

Holten, den 22. Juli 1939/Wcht.

000524

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

über die Erfahrungsaustauschsitzung vom 5. Mai 1939
bei Krupp Treibstoffwerk, Wanne-Eickel.

Anwesend die Herren:

Wagner	
Klein	
Müller-Lucanus	Schwarzheide
Steinbrecher	
Weingärtner	
Grimme	
Buse	
Kölbel	Rheinpreußen
Strüven	
Braune	
Heckmann	
Vollmer	Rauxel
von Holt	
Ritter	
Comblés	
Ruffler	Krupp
Süßespeck	
Ulrich	
Ohme	Hoesch
Kowalski	Schaffgotsch
Schwenke	
Löpmann	Essener Steinkohle
Krüger	
Seyffert	Wintershall
Alberts	
Feist	
Gehrke	
Heckel	
Laube	
Roelen	
Schuff	Ruhrchemie/Ruhrbenzir.

-----0000000-----

Auf Vorschlag Alberts werden zuerst die von den einzelnen Werken vorliegenden Berichte über die Ofenentleerungen entgegengenommen. Diese Berichte sind als Anlage I dieser Niederschrift beigegeben.

Zu diesen Berichten wird von Schwarzheide ausgeführt, daß bei der oben geschilderten Entleerungsweise in diesem Jahre kaum Fehlschläge aufgetreten sind und daß das Füllgewicht des Ofens von 2800 kg auf rd. 3100 kg gestiegen ist. Rauxel kann mit seiner Ausblasmethode fast allgemein 100 % des Kontaktes aus dem Ofen entfernen. Krupp kann über Ofenentleerungen noch nichts berichten. Alberts weist darauf hin, daß bei der Ruhrbenzin durch krumme Lamellen oder unten im Ofen zusammengezogene Lamellen an GHH-Öfen besondere Entleerungsschwierigkeiten auftreten. Rauxel besitzt ebenfalls 1 - 2 Öfen, die dauernd schwierig zu entleeren sind. Schwarzheide führte vor längerer Zeit Entleerungen von Mischkontakten ohne Extraktion durch, was anfangs ohne Schwierigkeiten ging, doch traten später auch hier Fehlschläge ein. Ein Unterschied in der Entleerung von reinem Thorium- und Mischkontakt läßt sich hier augenblicklich nicht feststellen.

Über die Paraffingehalte der ausgebrauchten Katalysatoren berichtet Gehrke, daß die von Schwarzheide gelieferten letzten Ofenfüllungen gut extrahiert sind. Von Rheinpreußen wurden Kübel mit 10 - 15, ja sogar mit 20 - 30 % Paraffin abgeliefert, doch ist seit dem 19.4.39 auch hier der Paraffingehalt auf 0 - 5 % gesunken. Rauxel liefert seit langer Zeit gut extrahierte Kontakte zurück, doch hatten zwischendurch 25 % der Rücklieferungen Paraffingehalte zwischen 10 - 27 %. Die in letzter Zeit eingelieferten Kübelfüllungen zeigen wieder niedrige Werte.

Gehrke macht fernerhin darauf aufmerksam, daß Kontakte mit 40 - 50 % Paraffin rd. 70 Stunden mit Dampf behandelt werden müssen und daß sie selbst bei anfänglich höheren Paraffingehalten heute im Gegensatz zu früher auch nach den Dampfbehandlungen stark pyrophor sind. Eine Brikettierung gelingt trotz des hohen Paraffingehaltes nicht. Infolge der wechselnden Paraffinbeladung entstehen bei der Kontaktherstellung höhere Kosten, ferner werden die Kübel auf mindestens 3 Tage

dem Umlauf entzogen und so einer normalen Produktion zusätzliche Schwierigkeiten bereitet.

Rauxel führt die schwankenden Paraffingehalte auf apparative Schwierigkeiten bei der Extraktion zurück. Es steht zu erwarten, daß diese Schwankungen immer geringer werden und in 4 Wochen hofft man durchweg weitgehendst entparaffinieren zu können. Bei einem nicht extrahierten reinen Magnesiumkontakt wurden 12 % Paraffin festgestellt. Rheinpreußen kann seine beobachteten Schwankungen der Paraffingehalte nicht erklären. Ein Austausch der Vergleichsproben zwischen Ruhrchemie und Rheinpreußen soll durchgeführt werden. Krupp hat in nicht extrahierten, wohl aber hydrierten Kontakten 60 - 70 % Paraffin ermittelt. Auch bei der Ruhrbenzin sind wechselnde Paraffingehalte zu verzeichnen.

