

2744 - 30/5.05 — 6

Reports on use of  
Active Carbon in  
Organic Sulphur Removal

Treibstoffwerk, den 11. August 1938

Joh. Grimmel

Betrifft: Kosten der Synthesegas-Feinreinigung.

Vergleich der Aktivkohle-Reinigung und der Bleicherde-Reinigung.

Nach den bis heute vorliegenden Versuchsresultaten gelingt bei Aktivkohle-Vorwendung die Feinreinigung von Harzbildnern und Schwefel dann, wenn die Kohle zwischen Grobreinigung und Schwefelreinigung geschaltet wird. Bei dieser Schaltweise genügt es, wenn die Kohle so weitgehend mit Synthesegas beladen wird, daß die organischen Schwefelverbindungen nur noch zu einem kleinen Bruchteil absorbiert werden (ca. 5 - 10 % des ursprünglichen Schwefelgehaltes). Bis zu diesem Zeitpunkt werden dagegen die Harzbildner restlos festgehalten, und das Harzbildnerfreie Synthesegas lässt sich nach unseren neuen Erkenntnissen in der Feinreinigung praktisch restlos von den organischen Schwefelverbindungen befreien. Die Kohle ist durch Ausdäppfen regenerierbar. Hochtemperaturausdämpfungen wie sie ursprünglich vorgesehen waren sind nicht erforderlich. Auf diese Weise sind mit der gleichen Kohleprobe bisher 30 Beladungsversuche durchgeführt worden, bei denen insgesamt ca. 2400 cbm Synthesegas je kg verarbeitet wurden. Die Leistungsfähigkeit der Kohle hat dabei noch nicht nachgelassen, sodaß in Übereinstimmung mit dem Gesamtlebensdauer der "Lurgi" ~~mit dem~~ Gesamtlebensdauer der Kohle von mindestens 20 000 cbm Synthesegas-Durchsatz/1 kg Kohle zu schließen ist. Dabei konnten Strömungsgeschwindigkeiten von 20 cm/sec. angewandt werden.

Die Versuche mit Bleicherde haben bisher gezeigt, daß die Entfernung der Harzbildner erst bei Temperaturen über 150° einsetzt. Unterschiedlich aktivierte Bleicherden zeigen gegenüber der Harzbildnerentfernung die gleiche Wirkung. Der Schwefelgehalt wird durch die Bleicherde nicht beeinflußt. Eine Regenerierbarkeit der Bleicherde ist nach Ansicht der vereinigten Bleicherdefabriken nicht möglich. Die Maximal-Leistung, die bisher mit 1 kg Bleicherde erzielt wurde entsprach einer Reinigung von 70 cbm Synthesegas.

Auf Grund dieser Versuchsergebnisse ergibt sich folgende Wirtschaftlichkeitsberechnung:

### I.) Aktivkohlereinigung:

Die folgende Kalkulation ist für eine Strömungsgeschwindigkeit des Gases von 20 cm/sec. angenommen worden, die sich bei den Versuchen als zuverlässig bewährt hat.

Zur Reinigung von 60 000 cbm Sy-Gas/h sind  $\frac{60\ 000}{3600 \times 2} = 5\ m^2$  Adsorbergrundfläche während der Beladung erforderlich. Bei Adsorbern von 5,8 m Ø entspricht das 3 parallelgeschalteten Adsorbern; ein weiterer Adsorber ist für Trocknen und Kühlen eingeschaltet, so daß die ganze Anlage aus 4 Adsorbern besteht. Bei 2 m Kohleschicht Höhe sind  $110 \times 2 = 220$  cbm Kohle = 66 t Kohle (Doppelaktivatorkohle) als Gesamtfüllung der 4 Adsorber erforderlich.

Gasdurchsatz: 150 cbm/1 kg Kohle

Beladungszeit: Bei Parallelbetrieb von 3 Adsorbern und einem Gasdurchsatz von  $\frac{60\ 000}{3} = 20\ 000$  cbm/Adsorber = 124 Std.

Regenerationszeit:

Verfügbar  $\frac{124}{2} =$  rd. 42 Std.

Da die Kohleleistung bis auf 20 cbm/1 kg Kohle abfallen möge, kann im Mittel, d.h. für den Durchschnitt einer Kohlefüllung mit ungefähr

2 Regenerationen/Tag

gerechnet werden. Es ergibt sich dann folgender

Betriebsaufwand:

Spül dampf (2,5 atu) ca. 0,16 t/t Kohle =  
2,65 t Dampf/Spülung = 5,3 t/Tag  
die t zu RM 1,50 =

RM 8,-

Heizdampf 2,35 atu ca. 0,04 t/t Kohle =  
0,66 t Dampf/Trocknung = 1,4 t/Tag  
die t zu RM 1,50 =

RM 2,10

Kühlwasser

a.) Kondensation 60 cbm/Spülung =  
120 cbm/Tag  
cbm zu RM 0,04

RM 377,60

RM 121,60

RM 4,80

b.) Für den Kreislaufkühler ca. 110 cbm pro Regeneration ca. 220 cbm/Tag  
cbm zu RM 0,04

RM 8,80

Strom für das Kreislaufgebläse

ca. 20 Kwh bei 2 Std. Trocken- und Kühlzeit = ca. 40 Kwh/Regeneration =  
80 kwh/Tag  
Kwh zu Pg. 1,5

RM 1,20

Übertrag: RM 24,90

Übertrag: RM 24,90

Aktivkohle-Verbrauch

1 kg/20 000 cbm = 1 440 000  
72 kg/Tag  
kg zu RM 1,70

RM 122,50

Wasserstoff-Verlust

1 Adsorbervolumen/Regeneration =  
60 cbm x 2 = 120 cbm H<sub>2</sub>/Tag  
cbm zu PfG. 3,5

RM 4,20

Bedienung 1 Mann/Sohicht = 3 Mann/Tag  
1 Mann zu RM 10,-

RM 30,-

Amortisation und Verzinsung

15 % von 800 000,-- RM =  
120 000 RM/Jahr = täglich

RM 330,-

Reparaturen

3 % von RM 800 000,-- =  
RM 24 000/Jahr = täglich

RM 66,-

Sa.: RM 577,60

Hier von gehen ab:

1. Der Wert des gewonnenen Benzols  
mit 600 kg/Tag  
kg zu RM 0,18

RM 108,-

2. Ersparnis an Feinreinigermasse

Statt 172 kg S (1 440 000 x 0,12 g),  
die bei 7 %-iger Aufladung 2 500 kg  
Feinreinigermasse benötigen, sind  
158 kg S (1 440 000 x 0,11 g) zu ent-  
fernen, die bei 9 %-iger Aufladung  
1 750 kg Feinreinigermasse benötigen.  
Ersparnis = 750 kg

RM 75,-

RM 183,-

RM 577,60

./. " 183,00

RM 394,60

Dies sind 39 460 x 100 = 2,73 Rpf./100 cbm

II.) Bleicherde-Reinigung:

Bei einem Preis von RM 134,--/t Granosil (20 % Rabatt voraus-  
gesetzt) können bei gleicher Wirtschaftlichkeit wie bei der Aktiv-  
kohle-Reinigung, also einem Betriebskosten-Aufwand von RM 394,--

pro Tag =  $\frac{394}{134} = 3$  t /Tag verbraucht werden. Das bedeutet, daß mit 1 t Granosil  $\frac{1\ 440\ 000}{3} = 480\ 000$  cbm Synthesegas gereinigt werden müßten. Mit 1 kg Granosil müßten also 480 cbm Gas gereinigt werden können, Dagegen sind bisher unter günstigsten Voraussetzungen nur 70 cbm gereinigt worden. Bei einem Kohleverbrauch von 1 kg für 20 000 cbm Synthesegas kann also mit der gleichen Gewichtsmenge Kohle 285 mal mehr Gas verarbeitet werden als mit Granosil. Demgegenüber ist der Kohlepreis (1,70 RM/kg) nur 12 mal größer als der Bleicherdepreis (0,14 RM/kg), sodaß dadurch, trotz zusätzlicher Anlagekosten bei der Kohle-Reinigung, diese die höhere Wirtschaftlichkeit ergibt. Dabei ist noch zu berücksichtigen, daß die Bleicherdebehandlung nur die Harzbildner, aber nicht den Schwefelgehalt entfernt, dagegen die Aktivkohle-Reinigung zusätzlich eine erwbliche Verbesserung der Schwefel-Reinigung erwarten läßt. Die bisherigen Versuchsresultate ergeben also, daß die Aktivkohle-Reinigung gegenüber der Bleicherde-Reinigung in ihrer Wirkung und in ihrer Wirtschaftlichkeit erheblich überlegen ist.



Betr. Besprechung mit Dr. Rüping über Aktivkohle-Feinstreinigung.

Es wurde folgendes in Aussicht genommen:

Rheinpreußen und die Lurgi vereinen ihre Erfahrungen und Patentanmeldungen auf dem Gebiete der Feinstreinigung von Synthesegas zwecks gemeinsamer wirtschaftlicher Ausnutzung. Für unsere eigene in Aussicht genommene Anlage wird uns für die erste und für all weiteren Kohlelieferungen ein Rabatt von 10 % gewährleistet. Um das Verfahren anderen Fischer-Werken gegenüber auszunutzen, soll die Lurgi das Verfahren anbieten, das seinen Wert in folgenden Punkten besitzt:

1. Durch die Aktivkohle-Reinigung des Gases von Harzbildnern, die zwischen Grobreinigung und Feinreinigung durchgeführt wird, steigt die Wirksamkeit der Feinreinigung und die Aufnahmemöglichkeit der Feinreinigermassen für Schwefel.
2. Die Haltbarkeit der Kontakte wird erheblich gesteigert, und zwar lässt sich aufgrund unserer Versuche bei der hiesigen Synthesegas-Qualität auf folgendes schließen:  
Für eine Anlage von 50 000 t Flüssigprodukte/Jahr, die 90 Kontaktöfen benötigt, ist ohne Aktivkohle-Reinigung eine Lebensdauer der Kontakte von 3 1/2 Monaten anzunehmen; insgesamt werden also jährlich 309 Kontakte benötigt. Bei Anwendung der Kohle-Feinkreinigung steigt die Lebensdauer auf 5 Monate, sodaß 216 Kontakte erforderlich sind. Die Ersparnis beträgt 95 Kontakte, das sind bei einem Regenerationspreis des Kontaktes von 8 000 RM. = 760 000 Rm. bzw. bei einem Regenerationspreis von 5 000 RM. = 475 000 RM. Als Unkosten entstehen bei der Aktivkohle-Reinigung ca. 2 Pfg. je 100 cbm, bzw. bei 420 000 000 cbm Gas, die die Anlage jährlich verarbeitet, 84 000 RM.

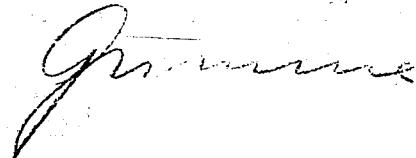
Es wird von Seiten der Lurgi umgehend geprüft, welche zusätzlichen Anmeldungen zur Sicherung des Arbeitsgebietes getätigt werden können. Außerdem sind Auslandsanmeldungen unserer bisherigen Anmeldung in folgenden Ländern: Japan, England, Frankreich, Südafrika, Kanada, Italien erforderlich. Für das Angebot des Verfahrens gegenüber anderen Werken sind nach Möglichkeit bestimmte Gewährleistungen zu nennen, die zum Teil die Lurgi, zum Teil Rheinpreußen eintreten müssen. Die Lurgi übernimmt die Garantie

auf die Kohlehaltbarkeit, wobei an eine Leistung von 10 - 20 000 cbm Gas je 1 kg Kohle gedacht ist, falls die Klönne-Garantie auf Schwefelwasserstoff-Gehalte hinter der Grobreinigung von 0,5 g eingehalten wird. Außerdem garantiert die Lurgi vollständige Freiheit von allen Harzen und verharzenden Stoffen im Synthesegas.

Für Rheinpreußen ist eine Garantie auf den Schwefelgehalt hinter der Feinreinigung von etwa 0,2 % Schwefel ohne Nachreiniger, und eine höhere Aufnahmefähigkeit der Feinreinigermasse für Schwefel, schätzungsweise 10 % auf die ganze Masse bezogen, statt 8 %, in Aussicht genommen.

Von Rheinpreußen werden die Versuche an der Aktivkohle-Versuchsanlage in Kombination mit einem Syntheseofen beschleunigt fortgeführt, und zwar soll als nächstes die Versuchsanlage mit Supersorbonkohle anstelle der bisher angewandten Doppel-Aktivatkohle betrieben werden.

Über die Beteiligung von Rheinpreußen und Lurgi an den zu fordern Lizenzen wurde von Rüping und mir 50 : 50 in Aussicht gestellt. Nach außen hin soll die Lurgi nach Möglichkeit allein genannt werden als Inhaberin des Verfahrens, um den uns auferlegten Beschränkungen einer eigenen Ausnutzung durch den Ruhrchemie-Lizenzvertrag zu entgehen.



# LURGI

GESELLSCHAFT FÜR WÄRMETECHNIK M. B. H. FRANKFURT A. M.

Abteilung: AKTIV-KOHLE

DRAHTANSCHRIFT:  
EUROIWÄRME

FERNRUF. 50351  
ab 16 Uhr nur 53936

POSTSCHECK-KONTO. 7200  
Frankfurt a. M. der Lurgi Gesell-  
schaft für Wärmetechnik m. b. H.  
Abteilung: Aktiv-Kohle

BANKVERBINDUNG.  
METALLGESellschaft A.-G.  
FRANKFURT A. M.

An das

Steinkohlen-Bergwerk "Rheinpreussen",  
z.Hd. des Herrn Dr. G r i m m e ,

H o m b e r g /Niederrhein.

IHRE ZEICHEN:

IHRE NACHRICHT VOM:

UNSERE ZEICHEN:  
Dr.Br./U.

FRANKFURT A. M. 8.12.58  
Lurgihaus - Gervinusstr. 17-19

BETRIFFT:

Die uns während der Anwesenheit unseres Herrn Garbe-  
in Rheinpreussen übersandten Aktivkohleproben, in welche der  
Gesamtinhalt des Adsorbers der kleinen Gasentschwefelungs-Ver-  
suchsanlage unterteilt worden war, haben wir in der Zwischenzeit  
in unserem Laboratorium untersucht. Wir teilen Ihnen in der  
Anlage die Untersuchungsergebnisse mit.

Hierzu bemerken wir, wie auch in der Anlage erwähnt  
wird, dass ihr Ergebnis nicht ohne weiteres auf andere Verhält-  
nisse übertragbar ist.

Sollten sich aus dem Untersuchungs-Bericht noch irgend-  
welche Rückfragen ergeben, so sind wir zu deren Beantwortung  
gerne bereit.

Heil Hitler !

L U R G I

Gesellschaft für Wärmetechnik  
m.b.H.

Anlage: Untersuchungs-  
Bericht.

*Carlo*

*O. Vellmer*

EINLAGE  
Nr 279

Untersuchung der Kohleproben aus der kleinen  
Versuchsanlage für Flüssiggasreinigung im Rheinarealgebiet  
(ausgeführt Anfang Oktober 1938).

Der Gasdurchsatz betrug während der Versuchsdauer 2950 nm<sup>3</sup>/ kg Kohle.

Entnahmestelle im Adsorber	oben	halb oben	Mitte	halb unten	unten
cm Schicht	162- 205	118- 162	74- 118	30- 74	0-30
Kohlemenge in g:	259,4	267,7	259,2	267,8	201,9
Gesamt:	1,256 kg		(1,28 kg Frischkohle-Einsatz, durch Probenahme Fehlbetrag)		
Wassergehalt %:	1,7	1,1	0,7	0,8	0,6
Schüttgewicht trocken:	30,0	30,9	29,5	30,6	34,8
Benzolaufnahme 20°					
As 9/10	69,1	64,4	65,5	64,8	46,6
I 1/10	36,5	34,4	35,2	35,1	24,4
I 1/100	20,2	19,2	19,9	19,6	13,0
Vs 9/10	20,7	19,8	19,3	19,8	16,2
I 1/10	11,0	10,6	10,4	10,7	8,5
I 1/100	6,1	5,9	5,9	6,0	4,5
Gesamtschwefel % - 0,85% der Einsatzkohle	1,50 0,65	1,73 0,88	1,66 0,81	1,85 1,0	4,38 3,53
g S-Zunahme der Kohle	1,68	2,35	2,1	2,68	7,1
Gesamt-Schwefel	15,91 g				

Nach der Schwefelbilanz, die sich aus den Berichten des Herrn Garbe zusammenstellen liess, hätte die Schwefelaufnahme 19,1 g betragen müssen. Die Differenz gegenüber der gefundenen Menge kann z.T. auf Versuchsfehler der Schwefelbestimmungs-Methode und z.T. auf die Entnahme kleiner Kohleproben zur Analyse zurückzuführen sein.

Die Kohlen reagieren sämtlich schwach sauer; der Säuregehalt - durch Titration der Kohle bestimmt - beträgt, auf Schwefel berechnet:

Entnahmestelle im Adsorber	oben	halb oben	Mitte	halb unten	unten
% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,49	0,67	0,61	0,74	0,37
entspr. S %	0,16	0,22	0,20	0,24	0,12
in g	0,415	0,59	0,52	0,64	0,24
gesamt		2,405 g	d.h. <u>14,2 %</u>	des aufgenommenen	

Schwefels wurden zu Schwefelsäure oxydiert.

Es ist also eine Säurebildung eingetreten; die Höhe derselben ist stark von der Gasbeschaffenheit abhängig (vergleichsweise sei erwähnt, dass bei ähnlichen Versuchen bei der Brabag-Ruhland nach 850 nm<sup>3</sup> Gasdurchsatz/kg Kohle schon 25% des aufgenommenen Schwefels zu Säure oxydiert waren, was durch längere Ausdämpf- und Trockenzeiten allerdings unterstützt wurde).

Die Einsatzkohle hatte folgende Kenndaten:

Schüttgewicht:	29,0
Benzolaufnahme 20°	
As 9/10	69,0
1/10	39,4
1/100	23,8
Vs 9/10	20,0
1/10	11,4
1/100	6,9

Die Erhöhung des Schüttgewichtes beträgt durchschnittl.

7,5%; davon können schätzungsweise ca. 2,5% für Schwefelverbindungen abgezogen werden, sodass 5% für Harzbeladung verbleiben. Bei einer Belastung von 2930 nm<sup>3</sup>/kg Kohle - allerdings war diese Belastung nicht immer gleichmäßig bezügl. Gasbeschaffenheit über die ganze Versuchszeit verteilt - sind demnach 1,7 g Harz/100m<sup>3</sup> Gas abgeschieden worden.

Frankfurt a.M., 8.12.1938

Laboratorium Frankfurt  
der Carbo-Norit-Union Verwaltungs-  
Gesellschaft m. b. H.

# LURGI

GESELLSCHAFT FÜR WÄRMETECHNIK M. B. H. FRANKFURT A. M.

