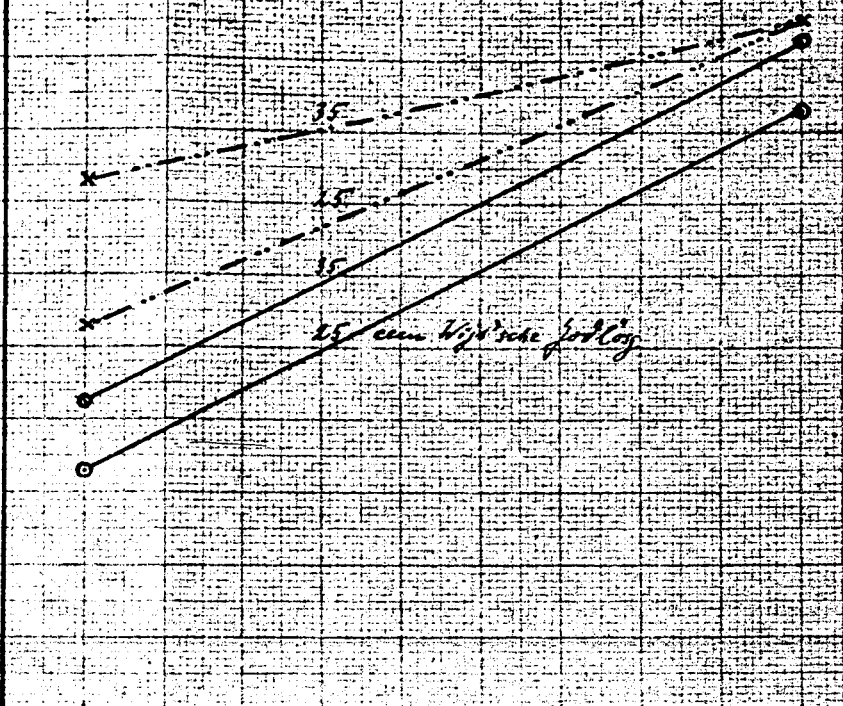


Tafel XI

Fractionierte Extraktion und Fällung des Bernsteinsäure - Malbesterse



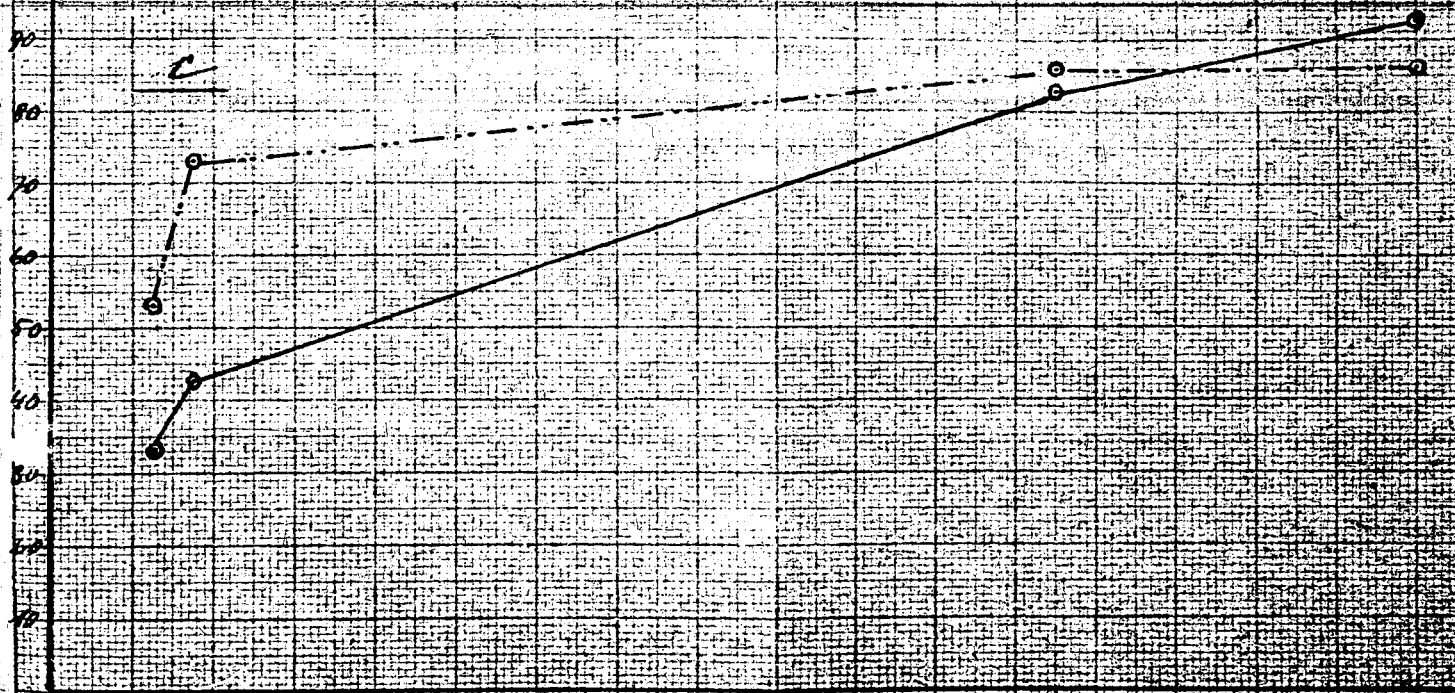
b



Stunden Einwirkungs-dauer
Färbkraft bei 0, 1, 2, 3 Einwirkungs-
stunden dem Wip'schen Verfahren u. Versuchs-
dauer Einwirkungs-dauer

Einwirkungs-
Färbkraft bei verschiedenen Einwirkungs-dauern
verschieden langer Färbkraft u. gleicher Einwirkungs-dauer

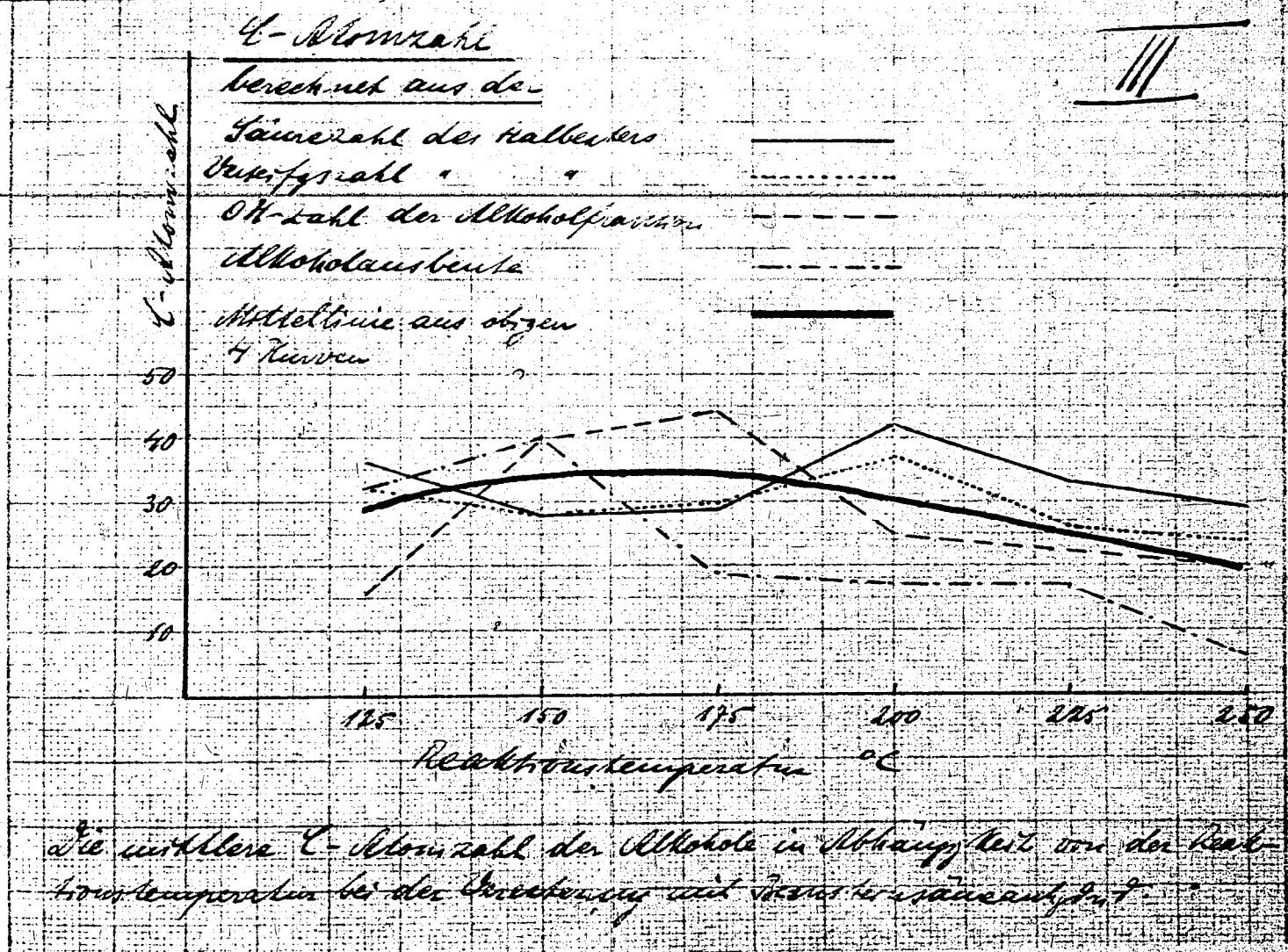
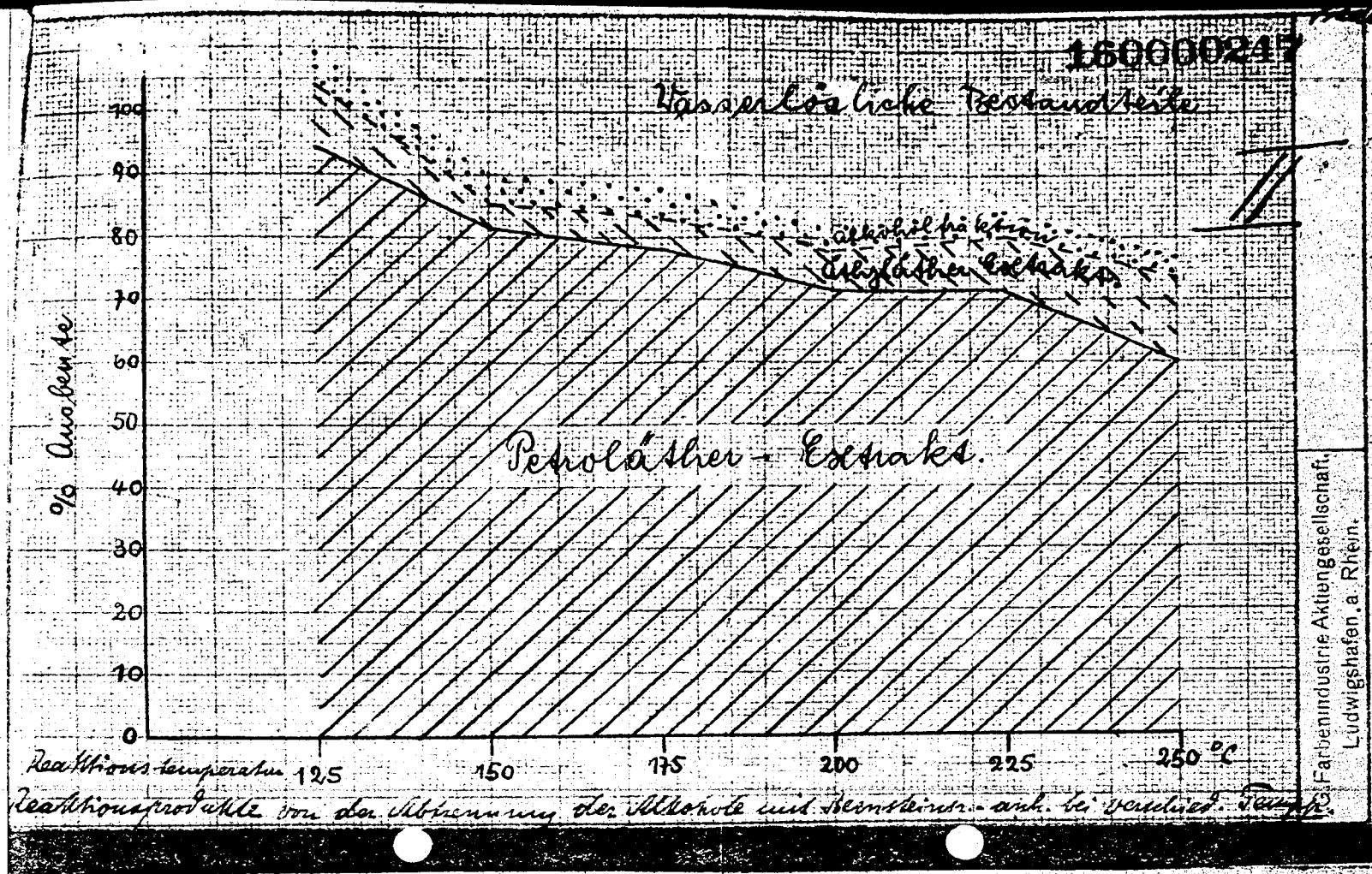
Propandol, U.-O., Paraffin, Säuren, Alkohole



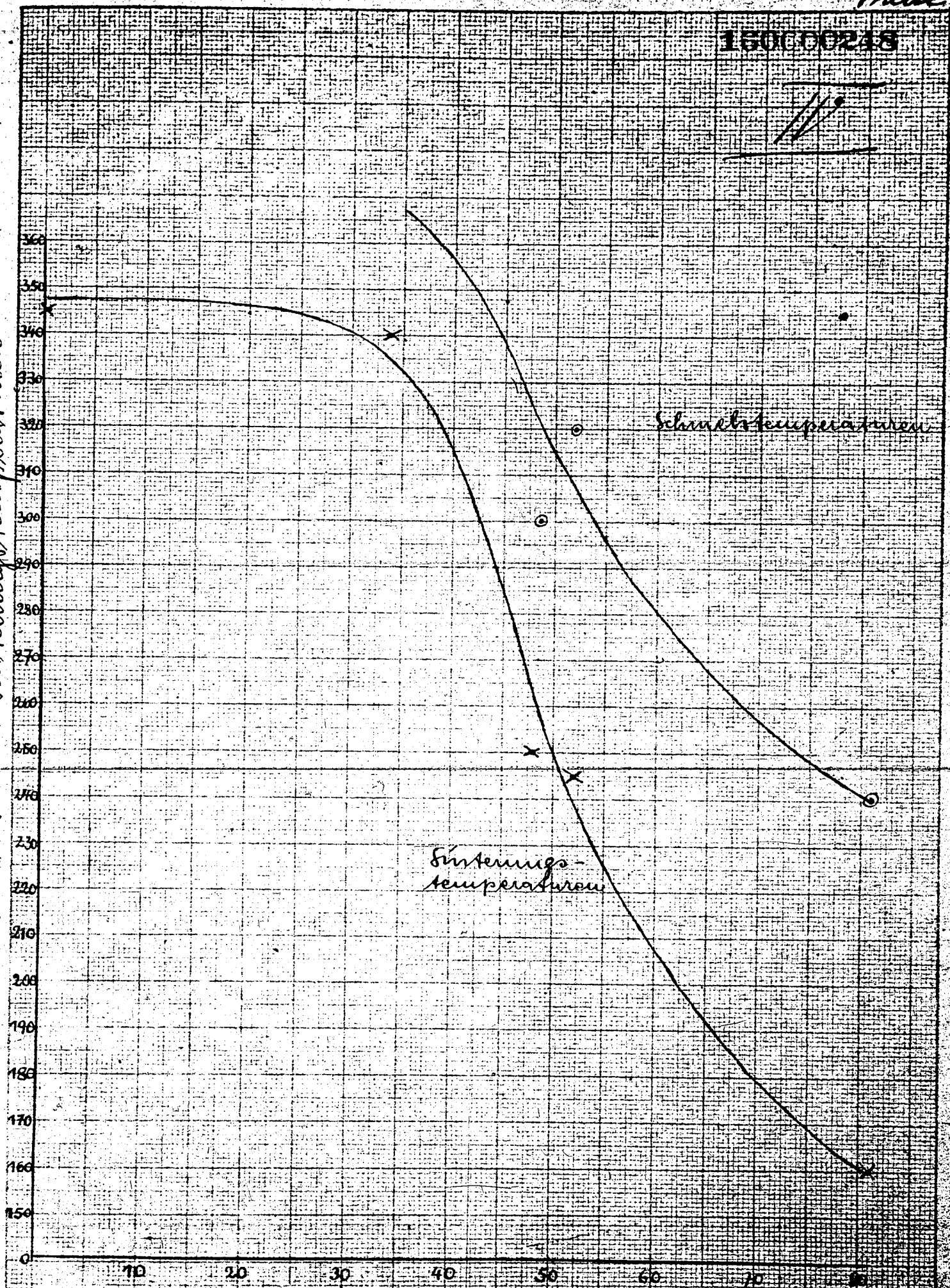
Färbkraft bei 0, 1, 2, 3 Einwirkungs-
stunden dem Wip'schen Verfahren u. Versuchs-
dauer Einwirkungs-dauer

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhem

Abhängigkeit der Färbkraft von Einwirkungs-dauer, Einwirkungs-
dauer, Einwirkungs-dauer



Schmelz- und Sinterungstemperaturen



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
Ludwigshafen a. Rhein.

OH-Zahlen
Zusammenhang zwischen OH-Zahlen und den Schmelz-
bzw. Sinterungstemperaturen bei Alkoholfractionen.

Bag 3041

170000249

Target No 30/4.02

17

Leina

(J. G. Farben)

578

Frühmelt.

Braunkohle-Extraktions-Großversuch.

170000251

Es besteht Veranlassung, auf die **Rundschreiben der Werksleitung** vom 21. 5. 31 u. 13. 7. 31 betr. Spionageabwehr hinzuweisen und insbesondere darauf aufmerksam zu machen, daß

Berichte

1. nur gegen **persönliche Empfangsbescheinigung** ausgeliehen werden,
2. vom Entleiher ohne Wissen der HBS **nicht weitergegeben** werden dürfen mit Ausnahme der Berichte, welche an Betriebe zum Verbleib abgegeben wurden,
3. **streng vertraulichen Charakter** haben und daher **stets unter Verschuß** aufzubewahren sind,
4. nur im **verschlossenen Umschlag** befördert werden dürfen und
5. **nur durch die HBS vervielfältigt** werden, soweit es sich nicht um betriebs-eigene Berichte handelt.
Vervielfältigungen sind auf das unumgänglich notwendige Maß zu beschränken.

Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro Tel. 9461.

3287-3M-386

Nº 13.

1700000252

3041-30(4.02-17

hm

Braunkohle-Extraktions-

Großversuch.

Dr. Friehmelt.

Die Versuche wurden zusammen mit Herrn Dr. Bemann gemacht.

Me 870, den 15. März 1938.

Braunkohle - Extraktions - Großversuch.

	Seite
A. Einleitung.	
I. Das Pott-Broche-Verfahren.	1
II. Der Versuchsbetrieb der Gewerkschaft Mathias Stinnes (Die Apparatur-Steinkohleversuch- Braunkohleversuch)	2
B. Der Versuchsbetrieb in Leuna.	
I. Der Zweck der Anlage.	3
II. Allgemeines über die Anlage.	3
III. Kohlebreiherstellung.	3
IV. Hochdruckapparatur. (Der Röhrenofen-Produktentspannung)	3
V. Filtrationsanlage.	4
VI. Aufbereitung des Rohaufschlusses.	4
C. Die Versuche in Leuna.	
I. Allgemeines.	4
II. Erfahrungen mit dem Röhrenofen. (Produktgeschwindigkeit im Ofen- Ofenwiderstand-Ursachen der Be- triebsstörungen-Verwendbarkeit des Röhrenofens im Versuch und Betrieb)	5
III. Erfahrungen bei der übrigen Hoch- druckapparatur. (Einspritzpumpen-Ausschleusung)	9
IV. Filtration.	10
D. Kurzer Überblick über die Versuchsergebnisse.	11
E. Zusammenfassung.	12

A. E i n l e i t u n g .I. Das Pott-Broche-Verfahren.

Die Extraktion von Kohlen mit Lösungsmittel wird schon seit langen Jahren bearbeitet und mehrere Firmen besitzen Patente auf diesem Gebiete. Zu einer erfolgreichen industriellen Verwertung kam es aber nicht. Von der Gewerkschaft Mathias Stinnes wurde die Extraktion von Steinkohle energisch weiter bearbeitet und zur technischen Durchführung gebracht.

Das Verfahren der Gewerkschaft Stinnes, welches unter dem Namen Pott-Broche-Verfahren bekannt ist, arbeitet mit einem Gemisch von Tetralin und Kresol als Lösungsmittel. Die trockne, feingemahlene Kohle wird zu einem 40-50%-igen Brei angemischt und bei 100 Atm und einer Temperatur von 390-420° extrahiert. Die organischen Bestandteile der Kohle lösen sich dabei teilweise unter Wasserstoffaufnahme in dem Lösungsmittel. Der Wasserstoff stammt aus dem Tetralin, welches zu Naphtalin dehydriert wird. Von ausschlaggebender Bedeutung für das ganze Verfahren ist es, dass die Restkohle in einer Form anfällt, die gestattet, sie durch Filtration leicht abzutrennen. Der filtrierte Rohaufschluss wird durch Abtoppen in Lösungsmittel und Kohleextrakt getrennt. Das Lösungsmittel geht nach dem Ersatz des zu Naphtalin dehydrierten Tetralins durch Frischtetralin in den Extraktionsprozeß zurück. Das Naphtalin wird in bekannter Weise wieder aufhydriert.

Das Verfahren, das zunächst für Steinkohle ausgearbeitet war, lässt sich ohne nennenswerte Änderung der Reaktionsbedingun-

gen auch für Braunkohle anwenden. Entsprechend dem höheren Reaktionsvermögen der Braunkohle steigt der Abbau von 65 % auf 80 - 90 % . Der Tetralinverbrauch ist bei Braunkohle infolge ihres hohen Sauerstoffgehaltes wesentlich größer.

II. Der Versuchsbetrieb der Gewerkschaft Mathias Stinnes.

Nachdem das Verfahren durch Versuche in 1-5 l Autoklassen soweit ausgearbeitet war, daß es technisch durchführbar schien, erbaute die Gewerkschaft Mathias Stinnes auf ihrer Schachtanlage I/II/V in Karnap eine Anlage zur Durchführung eines kontinuierlichen Versuches.

Hochdruckapparatur. Die Anlage gliederte sich in Kohlebreiherstellung, Hochdruckapparatur, Filtration, Lösungsmitteldestillation und Naphtalinabtrennung. Im Hochdruck wurde mit 2-3 hintereinander geschalteten Öfen von je 150 l Reaktionsraum gefahren. Diese Öfen wurden zur Verhinderung von Absetzungen mit komplizierten Rührern ausgerüstet. Die Aufheizung des Produkts und die Außenbeheizung der Öfen erfolgte durch überhitzten Wasserdampf von 120 Atm und 350°.

Filtration. Die Filtration wurde zunächst über Filterstein-Nutschen ausgeführt. Unter Mitwirkung von Ingenieur Jung und den Atlaswerken wurden dann in Karnap Korzenfilter erprobt.

Steinkohleversuch. Der Zweck der Anlage war zunächst technische Erfahrungen über die Extraktion und Filtration zu sammeln. Der gewonnene Steinkohleextrakt wurde für Versuche zur Herstellung von Elektrodenkoks und später für Hydrierungsversuche in Leuna benutzt. Der Betrieb verlief sowohl hinsichtlich der Extraktion wie der Filtration sehr zufriedenstellend.

Braunkohleversuch. Nachdem zwischen der J.G. und der Gewerkschaft Mathias Stinnes ein Erfahrungsaustausch vereinbart war, wurde im Jahre 1936 in der Versuchsanlage ein Dauerversuch zur Extraktion von Braunkohle gefahren. Die benutzte Kohle war eine Oberröblinger-Schweinkohle (Riebeck). Die Betriebsbedingungen waren nahezu die gleichen, wie bei der Steinkohleextraktion. Die Belastung betrug 0,4 auf Trockenkohle bezogen. Die Versuchsergebnisse werden unten im Zusammenhang mit den Leunaer Ergebnissen kurz erwähnt werden. Die Betriebssicherheit wurde für die Braunkohleextraktion genau so günstig beurteilt wie bei der Steinkohle. Im Laufe des etwa sechswöchigen Versuches verstopfte sich die Hochdruckapparatur zweimal. Diese Störungen wurden zunächst als zufällig bedingt (Pumpenstörungen) angesehen. Nach

den in Leuna gemachten Erfahrungen kann aber gesagt werden, daß diese Störungen die gleichen Ursachen hatten wie die Schwierigkeiten, die in Leuna später in viel größerem Maße auftraten.

B. Versuchsanlage Leuna.

I. Zweck der Anlage.

Bei der Braunkohle-Extraktion stand noch die Beantwortung einer Reihe von Fragen aus, so die nach der Wirtschaftlichkeit des Verfahrens im Vergleich zur Hochdruckhydrierung, nach der Verwendbarkeit der Extrakte zur Herstellung von Schmierölen, nach der Brauchbarkeit des Verfahrens für salzreiche Kohlen, bei denen die Druckhydrierung Schwierigkeiten macht u.s.w. Nach dem günstigen Ausfall des Braunkohle-Versuchs in Karnap schien es gegeben, die Versuche ungefähr im gleichen Maßstab in Leuna anzugreifen.

II. Allgemeines über die Anlage.

Dezember 1956 wurde in Leuna mit dem Bau einer Extraktionsanlage begonnen. Die Anlage sollte einen Reaktionsraum von 200 l haben und etwa eine Tonne Extrakt am Tage herstellen. Im wesentlichen wurde die gleiche Anordnung wie in Karnap getroffen. Die wichtigste Abweichung von der Stinnes Apparatur besteht in der Verwendung des Röhrenofens anstelle der Rühreröfen.

III. Kohlebreiherstellung.

Um bei dem Versuch vollkommen unabhängig in der Wahl der Kohle zu sein, wurde eine eigene Kohletrocknung eingerichtet. Es konnte dazu ein vorhandener Trockenofen in Me 882 mitbenutzt werden. Zum Zerkleinern der Rohkohle war vor dem Trockner ein Walzenbrecher und ein Desintegrator geschaltet. Die Anmischung des Kohlebreis erfolgte in einer Kugelmühle.

IV. Hochdruckapparatur.

Die beiden elektrisch angetriebenen Einspritzpumpen wurden im Anschluß an vorhandene Silos in Me 803 aufgestellt. Die Regulierung der Einspritzung erfolgt durch Flender-Variatoren. Ein Regulieren der Einspritzung durch Rückentspannung über Patronenventile ist nicht möglich.

Der Röhrenofen. Der Ofen wurde im Gegensatz zu der Essener Apparatur nicht als Rühröfen sondern als Röhrenofen gebaut. Die Produktgeschwindigkeit in einem solchen Ofen muß hoch sein, damit erstens der Kohlebrei nicht absetzen kann, da ja bei der Extrak-

tion die Aufwirbelung durch den Wasserstoff fehlt, und damit zweitens die abwärts durchströmten Rohre nicht produktlos laufen und sich allein mit den Reaktionsgasen vollstellen. Um einerseits das gegebene Reaktionsvolumen und andererseits die erforderliche Produktgeschwindigkeit zu bekommen, mußte der Durchmesser des Röhrenofens klein und seine Länge sehr groß gewählt werden. Der Ofen wurde aus 14/23 (Regenerator-) Rohren gebaut. Je 6 bzw. 14 Rohre waren zu einem Bündel verschweißt. Sechs (später fünf) solcher Bündel waren aneinander geflanscht. Die Gesamtlänge des Ofens betrug 1400 m (1200 m). Die einzelnen Bündel sind in den Zügen eines 22 m hohen Gasvorheizers aufgehängt.

Produktentspannung. Das Entspannen des Produkts erfolgte in Karnap durch Uhde'sche Entspannungsmaschinen. In Leuna wird das Produkt mittels zweier abwechselnd gefahrener Flaschen ausgeschleust.

V. Filtrationsanlage.

Die Filtrationsanlage wurde zunächst auf dem Siloboden von Me 805 aufgebaut. Außer den beiden Jungfiltern gehören dazu Rührgefäße zum Abkochen des Wassers aus dem Rohaufschluß, Vorratsgefäße und eine Reihe von Pumpen. Die beiden Kerzenfilter haben je 1 m² Filterfläche. Sie erhielten im Lauf der Versuche anstelle der Klappdeckel Schieberabschluß. Die ganze Filtrationsanlage wurde später aus Sicherheitsgründen nach Me 882 verlegt.

VI. Aufbereitung des Rohaufschlusses.

Für das Abdestillieren des Lösungsmittels aus dem filtrierten Rohaufschluß wurden in Me 882 zwei Destillationsblasen mit Rührern aufgestellt. Die Blasen wurden an eine vorhandene Vakuumpumpe angeschlossen. Das Lösungsmittel wird in einer Hausboldzentrifuge von dem auskristallisierten Naphtalin befreit.

C. Die Versuche in Leuna.

I. Allgemeines.

Die Montage der Anlage war Ende April 1937 beendet. Die Versuche wurden mit Kohle aus der Grube Elise II aufgenommen. Zunächst waren es Schwierigkeiten an den Filtern, die den Betrieb immer wieder unterbrachen. Dann kamen die Störungen am Ofen dazu. Der Ofen verstopfte sich fünfmal hintereinander. Jede Verstopfung bedingte einen wochenlangen Ausfall, da die Reini-

gung der Schlange außerordentlich zeitraubend ist. Eine dreimonatelange Zwangspause trat ein durch die Verlegung der Filteranlage von Me 805 nach Me 882 im Anschluß an einen Betriebsunfall in Karnap. An dem Versuch wurden eine ganze Reihe von technischen Erfahrungen gemacht, auf die im folgenden eingegangen werden soll.

II. Erfahrungen mit dem Röhrenofen.

Der Röhrenofen stand von Anfang an im Mittelpunkt des Interesses, war er doch gewissermaßen ein Modell für den in Welheim zu erbauenden Extraktionsofen.

Produktgeschwindigkeit im Ofen. Die Ausmaße unseres Ofens ergaben sich, wie am Anfang erwähnt ist, dadurch, daß eine gewisse Produktgeschwindigkeit nicht unterschritten werden sollte. Durch Modellversuche, die Herr Dr. Mehner machte, wurde festgestellt, daß unterhalb einer Geschwindigkeit von etwa 0,25 m/Sek die abwärts durchströmten Rohre leer laufen. Während des Versuches wurden etwa 0,25 - 0,55 m/Sek. Geschwindigkeit gehalten.

Ofenwiderstand. Die Befürchtung, daß der lange, dünne Ofen einen hohen Widerstand habe, traf nicht zu. Mit reinem Lösungsmittel betrug der Widerstand nur 1 - 3 Atm (200 l Einspritzung). Beim Übergang auf Kohlebrei erhöhte sich die Druckdifferenz auf etwa 6 Atm.

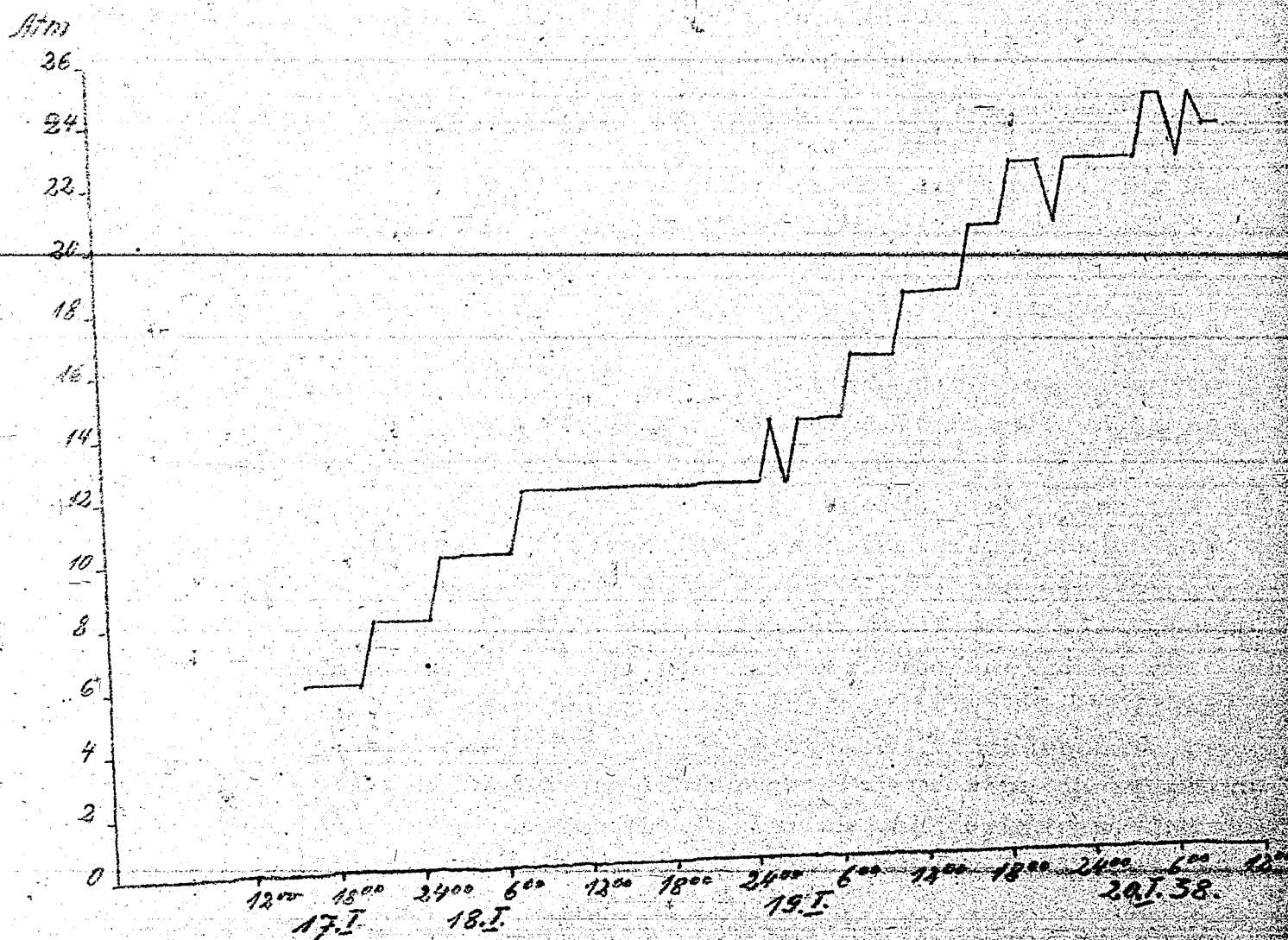
Betriebsstörungen am Ofen. Der Ofen ist die empfindlichste Stelle der ganzen Apparatur. Vier Umstände sind es, die für den Schlangenofen gefährlich sind: Störungen an der Einspritzpumpe, lokale Überhitzung, Salzabscheidung und Sandgehalt des Kohlebreis.

1. Durch Ausfall der Einspritzpumpe. Wenn die Einspritzpumpe nicht mehr fördert, hört sofort die Strömung im Ofen auf. Beim Karnaper Ofen bleibt die durch den Rührer hervorgerufene Bewegung. Wenn die Störung nicht in kürzester Frist beseitigt werden kann, kommt es zu lokalen Überhitzungen und der Ofen verstopft sich. Es wurde deshalb außer der Reservepumpe neben den Ofen eine Pufferflasche gestellt, von der aus Öl durch Gasdruck in den Ofen gefahren werden kann. Die meisten Störungen, die wir in Leuna hatten, sind auf Störungen an der Einspritzpumpe zurückzuführen.

2. Überhitzung. Eine Überhitzung des Produkts im Ofen ist so gefährlich, weil die kritische Temperatur des Lösungsmittels nur wenig über der Reaktionstemperatur liegt. Deshalb

besteht nicht nur bei Störungen die Gefahr, daß der Ofen sich verstopft, sondern auch im normalen Betrieb darf eine gewisse Temperatur, die für Braunkohle bei etwa 430° zu liegen scheint, nicht überschritten werden. Auf diesen Punkt sind vielleicht auch die beiden Verkokungen in Karnap zurückzuführen, da an den beiden Tagen versucht wurde, die Reaktionstemperatur zu erhöhen, die Pumpenstörungen, auf die die Störungen zunächst zurückgeführt wurden, waren wahrscheinlich nur sekundär. Bei dem Röhrenofen ist die Möglichkeit, daß sich einige Stellen höher aufheizen, viel eher als bei einem Rührerofen mit seinem größeren Querschnitt gegeben.

3. Salzabscheidung. Der Widerstand des Ofens stieg jedesmal nach ganz kurzen Betriebszeiten an. Die Kurve für den Verlauf der Druckdifferenz bei einem Extraktionsversuch ist beigegeben. Dieser Anstieg beruhte auf zwei Ursachen: Ausscheidung von Salzen an den Rohrwänden und Ablagerung von Sand.



Die Salzabscheidungen begannen nach den ersten 100 m Rohrlänge und erreichten ihre größte Stärke zwischen 120 und 250 m vom Ofeneingang ab gerechnet. Danach wurden die Beläge wieder dünner und auf den letzten 200 - 400 m war das Rohr frei von Salzkrusten. Die Abscheidung beginnt also dort, wo der Kohlebrei auf Reaktionstemperatur kommt. Aufwärts und abwärts durchströmte Rohre zeigen keine Unterschiede. Nach der Analyse liegen zwei erlei Arten von Abscheidungen vor. In den ersten 200 m des Ofens bestehen die Ablagerungen aus fast reinem CaCO_3 , bei den Krusten im übrigen Teil ist dem CaCO_3 mehr oder weniger Fe_2O_3 , MgO und Sand beigemengt. Die Analysen sind in einer Tabelle (im Anhang) zusammengestellt. Die Proben enthielten noch verbrennliche Anteile, weil sie an einem Schlangenoferen genommen waren, der sich infolge einer Pumpenstörung verstopfte und dadurch verkokte.

Beim Ausbau eines verstopften Ofens konnte ein interessanter Fund gemacht werden. Das Rohr war mit einer 1-1,5 mm starken Salzkruste ausgekleidet. An einer Schweißstelle, an der die Verkrustung, wie das öfteren beobachtet wurde, etwas stärker war (die Rauigkeit begünstigt das Ansetzen der Salzkristalle), hatte sich ein bohngroßes Stück CaCO_3 , welches wahrscheinlich ein Stück abgesprengter Kruste darstellte, eingeklemmt. Das Stück stand quer zum Strom und war vielleicht überhaupt die Ursache des Aussetzens der Einspritzung und damit die Ursache der Verkokung.

Bei dem Großversuch in Karnap sind trotz der langen Dauer des Versuches Salzkrusten nicht bemerkt worden. Selbst wenn man hier geltend macht, daß in Karnap eine andere Kohle gefahren wurde, so ist doch klar, daß die Salzabscheidungen nur in engen Rohren verhängnisvoll werden können.

Eine interessante Parallele ergibt sich, wenn man die Analyse der Salzabscheidungen bei dem Extraktionsversuch mit denen der Ablagerungen vergleicht, welche 1928 in den Vorheizschlangen der Kohlekammern auftraten. (s. Seite 14). Als Ursache wurde damals angenommen, daß die Kalkhuminate der Kohle sich bereits in einer Temperaturzone zersetzten, in der noch flüssiges Wasser zugegen war und daß die gebildeten Kalziumkarbonate bzw. -bikarbonate sich an der Wand niederschlugen, wenn das Wasser verdampfte. Mit dieser Theorie ließ sich auch erklären, daß die Salzabscheidungen nicht mehr auftraten, als der Kohlebrei mit

Wasserstoff zusammen durch die Aufheizschlangen gefahren wurde. Dadurch wurde die Zone der Wasserverdampfung vor verlegt.

Es ergab sich aus dieser Parallele die Folgerung, auch bei der Extraktion zu versuchen, durch Zusatz eines Gases der Salzabscheidung Herr zu werden. In Ludwigshafen war ein entsprechender Versuch in einem Rührerofen ~~aus einem anderen Grunde~~ es sollte durch Wasserstoffzusatz der Tetralinverbrauch herabgesetzt werden - bereits gemacht worden. Nach Angabe von Herrn Dr. Krönig trat bereits bei Zusatz von 50 l H_2 /kg TBK Austrocknung des Ofens ein. Trotzdem wurde der Versuch wiederholt, aber auch bei uns verstopfte sich der Ofen eine Stunde nach Beginn des Wasserstoffzusatzes.

4. Sandgehalt des Kohlebreis. Der Sand der Kohle ist dem Röhrenofen in zweierlei Art gefährlich. Der Sand hat an Stellen, an denen höhere Geschwindigkeit herrscht, vielleicht durch die Gegenwart des aggressiven Kresols, erhebliche Schleifwirkung. Solche erhöhte Geschwindigkeit tritt nun bei dem Röhrenofen an den Stellen auf, an denen der Kohlebrei umgelenkt wird. Ende Dezember 1937 wurde eine Thermohülse, die in einem T-stück steckte, durchgeschliffen. Der Ofen entspannte sich durch das Loch und es ist nur glücklichen Umständen zu verdanken, daß der Ölnebel sich nicht entzündete.

Weiterhin ist der Sand für den Druckanstieg des Ofens verantwortlich, vielleicht sogar in höherem Maße als die Salzabscheidung; denn im letzten Versuch wurde trotz hoher Druckdifferenz im Ofen nur eine geringe Salzkruste gefunden. Der Sand sammelt sich in den unteren Rohrschleifen und verengt dort den Durchgang. Wenn eine größere Menge Sand aus einem Bogen in den nächsten Bogen geworfen wird und sich dort zusammenschiebt, kann momentan der Durchgang unterbrochen sein und der Ofen verkocht. Es muß bemerkt werden, daß in Karnap im Rührerofen keine Schwierigkeiten durch Sand verursacht wurden, so daß auch in dieser Hinsicht der Röhrenofen viel empfindlicher zu sein scheint.

Folgerungen für die Verwendbarkeit des Röhrenofens. Aus den vorstehenden Abschnitten geht hervor, daß der Röhrenofen sehr wenig geeignet ist. Zu seiner Empfindlichkeit kommt hinzu, daß die Reinigung eines verstopften Röhrenofens außerordentlich schwierig und zeitraubend ist, weil sämtliche Bogen abgeschnitten und nach der Reinigung wieder angeschweißt werden müssen.

Dieser ungünstige Befund darf nicht ohne weiteres auf einen großen Röhrenofen übertragen werden. Die meisten Schwierigkeiten verlieren an Bedeutung, sobald der Durchmesser des Ofens größer wird. Für den in Welheim gebauten Röhrenofen kommt weiter in Betracht, daß bei der Steinkohleextraktion die Salzabscheidung und die Sandablagerung gar nicht vorkommen wird.

III. Betriebserfahrungen mit der übrigen Hochdruckapparatur.

Einspritzpumpen. Bei der Wichtigkeit der gleichmäßigen Einspritzung für den Ofen müssen die Pumpen sehr gut beobachtet werden. Die Versuchspumpen sind wegen ihrer kleinen Ventilkugeln ziemlich empfindlich gegen Sand und gröbere Kohleteilchen. Der Kohlebrei muß deshalb feiner gemahlen werden, als es für die Extraktion an und für sich nötig wäre. Vor allem müssen durch sorgfältige Siebung Holzstückchen und andere sperrige Stücke entfernt werden. Mehrfach traten, besonders nach längeren Betriebspausen, Störungen durch Kohlekrusten ein, die sich im Silo gebildet hatten, abbröckelten und in die Pumpe gerieten.

Ausschleusung. Zur Ausschleusung des Produkts dienten zwei Flaschen, die alle zwei Stunden umgehängt wurden. Störungen durch Absetzen des Rohaufschlusses traten nicht ein.

IV. Filtration.

Versuche in Karnap. Die wichtigste Erkenntnis für die Filtration war die Entdeckung, daß die Filtrierbarkeit des Rohaufschlusses von der Art der Entspannung abhängig ist. Wird ein Produkt durch Ventile entspannt, so leidet seine Filtrierbarkeit außerordentlich.

In Karnap wurde zunächst mit Plattenfiltern gearbeitet. Erst später kamen die Kerzenfilter dazu. Die Plattenfilter blieben in Reserve. Die Rohaufschlüsse wurden laufend untersucht und alle Produkte mit schlechter Filtrierbarkeit wurden über die Plattenfilter gefahren.

Die Jung'schen Kerzenfilter bewährten sich für den Steinkohle-Rohaufschluß sehr gut. Man konnte die Leistung schließlich auf nahezu 2000 kg Aufschluß je m² und Stunde bringen. In diese Zahl ist der Wasch- und Filterregenerationsprozeß miteingerechnet.

Bei dem Braunkohle-Dauerversuch wurde nur mit dem Plattenfilter gearbeitet. Da die Leistung gut war, hatte man keine Bedenken, für die Braunkohleaufschlüsse das Jung'sche Kerzenfilter zu empfehlen.

Versuche in Leuna. In Leuna wurden nur zwei Kerzenfilter von je 1 m^2 montiert. Die Filtrationsanlage mit ihren Nebenapparaturen wurde zunächst in Me 805 auf den Siloboden gestellt. Im Sommer 1937 wurde sie nach Me 882 verlegt. In Karnap war es nämlich im Anschluß an eine Filtration beim Ausblasen des Filterkuchens zu einer Verpuffung gekommen, bei der zwei Arbeiter verletzt wurden. Dieses Ausblasen erfolgte in Karnap mit Leuchtgas. Obwohl wir von Anfang an mit Stickstoff ausbliesen, wurden die Filter aus Sicherheitsgründen verlegt.

Um noch mehr Sicherheit zu bekommen und um möglichst wenig von den Ölnebeln beim Ausblasen behelligt zu werden, wurde an dem Filter ein kleiner Umbau vorgenommen, der es gestattete, bei geschlossenem Klappdeckel den Filterkuchen abzublasen. Nach der Verlegung der Filteranlage nach Me 882 wurde auf Vorschlag von Herrn Dr. Wille ein Schieber als Abschlußorgan an dem Filter angebracht, was eine weitere wesentliche Erleichterung brachte.

Von den beiden Filtern war das eine mit Chamottering - Kerzen, das andere mit Kerzen von Ringen aus gefrittetem Eisen ausgerüstet. Die Filtrierleistung war anfänglich gut, sank aber dann schnell ab. Die Erscheinung war, wie später erkannt wurde, auch schon in Karnap an den Plattenfiltern aufgetreten, nur hatte es dort nicht dazu geführt, daß das Filter unbrauchbar wurde, weil jeweils nach 5 Filtrationen der Stein mit einer Stahlbürste abgerieben wurde. Bei den Kerzenfiltern war eine solche Behandlung nicht möglich und die Kerzen mußten nach 15 - 25 Filtrationen erneuert werden.

Die eisernen Ringe konnten durch Glühen wieder verwendbar gemacht werden, während die Chamotterringe bei der Behandlung mürbe wurden. Es ist interessant, daß bei der Filtration von Kohleofen-Entschlammung das Abklingen der Filterleistung kaum merklich war. Später konnte das Abklingen der Steine auch bei Rohaufschluß durch bessere Regenerationsmethoden länger hintangehalten werden.

Es würde den Rahmen dieses Berichtes überschreiten, wenn alle Einzelheiten und Erfahrungen hier besprochen würden. Es soll nur angeführt werden, daß die nicht armierten Chamotterringe wieder abgeschafft wurden, daß für die Bedienung der Filter ruhig Kolbenpumpen genommen werden dürfen, daß aber das Wichtigste die richtige Bedienung der Ventile beim Filtrieren

ist.

Die Filtration wurde bei 4 - 5 Atm Überdruck und 120 bis 135 ° durchgeführt. Temperatur und Druckerhöhung steigern die Filterleistung bedeutend. Es wurden pro Charge 250-300 kg filtriert. Das Filtrat hatte 0 bis 0,3 % Feststoff, das Waschfiltrat 0,1 bis 0,5 %.

Die Filterleistung betrug im Durchschnitt etwa 250 kg Rohaufschluß je m² und Stunde. Diese Leistung schließt die Zeit zum Filterkuchen auswaschen und Filter regenerieren mit ein. Die reine Filterleistung schwankte um 750 kg/m²/h.

Während einer durch eine Betriebsstörung im Ofen bedingten Zwangspause wurde geschleuste Entschlammung in den Kerzenfiltern filtriert. Es wurde mit einer Leistung von 100 bis 120 kg bezogen auf Entschlammung ein Filtrat mit 0,1 % Feststoff und ein Restkuchen (nach dem Auswaschen mit Kresol oder einer Abstreiferfraktion und Trocknen) mit 1-4% Öl erhalten.

D. Kurzer Überblick über die Versuchsergebnisse.

An dieser Stelle soll über die Versuchsergebnisse nur ein kurzer Überblick gegeben werden.