Alberts schlägt vor, eine Kommission einzusetzen, die die Ofenentleerungen und die Extraktionen auf den einzelnen Werken besichtigt. Vor allem sollen die Extraktionsarten genormt werden, d.h. Extraktionsmittel, -mengen und -zeiten, Düsenabstand usw. sollen für die einzelnen Extraktionsarten festgelegt werden. Weiterhin sollen Unterlagen über die Extraktions- und Entleerungskosten beschafft werden. Wagner schlägt vor, die Extraktion als Wiederbelebungsmedium ebenfalls in die Betrachtung einzubeziehen. Die Kommission setzt sich folgendermaßen zusammen:

Schwarzheide	-	Müller-Lucanus
Rauxel	-	von Holt
Rheinpreußen	-	Strüven
Krupp	-	Ruffler
Hoesch	-	Ullrich
Essener Steinkohle	-	Löpmann
Wintershall	-	Krüger
Ruhrbenzin	-	Schuff

Auf die Anfrage Ritter, wie nach der Extraktion die Trocknung vorgenommen wird, ergibt sich folgendes Bild:

Werk	Trocknungsmittel	Durchsatz je Std.	Dauer Stdn.	Temperatur maximal
Rheinpr.	Wasserstoff	1000 m ³	7	200°
Schwarzsh.	Synthesegas I	500 m ³	10	200°
Rauxel	Synthesegas II	1000 m ³	10	200°
Ruhrbenzin	Synthesegas I	1000 m ³	12	208°

Seyffert fragt an, wie weit die Versuche über eine Inaktivierung des ausgebrauchten Kontaktes innerhalb des Ofens fortgeschritten sind. Vonseiten der Ruhrbenzin wird mitgeteilt, daß außer den schon besprochenen Groß- und Kleinversuchen keine weiteren in dieser Sache mehr durchgeführt wurden. Rauxel hat auf Wunsch von Wintershall in letzter Zeit mehrere Inaktivierungen vorgenommen. Es wurde mit einem Gemisch von 500 m³ Dampf und 150 m³ Luft bei 150° C begonnen. Der Sauerstoffgehalt betrug hierbei rd. 3 %. Nach rd. 15 Stunden war die theoretisch nötige Menge an Sauerstoff in den Ofen eingebracht. Dies zeigte sich auch deutlich an der Zunahme der Sauerstoffmenge nach dem Kontakt. Der Kontakt war vollständig inaktiv und paraffinfrei. Ein größerer Staubanfall als bei normalen Entleerungen wurde nicht beobachtet. Der nächste Versuch soll mit einem Gemisch von 700 m³ Dampf und 300 m³ Luft durchgeführt werden.

Klein weist darauf hin, daß in Schwarzheide ähnliche Versuche durchgeführt wurden, wobei eine Beeinflussung der Löslichkeit des Cobalts und Thoriums festgestellt wurde. Diese Auswirkung der Kontaktinaktivierung muß bei weiteren Versuchen besonders beachtet werden.

Kontaktzusammensetzung.

Alberts möchte den schon auf der letzten Erfahrungsaustauschsitzung eingebrachten Vorschlag, allgemein zu einem 2,5 %igen Mischkontakt überzugehen, heute nochmals zur Diskussion stellen. Er bittet um Mitteilung der mit den Versuchskontakten erzielten Ergebnisse.

In Rauxel zeigten sich die 2,5 %-Kontakte den 8,5 %-Kontakten vollständig gleichwertig. Das gleiche Ergebnis wurde bei der Ruhrbenzin erhalten. Krupp konnte ebenfalls keine Unterschiede zwischen den beiden Kontaktarten feststellen. Essener Steinkohle hat 4 Stück 2,5 %-Kontakte erhalten, doch zeigten sie beim Einfüllen einen übernormalen Staubgehalt. Sie wurden deshalb noch nicht in Betrieb genommen. Rheinpreußer hält die Versuchszeit für zu kurz, als daß heute schon allgemein zu dem 2,5 %-Kontakt übergegangen werden könnte.