Abteilung: AKTIV-KOHLE

DRAHTANSCHRIFT:  
LURGIWÄRME

FERNRUF: 50351  
ab 16 Uhr nur 53936

POSTSCHECK-KONTO: 7200  
Frankfurt a. M. der Lurgi Gesell-  
schaft für Wärmetechnik m. b. H.  
Abteilung: Aktiv-Kohle

BANKVERBINDUNG:  
METALLEGESellschaft A.-G.  
FRANKFURT A. M.

Steinkohlen-Bergwerk "Rheinpreussen"  
Treibstoffwerk,  
H o m b e r g (Niederrhein).

STEINKOHLENBERGWERK  
RHEINPREUSSEN  
Posteingang  
26. OKT. 1938 Vm

Treibstoffwerk, Homburg (Bisser)  
Posteingang

26. OKT. 1938

Erled.

IHRE ZEICHEN:  
Gr/Ba.

IHRE NACHRICHT VOM:  
23.9.38

UNSERE ZEICHEN:  
Dr. Br/Li

FRANKFURT A. M. 25.10.38.  
Lurgihaus - Gervinusstr. 17-19

BETRIFFT: AKA / Gasentschwefelung.

Wir möchten es nicht versäumen, Ihnen nachfolgend die noch ausstehenden Ergebnisse über die Untersuchung der aus der Betriebsgasentschwefelungs-Versuchsanlage stammenden Benzol- und Kohleproben mitzuteilen:

1.) Benzol.

Aussehen (Farbe): intensiv gelb, leichter Grünstich  
Geruch: süßlich, unangenehm nach Fettsäuren

Spez. Gew. (bei 15°C): 0,881

H.B.-Test (BV-Methode)  
mg/100 cm<sup>3</sup>, nicht stab.: 84

Bromzahl g/100 cm<sup>3</sup>: 6,0

Ges.-Schwefelgehalt Gew.%: 0,63

Naphthalingeinhalt Gew.%: 3,6

Phenolgehalt mg/l: 113

Paraffine Vol.%: 1,0

Siedeanalyse:

Siedebeginn: 68/77°C

Vol.% ! 5 ! 10 ! 15 ! 20 ! 25 ! 30 ! 35 ! 40 ! 45 !

°C ! 80,0! 80,5! 81,0! 81,5! 82,0! 82,0! 82,5! 83,0! 83,0!

Vol.% ! 50 ! 55 ! 60 ! 65 ! 70 ! 75 ! 80 ! 85 ! 90 !

°C ! 83,5! 84,0! 85,0! 85,5! 87,0! 88,5! 91,0! 96,5! 112,5!

Siedeschluss: ca. 220°C

Destillationsausbeute: 94 Vol.%  
bis 100° sieden: 87 Vol.%

Das Produkt wurde in 3 Fraktionen zerlegt, die einzeln auf Schwefelgehalt untersucht wurden. Danach verteilt sich der

b  
m,

LURGI  
GESELLSCHAFT FÜR WÄRMETECHNIK  
M. B. H.

ERMITTLUNG DES STEINKOHLEN-BERGWERK  
"RHEINPREUSSEN", HOMBERG.

DATUM 25.X.38, LANT 2.

Schwefel folgendermassen:

1. Fraktion: 11 % Destillat bis 80°: 0,96 % S
2. " : 69,5 % " 87°: 0,50 % "
3. " : 19,5 % " Schluss: 0,80 % "

2.) A-Kohle.

Die Untersuchung der A-Kohleproben ergab keine feststellbare Schädigung sowohl durch Harzbildner als durch Schwefel, was bei der Schaltung der Versuchsanlage hinter die Betriebsfeinreinigung und bei dem niedrigen Durchsatz von 850 n-m<sup>3</sup>/kg nach den bisherigen Erfahrungen nicht anders zu erwarten war.

Die von Herrn Garbe zum Versand fertiggemachten Kohleproben, die in Ihre Versandabteilung gegeben wurden, sind bis jetzt noch nicht bei uns eingetroffen, sodass wir Sie höflichst bitten möchten, festzustellen, ob die Proben in der Zwischenzeit zum Versand gekommen sind. Ihrer diesbezüglichen Nachricht gerne entgegensehend grüßt

mit Deutschem Gruss

L U R G I  
Gesellschaft für Wärmetechnik m.b.H.

*Garbe* *R. Werner*

## Betr. Schwefelreinigung des Synthesegases mit Aktiv-Kohle.

Die Entfernung der Schwefel-Restgehalte im Synthesegas nach der Feinreinigung wurde mit folgenden Kohlesorten der Lurgi geprüft:

1. Supersorbon I
2. Supersorbon II
3. M 109 a
4. A C 396

Die verschiedenen Kohlen wurden in Adsorbern gleicher Dimension mit einer gleichmäßigen Kohleschichthöhe von 95 cm untersucht. Da die Schüttgewichte der verschiedenen Sorten verschieden groß sind, wurde die Untersuchung mit verschiedenen großen Kohlemengen ausgeführt.

Jede Kohle wurde bei einer Gas-Strömungsgeschwindigkeit von 5 und 10 cm pro Sekunde untersucht. Nach erfolgtem Schwefeldurchbruch wurden die Kohlen ausgedämpft, getrocknet und nochmals benutzt. Der Feuchtigkeitsgehalt der Kohle bei Beginn der Versuche wurde regelmäßig bestimmt, er lag in allen Fällen unter 2 %. Bei jeder Strömungsgeschwindigkeit wurde der auftretende Druckverlust von den betreffenden Kohlesorten gestellt. Die Meßergebnisse sind in der beiliegenden Tabelle und den Kurvenblättern dargestellt. Aus diesen ergibt sich, daß die Sorten M 109 a und A C 396 die Supersorbon-Kohlen bei weitem übertreffen. Den höchsten Druckverlust hat die Kohle M 109 a. Die rotgezeichneten Kurven in den Kurvenblättern geben den Schwefelgehalt des Gases vor der Adsorption mit Aktiv-Kohle an.

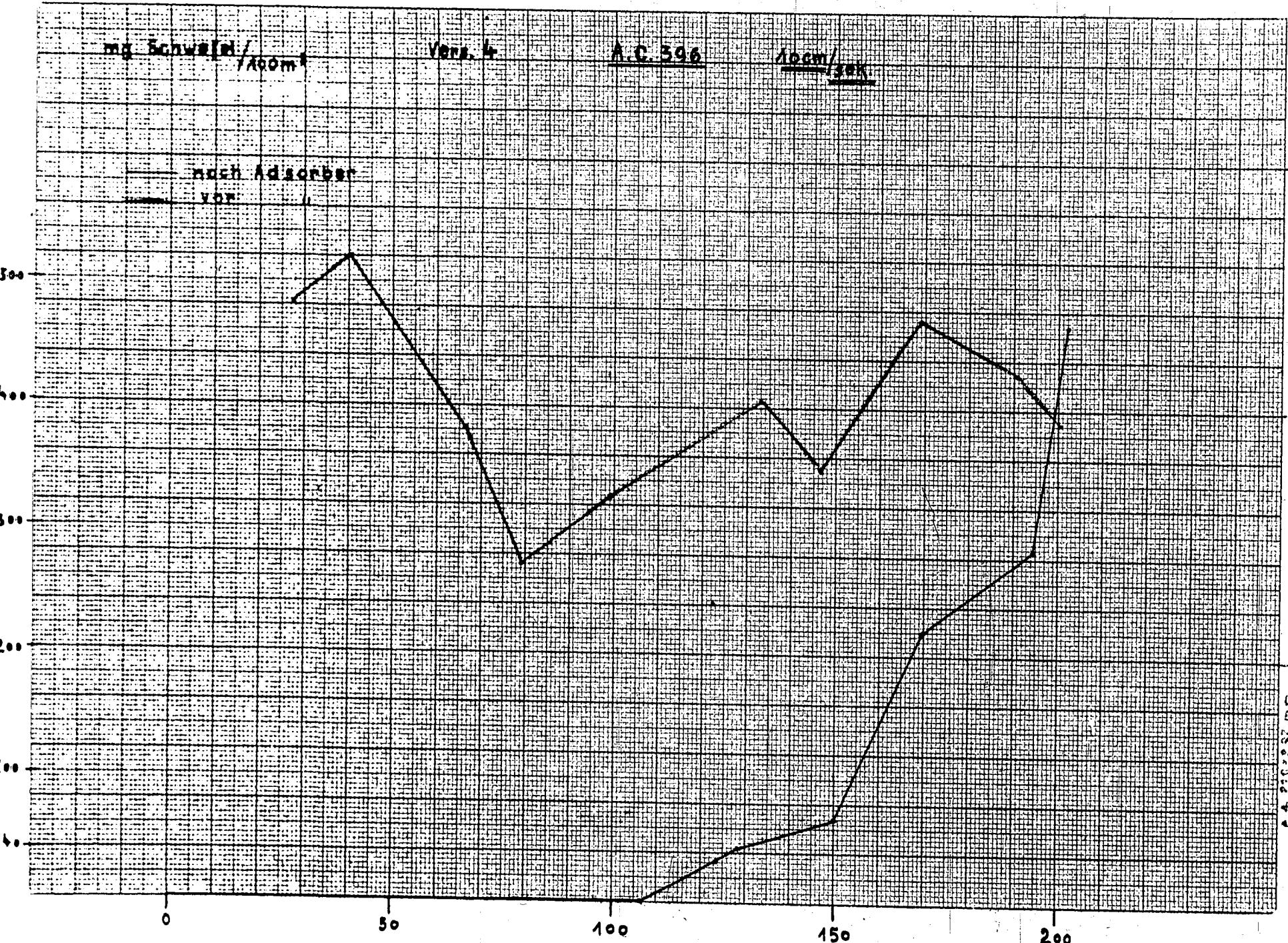
### Anlagen.

8 Kurvenblätter

1 Tabelle

Adsorption von Schwefelverbindungen an Aktiv-Kohle.

Nr.	Kohle- sorte	Gasge- schwin- digkeit cm/sec	Druck- verlust mmH <sub>2</sub>	Durch- bruch bei cbm	Gewicht der an- gewandten Kohle g	Schicht- höhe mm	Wasser- gehalt %
1 a	Super- sorbon	5	15	117	1610	950	0,4
1 b	"	10	30	41 bzw. 82	1610	950	0,2
2 a	Supers sorbon	5	36	111	1493	950	0,1
2 b	" II	10	76	107	1550	950	
3 a	M 109 a	5	90	221	2080	950	0,2
3 b	"	10	187	150	2080	950	
3 c	"	4,5	--	55	1990	950	0,8 Gas v.d. Feinrei- nung
4	A C 396	10	152	160	1840	950	2,0



m<sup>3</sup>

mg Schwefel / m³

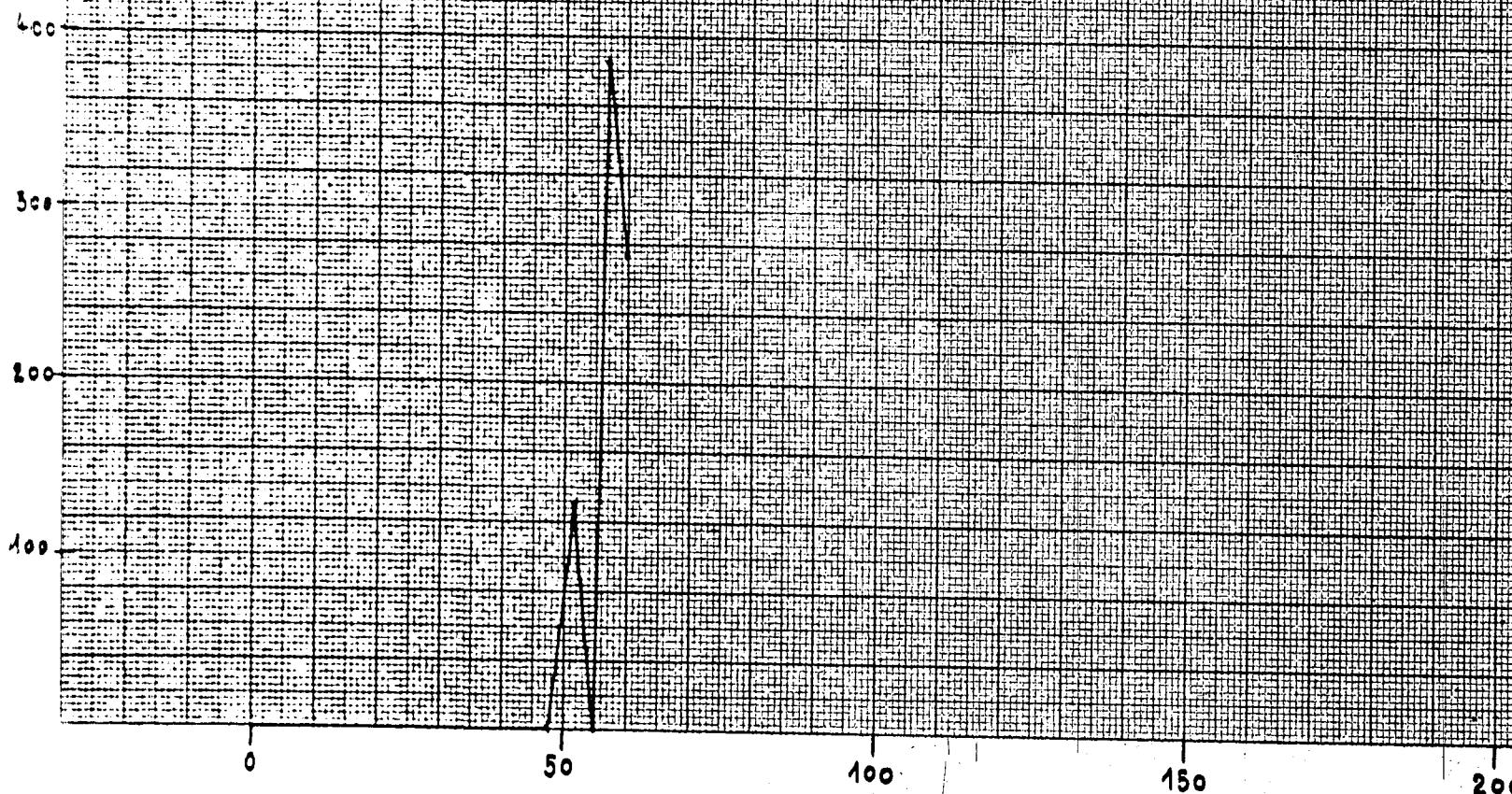
Vers. 3c.