Als Ausgangsmaterial wurde bei unseren Versuchen in Leuna Braunkohle aus der Grube Elise II benutzt. Eine Analyse der Kohle ist in der Tabelle (s. Anhang) gegeben. Der Versuch in Karnap war mit einer Schwelkohle aus dem Oberröblinger Bezirk (Riebeck) gefahren worden. Die Kohle wurde durch Feuergastrocknung auf 0 - 10 % Wasser gebracht. Der Kohlebrei wurde 40 %ig angemaischt. Als Lösungsmittel wurde zunächst eine Mischung von Tetralin und Kresol im Verhältnis 4:1 benutzt. Später lief dann das Lösungsmittel im Kreis. Der Kohlebrei hatte etwa 1-2% Wasser. Der Rohaufschluß hatte je nach dem Abbau einen Feststoffgehalt von 8 - 12 %. Seine Filtrierbarkeit hängt weniger vom Feststoffgehalt ab als vom Abbaugrad.

Der Abbau der Kohle ging bis fast 90 %. Eine Analyse der Restkohle ist im Anhang gegeben (Seite 15).

Der Extrakt war ein glasiges, schwarzes Produkt (in gepulvertem Zustande ist die Farbe dunkelbraun) mit einem Erweichungspunkt von ungefähr 110°C. Es erfolgte bei diesem Extrakt keine Trennung in einen wasserstoffreicheren und einen wasserstoffärmeren Anteil wie es bei dem Extrakt aus der Oberröblinger Kohle der Fall war. Es ließ sich eine solche Trennung

durch Behandlung mit Butan oder Propan erzielen. Analyse von Extrakten aus Braun- und Steinkohle in der Tabelle im Anhang. Das Endprodukt hatte 0,3 - 2,0 % Asche.

Die erzielten Betriebszeiten sind zu kurz gewesen, um die Versuche bilanzmäßig auswerten zu können. Es ist im Anhang das Fließschema wiedergegeben, das nach den Angaben der Herren von der Gewerkschaft Stinnes der Anlage zu Grunde gelegt wurde. (Seite 16)

Die Extraktionsprodukte aus dem Versuch in Karnap wurden geprüft, ob sie durch Hydrierung auf Schmieröl aufgearbeitet werden können. Der Erfolg war nur gering. Der Weichextrakt lieferte bei 200 Atm 10-12 % Schmieröl mit dem V J 100 bis 110. Der Hartextrakt mußte in zwei Stufen einmal bei 200 Atm und anschließend bei 700 Atm hydriert werden. Er lieferte dann 23 % Schmieröl (auf eingesetzten Hartextrakt bezogen) mit einem V J von 40.

Hydrierversuche mit dem hier gewonnenen Extrakt aus Elise-Kohle sind noch nicht gemacht worden. Es ist angeregt, diesen Extrakt nicht nur auf Schmieröl zu fahren, sondern zu untersuchen unter welchen Bedingungen er sich in Benzin und Mittelöl verwandeln läßt, um Zahlen zu bekommen für einen Vergleich der Kohleextraktion mit der Kohledruckhydrierung.

E. Zusammenfassung:

Die Kohleextraktion arbeitet gegenüber der Kohledruckhydrierung bei niederem Druck, tieferer Temperatur und ohne Umwälzgas. Daraus ergeben sich folgende Vorteile: billigeres Hochdruckmaterial, einfachere Apparatur, weniger Energien und geringere Vergasung. Der Wasserstoffverbrauch ist nur ein Bruchteil (dafür sind die Produkte allerdings wasserstoffärmer). Der Kontaktverbrauch ist unbedeutend, da in der Extraktions-Sumpphase kein Kontakt benötigt wird und der Kontakt zur Naphtalinhydrierung praktisch ohne Verluste aufgearbeitet werden kann, während bei der Druckhydrierung dauernd große Mengen Kontakt verloren gehen, weil sie nicht von der Restkohle getrennt werden können. In Bezug auf die Abtrennung der Restkohle sind beide Verfahren ungefähr gleich. Den angeführten Vorteilen der Extraktion steht eine Reihe von Nachteilen gegenüber. Der Versuch konnte bisher noch keine Zahlengrundlagen zum Abwägen dieser Vor- und Nachteile bringen, da eine Kette von Störungen

die Versuche unterbrach. Die Hauptquelle der Störungen ist der Röhrenofen.

Der Röhrenofen ist als Versuchsofen ungeeignet, weil er gegen Störungen bei der Einspritzung, geringe Überhitzungen, Salzabscheidungen und Sandgehalt der Kohle so überaus empfindlich ist. Dazu kommt, daß die Reinigung eines verstopften Röhrenofens sehr zeitraubend ist. Für eine Fortsetzung der Versuche erscheint es deshalb ratsam, einen anderen Ofen einzubauen.

Die Filtration mit Jung'schen Kerzenfiltern liefert Leistungen von 250 kg Rohaufschluß/m² und Stunde (= 750 kg reine Filtrierleistung). Bei der Filtration von Kohleofenentschlammung beträgt die Leistung 100-120 kg (= 300 kg reine Filtrierleistung) geschleuste, unverdünnte Kohleentschlammung, bei nicht geschleuster Entschlammung geht die Leistung etwa auf ein Drittel zurück. Nachdem festgestellt wurde, daß die Entschlammung sich auf dem Drehfilter filtrieren läßt, ist der Versuch zu machen, den Rohaufschluß auf dem kontinuierlich arbeitenden Filter zu filtrieren.

Trifunell

Vergleich von Salzkrusten aus Extraktionsversuch und Kohlehydrierung.

1 - 3 Extraktionsversuch Oktober 1937 Proben aus Rohrbündel Zug I. (Kohle v. Grube Elise)
 4 - 6 " " " " II. (" " ")
 7 - 8 Kohlehydrierung 1938 Proben aus Aufheizschlangen (" " " Hermine)

Probe No.	Analyse der Probe				Verbrennl.	Sand	Analyse auf kohlefreie Substanz ungetrennt.				
	CaO	CO ₂	Al ₂ O ₃ +Fe ₂ O ₃	MgO			CaO	CO ₂	Al ₂ O ₃ +Fe ₂ O ₃	MgO	Sand
1	41,4	33,0	2,0	1,2	17,8	1,9	52,1	41,5	2,5	1,5	2,4
2	44,8	35,6	1,6	1,0	13,7	1,0	53,3	42,4	1,9	1,2	1,2
3	50,6	41,7	0,7	1,3	5,7	0,4	53,4	44,1	0,7	1,4	0,4
4	15,3	13,6	22,6	3,8	38,4	4,8	25,5	22,6	37,6	6,3	8,0
5	8,1	7,2	33,6	3,1	40,8	3,9	14,5	12,9	60,1	5,5	7,0
6	15,7	14,8	11,3	3,1	42,0	12,7	27,3	25,7	19,6	5,4	22,0
7							53,90	43,5	0,34	1,06	0,34
8							53,22	42,9	0,67	1,11	0,54

Elementaranalysen von Kohlen und Kohleextrakten.

1. Braunkohle Grube Elise TBK

1a " " " Restkohle

1b " " " Extrakt

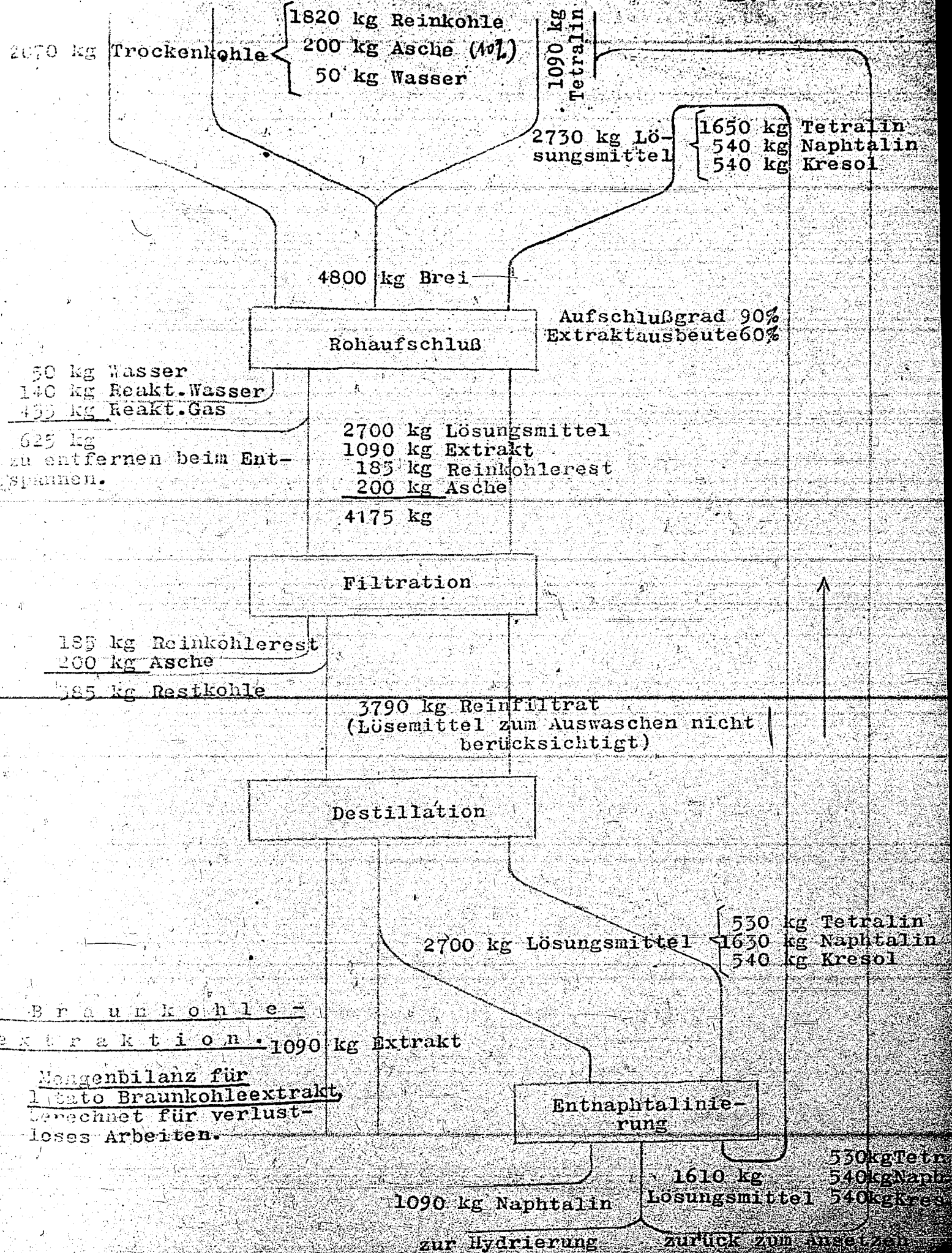
2 Riebeck Schwelkohle TBK

2a " " " Hartextrakt

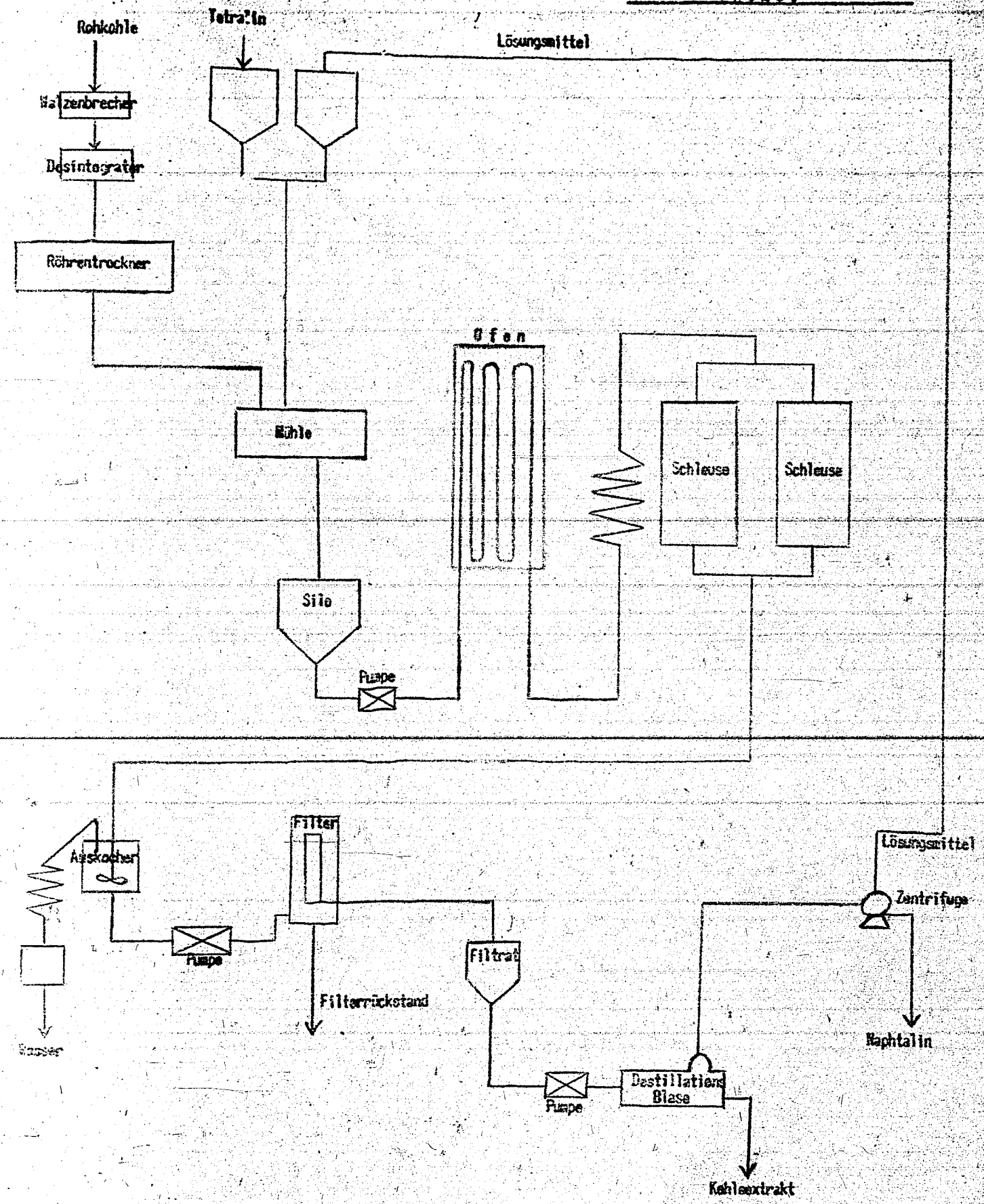
2b " " " Weichextrakt

3a Steinkohle Extrakt.

Probe No.	C	H	N	O(ber)	S	Asche
1	61,18	3,88	0,34	14,27	4,15	16,18
2	67,17	5,89	0,72	20,00	3,68	12,11
1a	39,85	2,13	0,36	7,07	0,14	50,45
1b	79,88	6,87	0,27	9,12	2,18	1,98
2a	82,28	6,85	0,98	3,01	1,78	-
2b	84,81	10,03	0,56	3,40	1,10	-
3a	88,08	5,57	1,13	4,60	0,60	Spur



**Braunkohleextraktion
Schema.**



Bag 3041

180000270

Target No 30/4.02/18

Luna

(J. G. Farben)

GAS PURIF

2065

180000271

Metzger

Gehalt der Gase an anorganischem
Schwefel beim Wassergasprozess
in Abhängigkeit von der Zeit.

180000272

Es besteht Veranlassung, auf die **Rundschreiben der Werksleitung** vom 21. 5. 31 u. 13. 7. 31 betr. Spionageabwehr hinzuweisen und insbesondere darauf aufmerksam zu machen, daß

Berichte

1. nur gegen **persönliche Empfangsbescheinigung** ausgeliehen werden,
2. vom Entleiher ohne Wissen der HBS **nicht weitergegeben** werden dürfen mit Ausnahme der Berichte, welche an Betriebe zum Verbleib abgegeben wurden,
3. **streng vertraulichen Charakter** haben und daher **stets unter Verschuß** aufzubewahren sind,
4. nur im **verschlossenen Umschlag** befördert werden dürfen und
5. **nur durch die HBS vervielfältigt** werden, soweit es sich nicht um betriebs-eigene Berichte handelt.
Vervielfältigungen sind auf das **unumgänglich notwendige Maß** zu beschränken.

Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro Tel. 9461.

3041-30/4.02-18

STICKSTOFF-ABTEILUNG
Nr./Op.299.

Oppau, den 16. März 1940/Ls.

180000274

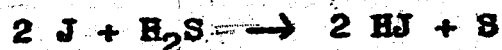
Gehalt der Gase an anorganischem Schwefel
beim Wassergasprozess in Abhängigkeit von
der Zeit.

Vorliegende Untersuchung, welche auf Veranlassung von Herrn Dr. Gloth ausgeführt wurde, soll einen Einblick geben, wie sich bei den Gasen des Wassergasprozesses der Gehalt an anorganischem Schwefel im Laufe einer Periode ändert.

Eine Periode (4') setzt sich zusammen aus 55" Blasezeit (der Koks wird mittels Luft heissgeblasen) und 185" Gasezeit. (Dampf gibt zusammen mit glühendem Koks Wasserstoff und Kohlenoxyd). Während der Gasezeit wird Dampf abwechselnd von unten, von oben und wieder von unten in den Generator eingeführt. Je nach der zeitlichen Verteilung von Unterdampf und Oberdampf sind bei der vorliegenden Untersuchung zwei Fälle zu unterscheiden:

- I. Oberdampf hinten: 95 Sek. Unterdampf/60 Sek. Oberdampf/30 Sek. Unterdampf,
- II. Oberdampf vorne: 35 Sek. Unterdampf/60 Sek. Oberdampf/90 Sek. Unterdampf.

Dass der Schwefelgehalt der Gase sich während der Periode ändert, ist schon daraus ersichtlich, dass das Nullgas, ein Ausschnitt aus dem Wassergas, stets höheren Schwefelgehalt aufweist als das übrige Wassergas. Eine früher angestellte Untersuchung von Herrn Dr. Taeger. (10.12.37.) über den ganzen Oberdampf und Unterdampf mit dem Futtweiler Apparat hatte wahrscheinlich gemacht, dass der Schwerpunkt des Schwefelgehaltes der Gase im Fall I im Oberdampf zu suchen ist. Zur Bestimmung des Schwefels wurde die Umsetzung von Schwefelwasserstoff mit Jod benützt



Dass andere Stoffe, die Jod verbrauchen, nur in vernachlässigbarer Konzentration (< 1 %) vorlagen, wurde durch Proben ermittelt, so dass die angewandte Analysenmethode praktisch nur Schwefelwasserstoff

-/-

erfasst. Schwefelwasserstoff ist in Wasser so gut löslich, dass die sonst übliche Arbeitsweise bei der Unterteilung der Gase mit Hilfe des 7 Probenapparates nicht durchführbar war. Deshalb wandte ich eine von mir früher entwickelte Arbeitsweise an (siehe Berichte Ammoniaklaboratorium Nr. 1512 u. 1551!).

Aus einer Analysenleitung zwischen Heissgasschieber und Spritzdüse wurde Gas mit einer Geschwindigkeit von etwa 50 l/h entnommen und durch eine Guckerflasche über Dach geleitet. Wegen des unterschiedlichen Wasserdampfgehaltes wurden die Gase am absteigenden, mit Raschigringen gefüllten, Kühler auf 25° C gekühlt und das sich abscheidende Wasser entfernt (etwa 2,5 cm pro Gasung mit ganz geringem Jodverbrauch).

In Abständen von 15 Sekunden wurde von dem durch Kühler getrockneten Gas in vorher evakuierte Gaswürste (Siehe Bild 1) gesaugt. Die Gaswürste enthielten Ampullen mit abgemessener $\frac{1}{50}$ normaler Jodlösung. 5 Sekunden lang dauerte das Einströmen der Gase, 5 Sekunden lang wurde durch die Gaswürste Gas gespült und 5 Sekunden lang dauerte das Auswechseln der Gaswürste. Nachdem der geringe Überdruck in den Gaswürsten beseitigt war, wurden die Ampullen zertrümmert und nach etwa 10 - 15 Minuten das unverbrauchte Jod mit $\frac{1}{50}$ Thiosulfatlösung zurücktitriert. Aus versuchstechnischen Gründen bezeichnete ich die 1. Minute nach dem Blasen als Minute 1.

Die so geschilderte Arbeitsweise lieferte die in Tabelle 1 und Bild 2 wiedergegebenen Werte.

Das schnelle Auswechseln der Gaswürste erwies sich als lästig und ungenau. Deshalb wurden 16 Gaswürste in der in Bild 1 skizzierten Weise an einem Gestell befestigt. So konnten alle Gaswürste auf einmal auf ihre Dichtigkeit geprüft (sie hielten über Nacht 3-4 mm Hg Vakuum unverändert) und nach genau abgestoppter Zeit gefüllt werden. Die mit dieser Anordnung gefundenen Werte sind in Tabelle 2 und 3 und in Bild 3 und 4 niedergelegt und zeigen untereinander verhältnismässig gute Übereinstimmung.

Um möglichst das ganze Intervall der Gasung überstreichen zu können, wurden von Versuch zu Versuch die Abnahmezeiten um 5 Sekunden bzw. 10 Sekunden verschoben.

Die Einzelwerte sind in den Bildern mit dünnen Linien verbunden,

die Mittelwerte als wagrechte Linien stark ausgezogen.

Ergebnis:

Wie aus den Bildern 2 und 3 hervorgeht, steigt bei „Oberdampf hinten“ der Schwefelgehalt des Gases ständig an bis zu einem Maximum am Ende des Oberdampfes. Bei „Oberdampf vorne“, Bild 4, ist das eine grosse Maximum in 2 kleinere Maxima, eines am Ende des Oberdampfes und eines am Ende des Gasens, aufgespalten. Das bedeutet, dass bei „Oberdampf vorne“ im Nullgas weniger Schwefel zu erwarten ist als bei „Oberdampf hinten“. Ausserdem geht deutlich aus den Bildern hervor, dass einerseits der Oberdampf viel Schwefel bringt, andererseits gegen Ende des Gasens entweder wegen Kälterwerden des Generators oder vielleicht wegen der kleineren Gasgeschwindigkeit erhöhte Schwefelwasserstoffentbindung stattfindet. Im Blasgas sinkt der Schwefelgehalt in allen Fällen auf ein Minimum.

M. Gloth

gez: Gloth

Anlagen.

Tabelle 1

Oberdampf hinten. (Versuch ohne Gestell).

Min.	Sek.	Versuch Nr. und Schwefelgehalt g/m ³								Mittel.
		I.	II.	III.	IV.	V.	VI.	VII.	VIII.	Mittel.
0	00	0,20	2,31	1,33	1,02	0,00	0,62	0,25	0,11	0,74 g/m ³
	15	-	-	2,63	2,98	2,55	2,49	2,31	1,08	2,46 "
	30	3,30	3,56	3,22	3,48	3,17	3,11	2,99	2,42	3,17 "
	45	-	-	3,41	-	3,31	3,28	3,30	2,81	3,22 "
1	00	3,60	3,50	3,39	3,78	3,52	3,38	3,38	2,93	3,43 "
	15	-	-	3,71	-	3,69	3,54	3,38	3,07	3,48 "
	30	3,57	5,00	3,92	4,80	3,70	3,50	3,31	3,20	3,88 "
	45	-	-	3,38	-	-	3,20	3,91	3,66	3,54 "
2	00	5,41	6,52	4,27	-	7,44	5,46	4,95	6,15	5,74 "
	15	-	-	5,96	-	7,04	5,69	6,16	5,76	6,12 "
	30	6,51	-	7,10	4,15	7,92	6,05	7,07	6,69	6,50 "
	45	-	-	3,11	-	3,78	3,64	6,75	2,99	4,06 "
3	00	5,46	-	4,42	4,94	3,64	3,99	4,30	3,80	4,36 "
	15	-	-	-	2,40	3,10	2,81	3,12	1,19	2,54 "
	30	-	0,12	-	1,38	-	0,68	0,56	0,33	0,61 "
	45	-	-	-	0,38	-	-	-	-	- "

Versuch I vom 17. III. 1939,
 II " 17. III. 1939,
 III u. IV am 21. III. 39,

Versuch VI u. VII vom 22. III. 1939,
 VIII am 23. III. 1939.

Die Angaben sind wie im folgenden umgerechnet auf Gramm Schwefel
 enthalten in 1 m³ Gas von 15°C und 735 mm Hg.

Tabelle 2.

Oberdampf hinten. (Versuch mit Gestell).

Min.	Sek.	Versuch Nr. und Schwefelgehalt g/m ³					Mittel.
		I	II	III	IV	V	
0	00	-	0,95	1,54	-	-	
	05	-	-	-	1,30	1,72	
	10	1,98	-	-	-	-	
	15	-	2,98	1,81	-	-	1,75 g/m ³
	20	-	-	-	2,32	2,22	
	25	2,53	-	-	-	-	
	30	-	3,39	-	-	-	2,61 "
	35	-	-	-	2,80	2,12	
	40	2,78	-	-	-	-	
	45	-	3,01	3,16	-	-	2,77 "
	50	-	-	-	2,85	2,35	
1	55	3,00	-	-	-	-	
	00	-	3,08	3,23	-	-	2,88 "
	05	-	-	-	2,97	2,39	
	10	2,87	-	-	-	-	
	15	-	3,41	3,81	-	-	3,08 "
	20	-	-	-	3,08	2,55	
	25	3,20	-	-	-	-	
	30	-	3,58	2,47	-	-	2,99 "
	35	-	-	-	3,06	2,44	
	40	3,04	-	-	-	-	
	45	-	4,84	4,64	-	-	3,60 "
2	50	-	-	-	5,25	3,36	
	55	5,33	-	-	-	-	
	00	-	-	5,35	-	-	4,82 "
	05	-	-	-	5,88	5,92	
	10	5,27	-	-	-	-	
	15	-	6,05	5,95	-	-	5,81 "
	20	-	-	-	6,82	6,90	
	25	5,78	-	-	-	-	
	30	-	-	6,73	-	-	6,05 "
	35	-	-	-	6,04	5,92	
	40	3,00	-	-	-	-	
3	45	-	-	4,49	-	-	4,86 "
	50	-	-	-	3,56	2,28	
	55	3,00	-	-	-	-	
	00	-	-	-	-	-	2,94 "
	05	-	-	-	2,96	2,16	
	10	2,70	-	-	-	-	
	15	-	-	1,18	-	-	2,22 "
	20	-	-	-	1,88	1,95	
	25	1,27	-	-	-	-	
	30	-	-	0,61	-	-	1,42 "
	35	-	-	-	1,01	0,41	
4	40	0,84	-	-	-	-	
	45	-	-	0,72	-	-	0,77 "
	50	-	-	-	-	-	
	55	0,42	-	-	-	-	
	00	-	-	-	-	-	0,42 "

Versuch I vom 24.5.1939,
 II " 23.4.1939,
 III " 27.4.1939,

Versuch IV vom 9.5.1939,
 V " 23.4.1939.

Tabelle 3 .

Oberdampf vorne. (Versuch mit Gestell).

Min.	Sek.	Versuch Nr. und Schwefelgehalt g/m ³ .					Mittel.
		I	II	III	IV	V	
0	00	-	-	0,98	0,34	-	
	05	1,55	-	-	-	-	
	10	-	2,48	-	-	-	
	15	-	-	2,19	2,02	-	1,60 g/m ³
	20	2,38	-	-	-	-	
	25	-	3,04	-	-	-	
	30	-	-	2,59	3,35	-	2,84 "
	35	2,70	-	-	-	-	
	40	-	2,84	-	-	-	
	45	-	-	3,36	3,88	4,03	3,60 "
	50	3,30	-	-	-	-	
	55	-	3,85	-	-	-	
1	00	-	-	3,78	3,88	4,25	3,81 "
	05	2,74	-	-	-	-	
	10	-	3,48	-	-	-	
	15	-	-	3,35	4,39	4,68	3,73 "
	20	4,16	-	-	-	-	
	25	-	-	-	-	-	
	30	-	-	3,62	4,74	4,90	4,35 "
	35	4,80	-	-	-	-	
	40	-	4,18	-	-	-	
	45	-	-	2,77	2,40	3,23	3,46 "
	50	2,42	-	-	-	-	
	55	-	2,02	-	-	-	
2	00	-	-	2,50	2,78	3,11	2,56 "
	05	2,80	-	-	-	-	
	10	-	-	-	-	-	
	15	-	-	2,52	3,40	4,19	3,22 "
	20	3,44	-	-	-	-	
	25	-	2,80	-	-	-	
	30	-	-	2,98	3,89	4,11	3,44 "
	35	3,78	-	-	-	-	
	40	-	3,24	-	-	-	
	45	-	-	3,63	4,31	-	3,76 "
	50	3,76	-	-	-	-	
	55	-	3,44	-	-	-	
3	00	-	-	3,61	4,61	5,67	4,22 "
	05	3,71	-	-	-	-	
	10	-	-	-	-	-	
	15	-	-	1,95	2,14	-	2,90 "
	20	3,15	-	-	-	-	
	25	-	-	-	-	-	
	30	-	-	0,69	0,95	-	1,60 "
	35	-	-	-	-	-	
	40	-	1,73	-	-	-	
	45	-	-	0,39	-	-	1,06 "
	50	-	-	-	-	-	
	55	-	0,96	-	-	-	
4	00	-	-	-	-	-	0,96 "

Versuch I vom 23.5.1939
 II " 23.5.1939
 III " 24.5.1939

Versuch IV vom 23.4.1939.
 V " 27.4.1939.

Alle Versuche wurden am früheren Generator 17, das ist der
 jetzige Generator 19 ausgeführt. -

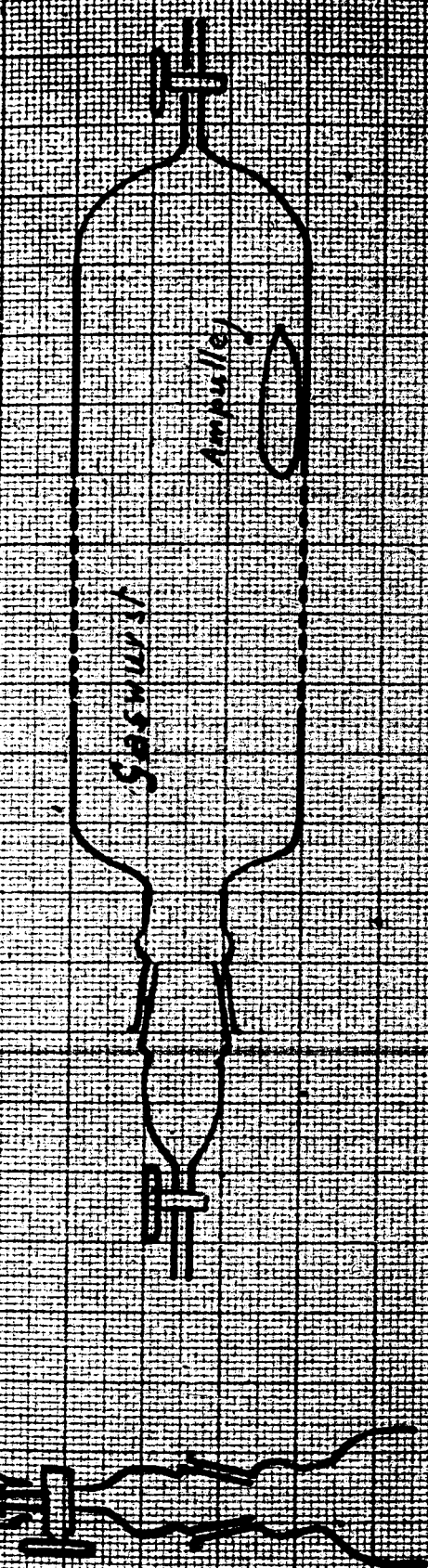
von

Walter

Handlung in Berlin

Handlung in Berlin

Bild 1



Handlung in Berlin

Handlung in Berlin

Handlung in Berlin

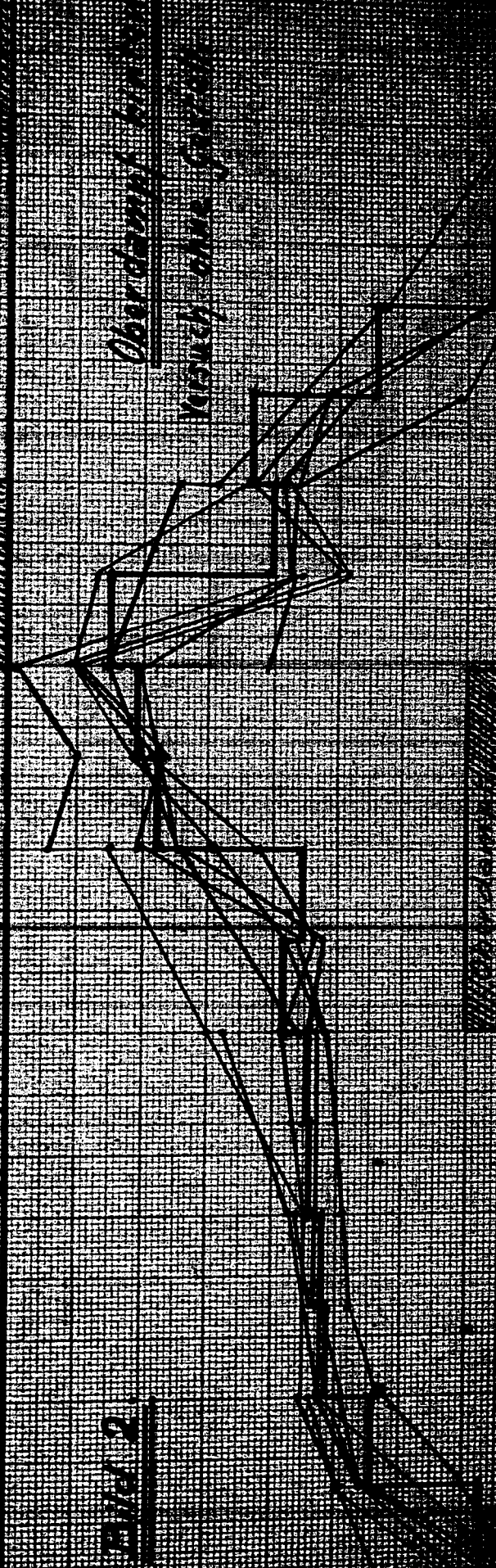
Handlung in Berlin

Handlung in Berlin

Handlung in Berlin

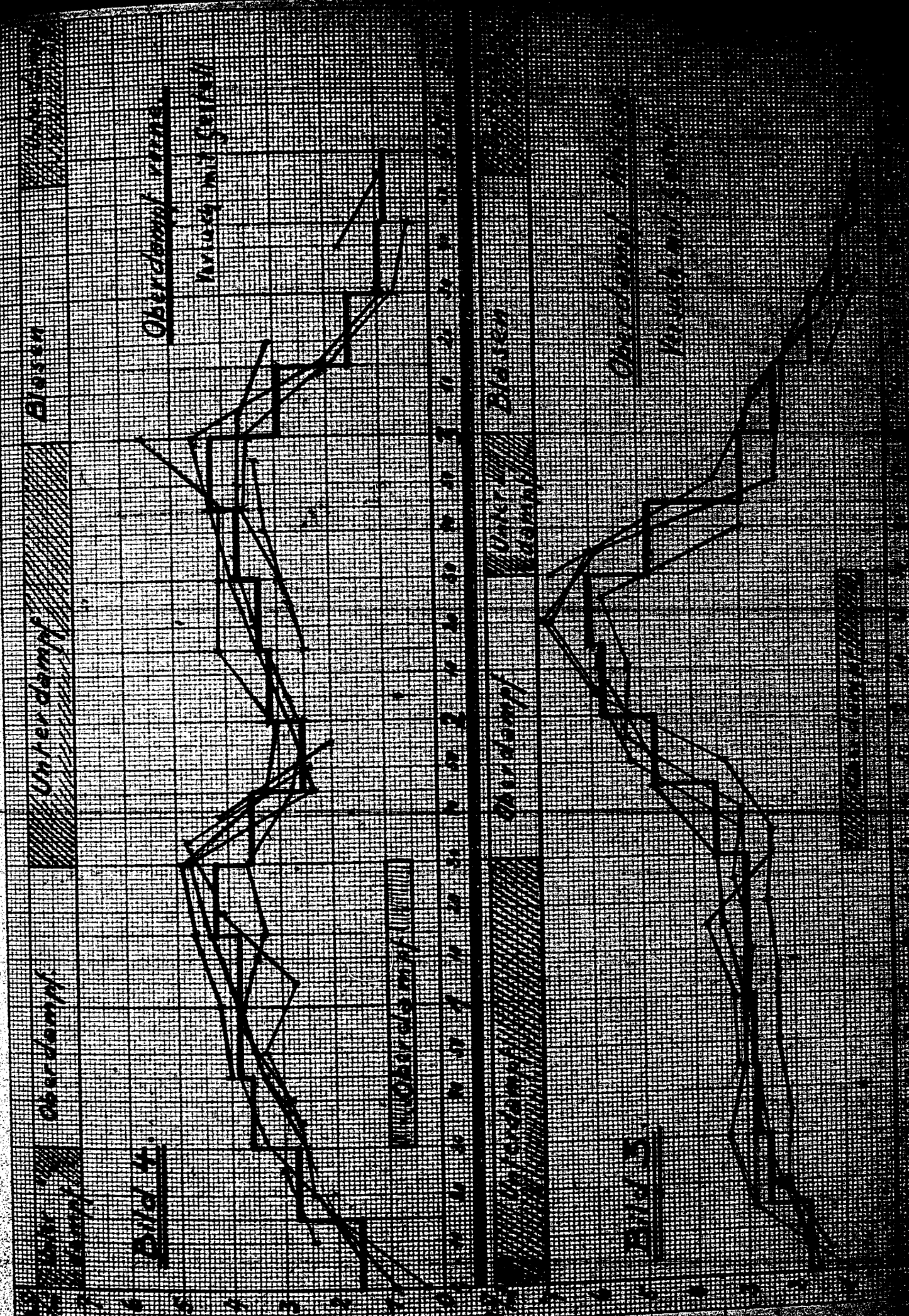
Handlung in Berlin

Bild 2



Handlung in Berlin

Handlung in Berlin



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
Ludwigshafen a. Rhein.

Bag 3041

Target No 30/4.02 / 9

190000280

Luna

(J. G. Farben)

GAS PURIF.

GAS PURIF.

3041 - 30/4.02 - 19

190000281

Vertraulich

**Aufbau und Leistung von Alkacidanlage
und Glanofen Betrieb.**

(Jahresbericht 1935)

11.4.1936

Dr. Brauns

32-5M-316

Reinver-Expt.

Labor.- Bericht Me.
Mitteilung

(Gr. II c)

Nr. 473 vom 11.4.1936

Impfungsbericht

1. Technische Entwicklung der Alkaliverfahren

2. Aufstellung und Art der 3041-30/4.02-19
3. Erste technische Versuche
4. Extraktionsstörungen
5. Entwicklung der Extraktionskolonne
6. Druckentlastung
7. Aufreinigung und relative Aufwässerung des Schwefelwasserstoffs

2. Aufbau und Leistung der Alkaliverfahren

Aufbau und Leistung von Alkalidanlage

und Clausofen Betrieb.

(Jahresbericht 1935)

11.4.1936

Dr. Braus

Inhaltsübersicht.

<u>1. Technische Entwicklung des Alkacidverfahrens.</u>	
A. Auffindung und Art des Verfahrens.	Seite 1
B. Erste technische Versuche.	" 3
C. Korrosionsstörungen.	" 4
D. Entwicklung der Entgasungskolonne.	" 7
E. Druckentgasung.	" 10
F. Feinreinigung und selektive Auswaschung des Schwefelwasserstoffs.	" 11
<u>2. Aufbau und Leistung der Alkacid Waschanlage.</u>	
A. Aufbau.	" 13
B. Leistung der Waschanlage.	" 19
C. Leistung verschiedener Wascharten.	" 23
1. Raschigring-Waschturm.	" 24
2. Desintegratorwäsche.	" 25
3. Feld Wäscher	" 26
D. Laugeverlust und Laugebeständigkeit.	" 28
<u>3. Apparative Erfahrungen.</u>	
1. Regenerierkolonnen.	" 30
2. Wärmeaustauscher.	" 33
3. Rieselkühler.	" 35
4. Kondensatoren.	" 35
5. Pumpen.	" 36
6. Silumin-Desintegratoren.	" 39
7. Feld Wäscher	" 40
<u>4. Herstellg. v. hochprozentigem Schwefelwasserstoff.</u>	
A. Entwicklung.	" 42
B. Belieferung der Kontaktfabrik.	" 44
<u>5. Vorentschwefelung des Winkler Wassergases.</u>	
A. Einrichtung.	" 47
B. Betrieb und Ergebnisse.	" 49
<u>6. Die Aufarbeitung der Schwefelwasserstoffgase.</u>	
A. Plan zur Aufarbeitung.	" 53
B. Tatsächliche Aufarbeitung.	" 54
C. Das Leitungsnetz für Schwefelwasserstoff- gase.	" 55
<u>7. Clausofen-Betrieb.</u>	
A. Grundsätzliches über die Schwefelgewinnung.	" 58
B. Verbesserung des Clausofen Prozesses.	" 59
C. Technische Entwicklung des verbesserten Claus Verfahrens.	" 61
1. Gaskühlung durch Wassereinspritzung.	" 63
2. Schwefelabscheidung.	" 65
3. Korrosionen.	" 66
D. Betrieb und Leistung der Clausofen Anlage.	" 68
<u>8. Sachverzeichnis.</u>	
	" 71
<u>9. Anlagen.</u>	

Dr. Brs./Me.

Leuna-Werke, den 11. 4. 36

1. Technische Entwicklung des Alkacidverfahrens.

A. Auffindung und Art des Verfahrens.

Im Hydrierprozess wird der in den angewandten Kohlen und Teeren gebundene Schwefel praktisch vollständig in Schwefelwasserstoff übergeführt, der einen ganz beträchtlichen Anteil - in Leuna nahezu 10% - der Hydrierungsrückgase ausmacht. Dieser Schwefelwasserstoff muss aus den Hydrierungsrückgasen entfernt werden, nicht nur damit diese eine Weiterverwendung als Heizgase (Hydrierung) und Treibgase (Kompressoren) finden können, sondern auch um die im Schwefel vorliegenden Werte zu gewinnen.

Die üblichen Gasentschwefelungsverfahren, welche auf kleine Schwefelgehalte eingestellt sind, sind aus technischen und wirtschaftlichen Gründen für die Entschwefelung der Hydrierungsrückgase nicht zu gebrauchen. Von vornherein erschien hierfür aber das sogenannte „Alkacid-Verfahren“ geeignet, welches im Frühjahr 1931 von Herrn Dr. Bähr in Oppau aufgefunden worden war.

Das Alkacid-Verfahren^{x)} ist ein Nassverfahren, welches mit Hilfe von Laugen, welche bei niedriger Temperatur Schwefelwasserstoff (und Kohlensäure) aufnehmen und bei erhöhter Temperatur wieder abgeben, eine Abtrennung des Schwefelwasserstoffs als solchen aus dem Gasgemisch bewirkt. Nach der ersten Konzeption von Bähr sollen als Waschlauge die Lösungen der Salze von schwachen anorganischen Säuren mit starken Basen Verwendung finden. Seit der Auffindung aber der besonders leistungsfähigen Gruppe der aminosäuren Salze durch Bähr und Mengdehl im August 1931 arbeitet das Verfahren praktisch nur mehr noch mit aminosäuren Salzlösungen.

Durch die Verwendung von Salzlösungen unterscheidet sich

x) Im folgenden wird über die technische Entwicklung des Verfahrens berichtet; die wissenschaftliche und laboratoriumsmässige Ausarbeitung wird dabei nur insoweit erörtert, als es zum Verständnis der apparativen Entwicklung notwendig ist.

das Verfahren von dem sonst nahe verwandten sogenannten Girbotolverfahren der Girdler Corporation in Louisville U.S.A., das kurz vor der Auffindung des Alkacidverfahrens bekannt geworden war und das als Waschlängen die Lösungen von Aminoalkoholen benutzt.

Laboratoriumsmässig war das neue Verfahren durch Herrn Dr. Bähr und Herrn Dr. Mengdehl im Spätjahr 1931 bereits soweit durchgearbeitet, dass dessen wesentliche Eigenschaften und Leistungsfähigkeit bekannt waren. Mit den Lösungen des Glykokoll natriums und des Alaninnatriums waren Laugen erprobt worden, welche hinsichtlich Aufnahmevermögen für Schwefelwasserstoff und Kohlensäure, Regenerierfähigkeit und Haltbarkeit dem Triaethanolamin der Girdler Corp. mindestens gleich, hinsichtlich Feinreinigungsvermögen und Nichtflüchtigkeit offenbar überlegen waren. Es liess sich übersehen, dass die technische Ausführung des Verfahrens eine verhältnismässig einfache Apparatur nur erfordert und als Betriebskosten im wesentlichen nur der Dampfverbrauch in Rechnung gestellt werden muss. Selbst für den Fall, dass das neue Verfahren die Leistung des gut beurteilten Girdler-Verfahrens nicht übertreffen sollte, blieb es als ein Vorteil zu werten, dass mit dem Alkacid-Verfahren ein patenteigenes gleiches Nassverfahren an die Hand gegeben war.

Das Oppauer Verfahren war im Laufe des Jahres 1931 auch in Leuna bekannt geworden. Es interessierte hier umso mehr, als Niederdruckabteilung und Versuchslaboratorium seit längerer Zeit in einer gründlichen Durcharbeitung des Gebietes der Gasentschwefelung begriffen waren, wobei das Ziel die Ermittlung eines Verfahrens war, das im Gegensatz zum A-Kohle Verfahren für Gase mit höherem Schwefelgehalt als 5 gS/m^3 technisch und wirtschaftlich brauchbar ist. Im Rahmen dieser Untersuchungen war zuletzt das neue Triaethanolamin Verfahren der Girdler Corporation in einer technischen Versuchsanlage einer Nachprüfung unterzogen worden. Auf Veranlassung von Herrn Dr. Herold wurde nunmehr von Herrn Dr. Rumscheidt die Bearbeitung des Alkacid-Verfahrens in Leuna aufgenommen. Die angestellten Laboratoriumsuntersuchungen liessen alsbald erkennen, dass sich Alaninnatrium besonders gut für die Entfernung von H_2S und CO_2 aus Gasen eignet und dass das neue Verfahren nennenswerte Vorteile gegenüber dem Girbotol-

verfahren verspricht. Es wurde mit Oppau vereinbart, dass die Weiterentwicklung des neuen Verfahrens gemeinsam erfolgen soll in der Weise, dass Oppau die im vollen Fluss befindliche laboratoriumsmässige Ausarbeitung des Verfahrens weiter betreibt und Leuna die Erprobung des neuen Verfahrens in technischen Apparaturen übernimmt.

B. Erste technische Versuche.

Für die Versuche im technischen Maßstabe, mit denen Ende November 1931 begonnen wurde (Dr. Rumschidt, zeitweise Dr. Harnisch), stand in Leuna die Triäthanolamin-Apparatur zur Verfügung (welche ihrerseits zuvor der technischen Entwicklung des Trikresyl-Entphenolungsverfahrens gedient hatte). Diese bestand im wesentlichen aus einem Waschturm von 300 mm $\varnothing$ und 12 m Höhe und einer Regeneriereinrichtung. Letztere setzte sich zusammen aus einem mit indirektem Dampf geheizten Kocher und einer hinter dem Kocher angeordneten 6 m hohen und mit Raschigringen gefüllten Abtreibekolonne, in welcher die heiße Lösung heräbfließ, wobei im Unterteil im Gegenstrom zur Lauge direkter Dampf eingeblasen wurde, um die Endaustreibung zu bewerkstelligen. Die Untersuchungen waren zunächst auf das Studium des Waschprozesses abgestellt. Die Versuche wurden mit CO_2 freiem Hydrierungsrückgas mit 35 gS/m^3 , mit Winkler-Mischgas, mit diesen Gasen unter Zusatz von CO_2 aus der Druckwasserreinigung und Gemischen dieser Gase ausgeführt. Sie galten zuerst hauptsächlich der Ermittlung der Waschleistung der Alaninnatriumlösung für die H_2S und die CO_2 -Entfernung, der Materialfrage und der Beobachtung der Waschleistung und des Laugeverlustes im Dauerbetrieb. Die in dieser Richtung geführten Untersuchungen waren etwa Mitte 1932 abgeschlossen und führten zu einer günstigen Beurteilung der neuen Waschlauge. Es war im technischen Versuch erwiesen, dass die Alaninnatriumlauge dem Triäthanolamin überlegen ist, weil sie ein günstigeres Waschverhältnis (kleineren Laugeumlauf) zulässt, bessere Endreinigung ergibt und viel weniger flüchtig ist.