Braune weist darauf hin, daß als Ziel die alleinige Herstellung von reinem Magnesiumkontakt anzustreben ist. Er verlangt daher, anstelle der Versuche mit 2,5 %-Mischkontakt solche mit reinem Magnesiumkontakt treten zu lassen, zumal die bisher mit reinem Magnesiumkontakt in Rauxel durchgeführten Versuche, vor allem in Bezug auf die Lebensdauer und die Regeneriernotwendigkeit, günstige Ergebnisse zeigten. Braune weist ferner darauf hin, daß eine gleichmäßige Qualität bei der Herstellung der reinen Magnesiumkontakte in der Katorfabrik nur erreicht werden kann, wenn mindestens 10 Ofenfüllungen dieser Kontaktart in durchgehendem Betrieb hergestellt werden. Er verlangt daher, daß nicht nur Rauxel, sondern auch die anderen Werke sich an den Versuchen mit reinem Magnesiumkontakt beteiligen, sodaß hierdurch die Untersuchungsergebnisse auf breitere Basis gestellt sind. Alberts begrüßt diese Entwicklung und schlägt vor, auf die Herstellung von weiteren 2,5 %-Kontakten zu verzichten, dafür aber allgemein zur Erprobung des reinen Magnesiumkontaktes überzugehen. Grimme weist nochmals darauf hin, daß neben der Entwicklung der Katalysatoren auch Erfahrungen über die Fahrweise und Zwischenregenerationen der Kontakte gesammelt werden müssen und daß im Hinblick auf diese Untersuchungen eine gleichbleibende Kontaktzusammensetzung wünschenswert ist. Trotzdem erklärt er sich bereit, für Rheinpreußen in nächster Zeit einige reine Magnesiumkontakte zu übernehmen.

Die Abnahme von reinen Magnesiumkontakten in den Monaten Mai und Juni 1939 wird von den einzelnen Werken wie folgt zugesagt:

Rheinpreußen	2	Ofenfüllungen
Rauxel	4	"
Krupp	4	"
Essener Steinkohle	4	"
Ruhrbenzin	8	"
Schwarzheide	0	"
Wintershall	0	"

Diese 22 Ofenfüllungen werden von der Katorfabrik über Ende Mai - Anfang Juni im durchgehenden Betrieb hergestellt.

Klein fragt an, wie sich Eirichkorn im Synthesebetrieb bewährt habe. Nach Alberts hat es gegenüber dem Normalkorn keine Vorteile erbracht, zumal trotz höheren Cobaltgehaltes.

eine höhere Belastung nicht möglich war. Bei der Drucksynthese wurde mit Eirichkorn eine größere Vergasung festgestellt. Auch bei der Entleerung haben sich keine Vorteile ergeben.

Gasreinigung.

Krupp hat den ersten Siebturm außer Betrieb genommen. Es wurde bei 30000 m³ Stundenbelastung eine 9 %ige Schwefelaufsättigung der Masse erreicht. Während des Betriebes war eine Sauerstoffzugabe vor der Reinigung über 4 Tage nicht möglich. Sofort trat Schwefelwasserstoffdurchbruch auf, der erst nach Wiedierzugabe von Sauerstoff zu beseitigen war. Der Schwefeldurchbruch nach dem ersten Turm betrug am Ende der Fahrzeit 0,5 g Schwefelwasserstoff und 0,6 g org. Schwefel/100 m³. Die Schlußtemperatur des 1. Turmes am Eintritt war 320° C, am Austritt des 2. Turmes 200° C. Braune fragt an, ob überall der 1. Turm der Feinreinigung mit höherer Temperatur betrieben wird als der 2. Turm. Hierzu hat nur Schwarzheide Versuche mit höherer Temperatur im 2. Turm gemacht, die jedoch ohne Erfolg waren.

Laube macht darauf aufmerksam, daß die Anforderungen von Feinreinigungsmasse immer noch stoßweise und mit zu kurzen Lieferfristen eingehen. Es sollen von jetzt ab die monatlichen Anforderungen frühzeitig der Ruhrchemie schriftlich mitgeteilt werden.