M 109 c. Vor der Feinreinigung

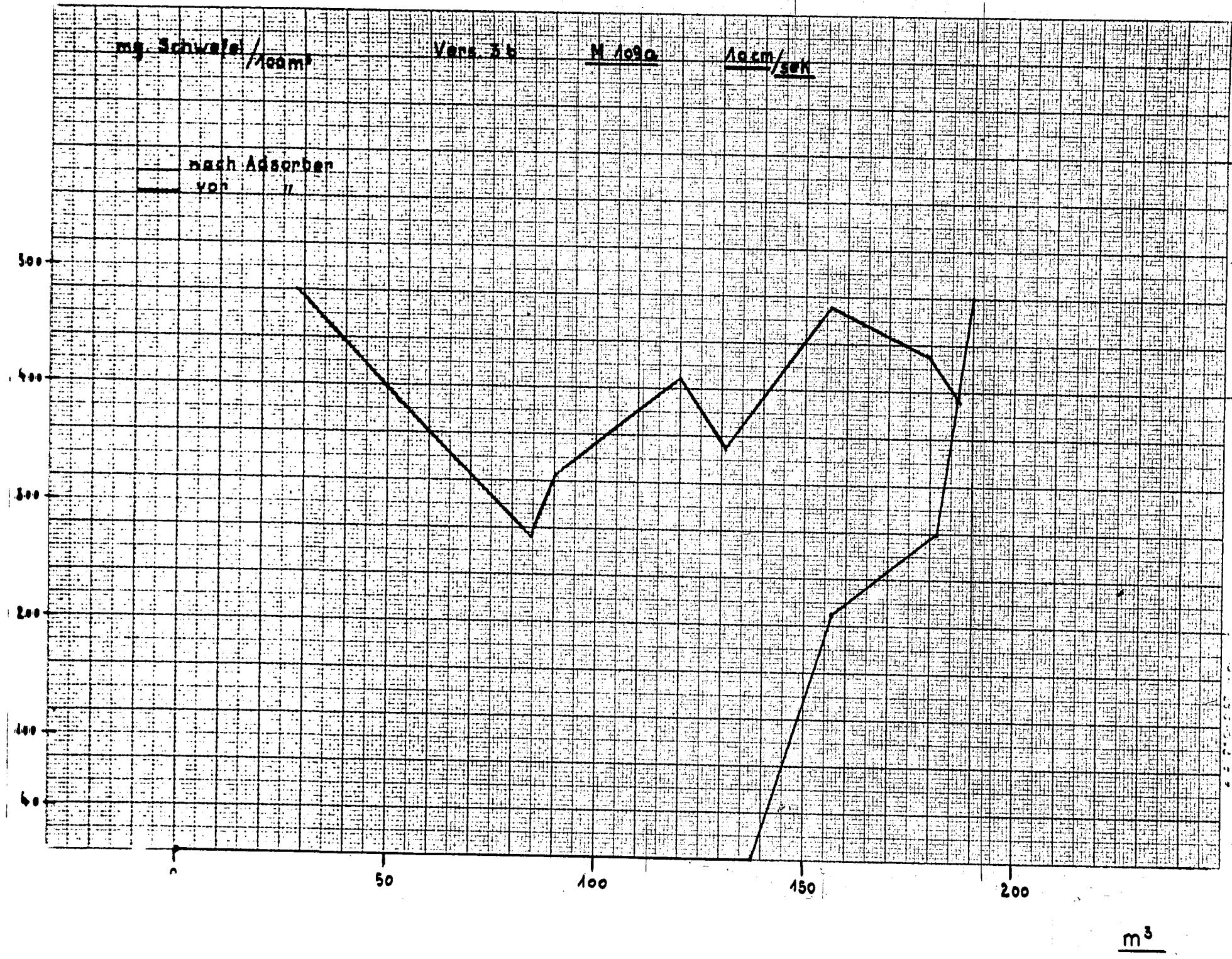
4,5 cm/  
750 K

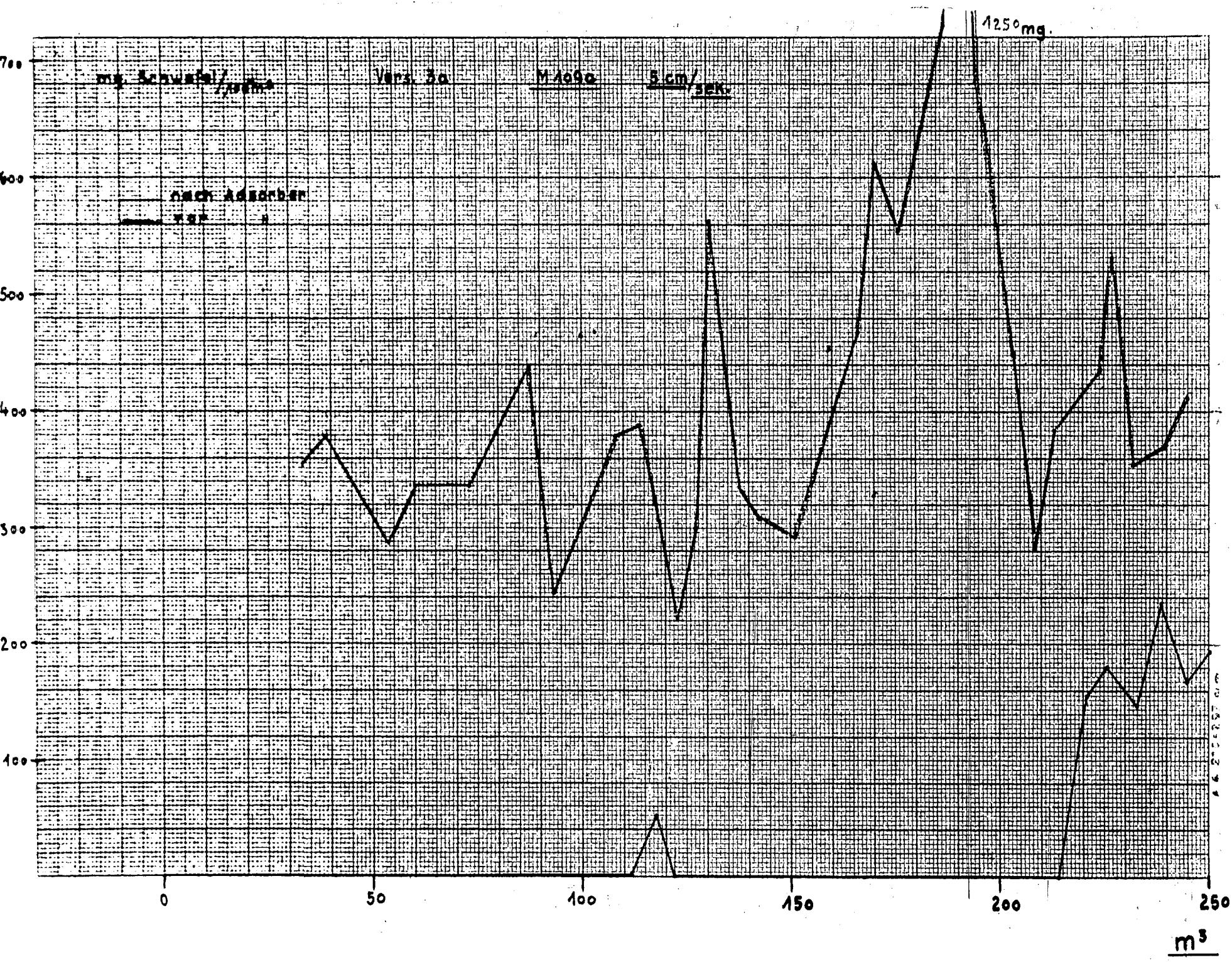
3. Gehalt von Adsorbat ca. 150 mg/m³

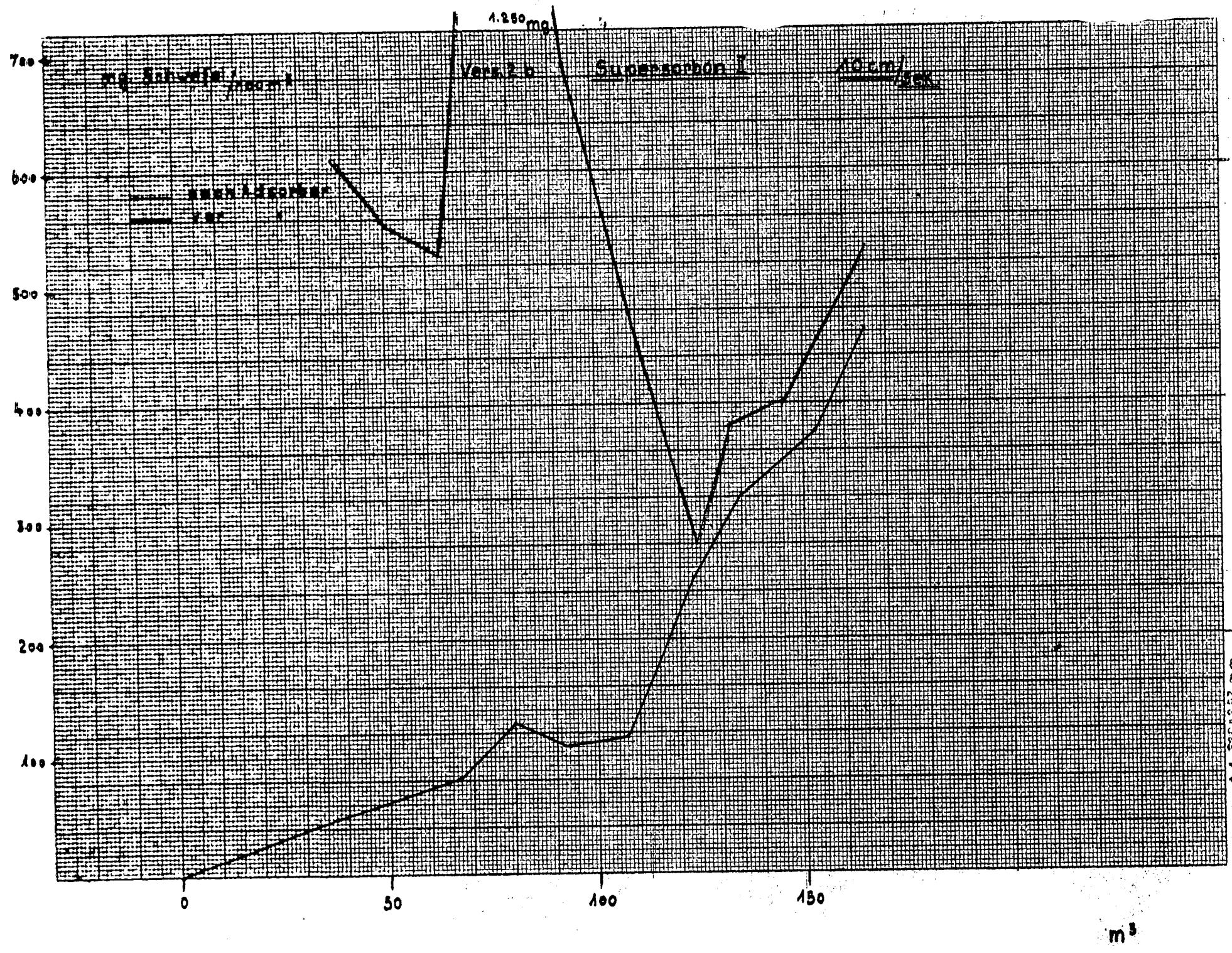
nach Ansammlung  
Von

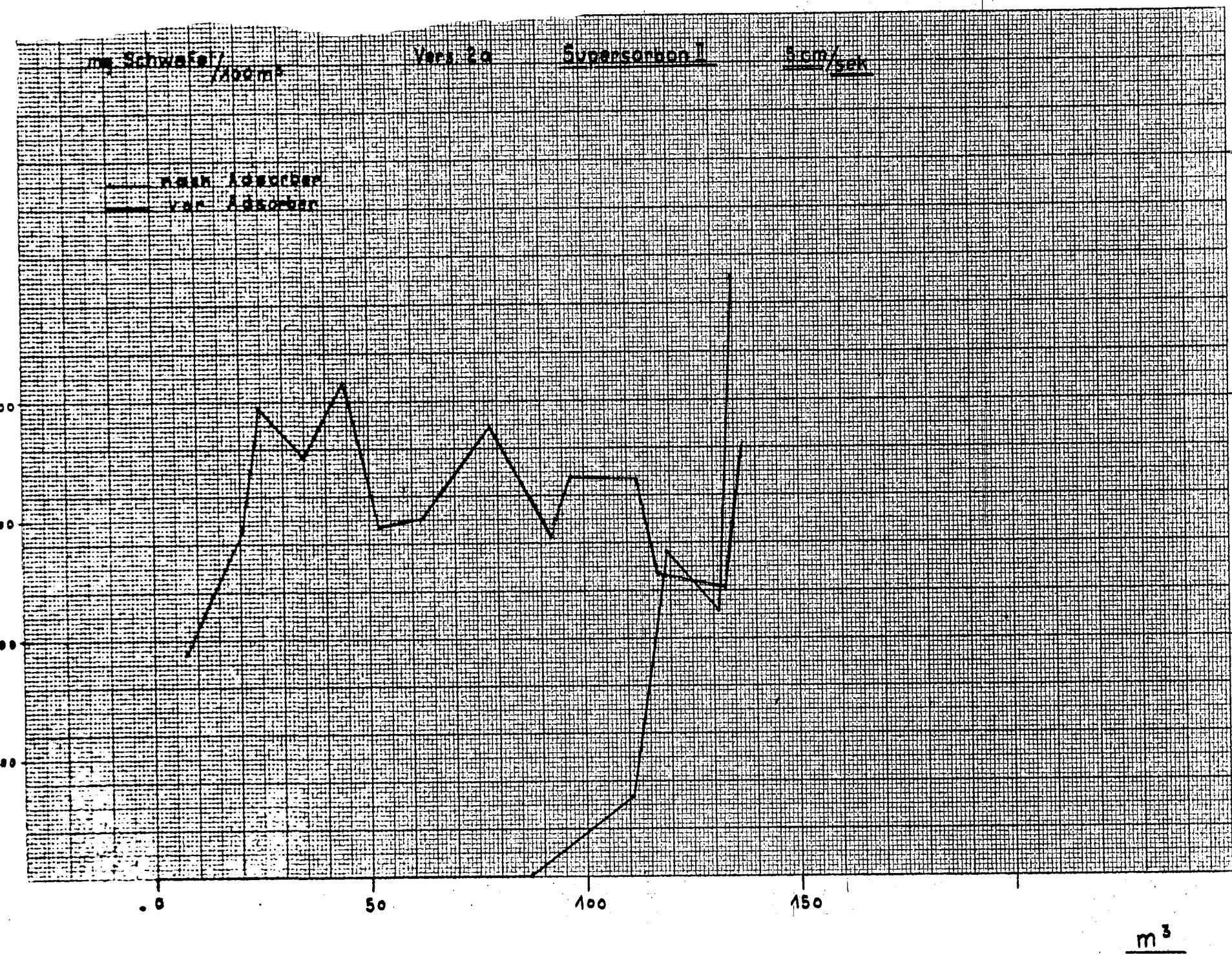


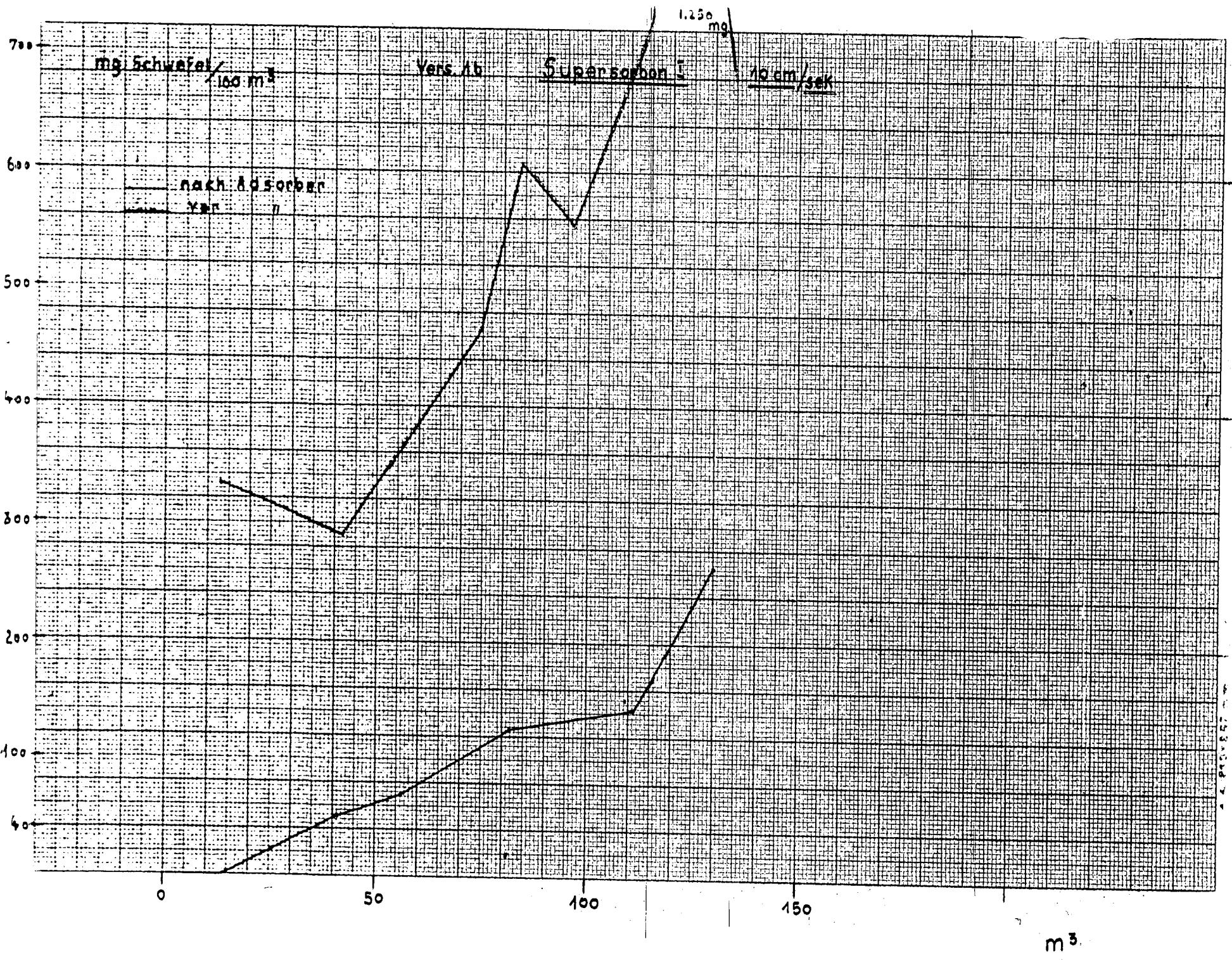
m³











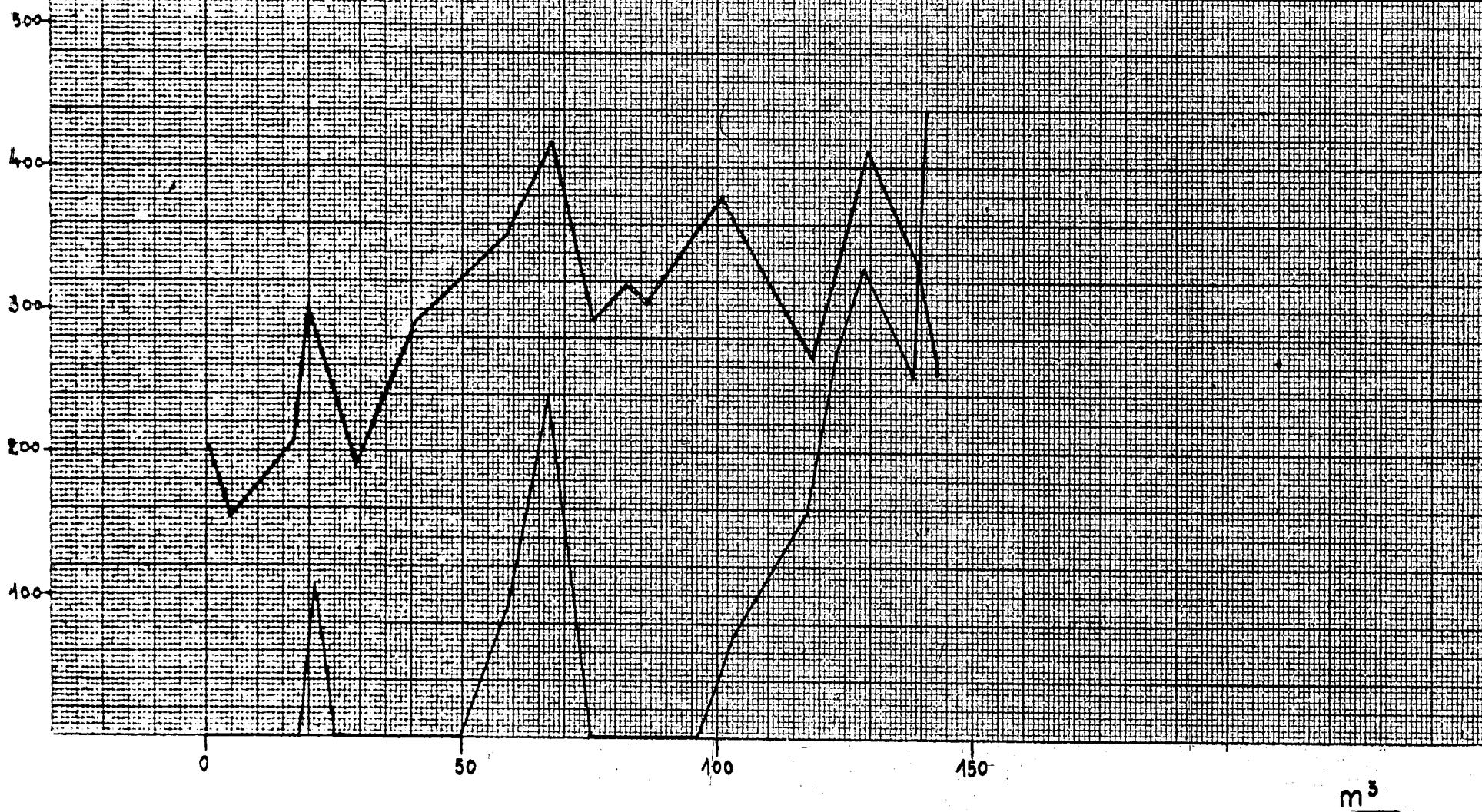
27.9. Schwan 1

Vers. An

Supersonik 5 - 5cm / sek.

nach Adenauer

Vor



m<sup>3</sup>

Frankfurt/Main, 21.4.38.

I.1

B o r i o n t N o. 5

(Kohle Kleemann)

Betrifft: Schwefelreinigung mit Aktivkohle in Rheinpreussen.