Es ist bemerkenswert, dass bereits um diese Zeit nicht nur die wesentlichen Zahlen, welche die Waschleistung der Alkacidlauge charakterisieren, sondern auch der Dampfverbrauch bei der Regeneration ungefähr richtig eingeschätzt wurden, wie die Kalkulation dieser Zeit, besonders aber die auf Betreiben von

Herrn Dr. Bähr erfolgte Festlegung der „Grundzahlen zur Berechnung von Alkacid-Anlagen“ vom 11.10.1932 beweisen. Hinsichtlich des Dampfverbrauches, welcher bei richtiger Ausbildung der Regeneriereinrichtung zu erwarten ist, wurden - obwohl die Dampfzahlen aus der Versuchsanlage^{x)} wegen der Kleinheit der Regenerierkolonne nicht abgelesen werden konnten - die folgenden Angaben gemacht:

16.6.1932	Rumscheidt, Hanisch:	107-110 kg Dampf/m ³ Lauge
24.6.1932	Berechnung Keinke:	100 kg " " "
11.10.1932	Normierungsvorschlag Bähr:	100 kg " " "
16.12.1932	Rumscheidt:	75 kg " " "

Demgegenüber wurden tatsächlich erreicht:

1934 im Versuchsbetrieb:	120 kg Dampf/m ³ Lauge
1935 im Alkacid-Betrieb:	110 kg " " "

C. Korrosionsstörungen.

Weitere Versuche wurden nunmehr vorbereitet, um die Regenerierbarkeit der Alkacidlauge näher zu untersuchen und Unterlagen für den Bau von geeigneten Regeneriereinrichtungen zu schaffen. Indem hauptsächlich die von Leuna vertretenen Anschauungen zu Grunde gelegt wurden, wurde eine neue Entgasungskolonne aus Aluminium errichtet und im Dezember 1932 in Betrieb genommen. Bald darauf begann eine Störung in Erscheinung zu treten, welche für längere Zeit Schatten auf das neue Verfahren warf: in der Leunaer Apparatur traten schwere Korrosionsschäden auf. Wiederholt und innerhalb kürzester Zeit wurden mit heisser Lauge befahrene Teile der Apparatur, besonders die Dampfschlangen in den Kochern und die Schweisstellen der Rohre angefressen und zerstört. Bezüglich dieser ersten schweren Korrosion erwies sich die von Herrn Dr. Bähr ausgesprochene Vermutung als zutreffend, dass die Korrosion in erster Linie auf den SO₂-Gehalt des behandelten Gases (Winkler-Wassergas) zurückzuführen sei. Weitere Korrosionsstörungen blieben dann auch aus, nachdem vor den eigentlichen Waschturm eine mit Kalksteinen beschickte und mit Wasser berie-

^{x)} der tatsächliche Dampfverbrauch der Versuchsanlage betrug nach Angabe von Herrn Dr. Rumscheidt vom 25.1.1932 etwa 200 kg Dampf/m³ Lauge.

selte Kolonne eingeschaltet und die zerstörten Apparateteile durch solche aus Silumin ersetzt worden waren.

Die Untersuchungen dieser Zeit (Dr. Rumscheidt, Januar bis April 1933) hatten naturgemäss in erster Linie die Beobachtung der Korrosionserscheinung und die Klärung der Materialfrage zum Gegenstand. Anschliessende Versuche (Dr. Frick, Mai bis August 1933) galten neben dieser Frage besonders der zahlenmässigen Erfassung der Leistung des Verfahrens für die Entschwefelung der Hy-Rückgase.

Dass neue Materialschäden sich zeigten, als in der Versuchsanlage die gut absorbierende Oxaethylglykokoll-Lösung ausprobiert wurde (August bis September 1933), brauchte nicht zu beunruhigen. Es war von den Laboratoriumsversuchen her bekannt, dass die Oxäthyllauge im Gegensatz zur Alaninnatriumlösung sehr leicht aggressiv wird.

Inzwischen war, besonders im Hinblick auf den bevorstehenden Ausbau der Hydrierung die Erstellung einer grösseren Versuchsanlage zur probeweisen Entschwefelung von $2000 \text{ m}^3 \text{ Hy-Gas/h}$ in Angriff genommen worden. Gemäss der gemachten Erfahrungen wurde als Baustoff ausschliesslich Aluminium und Silumin verwendet. Diese Anlage kam am 3.8.1933 in Betrieb und musste nach einer Laufzeit von 10 Wochen am 7.10.1933 plötzlich abgestellt werden, weil sich im Kocherboden der Regenerierkolonne und in den an dieselben anschliessenden Leitungen und Pumpen schwere Korrosionen eingestellt hatten.

Der beschädigte Kocherboden und einige Rohrstücke wurden erneuert und die Apparatur am 16. Oktober wiederum angefahren. Aber bereits nach 15 Stunden musste von neuem unterbrochen werden, weil eines der soeben neueingesetzten Rohre durchfressen war.

Nunmehr wurden von Herrn Dr. Bähr im Laboratorium eingehende Untersuchungen über die hier vorliegenden Verhältnisse angestellt. Diese Arbeiten deckten einwandfrei die Ursache für die zuletzt aufgetretenen Korrosionen auf und lieferten zugleich eine Arbeitsregel an die Hand, mit deren Hilfe es möglich war, in Zukunft Korrosionsstörungen völlig auszuschalten. Die Untersuchungen lehrten:

1. Konzentrierte Alaninnatriumlösung (spez. Gew. 1,15-1,18) greift unter allen vorkommenden Bedingungen Aluminium nicht an, verdünnte Lösung aber (spez. Gew. etwa 1,12 und darunter) greift Aluminium an.

2. Einmal korrodierend gewordene Lauge greift in jeder Konzentration Aluminium an, offenbar als Folge einer Art autokatalytischen Wirkung, welche das bei der Auflösung des Aluminiums sich bildende und von der organischen Substanz der Lauge in Lösung gehaltene Aluminiumhydroxyd ausübt.
3. Durch Zusätze, wie Wasserglas und Phosphorsäure, welche das Aluminium ausfällen und binden, werden korrodierende Laugen in den nicht korrodierenden Zustand zurückgeführt.

Bezüglich der Entstehungsursache für die Korrosion im Oktober wurde festgestellt, dass die Lauge nach aufgetretenen Verlusten wegen ungenügender Reserve mit Wasser sehr stark verdünnt worden war, sodass sie anstelle des üblichen spez. Gewichtes von 1,18 nur ein solches von 1,10 hatte. Es konnte keinem Zweifel unterliegen, dass die Korrosion durch diese Laugeverdünnung hervorgerufen worden war.

Indem fortan peinlichst darüber gewacht wurde, dass die Lauge nicht unter ein spez. Gewicht von 1,16 kam, sind Korrosionen in der Versuchsanlage nur noch ein einziges Mal (August 1934), in der grossen Betriebsanlage, welche jetzt (April 1936) seit 17 Monaten in Betrieb steht, überhaupt nicht aufgetreten. Auch im Falle der Störung im August 1934 nahm die Korrosion von einer unterlaufenen Laugeverdünnung (Vermischung von Lauge und Dampfkondensat in der Einblasedampfleitung) ihren Ausgang. Hierbei war das einzige Mal Gelegenheit gegeben, die korrosionsbeseitigende Wirkung des Wasserglases durch den Betriebsversuch zu bestätigen: die nämliche Lauge, welche am 7. August 1934 den untersten Schuss der Regenerierkolonne durchfressen hatte, wurde nach der Behandlung mit Wasserglas in derselben Kolonne noch über drei Monate für die Hy-Gas-Entschwefelung benutzt, ohne dass noch einmal ein Materialangriff auftrat. Regelmässig werden die Apparaturen vor dem Neueinfüllen der Laugen einige Zeit mit warmer verdünnter Wasserglaslösung befahren, um in den Apparaten (auf den Metalloberflächen) einen gewissen Vorrat von Wasserglas als Gegenmittel gegen die besonders im Neuzustand empfindlichen Metalle zu schaffen.

D. Entwicklung der Entgasungskolonne.

Mannigfaltig waren die Aufgaben, welche der letzten Versuchsperiode gestellt waren, die mit der Wiederinbetriebnahme der grossen Versuchsanlage im November 1933 ihren Anfang nahm. Die Korrosionssicherheit der Lauge war endgültig unter Beweis zu stellen. Die massgebenden Verbrauchszahlen, hinsichtlich derer noch Unsicherheit oder Zweifel bestanden, insbesondere Dampfverbrauch, Laugeaufladung und Laugeverlust waren durch einwandfreie Messungen sicher zu stellen. Besonders war es aber nunmehr ein dringendes Erfordernis geworden, eine Entscheidung über den zweckmässigen Aufbau der Regenerierkolonne zu fällen, welche den wichtigsten, die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens stark beeinflussenden Teil der Alkacidapparatur darstellt.

Es war ersichtlich, dass die Entgasung der beladenen Alkacidlaugen ein Vorgang ist, der sich im Grunde mit der bekannten Austreibung des Benzols aus den Benzolwaschölen der Kokereien oder der Austreibung des Phenols aus Phenollösungsmitteln deckt und dementsprechend die dort erprobten Apparaturen als Vorbild dienen können. Bezüglich des zweckmässigen Aufbaus der Regeneriereinrichtung für den Fall der Alkacidlaugen wurden aber von Leuna und Oppau nicht ganz einheitliche Auffassungen vertreten. Leuna war auf Grund von Dampfdruckbestimmungen von mit CO_2 und H_2S beladenen Alaninnatriumlösungen zu der Ansicht gekommen, dass die Entgasung der gesättigten Laugen bei 65°C beginne, und der Entwurf der Regeneriereinrichtung wurde auf diese Annahme abgestellt. Um einerseits die beladene Lauge mit keiner höheren Temperatur als notwendig in die Kolonne eintreten zu lassen, um den Dampfverlust in den Brüden so niedrig wie möglich zu halten und um anderseits die in der regenerierten abfliessenden Lauge enthaltene Wärme trotzdem wieder nutzbar zu machen, wurde der Wärmeaustauscher in besonderer Weise unterteilt. Der kleinere Teil desselben lag ausserhalb des Austreibers, der grössere Teil des Wärmeaustauschers aber war in mehreren auseinanderliegenden Stufen innerhalb der Regenerierkolonne selbst angeordnet. (Vergl. Figur 3 der Anlage 1). Demgegenüber wurde von Bähr und Mengdehl die Auffassung vertreten, dass die Entgasung einer betriebsmässig beladenen Lauge erst oberhalb $85 - 90^\circ$ beginne. Es sei deshalb zweckmässig, die zu regenerierende Lösung

mit der durch Wärmeaustausch erreichbaren Höchsttemperatur in die Entgasungskolonne eintreten zu lassen, d.h. den Wärmeaustauscher in seiner Gesamtheit ausserhalb des Austreibers anzuordnen und die verwickelten Einbauten aus dem Austreiber fort zu lassen. (Vergl. Figur 2 der Anlage 1). Um die günstigste Anordnung durch den Versuch zu entscheiden, wurde die erste in Leuna aufgestellte Entgasungskolonne so aufgebaut, dass sowohl nach der einen wie nach der anderen Betriebsweise verfahren werden konnte.

Im Laufe der Wasch- und Regenerierversuche im Frühjahr 1933 ist dann noch der Eindruck entstanden, dass es entscheidend für das Gelingen einer guten Ausgasung sei, dass eine möglichst lange Verweilzeit der Lauge in den Kochern eingehalten wird. Aus diesem Grunde wurde die Regenerierkolonne der Versuchswäsche im Sommer 1933 mit beträchtlich grösseren Laugekochern ausgerüstet. (Figuren 4 u. 5 der Anlage 1). Abschliessende Versuchsergebnisse über die Bewährung der verschiedenen Anordnungen im Austreibbeaggregat konnten aber bis Spätjahr 1933 nicht gewonnen werden, in der Hauptsache deshalb nicht, weil es bei der kleinen Versuchswäsche schwierig war, die Dampfverbräuche richtig zu erfassen.

Die Einrichtung der zur grossen Versuchsanlage gehörigen Entgasungskolonne geht aus den Figuren 6 u. 7 der Anlage 1 hervor. Man erkennt den Einfluss der oben gezeichneten Vorstellungen. Die Kolonne enthält in dem stark erweiterten Mittelstück drei grosse Kocher; ein Teil des Wärmeaustauschers ist in Form des sogenannten „Zwischenvorwärmers“ in den oberen Teil der Entgasungskolonne hineinverlegt. Unmittelbar nach der Wiederinbetriebnahme der grossen Versuchsanlage im November 1933 wurde nunmehr eine eingehende Untersuchung der Wirkungsweise der Kocher und des Zwischenvorwärmers aufgenommen. Die bei den verschiedenen Betriebsweisen angestellten Beobachtungen und durchgeführten Messungen zeigten folgendes:

1. Der Dampfverbrauch, der notwendig ist um gleichbeladene Laugen auf gleiche Grade auszutreiben, ist umso kleiner an je tieferer Stelle der Dampf in die Kolonne eingebracht wird.
2. Direkter Dampf ist wirksamer als indirekter Dampf (die Menge des direkten Dampfes ist aber durch die Brudentemperatur gegeben).

3. Die Dampfverbräuche der mit und ohne Zwischenvorwärmer aber unter sonst gleichen Bedingungen betriebenen Austreibekolonne sind gleich (weil tatsächlich betriebsmässig gesättigte Laugen erst bei Temperaturen über 90°C zu entgasen beginnen).

Dass sich die Wärmezufuhr in die Entgasungskolonne dann am vorteilhaftesten auswirken muss, wenn sie ausschliesslich an der tiefsten Stelle (Laugesumpf) erfolgt, geht nicht nur aus dem Versuch hervor, sondern auch aus der Betrachtung des Vorgangs, der sich bei der Entgasung der Lauge in der Kolonne abspielt. An jeder Stelle der Kolonne entweicht entsprechend dem dort herrschenden, durch Temperatur, Gasgehalt und Laugeart gegebenen Gleichgewicht solange gelöstes Gas aus der Lösung in den Gasraum, bis der Dampfdruck der Lösung an dem gelösten Gas gleich ist dem Dampfdruck des betreffenden Gases im Gasraum über der Lösung. Wenn dafür gesorgt wird, dass die Lauge fortlaufend mit neuem noch nicht gesättigten Inertgas in Berührung kommt, so schreitet die Entgasung der Lauge immer weiter fort. In unserem Falle wird als Inertgas Wasserdampf benutzt. Weil die Lauge die Kolonne von oben nach unten durchläuft, muss dieser die Ausgasung auf rein physikalischem Wege bewirkende Wasserdampf von unten nach oben durch die Kolonne geführt werden. In die Kolonne muss nun ausserdem eine bestimmte Wärmemenge zur Endaufwärmung der Lauge und zur Deckung der negativen Reaktionswärme bei der Entgasung eingebracht werden. Diese Wärmemengen werden zwar über die ganze Kolonne verteilt, entsprechend dem jeweiligen Temperatur- und Entgasungszustand der Lauge, benötigt. Wird aber diese gesamte benötigte Wärme durch in den Kolonnensumpf eingebrachten oder aus der Lauge des Kolonnensumpfes entwickelten Wasserdampfes zugeführt, so erfüllt dieser Wasserdampf eine doppelte Rolle; derjenige Teil des Dampfes, der von unten nach oben abnehmend hinsichtlich seines Wärmeinhaltes noch nicht benötigt wird, arbeitet bis zu seiner Kondensation als Spülgas auf physikalischem Wege an der Ausgasung der Lauge mit.

Indem dieser Wasserdampf von unten nach oben mehr und mehr durch die Kondensation (Wärmeabgabe für Laugeerwärmung und Reaktionswärme) verschwindet, erfüllt er geradezu in idealer Weise die Aufgabe des Spülgases, von dem offensichtlich ist, dass es in der Kolonne von unten nach oben abnehmend in immer kleinerer

Menge benötigt wird.

Wird hingegen die Wärme bzw. der Dampf in höheren Teilen der Kolonne eingeführt, so wirken diese dort mehr oder weniger nur als Wärmebringer und es muss zusätzlicher Dampf, als Spülgas benötigt, aus dem Kolonnensumpf verdampft werden.^{x)}

Im Verfolg dieser Erkenntnisse wurde der Niederdruckaustreiber der Versuchsanlage im Frühjahr 1934 umgebaut. Der Zwischenwärmer und die bisherigen Kocher wurden entfernt und durch mit Raschigringen gefüllte Schüsse ersetzt. Ein neuer alleiniger Kocher wurde im untersten Schuss der Kolonne durch Einbau der notwendigen Heizschlangen eingerichtet. Die Einführung des direkten Dampfes wurde in diesem unteren, alleinigen Kocherschuss belassen (Vergl. Figur 9 der Anlage 1). In dieser Ausführung erwies sich der Niederdruckaustreiber dann dem Druckaustreiber gleicher Raschigringhöhe nicht länger unterlegen, sondern in jeder Hinsicht völlig gleich.

E. Druckentgasung.

Versuche zur Entgasung der Lauge unter erhöhtem Druck wurden seit August 1933 ausgeführt. Diese Versuche waren von Herrn Dr. Bähr von der Überlegung ausgehend eingeleitet worden, dass die Gasteildrucke der Laugen mit der Temperatur rascher ansteigen als die Wasserdampfdrucke, bei erhöhter Temperatur also mit geringerem Wärmeaufwand und wahrscheinlich auch mit grösserer Geschwindigkeit regeneriert werden könne. Die in einer kleinen, bei 2 atü Druck arbeitenden Kolonne (vergl. Figur 1 der Anlage 2) ausgeführten Laugeentgasungen liessen diese Vermutung als zutreffend erscheinen. Hierauf wurde ein grösserer Druckaustreiber für gleichen Laugendurchsatz wie der grosse Niederdruckaustreiber aufgestellt (vergl. Figur 2 der Anlage 2) und ab 1. Dezember 1933 betrieben.

Auch jetzt schien die Druckentgasung der Laugen wiederum von Vorteil zu sein, weil im Druckaustreiber besser abgetriebene Laugen erhalten wurden und weil bei kleinerem Inhalt des

^{x)} Vergl. hierzu: Braus, „Beitrag zur Kenntnis des Wärmeaufwandes bei der Regenerierung von Alkacid- und ähnlichen Laugen“ vom 24.10.1935.

Austreibers grössere Durchsätze als im Niederdruckaustreiber erzielt wurden.

Besonders wurde es damals auch als ein grosser Vorteil der Druckentgasung gewertet, dass das (zu Unrecht!) gefürchtete Abpumpen heisser regenerierter Lauge entfiel, weil die Lauge durch den Kolonnendruck über Wärmeaustauscher und Rieselkühler auf die Waschtürme gedrückt werden konnte.

Mit dem Ende 1933 und Anfang 1934 gesammelten Erfahrungen an beiden Regenerierkolonnen setzte sich aber mehr und mehr die Erkenntnis durch, dass der Druckentgasung vor der drucklosen Entgasung kein Vorzug zukommt. Es wurde erkenntlich, dass die Überlegenheit der Druckkolonne nicht dem Druck, sondern lediglich dem Umstand zuzuschreiben sei, dass diese im Ganzen richtiger aufgebaut war. Andererseits hatte es sich gezeigt, dass die Grösse der Kocherinhalt des Niederdruckaustreibers ohne Einfluss auf die Güte der Gas austreibung ist und diese daher entfallen können. Eindeutig wurde schliesslich die Frage, ob die Regenerierung unter Druck Vorteile bietet dadurch entschieden, dass in der Druckkolonne Vergleichsversuche mit und ohne Druck ausgeführt wurden. Hierbei ergab sich, dass beim gleichen Dampfaufwand sowohl bei Normaldruck und wie bei Überdrucken bis 3 atü gleich regenerierte Laugen erhalten werden. Bei gleichem Gesamtgasinhalt enthielten aber die drucklos entgasten Laugen am wenigsten Schwefelwasserstoff und entsprechend mehr Kohlensäure, was im Hinblick auf die Feinreinigung von Schwefelwasserstoff als ein grosser Vorteil der drucklosen Regenerierung betrachtet werden muss.

F. Feinreinigung und selektive Auswaschung des Schwefelwasserstoffs.

Die volle Aufmerksamkeit der Versuchsarbeiten wurde jetzt noch einmal der Frage der Waschtechnik im Sonderfall der Hy-Gasentschwefelung als einer Entschwefelung von Kohlensäure reichem Gase zugewandt. Eine bemerkenswerte Erkenntnis bezüglich der in diesem Falle schwierigen Endreinigung war im Januar 1934 gewonnen worden. Die Entfernung des Schwefelwasserstoffs, welche mit der im normalen Kreislauf geführten Lauge nicht unter $1 - 2 \text{ gS/m}^3$ möglich ist, gelingt sehr weitgehend, sobald durch geeignete Massnahmen z.B. durch Behandeln der erwärmten Laugen

vor oder während der Regeneration mit Kohlensäure dafür gesorgt wird, dass die regenerierten Laugen frei von Schwefelwasserstoff anfallen.

Weitere Anstrengungen galten dem Ziel, die Aufnahmefähigkeit der Lauge, welche fast zur Hälfte durch die unerwünschte Kohlensäureaufnahme der Lauge verloren ging, durch die Unterdrückung der Kohlensäureauswaschung besser auszunutzen. Im Waschturm konnte aus der schon länger beobachteten Tatsache, dass Schwefelwasserstoff von der Lauge sehr schnell, Kohlensäure aber nur sehr langsam aufgenommen wird, wie alle ausgeführten Versuche lehrten, kein Nutzen gezogen werden. Erst als im April 1934 zu Waschversuchen im Desintegrator übergegangen wurde, gelang es erstmals mit Hilfe zweier hintereinander geschalteter Desintegratoren den Schwefelwasserstoff praktisch selektiv vor der Kohlensäure aus dem Hy-Gas auszuwaschen. Die erreichte Gasreinheit von 10 - 12 gS/m³ befriedigt hierbei nicht voll, die erzielte Schwefelwasserstoffaufnahme aber, welche im Desintegrator 17 m³ H₂S/m³ Lauge anstatt 11 m³ H₂S/m³ Lauge im Waschturm betrug, war beträchtlich.

Die Verfolgung des als richtig erkannten Grundsatzes der „Großoberflächen-Kurzwaschung“ führte vom Desintegrator über Versuche mit dem Ströderwäscher, welche nicht befriedigten, zu Versuchen mit dem Flichkraft-Wäscher von Walter Feld. Im Feldwäscher wurde dann im Oktober 1934 derjenige Wäscher ermittelt, in welchem bei geeigneter Einstellung nicht nur die Schwefelwasserstoffaufnahme der Lauge im Desintegrator noch übertroffen wird, sondern auch die Gase noch gleichzeitig sehr weitgehend (bis auf etwa 3 gS/m³) gereinigt werden.

Näheres siehe: Braus „Waschleistung von Desintegratoren bei der Alkalid-Entschwefelung“ Aktennotiz v. 30.5.34;
Braus „Die Leistung des Feld-Wäschers bei der Alkalid-Entschwefelung der Hy-Rückgase“ Aktennotiz v. 18.12.34

2. Aufbau und Leistung der Alkacid Waschanlage.

A. Aufbau.

Die Aufgabe, welche dem Alkacid-Verfahren mit dem Beschluss des Hydrierungsausbauens gestellt wurde, war:

Entschwefelung der Hydrierungsrückgase bis auf 0.5 gS pro 1000 WE, keinesfalls geringer als auf 1 gS pro 1000 WE, d.h. Entschwefelung der (gleichzeitig Kohlensäure enthaltenden) Gase von 100 - 130 g S/eff.m³ auf tunlichst 4 gS/eff.m³, keinesfalls schlechter als auf 8 gS/eff.m³ Hy-Gas.

Anfänglich war der Gedanke erwogen worden, nur denjenigen Anteil der Hydrierungsgase zu entschwefeln, der als Heizgas an die Hydrierung zurückgeliefert wird (=etwa 40% des gesamten Hy-Abgases) und in dem übrigen Teil, der als Kompressoren-Kraftgas Verwendung findet, den Schwefel ganz oder weitergehend zu belassen. Dieser Gedanke wurde aber alsbald fallen gelassen. Tatsächlich ist auch für den Kompressorenbetrieb die Entschwefelung der Hy-Gase eine technische Notwendigkeit. Bei der Verwendung unentschwefelter Gase zeigt sich nämlich in den Maschinen und Zuleitungen ein ungewöhnlicher Materialverschleiss und der Kompressorenbetrieb drängt deshalb heute auf eine möglichst weitgehende Entschwefelung der in den Maschinen als Treibgas zu verwendenden Hy-Gase.

Sobald nunmehr die den Umfang des Hydrierungsaubaus kennzeichnenden Zahlen fest standen, wurde mit den Vorarbeiten und dem Entwurf einer grossen Betriebsanlage zur Entschwefelung der Hy-Rückgase begonnen. Die Konstruktion dieser Anlage wurde Herrn O. Ing. Lampe M.T.A.-Lu. übertragen, der späterhin von Herrn Dr. Sackmann-Leuna unterstützt wurde. Die eigentlichen Konstruktionsarbeiten wurden im November 1933 aufgenommen; sie wurden im steten Einvernehmen mit dem Betriebe durchgeführt, dessen Angaben, Erfahrungen und Wünsche jederzeit berücksichtigt wurden. Für die Grösse der Anlage waren die Angaben bestimmend, welche von der Hydrierung bezüglich der Hy-Gasmenger und deren Schwefelgehalte unter dem 13.11.33 geschätzt wurden. Sie sind in der folgenden Tabelle in der Spalte 3 verzeichnet.

T a b e l l e 1

Schätzungen über Schwefelanlieferung im Hy-Rückgas.

1	2	3	4
Angaben für Hy-Ausbau.	Einheiten	Hy-Schätzung vom 13.11.33	Hy-Schätzung vom 14.9.34
Menge der Hy-Rückgase	m ³ /h	37.700	31.710
H ₂ S-Gehalt der Hy-Rückgase	gS/m ³	94.5	114
CO ₂ -Gehalt der Hy-Rückgase	% CO ₂	11%	-
Gesamte S-Anlieferung	kg S/h	3.550	3.600
Gesamte S-Anlieferung	m ³ H ₂ S/h	2.670	2.700

Wie man aus der Spalte 4 entnimmt, sind in der späteren Schätzung vom 14.9.1934, entsprechend den inzwischen gemachten Betriebserfahrungen, die Hy-Gasmengen kleiner und die S-Gehalte grösser als ursprünglich angesetzt worden. Hinsichtlich der Schwefelanlieferung aber (aus dem Schwefelgehalt der Kohle berechnet), also hinsichtlich der auszuwaschenden H₂S-Gasmengen, welche in der Hauptsache die Grösse und Einrichtung der Anlage bestimmen, sind die Zahlen dieselben geblieben.

Bei der Auswahl des Platzes, auf dem die neue Alkacid-Anlage aufgestellt werden sollte, fiel die Entscheidung für den Raum zwischen den Bauten 282, 282d (Trautöfen) und 282c. Mitbestimmend war hierbei der Umstand, dass sich über diesem Raum ein grosser Kran befindet, der die Montage erleichterte, und dass dieses Gelände weitgehendst aufgeschlossen war. Auch standen an der West- und Nordseite von Me 282 mehrere grosse, nicht mehr benutzte Waschtürme, die für die Alkacid-Wäsche benutzt werden sollten (aber schliesslich doch nicht verwendet werden konnten). Die Wahl des Platzes ist dadurch zu einer unglücklichen geworden, dass der Bau Me 282c im Herzen der Alkacid-Anlage anstatt abgerissen von der Braunkohlentrocknung als Sieberei in Betrieb genommen wurde, und dass Förderung und besonders Verladung von Braunkohle an der Westseite der Alkacid-Anlage abgewickelt werden. Als Folge hiervon ist die Alkacid-Anlage einer ständigen

Verschmutzung durch Kohlenstaub ausgesetzt, was umso bedauerlicher ist, als die Anlage von sich aus von grösster Sauberkeit ist: die Alkacid-Anlage ist aus dem schönen Aluminium-Metall gefertigt; wegen der Gasgefahr und zur Ausschaltung der teuren Laugeverluste sind sämtliche Leitungen und Apparate mit der allergrössten Sorgfalt auf absolute Dichtigkeit gebaut und gebracht worden! Mit der Verlegung der Braunkohlensieberei nach Me 282c ist ausserdem die einzige freie Seite der Alkacid-Anlage, die Westseite, weitgehend geschlossen worden, sodass sich der im höchsten Grade gasgefährliche Betrieb heute gleichsam zwischen vier Wänden eingeschlossen befindet. Eine grundlegende Verbesserung dieser ungünstigen Lageverhältnisse wird sich ergeben, wenn, wie nunmehr wahrscheinlich geworden ist, die Trautofenanlage (Me 282d) abgerissen und so von Süden her ein freier Zugang zur Alkacid-Anlage geschaffen wird. Es kann nicht tatkräftig genug dafür eingetreten werden, dass falls der Bau Me 282d abgebrochen wird dieser Platz eingeebnet und im Hinblick auf die Alkacid-Anlage von einem fremden Betriebe nicht wieder bebaut wird.

Die Lage der Alkacid-Waschanlage ist in dem Planausschnitt des Werkes, Anlage 3 eingezeichnet. Über die geschilderten Raumverhältnisse unterrichtet besonders die Anlage 4.

Die Leistung der Waschanlage wurde auf 4 Systeme dergestalt verteilt, dass sich 3 Systeme jeweils in Betrieb befinden, während ein viertes System in Reserve steht, um die Störungen oder planmässigen Abstellungen einzuspringen und jederzeit die volle Waschleistung der Anlage zu sichern.

Jedes System setzt sich zusammen aus:

- | | |
|---|--------------------|
| 1 Gaswascher | 1 Wärmeaustauscher |
| 1 Regenerierkolonne | 2 Rieselkühler |
| 1 Kondensator (H ₂ S-Kühler) | 3 Laugepumpen |

Anlage 5 zeigt Näheres über den Aufbau eines Systems (System III)

Es wurde beschlossen, den Aufbau der Anlage in 2 Stufen vorzunehmen. Zuerst waren einmal zwei Systeme (I und II) zur Aufstellung zu bringen, um die in deren Bauzeit noch gemachten Erfahrungen des Betriebes bei dem weiteren Ausbau der Anlage berücksichtigen zu können. Die Anfahrtermine für die einzelnen

Aggregate wurden so festgelegt, dass ab Oktober 1934 mindestens der Hy-Heizgasanteil der Hy-Rückgase, tunlichst aber die gesamten im Zuge des Hy-Ausbaus sich vermehrenden Hy-Rückgase entschwefelt werden konnten.

Mit der Herrichtung des Bauplatzes für die Alkacid-Anlage wurde am ersten Anfang des Jahres 1934 begonnen. Es waren zunächst grössere Abbruch- und Aufräumungsarbeiten um Me 282 auszuführen, weil hier zahlreiche still liegende Apparate und Leitungsanlagen, zumeist von Schwelversuchen herrührend, aufgestellt waren. Aus den Lichtbildern der Anlage 6 ist das Aussehen des Raumes um Me 282 im Februar 1934 und im Januar 1936 ersichtlich.

Die Montagearbeiten für die ersten zwei Systeme der Neuanlage erstreckten sich über den ganzen Sommer bis in das Späthjahr 1934 hinein.^{x)} Entsprechend dem Stande des Alkacid-Verfahrens bei der Konstruktion der Systeme I und II (Winter 1933/34) wurden diese mit Waschtürmen als Wascheinrichtung und mit Druck-austreiber für die Lauge regenerierung gebaut.^{xx)} System I wurde Ende September 1934, kurz darauf wurde System II betriebsfertig, rechtzeitig genug um die nunmehr mit der vermehrten Hy-Gas Anlieferung aufs äusserste angestrengte Alkacid Versuchsanlage zu entlasten, welche bis dahin die Entschwefelung des Heizgasanteils der Hy-Gase besorgen musste.

Sobald die im Frühjahr 1934 ausgeführten Waschversuche ergeben hatten, dass der Desintegrator im Falle der Hy-Gas Entschwefelung dem Waschturm an Waschleistung beträchtlich überlegen ist, weil eine um etwa 50% höhere Beladung der Lauge mit H_2S erzielt werden kann, wurde als dritte Wascheinrichtung für die Neuanlage eine aus zwei Desintegratoren bestehende Hy-Gas-Wäsche entworfen. Diese wurde parallel zum Waschturm von System I angeordnet, um das System wahlweise mit der Waschturm- oder der Desintegratorwaschung betreiben zu können. Um die Drehzahl

x) Alle interessierenden Phasen des Aufbaus der Anlage sind in der Lichtbildsammlung der Alkacid-Entschwefelung festgehalten worden.

xx) Über die Abmessungen und Einrichtung sämtlicher Apparate der Neuanlage sowie über die bis Ende 1935 gemachten Apparativen Erfahrungen wird im folgenden Abschnitt eingehend berichtet.

der Desintegratoren leichter regulieren zu können, wurden Dampfturbinen als Antrieb gewählt. Die Anlieferung dieser von Zschocke gebauten Silumin-Desintegratoren mit V_2A -Welle und V_2A -Körben hat sich sehr verzögert; die Desintegratorenwäsche wurde erst im Januar 1935 fahrbereit.

Noch vorher, im Oktober 1934 wurde gefunden, dass die Leistung des Desintegrators bei der Hy-Gasentschwefelung vom Feld-Wäscher übertroffen wird, hinsichtlich Höhe der Laugeaufladung, besonders aber hinsichtlich der erzielten Gasreinheit. Deshalb wurde als vierte Wascheinrichtung, welche dem System IV zugeordnet wurde, ein grosser Feld-Wäscher in Auftrag gegeben, für den der Lieferfirma Feld in Essen ganz bestimmte Abmessungen vorgeschrieben wurden, welche nach den Waschversuchen notwendig sind, wenn die höchste H_2S -Aufnahme der Lauge erzielt werden soll.

Was die Regeneriereinrichtung der Systeme 3 und 4 betrifft, so wurden diese mit Ausnahme der Regenerierkolonnen selbst aus den gleichen Apparaten aufgebaut wie die beiden ersten Systeme. Die Regenerierkolonnen 3 und 4 aber wurden als drucklos arbeitende Entgasungskolonnen gebaut, weil mittlerweile sowohl die Untersuchungen der Versuchsanlage als auch die Erfahrungen beim Betrieb der grossen Druckaustreiber der Systeme I und II gezeigt hatten, dass die Austreibung der Laugen unter Druck keinerlei Vorteil bietet.

Das System III, welches bis heute ohne eigene Wascheinrichtung geblieben ist, wurde zuletzt fertiggestellt. Es ist seit August 1935 mit dem Waschturm 2 gekuppelt, nachdem die Regenerierkolonne 2 nebst den zugehörigen Apparaten aus dem Betrieb der Hy-Gas-Entschwefelung herausgenommen und an die neu eingerichtete Winkler-Wassergas-Vorentschwefelung abgetreten wurde (vergl. hierzu Abschnitt 5).

Über den Umfang der Alkacid-Waschanlage und die Anordnung der Apparate am 31.12.1935 unterrichtet die Anlage 4 und die anliegende grosse Tabelle Seite 18. Aus der Tabelle sind besonders auch die Zeiten der Inbetriebnahme der Apparate und die Waschleistung der Systeme bei der heutigen Schaltung zu entnehmen.

Tabelle 2

Alkalid-Waschanlage

Schaltung und Leistung der Systeme am 31.12.1935

System Nr.	Wascheinrichtung	Regeneriereinrichtung	Leistung in	
			m ³ Gas/h 1)	kg Schwefel/h
1	a) Wasserturm 2) 28.9.1934	Druckkolonne 1 28.9.1934	5800 Hy-Gas	640
	b) Silumin-Desintegratoren 3) 9.1.1935			
2	Wassergas-Desintegratoren Nr. (3), 4, 5 in Me 282 11.10.35	Druckkolonne 2 20.11.1934	30.000 Wassergas 4)	450
3	Wasserturm 2 20.11.1934	Kolonne 3 16.9.1935	10.000 Hy-Gas	1100
4	Feld Wascher 17.9.1935	Kolonne 4 2.5.1935	13.000 Hy-Gas	1430

1) H₂S-Gehalt des Roh-Hy-Gases: 115 g S/m³

2) Die Daten geben die Zeit der Inbetriebnahme an.

3) Die Desintegratoren-Waschanlage ist nicht betriebs sicher.

4) Entschwefelung von 23 gS/m³ auf 8 gS/m³

1900000301

B. Leistung der Waschanlage.

Die neue Alkacid-Anlage hat seit ihrer Inbetriebnahme am Oktober 1934 jederzeit die ihr zugedachte Aufgabe erfüllen können. Störungen oder Schwierigkeiten, welche die Leistung der Anlage wesentlich herabgesetzt hätten, sind nicht aufgetreten. Schäden durch Laugekorrosion sind ausgeblieben, bei den verschiedensten Überholungen und Reparaturarbeiten an gefährdeten Teilen, wie Pumpen für Heisslauge, Wärmeaustauscher und Regenerierkolonnen sind niemals Anfressungen durch aggressive Laugen beobachtet worden. Sofern Schwierigkeiten aufgetreten sind, hielten sich diese im Rahmen dessen, was unter Anfahrschwierigkeit verstanden wird.

Näheres über Ursachen und Beseitigung der aufgetretenen Störungen wird im folgenden Abschnitt unter „Apparative Erfahrungen“ mitgeteilt.

Über die Leistung der Waschanlage, ausgedrückt in Mengen gereinigter Hydrierungsgase und ausgedrückt in Mengen ausgewaschenen Schwefels berichten die zeichnerischen Darstellungen Figuren 1 und 2. Man entnimmt aus der Figur 1, dass ab Dezember 1934 laufend nahezu die gesamten angelieferten Hydrierungsrückgase entschwefelt werden konnten, d.h. es wurde ausser dem Hy-Heizgasanteil, welcher etwa 40% der gesamten Hy-Gase ausmacht und welcher immer sicher gestellt war, noch jeweils der grössere Teil des verbleibenden Restes der Hy-Gase, das Kompressor-Hy-Gas vom Schwefelwasserstoff gereinigt.

Die grössten Schwefelmengen, 1715 Mto Schwefel (in Form von Schwefelwasserstoff), wurden im Oktober 1935 ausgewaschen (vergl. Figur 2). Am Ende des Jahres 1935 war die gesamte Waschanlage, wie man aus der folgenden Aufstellung entnimmt, 2600 Mto Schwefel; diese Leistung konnte aber bis jetzt wegen ungenügender Anlieferung von Hy-Gasen (Hydrierungsbrand) nicht voll ausgefahren werden.

T a b e l l e 3

Waschleistung der Alkacidanlage am 31.12.1935

1	2	3	4
Leistung in	Tatsächliche Waschleistung am 1.1.1936		Soll-Leistung nach Hy-Ausbau
	Hy-Gas und Wassergas-Ent- schwefelung.	Hy-Gas Entschwefelung	Hy-Gas Entschwefelung
kg S/Stunde	3620	3170	3456
tato S	87	76	83
moto S	2600	2280	2480

Aus der Spalte 4 geht hervor, dass die jetzige Leistung der Anlage für die Hy-Gas Entschwefelung um 200 moto Schwefel hinter der Soll-Leistung bei Hydrierungsausbau zurückbleibt.

Davon abgesehen, dass die Soll-Leistung kein fester Begriff ist, sondern eine ungefähre Schätzung der Hydrierung, wird die volle Hy-Gas Leistung erreicht und überschritten werden, sobald wie vorgesehen ein zweiter Feld-Wäscher oder ähnlich arbeitender Intensivwäscher aufgestellt und anstelle eines der Waschtürme von System 1 oder 2 betrieben wird. Die Waschleistung wird sich ausserdem auch erhöhen, wenn die jetzt noch in den Systemen 1 (Waschturm) und 4 (Feld Wäscher) benutzte erste A-Lauge durch die um etwa 25% höher aufladende M-Lauge ersetzt wird. Jedenfalls brauchen nicht besondere Schritte lediglich deshalb unternommen zu werden, um die geringe fehlende Hy-Leistung aufzuholen. Vielmehr werden sich die zur Erhöhung der Wirtschaftlichkeit des Waschprozesses bereits eingeleiteten Massnahmen dahin auswirken, dass zugleich die Waschleistung der Anlage beträchtlich erhöht wird.

Eine andere Sache ist es, dass die Waschanlage ohne jede Reserve ist, weil das Reserve System für die neu eingerichtete Wassergas Vorentschwefelung in Betrieb genommen ist. Diesem Zustande muss aus selbstverständlichen Gründen baldmöglichst ein

Ende bereitet werden. Die notwendigen Schritte zur Beschaffung einer fünften Regeneriereinrichtung sind eingeleitet worden.

Über die Schwefelwasserstoff- und Kohlensäuregehalte der Gase unterrichtet die Tabelle 4 auf Seite 22 und die zeichnerische Darstellung Figur 6. Man entnimmt aus diesen, dass der vorgeschriebene Reinheitsgrad der entschwefelten Gase, wenn auch an der oberen Grenze liegend, jederzeit erreicht wurde. Man hat zu berücksichtigen, dass in der Ausbauzeit die fertig gestellten Apparate jeweils an der Grenze ihrer Belastbarkeit gefahren wurden. Sobald die Anlage über eine gewisse Reserve verfügt, kann mit einer grösseren Reinheit der behandelten Gase, etwa 3 gS/m^3 , zumal bei der Feld-Wäscher Waschung gerechnet werden.

Die Schwefelgehalte der angelieferten Hy-Gase bewegten sich ab Anfang 1935 zwischen 105 und 125 gS/m^3 entsprechend 7.9 bis 9.4 Vol% H_2S ; die Kohlensäuregehalte lagen um 8 Vol% CO_2 und waren damit geringer, als ursprünglich von der Hydrierung vorausgeschätzt worden war. (11% CO_2).

Die in den Austreiberkolonnen frei gesetzten Rohschwefelwasserstoffgase enthielten zwischen 55 und 65% H_2S , etwa 0.1% Hy-Gas (physikalisch gelöst) und im übrigen Kohlensäure. Wenn die gesamte Waschung wie aus wirtschaftlichen Gründen beabsichtigt ist, auf Feldwäscher-Waschung eingestellt ist, wird ein etwa 70% iger Schwefelwasserstoff anfallen.

T a b e l l e 4

Schwefel- und Kohlensäuregehalte der Gase.(Monatsdurchschnitts-Werte)

Monat	H ₂ S g/m ³		CO ₂ %		H ₂ S %	H ₂ S %
	Hy- Rohgas	Hy- Reingas	Hy- Rohgas	Hy- Reingas	Austreiber gas	Kontakt H ₂ S
<u>1934</u>						
Oktober	82.1	3.5	4.6	2.0	56.0	88.5
November	77.1	4.7	5.5	2.4	56.0	88.2
Dezember	93.0	4.5	6.5	2.7	56.1	91.0
<u>1935</u>						
Januar	115.6	8.2	7.6	3.0	60.0	88.2
Februar	125.0	7.7	6.6	3.3	63.0	89.0
März	112.0	8.5	6.2	3.6	74.0	91.4
April	105.3	7.5	7.1	3.4	62.6	90.2
Mai	102.5	7.9	6.9	3.4	62.0	90.2
Juni	108.2	6.3	6.6	2.7	60.9	87.7
Juli	123.6	7.4	6.9	2.6	61.6	94.0
August	113.3	9.2	7.9	3.7	56.2	88.0
September	121.5	8.1	7.9	4.5	65.5	93.0
Oktober	120.6	8.5	8.0	5.0	64.8	92.0
November	94.4	5.3	5.9	2.4	54.7	93.3
Dezember	118.0	5.6	8.1	3.2	55.4	95.0

C. Leistung verschiedener Wascharten.

Was die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens anbelangt, so ist diese bekanntlich in erster Linie von dem Dampfverbrauch (Wärmeverbrauch) bei der Laugeregeneration und damit von der Gasbeladung (H_2S -Aufnahme) der Lauge abhängig. Aus diesem Grunde hatten alle Anstrengungen bei der laboratoriumsmässigen und bei der technischen Entwicklung des Verfahrens der Erhöhung der Laugesaufladung gegolten. Über die Fortschritte, welche bei den Versuchen in dieser Richtung erzielt wurden, wurde bereits berichtet. An dieser Stelle interessieren nunmehr die bei den betriebsmässig durchgeführten Arbeitsweisen erreichten Laugeladungen und Dampfverbräuche.

Diese waren:

T a b e l l e 5

Leistungszahlen verschiedener Wascharten.

Voraussetzungen: Rohgas mit 100-120 g H_2S/m^3 u. 8% CO_2
Dampfverbrauch: 110 kg pro m^3 Lauge.

	2	3	4	5	6
Waschart	Lauge	H_2S im Reingas g S/m^3	% H_2S im Austreiber- gas	Aufladung in $m^3 H_2S$ pro m^3 Lauge	Dampfver- brauch in t pro t ausgew. S
Waschturm	A-Lauge	5	55	10	8.26
Waschturm	M-Lauge	5	50	12.5	6.64
Desinte- gratoren	A-Lauge	10	85	14	5.91
Fall- wäscher	A-Lauge	3	70	17.5	4.72

1. Raschigring-Waschturm.

Wie die Gegenüberstellung der Tabelle 5 zeigt, ist bei der Alkacid-Entschwefelung der Hy-Gase die übliche Waschung im mit Raschig-Ringen gefüllten Turm, welche früher allein vorgesehen war, nicht die geeignetste. Sie ist in der Wirtschaftlichkeit den Intensivwäschern, besonders dem Feld'schen Wäscher ganz beträchtlich unterlegen. Ganz allgemein gilt, dass der übliche Waschturm als Wascheinrichtung für die Entschwefelung von Gasen umso ungeeigneter ist, je mehr Kohlensäure die Gase enthalten, weil im Waschturm neben der Schwefelwasserstoffaufnahme fast ungehemmt auch die Kohlensäureaufnahme der Lauge einhergeht. Während man bei den Hy-Gasen (mit $\text{H}_2\text{S}:\text{CO}_2$ wie 1:1) im Waschturm zu einer immerhin noch annehmbaren H_2S -Beladung der Alkacidlauge gelangt ($10 \text{ m}^3 \text{ H}_2\text{S}/\text{m}^3 \text{ Lauge}$), ist es bei noch Kohlensäure reicheren Gasen, wie z.B. Winkler-Wassergas (mit $\text{H}_2\text{S}:\text{CO}_2 = 1:15$) überhaupt nicht mehr möglich im Waschturm zu einer nennenswerten H_2S -Beladung der Lauge (Beladung etwa $1 \text{ m}^3 \text{ H}_2\text{S}/\text{m}^3 \text{ Lauge!}$) zu kommen. Der übliche Waschturm scheidet somit immer dann als Wascheinrichtung aus, wenn es sich um eine Entschwefelung von Gasen mit im Verhältnis zum H_2S -Gehalt bemerkenswerten CO_2 -Gehalt handelt; der Waschturm ist nur am Platze, wenn durch die Alkacidwaschung praktisch reine Kohlensäure oder praktisch reiner Schwefelwasserstoff oder vorgeschriebener Weise das in den Gasen enthaltene $\text{H}_2\text{S}-\text{CO}_2$ -Gemisch als solches entfernt werden soll. Nur in einem Falle wäre es möglich, bei der Alkacid-Entschwefelung kohlenensäurereicher Gase auf den Waschturm als Wascheinrichtung zurück zu kommen: wenn es gelänge, Alkacidlaugen zu finden, welche von sich aus praktisch nur Schwefelwasserstoff aufnehmen und auf Kohlensäure nicht ansprechen ^{x)}. Es bedarf aber auch dann noch einer Nachprüfung ob die Verwendung von Intensivwäschern (Feld-Wäscher und ähnlicher Wäscher) nicht auch bei solchen Laugen Vorteile mit sich bringt.

^{x)} Die Verfügung über solche nur H_2S absorbierende, technisch brauchbare Alkacid-Laugen ist durch die von Herrn Dr. Bähr und Dr. Wenzel unternommenen Anstrengungen in greifbare Nähe gerückt.

2. Desintegratorwäsche.

Von der Desintegratorwäsche war eine H_2S -Aufladung von 17 erwartet worden, und zwar auf Grund von Versuchen mit Gasen, welche etwa 5% Kohlensäure enthielten. Dass sich tatsächlich nur eine Aufladung von 14 H_2S einstellte, ist einerseits darauf zurückzuführen, dass inzwischen der Gehalt an Kohlensäure auf rund 8% angestiegen ist und andererseits auch wegen des viel höheren Schwefelgehaltes der Gase (höher wie vorausgeschätzt) die Desintegratoren gasseitig nicht in der notwendigen Weise belastet werden können. Nach den bei den Versuchen gemachten Beobachtungen ist aber die Einhaltung einer bestimmten kurzen Berührungsdauer notwendig, um eine hohe H_2S -Aufladung zu sichern ^{xx)}. Immerhin ist aber auch die erzielte Aufladung von 14 H_2S schon beträchtlich höher als die Waschturmaufladung (10 H_2S). Wahrscheinlich würde noch eine um mehrere Punkte höhere Aufladung herausgeholt werden können, wenn anstatt zwei vielmehr drei oder noch mehr Desintegratoren hintereinander angeordnet und die Desintegratorwäsche zwecks grösserer Gasbelastung in ein System mit grösserem Laugekreislauf eingefügt würde. Es verlohnt sich aber nicht mehr, in dieser Richtung einer Vervollkommenung der Desintegratorwäsche weitere Anstrengungen zu machen, weil die Desintegratorwäsche bei der Hy-Gas Entschwefelung in jedem Fall durch die Feld-Wäscher-Waschung übertroffen wird.