Über den Einfluß der Korngröße der Feinreinigungsmasse auf die Reinigungswirkung liegen keine eindeutigen Erfahrungen vor. Auch hier wird, wie beim Synthesekatalysator, der Staubgehalt eine wesentliche Rolle spielen.

Über die Kreislaufregeneration der Grobreinigung liegen größere Erfahrungen nur bei Rheinpreußen vor. Aber auch hier hat sich erwiesen, daß die Kreislaufapparatur für einen regelmäßigen Betrieb zu klein ausgelegt ist. Alle Werke setzen Sauerstoff in der Menge vor der Grobreinigung zu, daß 0,2 - 0,15 Vol. % im Gas vor der Feinreinigung nachweisbar sind. Rauxel mischt die ausgebrauchte Feinreinigungsmasse bis zu 20 % bei Neufüllung der Grobreinigung dieser Reinigungsmasse zu. Die Auswirkung dieser Zumischung kann zahlenmäßig noch nicht festgelegt werden.

Ritter regt an, einen Austausch der Zusammenstellungen von Ersatzteilen, die bei den einzelnen Werken lagern, vorzunehmen. Gemeinsam soll dann die Vervollständigung der Ersatzteillager überprüft werden. Diese Anregung wird allgemein begrüßt. Bis zum 15. Juni sind an Krupp Treibstoffwerk Ersatzteillisten einzusenden, die dort gesichtet werden, sodaß bei der nächsten Erfahrungsaustauschsitzung eingehend darüber gesprochen werden kann.

Ritter teilt ferner mit, daß von Anliegern des Werkes Beschwerden über Geruchsbelästigung durch das Rückkühlwasser der Kondensation eingegangen sind. Vonseiten der Ruhrbenzin wird darauf hingewiesen, daß der Säuregeruch in diesem Rückkühlwasser durch Zugabe von Lauge bis möglichst nahe an den Nullpunkt heran weitgehend zurückgedrängt werden kann.

Die nächste Erfahrungsaustauschsitzung findet Freitag, den 14. Juli 1939 bei Chemische Werke Essener Steinkohle in Bergkamen statt.

gez. Feißt

Anlage

000531

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT

Holten, den 10. Juli 1939.

Anlage I

zum Protokoll über die Erfahrungsaustauschsitzung vom 5.5.1939.

Betr.: Daten über die Entleerung von Kontaktöfen.

1.) Bericht Schwarzheide:

Da sämtliche Kontakte vor der Entleerung aus dem Ofen extrahiert werden und zwar zunächst noch bis zur Erstellung einer Großanlage mittels Düsen, muß der Ofendeckel gegen einen solchen mit eingebauten Düsen ausgewechselt werden. Nach erfolgter Düsenextraktion findet durch Öffnen der Bodenklappen die Hauptentleerung des Ofens statt. Das anschließende Durchstöckern der Öfen findet nur zur Kontrolle und zur Beseitigung der bei früheren Entleerungen an den Lamellen noch festgebrannten Kontaktresten statt. Es folgt ein Durchblasen der Lamellen mittels Preßluft von zunächst 4 Atm, da ein höherer Druck nicht zur Verfügung steht. Nach der vollständigen Entleerung des Ofens wird die Klappenkontrolle vorgenommen, Redlerkästen gesäubert und der Ofen somit füllklar gemacht.

92,5 % des gesamten entleerten Kontaktgewichtes fällt bei der Hauptentleerung durch Öffnen der Bodenklappen und leichtes Klopfen am oberen Ofenflansch heraus. Durch Stöckern werden 1,3 % entfernt. Die restlichen 6,2 % werden durch Blasen mittels Preßluft aus dem Ofen entfernt.

Zeitbedarf:

1. Auswechseln des Deckels	6 Std.
2. Düsenextraktion	12 "
3. Hauptentleerung	6 "
4. Stöckern	12 "
5. Blasen	15 "
	<u>51 Std.</u>

Die für diese Zeit aufzuwendenden Arbeitsstunden betragen 252.

000532

- 2 -

	Übertrag:	51 Std.
6. Klappenkontrolle		10 "
7. Redlerkästen reinigen, anmontieren, den Ofen füllklar machen		10 "
8. Neufüllen des Ofens einschließlich Verschrauben bis anfahrbereit		10 "
	Insgesamt:	81 Std.