Die von Herren Garde begonnenen Entschwefelungsversuche wurden in gleicher Weise mit Synthesegas hinter der Feinreinigung weitergeführt. Neue Gesichtspunkte ergaben sich hierbei nicht. Es konnte nur bestätigt werden, dass bei den Hochtemperaturschmelzungen (300°C in der Kohle) wohl etwas mehr Schwefelverbindungen abgetrieben werden, dass aber die prozentuale Entschwefelung höchstens bei dem jeweils unmittelbar folgenden Versuch etwas besser war. Nach einem Gasdurchsatz von 356 m<sup>3</sup>/kg Kohle betrug die Schwefelbeladung der Kohle (errechnet) 1,32 Gew.%. Da bekannt ist, dass sich die Schwefelverbindungen aus dem Koksgas, das dem Synthesegas zu ca. 30% beigemischt wird - die Mischung wird allerdings bereits im Wasser-gasgenerator vorgenommen -, nur sehr schwer bzw. überhaupt nicht entfernen lassen, wurden die nun folgenden 3 Versuche (14-16) mit normal gereinigtem Koksgas, das allerdings nicht durch den Generator gegangen war, durchgeführt. Es ist nun interessant, dass die hinter die Kohle geschaltete Feinreinigermasse ebenfalls wie bei Synthesegas - ohne Koksgaszusatz - die Schwefelverbindungen bis zu einer Restmenge von max. 0,1 g/100 m<sup>3</sup> zurückhält. Der letzte Koksgasversuch wurde mit höherem Gasdurchsatz ausgeführt. Es ergab sich dass dann die hinter die Kohle geschaltete Feinreinigung eine Schwefelmenge von ca. 0,6 g/100 m<sup>3</sup> durchliess als der Schwefelgehalt des Eingangs- und Ausgangsgases gleich waren (siehe Kurve 16). Anliegende Tabelle mit der Zusammenstellung der gesamten Versuche zeigt, dass bei den Versuchen mit Koksgas die Schwefelrestmenge auf der Kohle nicht weiter angestiegen ist. Bei einem Gehalt von ca. 4 g Benzol pro m<sup>3</sup> Koksgas und Beladungen von ca. 14 % liegt die Vermutung nahe, dass ein gewisser Extraktionseffekt des Benzols für die S-Verbindungen vorhanden ist.

Mit den Herren Dr. Grimme, Dr. Herbert und W. Krah wurden in Rheinpreussen die Ergebnisse und das weitere Programm besprochen. Zuerst fragt es sich, wie entschwefelt die Feinreinigungs-masse, wenn Synthesegas so lange durch die Kohle geleitet wird, bis

der Schwefelgehalt im Eingangs- und Ausgangsgas der Aktivkohle gleich ist (analog Versuch 16). Es wird vermutet, dass die Feinreinigung nur die im Benzol vorhandenen Verbindungen nicht zurückhalten kann. Da die Benzolgehalte des Synthesegas- und Koksgases sich ungefähr wie 1:10 verhalten und bei Koksgasversuch Nr. 16 vermutlich bis zum Benzoldurchbruch gearbeitet worden ist, kann die Möglichkeit bestehen, 1 kg Kohle statt mit ca. 30 m<sup>3</sup> vielleicht mit ca. 200-300 m<sup>3</sup> zu beladen, bis die Feinreinigungsmasse nicht mehr zufriedenstellend arbeitet (0,2-0,3 g/100 m<sup>3</sup>). Als nächstes muss geklärt werden, ob wirklich nur die im Benzol enthaltenen Schwefelverbindungen von der Reinigungsmasse nicht zurückgehalten werden.

In Preussen führt die Versuche zuerst zur Aufklärung von Frage 1 weiter. Es wird solange Synthesegas durchgeleitet, bis der Schwefelgehalt hinter der nachgeschalteten Feinreinigungsmasse 0,2-0,3 g/100 m<sup>3</sup> beträgt.

Zur Klärung von Frage 2 wird ein Teil des bei den Koksgasversuchen gewonnenen Benzols dem Gas, das die Aktivkohle verlässt, ungefähr in einer Menge von 4-5 g/m<sup>3</sup> zugesetzt und der Feinreinigung zugeleitet. Der Schwefelgehalt hinter derselben wird dann die erwünschte Aufklärung bringen.

ges. Hoch. Kleemann.

Anlagen:

1. Analysen der aus Koksgas gewonnenen Benzole
2. Tabelle zu Versuchen 1-16
3. Kurven " " 1-16.

Anlage 1

Benzole aus Kokosan

	Versuch 14	Versuch 15	Versuch 16
Dichte 15°	0,834	0,831	0,853
Harztest (B.V.-Methode)	270 mg/100 cm <sup>3</sup> 61,3	477 mg/100 cm <sup>3</sup> 78,1	./.
Siedebeginn	460	360	
10 Vol.-%	670	600	
20 "	770	720	
30 "	820	770	
40 "	850	820	
50 "	880	860	
60 "	930	900	
70 "	1150	1000	
80 "	1970	1450	
Siedeschluss	1970	2020	
Siedeverlust	20 %	15 %	

Anlage 2

28 kg Kohlefüllung Synthesegas hinter Grot

Vers. Nr.	Nm <sup>3</sup> Gas pro Vers.	gesamt Nm <sup>3</sup> Gas	zugeführt					im AK Abgas g/Vers.	ergibt % S	beim Heraus- nahme d. Kohle	abgeführte S	
			p.v.	g Schweißel Ge- samt	pro 100 m <sup>3</sup>	Benzol 1 m <sup>3</sup>	gewon- nen				%	%
1	35,25	35,25	6,59	6,59	18,7	0,37	1,06	84	0,97	96		
2	37,95	73,2	4,93	11,52	13,0	0,35	2,16	56	0,79	91		
3	20,5	93,7	2,59	14,11	12,65	0,33	1,38	47	0,55	73		
4 HD	38,6	132,3	4,77	8,88	12,35	0,28	2,76	42	3,63	16,2		
5	39,5	171,8	6,08	24,96	15,4	0,35	2,66	56	1,00	87,5		
6	35,3	207,1	5,97	30,93	16,91	0,32	2,88	52	1,16	82		
7	35,4	242,5	5,22	36,15	14,73	0,33	2,83	46	0,99	85,5		
8 HD	36,8	279,3	5,30	41,45	14,4	0,43	3,20	40	3,95	29		
9	37,7	317,0	4,97	46,42	13,2	0,46	2,83	43	1,20	94		
10	33,8	350,8	4,97	51,39	14,7	0,55	3,01	39	1,02	89		
11	36,1	386,9	5,34	56,73	14,8	0,27	2,75	48	0,56	96		
12 HD	34,6	421,5	5,98	62,71	17,31	0,49	2,96	50	2,08	43		
13	35,25	456,75	5,31	68,02	15,05	0,36	2,19	59	0,51	83		
<hr/>												
Die gleiche Kohlefüllung.												
14	34,0	490,75	2,89	70,91	8,5	4,7	1,10	62	2,53	96		
15	37,0	527,75	3,26	74,17	8,55	4,1	1,28	61	2,43	96		
16	44,8	572,55	4,96	79,15	11,08	3,7	2,31	53	2,02	96		

HD = Hochtemperaturausdämpfung bis ungefähr 280-300°C in Kohle

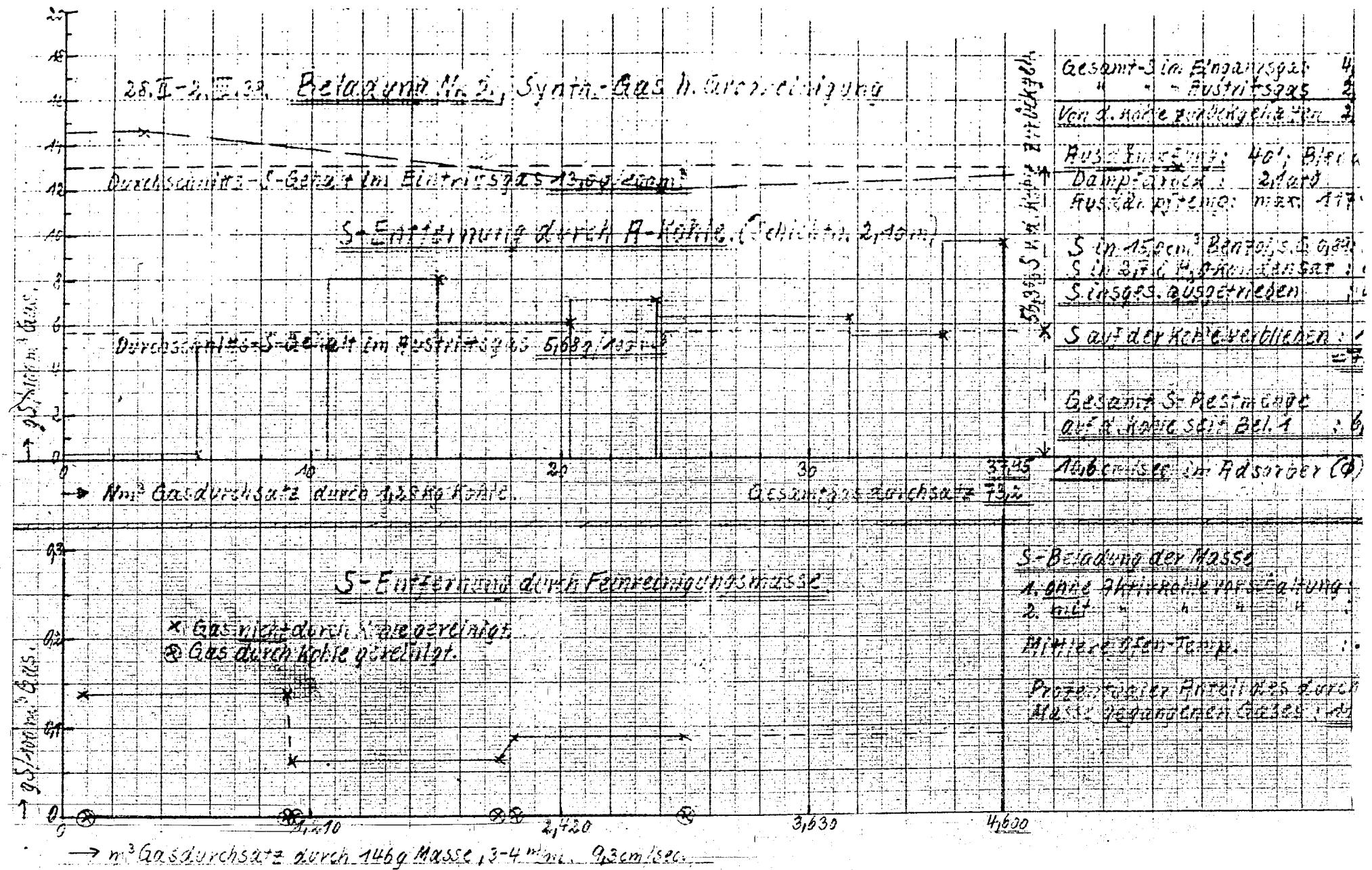
Analyse des Koksofengases

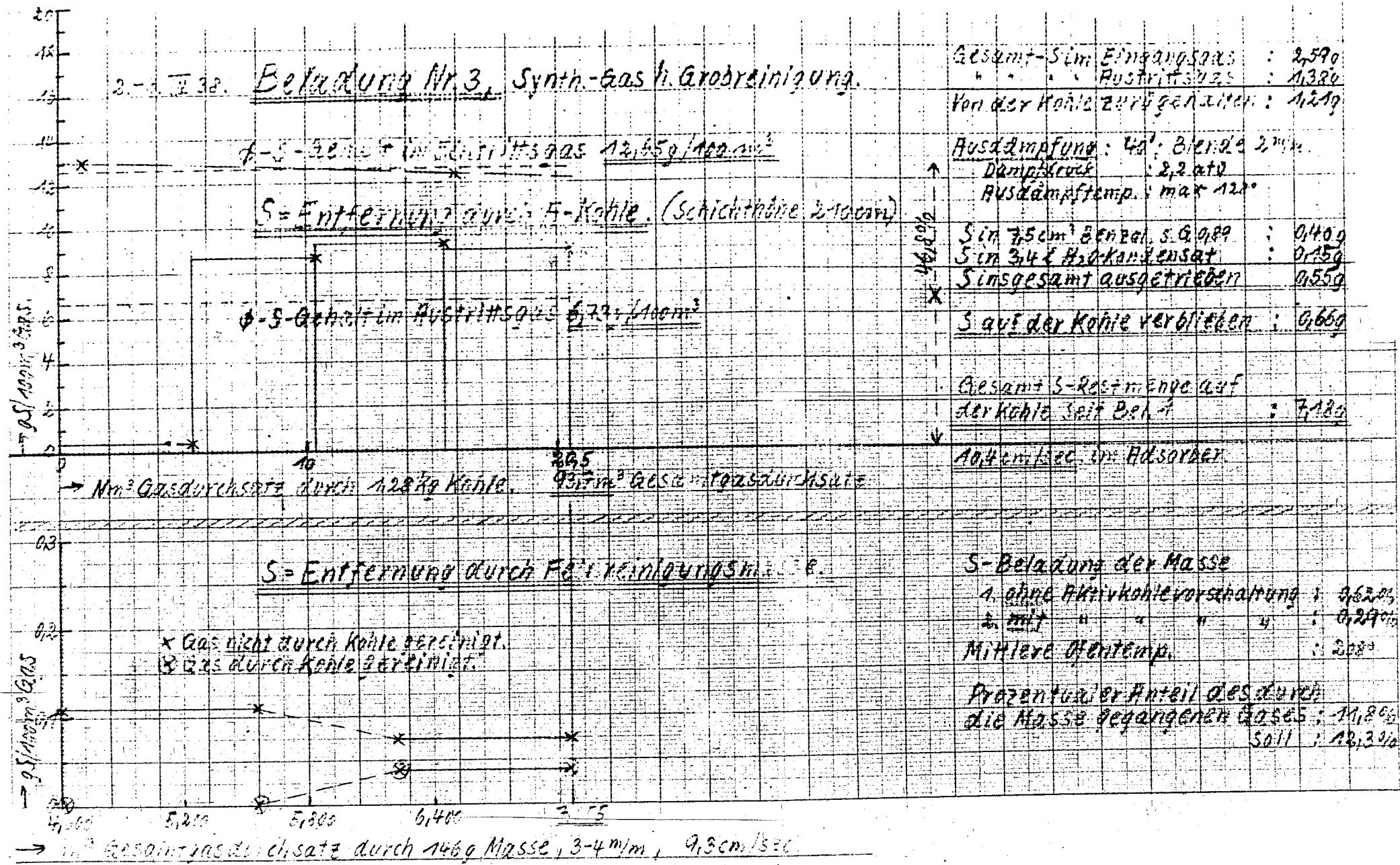
CO <sub>2</sub>	3,7 %
CnHm	2,2 %
O <sub>2</sub>	0,3 %
C6	5,2 %
H <sub>2</sub>	52,7 %
CH <sub>4</sub>	25,1 %
N <sub>2</sub>	11,4 %