Wie es schon bei den Versuchen zu Tage getreten ist, wegen der hohen Aufladungen aber in Kauf genommen wurde, ist die nicht befriedigende Reinheit der behandelten Gase ein Nachteil der Desintegratoren-Waschung. Die Abgase der Desintegratoren mit noch 10 gS/m³ fallen sehr gegen die im Feld-Wäscher gereinigten Gase ab, welche nur 3 gS/m³ und noch weniger enthalten. Es kommt hinzu, dass der Kraftbedarf von zwei Desintegratoren mit 140 kwh pro 8000 m³ Gas und 45 m³ Lauge nicht klein ist, zwar nicht zu hoch, wenn man die gegenüber der Waschturmwäsche erzielte Dampfeinsparung berücksichtigt, viel zu hoch, aber wenn mit dem Kraftbedarf des Feldwäschers vergleicht, der nur ungefähr ein Drittel bis ein Viertel vom Kraftbedarf der Zwei-Desintegrato-

xx) Vergl. hierzu: Braus, „Waschleistung von Desintegratoren bei der Alkacid-Entschwefelung“, Aktennotiz v.30.5.34, Tabelle 5.

ren-Wäsche ausmacht.

Bei dem in der Neuanlage eingerichteten neuen Silumin-Desintegratoren war es ganz im Gegensatz zu den behelfsmässig hergerichteten kleinen eisernen Desintegratoren, welche jetzt nahezu seit 2 Jahren störungsfrei laufen - wegen fortgesetzt auftretender mechanischer Störungen nicht möglich längere Betriebszeiten als 3 Wochen, meist aber nur Betriebszeiten von nur wenigen Tagen herauszufahren. Mit aus diesem Grunde, aber selbstverständlich nicht allein aus diesem Grunde - denn die mechanischen Schwierigkeiten wären zu beseitigen -, in der Hauptsache aber wegen der klaren Überlegenheit des Feld-Wäschers über den Desintegrator ist beabsichtigt, die Silumin-Desintegratoren auszubauen und an geeigneter Stelle innerhalb der Anlage (geplantes System 5) durch einen zweiten Feld-Wäscher zu ersetzen.

Die Stärke des Desintegrators ist es, dass er von allen Wäschern Schwefelwasserstoff vor der Kohlensäure am selektivsten auswäscht (Austreibergas mit 85% H_2S). Aus diesem Grunde verbleibt der Desintegrator als einziger Schwefelwasserstoff aufladender und darum noch wirtschaftlich arbeitender Wäscher noch dann, wenn es sich um die Entschwefelung sehr kohlensäurereicher Gase, wie etwa Winkler-Wassergase handelt, bei denen eben wegen des hohen Kohlensäure-Gehaltes nicht nur der Waschturm sondern auch der nicht ausgeprägt selektiv arbeitende Feldsche Wäscher versagt. In allen jenen Fällen wird man schliesslich auch den Desintegrator anwenden, wo es sich darum handelt, möglichst hochprozentigen Schwefelwasserstoff in die Hand zu bekommen (Kontakt- H_2S -Fabrikation).

3. Feld Wäscher.

Wie aus den Zahlen der Tabelle 5 und aus den bei der vorangegangenen Besprechung angeführten Vergleichen hervorgeht, ist in dem besonderen Fall der Entschwefelung der Hydrierungsrückgase der Feld'sche Fliehkraftwäscher die geeigneteste Wascheinrichtung, weil er die höchste Beladung ($17.5 m^3 H_2S/m^3$ Lauge) bei weitgehendster Reinigung der Gase bewirkt. Bei Entschwefelung im Feld'schen Wäscher müssen pro t in Form von H_2S aus den Hy-Gasen ausgewaschenen Schwefels nur 4.7 t Dampf aufgewendet werden. Die Überlegenheit des Feld'schen Wäschers ist bei der

Entschwefelung der Hy-Gase so gross, dass es sich ohne weiteres verlohnt, anstelle eines bereits vorhandenen Waschturms oder bereits vorhandener Desintegratoren einen neuen Feld-Wäscher zu beschaffen, weil die hierfür notwendigen Ausgaben durch Ersparnisse in den Betriebskosten (bei Auswaschung von 30 tato S) bereits nach 17 bzw. 30 Monaten wieder eingebracht werden.

Hinsichtlich Selektivität der Auswaschung steht der Feld-Wäscher mit etwa 70% igem H_2S etwa in der Mitte zwischen Waschturm (55%iger H_2S) und Desintegrator (85%iger H_2S). Dass die Aufnahme der Lauge an H_2S im Feld Wäscher trotzdem höher ist als im Desintegrator ist darauf zurückzuführen, dass die Lauge insgesamt im Feld Wäscher viel höher aufgeladen wird als bei jeder anderen Waschung. Hieraus geht hervor, dass es möglich sein muss allein auf apparativen Wege die H_2S -Aufladung noch etwas höher zu treiben (etwa um 15% Unterschied gegen die Selektivität bei der Desintegratorwäsche). Es ist wahrscheinlich möglich in Wäschern, in welchen unter Ausschaltung des im Feld Wäscher in jeder Trichtergruppe aufrecht erhaltenen Kreislaufes eine Art Desintegratorwäsche in mehr als zwei Stufen im Gegenstrom durchgeführt wird. ^{x)}

Es soll noch vermerkt werden, dass niemals mechanische Schwierigkeiten beim Betrieb des Feld Wäschers aufgetreten sind, obwohl dieser kein einfach aufgebauter, sondern mit vielen bewegten Teilen und festen Einbauten ausgerüsteter Apparat darstellt.

Einige Schwierigkeiten bereitete anfänglich nur der Umstand, dass die Lauge durch die mechanische Behandlung im Feld Wäscher in besonders starkes Schäumen gerät, viel stärker als die bei den Versuchen und in den Silumin-Desintegratoren der Fall war. Es war erst nach Aufstellung eines zweiten Beruhigungsbehälters für die Lauge möglich, den Wäscher mit stärkerer Belastung und hoher Drehzahl zu fahren, ohne dass jedoch die lediglich auf den Zeitfaktor abgestellte Massnahme voll befriedigte. Es war aber dann dadurch möglich die Schwierigkeit zu beseitigen, dass der Lauge laufend gewisse Mengen von hochsiedenden ($140-200^{\circ}C$) Isobutylöl (etwa 1 Liter pro Tag pro $1 m^3$ Lauge im Kreislauf/Stunde) zugefügt werden, wodurch die Schaumbildung verhindert wird, sodass nunmehr wieder mit dem ursprünglichen einen Be-

x) Vergl. hierzu: Dr. Wenzel, „Apparative Erfahrungen mit einem Feld Wäscher im Labor-Maßstab“, Aktennotiz v. 20.12.35

ruhigungsraum gearbeitet werden kann.

Verschiedene Beobachtungen gehen dahin, dass die Neigung der Laugen zur Schaumbildung nicht immer dieselbe ist. Gleiche, aber zu verschiedenen Zeiten gelieferte Laugen schäumten verschieden stark. Es ist demnach wahrscheinlich, dass diese lästige Eigenschaft der Laugen unterdrückt werden kann, wenn sie bei der Herstellung der Laugen und bei der Herausarbeitung neuer Laugen als zu unterdrücken im Auge behalten wird.

D. Laugeverlust und Laugebeständigkeit.

Was die Frage der Laugeverluste betrifft, so können diese aus dem Laugeverlust der Anlage bis 31.12.35, welcher bei der Rückgas Entschwefelung 63.5 m^3 Lauge spez. Gew. 1.20 betrug, nicht ohne weiteres entnommen werden. Infolge der Störungen bei der ersten Inbetriebnahme der grossen Apparatur und späterhin durch die Schwierigkeiten, welche sich durch das unerwartete starke Schäumen der Lauge im Feld Wäscher und in den Desintegratoren einstellten, sind Laugeverluste zu verzeichnen gewesen, welche ausbleiben werden, nachdem die Schwierigkeiten nunmehr beherrscht werden. Für die Feststellung des Laugeverlustes war es ausserdem hinderlich, dass aus betrieblichen Gründen die Laugen der Kolonne 2, 3 und 4 vermischt werden mussten und dass die A-Lauge im Wasserturm 2 und der Kolonne 3 schliesslich gegen M-Lauge ausgetauscht wurde. Der Unterschied im Laugeverbrauch zeigt sich z.B. darin, dass im System 1 in 15 monatlicher Betriebszeit bei einem ersten Einsatz von 19 m^3 und einem mittleren Umlauf von etwa $45 \text{ m}^3/\text{h}$ im Ganzen 21 m^3 Lauge nachgefüllt werden mussten. Während in späterer Zeit bei dem System 3 mit Wasserturm 2 nach 4 monatlichem Betrieb ein Laugeverlust in den Stunden überhaupt nicht festzustellen war. Hierbei muss allerdings vermerkt werden, dass M- und A-Lauge hinsichtlich ihrer Flüchtigkeit vielleicht grundsätzlich verschieden sein können. Endgültig werden genaue Angaben über die bei der betriebsmässigen Durchführung des Alkacid-Verfahrens auftretenden Laugeverluste am Ende des zweiten Betriebsjahres vorliegen.

Sämtliche in Betrieb befindlichen Laugen sind andauernd, besonders nach den von Herrn Dr. Bähr und Mitarbeitern bei der Ausarbeitung des Alkacid-Verfahrens eingerichteten Untersu-

chungsmethoden x) laufend untersucht worden.

Hinsichtlich der Laugebeständigkeit brachte die fortgesetzte Beobachtung der Laugen die endgültige Bestätigung, dass eine Abnahme des Aufnahmevermögens (Absorptionswerte und Sättigungswerte) der benutzten Laugen bei der Hy-Rückgas Entschwefelung und damit auch der Laugen an und für sich nicht eintritt. Bezüglich der A Lauge ist die Laugebeständigkeit zur Zeit der vorliegenden Niederschrift durch eine 17 Monate dauernde Betriebszeit erhärtet.

x) siehe Bericht über „Untersuchungsmethoden zum Alkaloidverfahren“ von Dr. Wenzel vom 18.2.35

3. Apparative Erfahrungen.

Diejenigen Erfahrungen, welche sich nicht so sehr auf die chemische und wirtschaftliche Seite des Verfahrens beziehen, sondern vorwiegend oder ausschliesslich apparativer Art sind, werden im folgenden an Hand kurzer Kennzeichnungen der die Anlage aufbauenden Apparate besprochen.

1. Regenerierkolonnen (Austreiberkolonnen, Entgasungskolonne)

a) Druckkolonnen.

Datum der Bestellg: 23.4.34
u. 8.6.34

Inbetriebnahme:

Druckkolonne 1 am 28. 9.34
Druckkolonne 2 am 20.11.34

Lieferfirma: Carl Canzler, Düren (Rheinland)

Gesamtgewicht: 19 000 kg

Bezugspreis: 34.825.- RM/Stk

Baustoff: Schmiedeeisen mit 99.5%igem Aluminiumblech ausgekleidet; Raschig Ringe führende Schüsse und Langesumpf ausserdem mit Säureplättchen ausgemauert.

Beschreibung: Ø der ausgemauerten Schüsse: 1602 mm;
Ø der nichtausgemauerten Schüsse: 1637 mm;
Querschnitt der ausgemauerten Schüsse: 2 m;
Querschnitt der nicht ausgemauerten Schüsse: 2.1 m.
3 Raschigringlagen à 3 m = 9 m gesamte Raschigringhöhe.

Gesamte Höhe: 17.5 m

Füllung:

Kolonne 1

obere zwei Schüsse: 50 x 50 x 4 Steinzeugringe

unterster Schuss: 80 x 80 x 8 geriffelte Tonringe

Kolonne 2

oberer Schuss: 50 x 50 x 4 Steinzeugringe

mittlerer Schuss: 60 x 60 x 8 Steinzeugringe

unterer Schuss: 60 x 60 x 8 gesetzte Steinzeugringe.

Betriebsdruck: 3 atü

Probedruck: 4.5 atü

Heizkammer: aus 99.5%igem Aluminium,

Heizfläche: 50 m²

Betriebsdruck: 4 atü

Probedruck: 6 atü

b) Drucklose Regenerierkolonnen.

Datum der Bestellg: 26.10.34
u. 2.11.34

Inbetriebnahme:

Kolonne 3 am 16.9.35

Kolonne 4 am 2.5.35

Lieferfirma: Carl Canzler, Düren (Rheinland)

u. Wilhelm Schmidding, Köln-Mansfeld.

Gesamtgewicht: 12 800 kg

Bezugspreis: 39.000.- RM
u. 38.850.- RM

Baustoff: 99.5%iges Aluminium, die Raschig Ringe führenden Schüsse und Laugesumpf ausserdem mit Säureplättchen ausgemauert.
 Beschreibung: Ø der ausgemauerten Schüsse: 2310 mm
 Ø der nicht ausgemauerten Schüsse: 2380 mm
 Querschnitt der ausgemauerten Schüsse: 4.2 m^2
 Querschnitt der nicht ausgemauerten Schüsse: 4.4 m^2
 3 Raschigringlagen à 3 m = 9 m gesamte Raschigringhöhe.
 Gesamte Höhe: 18 m
 Füllung: Kolonne 3
 50 x 50 x 4 Porzellan Raschigringe
 Kolonne 4
 35 x 35 x 4 Porzellan Raschigringe
 Betriebsdruck: 0.5 atü Probedruck: 1.5 atü Kaltwasser
 Heizkammer: wie Druckkolonnen, aber mit 65 m^2 Heizfläche.
 Dampfeinblaseschlange: aus geschweisstem V₂A-Supra-Stahlrohr.

Sowohl die Druck- wie die drucklosen Kolonnen haben sich gut bewährt.

Die Kolonnen zeigen eine bessere, spezifische Regenerierleistung als die zuvor gebauten Austreiber. Bei gleichem Dampfverbrauch werden um etwa 2 - 3 Punkte besser ausgetriebene Lauge als früher erhalten. Bei einem Dampfaufwand von 110 kg/m^3 Lauge werden abgetrieben:

gesättigte A-Lauge mit	28 m^3 Gas/ m^3	auf	11 m^3 Gas/ m^3
" " " "	34 m^3 Gas/ m^3	auf	13 m^3 Gas/ m^3

In der jüngsten Zeit sind wiederholt Zweifel darein gesetzt worden, ob die auf Grund der Entwicklungsversuche gewählte Raschigringhöhe von 9 m in den Kolonnen notwendig ist. Diese Frage wird demnächst noch einmal durch Messungen an einer grossen Kolonne (nach Vornahme der notwendigen Einbauten) durchgeprüft werden.

Die Kolonnen 1 und 2 sind je nach 13 monatlicher Betriebszeit geöffnet und überholt und dabei auch vom Feuerungsbaubetrieb und der Materialprüfung einer Untersuchung unterzogen worden. Sämtliche Teile wurden in bester Verfassung vorgefunden. Nur die Füllkörper im untersten und teilweise auch im mittleren Schuss waren zerschlagen. Sowohl die aus Ton als auch die aus Porzellan gefertigten Raschigringe werden offenbar unter der Einwirkung der Lauge auffallend leicht brüchig, sodass sie schon bei niedriger Fallhöhe oder geringer Beanspruchung auseinanderbrechen.

In den Kolonnen 1 und 2 sind deshalb bei den Überholungen in den untersten Schüssen 50 x 50 x 4mm Steinzeugringe untergebracht worden; bei der Überholung der Kolonnen 3 und 4 ist beabsichtigt, Ringe aus Metall (Al für A-Lauge, Fe für M-Lauge) einzufüllen.

Die Kolonnen 1 und 2 sind bis 24.11.34 unter 1.0 bis 1.3 atü Druck betrieben worden. Nach der Feststellung, dass die Druckkautreibung einen Vorteil nicht an die Hand gibt, wurden ernste Schwierigkeiten mit den Entspannungsventilen zum äusseren Anlass dafür, die Druckkolonnen auf drucklosen Betrieb umzustellen. Die Schwierigkeiten bestanden darin, dass hinter den Kondensatoren angeordneten Entspannungsventile ^{x)} infolge Bildung von Schwefeleisen und hierdurch bedingtes Verpulvern der bewegten Flächen nach etwa 2 Monaten Betriebszeit klemmten. Als Folge hiervon stiegen und fielen die Drucke in der Kolonne oft sprunghaft, sodass die Sicherheit des Betriebes gefährdet war. Sämtliche Entspannungsventile (hinter den Kolonnen und hinter den Kondensatoren) wurden bei passender Gelegenheit im Frühjahr 1935 ausgebaut.

Man muss aber im Auge behalten, dass die Einrichtung der Kolonnen 1 und 2 als Druckkessel insofern eine Reserve darstellt, als die Kolonnen beim Regenerieren unter Druck stärker belastet werden können. Falls sich deshalb eine Notwendigkeit hierzu ergibt, sollen die Entspannungsventile nach entsprechendem Umbau ^{xx)} wieder eingesetzt und die Kolonnen 1 und 2 wieder unter Druck gefahren werden. In diesem Falle muss, wenn ein Betriebsdruck über etwa 1.5 atü aufrecht erhalten werden soll (wobei dann auch die Pumpe für heisse regenerierte Lauge entfällt), der Laugekocher mit höher gespannten Dampf (4-5 atü) geheizt werden.

Wenn man von der durch die Entspannungsventile hervorgerufene Störung absieht, hat sich die Druckregenerierung der Lau-

x) Lieferfirma: Schäfer und Buddenberg, Magdeburg

xx) Wie die technischen Versuche zur Verflüssigung von Schwefelwasserstoff gelehrt haben, müssen sämtliche in der H₂S Atmosphäre bewegte und beanspruchte Teile aus V₂A hergestellt werden.

gen in den grossen Kolonnen 1 und 2 sehr glatt vollzogen, wie denn auch bei dem jetzt über 2 Jahre in Betrieb befindlichen Druckaustreiber der alten Anlage niemals durch das Arbeiten unter Druck bedingte Störungen aufgetreten sind.

Das von den Versuchskolonnen bekannte und gefürchtete Überreissen („Kotzen“) der Kolonnen ist zwar sehr selten geworden, aber doch nicht ganz ausgeblieben. Die Kolonne 2 ist nach ihrer Einordnung in die Winkler-Wassergas-Vorentschwefelung mehrmals übergerissen, das letzte Mal kurze Zeit nach der Einfüllung neuer 50er Steingeringe bei einer Belastung mit $50 \text{ m}^3/\text{h}$ Lauge und 6 t/h Gesamtdampf, sodass sich hiernach als Belastung für beginnendes Überreissen bei einer mit 50er Ringen gefüllten Kolonne ergibt:

$25 \text{ m}^3/\text{h}$ Lauge und 3 t/h Dampf pro 1 m^2 Querschnitt.

Es ist eine- auch von der Destillationstechnik her- wohlbekannte Tatsache, dass man schon knapp unter der einmal festgestellten Überreissgrenze ohne jede Gefahr operieren kann, in unserer Anlage sind einige Kolonnen dauernd belastet mit:

$24 \text{ m}^3/\text{h}$ Lauge und 2.66 t/h Dampf pro 1 m^2 Querschnitt.

Man muss nur eine absolute Sicherung dagegen treffen, dass die Überreissgrenze erreicht werden kann; das sicherste Mittel ist: die Pumpenhöchstleistungen etwas niedriger zu wählen als die höchste zulässige Kolonnenbelastung.

In den Kolonnen 3 und 4 sind mehrmals Laugestauungen in der Kolonne bei Belastungen von $70 \text{ m}^3/\text{h}$ Lauge und 8.4 t/h Gesamtdampf beobachtet worden, es steht aber nicht fest, wie weit hierfür die sicherlich schon vorhandene durch Ringbruch bedingte Querschnittsverminderung verantwortlich zu machen ist.

2. Wärmeaustauscher.

Inbetriebnahme:

Datum der Bestellg: 13. 4.34
u. 3.10.34

28.9.34 (Nr.1); 20.11.34 (Nr.2)
16.9.35 (Nr.3); 2. 5.35 (Nr.4)

Lieferfirma: Maschinenfabrik Heckmann, Breslau

Gesamtgewicht: 6 677 kg Bezugspreis: 22 125.- RM je Stück

Material: 99.5%iges Aluminium.

Beschreibung: 10 Einzelelemente, Rohre in Haarnadelform gebogen; das oberste Element ist für die Vorwärmung der gesättigten Laugen mit Niederdruckdampf eingerichtet (wird aber nicht als Vorwärmer benutzt). Bei diesem Element sind wegen der Wärmeausdehnung die Einzelrohre schraubenförmig gewunden.

Austauschfläche mit Vorwärmer: 418 m²
 Austauschfläche ohne Vorwärmer: 384 m²
 Betriebsdruck: 3 atü; Probedruck: 4.5 atü;

Die Austauschleistung der Wärmeaustauscher ist, besonders wenn auch der Vorwärmer als Austauscher betrieben wird eine vorzügliche, wie folgende Messungen am Austauscher 3 zeigen:

Laugemenge:	36 m ³ /h	55 m ³ /h
Regenerierte Lauge WA-Eingang:	106°	106°
Regenerierte Lauge WA-Ausgang:	39°	40°
Gesättigte Lauge WA-Eingang:	31°	31°
Gesättigte Lauge WA-Ausgang:	93°	91°

Gelegentlich einer Verlegung der Laugeleitungen am Wärmeaustauscher 2 wurde eine grössere Unzulänglichkeit im inneren Aufbau der Austauscher aufgedeckt. Es zeigte sich, dass die Schikanenbleche der Röhrenbündel, weil sie nicht festgelegt sind, flattern und weil ausserdem die Schikanenbleche ausnehmend scharf kantig und spitzeckig sind, dabei die Rohre des Bündels mehr oder weniger stark angeschnitten werden. In einzelne Rohre waren bereits durchgehende Löcher eingeschnitten, sodass kleine Mengen von gesättigter Lauge in die regenerierte Lauge übertreten konnten. Bei dem für das Reservesystem bestellten neuen Wärmeaustauscher sind deshalb folgende Änderungen getroffen worden.

1. Die Schikanenbleche sind 15 mm stark und abgerundet und durch Punktschweissung gegen Verschieben auf den Rohren gesichert.
2. Die Schikanenbleche sind so angeordnet, dass jedes Rohr nach spätestens 2.7 m in einem Schikanenblech abgestützt ist. Bei der alten Ausführung waren die Abstände 4 - 5 m, sodass aus diesem Grunde die verhältnismässig dünnen Rohre (20/24 mm) flattern konnten.

Bei den vorhandenen Wärmeaustauschern werden die Schikanenbleche mit Hilfe von Bandagen festgelegt und die Bandagen jeweils in solchen Abständen verlegt, dass ein Flattern der Rohre ausbleibt. Der Wärmeaustauscher 3 ist bereits in dieser Weise umgebaut. Sobald der Reservewärmeaustauscher in Betrieb genommen werden kann, wird diese Änderung auch an den noch ausstehenden Wärmeaustauschern vorgenommen.

Ein kleinerer Fehler war es, dass die Wärmeaustauscher in der gelieferten Ausführung an den Flanschen der Ubogenhauben

zuerst nicht Lauge dicht waren, weil die Haubenflansche nur auf die Aussenrohre, nicht aber auf ihre Unterlage angepresst werden konnten.

Mit Ausnahme von Wärmeaustauscher 1 konnten die Wärmeaustauscher gelegentlich von Abstellungen durch Einbau der fehlenden Schrauben auf vollständige Dichtigkeit gebracht werden.

3. Rieselkühler.

Datum der Bestellg: 16.2.34

Inbetriebnahme:

28. 9.34 (Nr.1 u. 2)
20.11.34 (Nr.3 u. 4)
16. 9.35 (Nr.5 u. 6)
2. 5.35 (Nr.7 u. 8)

Lieferfirma: Eduard Tänzer, Leipzig

Gesamtgewicht: 5 075 kg; davon 1 215 kg Aluminium und
3 860 kg Eisen.

Bezugspreis: 6 450.- RM je Stück.

Baustoff: 99.5%iges Aluminium.

Beschreibung: 4 flanschenlos aufgebaute, parallel geschaltete Rohrstränge.

Kühlfläche: 91 m².

Weil alle vier Teilstränge nahe nebeneinander angeordnet sind, ist das Reinigen der zwei mittleren Rohrstränge und das Ausrichten der Wasserverteiler sehr erschwert und sogar unmöglich gemacht.

Bei künftigen Entwürfen muss beachtet werden, dass nur jeweils zwei Rohrstränge nebeneinander gelegt werden dürfen und dass zwischen je zwei Rohrsträngen ein Bedienungsgang verbleibt.

Es ist nicht richtig, dass die Wasserverteilerbleche über die ganze Länge der Rohre aus einem Stück gefertigt und dass die Bleche an den Rohren fest verschraubt sind, weil die Bleche sich nicht ausdehnen können und sich stark werfen. Die Verteilerbleche müssen unterteilt und lose aufgehängt werden, damit eine leichte Ausdehnung möglich ist.

4. Kondensatoren.

Datum der Bestellg: 26. 4.34
u. 19.10.34

Inbetriebnahme:

28. 9.34 (Nr.1); 20.11.34 (Nr.2)
16. 9.35 (Nr.3); 2. 5.35 (Nr.4)

Lieferfirma: Gellendien und Haffner, Bernburg (Saale)

Gesamtgewicht: 7 000 kg

Bezugspreis: 5 460.- RM je Stück

Baustoff: M I Kesselblech.

Beschreibung: Aufbau aus 2 Teilen (jetzt 3 Teile!); 800 mm $\varnothing$
10 m hoch.

Kühlfläche: 200 m².

Im Mantel Betriebsdruck: 3 atü Probedruck: 4.5 atü
In den Rohren Betriebsdruck: 1 atü Probedruck: 2.0 atü

Bei einer Abstellung Mitte Februar 1935 zeigte es sich, dass im Kondensator 1 Kühlwasser von der Wasserseite in den Gasraum überströmte. Die hierauf vorgenommene Untersuchung ergab, dass ein Teil der Innenrohre der unteren Hälfte des Kondensators 1 von den Schikaneblechen angeschnitten und einzelne Rohre sogar durchschnitten waren. Als Ursache hierfür musste das Vibrieren und Schwingen der Innenrohre angesehen werden, welches offensichtlich durch die Kondensation des Wasserdampfes (welche fast ausschliesslich in der unteren Hälfte vor sich geht) hervorgerufen wurde und bei den in Betrieb stehenden Apparaten leicht abgehört werden konnte. Um diese Störung auszuschliessen, wurden die Kondensatoren (mit Ausnahme von Nr. 2, der erst nach Eintreffen des Reservekondensators 5 ausser Betrieb genommen werden kann) in der Weise umgebaut, dass die untere Hälfte der Kondensatoren nochmals in zwei kleinere Hälften unterteilt wurde und in diesen die Schikanebleche fortgelassen wurden. Undichtigkeiten der Kondensatoren sind daraufhin nicht mehr festgestellt worden.

5. Pumpen.

Eine Übersicht, welche die in der Alkacid Waschanlage verwendeten Laugepumpen beschreibt, wird mit der Tabelle 6, Seite 37 gegeben.

Die zuerst allein verwendeten hoctourigen KSB-Pumpen haben mehrere Nachteile. Es ist bei einer so schnell laufenden Welle nicht leicht, die Stopfbüchsen dicht zu bekommen. Bei den kalt laufenden Pumpen wurde später eine befriedigende Dichtigkeit dadurch erzielt, dass die V₂A-Stopfbüchsen durch solche aus gehärtetem Stahl ersetzt wurden. Bei den Pumpen, welche heisse Lauge fördern, lässt die Dichtigkeit der Stopfbüchse noch zu wünschen übrig. Ein besonderer Nachteil der schnell laufenden KSB-Pumpen ist es, dass infolge der kleinen Saugöffnungen in den Saugleitungen Unterdrucke von mehreren Metern WS herrschen. Als Folge hiervon treten bei den gesättigten Laugen Entgasungen

T a b e l l e 6

Übersicht

über

die Laugepumpen der Alkacid Waschanlage.

Lieferfirma	Klein, Schanz- lin u. Becker Frankenthal	Amag-Hilpert Pegnitzhütte Nürnberg	Maschinenfabrik Odesse Oschersleben (Bode)		
Datum der Bestellg.	14.2.34 22.3.34 u. 9.5.34	4. 7. 34 u. 22.10.34	26.2.35	26.2.35	26.2.35
Bezugspreis je Stück	RM 825.-	RM 1 065.-	RM 750.-	RM 925.-	RM 320.-
Stückzahl	10	4	2	2	1
Type	SNEG Niederdruck- kreisell	A S12, 5/19 Spezial-Krei- sel	Hochdruck- kreisell	Spiral- gehäuse- kreisell	Spiral- gehäuse- kreisell
Fördermenge in m ³ /h	60	65	80	80	80
Förderflüssig- keit	Lauge von 90 - 100°C	Lauge von 130°C	kalte Lauge	heisse Lauge	kalte Lauge
Förderhöhe in m Wassersäule	78	40	75	50	15
Anzahl der Druckstufen	1	1	2	1	1
Drehzahl U/Min.	2880	1440	1450	1450	1450
Kraftbedarf in PS	32	18	31.6	24.5	6.6
Material	Silumin	Silumin	feinkörni- ges Spezial- gußeisen.	Silumin	feinkör- niges Spezial- gußeisen
Welle	SM-Stahl	SM-Stahl	SM-Stahl	V ₂ A	SM-Stahl

und bei den heissen regenerierten Laugen Wasserverdampfungen in der Pumpe auf, wodurch die Pumpenleistung herabgesetzt wird. Die KSB-Pumpen leisten ausnahmslos anstatt $60 \text{ m}^3/\text{h}$ nur $48 \text{ m}^3/\text{h}$.

Ausserdem wirkte sich der Unterdruck in der Saugleitung zuerst dahin aus, dass über den Druckausgleichkanal und über die Stopfbüchse Luft angesaugt wurde. Dieses Ansaugen von Luft, welches bei den KSB-Pumpen von System I nicht schnell genug beachtet wurde, führte im Dezember 1934 dahin, dass der Sättigungswert der Lauge innerhalb von 4 Wochen um 3 Punkte zurückging. (Thiosulfatbildung). In die Druckausgleichkanäle sämtlicher KSB-Pumpen wurden deshalb zur Beseitigung dieses Mißstandes je eine Drosselschraube eingebaut, welche jeweils so eingestellt wird, dass die Stopfbüchse unter geringem Überdruck steht.

Auf Grund dieser Erfahrungen wurde beim weiteren Ausbau der Anlage auf niedertourige Pumpen mit doppelten Stopfbüchsen übergegangen (Amag-Hilpert und Odessa). Durch diese Massnahme wurde erreicht:

1. Die Saugöffnungen der Pumpen zeigen von vornherein keinen Unterdruck.
2. Weil in den Raum zwischen den zwei Stopfbüchsen Stickstoff eingeführt wird, kann selbst bei auftretendem Unterdruck nur Stickstoff aber keine Luft eingesaugt werden.
3. Das Dichthalten der Stopfbüchsen ist bei den langsamer laufenden Pumpen von sich aus erleichtert.

Besonders die Ausführung, wie sie bei den Odessa Pumpen getroffen wurde, hat sich hervorragend bewährt. Sowohl die gusseisernen zweistufigen wie die einstufigen Silumin-Pumpen von Odessa haben jetzt Laufzeiten von mehreren Monaten zurückgelegt, während derer keinerlei Nacharbeit an den Pumpen notwendig war.

Indem als weitere Massnahme seit Januar 1935 sämtliche Lauge, welche durch die Stopfbüchsen der Pumpen auslaufen, unter Stickstoff aufgefangen werden (was aber bei den KSB-Pumpen nur beschränkt möglich ist), wurden späterhin Schädigungen der Lauge durch Sauerstoffaufnahme (Thiosulfatbildung) vollständig vermieden.

Sofern sonst noch Störungen aufgetreten sind, waren sie ausnahmslos darauf zurückzuführen, dass Festkörper (Trümmer von Raschig Ringen) in die Laufräder der Pumpen geraten waren,

was sich besonders in der ersten Betriebszeit häufiger ereignete. Heute sind überall vor den Pumpen Steinfänger eingebaut, sodass Störungen dieser Art jetzt ausbleiben.

6. Silumin-Desintegratoren.

Datum der Bestellg: 8.5.u.25.5.34 Inbetriebnahme: 9.135
 Lieferfirma: Zschocke Werke, Kaiserslauten.
 Gewicht: 2 100 kg je Stück; Bezugspreis: 7 350.- RM je Stück
 Baustoff: Gehäuse und Naben aus Silumin, Welle aus SM-Stahl, Laufbüchsen, Flügelbleche, Schlagstabeinbauten und Einspritzrohre aus V₂A.
 Leistung: 13000 m³ Gas/h und 36-60 m³ Lauge, spez.Gew. 1.20/h.
 Kraftbedarf bei 725 U/Min. u. 35 m³/h: 110 PS.

Der Betrieb der Silumin Desintegratoren ist durch fortgesetzte mechanische Schwierigkeiten gestört gewesen.

Diese waren durch folgende Umstände bedingt:

1. Von der Lieferfirma waren die Stopfbüchsen nicht einwandfrei ausgeführt worden.
2. Die Laugeaustrittsstutzen an den Gehäusen waren viel zu klein und lagen zu nahe über dem Boden.
3. Die Schlageinbauten wurden sehr leicht schadhaft, z.B. bei kurzem Laugeanstieg ins Gehäuse (der die grossen Theisenwäscher in Me 282 aber nicht schädigte). Eine Ursache für die zuletzt im Desintegrator Süd eingetretene Beschädigung des Korbes konnte nicht festgestellt werden. Diese Empfindlichkeit der Einbauten ist der grösste Übelstand der Silumin-Desintegratoren, der solange er nicht beseitigt ist, jeden dauernden Betrieb unmöglich macht.
4. Als Antrieb wurden alte gebrauchte Turbinen verwendet.
5. Nur bedingt kann das Schäumen der Lauge für die Störungen verantwortlich gemacht werden, denn das später viel stärker aufgetretene Schäumen der Lauge bei der Wassergas Vorentschwefelung hat die Theisen Wäscher in Me 282 nicht beeinträchtigt.

Da die Desintegratorenwäsche, wie im vorausgegangenen Abschnitt berichtet wurde, vom Feld Wäscher hinsichtlich der physikalisch-chemischen Leistung beträchtlich übertroffen wird, soll dieselbe ausgebaut werden, zumal hierdurch der um das System 1 sehr beengte Raum weitgehendst wieder aufgelockert wird.

Der für die Desintegratorenwäsche zu beschaffende Feld Wäscher soll im Raume der Reservekolonne 5 aufgestellt werden.

7. Feld Wäscher.

Datum der Bestellung: 30.1.35 Inbetriebnahme: 17.9.35
 Lieferfirma: Walter Feld u. Co; Essen
 Gewicht: 42 000 kg; Bezugspreis: 44 500.- RM
 Baustoff: Eisen.
 Beschreibung: 3000 mm L, 11325 mm Höhe, 10 Trichtergruppen
 Direkter Keilriemen Antrieb der Welle durch
 den auf dem oberen Deckel aufgestellten Elek-
 tromotor (85 kWh). Getriebe am Deckel mittels
 Tauchstopfbüchse für maximal 1200 mm WS Gas-
 druck gegen Gasraum abgeschlossen. Besondere
 Ausführung des unteren Führungslagers der Wel-
 le, um den Eintritt von Lauge in das Lager aus-
 zuschliessen.
 Drehzahl: 125 U/Min. durch Austausch der Keil-
 riemenscheiben zwischen 100 und 156 regulier-
 bar. Im übrigen bekannte Schleudermäscheraus-
 führung „Feld“ nach Feld Zeichnung Nr. 3086.

Der Feld Wäscher hat sich nicht nur in physikalisch-chemi-
 scher Hinsicht, sondern auch in mechanischer Beziehung ausge-
 zeichnet bewährt. Er hat zur Zeit der vorliegenden Nieder-
 schrift^{x)} ohne irgendwelche Störung 147 Betriebstage zurückgelegt.

Der Wäscher war bei der Lieferung so eingerichtet, dass das
 Rohgas erst in Höhe des 3. Trichters eingeführt wurde, die Trich-
 ter 1 und 2 waren mit Hilfe einer Tauchung gasseitig gegen den
 darüber liegenden Waschraum abgeschlossen und wurden mit Stick-
 stoff gespült. Diese Einrichtung, welche die Austreibung von in
 der Lauge gelösten Hy-Gas bewirken sollte, bewährte sich - je-
 denfalls zur Zeit der Schaumchwierigkeiten - in keiner Weise.
 Andererseits verschwand der Hy-Gas-Gehalt des „Feld-Wäscher“-
 Schwefelwasserstoffs, sobald es gelungen war, das Schäumen der
 Lauge zu unterdrücken. Deshalb wurde der Gaseingang wie üblich
 nach unten verlegt, die Tauchung der 3. Gruppe entfernt und der
 Wäscher weiterhin mit sämtlichen Trichtern für die Gaswaschung
 betrieben.

Da die Wärmeentwicklung bei der hohen Aufladung im Feld
 Wäscher beträchtlich ist - die Lauge erwärmt sich um 12°C -
 wäre es notwendig, dass in den Wäscher eine Laugekühlung einge-
 baut würde, wodurch wahrscheinlich eine Erhöhung der H₂S-Aufla-
 dung der Lauge um etwa 1-2 Punkte ermöglicht würde. Wie auf
 Seite 27 schon dargelegt wurde, kann vielleicht auch durch die

Ausschaltung des Laugekreislaufes innerhalb der Trichtergruppen eine Erhöhung der H_2S -Beladung der Lauge erreicht werden. Zur Zeit wird gemeinschaftlich mit der Firma Feld der Plan zu einem Umbau aufgestellt, durch welchen die beiden fehlenden Einrichtungen geschaffen werden sollen.

4. Herstellung von hochprozentigen Schwefelwasserstoff für die Hy-Kontaktfabrik Me 22 d.

A. Entwicklung.

Anfang 1934 wurde der Alkacid-Wäsche die Aufgabe gestellt, die notwendigen Schritte zu unternehmen, um die laufende Belieferung der in Bau befindlichen Kontaktfabrik Me 22 d mit etwa 3 t hochprozentigem Schwefelwasserstoff (etwa 90%ig) pro Tag sicher zu stellen.

Die Frage der Gewinnung von reinem Schwefelwasserstoff aus dem bei der Alkacid-Wäsche anfallenden durch Kohlensäure verunreinigten Gasen war schon vorher, im Spätjahr 1931, in Oppau bearbeitet worden. Nach den damals angestellten Untersuchungen erschien es möglich, die Kohlensäure aus dem Schwefelwasserstoff-Kohlensäure Gasgemisch mit Aufschlämmungen von gelöschtem Kalk, zumal bei erhöhter Temperatur auszuwaschen ^{x)}. Die auf Grund dieser Versuche in Leuna eingerichtete und im Winter 1933 betriebene Versuchswäsche, stiess aber - hauptsächlich wegen der Benutzung von mit Raschig-Ringen gefüllten Türmen als Wascheinrichtung - auf solche mechanische Schwierigkeiten, dass die technischen Versuche in dieser Richtung zunächst wieder eingestellt wurden. Zumal andere Wege, zu hochprozentigen Schwefelwasserstoff zu gelangen, einfacher erschienen.

Da zu dieser Zeit noch vorgesehen war, den Schwefelwasserstoff in flüssigen Zustände in grösseren Stahlbehältern nach der Kontaktfabrik zu transportieren, war es nahe liegend daran zu denken, den Rohschwefelwasserstoff wie anfallend (60%iger H_2S) zu verflüssigen und die viel höher siedende Kohlensäure in einer geeigneten Kolonne aus dem Schwefelwasserstoff abzudestillieren. Dass eine solche Arbeitsweise zum Ziele führen sollte, zeigte nicht nur die theoretische Überprüfung der vorliegenden Verhältnisse, sondern auch das Verhalten des in Stahlflaschen abgefüllten flüssigen Rohschwefelwasserstoffs

x) Vergleiche Pat.Anmeldg.O.2.7348 v. 2.11.1934, (Braus u. Mengdehl)

beim Entspannen, der nach einer grösseren Gasentnahme fast Kohlensäure frei in der Flasche zurückblieb. Auf Grund dieser Überlegungen wurde eine Druckkolonne zur Trennung von Kohlensäure und Schwefelwasserstoff durch Destillation aufgestellt, welche von Herrn Obering. Hasselblatt entworfen und berechnet worden war.

Als die Kolonne fertig gestellt war, wurde Me 22 d bereits mit demjenigen Schwefelwasserstoff beliefert, der in der Desintegratoren Versuchswäsche ohne jedes Zutun etwa 90% anfiel. Die Absicht, die Druckdestillation des Schwefelwasserstoffs trotzdem einige Zeit versuchsweise zu betreiben, liess sich wegen der vielen Arbeiten und Aufgaben, welche der Aufbau der Alkacid-Entschwefelung mit sich brachte und späterhin auch wegen der vollkommenen Einstellung der Verflüssigung von Schwefelwasserstoff leider nicht verwirklichen. Die Kolonne wird seit einiger^{zeit} im Rahmen der technischen Butadien Versuche für die kontinuierliche Trennung von Kohlewasserstoffen benutzt.

Auf einen anderen Weg zur Gewinnung von hochprozentigem Schwefelwasserstoff hatten Beobachtungen gewiesen, welche bei der Regenerierung von gesättigten Alkacid-Laugen mit Dampf und Kohlensäure gemacht worden waren. Bei diesen Versuchen hatte es sich gezeigt, dass beim Behandeln von Schwefelwasserstoff enthaltenden gesättigten oder halb gesättigten Laugen bei erhöhter Temperatur (z.B. 70-95°, knapp unter der Temperatur der beginnenden Laugeentgasung) mit Kohlensäure oder Kohlensäure haltigem Schwefelwasserstoff, die Kohlensäure unter Verdrängung einer äquivalenten Menge von Schwefelwasserstoff von der Lauge vollkommen aufgenommen wird, sodass auf diese Weise ein fast reiner Schwefelwasserstoff gewonnen wird. Eingehende Laboratoriumsversuche^{x)} liessen erwarten, dass es nach dieser Arbeitsweise möglich wäre, fast 100%igen Schwefelwasserstoff zu gewinnen. Die Durchführung dieses Verfahrens in einer 500 mm Kolonne, welche in die grosse Alkacid-Versuchsanlage eingeordnet war, enttäuschte aber; der erhaltene Schwefelwasserstoff war nur 85%ig. Es war wahrscheinlich, dass das unbefriedigende Ergebnis der technischen Umsetzung auf eine - im Vergleich zum

x) Näheres Akten Alkacid-Entschw. Betr. Labor.

Laboratoriumsversuch - schlechte Berührung zwischen Gas und Lauge und wahrscheinlich auch auf Überlastung der Umsetzungskolonne zurückzuführen war. Die Umstellungen und technischen Versuche in dieser Richtung wurden aber dadurch beeinträchtigt, dass die Versuchsanlage zu dieser Zeit schon die betriebsmässige Entschwefelung des Hy-Heizgases übernommen hatte und diese nicht gestört werden konnte.

Mittlerweile hatte aber mit dem Betrieb der Desintegratoren-Versuchswäsche eine Quelle mit laufenden und grösseren Mengen von 90-92%igem Schwefelwasserstoff zu fliessen begonnen. Es war selbstverständlich, dass damit alle anderen Anstrengungen zur Gewinnung von hochprozentigen Schwefelwasserstoff zunächst eingestellt wurden, zumal sich die Desintegratorenwäsche allein vom Standpunkt der Hy-Gas Entschwefelung der Waschturm Waschung überlegen zeigte und auch in der Neuanlage eingerichtet werden sollte.

B. Belieferung der Kontaktfabrik.

Die Versorgung der Kontaktfabrik Me 22 d erfolgte dann nach deren Fertigstellung ab 14. Juli 1934 ununterbrochen bis heute mit dem in der Desintegratorenwäsche der Versuchsanlage ausgewaschenen hochprozentigen Schwefelwasserstoff über eine besondere, flanschenlos verlegte, geschweisste 300er-Leitung und einen kleinen südlich der Trautanlage aufgestellten 25 m³-Gasometer. Als im Oktober 1934 die betriebsmässige Entschwefelung der Hydrierungsrückgase von der alten nach der neuen Waschanlage verlegt wurde, wurde die Desintegratorenwäsche der Versuchsanlage mit der Druckkolonne und den dazu gehörigen Apparaten lediglich zur Erzeugung von hochprozentigen Schwefelwasserstoff weiterhin und schliesslich bis heute in Betrieb gehalten.

Bemerkenswerte Unterbrechungen in der Belieferung der Kontaktfabrik mit hochprozentigem Schwefelwasserstoff sind auch in der Anfangszeit von Seiten der Alkacid-Anlage nicht verursacht worden. Soweit Reparaturen notwendig waren, konnten sie ohne Abstellungen durchgeführt oder so lange aufgeschoben werden, bis sie mit Abstellungen und Reparaturen der Kontaktfabrik zusammengelegt werden konnten.

Die an die Kontaktfabrik gelieferten Schwefelwasserstoffmengen schwankten zwischen 20 000 und 30 000 kg S pro Monat (vergl. Figur 3). Die Gehalte der Gase an H₂S im Monatsdurchschnitt

ab Oktober 1934 sind aus der Tabelle 4 auf der Seite 22 und der zeichnerischen Darstellung Figur 6 zu entnehmen.

Schon im Spätjahr 1934 begann der Gehalt des in der Desintegratorenwäsche anfallenden Schwefelwasserstoffs, welcher zuerst in jedem Falle 90% und darüber betragen hatte, abzusinken, weil mit dem Fortschreiten der Kohlehydrierung der Gehalt der Hy-Gase an Kohlensäure immer mehr anstieg. Indem aber der Betrieb der Desintegratoren Versuchswäsche nur auf das Ziel, hochprozentigen Schwefelwasserstoff zu gewinnen, eingestellt wurde, war es möglich doch einen mindestens 88%igen Schwefelwasserstoff zu liefern. Hierbei bewährte sich besonders die Arbeitsweise, dass der Überschuss von hochprozentigem Schwefelwasserstoff (etwa die Hälfte des insgesamt ausgewaschenen H_2S) anstatt in die H_2S -Sammelleitung in den Hy-Rohgas-Teilstrom vor der Desintegratorenwäsche zurückgeführt wurde. Auf diese Weise wurde das Verhältnis von $H_2S : CO_2$ im Hy-Rohgas der Desintegratoren Wäsche zugunsten des H_2S verschoben, und es war infolgedessen möglich, einen reicheren Schwefelwasserstoff auszuwaschen.

Um die Reinheit des Schwefelwasserstoffs zu erhöhen, wurde dann im März 1935 nach nochmaligen Laboratoriumsversuchen und in Anlehnung an die von der A-Kohle Entschwefelung in Me 285 betriebene Kolonne eine mit einer stehenden Säule von verdünnter Kalkmilch arbeitende Kolonne für die Entfernung der Kohlensäure aus dem H_2S -Gas aufgestellt und in Betrieb genommen. Diese Kolonne arbeitet besonders seit der Entfernung der Lochbo-deneinbauten sehr zufrieden stellend. Bei 2-3% H_2S -Verlust werden aus dem Rohschwefelwasserstoff mit 85% H_2S etwa 10% Kohlensäure ausgewaschen und der Gehalt des Schwefelwasserstoffs somit laufend auf 95% H_2S angereichert. Eine noch weitergehende Entfernung der Kohlensäure, welche aber von der Kontaktfabrik nicht verlangt wird, wäre wahrscheinlich dann möglich, wenn Massnahmen getroffen würden, welche eine richtige Einhaltung des Gegenstromprinzip bei der Waschung bewirken, das naturgemäss bei der Waschung in einer stehenden Säule nicht ausgeprägt ist. Eine solche Massnahme wäre z.B. schon die Unterteilung der einen Kalkmilchsäule in zwei oder drei hintereinander und von Gas und Kalkmilch im Gegenstrom zu einander zu befahrende kleinere Waschsäulen.

Die Einrichtung einschliesslich Kalkwäsche, wie sie seit März 1935 zur Herstellung des hochprozentigen Schwefelwasserstoffs betrieben wird, ist in der Anlage 7 schematisch dargestellt.

Es versteht sich, dass es nicht beabsichtigt war, die Desintegratoren Versuchswäsche dauernd in Betrieb zu halten. Diese sollte die Belieferung der Kontaktfabrik vielmehr nur so lange übernehmen, bis hochprozentiger Schwefelwasserstoff von der grossen Desintegratorenwäsche der Neuanlage deren Inbetriebnahme sich aber immer wieder verzögerte, zur Verfügung stand. Der dauernde Betrieb der grossen Desintegratorenwäsche ist aber schliesslich aus den bereits dargelegten Gründen nicht verwirklicht worden. Es wurden deshalb die Vorarbeiten für die Einrichtung der folgenden Arbeitsweise zur einfacheren und wirtschaftlicheren Gewinnung von hochprozentigem Schwefelwasserstoff durchgeführt, welche dann zugleich die Stilllegung der alten Desintegratoren Wäsche ermöglichen sollte: Von dem im Feldwäscher-System in grösster Menge anfallenden 70%igen Schwefelwasserstoff wird ein passender Teilstrom abgezogen und mit Hilfe eines Druckgebläses zur Kohlensäureentfernung durch eine, wie oben beschrieben, umgebaute Kalkmilchwäsche gepresst und hierauf an die Kontaktfabrik abgegeben. Hierdurch sollten die Gewinnungskosten von 50 Pf. auf 33 Pf. pro m³ H₂S, 95%ig gesenkt werden.

