

000145

Odertal G/S, den 23. Dezember 1941
Dr. Ka/Klu

3448 - 30/5 OC - 46

Untersuchungen von ausgebrauchtem Kontakt.

Beim Entleeren des Ofens 45 Block 23 im Oktober 41 wurde je ein Rohr des Ofens in der ganzen Länge geprobt. Das eine Rohr enthielt lockeren Kontakt, das andere festen. In ganzen wurden je Rohr 10 Proben entnommen, und zwar von 0 - 20, 20 - 40, 40 - 60, 60 - 80, 80 - 100 cm, 100 - 150, 150 - 200, 200 - 250, 250 - 350 und 350 - 450 cm. Der Block war normal mit Schwebbenzin extrahiert worden. Von den einzelnen Proben wurde Paraffin mit Benzol und Dieselöl bestimmt, dann Sulfid- und Sulfat-Schwefel, Kobaltgehalt und vom extrahierten Kontakt der Glühverlust. Die erhaltenen Werte sind in nachstehender Tabelle zusammengestellt und außerdem auf anliegendem Kurvenblatt aufgetragen. Der Ofen war gefüllt worden mit Brabag-Kontakt, Kennziffer 947 und hatte folgende Daten:

Kobalt	=	29,93%
ThO ₂	=	1,49%
MgO	=	2,87%
<hr/>		
SiO ₂	=	54,12%
Reduktionswert	=	44,5 %

Der Ofen hatte eine Laufzeit von 428 Tagen. Davon 47 Tage in der 2. Stufe und 381 Tage in der 1. Stufe. Die Gasbelastung betrug in

der 2. Stufe	1 508.600 cm ³
in der 1. Stufe	7 121.000 cm ³
insgesamt:	8 629.600 cm ³

Auf die Betriebsstunde ungerechnet ergibt die 2. Stufe

	1 230 cm ³ /h
die 1. Stufe	780 "

Durchschnitt der Gesamtzeit: 840 cm³/h

000146

Tabelle

lockerer Kontakt

Schicht	Para- ffin	Sulfid S%	Sulfat S%	Gesamt S%	Kobalt %	Glüh- verl. %	Farbe
cm							
0 - 20	1,09	0,304	0,356	0,66	22,30	18,20	hell
20 - 40	0,70	0,28	0,087	0,367	26,48	8,26	grauschwarz
40 - 60	0,85	0,079	0,031	0,11	28,43	3,36	zunehmend
60 - 80	1,01	0,013	0,018	0,03	28,34	2,74	immer heller
80 - 100	1,06	Spuren	Spuren	Spuren	28,17	3,12	"
100 - 150	1,79	"	"	"	27,73	4,07	"
150 - 200	2,23	"	"	"	27,42	5,44	"
200 - 250	3,10	"	"	"	26,23	6,47	"
250 - 350	2,88	"	"	"	25,94	8,32	"
350 - 450	2,60	"	"	"	25,60	9,43	"

fester Kontakt

Schicht	Para- ffin	Sulfid S%	Sulfat S%	Gesamt S%	Kobalt %	Glüh- verl. %	Farbe
0 - 20	1,09	0,118	0,098	0,216	16,24	42,24	Schwarz
20 - 40	2,89	0,038	0,025	0,063	25,42	11,03	grauschwarz
40 - 60	4,18	0,016	0,014	0,030	25,70	8,10	hellgrau
60 - 80	3,95	0,007	0,006	0,013	26,15	8,26	"
80 - 100	3,23	Spuren	Spuren	Spuren	25,90	10,04	"
100 - 150	5,23	"	"	"	24,84	9,64	"
150 - 200	13,47	"	"	"	23,20	11,06	"
200 - 250	24,66	"	"	"	19,40	9,97	"
250 - 350	33,58	"	"	"	17,03	13,99	"
350 - 450	40,66	"	"	"	15,69	10,79	"

Die beim lockeren Kontakt gefundenen Werte sind von dem des festen recht unterschiedlich.