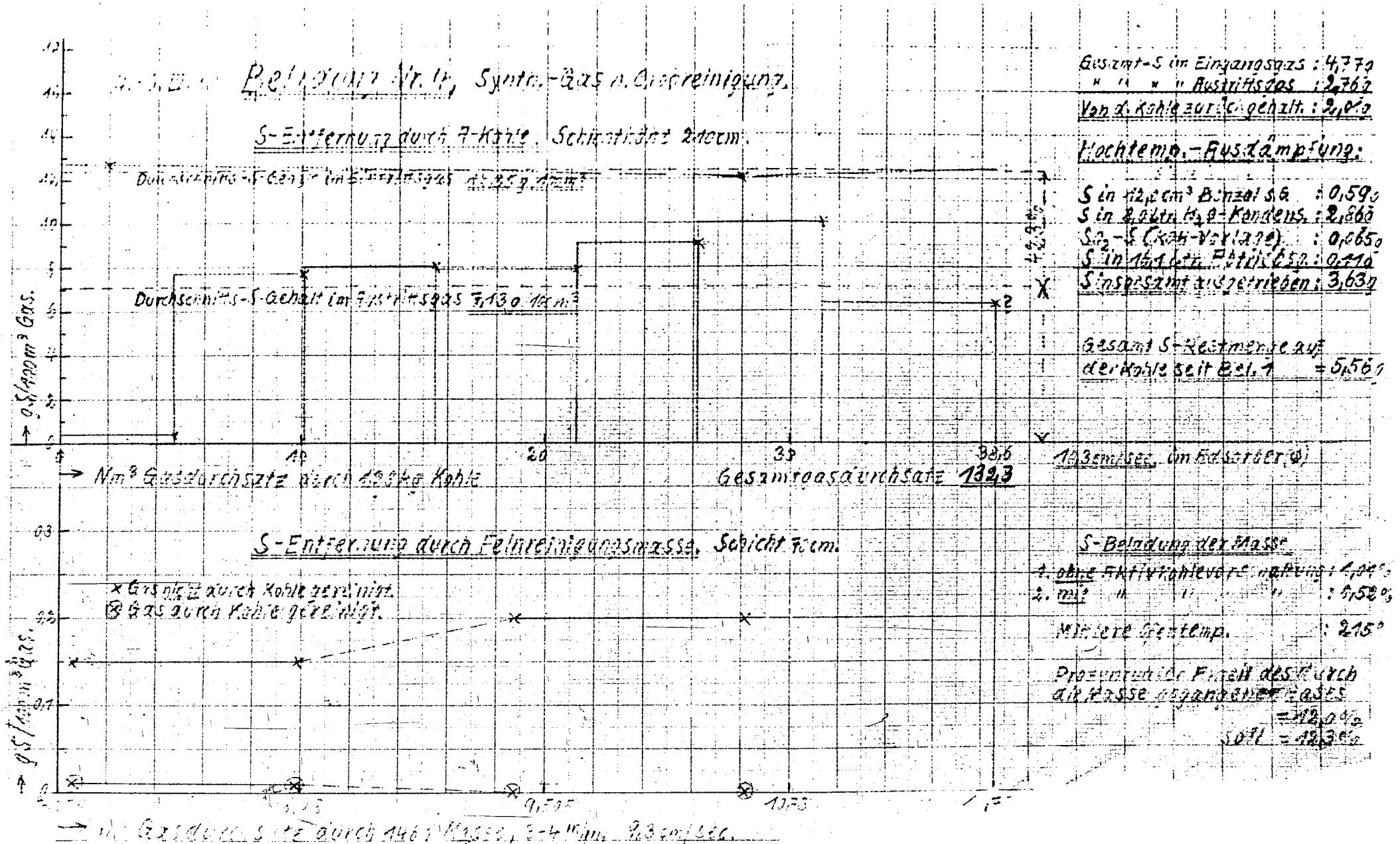
hinter Grobreinigung

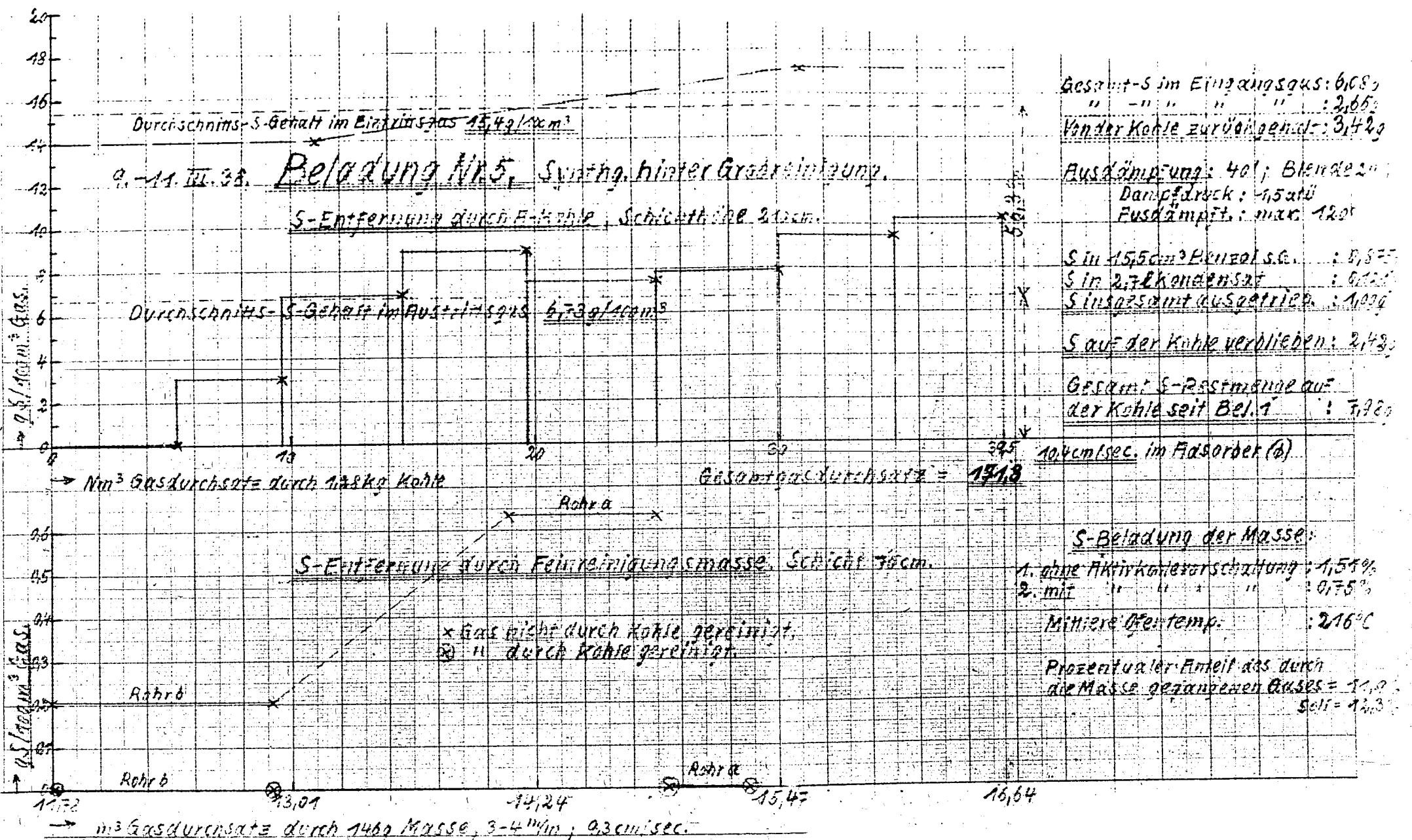
abgeführte Schwefelmengen							Feinreinigungsmassen			
hier von Benzol zol.	% im H <sub>2</sub> O	% S- gas	% S- ges.	Rest-S auf Kohle	ergibt % S- Beladg.	Ø S-Geh. hinter Masse g/100 m <sup>3</sup>	Ø Temp. der Masse °C	S-Beladung der Masse ohne   mit Kohle		
96	4	--	7,2	2,03	4,56	0,35	--	--	--	--
91	9	--	5,4	2,95	6,52	0,51	0,11	0,00	207	0,41
73	27	--	6,0	1,93	7,18	0,56	0,09	0,02	208	0,62
16,2	78,7	5,1	5,5	6,39	5,56	0,43	0,17	0,01	215	1,01
87,5	12,5	--	6,3	3,66	7,98	0,62	0,44	0,00	216	1,51
82	18	--	8,6	4,04	9,91	0,77	1,05	0,00	218	1,99
85,5	14,5	--	7,3	3,82	11,31	0,88	0,27	0,02	231	2,42
29	67,5	3,5	7,1	7,15	9,46	0,74	1,80	0,00	231	2,82
94	6	--	6,5	3,03	10,4	0,81)	Feinreinigung ausgeführt			
89	11	--	4,9	4,03	11,34	0,89)				
96	4	--	5,5	3,31	13,37	1,04	0,63	0,06	246	3,25
43	57	--	5,3	5,04	14,31	1,12	0,78	0,03	246	3,75
83	17	--	3,3	2,70	16,92	1,32	2,24	0,007	239	4,13
<hr/>										
<u>ngas aus Gasometer.</u>										
96	4	--	1,6	3,63	16,18	1,26	8,5	0,00	238	4,15
96	4	--	1,6	3,71	15,73	1,23	8,55	0,00	245	4,15
96	4	--	1,1	4,33	16,36	1,28	9,35	0,42	248	4,20

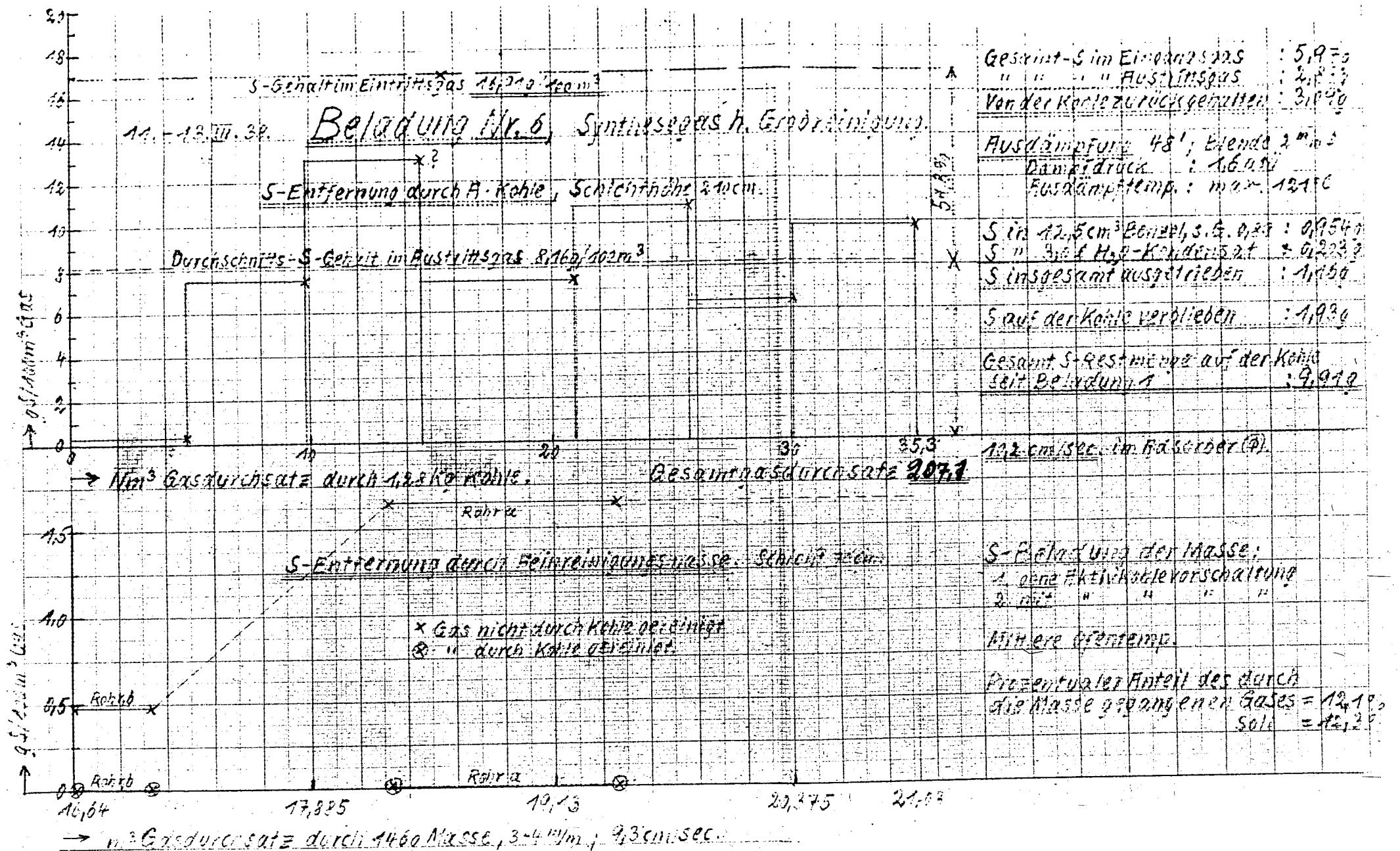


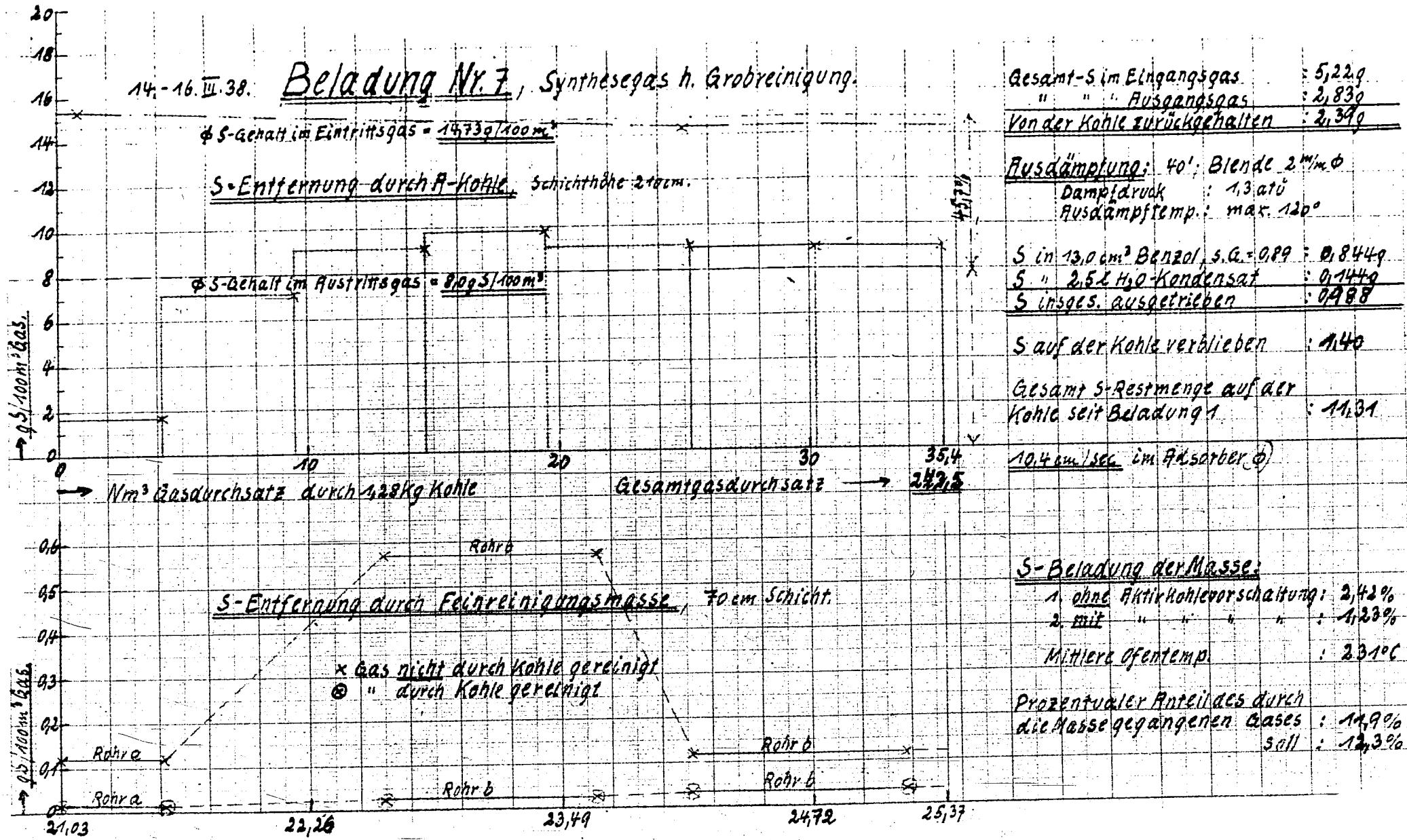


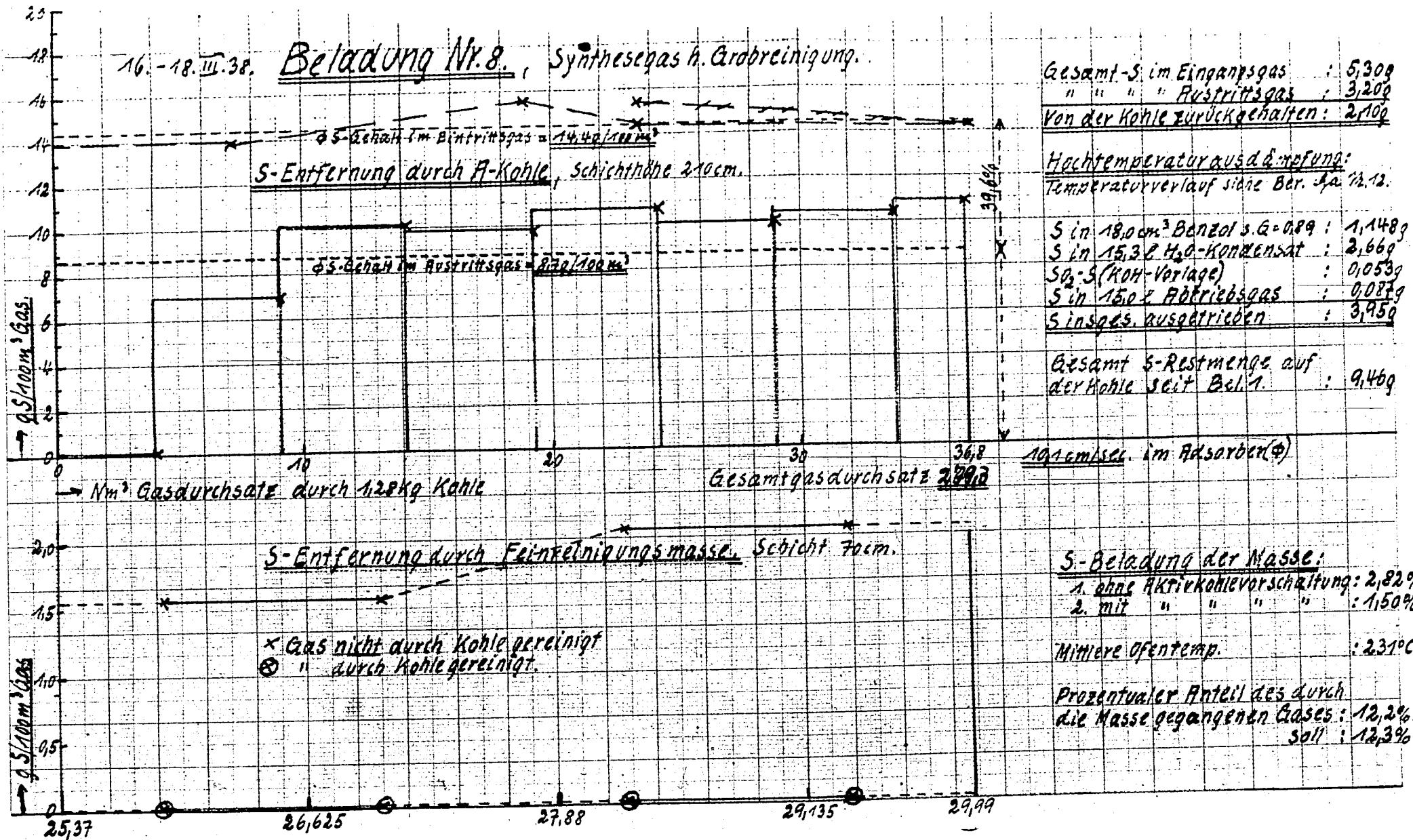












Gesamt-S im Eingangsgas : 5,309  
 " " " " Austrittsgas : 3,209  
 Von der Kohle zurückgehalten: 2,109

Hochtemperaturausdehnung:  
 Temperaturverlauf siehe Ber. Ia 73.12.

S in 18,0 cm<sup>3</sup> Benzol 3.G = 0,89 : 1,1489  
 S in 15,3 cm<sup>3</sup> H<sub>2</sub>O-Kondensat : 2,669  
 SO<sub>2</sub>-S (KOH-Vorrage) : 0,0539  
 S in 15,0 cm<sup>3</sup> Abtriebsgas : 0,0819  
 S insges. ausgetrieben : 3,959

Gesamt S-Restmenge auf  
 der Kohle seit Bel. 1. : 9,469

10,1 g/m<sup>3</sup> S im Adsorber( $\Phi$ )

S-Beladung der Masse!

1. ohne Aktivkohlevorschaltung: 2,82%  
 2. mit " " " " : 1,50%

Mittlere Ofentemp. : 231°C.