Indessen haben - wie wiederholt im Falle des Kontakt-H₂S - von anderer Seite kommende Entwicklungen weitere Bemühungen der Alkacid-Entschwefelung überflüssig gemacht. In der Destillation der Hydrierung wird zur Zeit eine kleine Alkacid-Wäsche eingerichtet, welche Schwefelwasserstoff aus einem praktisch Kohlensäure freien Gase auswaschen und darum sehr reinen Schwefelwasserstoff gewinnen wird. Diese Anlage wird nach ihrer Inbetriebnahme etwa ab August 1936, anstelle der Alkacid Entschwefelung Me 282, die Kontaktfabrik mit Schwefelwasserstoff beliefern.

5. Vorentschwefelung des Winkler Wassergases.

A. Einrichtung.

Mit dem Ausbau der Hydrierung hat sich die Lage ergeben, dass die Aktivkohle-Entschwefelung, solange ein gewisser Teil der A-Kohle Anlage für die Stickstoffproduktion abgestellt bleiben muss, nicht mehr imstande ist, die sämtlichen angelieferten Gase zu entschwefeln. Bei der Untersuchung der Frage, wie Abhilfe zu schaffen ist, hat es sich gezeigt, dass die Aktivkohle-Entschwefelung am einfachsten dadurch entlastet werden kann, dass das Winkler-O-Wassergas ($30\,000\text{ m}^3/\text{Stunde}$) nach dem Alkalid Verfahren von etwa 23 gS/m^3 auf etwa 8 gS/m^3 vorentschwefelt wird. Für diese Reinigung kam auf Grund der Erfahrungen wegen des hohen Kohlensäuregehaltes des Winklergases, welcher etwa $25\% \text{ CO}_2$ ausmacht, nur eine Desintegrator-Wäsche in Frage. Kurze mit Winkler Wassergas angestellte technische Waschversuche hatten das Ergebnis, dass die Entschwefelung von 23 gS auf 8 gS/m^3 im Desintegrator mit einer Laugeaufladung von $6-7\text{ m}^3 \text{ H}_2\text{S/m}^3$ Lauge bewerkstelligt werden kann und dass der Feld'sche Wäscher für die Waschung des Winklergases nicht in Frage kommt, weil er nur eine Laugeaufladung von etwa $3\text{ m}^3 \text{ H}_2\text{S/m}^3$ Lauge bewirkt.

Die Einrichtung der Vorentschwefelung liess sich deshalb leicht ermöglichen, weil in Me 282 unmittelbar neben der Alkalid-Anlage eine Reihe nicht benutzter passender Desintegratoren (System Theisen) zur Verfügung standen und das Winkler Wassergas ohnehin zwecks Entstaubung über den Bau Me 282 geführt wird.

Ausserdem konnte einstweilen zur Erprobung der neuen Entschwefelung das vorhandene Reserve-Regeneriersystem der Hy-Rückgas Entschwefelung benutzt und die Beschaffung einer eigenen Regeneriereinrichtung für die neue Wassergas Entschwefelung bis zu deren betriebsmässig festgestellten Bewährung aufgeschoben werden.

Die Anordnung welche insgesamt zur Vorentschwefelung des Winkler Wassergases in Me 282 getroffen und im Laufe des Sommers 1935 unter Benutzung der vorhandenen Apparate und Neuaufr-

stellung von drei grossen Tropfenfängern und der fehlenden Lau-
gepumpen verwirklicht wurde, ist in der Anlage 8 schematisch
dargestellt. Das Winkler Wassergas wird wie bisher zunächst in
den Desintegratoren A (Nr. 1 und 2 in Me 282) entstaubt, ge-
langt dann aber nicht wie bisher unmittelbar in die Reingaslei-
tung hinter I und nach der Aktivkohle-Entschwefelung, sondern
wird zur Vorentschwefelung nacheinander durch die Apparate C
bis I geführt. C stellte den früheren Kühler 4 dar, der als
Waschturm zur Entfernung etwa in den Gasen enthaltenen Schwefel-
dioxyds, welches die Alkacidlauge verderben würde, betrieben
wird. Der Waschturm ist zu diesem Zweck mit Kalksteinen ange-
füllt, welche mit Wasser berieselt werden. Die Anordnung dieses
„Entsäuerungsturmes“ vor die eigentliche Alkacid Wäsche, welche
auf Grund der früheren Winklerwassergasversuche (vergl. Seite 4)
für notwendig erachtet wurde, kann aber wahrscheinlich, wie vor-
weg genommen werden soll, nach den mittlerweile gemachten Fest-
stellungen entfallen. Die Untersuchung des von dem Kalkturm
abfliessenden Wassers hat nämlich bis jetzt keine SO_2 - oder
 SO_3 -Aufnahme oder Thiosulfatbildung angezeigt, insbesondere konn-
te bei der Führung der Berieselungswässer im Kreislauf keine be-
merkenswerte Schwefelanreicherung beobachtet werden. Es wäre
nur noch möglich, dass der Kalkturm andere die Laugen schädigen-
de Bestandteile (Cl, HCN) abfängt, worüber die Untersuchungen
noch im Gange sind.

Die Gase gelangen hierauf zwecks Feinentstaubung noch in
die Desintegratoren D mit den Tropfenfängern E (Desintegratoren
Nr. 8 und 9 in Me 282) und endlich zur Entschwefelung in die
Desintegratoren F und H (Desintegratoren Nr. 4 und 5 in Me 282),
in welchen die Gase mit Alkacidlauge gewaschen werden. Hinter
diese mit Alkacidlauge betriebenen Desintegratoren sind beson-
dere, mit grossen Prallflächen und Raschigringschüssen ausge-
rüstete Tropfenfänger G und I angeordnet worden, welche die
restlose Niederschlagung vernebelter und von den Gasen mitgenom-
mener Alkacidlauge bewirken müssen. Die Desintegratoren für die
Alkacidwaschung der Gase können, was in der Schemazeichnung
nicht zum Ausdruck gebracht ist, auch jeder für sich allein be-
fahren werden, ausserdem kann die Lauge nicht nur im Gegenstrom
zu den Gasen zuerst in den Desintegrator H und über I in F ein-
gespritzt werden, sondern auch parallel in F und H eingeführt
und parallel aus G und I nach der Regenerierkolonne abgepumpt

werden.

B. Betrieb und Ergebnisse.

Die Inbetriebnahme der Anlage erfolgte am 11. Oktober 1935. Kurze Zeit fiel es schwer, einen ordnungsgemässen Betrieb aufrecht zu erhalten, weil die Lauge durch die Zerstäubung in den Desintegratoren ganz ungewöhnlich stark ins Schäumen geriet, so dass die Lauge nur bei fortgesetztem Entspannen der in den Pumpen und Leitungen sich ansammelnden Gase gefördert werden konnte. Besonders aber war es hinderlich, dass sich die Tropfenfänger bei grösseren Gasdurchsätzen bis zu den Gasausgängen mit dichtem, bleibendem Schaum anfüllten und sich hierdurch einmal ein hoher Widerstand in den Tropfenfängern ausbildete und anderseits die Gefahr fortgesetzter Laugeverluste bestand. Bei der ungewöhnlichen Grösse der schon vorhandenen Tropfenfänger schied eine Aufstellung weiterer Behälter zur Beruhigung der Lauge vollkommen aus. Es blieb nur übrig, die Schaumneigung der Lauge mit chemischen Mitteln zu unterdrücken, was dann durch laufenden Zusatz von hochsiedendem Isobutylöl geschah. Anfangs mussten der Lauge, um dieselbe vollkommen ruhig zu halten, bei einem Umlauf von $50 \text{ m}^3/\text{h}$ laufend 3 Liter Isobutylöl pro Stunde zugefügt werden. Allmählich ist die Schaumkraft der Lauge aber - wahrscheinlich infolge Aufnahme höherer Alkohole aus dem Iso-Öl - stark zurückgegangen, sodass heute ein laufender Zusatz von 0.5 Liter/h Isobutylöl ausreicht.

Nachdem diese Anfangsschwierigkeiten behoben waren, hat sich der Betrieb der Vorentschwefelung glatt abgewickelt. Es wurden laufend zwischen 8 und 10 tato Schwefel aus dem Winkler-Wassergas ausgewaschen. Die H_2S -Beladungen der Lauge entsprechen den bei den Versuchen erzielten Werten und liegen normalerweise bei $6.5 \text{ m}^3 \text{ H}_2\text{S}$ pro 1 m^3 Lauge.

Die Tabelle 7 auf Seite 51 zeigt, in welcher Weise die Laugeaufladungen von verschiedenen Faktoren abhängig sind. Man erkennt, dass die H_2S -Aufnahme der Lauge in hohem Grade von dem Schwefelwasserstoffgehalt der Gase abhängig ist, derart dass eine geringe Steigerung des Schwefelgehaltes der Gase bereits eine beträchtliche Erhöhung der H_2S -Aufnahme der Lauge bewirkt (Nr. 1-4). Ein Schwefelgehalt des Winklerwassergases um 30 gS

pro m^3 , der fast den ganzen Monat November 1935 vorlag und eine H_2S -Aufladung der Lauge von $9 \text{ m}^3 \text{ H}_2\text{S}/\text{m}^3$ Lauge erreichen liess, ist aber ungewöhnlich; der normale Schwefelgehalt der Gase beträgt $23 \text{ gS}/\text{m}^3$ und die normale H_2S -Aufnahme der Lauge entsprechend etwa $6.5 \text{ m}^3 \text{ H}_2\text{S}/\text{m}^3$ Lauge.

Man muss beachten, dass beim Befahren von zwei Desintegratoren hintereinander, mit Gas und Lauge im Gegenstrom zueinander, die vom ersten Desintegrator kommende Lauge im zweiten Desintegrator nur noch sehr wenig aufgeladen wird, bzw. die Rohgase von der schon zur Waschung benutzten Lauge nur sehr wenig vorentschwefelt werden. Wird die Zwischenkühlung der Lauge vor Eintritt in den zweiten Desintegrator unterlassen, so geht die H_2S -Aufnahme der Lauge nicht besonders zurück; wie zu erwarten ist, steigt die Kohlensäureaufnahme der Lauge dann an (vergl. Nr. 4 und 5, 6). Aus diesen Feststellungen wird der ungünstige Einfluss deutlich, den der hohe Kohlensäuregehalt der Gase auf die H_2S -Auswaschung ausübt, und es ergibt sich, dass bei der Winkler-Entschwefelung die in einem Desintegrator statt habende Berührungsdauer bereits nicht mehr erhöht werden darf.

Dementsprechend werden bessere, bzw. bei weiter gehender Entschwefelung gleiche H_2S -Aufladungen erhalten, wenn die Desintegratoren in Bezug auf Gas hintereinander, in Bezug auf Lauge aber parallel betrieben werden (vergl. Nr. 7-10). Bei dieser Arbeitsweise ergibt sich zugleich der Vorteil, dass die Zwischenkühlung der Lauge und der Betrieb einer Laugepumpe entfällt. Man muss bei den unter B.) der Tabelle aufgeführten Werten beachten, dass die Laugen mit einer Ausnahme nur mit 110 kg Dampf pro m^3 Lauge regeneriert wurden.

Wird die Entschwefelung der Gase nur in einem Desintegrator ausgeführt, so ist die H_2S -Beladung der Lauge mit $4.3 \text{ m}^3 \text{ H}_2\text{S}/\text{m}^3$ Lauge (vergl. Nr. 11) etwa um 30% niedriger als bei der Zwei-Desintegratoren-Wäsche, sofern auf weitgehende Vorentschwefelung ($6 \text{ gS}/\text{m}^3$) gearbeitet wird. Wird aber eine weniger weitgehende Vorentschwefelung der Gase zugelassen, etwa $10 \text{ gS}/\text{m}^3$, welcher Schwefelgehalt der Alkacid-Vorentschwefelung in der Regel von der Aktivkohle-Anlage als Grenze vorgeschrieben wird (um die Aktivkohle-Anlage voll zu beschäftigen), so ist der Unterschied in der Aufladung weniger auffallend. In diesem Falle ist es dann wirtschaftlicher, zur Entschwefelung nur einen Des-

Wirkalen Wassergas Vorentschwefelung.

Schwefelwasserstoffbeladung der Lauge bei verschiedenen Einstellungen.

Nr.	Gas m ³ /h	Lauge m ³ /h	Laugetem- peratur vor Desint. II	Regeneration kg Dampf pro m ³ Lauge	Schwefelwasserstoff in gS/m ³			Reingas % CO ₂	% H ₂ S im Austr.Gas	Aufladung m ³ H ₂ S pro m ³ Lauge
					Holgas	nach Desint. I	nach Desint. II			
A. Desintegratoren in Bezug auf Gas und Lauge im Gegenstrom hintereinander.										
1	30 700	45	24°	120	23.9	25.9	9.2	21.3	51	9.4
2	26 000	45	22°	120	26.1	21.2	8.0	22.8	50	7.9
3	26 000	35	21°	120	24.0	22.4	10.2	25.2	40	7.2
4	23 500	35	22°	120	22.2	21.2	8.5	24.7	40	6.5
5	29 000	40	30°	120	22.2	19.4	9.8	25.6	33	6.3
6	23 600	40	29°	120	22.1	20.9	10.8	24.0	33	5.7
B. Desintegratoren in Bezug auf Gas hintereinander, in Bezug auf Lauge parallel.										
7	28 000	50		120	22.0	12.1	6.0	20.0	49	6.3
8	30 000	50		110	22.1	14.8	6.6	21.0	47	6.5
9	32 000	40		110	21.8	16.4	9.9	19.7	50	6.7
10	33 000	45		110	26.0	20.5	12.0	21.8	53	8.3
C. Entschwefelung in einem Desintegrator.										
11	17 000	35		120	18.8	6.2	-	22.0	47	4.3
12	17 000	25		120	19.1	8.1	-	22.8	48	5.2
13	27 500	35		120	20.4	9.9	-	24.5	39	5.7
14	27 000	20		120	21.0	12.3	-	10.1	57	7.7

190000334

integrator zu betreiben, weil die Einsparungen an elektrischer Energie dann den Mehraufwand an Dampf übertreffen.

Was den Staub der Gase betrifft, so scheinen die Befürchtungen, dass er die Lauge schädigen würde, nicht zu zutreffen. Bei grossen Gaslieferungen mussten wegen der Druckschwierigkeiten im Generatorbetrieb wiederholt die Gase unter Umgehung des Kalkturmes und der Entstaubungs-Desintegratoren 8 und 9 direkt in die Alkacid-Desintegratoren gefahren werden, sodass die Lauge längere Zeit Gehalte von 1 kg Staub/m³ hatte, wobei auffallende Schädigungen der Alkacidlauge nicht festgestellt wurden.

Weil es sich weiterhin zeigte, dass der Staub aus der Lauge abfiltriert werden kann, wurden Ende Dezember die sehr viel Energie verbrauchenden Desintegratoren für die Feinentstaubung aus dem Betrieb der Vorentschwefelung ausgeschaltet und der Staub aus der Lauge seither laufend mit einer Filterpresse entfernt. Sofern die Gase im Generatorbetrieb auf etwa 10 mg Staub pro m³ gereinigt werden, scheint es möglich zu sein, den Staubspiegel der Lauge mit der Filterpresse genügend niedrig zu halten.

Im Gegensatz zu den Laugen der Hy-Gas-Entschwefelung wurde bei der Lauge der Wassergas Vorentschwefelung ein zwar langsames, aber deutliches Zurückgehen des Absorptionswertes festgestellt. Nach viermonatlichem Betrieb wurde der ursprüngliche Absorptionswert durch Zufügen von passenden Sodamengen wieder hergestellt. Untersuchungen über die hier vorliegenden Verhältnisse sind noch im Gange.

So sehr sich auch die Einrichtung der Winkler-Wassergas Vorentschwefelung unter den gegebenen Verhältnissen bewährt hat, darf man nicht vergessen, dass der Dampfverbrauch absolut doppelt so hoch ist wie bei der schlechtesten Hy-Gas Waschung. Es bleibt deshalb als unverrückbare Aufgabe bestehen, die Winkler-Wassergas Entschwefelung durch eine durchgreifende Erhöhung der H₂S-Beladung der Lauge zu vervollkommen.

6. Die Aufarbeitung der Schwefelwasserstoff-Gase.

A. Plan zur Aufarbeitung.

Für die Aufarbeitung der gesamten in unserem Werk anfallenden H_2S -Gase, der konzentrierten Alkacid- H_2S -Gase und der verdünnten H_2S -Abgase der Winkler-Wasser Entschwefelung und der Phenol-Wasser Entschwefelung ist bei der Errichtung der Alkacid-Anlage folgender Plan aufgestellt worden (siehe Schema: „Gasentschwefelung der Schwefel- und der Schwefelsäuregewinnung“).

Die H_2S -Gase, welche in der Alkacid-Anlage bei der Entschwefelung der Hydrierungs-Rückgase und des Winkler-Wassergases gewonnen werden, werden in einem Gasometer gesammelt und dem Clausofenbetrieb zugeführt. Dort werden die Gase wie im folgenden Abschnitt noch näher erklärt wird, auf Schwefel verarbeitet. Die Abgase des Clausofenbetriebes, welche noch Schwefel in Form von $H_2S + SO_2$ und noch kleine Mengen von nicht niedergeschlagenem elementarem Schwefel enthalten, werden den Nachverbrennungs-Öfen zugeführt, in welchen der in den Gasen enthaltene Schwefel mit Hilfe von Wind und Kontakt zu schwefeliger Säure verbrannt wird. In die Nachverbrennungs-Öfen werden ausserdem die H_2S -haltigen Abgase der Abwasser-Entschwefelung eingeleitet und gleichfalls in SO_2 -Gase übergeführt.

Ausserdem kann ein Teil der konzentrierten H_2S -Gase vor den Abhitzekeesseln der Nachverbrennungs-Anlage in besonderen Brennern zu schwefeliger Säure verbrannt werden.

Diese in der Nachverbrennung erzeugten SO_2 -Gase werden dann der nach dem Petersen Verfahren arbeitenden Schwefelsäurefabrik zugeführt, in welcher die Gase auf 60° C. Schwefelsäure verarbeitet werden. Durch entsprechende absichtliche Verminderung der Schwefel-Ausbeute in den Clausöfen und durch direktes Verbrennen von konzentriertem Schwefelwasserstoff und umgekehrt durch Erhöhung der Schwefel-Ausbeute in der Clausanlage können die Mengen des aus den H_2S -Gasen erzeugten Schwefels und der Schwefelsäure in gewissen Grenzen verändert werden.

B. Tatsächliche Aufarbeitung.

Die volle Verwirklichung dieses Planes zur Aufarbeitung der Schwefelwasserstoff-Gase erfordert naturgemäss einige Zeit, zumal er auf dem reibungslosen Arbeiten von zwei in jeder Hinsicht neuen Betrieben (Alkacidanlage und verbesserten Clausofen) gegründet ist. Ausserdem verlangt die starke Abhängigkeit der Schwefelwasserstoff Betriebe von der Hydrierung und die Berücksichtigung der verschiedenen an die neuen Betriebe, oft ohne Berücksichtigung der Zusammenhänge gestellten Forderungen eine weit über das Mass des Vorgesehenen gehende Beweglichkeit, welche erst zusätzlich erworben werden muss. Unter diesen Umständen hat sich besonders die jetzige vollkommene Abhängigkeit des Clausofen Betriebes von der Schwefelsäurefabrik als untragbar erwiesen. In dem folgenden Abschnitt wird gezeigt werden, wie durch eine gewisse Selbständigmachung des Clausofen-Betriebes ein Ausweg geschaffen werden soll.

Figur 4 veranschaulicht, in welcher Weise die Unterbringung bzw. die Verarbeitung der Schwefelwasserstoff Gase, welche in der Alkacidanlage ausgewaschen wurden, bis Ende 1935 erfolgt ist.

Man erkennt, dass grössere Schwefelmengen in Form von Schwefelwasserstoff ab Dezember 1934 anfielen. Diese wurden kurze Zeit bis einschliesslich Februar 1935 unter den Höchstdruckdampf Kesseln in Me 245 verfeuert (also nur kalorienmässig verwertet). Ende Februar erfolgte die Inbetriebsetzung der Schwefelsäurefabrik. Ab März hat dann die Schwefelsäurefabrik laufend (mit Ausnahme des August; Schwefelsäure Fabrik Umbau) mindestens die Hälfte der konzentrierten Schwefelwasserstoff Gase, meist aber noch mehr auf Schwefelsäure verarbeitet. Ab September beginnt die Umarbeitung der Gase auf Schwefel, sodass gegen Jahresende die Verbrennung der Gase schon auf einen kleineren Anteil zurück gedrängt war.

Die restlose Verwertung der sämtlichen Schwefelwasserstoff Gase, auf die mit allen Mitteln hingearbeitet wird, wird voraussichtlich noch in der ersten Hälfte des Jahre 1936 endgültig verwirklicht sein.

C. Das Leitungsnetz für Schwefelwasserstoff-Gase.

Um die Gase von den erzeugenden zu den verarbeitenden Betrieben zu leiten, welche zum Teil beträchtlich auseinanderliegen, war es notwendig, ein grösseres Leitungsnetz für H_2S -Gase einzurichten, das bis heute den in der Anlage 9 dargestellten Umfang angenommen hat.

Zwischen der Alkacid-Waschanlage Me 282 und dem Clausofenbetrieb und der Nachverbrennung in Me 384 sind zwei 600 mm H_2S -Leitungen verlegt, wovon im normalen Betrieb die eine (mit den Schiebern 18 - 27) die konzentrierten Alkacid-Gase, die andere (mit den Schiebern 40 - 48) die verdünnten Abwasser-Gase aufnimmt. Um den Bau Me 282 ist eine H_2S -Ringleitung in der Weise angeordnet, dass die konzentrierten H_2S -Gase der Alkacid-Anlage bei Störungen auch über die Abwassergas-Leitung nach den verarbeitenden Betrieben abgeleitet werden können.

Die Abgase der Winkler-Wasser Entschwefelung werden etwa in der Mitte der Strasse I über den Schieber 43 in die Abwasserleitung eingeführt; diese Gase können aber auch wie bisher über den Schieber 80 nach dem Kesselhaus Me 245 abgeleitet werden, um diese unter dem Kessel 6 zu verbrennen. Um die Abgase der Phenolwasser-Entschwefelung nach der Nachverbrennung bringen zu können, ist zwischen Me 4 und Me 282 eine neue 400 mm Leitung verlegt worden. Die Phenolwasserabgase können aber auch über den Schieber 20 mit den H_2S -Gasen der Alkacid-Anlage vermischt werden, ausserdem können die Phenolgase wie bisher unter den Kesseln in Me 4 verfeuert werden.

Die Versorgung der Kontaktfabrik Me 22 d mit hochprozentigem Schwefelwasserstoff erfolgt über eine 200 mm Leitung welche durch die Strasse c und durch die Strasse VI verläuft.

Wegen der Gefährlichkeit des Schwefelwasserstoffs sind bei der Einrichtung des Leitungsnetzes besondere Massnahmen getroffen worden. Die Leitungen sind soweit als möglich flanschenlos verlegt, die Längsnähte der Rohre sind mit Wassergas überlappt geschweisst. An Stelle der Flanschenverbindungen sind die Rohre an Ort und Stelle elektrisch stumpf verschweisst und an Ort und Stelle elektrisch ausgeglüht. An H_2S -führenden Leitungen wird grundsätzlich nichts geschweisst, ohne dass nachträglich ausgeglüht wird. In die Leitungen sind so wenig wie möglich Schieber

und Siphons eingebaut. Die Siphons haben hohe Tauchungen und hohe Entlüftungsleitungen.

Wegen der Gefährlichkeit des H_2S ist die Anlage des H_2S -Netzes so geschaffen worden, dass auch bei völligem Versagen der Bedienung die Gase selbsttätig so abströmen, dass eine Gefahr nicht eintritt. Jede der beiden Leitungen besitzt eine Überdachleitung in Me 279, über welche Schwefelwasserstoff in einer Höhe von 78.5 m verbrannt werden kann. Normalerweise sind die Überdachleitungen durch eingebaute Glockenventile abgesperrt. Sobald aber die H_2S -Gasometer einen gewissen Hochstand erreicht haben, werden die Glockenventile durch elektrische Steuerung gehoben und der Schwefelwasserstoff entweicht in die Fackel. Sollte die elektrische Betätigung der Ventile versagen und die Gasometerglocken bis zum Anschlag hochgehoben werden, so schlagen bei beginnendem Druck (240 mm) die in den Glockenventilen eingebauten Wassertauchungen durch und der Schwefelwasserstoff wird ebenfalls in die Fackel abgeleitet. Die Gasometerglocken besitzen, wenn die Glocken sich am oberen Anschlag befinden, noch eine Tauchung von 350 mm, sodass ein Überkochen der Gasometer nicht möglich ist.

Vor der Inbetriebnahme der H_2S -Gasometer und der neuen H_2S -Leitungen ist das vorschriftsmässige Arbeiten bei sämtlichen Sicherheitseinrichtungen eingehend durch Probefahren mit Luft nachgeprüft worden (hierüber Protokoll vom 20.3.1935).

Sämtliche Schieber, durch deren falsche Bedienung eine Schwefelwasserstoff-Gefahr entstehen könnte, sind mit Ketten angeschlossen und dürfen nur in Gegenwart des Meisters und im Einverständnis mit dem Betriebsführer betätigt werden.

Im Interesse der Sicherheit ist nicht nur für das H_2S -Leitungsnetz, sondern auch für alle neuen H_2S -erzeugenden und verarbeitenden Betriebe ein eigener Sicherheitsdienst unter Aufsicht eines Meisters eingerichtet worden. Die Einhaltung der für das Arbeiten mit H_2S gegebenen Vorschriften wird streng überwacht.

Eine weitere Sicherung erfolgt mit der in Angriff genommenen Einrichtung eines zentralen Messraumes in der Alkacid-Anlage. Von diesem Messraum aus soll künftig nicht nur der Betrieb der Alkacid-Anlage, sondern nach dem bewährten Vorbild der Kraftgasverteilung die Förderung und Verarbeitung der gesamten H_2S -Gase

von einer Stelle aus erfolgen, wobei der Zentrale ein schnelles Eingreifen dadurch ermöglicht wird, dass die wichtigen H_2S -Schieber durch Fernsteuerung betätigt werden können.

Ein schwerer Unfall welcher durch den Ausbruch von Schwefelwasserstoff bedingt wurde, hat sich nur einmal, am 30.8.1934, ereignet. Hierbei hat leider der Arbeitskamerad Wilhelm Gade den Tod gefunden.

Ein zweiter grösserer Schwefelwasserstoff Ausbruch ist am 15. Oktober 1935 infolge des Durchschlagens eines Siphons der 600-Leitung eingetreten. Hierbei ist durch das schnelle und richtige Vorgehen des Postenmanns des Sicherheitsdienstes und unabhängig davon durch das richtige Handeln des Schichtmeisters der Alkacidanlage eine grössere Gefahr abgewendet worden. Durch die kurze Zeit ausströmenden Gase sind zwar eine Reihe, meist betriebsfremder Arbeitskameraden betroffen worden, jedoch waren die aufgetretenen Vergiftungen nur leichter Natur.

7. Clausofen-Betrieb.

A. Grundsätzliches über die Schwefelgewinnung.

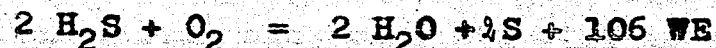
Mit der Ausarbeitung des Alkacid-Verfahrens ist zugleich auch die Frage der nutzbringenden Verwertung von Schwefelwasserstoffgasen aufgetaucht und ihrer Bedeutung für das neue Verfahren entsprechend von vornherein mit bearbeitet worden.

Die am nächsten liegende Verwertung des Schwefelwasserstoffs ist dessen Umarbeitung in Schwefel. Weiterhin können aus Schwefelwasserstoff durch Verbrennung auf dem denkbar einfachsten Wege reiche (allerdings wasserhaltige) SO_2 -Gase und damit der Rohstoff für die Schwefelsäure-Fabrikation gewonnen werden. Von anderen in Frage kommenden Umarbeitungen, welche aber schon weiter abliegen, ist noch die Herstellung von Schwefelkohlenstoff aus Schwefelwasserstoff zu nennen. Die Überlegungen, welche sich mit dieser Frage beschäftigten, führten zu der Auffassung, dass der Überführung des Schwefelwasserstoffs in Schwefel eine allgemeinere Anwendung vor der Herstellung von Schwefelsäure aus den folgenden Gründen zukommen müsse. Schwefel ist in normalen Zeiten ein gefragteres Produkt als Schwefelsäure. Der Gewinnungsprozess für den Schwefel ist einfacher als die Schwefelsäure-Fabrikation. Die Anlagekosten für eine verbesserte Clausofen Anlage betragen nur ein Drittel der Kosten für eine Schwefelsäure Fabrik gleicher Schwefelleistung. Die Schwefelgewinnung vollzieht sich in grossen und kleinen Anlagen gleich gut. Die Fabrikation von Schwefelsäure ist an eine gewisse Grösse der Anlage gebunden und meist auch an eine gleichmässige Anlieferung des Rohstoffs. Schwefel kann sehr leicht gelagert (flüssig gepumpt und zu Blöcken beliebigen Ausmasses) gegossen werden, die laufende Aufarbeitung der in einer Entschwefelungsanlage zwangsläufig anfallenden Schwefelwasserstoffgase ist also immer sicher gestellt. Der Betrieb der Schwefelsäurefabrik setzt den laufenden Absatz der erzeugten Säuren voraus, wenn nicht kostspielige Tanklager für die sich aufstauenden Säuren unterhalten werden sollen. Schliesslich ist sogar bei örtlich günstigen Verhältnissen für die Schwefelsäureerzeugung die Einschaltung einer

Schwefelgewinnungsanlage von gewissem Umfange für Absatzschwankungen ein Vorteil, wobei der Umweg über die Zwischenstufe Schwefel deshalb nur ein kleinerer ist, weil er die bei der direkten Verbrennung des Schwefelwasserstoffs späterhin notwendige Gastrocknung einspart.

B. Verbesserung des Clausofen Prozesses.

Die Bearbeitung der Schwefelgewinnung aus Schwefelwasserstoff begann im Sommer 1931 mit einer laboratoriumsmässigen Nacharbeitung des Claus Verfahrens. Dieses besteht bekanntlich darin, dass der Schwefelwasserstoff in einem mit Bauxitkontakt (von Rhenania und Projahn eingeführt) gefüllten Kontaktofen mit auf die Schwefelbildung berechneter Luftmenge nach:



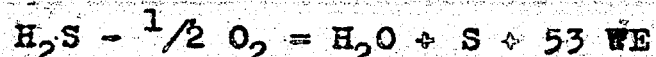
zu Schwefel umgesetzt wird. Dieses alte Claus-Verfahren, welches in den achtziger Jahren des vorigen Jahrhunderts bei der Aufarbeitung der Leblanc-Soda-Rückstände entstanden und besonders in England eine Zeit lang in grösserem Massstab durchgeführt worden ist, lässt hinsichtlich seines Arbeitsprinzips an Einfachheit nichts zu wünschen übrig. Bei seiner technischen Durchführung ist es aber ein schwerer Mangel, dass das Verfahren nur mit einer sehr kleinen Kontaktbelastung arbeiten kann. Nach den Angaben von Premnitz ^{x)}, wo seit 14 Jahren die Schwefelwasserstoffabgase der Schwefelkohlenstoff-Fabrik nach dem alten Clausverfahren auf Schwefel verarbeitet werden, müssen pro 1 t täglich zu erzeugenden Schwefels 10 m³ Kontakt vorgesehen werden, d.h. pro 1 m³ Kontakt können in der Stunde nur rund 3 m³ H₂S umgesetzt werden. Diese im Vergleich zu anderen katalytischen Prozessen ungewöhnlich kleine Kontaktleistung wirkt sich weniger bei kleinen, umso mehr aber bei grossen Anlagen störend aus. Um z.B. 70 t tages Schwefel (Sollleistung der Leunaer Clausofen-Anlage) müssten darnach Öfen mit zusammen 700 m³ Kontakt aufgestellt werden!

Die angestellten Untersuchungen ergaben alsbald, dass die geringe technische Belastbarkeit des Clausofens durchaus nicht

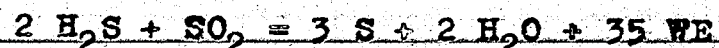
^{x)} Dr. Legeler, Beschreibung der Clausanlage Premnitz, v. 7.4.1931

auf mangelnde Aktivität des Bauxitkontaktes zurückzuführen war, sondern durch die schlechte Ableitung der beträchtlichen Reaktionswärme bei der bis jetzt üblichen Clausofen Konstruktion bedingt war. Die Versuche zeigten, dass bei 280 - 310°C ohne weiteres 100 m³ H₂S/h pro 1 m³ Kontakt mit etwa 90% Ausbeute zu Schwefel umgesetzt werden können, dass sich aber die Ausbeuten mit steigender Temperatur rasch verschlechtern und der Prozess deshalb bei möglichst niedriger Temperatur mit bestmöglicher Wärmeabführung durchgeführt werden müsse. Dementsprechend wurden im kleinen Maßstabe Versuchsöfen entworfen und ausprobiert, bei welchen Kontakt enthaltende Rohre in einem Art Kessel untergebracht waren, in welchem die Rohrwände von hochsiedenden Öl gekühlt wurden oder von Wasser bei gleichzeitiger Dampferzeugung gekühlt werden sollten. Voll befriedigten derartige Konstruktionen aber nicht, weil sie, wenn sie wirksam sein sollten, einen verwickelten Ofenaufbau ergaben x).

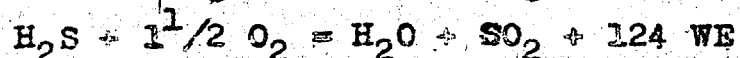
Im Spätjahr 1932 verfiel dann Herr Dr. Bähr auf den Gedanken, um die durch die grosse Wärmetönung der Reaktion bedingten Schwierigkeiten zu beseitigen, anstatt Schwefelwasserstoff mit Wind nach:



Schwefelwasserstoff mit schwefliger Säure nach:



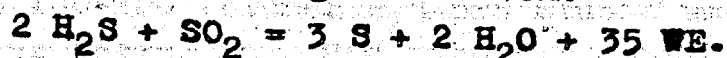
umzusetzen. Das verbesserte Verfahren wickelt sich nach diesem Vorschlag in der Weise ab, dass „der Schwefelwasserstoff zunächst im Verhältnis 1:2 geteilt wird. Der kleine Gasstrom wird mit der für die Verbrennung des gesamten Schwefelwasserstoffs benötigten Luftmenge gemischt und verbrannt. Hierbei wird entsprechend folgender Gleichung:



etwa $\frac{3}{4}$ der gesamten Energie frei, die dann evtl. zur Gewinnung von Dampf ausgenutzt werden kann. Das abgekühlte Schwefeldioxyd enthaltende Gasgemisch wird nun mit den anderen $\frac{2}{3}$ Schwefel-

x) Die Verwendung solcher Kontaktöfen für den verbesserten Clausofen-Prozess, etwa nach Art der Fischer-Tropsch'schen Benzinkontaktöfen, ist aber mitnichten von der Hand zu weisen. Die höheren Baukosten z.B. dürften glatt durch die Dampfgutschrift eingebracht werden. Müssen heute in einen grossen Clausofen täglich 25 t Wasser eingespritzt werden, so würde der Ofen, wenn er als Dampfkessel-Kontaktöfen ausgebildet wäre, täglich etwa 25 t Hochdruckdampf erzeugen.

Wasserstoff zusammengeführt und über den Bauxitkontakt geleitet. Die Umsetzung erfolgt folgendermassen:



Hiernach werden auf je 1 Teil verbrannten Schwefelwasserstoffs im Kontaktofen nur 11.7 WE frei, während bei dem Clausprozess 52 WE entstehen. Auf diese Weise ist es möglich, mehr als $\frac{3}{4}$ der Wärme nutzbar zu machen und den Kontaktprozess auch mit grossen Gasbelastungen in einem nicht unterteilten und nicht gekühlten Clausofen durchzuführen xx).

Die angestellten Kleinversuche bestätigten, dass der Schwefelwasserstoff ebenso wie mit Sauerstoff auch mit Schwefeldioxyd zu Schwefel umgesetzt und hierbei sogar die Kontaktleistung bis auf etwa $300 \text{ m}^3 \text{H}_2\text{S/h}$ pro 1 m^3 Kontakt gesteigert werden kann.

Mit dieser Verbesserung war das Claus Verfahren also in die Reihe hochleistungsfähiger Kontaktprozesse eingerückt, und es war nunmehr die Aufgabe, für das veränderte Verfahren die geeignete technische Apparatur zu entwickeln.

C. Technische Entwicklung des verbesserten Claus Verfahrens.

Sobald die Alkacid Versuchswäsche im Frühjahr 1933 laufend die notwendigen Schwefelwasserstoffmengen zu liefern begann, wurde an der Südwestecke der Trautanlage eine kleine Clausprozessapparatur aufgestellt und am 15.6.1933 mit den technischen Versuchen begonnen. Die Apparatur setzte sich zusammen aus einer Brennkammer, dem Kontaktofen, einem Luftkühler und einem verbleiten Waschturm. Der ausgemauerte Kontaktofen hatte eine lichte Weite von 500 mm und fasste 100 Liter Bauxitkontakt. Die aus der Brennkammer kommenden heissen SO_2 -Gase wurden durch ein mit Wassermantel umgebenes Rohr geführt und vor Eintritt in den Kontaktofen auf etwa 200°C abgekühlt.

Die Versuche, welche mit Unterbrechungen bis Mai 1934 fortgesetzt wurden, lieferten die Unterlagen für den Bau der Betriebsöfen in Me 384. Sie bestätigten, dass sich die Umsetzung des Schwefelwasserstoffs mit der schwefligen Säure mit nur geringer Wärmetönung (Erwärmung der Gase im Kontakt um $80-100^\circ\text{C}$)

xx) Dr. Bähr, Bespr. Ber. Amm. Lab. Op. v. 2.12.1932

und mit grosser Geschwindigkeit vollzieht. Pro 1 Volumen Kontakt wurden 100-200 Volumen H_2S pro Stunde umgesetzt. Der Grad der Umsetzung betrug 75 - 85%. Von dem gebildeten Schwefel konnte mit dem behelfsmässigen Mitteln späterhin bis 90% als Brockenschwefel von grosser Reinheit gewonnen werden. Der Einbau einer zweiten Kontaktschicht mit einer davor liegenden behelfsmässigen Kühlung führte aber nicht ohne weiteres zu einer Steigerung der Ausbeute. Um die hierzu erforderlichen genauen Temperaturen- und Mengeneinstellungen zu ermöglichen, wäre es notwendig gewesen, die Apparatur einem weitgehenden Umbau zu unterziehen. Hier- von wurde aber zunächst abgesehen, weil inzwischen dem Clausofen- betrieb im Rahmen der Verarbeitung der Schwefelwasserstoffgase in Leuna nur eine Schwefelausbeute von rund 70% zugeordnet worden war. Die Versuche zur Ausbeutesteigerung wurden auf einen späteren Zeitpunkt verschoben und das Hauptaugenmerk zunächst nur auf die Entwicklung und Erprobung einer für den Leunaer Fall möglichst einfachen Apparatur gerichtet.

Auf Grund der Ergebnisse mit dem kleinen Ofen wurde im Sommer 1934 auf dem für den Clausofen Betrieb und die Nachverbrennung ausgewählten Gelände, welches sich vom Nordrand des Neustädter Beckens um das Kühlwerk Me 161 bis Gasometer 517 erstreckt,^{x)} das erste kleinere, weil noch für Versuche vorgesehene Betriebs-Clausofensystem aufgestellt und im September 1934 erstmals angefahren. Das System besteht aus einem stehenden Dürren Hochdruckdampfkessel für die Verbrennung des Schwefelwasserstoffs bzw. die Kühlung der SO_2 -Gase und aus zwei wahlweise parallel oder hintereinander befahrbaren Kontaktöfen mit je $1 m^3$ Kontakt und darunter liegender Wassereinspritzung mit Kühl- und Abscheiderraum. Der zweite Kontaktofen war so eingerichtet, dass er auch als Nachverbrennungsofen betrieben werden konnte. Zu diesem Zwecke war hinter dem Ofensystem noch ein verbleiter Turm für die Auswaschung der schwefligen Säure mit Wasser aufgestellt und eine bis über die Höhe des Kühlwerkes hochgeführte Überdachleitung für die Abgase verlegt worden. Diese Einrichtung hat sich späterhin als sehr zweckdienlich erwiesen, weil die Nachverbrennung (Schwefelsäurefabrik) erst ein volles Jahr später, erst im September 1935 in der Lage war, Clausofenabgase aufzunehmen und zu verarbeiten.

x) siehe Anlage 10

In diesen ersten grösseren Clausofen Aggregaten galt es vor allen Dingen die wichtigen Fragen der Gaskühlung und der Schwefelabscheidung, welche sich beim alten Clausverfahren wegen des allein auf Wärmeabstrahlung eingestellten Betriebes von selbst erledigen, einer technischen Lösung zuzuführen. Daneben tauchten noch eine Reihe anderer, im Kleinversuch nicht bestehender oder erkennbarer Schwierigkeiten auf, welche eine Auseinandersetzung notwendig machten und überwunden werden mussten. Von diesen Störungen haben sich die letzten erst beim Betrieb der 25 tato Öfen eingestellt. Schliesslich war es aber möglich, noch bis Ende 1935 über die sämtlichen Schwierigkeiten Herr zu werden, sodass mit dem Beginn des zweiten Betriebsjahres ein geregelter Betrieb der Clausofenanlage möglich geworden ist.

1. Gaskühlung durch Wassereinspritzung.

Weil bei dem kleinen Versuchsofen mit Gaskühlern keine günstigen Erfahrungen gemacht worden waren (diese wurden allerdings anstatt mit heisser, mit kalter Luft betrieben) und weil es ungeklärt war, wie weit das Eisen auf die Dauer bei dem in Frage stehenden Temperaturen dem Angriff der H_2S und SO_2 haltigen Gasen widersteht, wurde nach dem Vorbild der Kontaktwasserstoff-Öfen für die Kühlung der Gase eine Wassereinspritzung vorgesehen. Mitbestimmend war bei diesem Beschluss auch der Umstand dass bei dem Fortfall des Kühlers die Apparatur ganz beträchtlich vereinfacht wurde. Die Erhöhung des Wasserdampfgehaltes der Gase auf 40%, die nach der Umsetzung ohne die Einspritzung des Wassers ohnehin 22% Wasserdampf beträgt, bedeutet nichts. Auch für den Fall einer zweiten Kontaktumsetzung zwecks Erhöhung der Ausbeute war nach Laboratoriumsuntersuchungen eine Störung durch den erhöhten Wasserdampfgehalt nicht zu befürchten.

In Anlehnung an die Einspritzung im Kontaktwasserstoff-Ofen lag in den Öfen etwa 1 m unterhalb der Einspritzung eine längere Raschigringschicht, welche die Verdampfung des Wassers unterstützen und in ihrem unteren Teil als Abscheider für den Schwefel dienen sollte. Diese Anordnung erwies sich für den Fall der Clausofengase als völlig ungeeignet. Bei dem Betrieb der Clausöfen in Me 384 war es zunächst nicht möglich, die Gase durch die Wassereinspritzung unter etwa $230^{\circ}C$ abzukühlen. Sobald dies versucht wurde, verstopfte sich der Ofen in der Raschigringschicht und wenn die Einspritzung nicht rechtzeitig

zurückgenommen wurde, musste der Ofen oft abgestellt und in mühsamer Weise wieder von den auf den Ringen verbackenen festen Schwefel befreit werden. Der Fehler wurde eine Zeit lang in einer ungenügenden Zerstäubung des Wassers gesucht. Nachdem aber durch eine sorgfältige Auswahl und Einstellung der Düsen die Zerstäubung des Wassers auf einen hohen Grad von Vollkommenheit gebracht worden war, musste die Störung eine andere Ursache haben. Die Ursache wurde darin erkannt, dass es grundsätzlich falsch ist, in den Streukegel einer Zerstäubungsdüse irgend eine Fläche, in unserem Falle Raschigringe zu bringen, weil das Aufstossen der feinen Wasserteilchen auf der Fläche diese sofort zu einem grossen Wassertropfen und schliesslich zu grösserer Wasserfläche wieder zusammenballt. Die etwa zur Abscheidung eines Produktes aus den Gasen notwendigen Prallflächen (Raschigringe) dürfen deshalb erst nach einer Wegstrecke solcher Länge eingebaut werden, dass an deren Ende die restlose Verdampfung des eingespritzten Wassers verbürgt ist. Im Verfolg dieser Erkenntnis wurden die Raschigringe unter der Einspritzung der Kontaktöfen ausgeräumt und hierdurch dann beim Betrieb der kleinen Öfen erreicht, dass die Abgase mit der Wassereinspritzung laufend und störungsfrei auf etwa 190°C abgekühlt werden konnten. Unter 190°C konnte die Temperatur allerdings auch jetzt noch nicht gesenkt werden; ab dieser Temperatur verdampfte das Wasser nicht mehr vollständig, es bildeten sich im Ofensumpf rasch Wasserpflützen aus, welche den Schwefel zum Erstarren brachten und schliesslich zu Verstopfungen des unteren Ofenteils führten. Weil die erreichte Temperatur gerade genügte, um sämtlichen gasförmigen Schwefel in die flüssige Phase überzuführen, wurde es einstweilen bei dieser Leistung der Wassereinspritzung belassen.

Hatten bei den kleinen Öfen aber die immer noch ins Gewicht fallende Wärmeabstrahlung bei der Gaskühlung mitgeholfen, so fiel dieser Faktor beim Betrieb der 25 t-Öfen dann vollkommen aus und die Kühlung der Abgase der grossen Öfen durch die Wassereinspritzung machte erneut wegen der unvollständigen Verdampfung des Wassers und der hierdurch verursachten häufigen Verstopfungen Schwierigkeiten. Sollte die Wassereinspritzung als Gaskühlung beibehalten werden, so musste sie eine weitere Vervollkommnung erfahren. Von der Überlegung ausgehend, dass das Einspritzwasser falls es vor der Einspritzung auf über 100°C erhitzt wird, nach

der Entspannung sehr rasch verdampfen muss, weil jedes schon fein zerstäubte Wasserteilchen durch die explosionsartige erste Teil-Verdampfung noch einmal in eine Unzahl noch kleinere Wasserteilchen zerrissen werden muss, wurde das Einspritzwasser dann anstatt auf 90° schliesslich auf $130 - 140^{\circ}\text{C}$ erhitzt. Durch diese Massnahme wurde es in der Tat möglich, die Verdampfung des Wassers in der notwendigen Weise zu beschleunigen und die Gase auf 180°C und darunter abzukühlen. Die grossen Clausöfen haben jetzt Betriebszeiten von über zwei Monaten zurückgelegt, in denen es möglich war, die Abgase laufend auf 160°C abzukühlen, ohne dass die Einspritzung weiter zu einer Verstopfung Anlass gegeben hätte.

2. Schwefelabscheidung.

Es wurde davon abgesehen, den im Interesse der Gaskühlung aus dem Ofen entfernten Raschigring-Teil als besonderen Schwefelabscheider hinter den Kontaktofen wieder aufzubauen. Vielmehr wurden Versuche zur Abscheidung des Schwefels mit Hilfe von Zyklonen und Multiklonen ausgeführt, welche für die kleinen Clausöfen von der Betriebsschlosserei angefertigt wurden. Die Versuche zeigten, dass der in den Gasen in flüssiger Phase vorliegende Schwefel sehr weitgehend (etwa 90%) mit Hilfe von Multiklonen abgeschieden werden kann. Deshalb wurde für den ersten 25 t-Ofen ein Multiklonapparat von der Firma Lurgi besorgt. Bei den hierbei geführten Verhandlungen wurden von der Firma Lurgi mit grosser Beharrlichkeit für die Abscheidung des Schwefels ein Elektrofilter vorgeschlagen, wobei die Lieferfirma auf Grund ihrer Erfahrungen eine Abscheidung des Schwefels bis 0.2 gS/m^3 garantierte. Das Elektrofilter wurde zunächst versuchsweise hinter dem grossen Clausofen II aufgestellt und übernommen, sobald dessen sichere und überlegene Schwefelniederschlagung (praktisch 100%) erprobt war. Es muss aber vermerkt werden, dass der einfachere und billigere Multiklon, seit die Gase weiter heruntergekühlt werden können, in seiner Leistung nicht viel hinter dem Elektrofilter zurücksteht, soweit dies auf Grund der bisherigen gröberen Messmethoden beurteilt werden kann. Untersuchungen nach feineren Methoden zur Bestimmung der verschiedenen Filterleistungen, welche nicht sehr einfach sind (Bestimmung von S-flüssig neben S-Gas, H_2S und SO_2), sind

zur Zeit im Gange. Bemerkenswert ist in diesem Zusammenhang die bei allen Öfen gemachte Beobachtung, dass sich trotz des Ausbaus der Raschig Ringe rund 40% vom gesamten Schwefel im Ofen abscheiden, was als Beweis für die leichte Abscheidbarkeit des spezifischen schweren Schwefels angesehen werden muss.