Die Paraffingehalte zeigen, daß das Rohr mit dem losen Kontakt gut extrahiert wurde. Dagegen war die Beaufschlagung des Rohres mit festem Kontakt so gering, daß nur die oberen 100 cm des Rohres extrahiert waren, während die festliche Länge nach unten zu eine beträchtliche Anreicherung zeigt.

Auch beim Schwefel zeigt sich ein Unterschied. Der Schwefelgehalt des lockeren Kontaktes ist wesentlich höher als beim festen. Aus den Schwefelwerten zu schließen, war die Beaufschlagung des Rohres mit losem Kontakt ca. 3 mal größer als die des festen Kontaktes. Das Kobalt zeigt die üblichen kleineren Werte in Abhängigkeit von Paraffingehalt und Glühverlust.

Der Glühverlust des extrahierten Kontaktes umfaßt schwer extrahierbare hochmolekulare Stoffe und Spaltkohlenstoffe. Beide Rohre zeigen in der obersten Schicht 0 - 20 cm einen hohen Glühverlust; der feste Kontakt sogar einen extrem hohen. In der 2. Schicht wird dieser Glühverlust schon wesentlich kleiner, während er beim losen Kontakt in den folgenden Schichten sehr kleine Werte annimmt und erst von 1,50 m wieder langsam ansteigt, bleibt der Glühverlust beim festen Kontakt in den folgenden Schichten auf annähernd gleicher Höhe und zeigt kein ausgesprochenes Minimum. Der hohe Glühverlust in der obersten Schicht beider Rohre sagt aus, daß in ihr ein erheblicher Teil von Spaltkohlenstoff vorhanden sein muß und zwar besonders beim festen Kontakt.

Welche Annahmen können aus dieser Erscheinung gemacht werden?

Der hohe Glühverlust weist zunächst darauf hin, daß beide Rohre in ihrer obersten Schicht einmal durchgegangen sein müssen, und zwar das Rohr mit festem Kontakt besonders stark. Die Folge hiervon war ein Ungleichmäßigwerden der Gasbeaufschlagung mit all seinen unangenehmen Folgen. Während das Rohr mit festem Kontakt sehr wenig Gas enthielt, das dann aber auch restlos aufgearbeitet wurde, wobei die Methanbildung zumal bei höherer Temperatur einen wesentlichen Anteil hatte, war die Aufarbeitung des losen Kontaktes infolge der gesteigerten Gasmenge schlecht. Ist die Zahl der Rohre mit festem Kontakt nur gering, so äußert sich dies nur in einer Verschlechterung des Verflüssigungsgrades, während die Temperatursteigerung zwecks Erzielung eines normalen Umsatzes ebenfalls normal sein kann. Anders ist es, wenn sich das Verhältnis der beiden

Kontakte zu Gunsten des festen Kontaktes verschiebt. Dann ist zur Erzielung eines normalen Umsatzes eine beschleunigte Temperaturenerhöhung notwendig, die von einem schlechten Verflüssigungsgrad begleitet sein wird.

Das Ergebnis auch dieser Untersuchung ist zu werten, daß ein Durchgehen der obersten Schichten des Kontaktes durch alle nur denkbaren Maßnahmen vermieden werden muß. Dazu gehören meiner Ansicht nach:

Keine Überfüllung der Rohre mit Kontakt, Sicherung des Wasserstandes in Öfen und Anfahren der Öfen mit einem möglichst niedrigen CO:H_2 -Verhältnis.