Prozentualer Anteil des durch  
 die Masse gegangenen Gases: 12,2%  
 Soll : 12,3%

19. Febr. 38. Belebung Nr. 9. Synthese-Gas, 5% Grobreinigung

- Entfernung durch A-Kohle Schichthöhe 210 cm

S-Gehalt im Einfüllgas ~ 13,2 g/100 m<sup>3</sup>

Austrittsschicht S-Gehalt im Austrittsgas 3,51 g/100 m<sup>3</sup>

Gesamt im Eingangsgas 4,97 g  
" " " Wasserdampf 2,83 g  
Von der Kohle zuwendung ist 2,74 g

Austrittsgas 40° Bleistift 2 mm

Dampftemperat. 7,5 °C  
Austrittstemperat. max. 120°C

S in 13,5% Benzol 1,424 g

S in 8,9% H<sub>2</sub>O-Kohl. 0,976 g

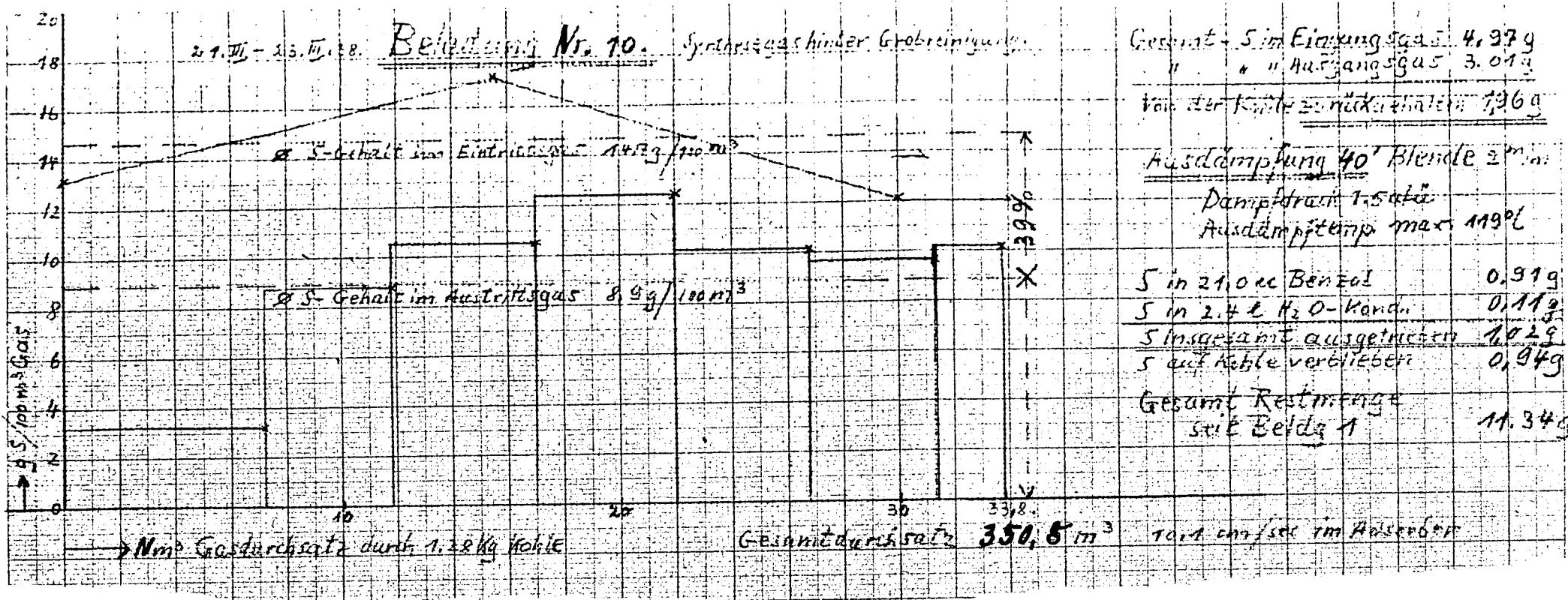
S insgesamt ausgetrieben 1,200 g

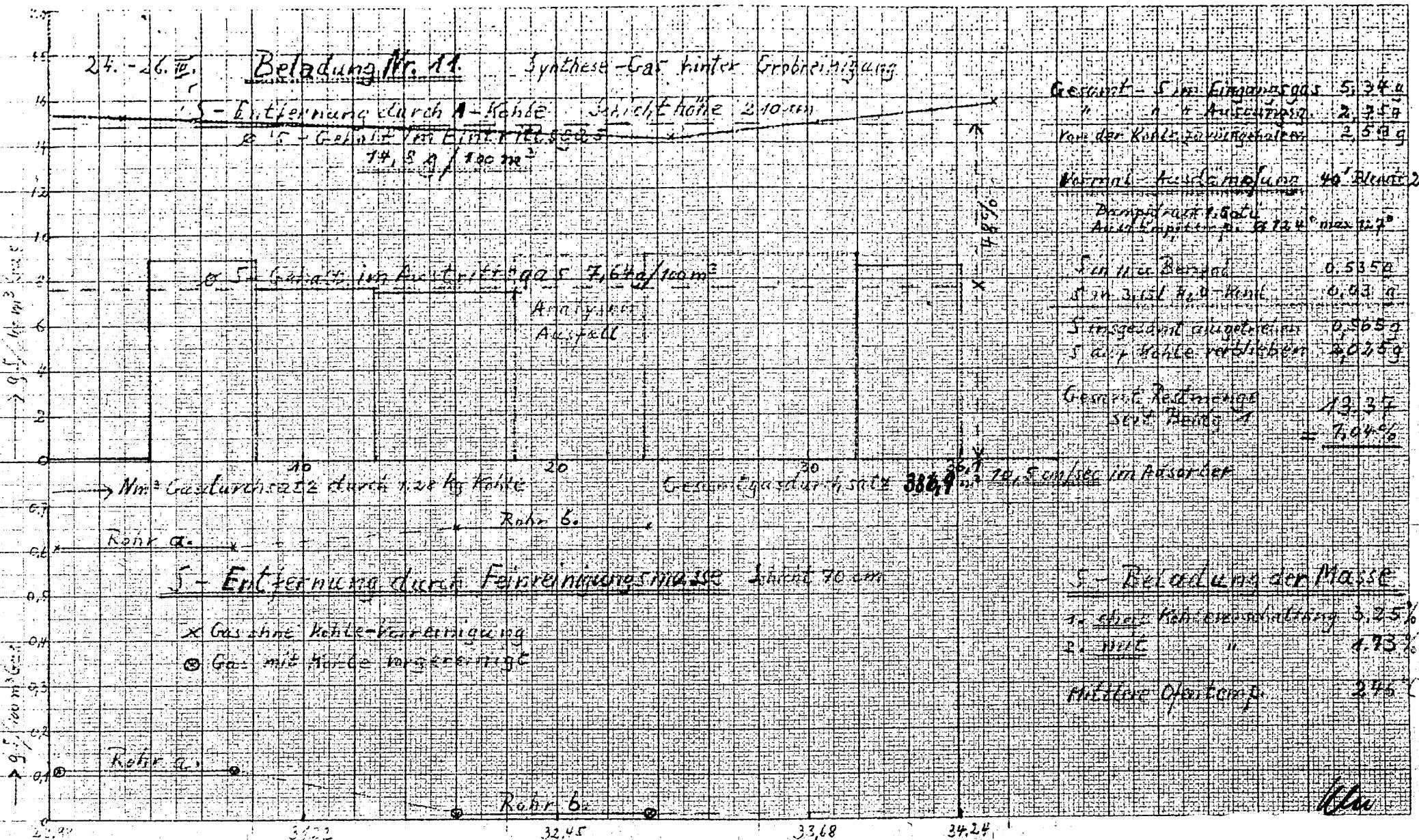
S auf der Kohle verblieben 0,949

Gesamt Restmenge seit Bel. 1 10,40 g

$\Rightarrow \text{Nm}^3 \text{ Gasdurchsatz}$  durch 1,28 kg Kohle Gesamt durchsatz 377,0  $\text{Nm}^3 / \text{m}^3 \text{ im Absorber}$

Blau





→ in<sup>3</sup> Gasdurchsatz durch 146 g Masse, 3-4 mm Tr. S. = 93,3% 9,3 cm/sec

10	36 - 2.5. 19	Bela. 1.150 Nr. 12.	Synthesegas bei 800°C Temperatur.				
11		zr 5 - Geraum Eintrittsgr. 97,21% / 100,0%					
12							
13							
14							
15							
16							
17							
18							
19							
20							
21							
22							
23							
24							
25							
26							
27							
28							
29							
30							
31							
32							
33							
34							
35							
36							
37							
38							
39							
40							
41							
42							
43							
44							
45							
46							
47							
48							
49							
50							
51							
52							
53							
54							
55							
56							
57							
58							
59							
60							
61							
62							
63							
64							
65							
66							
67							
68							
69							
70							
71							
72							
73							
74							
75							
76							
77							
78							
79							
80							
81							
82							
83							
84							
85							
86							
87							
88							
89							
90							
91							
92							
93							
94							
95							
96							
97							
98							
99							
100							
101							
102							
103							
104							
105							
106							
107							
108							
109							
110							
111							
112							
113							
114							
115							
116							
117							
118							
119							
120							
121							
122							
123							
124							
125							
126							
127							
128							
129							
130							
131							
132							
133							
134							
135							
136							
137							
138							
139							
140							
141							
142							
143							
144							
145							
146							
147							
148							
149							
150							
151							
152							
153							
154							
155							
156							
157							
158							
159							
160							
161							
162							
163							
164							
165							
166							
167							
168							
169							
170							
171							
172							
173							
174							
175							
176							
177							
178							
179							
180							
181							
182							
183							
184							
185							
186							
187							
188							
189							
190							
191							
192							
193							
194							
195							
196							
197							
198							
199							
200							
201							
202							
203							
204							
205							
206							
207							
208							
209							
210							
211							
212							
213							
214							
215							
216							
217							
218							
219							
220							
221							
222							
223							
224							
225							
226							
227							
228							
229							
230							
231							
232							
233							
234							
235							
236							
237							
238							
239							
240							
241							
242							
243							
244							
245							
246							
247							
248							
249							
250							
251							
252							
253							
254							
255							
256							
257							
258							
259							
260							
261							
262							
263							
264							
265							
266							
267							
268							
269							
270							
271							
272							
273							
274							
275							
276							
277							
278							
279							
280							
281							
282							
283							
284							
285							
286							
287							
288							
289							
290							
291							
292	</td						

28.-30. IV. 38.

### Betäubung Nr. 13. Synthesegas hinter Grobreinigung.

• S-Gehalt im Eintrittsgas  $15.93 \text{ g}/100 \text{ m}^3$

S-Entfernung durch A + Kohle  
Schichtdicke 20 cm

• S-Gehalt im Austrittsgas  $6.21 \text{ g}/100 \text{ m}^3$

→  $\text{Nm}^3$  Gasdurchsatz durch 1.286 g Kohle

Gesamtgasdurchsatz  $456.97 \text{ Nm}^3/\text{sec}$  im Adiabaten

S-Entfernung durch Feinreinigungsmasse 16.62 cm

Rohr b

\* Gas nicht mit Kohle gereinigt

• " " " vorgereinigt

Rohr a

Rohr b

38,87 →  $\text{m}^3$  Gasdurchsatz durch 146 g Masse,  $3-4 \text{ m}/\text{m}$ , Tr. 5, 93,3% 9,3 cm/sec

Gesamt-Sim-Eindringdosis 57319

• " " " " " " " " 3193

Von der Kohle-Eindringdosis 5129

Nat. Rad. Abschirmung 90% Bleidecke,

• " " " " " " " " 116

• " " " " " " " " 0.0049

Sim. Rad. Abschirmung 0.0855

S-Abgang auf verschiedene 0.509

Gesamt-S-Rad. Abschirmung 0.01

Kohle = sehr Bleigetr. 1. 16.989

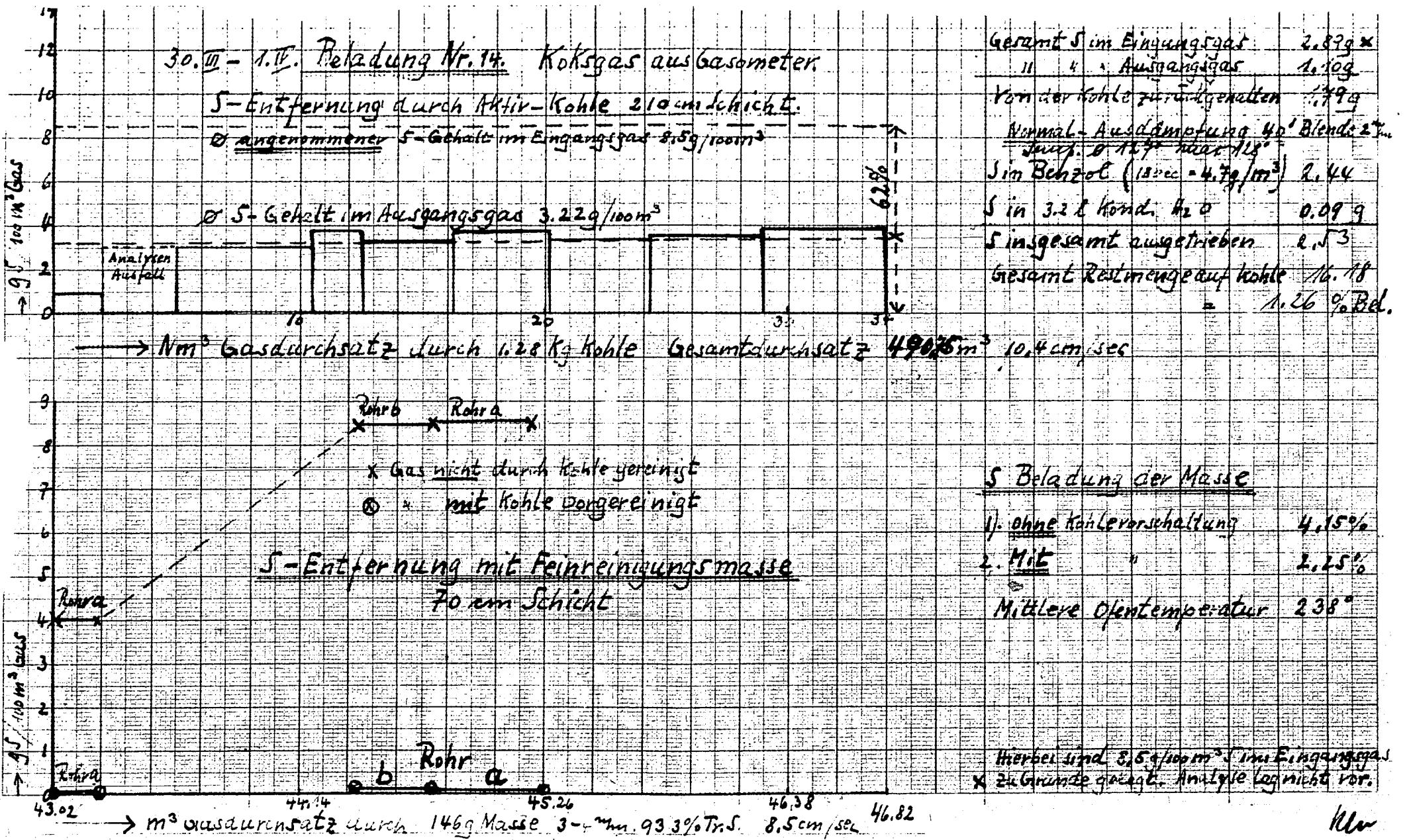
= 1.34 % Bleidecke

### S-Behandlung der Masse

1. ohne Aktivkohlevorlage 47,3%

2. mit " " " " 3,17%

Höhere Entfernungsw. 2,39%



12 1-3.4.38.

Beladung Nr. 15 Koksgas aus GasometerS-Entfernung durch Aktiv-Kohle 210 cm Schicht.S-Gehalt im Eingangsgas  $8.8 \text{ g/m}^3$ S-Gehalt im Ausgangsgas  $3.45 \text{ g/m}^3$ 

$\rightarrow \text{Nm}^3 \text{ Gasdurchsatz durch } 1.28 \text{ kg Kohle Gesamtdurchsatz } 584,7 \text{ m}^3 / 11.2 \text{ cm/sec}$

Rohr  
Rohr

S-Entfernung mit Feinreinigungsmasse

70 cm Schicht

x ohne Kohlevorschaltung

(o) Gas mit Kohle verunreinigt

Kohle

46.82

47.68

48.54

49.40

59.01

$\rightarrow \text{m}^3 \text{ Gasdurchsatz durch } 146 \text{ g Masse } 3-4 \text{ m}^3/\text{m}^3 93.3\% \text{ Tr. S. } 7.0 \text{ cm/sec}$

blau

Gesamt S-im Eingangsgas  $3.269$ " " " " Ausgangsgas  $1.289$ Von der Kohle zurückgeh.  $1.989$ 

Normal Ausstreuung 40° Blende

Temp.  $218^\circ$  relativ 100S-im Benzol  $172 \text{ m}^3 \cdot 489 \text{ g/m}^3 = 8.35$ S-in 3.1 l Kondensat  $0.089$ S insgesamt ausgetrieben  $8.43$ Gesamt Restmenge auf Höhe  $15.73$ 

= 102.3 % Bett

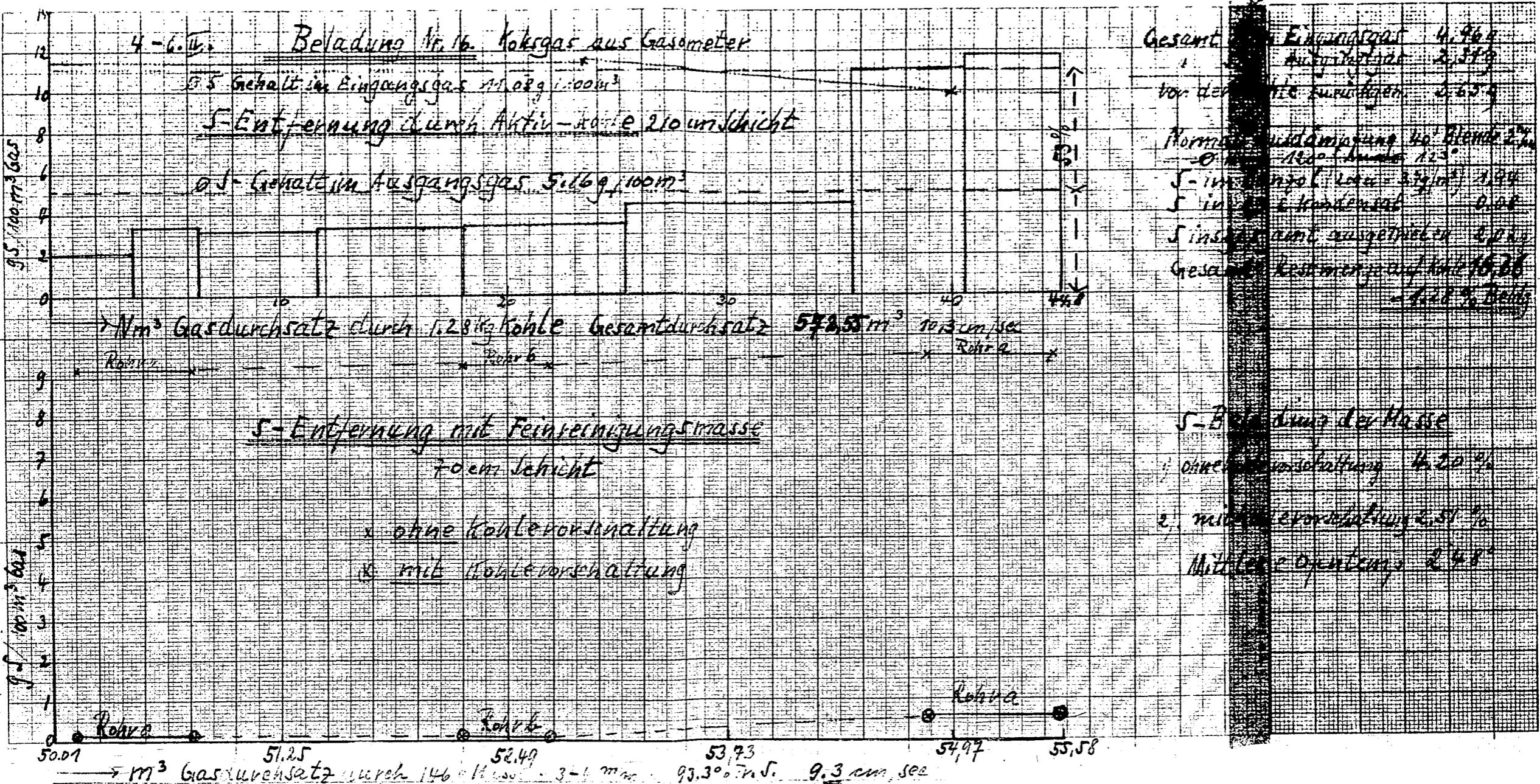
= 102.3 % Bett

S-Beladung der Masse

1. ohne Kohlevorschaltung  $4.15\%$   
Keine Erhöhung der S-Schwell hinter  
der Masse  $\rightarrow$  dann vorder Masse)

2. Mit Kohlevorschaltung  $2.33\%$

Mittlere Opentemp.  $245^\circ$



Frankfurt/Main, 2.Juli 1938.  
L1

Bericht Nr. 6

(Paul Garbe)

Betrifft: Gasentschweflung mit Aktivkohleschaltung zwischen  
Groß- und Feinreinigung in Rheinpreussen.