3. Korrosionen.

Entgegen der Erwartungen haben sich mit der betriebsmässigen Erzeugung der SO_2 -Gase durch die Verbrennung des Schwefelwasserstoffs unter den Dürrkesseln Korrosionsstörungen eingestellt, deren endgültige Beseitigung erst jetzt bevorsteht. Die ersten Zerfressungen der Vorwärmerschlangen in dem kleinen Dürrkessel traten schon wenige Wochen nach dessen Inbetriebnahme auf. Sie wurden damals allein auf die zu niedrige Kesselabgastemperatur, welche kaum 120°C betrug, zurückgeführt und waren auch sicherlich dadurch mit verursacht worden. Die Temperatur der Kesselabgase wurde durch entsprechende Verkleinerung der Vorwärmer erhöht; eine grössere Abänderung musste in den grossen Dürrkesseln ohnehin durchgeführt werden, weil diese infolge eines dem Lieferwerk unterlaufenen Berechnungsfehlers zu wenig Dampf erzeugten und den erzeugten Dampf zu stark überhitzten. Es traten aber auch, nachdem die Kessel gasseitig mit einer Mindesttemperatur von $200-250^\circ$ betrieben wurden, weitere Korrosionen auf. Es schien wahrscheinlich, dass diese nunmehr durch Kondensationen an kalten nicht genügend isolierten Stellen im Kesselausgang veranlasst worden waren, indem die dort niedergeschlagenen Säuren in den Kessel zurückliefen. Für diese Vermutung sprach, dass die über dem Kesselausgang angebrachte Explosionsscheibe sowie die dort abgezweigte Überdachleitung, solange diese nicht sorgfältig abisoliert und geheizt waren, mehrmals durch Korrosion zerstört worden war. Schliesslich waren aber durch entsprechende Massnahmen auch diese Ursachen für die Störungen ausgeschaltet und die Korrosionen blieben trotzdem nicht aus. So hatte sich bei den grossen Dürrkesseln schliesslich der Zustand ausgebildet, dass jeweils nach etwa vierwöchentlicher Betriebszeit eine Vorwärmerschlange durchfressen war. Die Zerstörung der Vorwärmerschlange zwang aber durchaus nicht zur Abstellung des betroffenen Ofens, weil in jeden Kessel jeweils zwei für sich allein befahrbare Vorwärmerschlangen eingebaut waren, und die Systeme

Überdies auch ohne Vorwärmerschlange im Kessel betrieben werden können, wobei die Belastung der Öfen nur wenig zurückgenommen werden muss, wenn das Verhältnis von $H_2S : SO_2 = 2 : 1$ nach der Seite des H_2S entsprechend verschoben wird. Die fünf zuletzt aufgetretenen Durchfressungen der Vorwärmerschlangen lagen übereinstimmend auf der Eingangsseite des Speisewassers unmittelbar hinter der Einführung der Rohrschlange in den Gasraum. Es wird deshalb heute als feststehend angesehen, dass die bisherige Temperatur des Speisewassers von $95^\circ C$ für unseren Fall noch zu niedrig liegt ^{x)} und die letzten Schwierigkeiten in den Vorwärmern verschwinden, sobald das Speisewasser vor Eintritt in den Vorwärmer auf etwa $120^\circ C$ vorgewärmt wird. Die notwendigen Schritte hierzu sind schon vor einiger Zeit veranlasst worden; mit dem eignen Dampf betriebene Vorwärmer, welche das Speisewasser vor der Einführung in die Vorwärmer bis auf $130^\circ C$ vorzuwärmen gestatten, werden zur Zeit in die beiden grossen Dürrekessel eingebaut.

Mit diesen Erfahrungen ist es heute eine leichte Wissenschaft, für den Clausofenprozess korrosionssichere Kessel zu bauen. Man wählt Kessel ohne Vorwärmer mit direkter Speisung, nicht Feuerbüchse-Siederrohr- sondern liegende Flammrohr-Rauchrohrkessel mit weitgehenster Reguliermöglichkeit für die Kesselabgastemperatur und verschiedener Belastbarkeit; je höher gespannter Dampf erzeugt wird, umso sicherer ist der Kessel vor Korrosionen! Schätzungsweise sollte nicht Dampf unter 5 atü ($153^\circ C$) erzeugt werden.

Der Kessel für das dritte Clausofensystem wird nach diesen Richtlinien gebaut.

Einige Zeit hat auch der Umstand zu schaffen gemacht, dass die Explosionsscheiben und Überdachschieber, welche nicht ohne verwickelte und lästige Anordnungen auf erhöhter Temperatur gehalten werden können, fortgesetzt durch die auf ihnen niederge-

^{x)} Die Aggressivität der durch H_2S -Verbrennung erzeugten SO_2 -Gase ist durch die gleichzeitige Anwesenheit von Wasserdampf u. geringen Mengen von SO_3 bedingt, wodurch der Taupunkt der Gase weit über $100^\circ C$ erhöht wird; ohne die Anwesenheit von SO_3 würde der Taupunkt der aus 60%igem H_2S erzeugten Verbrennungsgase bei $50^\circ C$ liegen.

Schlagenen sauren Kondensate zerstört wurden. Hier wurde dadurch Abhilfe geschaffen, dass in die gefährdeten Ausgänge Gegenspülungen mit Stickstoff (Ofen) oder Luft (Kessel) eingerichtet wurden.

D. Betrieb und Leistung der Clausofen Anlage.

Was den Umsetzungsgrad anbetrifft, so wurden die ursprünglich vorgesehenen 70% mit einem Kontakt erreicht. In den grossen 25 t-Öfen, welche ursprünglich ebenfalls nur für 70%igen Umsatz und mit einer Kontaktschicht konstruiert worden waren, in welche aber zuletzt doch noch eine zweite Kontaktschicht mit vorheriger Wassereinspritzung eingeordnet worden war, wird ein Umsatz von 80% erzielt.

Bei einer festgestellten Belastbarkeit von $1800 \text{ m}^3 \text{ H}_2\text{S}$ 60%ig/h je grosses Ofensystem und einer 80%igen Schwefelausbeute beträgt damit die jetzige Leistungsfähigkeit des Clausofenbetriebes:

$$2 \times 27,5 = 55 \text{ tato Schwefel}$$

Da nach vollendetem Hy-Ausbau die folgenden Schwefelmengen mit den Schwefelwasserstoffgasen angeliefert werden:

aus Hy-Gas Entschwefelung:	83 tato S
" Wassergas Vorentschwefelung:	8 tato S
" Abwassergasen:	12 tato S = 30 tato SO_2

Summe: 103 tato S

und die Schwefelsäurefabrik bei der vorgesehenen Verarbeitung der Abgase im Ganzen 70 tato SO_2 erzeugen oder 28 tato Schwefel aufnehmen kann, verbleibt ein beim heutigen Umfang des Clausofenbetriebes nicht unterzubringender Rest von 20 tato Schwefel. Um diesen Schwefel gewinnen zu können sind unmittelbar nach Abschluss der technischen Grossversuche die notwendigen Schritte unternommen worden, um nunmehr auch das vorgesehene 3. Clausofensystem zu beschaffen. Dieses System ist nach der in der Anlage 11 veranschaulichten Weise entworfen und so eingerichtet, dass es voraussichtlich eine fast vollkommen Umsetzung des

Schwefelwasserstoffe erzielen wird x).

Denn auch bei den in Leuna vorliegenden Verhältnissen, muss es heute als dringend notwendig bezeichnet werden, dass versucht wird, wenigstens ein System der Clausofenanlage auf einen so weitgehenden Grad der Umsetzung zu bringen, dass die Abgase dieses Systems für sich über Dach gefahren können und damit wenigstens ein Teil der Clausanlage aus dem Abhängigkeitsverhältnis zu der Schwefelsäurefabrik herausgelöst wird. Nicht nur weil jede Abstellung oder ernste Schwierigkeiten in der Nachverbrennung der Schwefelsäurefabrik heute automatisch eine Abstellung des Clausofenbetriebes nach sich zieht. Sondern auch weil sich der Zustand herausgebildet hat, dass der Werksbedarf an Schwefelsäure in jedem Fall aus der Leunaer Schwefelsäurefabrik gedeckt wird, auch wenn der Bedarf einen solchen Umfang annimmt (100 t SO_3), dass die Schwefelsäurefabrik um ihn überhaupt zu schaffen, die Verarbeitung von verdünnten Gasen weitgehendst zurücksetzen und als Folge hiervon die Leistung des Clausofenbetriebes entsprechend zurückgefahren werden muss. Das bedeutet, dass in diesen Fällen bei Vollausbau der Hydrierung beträchtliche Schwefelwasserstoffmengen ungenutzt unter den Dampfkesseln verfeuert werden müssen und damit Werte verloren gehen, welche den Wert der als Spitze herausgefahrenen Schwefelsäuremenge um ein Vielfaches übersteigen. Ein Ausweg in solchen Fällen ist aber gegeben, wenn ein leistungsfähiges System des Clausofenbetriebes zeitweise mit seinen Abgasen über Dach gefahren werden kann.

Als Kontakte wurden bis jetzt ausschliesslich natürliche Bauxite, französischer, dalmatiner, deutscher, hauptsächlich aber ungarischer Herkunft mit etwa 25% Fe_2O_3 verwendet. Was die Aktivität anbetrifft, so arbeiteten sämtliche Bauxite zufriedenstellend, sofern ihr Eisengehalt über 20% Fe_2O_3 betrug. Die mechanischen Eigenschaften der Naturbauxite genügen aber

x) Die Beschaffung eines solchen neuen Systems ist bei der Herausgabe des Berichtes erfreulicher Weise überflüssig geworden. Denn es ist durch Änderung der jetzigen Fahrweise gelungen, im Dauerbetrieb bereits in einem Kessel und einem Ofen einen mindestens 90%igen Umsatz zu erzielen. Die Änderung besteht darin, dass der Schwefelwasserstoff nicht mehr zu einem Drittel im Kessel verbrannt wird und zwei Drittel dem Kontaktofen zugeführt werden, sondern dass der gesamte Schwefelwasserstoff in die Brennkammer des Kessels eingeführt wird. Hierdurch werden bereits im Kessel mehr als 70% des Schwefelwasserstoffs zu Schwefel umgesetzt. Über diese neue Arbeitsweise erfolgt besondere Mitteilung.

den Anforderungen eines Kontaktbetriebes nicht. Die Naturbauxite, welche umso weniger fest sind, je mehr Eisen sie enthalten, zerfallen und verpulvern im Kontaktofen, wahrscheinlich als Auswirkung abwechselnder Schwefelung und Oxydation. Es sind deshalb vor einiger Zeit Kontaktversuche aufgenommen worden mit dem Ziel, die Naturbauxite durch härtere und möglichst noch aktivere Kontakte zu ersetzen. Sehr harte und aktive Kontakte, welche ihre Festigkeit auch im Ofen behalten, wurden durch Herstellung von „künstlichen“ Bauxiten mit Hilfe von Tonerdezement gewonnen. Der Ersatz der natürlichen Bauxite durch die selbst hergestellten härteren Kontakte ist bevorstehend.

Bis Ende 1935 sind im Clausofenbetrieb insgesamt 2 123 t Schwefel erzeugt worden. Wie die Darstellung Figur 5 zeigt, begannen grössere Schwefelmengen erst ab September 1935 mit der Inbetriebnahme eines grossen Clausofensystems anzufallen. Bis dahin konnten lediglich die von der Nachverbrennung unabhängigen kleinen Versuchsöfen betrieben werden.

Dass sich die eigentliche Inbetriebnahme der Clausanlage so lange verzögerte und auch am Jahresende 1935 noch nicht voll erfolgt war, ist aber am wenigsten durch die geschilderten Anfahrschwierigkeiten bedingt worden. Hierfür waren vielmehr andere Umstände die Veranlassung. Wie schon erwähnt, war die Nachverbrennungsanlage der Schwefelsäurefabrik erst ab September 1935 in der Lage, die Clausofenabgase aufzunehmen. Als der Clausofenbetrieb glücklich aufgenommen war, wurde wegen der besonderen Marktlage für Schwefel die Schwefelproduktion stark abgebremst. Schliesslich ist Anfang November als Folge des Hydrierungsbrandes die Anlieferung von Schwefelwasserstoff so gut wie vollständig ausgefallen und bis zum Jahresende nur allmählich wieder erfolgt, sodass erst das Jahr 1936 zum eigentlichen ersten Betriebsjahr für die Clausanlage werden wird.

Braun.

Braun

Sachverzeichnis.

- Absorptionswert 29, 52
Abwasser-H₂S-Gase, Aufarbeitung 53
Alkacid Anlage, Lage 14, 15
Alkacid Anlage, Leistung 19-22
Alkacid Verfahren Auffindung 1-2
Alkacid Wäsche Hydrierung 46
Alaninnatrium 2
Aminosäure Salze 1
Aufladung der Laugen:
 bei der Hy-Gas Entschwefelung 12, 23, 24, 25, 26
 bei der Wassergas Vorentschweflg. 24, 47, 49, 50, 51
Bauxite, verwendete im Clausofen Betrieb 69
Betriebskosten 2
Clausofenbetrieb, Abhängigkeit von der Schwefel-
 säurefabrik 54, 69
Clausofen Betrieb, Lage 62
Clausofen Betrieb, Leistung 68, 70
Clausofen System für vollkommenen Umsatz 68-69
Claus Verfahren, altes 59-60
Claus Verfahren, verbessertes 60-61
Claus Verfahren, verbessertes, technische Entwicklung 61-68
Dampfverbrauch 4, 8, 9, 23, 26, 31, 51
Dampfkessel-Kontaktfen 60
Desintegrator Wäsche 12, 16, 25, 26, 39
Druckaustreiber 10, 11, 16, 30, 32
Druckentgasung 10
Druckkolonnen, siehe Druckaustreiber
Drucklose Regenerierkolonnen, 30-31
Elektrofilter für S-Abscheidung 65
Entgasung unter Druck 10-11
Entgasungskolonnen, Entwicklung der —, 7-11
Entgasungsvorgang, Physik des —, 9
Explosionsscheiben, Korrosion an den —, 67, 68
Feinreinigung von Schwefelwasserstoff 11, 12
Feld Wäscher 12, 26, 27, 40
Gaskühler 35, 36
Gaskühlung durch Wassereinspritzung 63-65

Girbotol Verfahren 2
Girdler Corporation 2
Glykokollnatrium 2
Hy-Rückgase, Kohlensäuregehalte 14, 21, 22
Hy-Rückgase, Schwefelgehalte 14, 21, 22.
Inbetriebnahmen 17, 18, 19, 30-40
Isobutylöl, als Antischaummittel 27, 49
Kalkmilch, zur Entfernung v. CO_2 aus H_2S , 42, 45
Kessel der Clausanlage, richtiger Aufbau 67
Kohlensäure, Entfernung aus H_2S 42, 45
Kohlensäure, Gehalt der Gase 21, 22
Kondensatoren 35, 36
Korrosionen 4, 5, 6, 66-68
Korrosionsschutz 6, 67-68
Kontakte für Clausofen Reaktion 69, 70
Kraftbedarf der Desintegratoren 25
Kraftbedarf des Feld Wäschers 25
Kühler 35, 36
Laugeaufladung, siehe Aufladung
Laugebeständigkeit 28, 52
Laugeverlust 28
Leistung der Alkacidanlage 19-22
Leistung des Clausofen Betriebes 68, 70
Leistung verschiedener Wascharten 23-28
Multiklon für S-Abscheidung 65
Nachverbrennung 53, 55
Oxaethylglykokoll 5
Pumpen 36-39
Regenerierkolonnen 7-11, 30-33
Regeneriervorgang, Physik des —, 9
Rieselkühler 35
Sättigungswerte 29
Schäumen der Laugen 27, 49
Schwefel, Abscheidung aus den Clausofen Gasen 65-66
Schwefel, Anlieferung in den Abwasser-Gasen 68
Schwefel, Anlieferung im Hy-Rückgas 14, 68
Schwefel, Ausbeuten bei der Gew. aus H_2S 62, 68, 69
Schwefel, Erzeugung im Clausofen Betrieb 70
Schwefel, Grundsätzliches über die Gewinnung 58

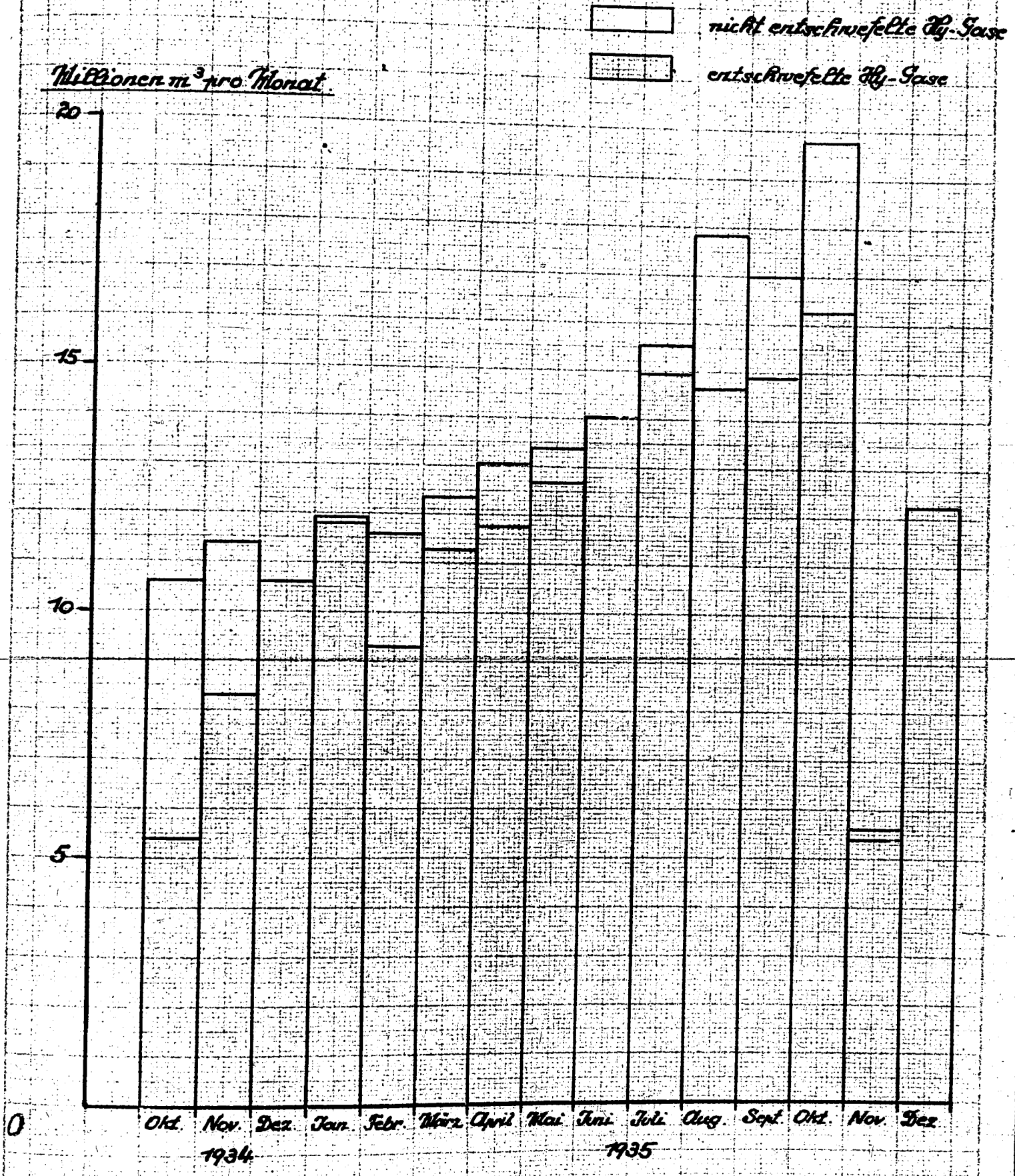
- Schwefelwasserstoff, Ausbrüche 57
Schwefelwasserstoff Gase, Aufarbeitung 53-54
Schwefelwasserstoff, Gasometer 56
Schwefelwasserstoff, Gehalte der Gase 22
Schwefelwasserstoff, Gehalte der gereinigten Gase 21, 22, 23, 51
Schwefelwasserstoff, Gehalte der regen. Laugen 11, 12
Schwefelwasserstoff, Gesteungskosten des hochprozent.—, 46
Schwefelwasserstoff, hochprozentiger, Arbeitsweise zur Gewinnung von —, 42-44
Schwefelwasserstoff, hochprozentige Lieferung an die Hy-Kontaktfabrik 44
Schwefelwasserstoff, Leitungsnetz für —, 55, 56
Schwefelwasserstoff, selektive Auswaschung 12
Schwefelwasserstoff, Verdrängung aus Alkalidlaugen mit CO_2 , 43
Schwefelsäure, Erzeugung aus H_2S 58
Schwefelsäure Fabrik 53, 54, 69
Sicherheitseinrichtungen 55-57
Silumin-Desintegratoren 39-40
Speisewasservorwärmer, Korrosionen 66-67
Staub, Einwirkung auf die Lauge 52
Staub, Entfernung 52
Ströder Wäscher 12
Systeme, Beschreibung 15
Systeme, Schaltung und Leistung 17, 18
Taupunkt der SO_2 -Gase 67
Tonerdezement für Kontaktherstellung 70
Triaethanolamin 2
Überreißen der Kolonnen 33
Unfälle durch H_2S 57
Vorwärmer, Korrosionen 66-67
Wärmeaufwand bei der Regenerierung 8-10
Wärmeaustauscher 33-34
Wascharten, verschiedene 23-28
Waschturm Wäsche 24
Winkler Wassergas 24
Winkler Wassergas, Apparatur zur Vorentschweflg. 47, 48
Winkler Wassergas Vorentschwefelung 47-52
Zentrale für H_2S -Gase 56
Zwischenvorwärmer 8-9
Zyklone für S-Abscheidung 65

120000357

Anlagen.

Figur 7
195000358

Menge der entschweifelten Hy-Gase.

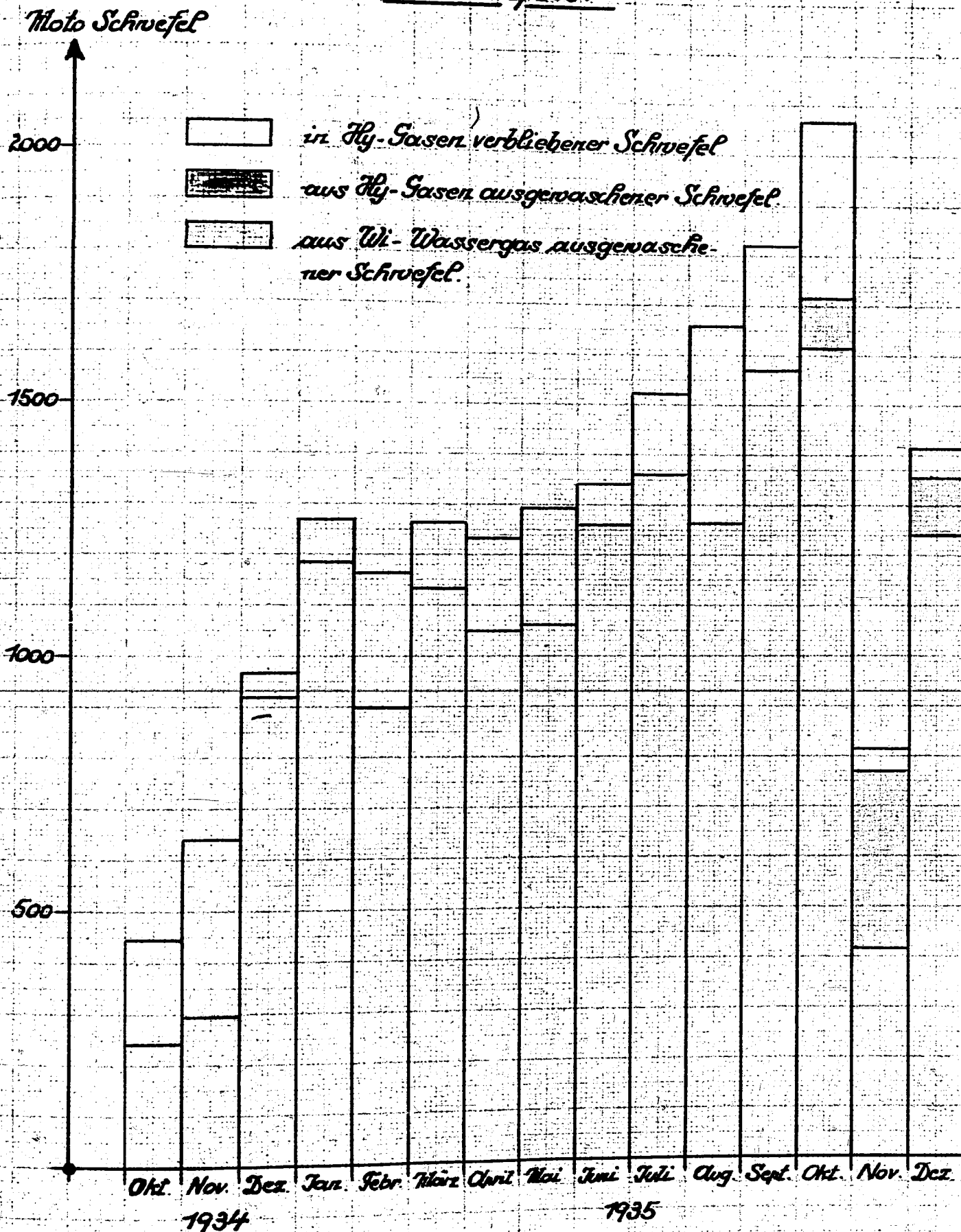


Chemisches Laboratorium
Münchenburg, 7
Friedrichshafen, 1
Friedrichshafen, 1

Me 437 SX 665 a

Figur 2.
190000359

Menge des in der Neuanlage ausgewaschenen
Schwefels.

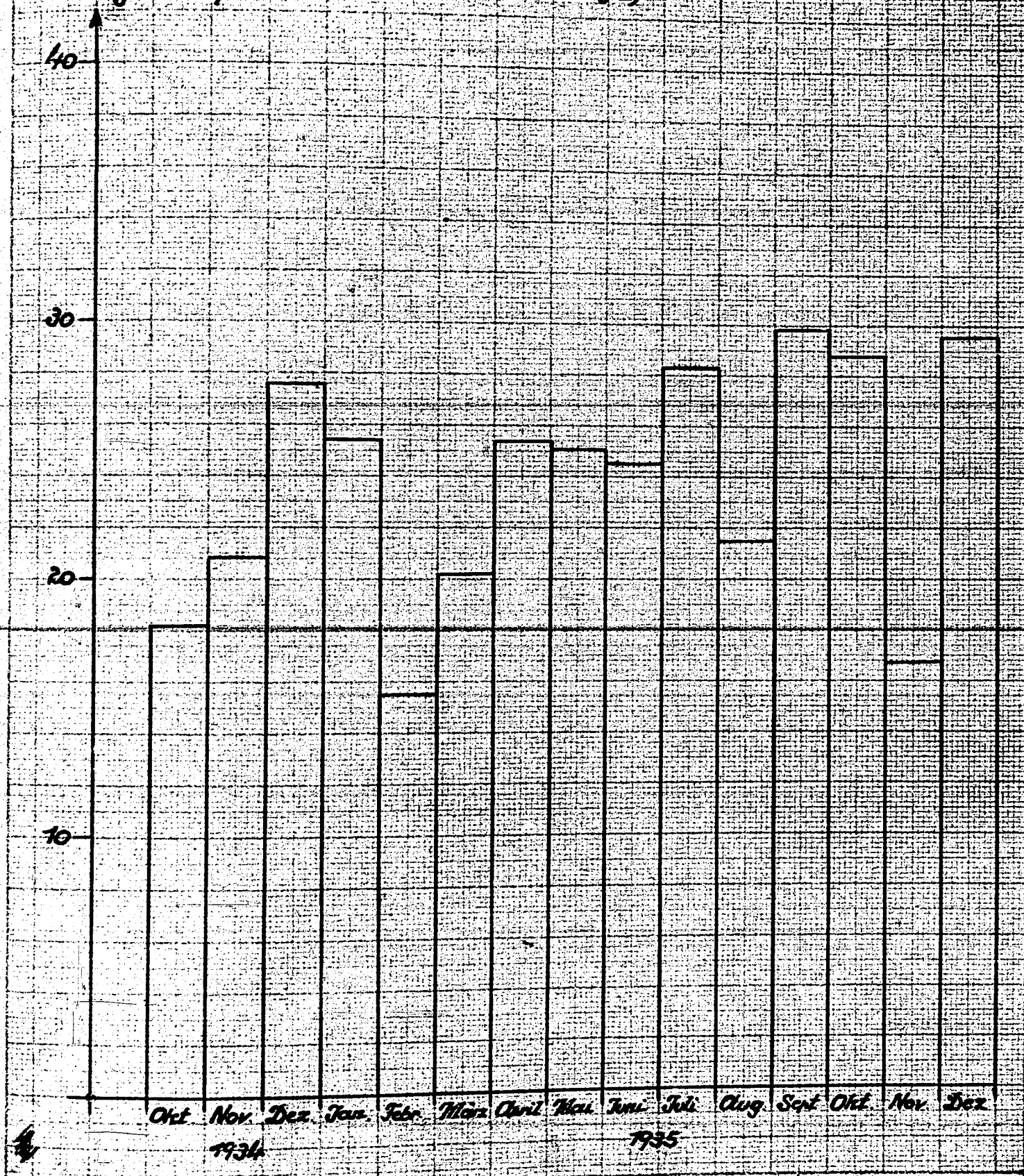


Me 431 SK665 6

Figur 2
190000350

Menge des nach Me 22 d gelieferten Kontaktf-13

1000kg Schwefel (alte Anlage)



Ammoniakwerk Maseburg
Gesellschaft für Ammoniakwerke AG
Ludwig-Wiegke (Hans Maseburg)

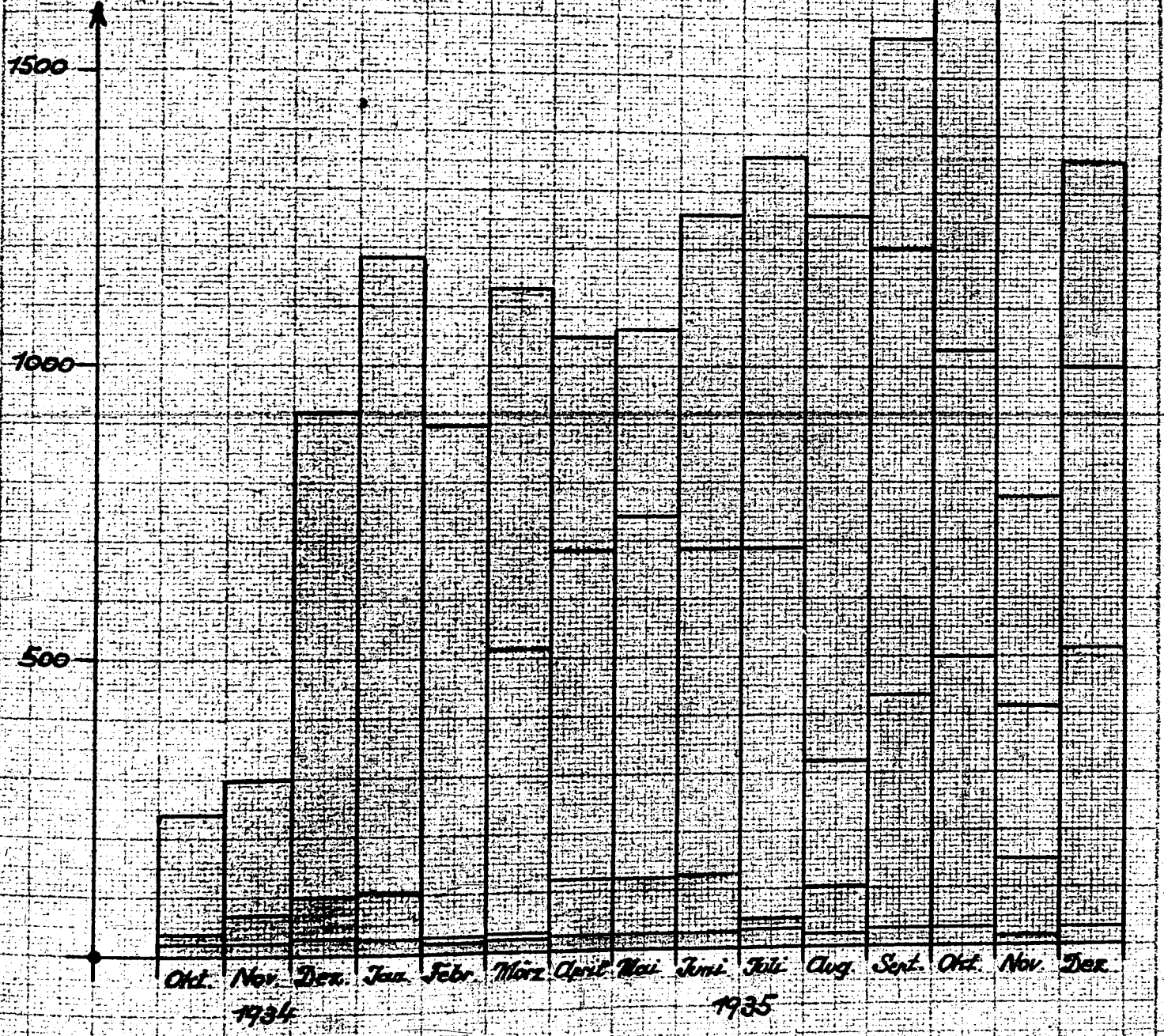
Me 431 SN665-C

Weiterverarbeitung des Schwefelwasserstoff.

Figur 4.
55300361

Kontakt H_2S Abgabe an Hg- Kontaktfabrik				Verarbeitung zu Schwefel				Verarbeitung zu H_2SO_4				Unter dem Kessel oder in der Sackel verbrannt.				
	→	2045	2277	8209	10775	8778	6785	3645	3155	574	6707	7977	3531	6856	-	3559
	→	-	-	-	-	-	483	563	623	562	639	222	770	528	626	485
	→	185	485	785	807	107	103	967	963	1045	22	808	405	470	135	485
	→	182	209	248	254	155	202	254	251	245	283	215	299	288	167	296
Summe:		2412	2969	9190	11850	8980	11320	10490	1060	1265	1359	1262	1568	1712	778	1356

Moio Schwefel

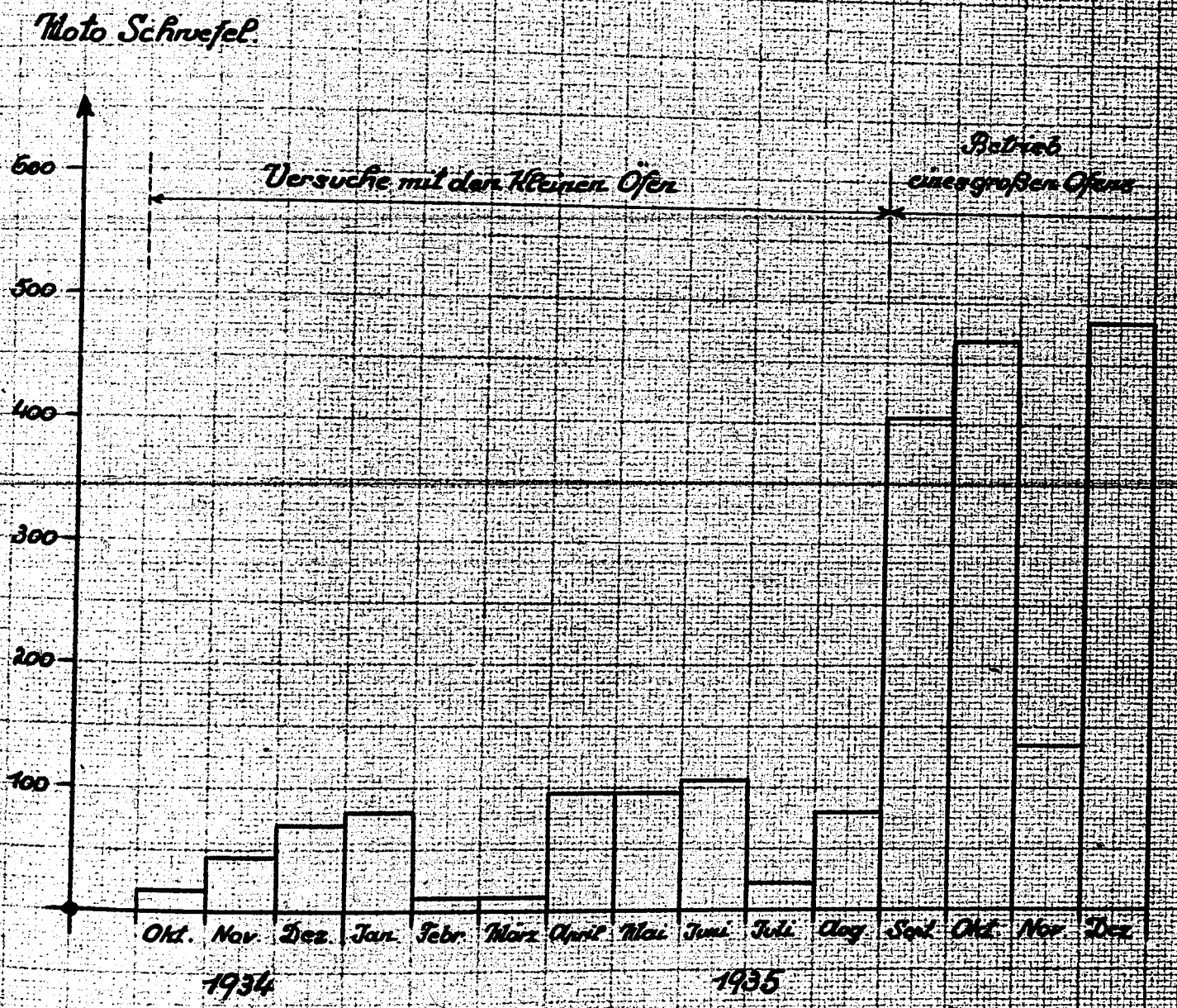


Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Karl-Marx-Stadt)

Mc 431 SH 665 d

Fig. 8
190600352

Schwefelerzeugung im Clausofenbetrieb.



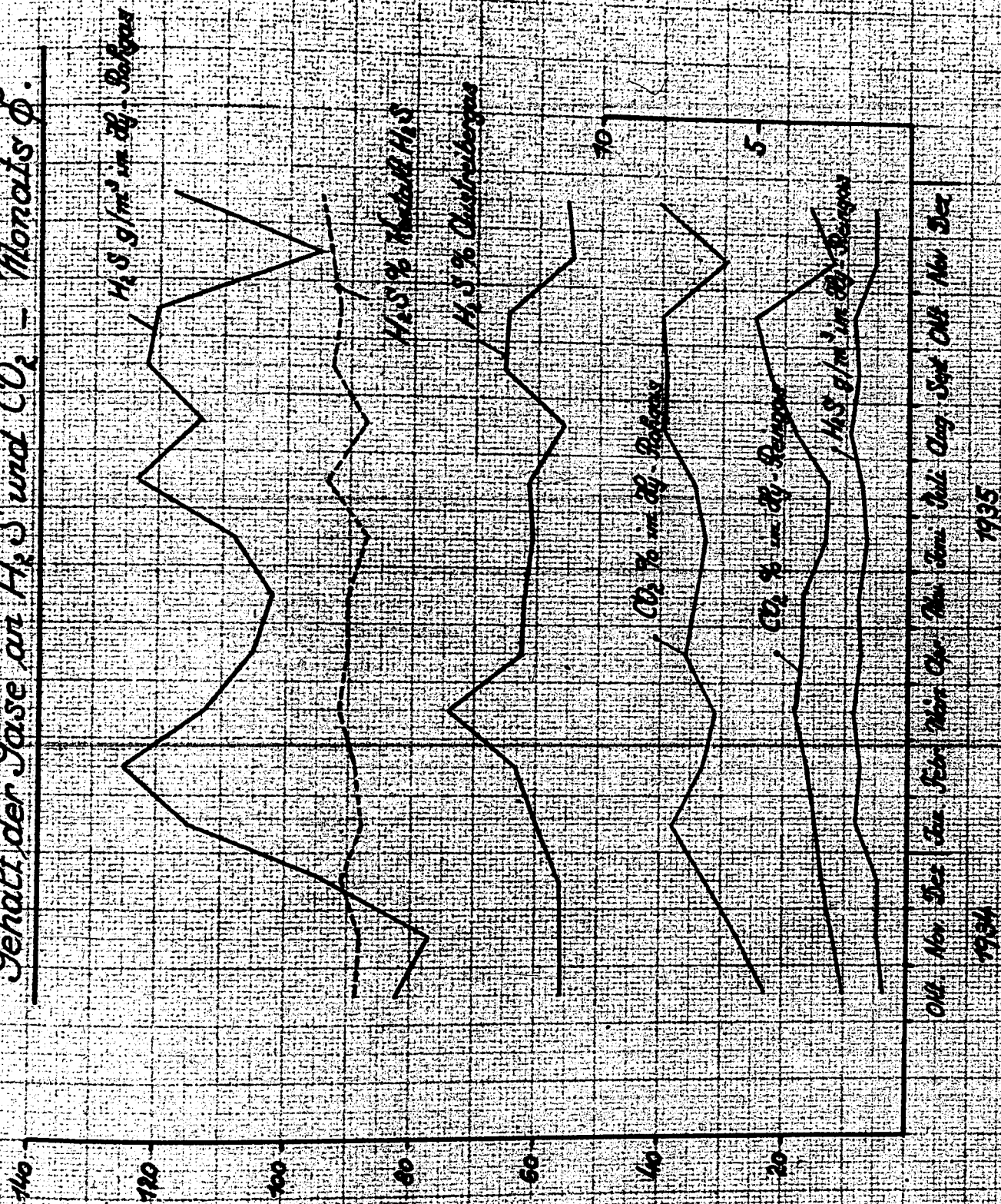
Ammoniakwerk Merseburg
Chemisches und mechanisches Institut
Lehrstuhl für chemische Technologie

Me 431 St. 665 e

1672

Figur 6
1000000333

Gehalt der Gase an H_2S und CO_2 - Monats ϕ .