Arbeitszeitaufwand insgesamt 362 Arbeitsstunden.

Bei der Anwendung der destillativen Extraktion und Ausblasen mittels Preßluft von 20 atü wird die Entleerungszeit einschließlich Blasen auf 21 Stunden mit insgesamt 72 Arbeitsstunden reduziert werden können. Einschließlich aller übrigen Arbeiten, wie Klappenkontrolle, Redlerkasten abbauen, Einfüllen neuer Kontaktmasse, werden insgesamt 43 Stunden mit einem Arbeitszeitaufwand von 162 Arbeitsstunden benötigt.

2.) Bericht Ruhrbenzin:

In dieser Aufstellung ist die gesamte Stillstandszeit eines Viererblocks von etwa 6 Tagen aufgeteilt in die einzelnen Arbeitsgänge, die von Ofen zu Ofen ineinandergreifen.

1.) Betriebsstillstand für einen Viererblock.

Düsenextraktion einschl. Vorbereitungen . .	16 Std.
Trocknung	12 "
Entleerung einschl. Vorbereitungen	12 "
Nacharbeiten, Stochern, Blasen	50 "
Reparaturen und Kontrolle	26 "
Füllen und Verschrauben	10 "
Anheizen und Anfahren	12 "
	138 Std.

2.) Lohnstunden der Arbeitskolonnen für einen Viererblock.

Düsenextraktion einschl. Vorbereitungen . .	40 Std.
Entleerung einschl. Vorbereitungen	120 "
Nacharbeiten, Stochern, Blasen	400 "
Reparaturen und Kontrolle	125 "
Füllen und Verschrauben	75 "
	760 Std.

- 3 -

3.) Bericht Rheinpreußen:

Die für die einzelnen Operationen bei Entleerung der Syntheseöfen erforderliche Zeitdauer ist folgende (im Mittel errechnet):

1. Hydrieren vor der Schlußextraktion	5 Std.
2. Schlußextraktion	7 "
3. Trocknen mit H ₂ n.d.Schlußextraktion	7 "
4. Kübel einsetzen, Redlerkasten einfahren, Klappe öffnen, Entleeren und Deckel abnehmen	4 "
5. Öfen nachreinigen durch Blasen und Stochern	20 "
6. Füllen des Ofens	4 "
Gesamtzeit	47 Std.

Zu den vorgenannten Operationen sind folgende Lohnstunden erforderlich:

1. Entleeren und Füllen	180 Std.
2. Blasen und Stochern	108 "
3. Nachsehen und Überholen des Ofens	9 "
Summe	297 Std.

4.) Bericht Rauxel:

Vom 27. Jan. - 26. Febr. 1939 wurden von der Füll- und Entleerungskolonne (10 - 12 Mann) 3250 Stunden verfahren, für Reparaturen 70 "
insgesamt 3320 Stunden.

Während dieser Zeit wurden 13 Kontakte gewechselt. Hieraus ergeben sich 255 Arbeitsstunden je Kontaktwechsel.

Die Arbeitsstunden teilen sich wie folgt auf:

Setzen und Ziehen von Steckscheiben	10 Std.
Vorbereiten bis zum Beginn der Entleerung	35 "
Entleeren	35 - 100
Vorbereiten des sauberen Ofens zum Füllen	15 "
Füllen	10 "
Schließen des Ofens	20 "
Kranführer	20 "
Aufräumarbeiten, laufendes Nachziehen der Deckel, Abdichten der Flanschen usw.	30 "

Übertrag 175 - 240

	Übertrag:	175 - 240
Beförderung von Behältern, Fertigmachen der Kübel, Umfüllen von gebrauchter Kontaktmasse und andere Arbeiten		35 Std.
Reparaturen		<u>5 "</u>
Insgesamt		215 - 280

Betriebsunterbrechung eines Ofens während des Kontaktwechsels:

Extraktion mit 2 m ³ /h Extraktionsmittel	10 Std.
Trocknen mit 1000 m ³ /h Sy-Gas 2	10 "
Kaltfahren des Ofens	1 - 2
Entleeren	7 - 8
Füllen	5 - 6
Hochheizen	<u>3 - 4</u>
Ofen war ohne Synthesegas	36 - 40 Std