[Handwritten signature]

Block 23 Open 45

Lower Kontakt

0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100

Glühkerze
20000
8 20 30 40

10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100

Harzer Kontakt

10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100

000149

100

100

100

000150

Odertal O/S., den 31. Oktober 1941

Dr. Ka/Wr

Untersuchungen über ausgebrauchten Kontakt

Nach erfolgter Abstellung und Extraktion des Ofens 40 Block 20 wurde der Kontaktinhalt eines Rohres sorgfältig schichtweise durch besondere Bohrer herausgeholt und jede Probe für sich gesammelt. Bis zu einer Tiefe von 2 m wurden Schichten von je 20 cm herausgeholt, von 2 - 4,50 m Schichten von je 50 cm. So wurden insgesamt 15 Proben erhalten, die zunächst mit Benzol extrahiert und dann auf Sulfid-Schwefel, Sulfat-Schwefel, Kobaltgehalt, Glühverlust und Extrahierbares mit Dieselöl untersucht wurden. Die erhaltenen Werte sind in folgender Tabelle zusammengestellt. Außerdem zeigt das anliegende Kurvenblatt den Verlauf des Paraffingehaltes, Schwefelgehaltes, Kobaltgehaltes und Glühverlustes über die ganze Rohrlänge.

T a b e l l e

Probe- stelle	Paraf- fin	auf Originalmasse be- zogen			bezogen auf extrahierte Masse			
		Sulfid S	Sulfat S	Gesamt S	Kobalt %	Glüh- verl. %	Extra- hierb. in Dieselöl	Kobalt im Glüh- rückst.
cm								
0 - 20	0,21	0,49	0,41	0,92	21,9	27,7	5,41	30,3
20 - 40	0,28	0,38	0,22	0,60	19,63	32,38	1,26	29,0
40 - 60	0,39	0,64	0,17	0,81	22,82	23,10	6,23	29,9
60 - 80	0,41	0,57	0,05	0,62	23,21	21,66	3,94	29,6
80 - 100	0,35	0,51	0,01	0,52	23,68	20,62	4,83	29,85
100 - 120	0,29	0,46	0,02	0,48	23,70	20,73	6,02	29,9
120 - 140	0,28	0,38	0,01	0,39	24,42	15,67	5,96	28,9
140 - 160	0,24	0,23	0,01	0,24	24,74	14,04	6,03	28,8
160 - 180	0,34	0,06	0,01	0,07	25,42	14,22	6,84	29,6
180 - 200	0,49	0,008	0,006	0,014	25,69	13,68	3,23	29,8
200 - 250	0,59	0,012	0,008	0,02	26,46	8,22	0,84	28,8
250 - 300	0,72	0,01	0,006	0,016	27,59	6,66	0,14	29,5
300 - 350	1,09	0,006	0,063	0,009	28,3	4,95	0,38	29,75
350 - 400	1,55	0,005	0,002	0,007	28,32	4,77	0,48	29,70
400 - 450	1,30	0,001	0,002	0,003	28,55	5,55	0,37	29,85

Daten des Ofens

Eingefüllter Kontakt: 30,07% Co
1,41% ThO₂
2,60% MgO
54,3 % SiO₂

Laufzeit:

453 Tage, davon 100 Tage in Stufe II, 353 Tage in Stufe I.

Gasbelastung:

Gesamt: 10 220 700 m³, entsprechend 1065 m³/Stunde
Stufe II 3 001 500 m³, " 1250 m³/
Stufe I 7 219 200 m³, " 840 m³/
"

Bemerkungen:

1.) Paraffin

Der Paraffingehalt des Kontaktes nimmt nach dem Unterteil des Ofens hin ständig zu. Die Extraktion ist einwandfrei verlaufen. Paraffingehalt von 1,5% dürfte im allgemeinen keine Entleerungsschwierigkeiten bereiten, Erfahrungsgemäß treten diesererst bei Paraffingehalten von 3% an auf.

2.) Schwefelgehalt.

Hier ist essauffällig, daß sich der Sulfid-Schwefel bis 1,60 m tief in den Ofen hineinzieht. ~~Das Auftreten von Sulfat-Schwefel ist dem Einfluß des Sauerstoffgehaltes des Sy-Gases zuzuschreiben.~~ Seine Zone ist wesentlich kleiner und reicht nur 60 cm tief. Der weitere Gehalt an Sulfat-Schwefel von 0,6 m an und an Sulfid-Schwefel von 1,6 m an stammt sicherlich nicht aus dem Gas.