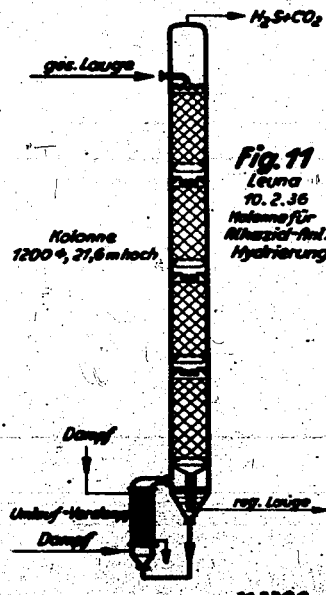
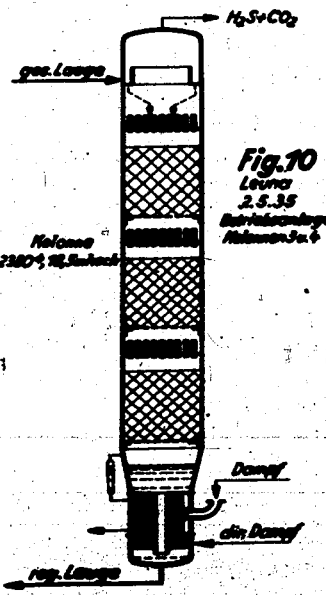
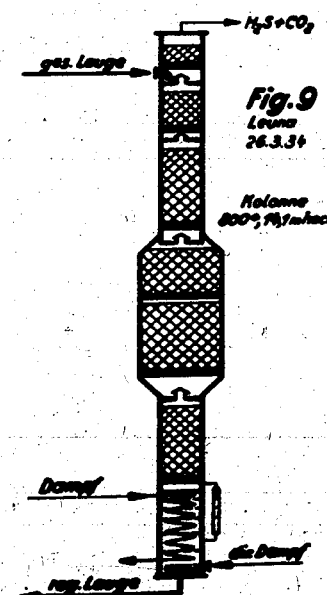
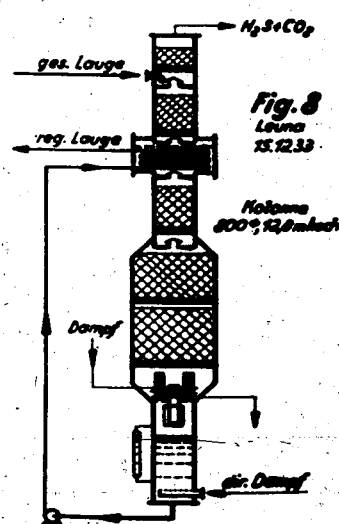
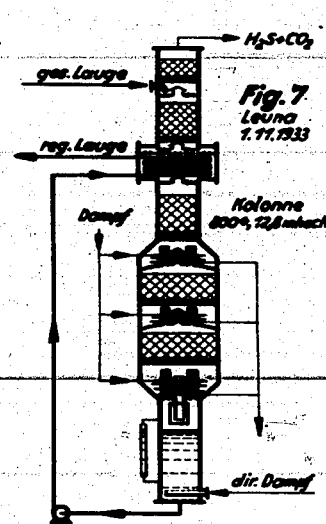
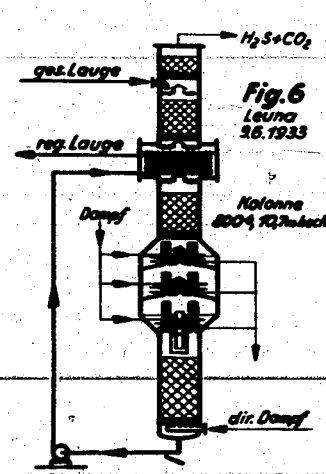
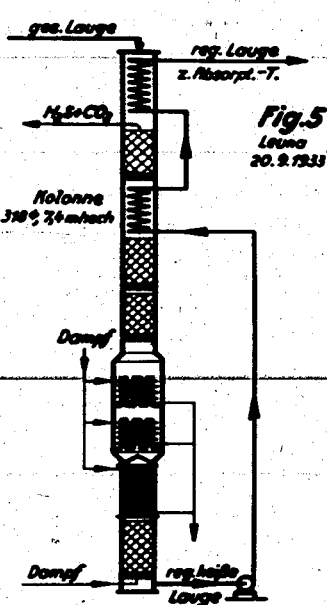
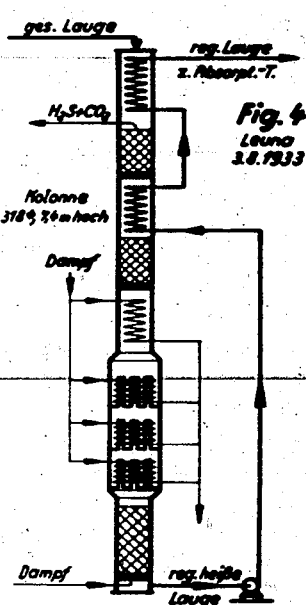
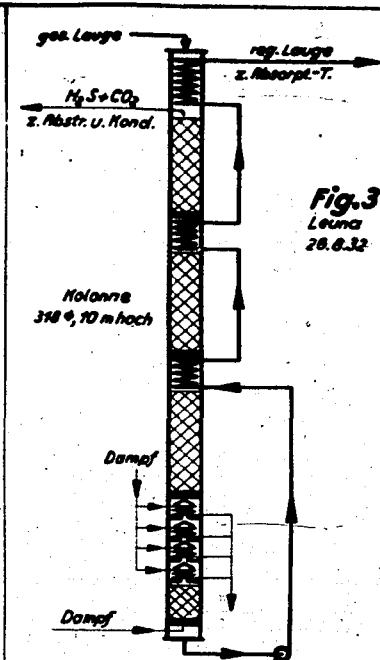
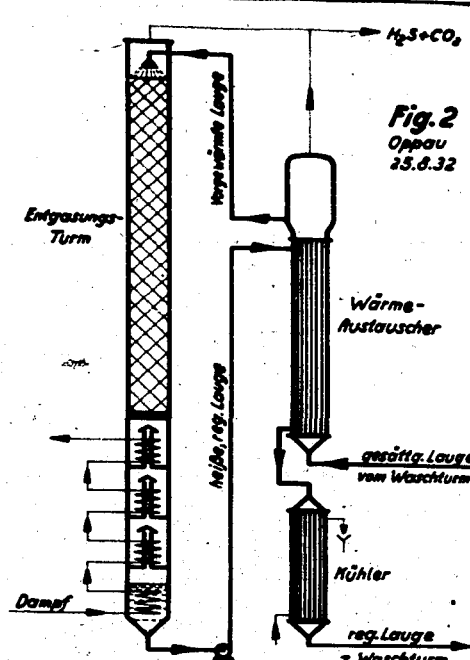
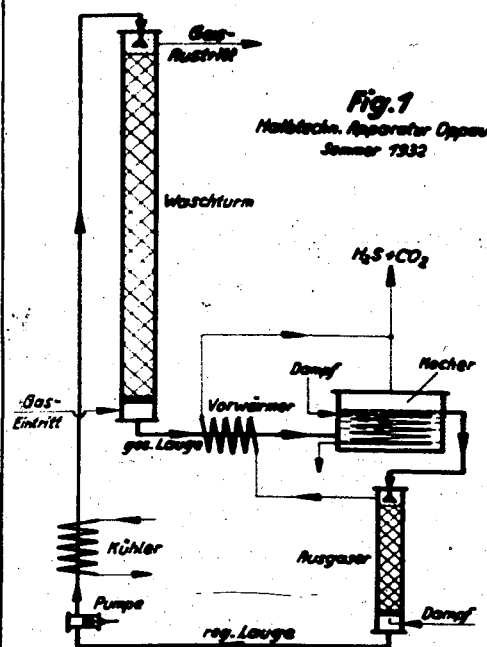
Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft für chemische Industrie
Leuna-Werke (Leuna-Merseburg)

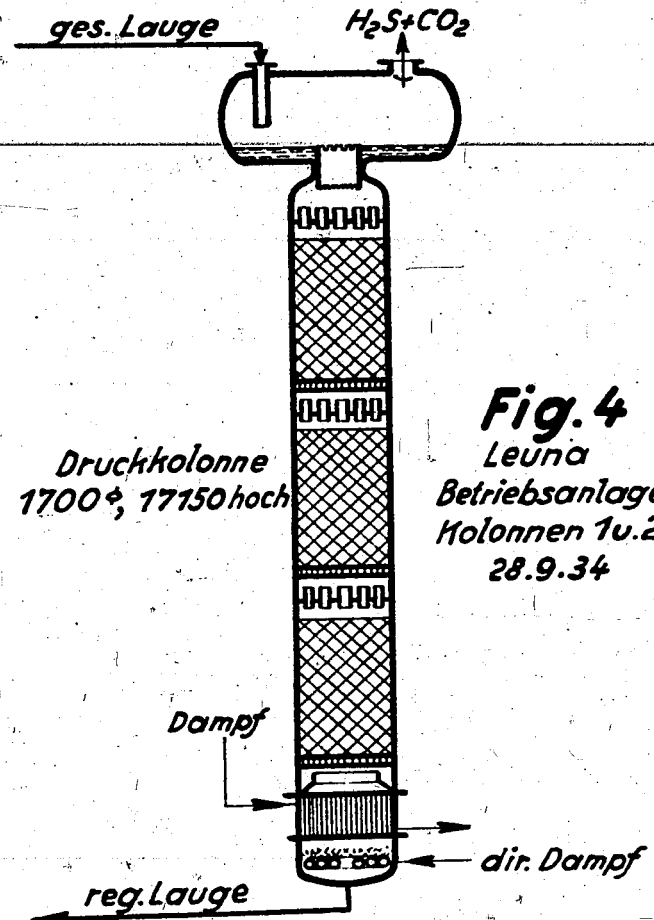
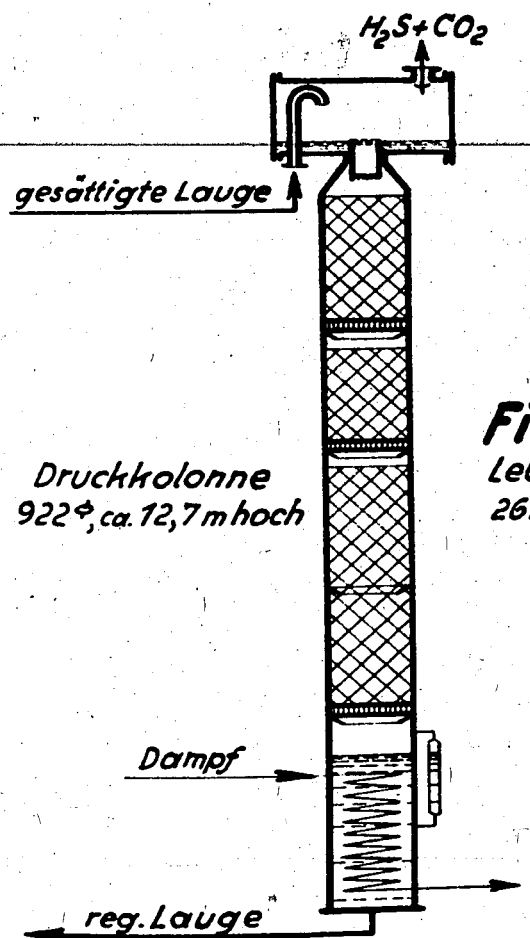
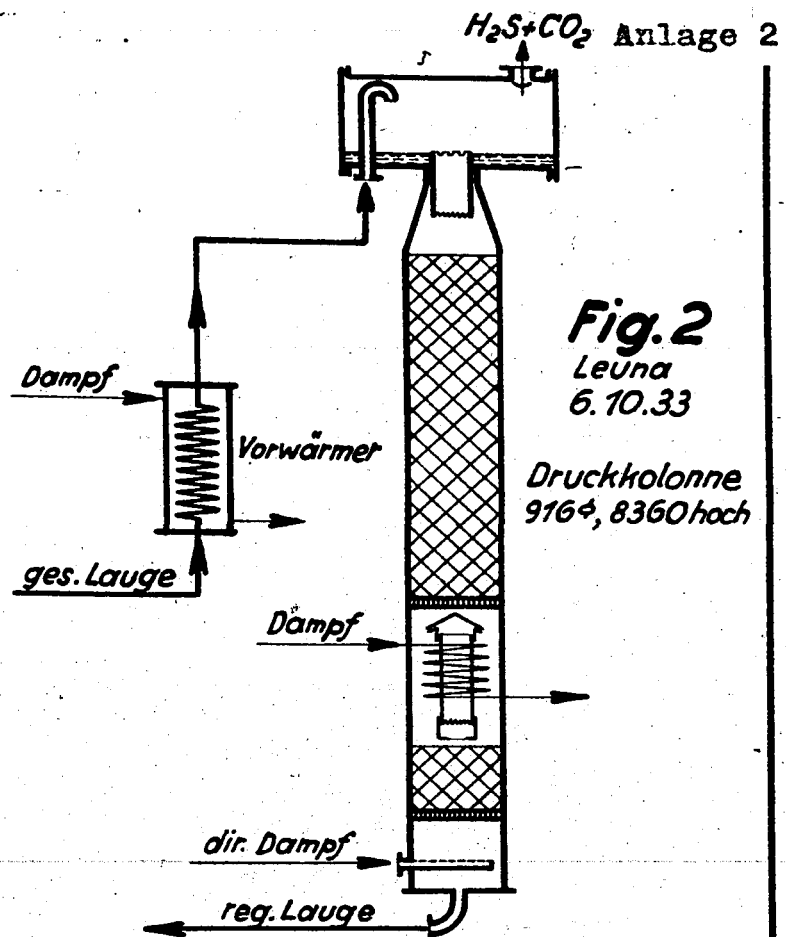
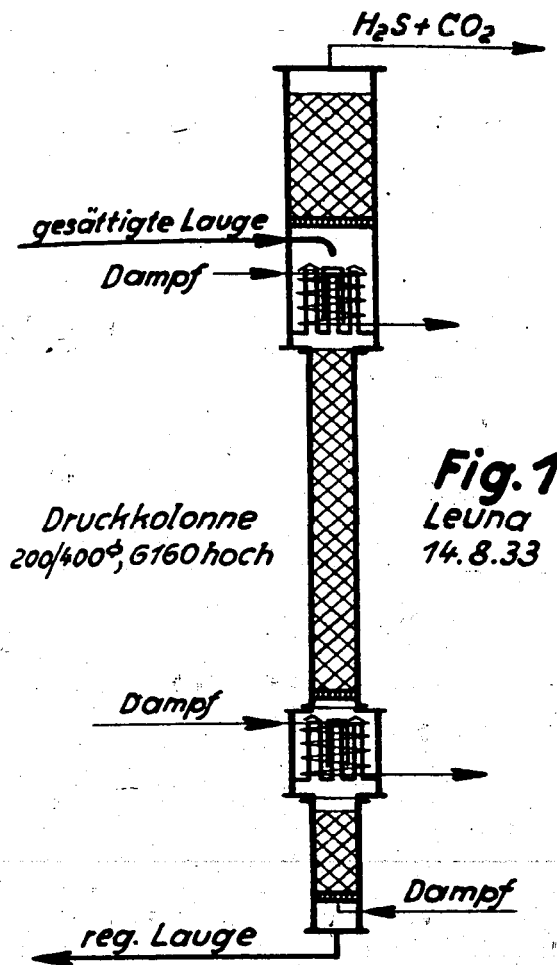
Me 431 SN 657 a

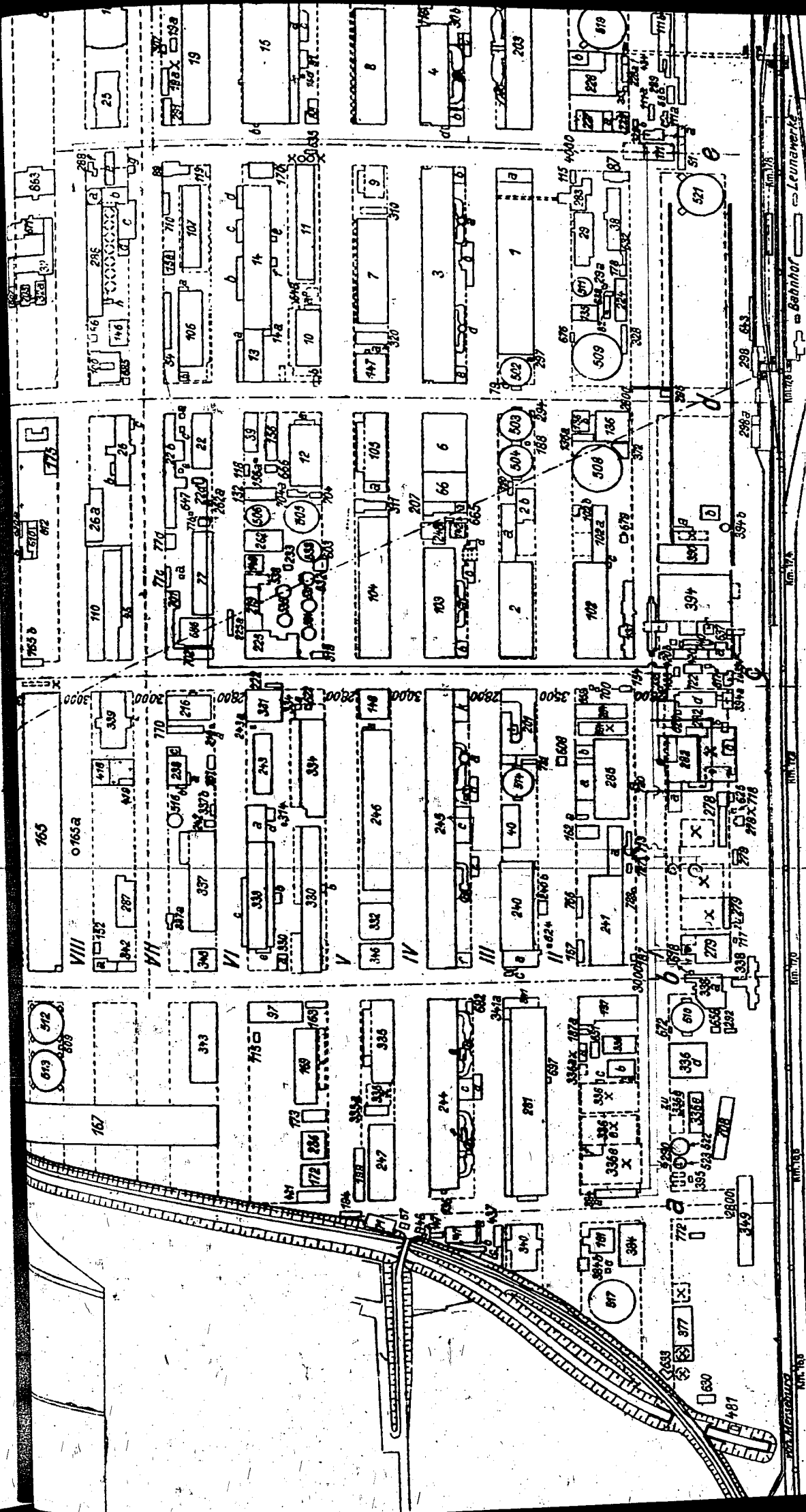
Entwicklung der drucklosen Regenerierkolonnen für Alkaid-Laugen.

Anlage 1

190000354







Zeichnungsbezeichnung

Alkacid Waschanlage Nr 282, Nr 282x, Nr 620
 Alkacid Waschanlage Nr 304x
 Clausenbetriebs u. Nachverbrennung Nr 354
 Hy-Kontaktfabrik Nr 223
 Gaseinleit. für Abwasser Nr 322
 Gaseinleit. für Alkacid Nr 323

Leitungen für Alkacid Nr 304
 Kontaktfabrik Nr 304
 Abwasser Nr 304
 (Phenolwasser-H₂O, H₂SO₄ Nr 304)

Anlage 3
 00366

Lageplan der Alkacidanlage.

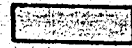
Anlage 4

190000367

1:500.



Fly-Gas-Entschwefelung



Wassergas-Vorentschwefelung



Trockenanlage



Tropfenfänger



3
(Reserve)

4

5

Wassergas Desintegratoren

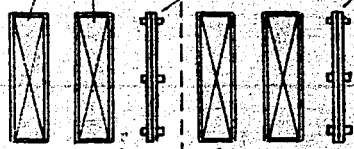
Me 282

Rieselkühler

Wärmeaustauscher

Wärmeaustauscher

Me 282 d



Druckausreiber

Rieselkühler



Drucklose Ausreiber

Rieselkühler



Feldwäscher

Desintegratoren

Waschtürme

Me 282 c

Tropfenfänger u.
Reserve Waschturm

Me 394 a

System 1

System 2

System 3

System 4

System 5
(geplant.)

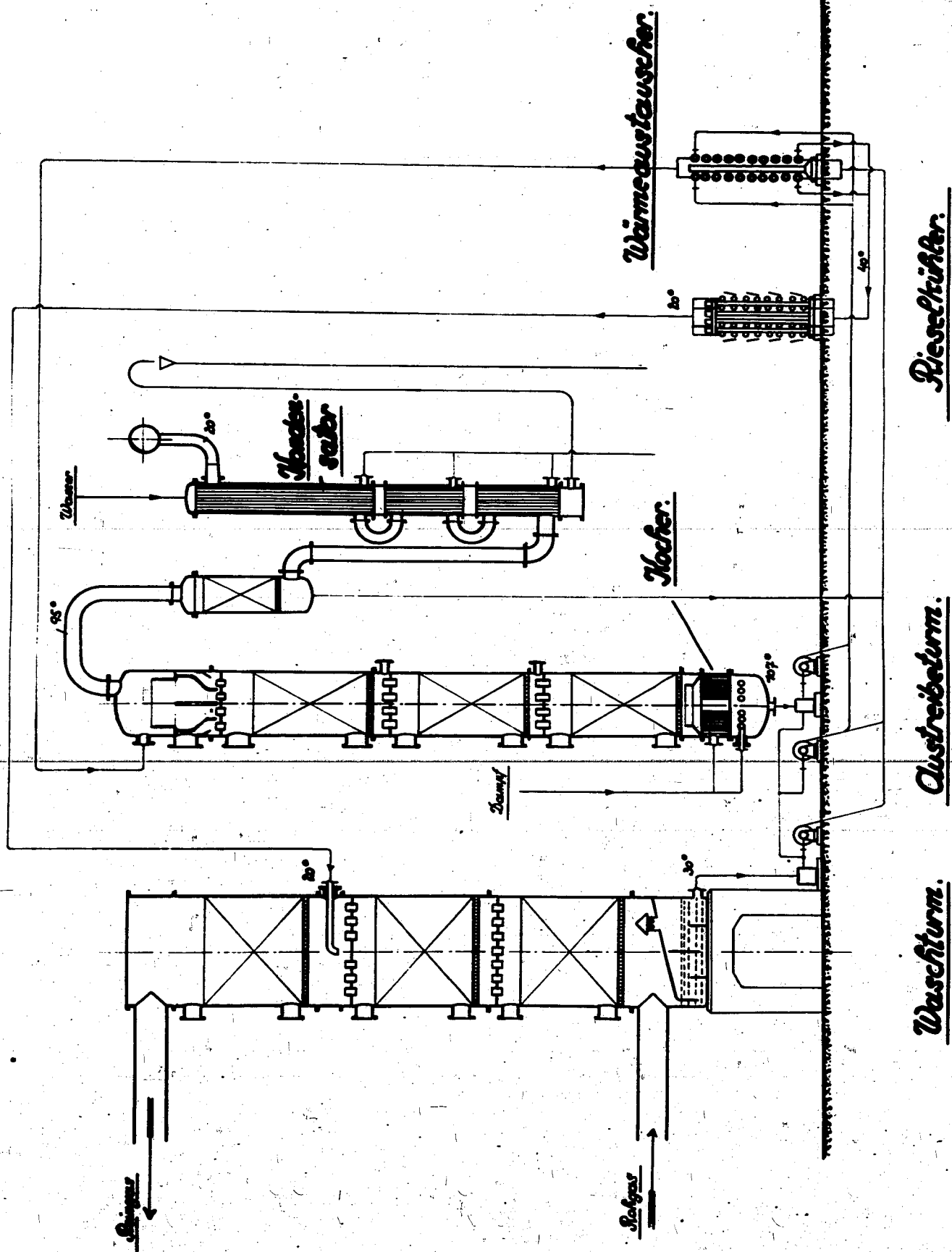
Hölzerne Schutzwand
gegen Kohlenstaub

3173

Me

Me 4.31.30.6m

Schema der Alphacidanlage.



Anlage 5

190 80368

16.4.17

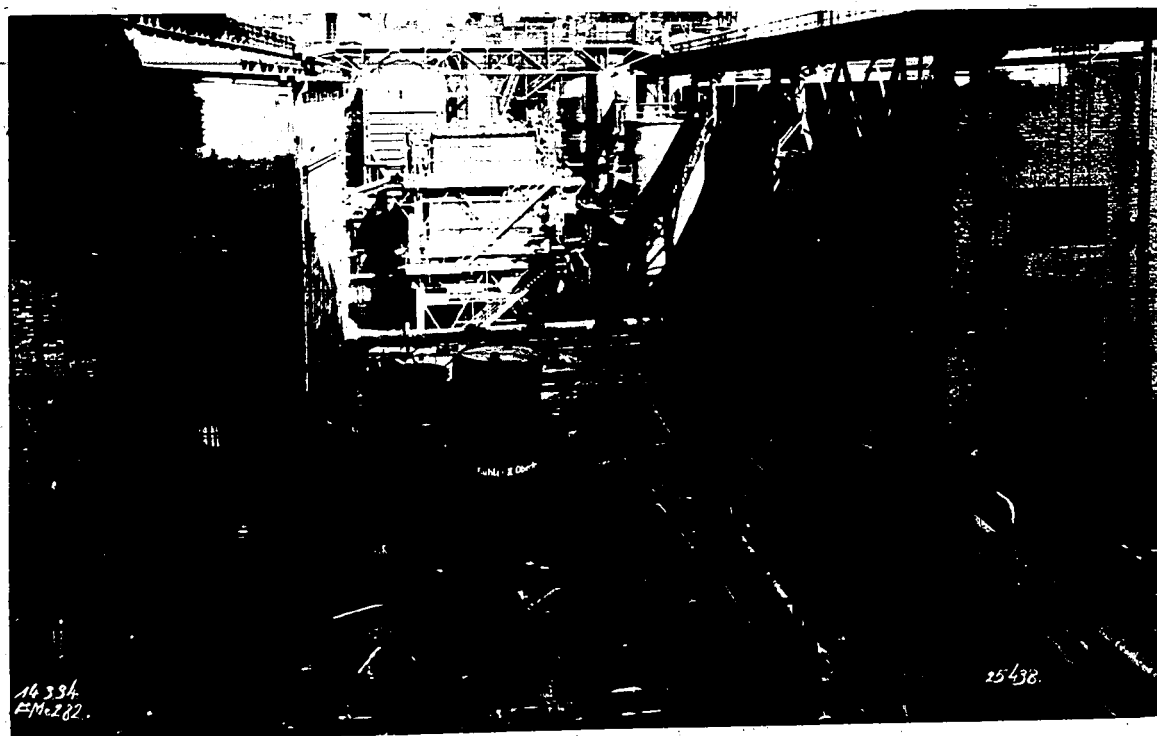
16.4.17

190000339

Anlage 6



Me 282x am 14. 3. 34



Me 282x am 14. 3. 34

100000370

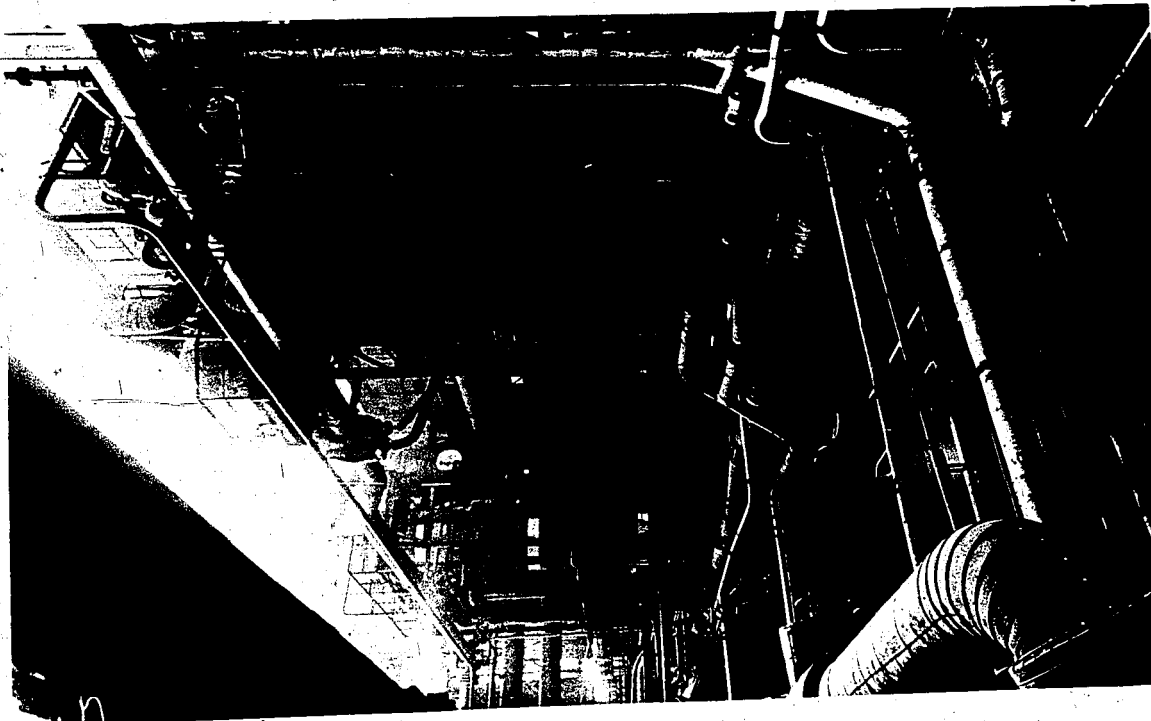
Anlage 6a



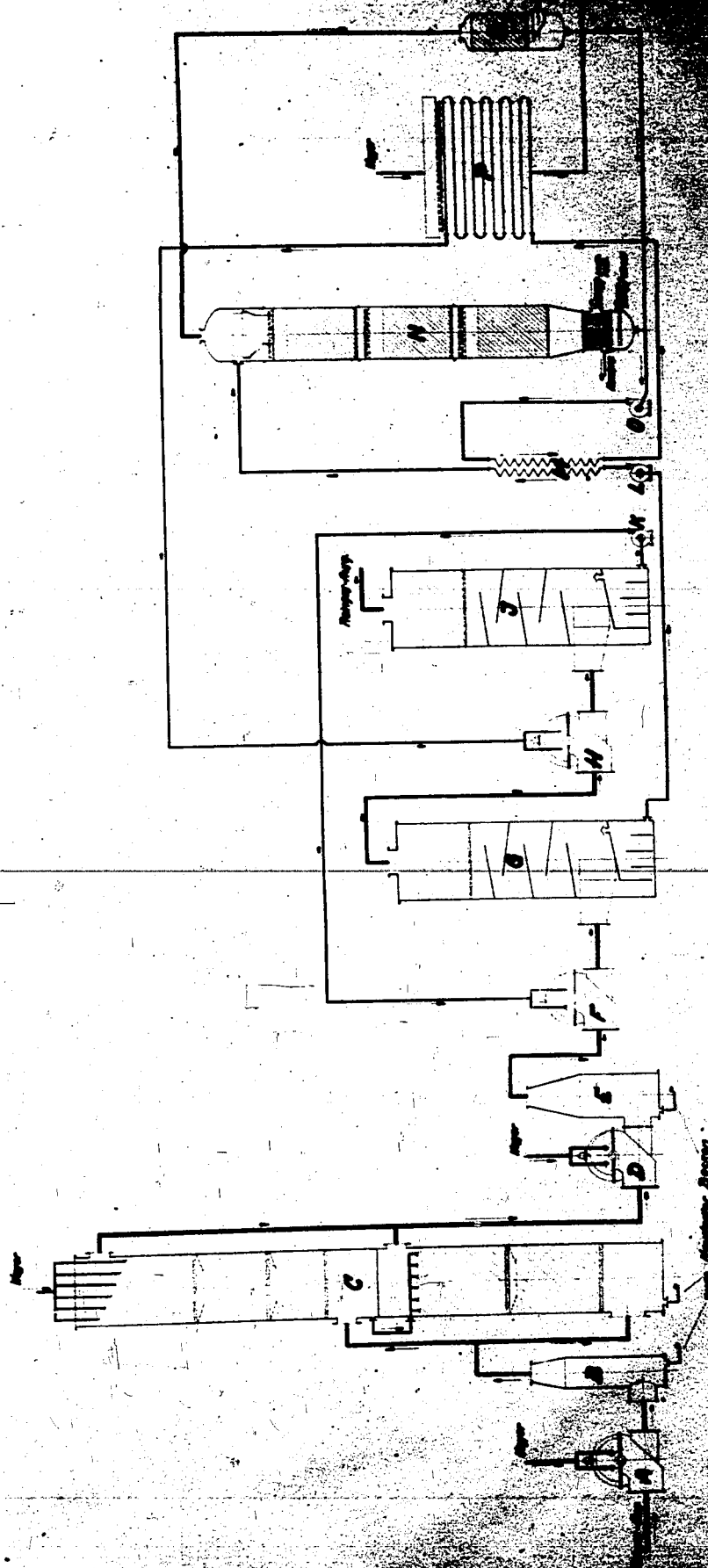
5.1.8/11.11.

30330

Alkacidanlage Me 282x am 8. 1. 36



Alkacidanlage Me 282x am 5. 3. 36

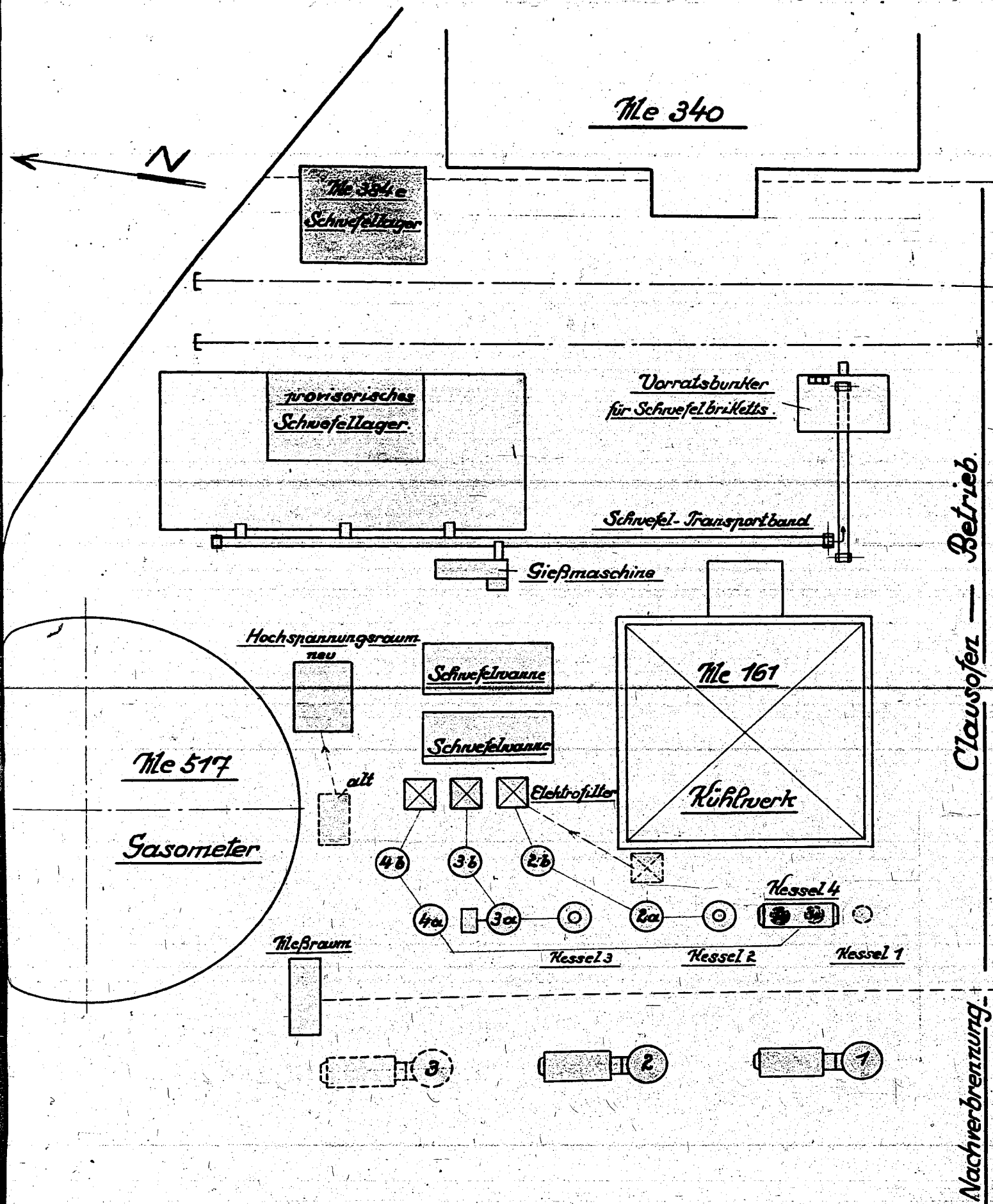


Lageplan des Clausofenbetriebs.

100000374

Anlage 10

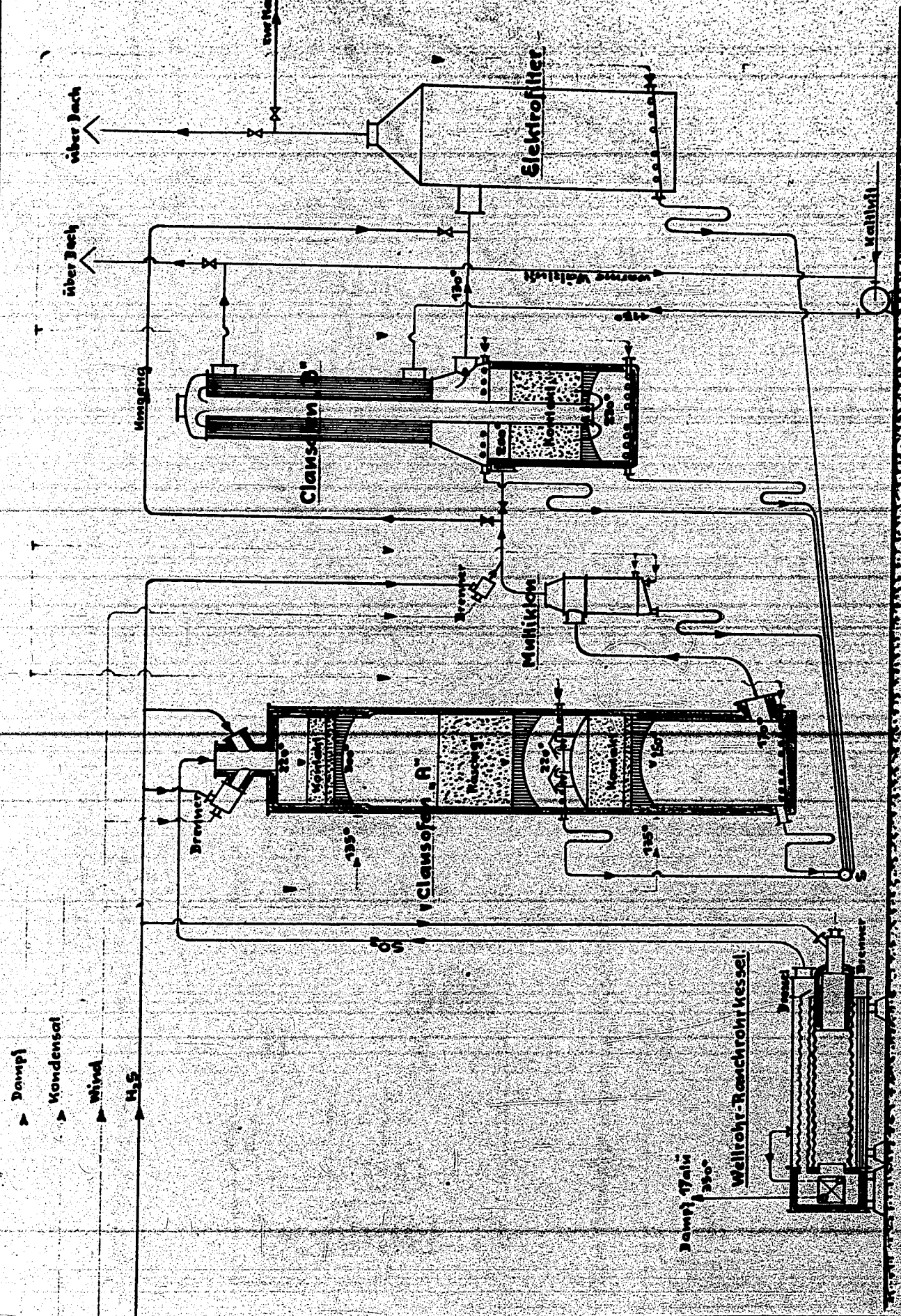
☐ vorhandene Apparate ☐ in Bau befindliche Apparate ☐ geplanter Ausbau



Me 437 SH 682

190000375

2.5.36 / 3



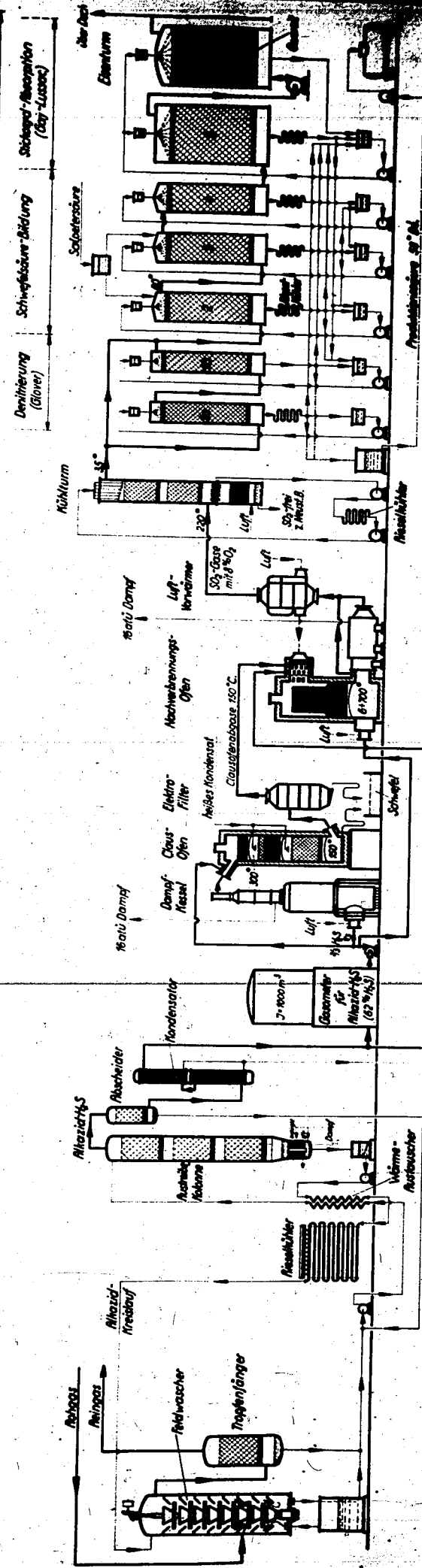
Clauson-System für vollkommenen Umsatz

Gas-Entschwefelung mit Schwefel- und Schwefelsäure-Gewinnung.

Alkaid-Entschwefelung (Hy-Rückgas)

Clausoven-Anlage	Nachverbrennung
Die Clausoven-Anlage ist eine chemische Anlage zur Gewinnung von Schwefel aus gasförmigen Abfällen. Sie besteht aus mehreren Reaktionsstufen, die in einem geschlossenen Kreislauf angeordnet sind. Der Prozess beginnt mit der Zerkleinerung der Abfälle, gefolgt von einer gasförmigen Phase, in der Schwefelwasserstoff (H₂S) entsteht. Dieser wird dann in einer Claus-Reaktion mit Sauerstoff (O₂) umgesetzt, um elementaren Schwefel (S) zu erzeugen. Der Schwefel wird anschließend in einem separaten Behälter gesammelt und kann für verschiedene Zwecke weiterverarbeitet werden.	Die Nachverbrennung ist ein Prozess, bei dem gasförmige Abfälle in einer Hochtemperaturkammer (Nachverbrennungskammer) verbrannt werden. Dieser Prozess dient dazu, die Schadstoffbelastung der Abfälle zu reduzieren und die Energieeffizienz der gesamten Anlage zu steigern. Die Nachverbrennungskammer ist mit einem Katalysator ausgestattet, der die Verbrennung des Abfalls beschleunigt. Die Abgasprodukte der Nachverbrennung werden in einer weiteren Phase gereinigt und können dann in einer anderen Anlage weiterverarbeitet werden.

Schwefelsäure-fabrik



Gasoline	mi. qf.	5 Defeat gas. def. per	month cost	2005 10/10 month cost
10-10gas	27000	125	5+7	34000
Windsor 10-10wsgas	30000	20+22	7+10	3000
Alkalis-H ₂ S present				
Alkalis-H ₂ S (incl. CO ₂ neutral)	—	—	—	5200
Summe				
				34500

Gasorte	Absorptionslage		Chausseien (max. Leistung)	Nachschwenk- ausgängen	H ₂ O ₂ -Puffer (max. 12 Liter)
	Absorptions	Regeneratoren			
H ₂ -Abgas	2 Wackelkörbe 1 Feldwischer	Legeleistung der Filtern 2 d 80 m ³ /h 1 d 50 m ³ /h	2 d 10000 m ³ 2 d 1000 m ³ gesamt 21000 m ³	2	20000 m ³ (max. 12 Liter)
		1 d 50 m ³ /h			
Winkler-Hellwassergas	2 Desintegratoren (Hintermischgeschick)				

11-11-61

1990

Bag 3041

200000377

Target No 30/4.02 20

Luna

(J. G. Farber)

GAS PURIF

~~495~~ 495

Wenzel.

Aktennotiz betr. Reinigung von
Schwefelgasen nach dem Alkazit-
Verfahren.

200000379

Es besteht Veranlassung, auf die früheren **Rundschreiben der Werksleitung** (21.5.31 u. 13.7.31) betr. Spionageabwehr hinzuweisen und insbesondere darauf aufmerksam zu machen, daß

Laboratoriumsberichte

1. nur gegen **persönliche Quittung** ausgeliehen werden,
2. vom Entleiher ohne Wissen der HBS **nicht weitergegeben** werden dürfen,
3. **streng vertraulichen** Charakter haben und daher stets unter **Verschuß** gehalten werden müssen,
4. nur unter **Umschlag** befördert werden dürfen und
5. nur durch die **HBS vervielfältigt** werden, soweit es sich nicht um betriebseigene Berichte handelt. Vervielfältigungen sind auf das unumgänglich notwendige Maß zu beschränken.

Hauptberichtesammlung Me 24a

gez. Dr. Zepf.

200000380

Aktennotiz

betr.

Reinigung von Schwelgasen
nach dem Alkacid-Verfahren.

26. Juni 1936.

Dr. W e n z e l .

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.
Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro

Bericht Nr. 495
~~Laber-Mitteilg.~~ Nr. 0
von: Dr. Wenzel
Gruppe IIa vom 26. 6. 1936

1 Expl. Direktion,
1 " Herr Dr. v. Staden,
1 " Herr Obering. Sabel,
1 " A.W.P.,
1 " Herr Dr. Bähr,
1 " Herr Dr. Braus,
1 " Herr Dr. Wenzel,
3 " Berichtesammlung,
5 " überzählig.

15 Exemplare.

Dr. We/g.

Leuna-Werke, den 26. Juni 1936.

3041 - 30/4.02 - 20

Aktennotizbetr.Reinigung von Schwelgasen
nach dem Alkacid-Verfahren.

Es wurde die Auswaschung von Schwelgasen untersucht, die nach zwei verschiedenen Verfahren hergestellt worden waren.

I. Geissen - Schwel - Verfahren.

Versuche wurden auf Grube Leopold in Edderitz bei Köthen ausgeführt.

II. Lurgi - Schwel - Verfahren.

Versuche wurden auf einer Versuchsanlage der Lurgi im Hedderzheimer Kupferwerk bei Frankfurt(Main) ausgeführt.

-.-.-.-.-

In Edderitz und Heddernheim wurde die in dem Labor-Bericht vom 18.2.1935. angegebene Kleinapparatur verwandt; außerdem in Edderitz eine Zeit lang ein Desintegrator und ferner ein mit Raschigringen gefüllter Waschturm.

I. Versuche mit dem Geissen-Schwelgas in Edderitz.

Die in Edderitz gefahrenen verschiedenen Versuchsperioden gehen aus der Tabelle I hervor.

Die erste Versuchsperiode unter Verwendung von Desintegratoren diente zur Prüfung der Auswaschung, während die anderen Versuche mit dem großen Waschturm und der kleinen Labor - Apparatur lediglich die Haltbarkeit der Lauge gegenüber Schwelgas zeigen sollten.

Das Schmelgas ist durch folgende von der Grube Leopold angegebenen Daten charakterisiert:

Durchschnittsanalysen
von ungereinigtem und gereinigtem Schmelgas.

1) Gaszusammensetzung:

Rohgas	H ₂ S	CO ₂	C _n H _m	C ₂ H ₄	O ₂	CO	H ₂	C ₂ H ₆	CH ₄	N ₂
Rohgas	3,5	33,4	3,2	1,3	0,9	12,2	16,6	7,0	17,5	4,4
Reingas	0,001	5,6	3,5	1,6	1,0	19,0	25,2	9,3	26,6	8,2

2) spez. Gewicht (Bunsen-Schilling)

	Rohgas	Reingas
Luft = 1 =	0,983	0,693
0°/760 tr.=	1,294	0,895

3) Heizwert 0°/760 tr. (Junkers Kalorimeter)

	kcal/m ³	kcal/m ³
Ho	5,141	6,905
Hu	4,795	6,293

Im Betrieb wird das Gas durch eine Druckwasserwäsche gereinigt. Nach der Reinigung hat das Gas die oben angegebene Zusammensetzung.

Für die Versuche wurde ausnahmslos die im Betrieb Leuna verwendete A - Lauge (Natrium-Alanin) benutzt.

a.) Versuch mit Desintegratoren.

Die technische Versuchsanlage für die Waschung mit Desintegratoren und mit dem Waschturm wurde von Herrn Dipl.Ing. Rudloff errichtet. Die Anlage geht aus der Zeichnung M 1200 -4 am Schluß des Berichtes hervor. Einen Überblick geben ferner die Lichtbilder No. 1 - 4.

1)

Es wurden drei Desintegratoren verwendet, mit denen sowohl Gas als auch Lösung hintereinander und parallel gefahren werden konnte.

Die Anlage war dimensioniert für max. 100 cbm Gas/Stunde bei Auswaschung von Schwefelwasserstoff und 30 cbm Gas/Stunde, falls außer Schwefelwasserstoff noch Kohlensäure entfernt werden sollte.

Die Auswaschung bei Verwendung von Desintegratoren geht aus Tabelle II hervor.

Als günstigstes Ergebnis wurde beim Fahren im Gegenstrom eine nutzbare Aufladung von 11,8 Punkten Schwefelwasserstoff erzielt, wobei der Schwefelwasserstoff bis auf 6 g/cbm entfernt wurde. Dabei war das Verhältnis von Gas zu Lauge = 1 : 518. Bei diesem Ergebnis wurde die planmäßig vorgesehene Menge von 70 cbm durchgesetzt. Jedoch ließen sich mit dem gleichen Ergebnis 90 cbm Gas reinigen, bei einem Verhältnis Lösung zu Gas = 1 : 500.

Technische Erfahrungen mit den Desintegratoren.

1. Durch den hohen Gehalt an absorbierbaren Gasen trat bei der Waschung eine merkliche Temperatursteigerung auf. Die Lauge erwärmte sich zum Teil bis auf 50°, so daß die Aufnahme von Schwefelwasserstoff dadurch beeinträchtigt und die von Kohlensäure begünstigt wurde. Da die Lauge im Gegenstrom lief, war ihre Temperatur im Desintegrator III am niedrigsten, sie lief

1) Die Desintegratoren waren kleine Theißen-Wäscher, die durch folgende Daten gekennzeichnet sind:

Stundenleistung:	100 cbm
Spez. Gew. des Gases:	0,96
Druck des Gases:	200 mm
Einspritzmenge:	500 Ltr.
Spez. Gew. der Lauge:	1,2
unter einem Druck von:	3 m Wassersäule
Tourenzahl:	2850 pro Min.
Kraftbedarf:	1 PS
Druckgewinn:	100 mm Wassersäule

dann mit höherer Temperatur nach Desintegrator II und von dort unter weiterer Temperatur-Steigerung nach Desintegrator I. Bessere Absorptions-Ergebnisse wären bei der Auswaschung von Schwefelwasserstoff zu erzielen gewesen, wenn die Lauge zwischen den Desintegratoren hätte gekühlt werden können.

II. Die Desintegratoren hatten als Dichtung der Welle nach außen eine fettgeschmierte Labyrinth-Dichtung. Diese bereitete erhebliche Schwierigkeiten, da das Fett zu warm wurde und die Lauge emulgierend auf die weichgewordene Dichtungsmasse einwirkte. Am schwierigsten war dies bei Desintegrator I, der die höchste Temperatur aufwies. Als bestes Dichtungsfett erwies sich eine Mischung von Monsapoi und Graphitflocken zu gleichen Teilen.

III. Als Tropfenabscheider waren hinter den Desintegratoren in den Gasweg kleine, mit Raschigringen gefüllte Aluminiumtürmchen geschaltet worden. Die Desintegratoren verwandelten die Lauge zu einem beträchtlichen Teil in einen haltbaren Schaum, sodaß die Türmchen zugleich als Schaumzerstörer wirken mußten. Sie eigneten sich für diesen Zweck nicht sehr gut. Der gleiche Turm ohne Raschigringe und waagrecht statt senkrecht angeordnet, würde in einem solchen Fall einen besseren Effekt gegeben haben.

b.) Haltbarkeitsprüfung der Lauge. Auswaschung nur im Waschturm.

Nachdem die Daten für die Auswaschung mit Desintegratoren festlagen, wurde nur auf Haltbarkeit der Lauge gefahren. Dafür diente der Waschturm, der wie auf Zeichnung M 1200 - 4 ersichtlich ist, bei der vorhergehenden Periode als Tropfenab-

scheider für Desintegrator III gedient hatte.⁺⁾

Es wurde mit möglichst viel Gas und möglichst viel Lauge gefahren, um bei dem Vorhandensein von schädigenden Gasbestandteilen einen raschen Effekt zu erzielen (150 cbm Gas, 300 Ltr. Lauge.)

Die erzielten Auswaschungen gehen aus der beigelegten Tabelle III hervor. Wegen der langen Aufenthaltsdauer ist die Auswaschung des Schwefelwasserstoffs naturgemäß sehr schlecht.

Über die Haltbarkeit der Lauge unterrichtet uns die Tabelle IV. Es geht daraus hervor, daß schon während der kurzen Versuchsdauer vom 20.6. bis 1.7. mit Desintegratoren die Lauge einen erheblichen Rückgang aufzuweisen hatte. Bei der nachfolgenden Periode mit dem Waschturm ist eine weitere starke Verschlechterung der Lauge festzustellen. Durch die Analyse wird als Grund die starke Zunahme des Thiosulfatgehaltes erkenntlich, der von etwa 1,4 g während der Desintegrator-Periode auf 11,0 g und während der Waschturm-Periode auf 17,3 ansteigt.

Nun enthielt zwar das Gas eine deutliche Menge an Sauerstoff (1,6 - 0,8 %), es bestand jedoch der Verdacht, daß diese rasche Zerstörung der Lauge unter Umständen durch Ansaugen von Luft durch die Zentrifugalpumpen hervorgerufen sei.