Nach dem Versuch Nr. 16 mit Kokagaz, den Herr Kleemann beendete, führte Rheinpreussen 5 weitere Versuche mit erhöhtem Gasdurchsatz - 205; 149,7; 198,4; 95,2 und 129,5  $\text{Nm}^3$  - aus (Bilanzdiagramme sämtlicher Versuche in Anlage 2). Das Diagramm des Versuchs 17 zeigt, dass nach einem Gasdurchsatz von 150  $\text{Nm}^3$  durch die Kohle (1,23 kg) der Anstieg des S-Gehaltes hinter der nachgeschalteten Feinreinigungsmasse von 0,1 auf 0,5 bzw. 1,4 g S/100  $\text{m}^3$  einsetzt. S-Gehalt des Gases im Parallelversuch hinter der Feinreinigung ohne Kohleverschaltung 7-10 g S/100  $\text{m}^3$ .

Auf Grund einer von uns gegebenen Anregung setzte Rheinpreussen während der ganzen Dauer des Versuchs Nr. 19 dem mit Aktivkohle gereinigten Synthesegas Ausdämpfbenzol des Kokagazversuchs Nr. 16 zu. Die Benzolkonzentration sollte 4-5 g/m³ betragen, d.h. der des Kokagases entsprechen. Nach den bei den Kokagazversuchen gemachten Feststellungen (sehr schlechte Schwefelentfernung) müssten die mit dem Ausdämpfbenzol dem Synthesegas hinter der Aktivkohle zugeführten Schwefelverbindungen praktisch restlos hinter der nachgeschalteten Feinreinigungsmasse durchbrechen.

Ergebnisse:

S-Gehalt des AK-Abgases ( $198,4 \text{Nm}^3$ ) = 9,92 g S/100  $\text{m}^3$

Die mit dem Ausdämpfbenzol zugeführte

AK-Kohle = 2,18 g S/100  $\text{m}^3$

S-Gehalt insgesamt = 12,10 g S/100  $\text{m}^3$

Benzolkonzentration des Gases ( soll = 3,7 g/m³ ) = 1,9 g/m³

Der Durchschnitts-S-Gehalt hinter der Feinreinigung betrug 2,02 g S/100  $\text{m}^3$ . Da die mit dem Ausdämpfbenzol zugeführte S-Menge nur 2,18 g S/100  $\text{m}^3$  ausmacht, kann angenommen werden, dass dieselbe in der Feinreinigung vollkommen durchbricht.

Die Differenz von 2,18 g : /100 m<sup>3</sup> bis 3,02 erklärt sich nicht allein durch das schlechtere Arbeiten der Feinreinigermasse, wie es durch das Eintreten von Benzol von vornherein angenommen wurde, sondern auch aus dem allmählich stattgefundenen Verbrauch der Masse. So z.B. hatte der S-C-Gehalt des Gases hinter der Feinreinigung mit Aktivkohlevorschaltung (ohne Benzolzusatz) bei dem vorhergehenden Versuch Nr. 18 noch 0,65 g/100 m<sup>3</sup> betragen (Gasdurchsatz 149,7 Nm<sup>3</sup>).

Die Feinreinigungsmasse wurde nach dem Versuch 19 ausgebaut und durch frische ersetzt (146 g pro Rohr). Die errechnete S-Beladung der Masse betrug ohne Kohlevorschaltung 7,9 %, mit Kohlevorschaltung 6,6 %. Analytisch wurde eine S-Beladung von 8,74 % bzw. 7,89 % festgestellt.

Nach der Beladung Nr. 21 wurden die Versuche von uns fortgesetzt.

Nach den vorliegenden Versuchsergebnissen der 21 Beladungsversuche sollten nach Rücksprache mit Herrn Dr. Grimme folgende Punkte geklärt werden.

1. Zunächst war zu klären, ob eine Zersetzung des im Gas enthaltenen Benzols (ca. 0,5 g/m<sup>3</sup>) in der Feinreinigung eintritt, da bei den z.Zt. in einer 3-Adsorber-Anlage mit Synthesegas (1000 m<sup>3</sup> Durchsatz/h) hinter der Feinreinigung laufenden Entschwefelungsversuchen kein K.W.-Kondensat gewonnen wird.
2. Durchführung einer Hochtemperaturausdämpfung zur Feststellung, ob nach erhöhter S-Beladung ein größerer Effekt als früher zu erwarten ist.
3. Feststellung der Wirkung einer "Benzoleinschliffextraktion" durch Zugabe von Benzol bzw. Benzoldampf in den Adsorberkopf vor der Ausdämpfung.
4. Verfolgung der Vorreinigungswirkung der Kohle nach Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit von 10 auf 20 cm/sec.
5. Laufende Ausführung der Harztestprobe hinter Kohle und Feinreinigung. Beobachtung, ob eine Beziehung beim positiven Ausfall der Harztestprobe hinter der Kohle zum Anstieg des S-Schmelzes hinter der Feinreinigung besteht.

6. Bestätigung der aus den Diagrammen der Versuche Nr. 17, 19 und 21 hervorgehenden Desorption der von der Kohle adsorbierten S-Verbindungen bei erhöhtem Gasdurchsatz (bis  $200 \text{ m}^3$ ).

Ergebnis:

- Zu 1. Der mit Synthesegas hinter der Feinreinigung ausgeführte Beladungsversuch 22 brachte die selbe Benzolmenge ( $0,68 \text{ g/m}^3$ ) wie der darauffolgende Versuch 23 mit Synthesegas vor der Feinreinigung ( $0,72 \text{ g/m}^3$ ). Die Benzolverluste in der AK-Anlage sind auf Fehler technischer Art zurückzuführen (Abscheider) und inzwischen behoben (s. Notiz Garbe v. 2.7.38).
- Zu 2. Die anschliessend an die Beladung Nr. 23 vorgenommene Hochtemperaturaussämpfung brachte kein günstigeres Resultat als die 3 vorhergehenden. Die S-Restbeladung konnte nur von 1,53 auf 1,43 % verringert werden.
- Zu 3. Nach der Beladung Nr. 24 und 25 wurde je eine "Benzolaussämpf-extraktion" durchgeführt. Im ersten Falle wurden ~~401 g thiophenfreies Benzol flüssig in den Adsorberkopf eingetragen und anschliessend ausgedämpft.~~ Im zweiten Falle wurden 402 g thiophenfreies Benzol in die ca.  $100^\circ$  heiße Kohle überdestilliert, dann die Kohle wieder gekühlt und anschliessend ausgedämpft. In beiden Fällen konnte nicht einmal die während der Beladung von der Kohle aufgenommene S-Menge ausgetrieben werden.
- Zu 4. Der mit einer Strömungsgeschwindigkeit von  $20 \text{ cm/sec.}$  und erhöhtem Gasdurchsatz ( $250 \text{ m}^3$ ) durchgeführte Versuch Nr. 25 zeigte gegenüber den Versuchen mit geringerer Strömungsgeschwindigkeit ( $10 \text{ cm/sec.}$ ) keinen Unterschied, d.h. die Entschwefelungsleistung der Kohle betrug im Durchschnitt ebenfalls rund 20 %. Der Anstieg des S-Gehaltes hinter der Feinreinigung setzte erst nach einem Gasdurchsatz von  $190 \text{ m}^3$  von  $0,2$  auf  $0,37 \text{ g S/100 m}^3$  ein.
- Zu 5. Es konnte während des Versuchs Nr. 25 einwandfrei festgestellt werden, dass eine Parallelle zwischen dem positiven Ausfall der Karrestprobe und dem Anstieg des S-Gehaltes hinter der Feinreinigung besteht (s. Diagramm).

zu 6. Eine Desorption der von der Kohle adsorbierten S-Verbindungen bei erhöhtem Gasdurchsatz konnte bei dem Versuch Nr. 25 nicht festgestellt werden. Die Entschwefelung der Kohle am Ende der Beladung betrug noch 27 % bzw. 11 % nach Abzug des im Eintrittsgas enthaltenen anorganischen Schwefels.

Herr Dr. Grimme wird den Versuch Nr. 26 unter besonderer Berücksichtigung des Punktes 5 beenden und dann die Versuche abbrechen. Bis zu diesem Zeitpunkt sind etwa 1500  $\text{Nm}^3$  Gas/kg Kohle durchgesetzt.

gez. E. Garbe.

Anlagen: 1. Tabelle der Versuche 17-25  
2. Diagramme der Versuchs 17-25.

Verteilung:

L.W. (2)

A.K.A.

Ga.

Labor.

Res.

1,28 kg Kg Refüllung

Synthesegas hinter Grob

Vers. Nr.	Nr. Gas pro Föse.	Gas Volumen in m³	Gas Volumen in m³	Gas Volumen in m³	Gas Volumen in m³	Diesel pro 1 m³ gewon- nen	im AK- Abgas g/Vers. beim Beladen	aus Abgas bei neuer d-Kohle	Dampf Durch- gang kg	Benz- ol Benz- ol
17	205	777,55	26,5	105,53	12,9	0,44	20,4	23	3,78	96,9
18	149,7	927,25	18,0	123,53	12,02	0,40	14,75	18	3,26	97,3
19 <sup>1)</sup>	138,4	129,65	23,27	148,90	11,72	0,37	19,09	15,5	2,20	95,5
20 <sup>2)</sup>	95,2	1220,85	10,25	157,13	10,76	0,27	8,27	25	1,79	100
21	129,8	1730,35	14,00	171,75	10,84	0,53	13,24	5,4	1,93	96,5
22 <sup>3)</sup>	35,05	1885,40	0,23	171,33	0,65	0,68	0,75	25	0,18	89
23 <sup>4)</sup>	37,4	1422,50	4,73	176,16	12,9	0,72	3,58	25	2,49	32,5
24 <sup>5)</sup>	42,0	1462,50	5,00	161,16	12,5	0,48	3,56	25	1,02	95,1
25 <sup>5)</sup>	230,0	1692,50	28,60	209,76	12,45	0,4	22,60	21	1,09	86,4

- 1) Zusatz vpx Ausdämpfbenzol des Vers. 15 (Koksgasversuch) zu dem mit Kohle gez
- 2) Neue Feinreinigungsmasse in die Röhre eingefüllt.
- 3) Beladung mit Synthesegas hinten der Feinreinigung.
- 4) Hochtemperaturausdämpfung.
- 5) Benzolausdämpfextraktion.

an hinter Grobreinigung.

Dampf Zoll g	Kohle Benz. Kohl. H <sub>2</sub> O	Ab- gas	abgeführte Schwefelmergen				S-Geh. % 100 m <sup>3</sup>	Temp. der Masse	Feuerreinigungsmassen			
			% S- Geh. des Benz- zels	ges. abgef. S-Menge	Rest-S mit Kohle	ergibt % S- Beladg.			S-Beladung der Masse ohne mit Kohle %	S-Beladung der Masse ohne mit Kohle %		
3,79	96,9	0,9	2,2	3,4	23,59	19,27	1,50	8,35	0,28	256	4,95	4,12
3,26	97,3	0,9	1,8	5,24	18,00	19,27	1,50	2,09	0,65	270	6,12	4,82
2,20	95,5	0,9	3,5	2,9	21,69	20,65	1,61	3,03	3,02	278	7,90	6,6
1,79	100	—	—	6,9	10,06	20,84	1,63	0,18	0,07	230	0,87	0,69
1,93	96,5	1,0	2,6	2,73	15,17	19,67	1,53	0,47	0,14	232	2,08	1,86
0,18	89	11	—	0,65	0,33	19,57	1,53	—	—	—	—	—
2,49	32,5	67,5	—	3,03	6,07	18,28	1,43	1,04	0,05	234	2,43	2,14
1,02	95,1	4,9	—	—	4,58	18,70	1,46	1,19	0,04	236	2,64	2,31
1,09	85,4	13,6	—	—	23,69	23,61	1,85	1,05	0,12	248	3,77	3,28

mit Kohle gereinigten Gas.

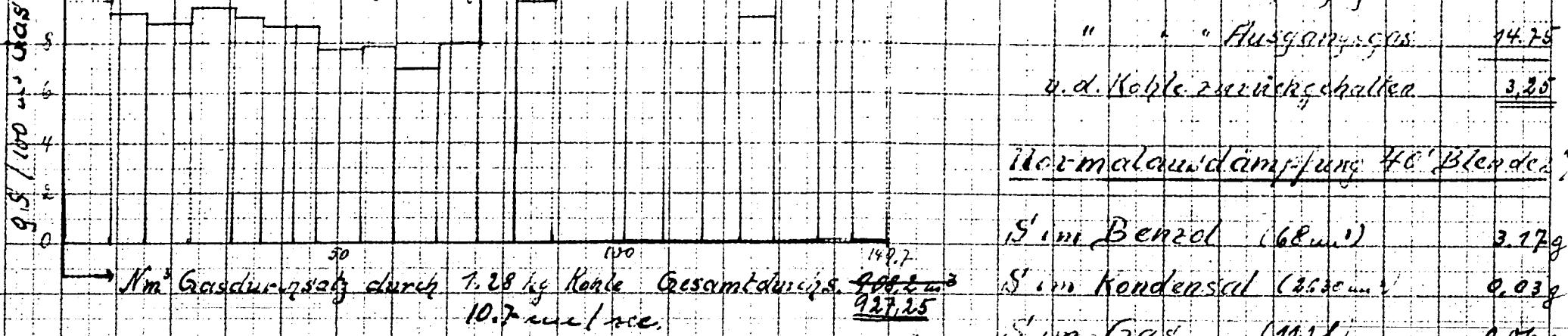
21.4. - 23.4. 35  
25.1. - 30.4. 38

Ver. u., 18 Syntz. - um. M. C. 1935-1936.

S'-Entfernung durch Kohle 210 mm Schicht

S'gehalt im Eingangsgas 16,5% / 100g

S'-gehalt im Ausgangsgas 9,85% / 100g



Gesamt S im Eingangsgas 18,00

" " " Ausgangsgas 14,75

v. d. Kohle zurückgeschaltet 3,25

Normalausdämpfung 40° Blende;

S' in Benzol (68 ml) 3.17 g

S' im Kondensat (2530 ml) 0.03 g

S' im Gas (11.1 l) 0.06 g

S' insgesamt abgetrieben 3.26

Gesamt Restmenge auf Kohle 9.32

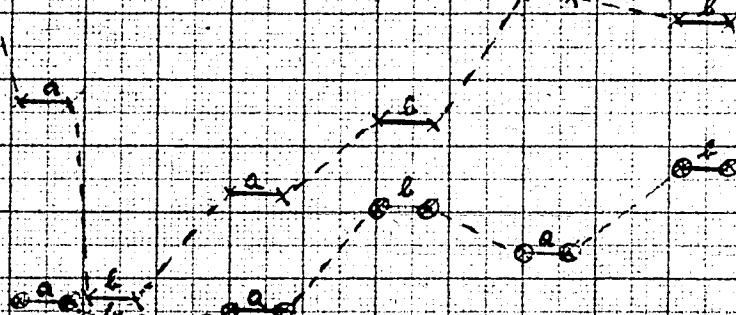
= 1,50%

S'-Entfernung mit Feinreinigungsmasse

70 mm Schicht

x ohne a und b ohne Kohlevorschaltung

① " a " b mit " a "



S' Beladung der Masse

1) ohne Kohlevorschaltung = 6.15%

2) mit " = 4.82%

Mittlere Ofentemper. = 270° 6

74.95 85.64 91.63 97.02

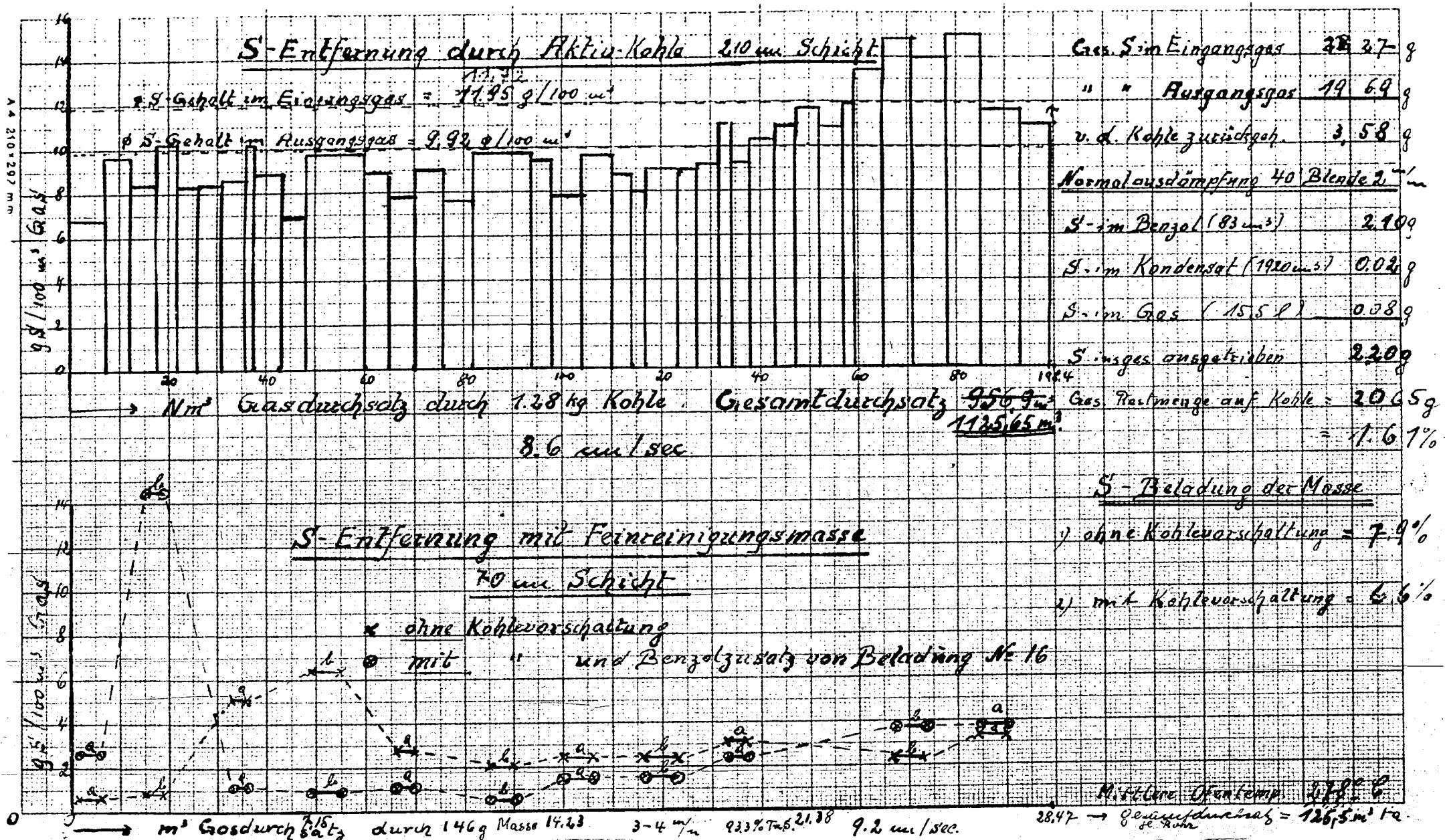
→ m<sup>3</sup> u.a. durchsatz durch 146 g Masse 3-4 m<sup>3</sup>/m 93,3% Tr.