3.) Kobaltgehalt.

Der Kobaltgehalt in der extrahierten Masse zeigt ebenfalls wie der Paraffingehalt von oben nach unten steigende Tendenz. Die Menge liegt weit unter der des Einsatzkontaktes. Dies ist bedingt durch

die im ausgebrauchten Kontakt enthaltenen nur schwer extrahierbaren harzartigen Anteile wie auch durch abgeschiedenen Kohlenstoff. Vergleicht man nämlich die auf Glührückstand umgerechneten Kobaltgehalte, so findet man, daß der Kobaltgehalt in allen Lagen praktisch unverändert geblieben ist. Was also an Kobalt durch saure Reaktionsprodukte ausgewaschen wird, ist sehr gering.

3.) Glühverlust.

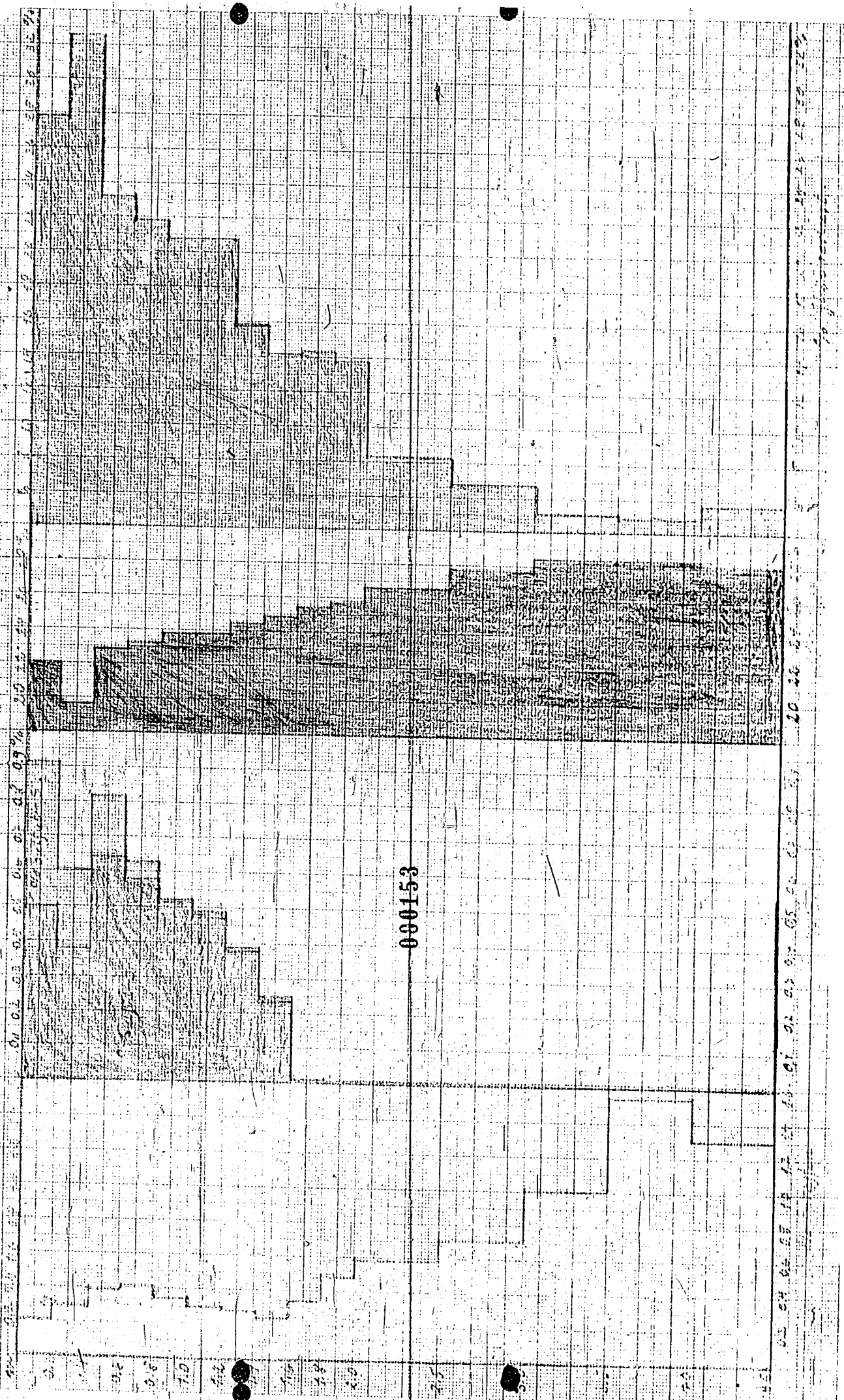
Einen wichtigen Einblick in die Arbeitsweise des Ofens gewährt der Verlauf des Glühverlustes. Der Glühverlust entspricht einmal schwer extrahierbaren harzartigen Bestandteilen, sowie Spaltkohlenstoff. Bis in eine Tiefe von 2 m ist der Glühverlust hoch, weiter nach unten klingt er ab. Besonders groß ist er in der Schicht 20 - 40 m. Betrachtet man gleichzeitig die aus dem paraffinfreien Rückstand mit Dieselöl 250/270 noch extrahierbaren Anteile, so fällt der kleine Wert der Schicht 20 - 40 cm auf. In dieser Schicht hat der Ofen also einwandfrei schlecht gearbeitet. Die Extraktion mit Dieselöl erfolgt in der Form, daß gewogene Mengen paraffinfreien Rückstandes mit Dieselöl 12 Stunden gekocht wurden. Darnach wurde im Frittentiegel abfiltriert, mit heißem Benzin nachgewaschen und der Tiegel nach Trocknung zurückgewogen. Der extrahierte Anteil stellt eine schwarzbraune, klebrige Masse dar mit einem E.P. von ca. 119°.