+) Eine genaue Zeichnung des Waschturmes ist unter No. M 1357/2 vorhanden. Die Abmessungen betragen:

Durchmesser	: 600 mm
Gesamt-Höhe	: 5,73 mtr.
Nutzbare Waschraumhöhe	: 3,85 mtr.
Waschraum (leerer Raum ohne Raschigringe)	: 1,088 cbm.
Waschfläche	: 0,28 qm.

Der Waschraum war in zwei Schüsse unterteilt und mit 35 er Raschigringen gefüllt.

Zweite Füllung.

Um das Ansaugen von Luft unmöglich zu machen¹⁾, wurden an den Lagern Aluminium-Schalen angebracht, die mit Öl gefüllt wurden. Die Wellen und Stopfbüchsen wurden hierdurch ständig unter Öl gehalten.

Nachdem so jede Fehlerquelle mit Sicherheit ausgeschlossen war, war die Verschlechterung der Lauge trotzdem die gleiche. Die Tabelle V zeigt den Anfangs- und Endwert des Einsatzes. Auch hier zeigt sich ein starkes Ansteigen des Thiosulfatgehaltes, der durch eine große Anzahl von Analysen in seinem stetigen Anwachsen verfolgt werden konnte.

Damit war die Thiosulfatbildung durch das Gas allein sicher gestellt. Bei ähnlichen Versuchen mit etwa gleichem Sauerstoffgehalt im Gas (Versuche in Hüls) hatten wir eine viel kleinere Thiosulfatbildung feststellen können. Der Grund für die bedeutend größere Menge in Edderitz konnte nur in der hohen Temperatur der Lauge liegen. Denn die Lauge erwärmte sich in dem Waschturm verhältnismäßig stark. Im Ausgang der Lauge wurde an heißen Tagen 45° und mehr gemessen.

Da nach dem damaligen Stand des Alkacidverfahrens die Auswaschung des Schwelgases am besten in mechanisch bewegten Wäschern vorzunehmen war und sich in diesen eine Kühllhaltung der Lauge ohne weiteres ermöglichen läßt, sollte nun festgestellt werden, in welcher Geschwindigkeit die gekühlte Lauge durch Thiosulfat geschädigt wird.²⁾ (Siehe Seite 7).

1). Das Anbohren der Lager und Verbinden der Hohlräume mit Manometern, um evtl. vorhandenen Unterdruck anzuzeigen, bewährte sich nicht. Die Manometeranzeige war unsicher und ohne ersichtlichen Grund mitunter von Unterdruck zu Überdruck wechselnd.

Waschversuche in dem Labor-Wasch-Turm.

Für die Versuche wurde ein kleiner Labor-Waschturm verwendet, der in dem Bericht vom 18.2.1935 beschrieben ist. Um jedoch eine zu hohe Temperatur-Steigerung innerhalb des Turmes zu vermeiden, wurden die einzelnen Schüsse durch kleine Aluminiumkühler unterbrochen.

Die Anordnung geht aus dem Lichtbild No. 5 hervor. Das Wasser für jedes einzelne Kühlelement konnte für sich reguliert werden, sodaß es möglich war, über den ganzen Turm eine gleichmäßige Temperatur zu halten. Es wurde eine mittlere Temperatur von $22,5^{\circ}$ erzielt.

Anfänglich wurde die Apparatur unter Vorschalten eines Kalzit-Turmes gefahren, der mit Sodalösung berieselt wurde. Es wollte eventuell vorhandenes Schwefeldioxyd auswaschen. In der im Kreislauf verwendeten Sodalösung wurde jedoch keine Spur von Schwefeldioxyd gefunden, sodaß bei den Versuchen ab 19. November das Gas direkt in den Alkacidturm ging.

Anmerkung zu Seite 6. +)

Beim Ausbau der Groß-Apparatur wurden folgende Beobachtungen gemacht:

Die Rohgasleitung war mit einer sich fettig anführenden Schlamm-schicht überzogen, während die Leitung hinter der Alkacidanlage vollkommen blank und sauber war. Es hat den Anschein, als ob die in dem Schwelgas vorhandenen ungesättigten, leicht polymerisierenden Stoffe durch die Alkacid-Lauge zur Polymerisation gebracht werden und in der Lauge bleiben. Die Lauge war in ihrer Farbe dunkler geworden. Beim Ansäuern mit Schwefelsäure schied sich eine braune, teerartige Masse ab, offenbar Polymerisat, das sich wegen seines sauren Charakters in der Lauge löst. - Ferner wurde festgestellt, daß die Gummidichtungen zwischen den Flanschen sich unter dem Einfluß der Kohlenwasserstoffe des Gases vollkommen aufgelöst hatten. - Der Kocher (Vgl. Zeichnung) war in allen Schüssen gleichmäßig mit Raschigringen 25 mm gefüllt worden. Beim Ausbau zeigte sich, daß die beiden obersten Schüsse vollkommen ohne Ringe und leer waren. Die Ringe waren zum größten Teil zertrümmert und in den querliegenden Abstreifer geschleudert worden.

Die Lösung zeigte ebenfalls eine stetige Verringerung des Absorptionwertes, die jedoch bedeutend langsamer als beim Großversuch vor sich ging. In der gleichen Weise nahm dann wieder der Thiosulfatgehalt zu. (Vgl. Tabelle VI.)

Aus den Versuchen ergab sich, daß beim Einhalten einer technisch möglichen, niedrigen Temperatur die Thiosulfat-Bildung zwar langsamer vor sich geht, aber immer noch einen erheblichen Betrag erreicht. Zwar ist die Lauge durch Zusatz von Soda wieder zu regenerieren, doch nimmt ihre Absorption entsprechend der Verdünnung an wirksamer Aminosäure stetig ab.

Sonstige Beobachtungen.

a.) Aus den Schwelgasen wurden durch die Alkali-Lauge basische Bestandteile ausgewaschen. Diese wurden beim Auskochen der Lauge ausgetrieben und sammelten sich im Kondensat. Von diesen Stickstoffverbindungen waren

52 % NH_2 - Stickstoff

42 % NH_3 - Stickstoff

6,5 % NH - Stickstoff

3 % ließen sich nicht näher bestimmen.

b.) Das Schwelgas nach dem Geissen-Verfahren enthält eine beträchtliche Menge von ungesättigten Verbindungen, die in Berührung mit der Lauge eine braunes Polymerisat ergeben. Dieses hat sauren Charakter. Es löst sich in der Lauge und wird beim Ansäuern wieder abgeschieden.

c.) Ein Nachteil der betriebsmäßigen Schwefelreinigung mittels Druckwasserwäsche ist der Verlust an Äthylen. Da von Seiten der Grube Leopold für diesen Punkt besonderes Interesse bestand, haben wir eine Äthylen-Bestimmung des Kochergases vorgenommen. Es bestand zu 99,5 % aus $\text{CO}_2 + \text{H}_2\text{S}$. Äthylen wird also nicht in nachweisbarer Menge von der Lauge gelöst.

II. Auswaschung von Schwelgas nach dem Lurgi-Verfahren.

Die Versuche wurden auf einer Versuchs-Anlage der Lurgi im Hedderheimer Kupferwerk bei Frankfurt ausgeführt. Als Apparat wurde der im ersten Teil bei den Edderitzer Versuchen geschilderte und in den früheren Bericht vom 18.2.1935 beschriebene Labor-Waschturm verwendet, jedoch ohne die zwischen die Schüsse geschalteten Kühlelemente. Als Waschlauge wurde A-Lauge (Natrium-Alanin) benutzt. Bei der Auswaschung interessierte ebenso wie bei der Reinigung des Geissen-Schwelgases nur die Schwefelwasserstoff-Entfernung. Da der Schmelofen dauernd von der Lurgi zu deren Versuchen benutzt wurde, mußten wir uns mit unseren Versuchen nach dem Fahrprogramm der Lurgi richten. Die Versuche mußten deshalb in zwei Perioden mit etwa zwei-monatiger Unterbrechung durchgeführt werden, da der Ofen in dieser Zeit von der Lurgi umgebaut wurde. Einen Überblick über die Schmelbedingungen und die Gaserzeugung gibt das freundlicher Weise von der Lurgi zur Verfügung gestellte Versuchsprogramm wieder, das am Ende des Berichtes zu finden ist.

Da bei der Art der Gaserzeugung - das Lurgi-Verfahren arbeitet mit Verbrennung eines Teiles der Schwelgase, wobei diese heißen Gase zum direkten Erhitzen des Schwelgutes verwendet werden - die Möglichkeit bestand, daß SO_2 in dem Gase enthalten ist, wurde längere Zeit unter Vorschalten eines Kalzit-turmes gefahren. Da nie SO_2 nachgewiesen werden konnte, wurde der Turm für die letzte Versuchs-Periode entfernt.

Ergebnisse:

In der Tabelle VII ist das gesamte Fahrprogramm, die durchgesetzte Menge, die Auswaschung und der Befund der Lösung nach den einzelnen Versuchs-Perioden zusammengestellt.

Es tritt eine langsame Schädigung der Lauge ein. Sie wird einmal durch Thiosulfat hervorgerufen, das sich infolge des Sauerstoff-Gehaltes des Gases ($\sim 0,17\%$) bildet und ferner durch Blausäure. Dieser störende Faktor wurde durch Untersuchung der Lösungen nachträglich festgestellt, nachdem die Arbeiten von April bis Juni 1936 in vielen Gasen Blausäure festgestellt und die zur Schädigung führenden Reaktionen aufgeklärt worden waren, wurde durch Untersuchung der noch vorhandenen Hedderheimer Lösungen nun noch nachträglich festgestellt, daß im Lurgi-Schmelgas noch Blausäure vorhanden ist. Diese Blausäure schädigt die Lauge durch Bildung von Rhodan und Ameisensäure.

Der ursprünglich vermutete Schwefelkohlenstoff ist in dem Gas nicht vorhanden. Die Schwefelbilanz der gebrauchten Lösung ergibt dies nach der folgenden Aufstellung:

Schwefel-Gehalte der gebrauchten Alkacid-Lösung nach
1500 Betriebsstunden (g/Ltr.)

SO ₄	-	S	=	0,169
SO ₃	-	S	=	0,0
S ₂ O ₃	-	S	=	0,764
CNS	=	S	=	4,5

Summe = 5,437

Gesamt-Schwefel der Analyse: 5,591.

Demnach ist der Schwefel in einer analytisch nicht erfaßten Form in der Lauge nicht mehr vorhanden.

Zusammenfassung.I. Geissen - Schwel - Verfahren.

a.) Auf der Grube Edderitz wurden Versuche zur Auswaschung von Schwelgas aus Geissen-Öfen nach dem Alkacid-Verfahren unternommen. Mit drei hintereinandergeschalteten Desintegratoren war das Gas unter Verwendung von A-Lauge (Alanin-Natrium) von etwa 60 auf 1 - 6 g H_2S-S / cbm mit einer Lauge-Beladung von etwa 8.5 Vol/Vol. H_2S zu reinigen. Der CO_2 -Gehalt des Gases nahm von etwa 33 % auf 28 % ab.

b.) Die Haltbarkeitsversuche beim Fahren im Alkacidturm ergaben eine Schädigung der Lauge durch Thiosulfat-Bildung infolge des O_2 -Gehaltes des Gases. Die Geschwindigkeit der Thiosulfat-Bildung ist stark von der Temperatur abhängig.

c.) Über die Aussichten des Alkacid-Verfahrens zur Geissen-Schwelgas-Reinigung ist zusammenfassend zu sagen:

Wirtschaftlich kann das Verfahren erst werden, sobald eine zu rasche Laugeschädigung unterbunden werden kann, die durch Thiosulfat-Bildung und saure Polymerisate aus dem Gase verursacht wird. Falls dies gelingt, würde der hohe Schwefelgehalt des Gases bei einer Verwertung des Schwefelwasserstoffs die Kosten des Verfahrens decken.

II. Lurgi - Schwel - Verfahren.

Das nach dem Lurgi-Verfahren erzeugte Gas kann nach dem Alkacid-Verfahren von Schwefel befreit werden. Zur Entfernung der schädigenden Blausäure aus dem Gas muß eine Vorwäsche an besten mit Polysulfidlösung vorgesehen werden.

Tabelle No. 1.

Die Versuchsperioden in Edderitz.

Apparatur	Datum 1935	Laugeeinsatz ltr. D = 1,18	Be- triebs- stunden	Durchgesetzte Mengen G a s cbm	Lauge cbm	Mittlere Temp. der Lauge
<u>Große Apparatur</u> Gewaschen in 3 Desintegrat. 20.6.-1.7.		1. Füllung: 443	-			40-45°
<u>Große Apparatur</u> Gewaschen im Waschturm Waschraum: 1,088 cbm Raschigringe: 25 x 25	2.7.-29.7.	1. Füllung: 443	336	46800	118,3	40-45°
<u>Große Apparatur</u> Gewaschen im Waschturm Waschraum: 1,088 cbm Raschigringe: 25 x 25	2.8.-3.9.	2. Füllung: 489	728	104351	198,51	40-45°
<u>Kleine Glas-Apparatur</u> Waschraum: 2,1 ltr Raschigringe: 8 x 8	15.9.-14.12.	18	720,25	1480,7	3,024	22,5°

Reinigung von Schwefelgas mit Desintegratoren.
(Nach Abbildung 4.)

Tabelle 2.

Datum.	Es wurde gefahren.	Ver- hält- nis Gas : Lösung.	Gas.	Lö- sung.	G a s a n a l y s e .								Gehalte der Lösung an Gas (Vol/Vol.)												
					V o r h e r			Nach Desin- tegrator 1.		Nach Desin- tegrator 2.		Nach Desin- tegrator 3.		Ausgekocht.			Nach Desinte- grator III.			Nach Desinte- grator II.			Nach Desinte- grator I.		
					CO ₂	O ₂	H ₂ S	CO ₂	H ₂ S	CO ₂	H ₂ S	CO ₂	H ₂ S	CO ₂	H ₂ S	CO ₂ + H ₂ S	CO ₂	H ₂ S	CO ₂ + H ₂ S	CO ₂	H ₂ S	CO ₂ + H ₂ S	CO ₂	H ₂ S	CO ₂ + H ₂ S
					%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	Vol / Vol.	Vol / Vol.	Vol / Vol.	Vol / Vol.	Vol / Vol.	Vol / Vol.	Vol / Vol.	Vol / Vol.	Vol / Vol.
1935.			cbm/h	cbm/h																					
21.6.	Hinterein- ander im Gegenstrom	1:412	70	0,170	32,6	0,8	3,85	31,1	2,1	30,4	0,6	29,7	0,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
22.6.		1:518	70	0,135	31,2	-	4,2	30,3	2,7	29,9	1,3	29,0	0,4	8,0	1,1	9,1	12,4	7,8	20,2	17,2	11,0	28,2	16,4	12,9	29,3
23.6.		1:500	90	0,180	30,5	-	4,34	30,3	3,5	30,1	2,1	29,7	0,5	10,6	1,4	12,0	-	-	-	-	-	-	17,1	13,4	30,5
24.6.		1:282	90	0,320	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
26.6.	"	1:250	80	0,320	33,4	0,8	3,6	31,0	2,8	30,7	0,9	29,5	0,3	13,7	2,3	16,0	13,9	3,7	17,6	16,8	4,7	21,5	18,3	7,4	25,7
27.6.	"	1:282	90	0,320	28,7	0,4	3,7	29,6	2,0	29,4	0,3	28,6	0,1	10,3	2,9	13,2	12,4	4,0	16,4	12,5	5,6	18,1	15,4	9,4	24,8
28.6.	"	1:314	100	0,320	28,4	0,8	4,4	28,2	3,2	29,9	0,9	28,0	0,4	8,0	2,7	10,7	12,1	5,9	18,0	15,7	8,8	24,5	15,1	11,2	26,3
29.6.	"	1:224	100	0,450	28,9	0,4	4,7	29,3	2,1	29,0	0,6	28,3	0,1	12,5	1,0	13,5	11,9	2,6	14,5	13,5	4,0	17,5	14,6	6,9	21,5
30.6.	"	1:284	128	0,450	33,0	0,6	4,4	32,5	2,7	32,2	0,8	31,3	0,9	9,4	1,6	11,0	10,9	2,4	13,3	12,5	4,8	17,3	14,1	8,4	22,5
1.7.	"	1:343	120	0,350	29,7	-	4,1	29,1	2,1	28,1	0,9	27,2	0,4	12,3	1,8	14,1	14,3	4,1	18,4	14,7	6,4	21,1	14,3	10,2	24,5
1.7.	"	1:308	120	0,390	-	-	4,6	-	-	-	-	-	0,3	11,0	1,5	12,5	-	-	-	-	-	-	13,1	10,4	23,5
1.7.	"	1:293	120	0,410	-	-	4,6	-	-	-	-	-	0,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
1.7.	"	1:500	90	0,180	-	-	4,6	-	-	-	-	-	0,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	15,1	11,9	27,0

Reinigung von Schwelgas mit Desintegratoren.
(Nach Abbildung 4.)

Tabelle 2.

Datum.	Es wurde gefahren.	Ver- hält- nis Gas : Lösung.	Gas.	Lö- sung.	Gasanalyse.									Gehalte der Lösung an Gas (Vol/Vol.)											
					V o r h e r			Nach Desin- tegrator 1.		Nach Desin- tegrator 2.		Nach Desin- tegrator 3.		Ausgekoocht.			Nach Desinte- grator III.			Nach Desinte- grator II.			Nach Desinte- grator I.		
					CO ₂	O ₂	H ₂ S	CO ₂	H ₂ S	CO ₂	H ₂ S	CO ₂	H ₂ S	CO ₂	H ₂ S	CO ₂ + H ₂ S	CO ₂	H ₂ S	CO ₂ + H ₂ S	CO ₂	H ₂ S	CO ₂ + H ₂ S	CO ₂	H ₂ S	CO ₂ + H ₂ S
			cbm/h	cbm/h	%	%	%	%	%	%	%	%	%	Vol / Vol.			Vol / Vol.			Vol / Vol.			Vol / Vol.		
1935.																									
21.6.	Hinterein- ander im Gegenstrom	1:412	70	0,170	32,6	0,8	3,85	31,1	2,1	30,4	0,6	29,7	0,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
22.6.		1:518	70	0,135	31,2	-	4,2	30,3	2,7	29,9	1,3	29,0	0,4	8,0	1,1	9,1	12,4	7,8	20,2	17,2	11,0	28,2	16,4	12,9	29,3
23.6.		1:500	90	0,180	30,5	-	4,34	30,3	3,5	30,1	2,1	29,7	0,5	10,6	1,4	12,0	-	-	-	-	-	-	17,1	13,4	30,5
24.6.		1:282	90	0,320	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
26.6.	"	1:250	80	0,320	33,4	0,8	3,6	31,0	2,8	30,7	0,9	29,5	0,3	13,7	2,3	16,0	13,9	3,7	17,6	16,8	4,7	21,5	18,3	7,4	25,7
27.6.	"	1:282	90	0,320	28,7	0,4	3,7	29,6	2,0	29,4	0,3	28,6	0,1	10,3	2,9	13,2	12,4	4,0	16,4	12,5	5,6	18,1	15,4	9,4	24,8
28.6.	"	1:314	100	0,320	28,4	0,8	4,4	28,2	3,2	29,9	0,9	28,0	0,4	8,0	2,7	10,7	12,1	5,9	18,0	15,7	8,8	24,5	15,1	11,2	26,3
29.6.	"	1:224	100	0,450	28,9	0,4	4,7	29,3	2,1	29,0	0,6	28,3	0,1	12,5	1,0	13,5	11,9	2,6	14,5	13,5	4,0	17,5	14,6	6,9	21,5
30.6.	"	1:284	128	0,450	33,0	0,6	4,4	32,5	2,7	32,2	0,8	31,3	0,9	9,4	1,6	11,0	10,9	2,4	13,3	12,5	4,8	17,3	14,1	8,4	22,5
1.7.	"	1:343	120	0,350	29,7	-	4,1	29,1	2,1	28,1	0,9	27,2	0,4	12,3	1,8	14,1	14,3	4,1	18,4	14,7	6,4	21,1	14,3	10,2	24,5
1.7.	"	1:308	120	0,390	-	-	4,6	-	-	-	-	-	0,3	11,0	1,5	12,5	-	-	-	-	-	-	13,1	10,4	23,5
1.7.	"	1:293	120	0,410	-	-	4,6	-	-	-	-	-	0,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
1.7.	"	1:500	90	0,180	-	-	4,6	-	-	-	-	-	0,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	15,1	11,9	27,0

Tabelle No. 3.

Auswaschung im Waschturm.

Datum	Mengen		Verhältnis Gas : Lauge	Tempera- tur der Lauge Turmmitte	Gasanalyse vor dem Turm				Gasanalyse nach dem Turm				Gaswerte nach dem Turm
	Gas cbm/h	Lauge ltr/h			CO ₂ %	H ₂ S g/m ³	H ₂ S %	O ₂ %	CO ₂ %	H ₂ S g/m ³	H ₂ S %	O ₂ %	
21.8.35.	150	300	499 : 1	38	33,4	66,0	4,62	0,4	29,4	52,0	3,64	0,4	27,3 10,0
9.8.35.	150	200	750 : 1	62	32,9	62,0	4,34	0,6	29,1	54,0	3,78	0,6	34,4 9,7
22.7.35.	150	350	482 : 1	-	31,3	54,0	3,78	1,0	23,7	48,0	3,36	0,8	20,2 9,0
26.7.35.	150	200	750 : 1	-	30,5	88,0	6,13	1,2	27,2	78,0	5,46	1,0	20,8 5,4
7.7.35.	150	350	428 : 1	-	35,8	54,0	3,78	0,8	30,7	50,0	3,51	0,4	24,2 10,8

Tabelle 4.

Haltbarkeit der Leuge bei der Waschung von Schwelgen in Raderitz: Großer Waschturm.
1. Füllung.

Analyse der Lösungen.													
Lösungsprobe.	Versuchs- stunden,		Gasdurchsatz.		Lösungs- durchsatz.		Mitt- lere Tem- pera- tur.	O ₂ - Ge- halt.	Dich- te bei 200 °C	Gas- wert.	Ab- serp- tions- wert.	Sätti- gungs- wert.	S ₂ O ₃ - S
	für jede Pro- be.	Ge- samt.	für jede Probe.	Ge- samt.	für jede Probe.	Ge- samt.							
1935.	Stun- den.	Stun- den.	cbm.	cbm.	cbm.	cbm.	°C	%	g/ccm	l/l	l/l	l/l	g/l
Anfahrtsprobe (Original)	Paß 252/3												
	Paß 251/4												
									1,180	13,7	29,9	41,3	1,79
									1,180	13,4	30,9	42,0	1,4
Probe v. 1.7.7.) (Nach Wasch- versuch.) Probe vom 2.-5.7.	66								1,180	9,3	26,7	35,0	11,0
	5.-11.7.	120											
	11.-16.7.	120							1,180	10,8	21,2	31,0	10,3
	16.-23.7.	157 1/2							1,180	11,0	20,2	30,0	13,1
23.-29.7.	133								1,180	8,0	21,8	27,2	14,2
									1,180	6,4	20,6	26,5	16,4
									1,180	8,2	21,4	27,0	17,3
											</		

200000395

Tabella 5.

Haltbarkeit der Lauge bei der Waschung von Schwelgas in Edderitz: Großer Waschturm.													
2. Füllung.													
Lösungsprobe.	Versuchsstunden.		Gasdurchsatz.		Lösungsdurchsatz.		Mittlere Temperatur.	O ₂ -Gehalt.	Analyse der Lösungen.				
	für jede Probe.	Gesamt.	für jede Probe.	Gesamt.	für jede Probe.	Gesamt.			Dichte bei 20°C	Gaswert.	Ab-sorp-tionswert.	Sättigungs-wert.	
1935.	Stunden.	Stunden.	cbm.	cbm.	cbm.	cbm.	° C	%	g/ccm	l/l	l/l	g/l.	
Anfahrtsprobe (Original)													
	Probe vom 2.-8.8.	119 1/2	16 700	16 700	27,840	27,840		0,86	1,180	11,0	28,0	36,2	2,5
	8.-16.8.	186 3/4	24 9075	41 6075	46,370	74,210		0,83	1,180	8,6	24,4	31,0	5,8
	16.-27.8.	238 1/2	35 085	76 6925	70,810	145,020		0,70	1,180	8,2	23,4	29,0	12,3
	27.8.-4.9.	179 1/2	26 925	103 6175	53,850	198,870		0,78	1,180	14,8	9,4	22,8	15,7
Schlußprobe									1,200	13,6	13,6	26,0	17,7
			723 3/4		103 6175		45		0,80				
			Lösungseinsatz: 375 Ltr.				Dichte = 1,214						

WASCHVERSUCHE in HEDDERNHOFIM mit LUGI SCHWELGAS

[illegible]

Abbildung I.

Blick auf den Kocher
vom Rieselkühler aus.

AK = Kocher mit
" Zeppelin "
als Abscheider.
A = Laugeabscheider
für den ausge-
triebenen Schwe-
felwasserstoff.



200000398

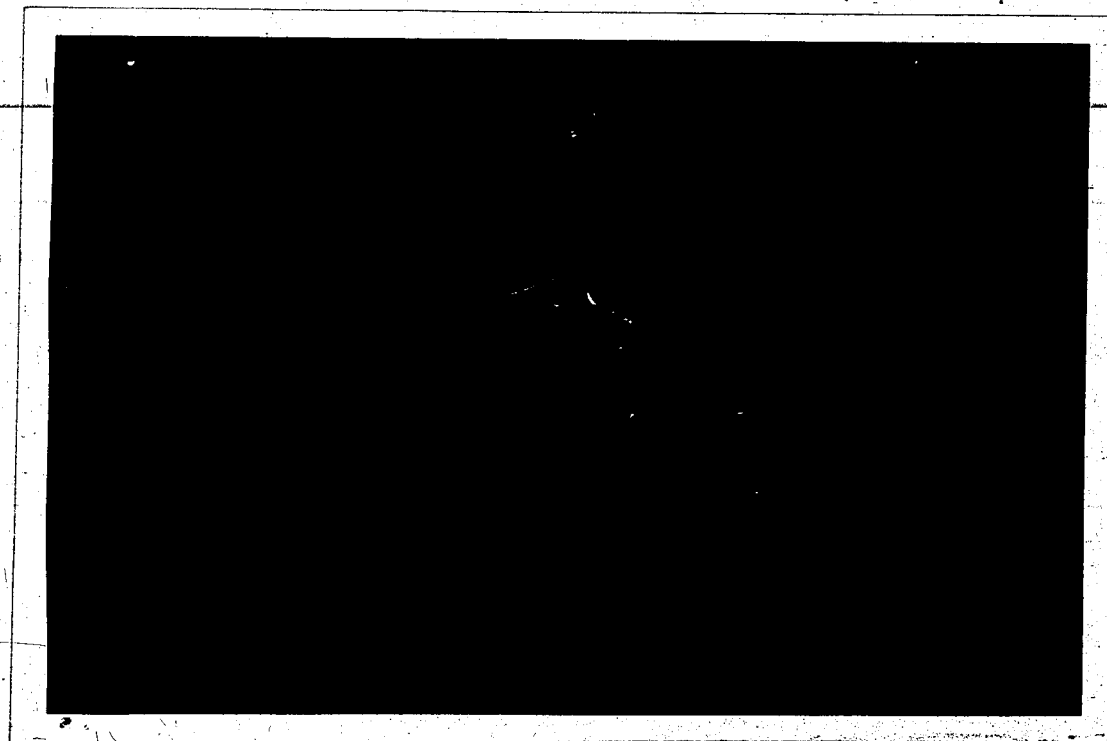


Abbildung II.

Blick auf den Wasch-
turm vom Kocher aus. A = Laugeabscheider
für Reingas.
W = Wäscher.

Z = Gaszuleitung.
Ab = Gasableitung.
B = Vorratsbehälter
für die Lauge.

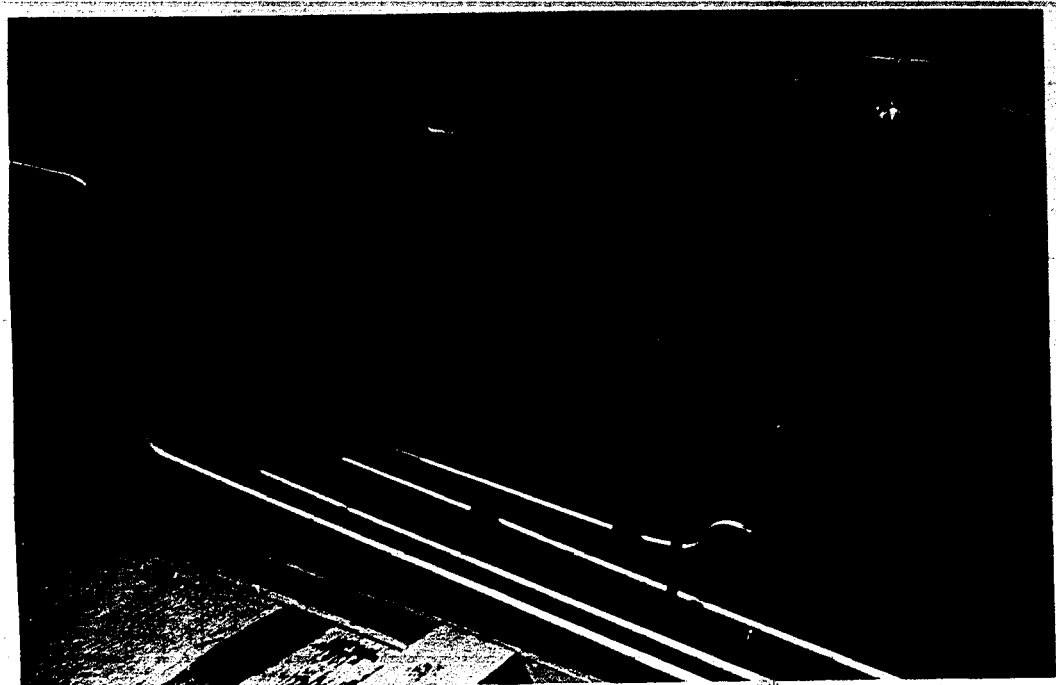


Abbildung III.

Blick auf die Gasleitungen
vom Wasserturm und Riesel-
kühler aus.

Z = Gaszuleitung.
Ab = Gasableitung.
R = Rieselkühler.
W = Wasserturm.

Unter dem Dach
befinden sich
die Pumpen und
Desintegratoren.

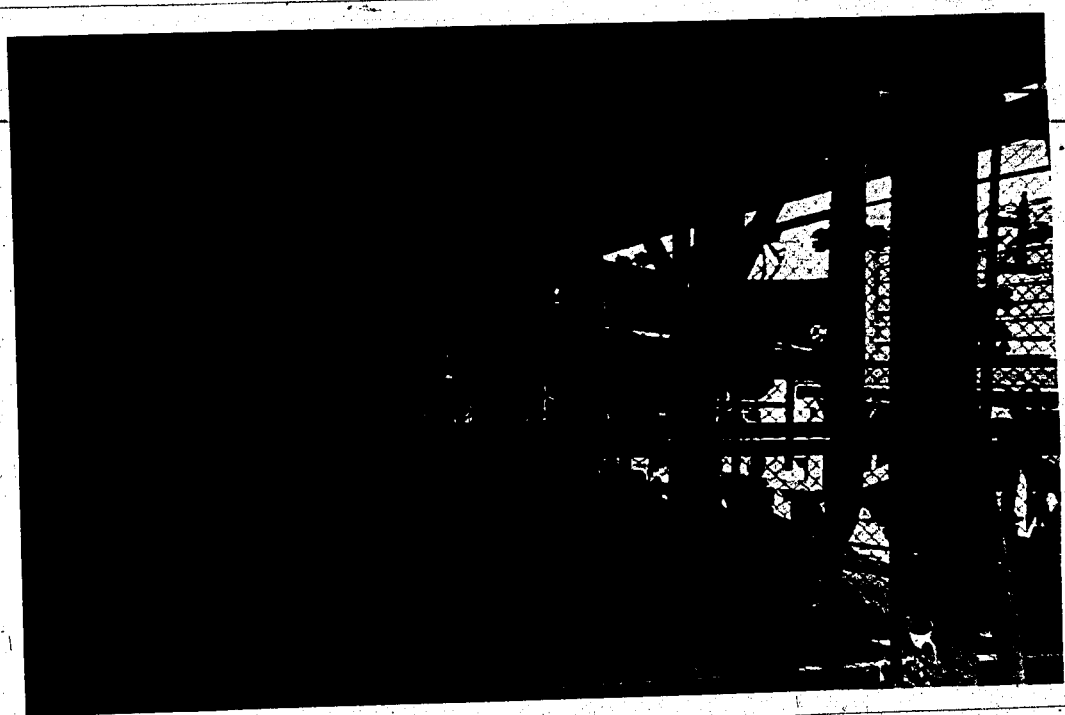


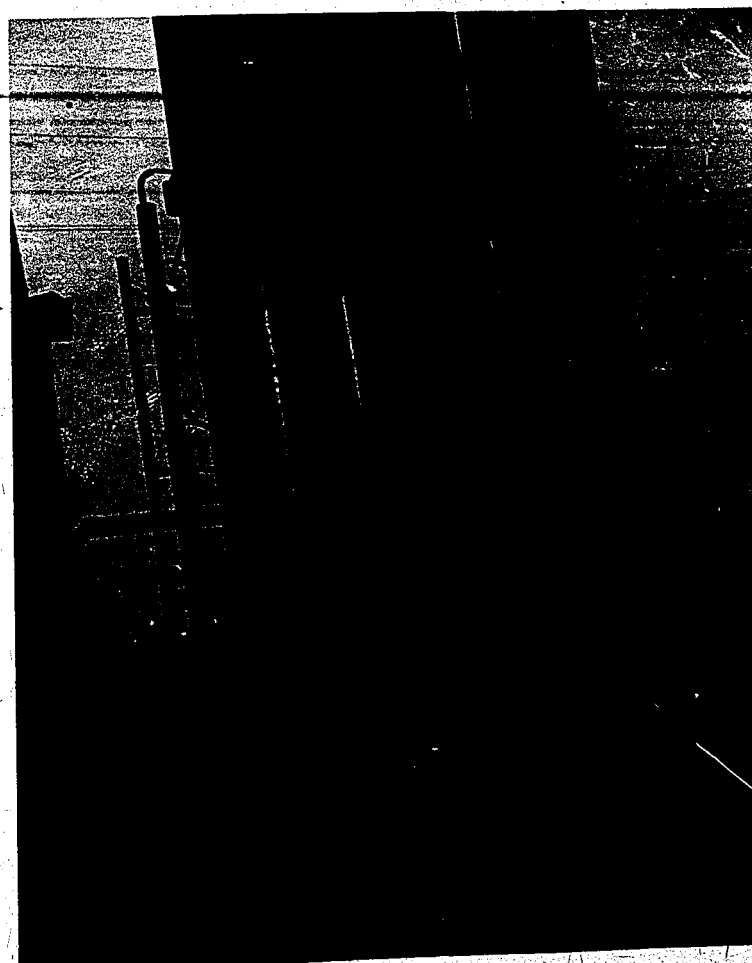
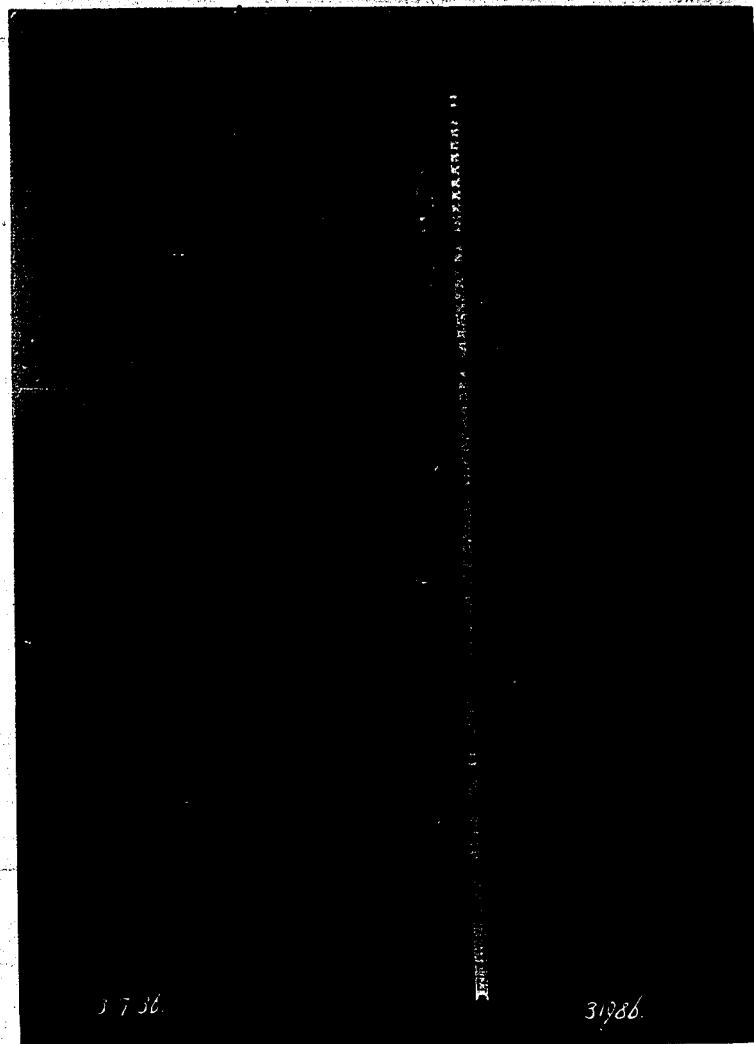
Abbildung IV.

Pumpen, Desintegratorenstand.

G₁ = Gaspumpe.
D₁ = Desintegrator.
D₂ = Desintegrator.
T₁ = Tropfenfänger.

Abbildung V.

Waschturmschuß mit
nachgeschaltetem
Kühler. In dem Kühler
Spirale (links daneben)
zur Verlängerung des
Flüssigkeitsweges.

Abbildung VI.

Der obere Teil des
Waschturmes.

W = Waschturm.

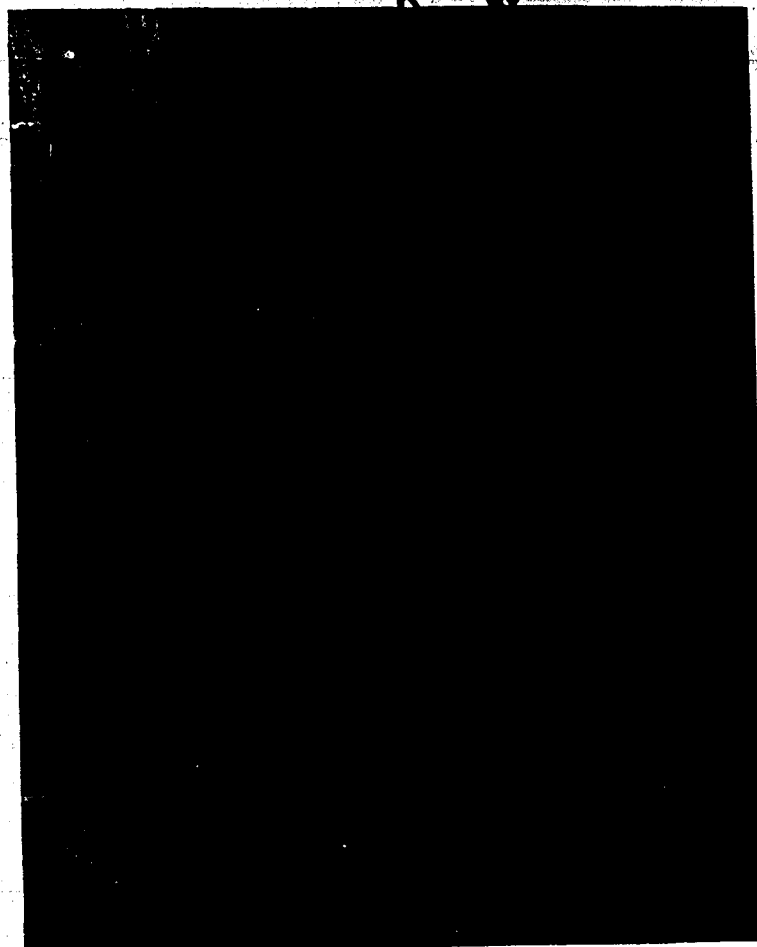
K = Vorgeschalteter
 Kühler für die
 Lauge. Zum Schutz
 gegen die Kälte
 war der Waschturm
 in eine Kiste mon-
 tiert worden, die
 durch eine elek-
 trische Heizplatte
 geheizt wurde.

Abbildung VII.

Der obere Teil des
Waschturmes.

W = Waschturm.

K = Vorgeschalteter
Kühler für die
Lauge. Zum Schutz
gegen die Kälte
war der Waschturm
in eine Kiste mon-
tiert worden, die
durch eine elek-
trische Heizplatte
geheizt wurde.



200000400

Abbildung VIII.

Elektrischer Kocher
und Laugebeförderer.

K = Kocher.

V = Vorwärmer.

D = Druckflasche
zum Hochbefördern
der Lauge mit
Stickstoff.

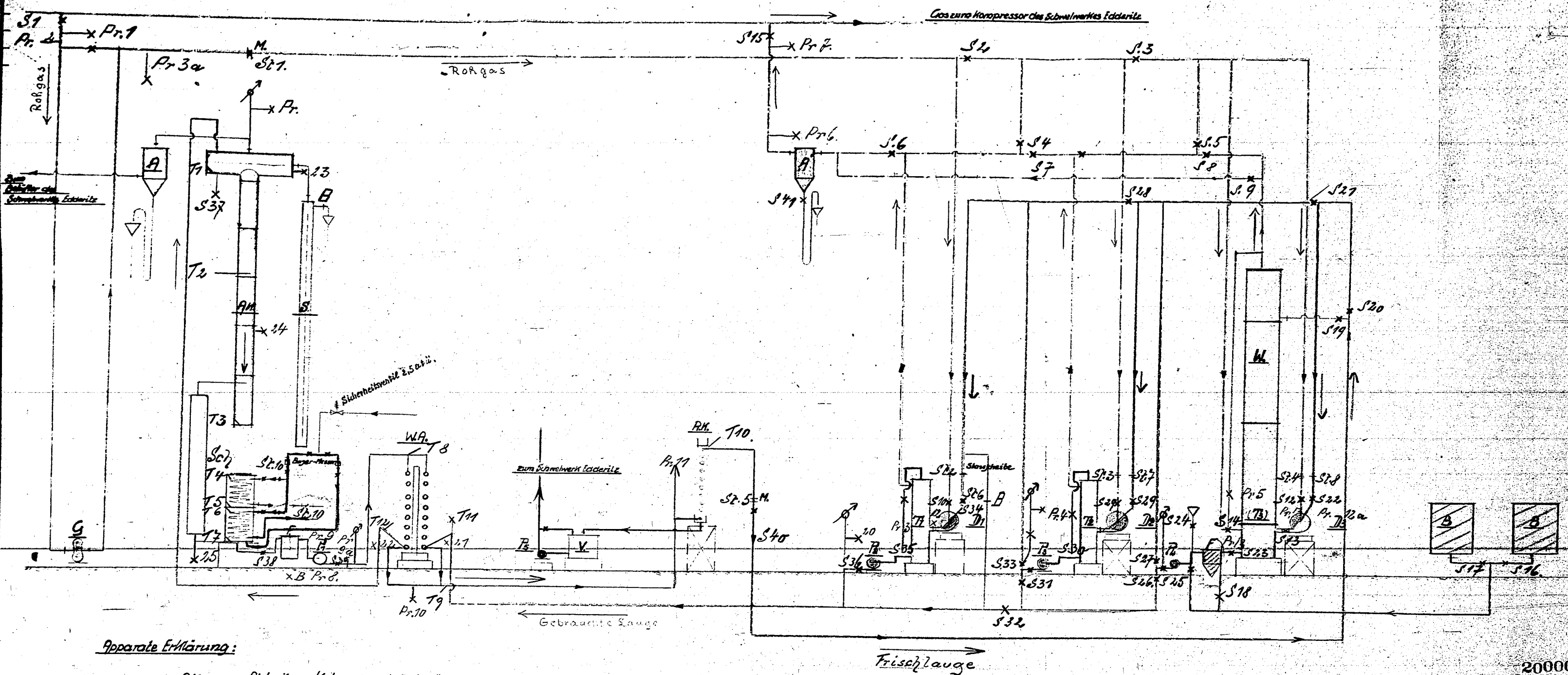


Übersicht über die während der Versuchsreihe ermittelten Daten
bei den Schmelzversuchen in der Versuchsanlage Haddernheim
während der gleichzeitigen Heizgas-Versuche (vom 10. 10. + 26. 11. 35).

Datum von der Zentrale geliefert

Datum	Brikett- durchsatz to/24h	Höchste Temp. in der Schmel- zone °C	Störungen, bezw. Zuset- zen von Generator- Hilfsgas, bezw. Benzin- waschung in Betrieb.	Gasgehalt der Briketts bei der Schwelanalyse in der Aluminiumretor- te nach Fischer Gew. %
10. Okt.	—	—	Generatorgas zum An- fahren bis 10. Okt. 20 ⁰⁰	Riebeck-Briketts Gasgehalt: 16 %
11.	4,2	700	} ab 11. Okt. 16 ⁰⁰ Benzinwaschung	
12.	4,4	710		
13.	4,4	690		
14.	4,5	700		
15.	4,6	690	} vorübergehende Unterbrechung der Benzin- waschung	
16.	4,4	690		
17.	4,6	665		
18.	4,6	700		
19.	—	500 bis 680	Stillstand von 11 ⁰⁰ bis 22 ⁰⁰	Helmstedt-Briketts Gasgehalt: 15 %
20.	4,5	700	Zusatz z. Anfahren vom 19. Okt. 22 ⁰⁰ bis 20. Okt. 11 ⁰⁰	
21.	4,5	690	} ab 20. Okt. 18 ⁰⁰ Benzinwaschung	
22.	4,9	695		
23.	4,9	695		
24.	5,0	695		
29.	—	—	Anfahren mit Gene- ratorgas-Zusatz	Böhmische-Briketts Gasgehalt: 15 %
30.	5,1	695	am 3. Nov. von 22-23 ⁰⁰ etwas Generatorgas hinzugesetzt	
31.	4,8	690		
1. Nov.	4,7	695		
2.	4,8	690		
3.	4,8	690		
4.	4,8	695		
5.	6,0	685		
6.	5,5	690		
7.	5,9	695		
8.	5,0	700		
9.	5,0	685		
10.	5,1	695	am 9. Nov. von 16 bis 17 ⁰⁰ vorübergehend etwas Generatorgas hinzugesetzt (Entlüftung d. Wascher)	

) Da das betreffende Thermoelement teilweise der Strahlung der
Brennkammer ausgesetzt ist, liegt der richtige Wert dieser Tem-
peratur um ca. 60° C niedriger.



Apparate Erklärung:

- AM. Abreiber-Kolonne mit 5 Schüssen.
- A. Abkheider P. Probenentnahme Druckmess = Schmelzgas
- T1-T3 Desintegratoren T. Temperaturmessstellen u. dgl. Regenerierte Lauge
- G. Rohgasgebläse St. Stau. Messscheiben Gesättigte Lauge
- W. Wasserturm S. Schieber Kühlwasser
- WA. Wärmeaustauscher Me. Manometer Dampfleitungen
- R.K. Rührkühler B. Blindscheibe
- P1-P4 Laugepumpen Sch. Schauglas
- P5 Wasserpumpe
- V. Zwischen-Wasserbehälter
- T1-T3 Tropfenfänger
- S. Sicherheitslyphon
- B-B Vorratsbehälter für Lauge
- F. Steinfänger
- A. Abkheider

Schemata der Vorläufig-Anlage zum Frischlauge von H₂SO₄ aus Schmelzgas auf Grube Leopold in Faldaritz.

Teil	Stck.	Benennung	Abmessungen	Werkstoff	Mod.- od. Lager-Nr.	Gewicht	Bemerkung
Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.							
Maschinentechnische Abteilung.							
M 1200 - 4							
Maßstab:		Betriebsdruck: at		Fachgruppe:		Bau-Nr.	
		Probedruck: at		033		Feldnr.	
Datum: 8.8.35		Kopie: 1		Kontr.:		Normgeprüft:	
						Genehmigt:	
Ersatz für:				Ersetzt durch:			
Das Urheberrecht an dieser Zeichnung verbleibt dem. Sie ist dem Empfänger nur zum persönlichen Gebrauch gestattet. Eine weitere Vervielfältigung, Verbreitung oder Verwertung, insbesondere durch Kopieren, Nachdruck, Verbreitung oder Verwertung, ist ohne schriftliche Genehmigung des Ammoniakwerks Merseburg G. m. b. H. strafbar. Die Zeichnung ist im Falle der Nachahmung infolge strafbar.							

ENDING

CODE DESIGNATIONS AND ROLL NUMBER

16

SENDING STATION
CODE DESIGNATION

ROLL
NUMBER

RECEIVING STATION
CODE DESIGNATION

DATE PHOTOGRAPHED

19 June 1945

Phillips Car Sp (P) 2/2
USNR