Ich bin noch nicht davon überzeugt, daß damit alles Extrahierbare aus dem Kontaktröhr herausgeholt ist. Außerdem halte ich diese ~~harzartigen Anteile für eine der Hauptursachen der schweren Entleerbarkeit der Öfen.~~ Wir werden uns mit diesen schwer extrahierbaren Anteilen noch weiter beschäftigen. (Elementaranalyse, Schwefelgehalt usw.)

An weiteren Untersuchungen sind vorgesehen:

Bei Block 23 wurde in gleicher Form wie oben beschrieben aus je einem Rohr leicht entfernbare Kontakt und schwer entfernbare Kontakt herausgeholt, welche Proben in der gleichen Weise untersucht werden.

belegte auf Originalklasse



000153

0.1 0.2 0.3 0.4 0.5 0.6 0.7 0.8 0.9 1.0 1.1 1.2 1.3 1.4 1.5 1.6 1.7 1.8 1.9 2.0 2.1 2.2 2.3 2.4 2.5 2.6 2.7 2.8 2.9 3.0 3.1 3.2 3.3 3.4 3.5 3.6 3.7 3.8 3.9 4.0 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6 4.7 4.8 4.9 5.0 5.1 5.2 5.3 5.4 5.5 5.6 5.7 5.8 5.9 6.0 6.1 6.2 6.3 6.4 6.5 6.6 6.7 6.8 6.9 7.0 7.1 7.2 7.3 7.4 7.5 7.6 7.7 7.8 7.9 8.0 8.1 8.2 8.3 8.4 8.5 8.6 8.7 8.8 8.9 9.0 9.1 9.2 9.3 9.4 9.5 9.6 9.7 9.8 9.9 10.0