9.2 m<sup>3</sup>/sec.

H.R.

6 - 18. 5. 38.

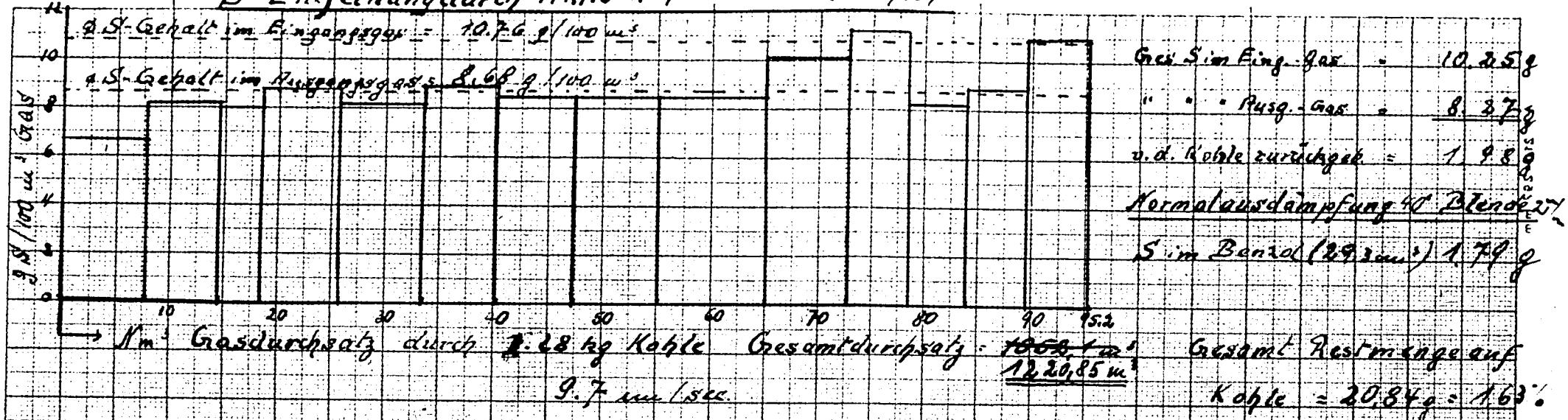
Beladung N° 19. (Synthesegas nach Grobereinigung)  
(mit Benzoleinsatz)



20.5. - 25.5. 38.

Beladung 1:20 (Synthesegas nach Grubereinigung)

S-Entfernung durch Aktiv-Kohle 210 m Schicht



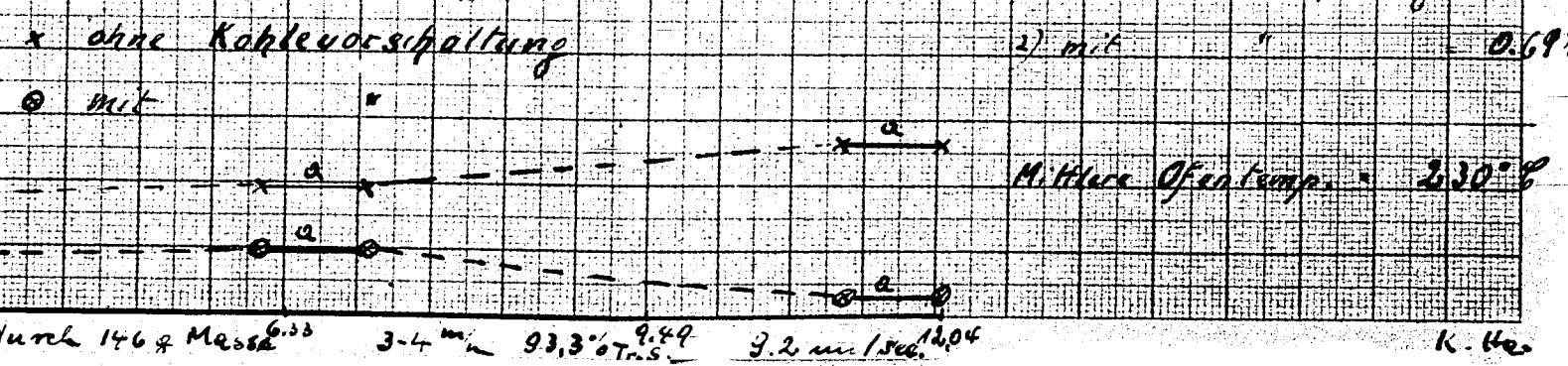
S-Beladung der Masse

S-Entfernung mit Feinreinigungsmasse

70 m Schicht

1) ohne Kohlevorabsättigung = 0,91%

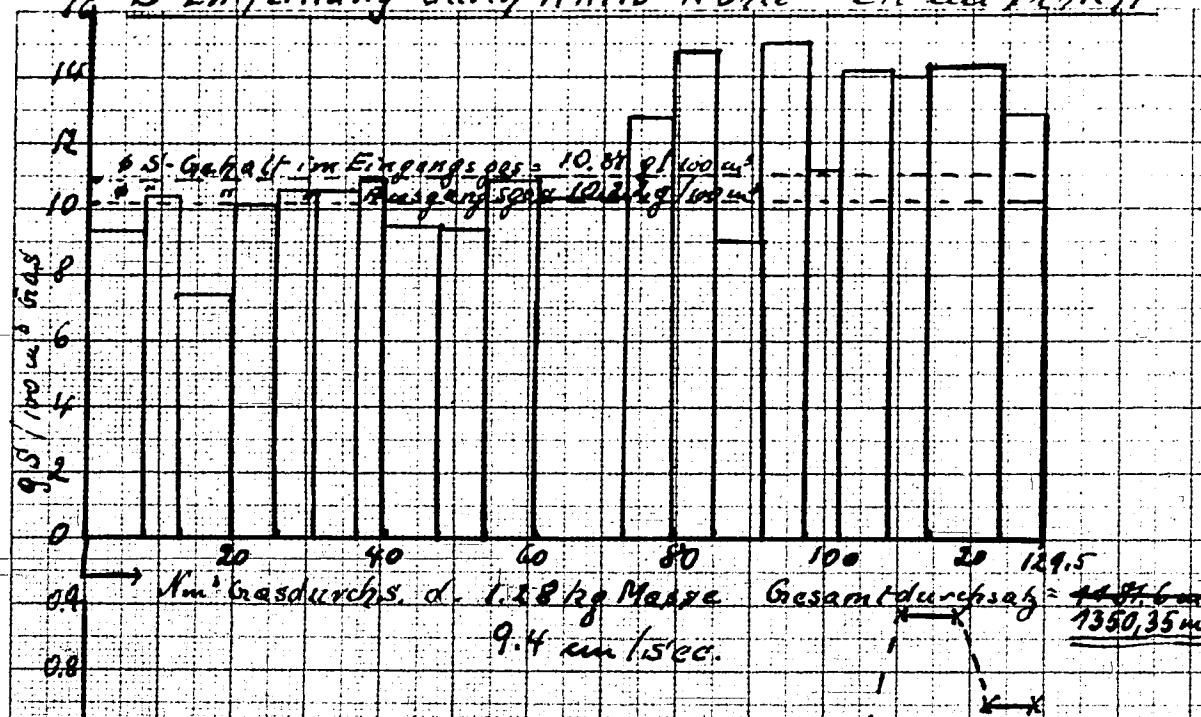
2) mit = 0,69%



27.5. - 3.6.38.

Beladung N° 21 (Synthesegas nach Grobereinigung)

16 S-Entfernung durch Aktiv-Kohle 210° was möglich



$$\begin{aligned} \text{Ges. S im Eingangsgas} &= 14.00 \text{ g} \\ \text{" " " Ausgangsgas} &= 13.24 \text{ g} \\ \text{von der Kohle zurückgehalten} &= 0.76 \text{ g} \end{aligned}$$

Normalausdämpfung 40° Blende 2%

$$\begin{aligned} \text{S' im Benzol (18 cm³)} &= 1.96 \text{ g} \\ \text{S' im Kondensat (3200 cm³)} &= 0.03 \text{ g} \\ \text{S' im Gas (18.8 l)} &= 0.05 \text{ g} \\ \text{S insges ausgetrieben} &= 1.93 \text{ g} \\ \text{Gesamt Restmenge auf Kohle} &= 19.67 \text{ g} \\ &= 1.53 \% \end{aligned}$$

S-Entfernung mit Feinreinigungsmasse

70 m Schicht

1 ohne Kohlevorschaltung

2 mit " "

S-Beladung der Masse

$$\begin{aligned} 1/ \text{ ohne Kohlevorschaltung} &= 2.08 \% \\ 2/ \text{ mit " } &= 1.86 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mittlere Ofentemp.} &= 235.08 \\ \text{K. Hg} \end{aligned}$$

12.04 m³ Gasdurchs 18.24 m³/Masse 24.44 m³/Masse 28.94 m³/Masse

14.13. II. 37. Beladung Nr. 22, Synthesegas hinter Feinreinigung!!

Gesamt S im Eingangsgas : 0,226 g

" " " Ausgangsgas : 0,154 g

Von der Kohle zurückgehalten : 0,075 g

\* S-Gehalt im Eingangsgas = 0,63 g / 100 m<sup>3</sup>.

Ausdämpfung: 50°; Blende 2" / m<sup>3</sup>; 1,5 atü.

Ausd.-Temp.: 0 113°, met. 115°

\* S-Gehalt im Ausgangsgas = 0,42 g / 100 m<sup>3</sup>

S in 23 cm<sup>3</sup> Benzol, s. B. 0,89 : 0,156 g

" " 3,2 l Konkensatz H<sub>2</sub>O : 0,020 g

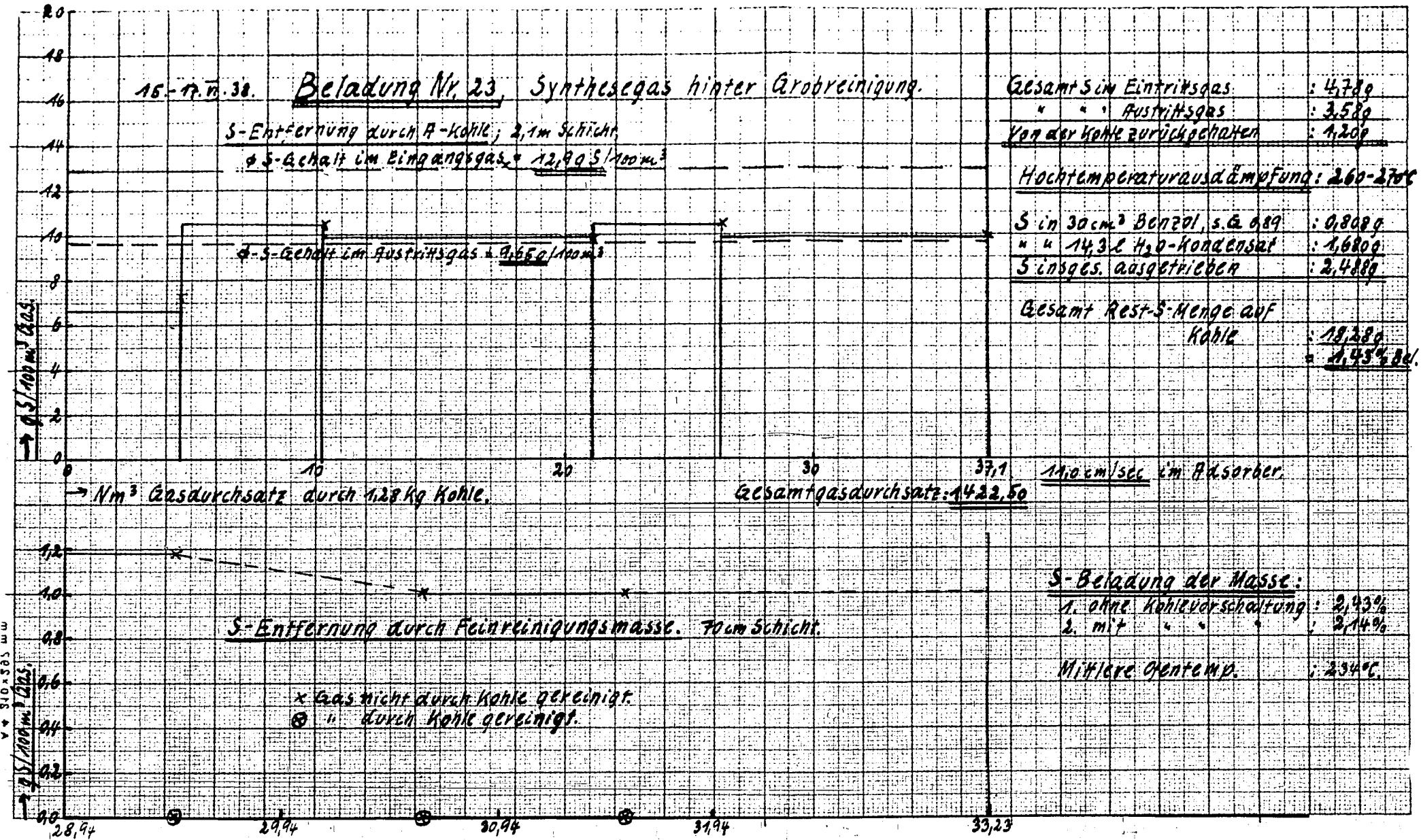
S insgesamt ausgetrieben : 0,176 g

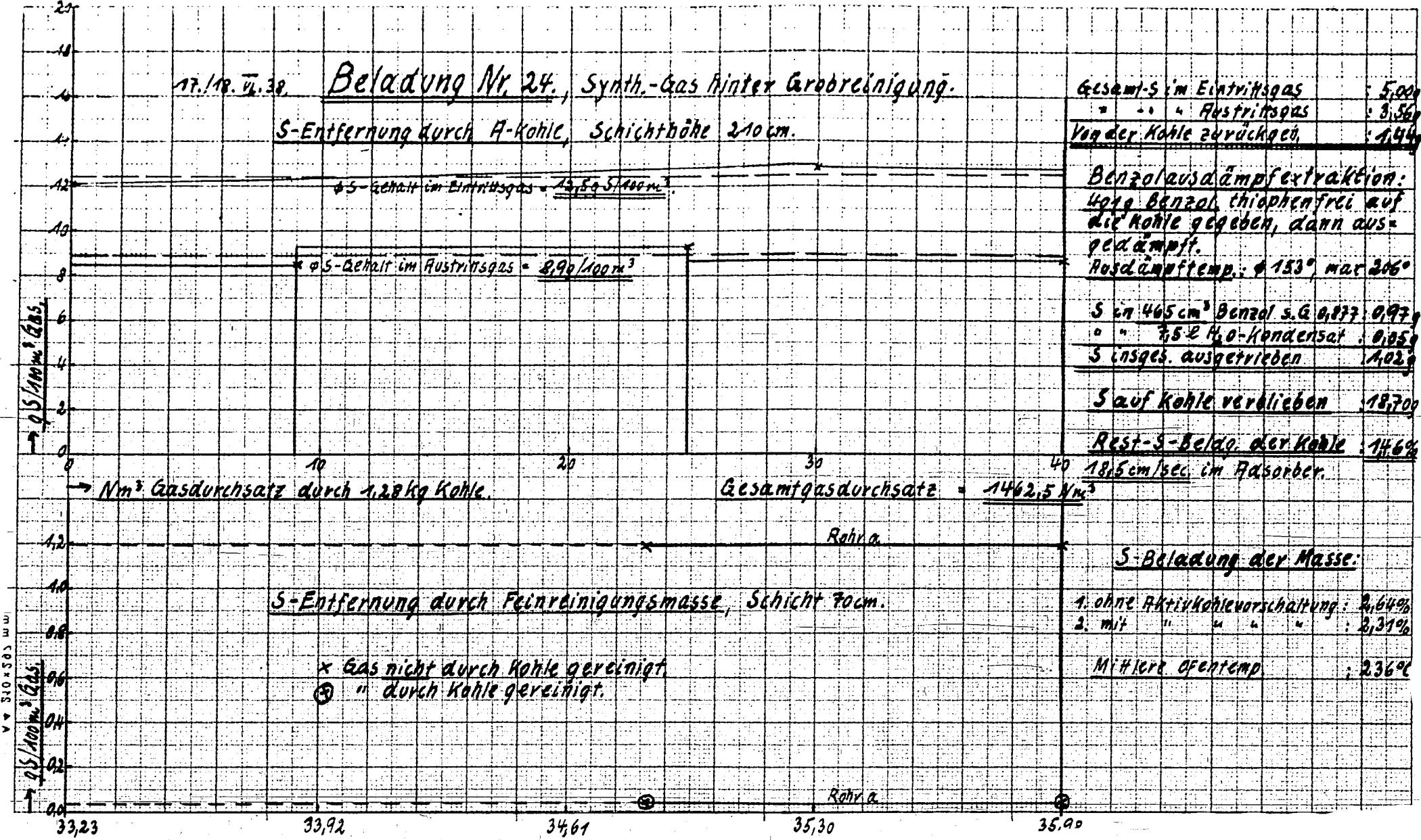
Gesamt Rest-S-Menge auf  
Kohle : 19,57 g  
= 1,53% BC

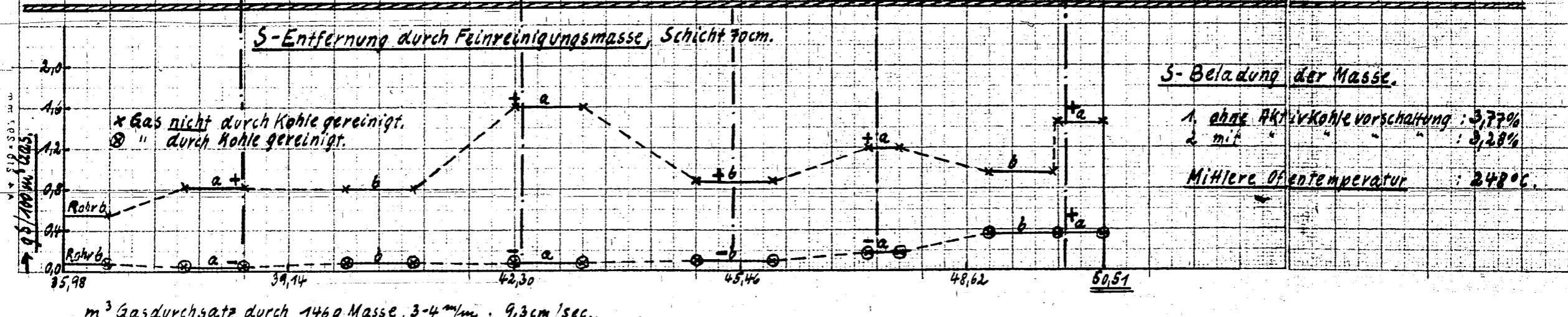
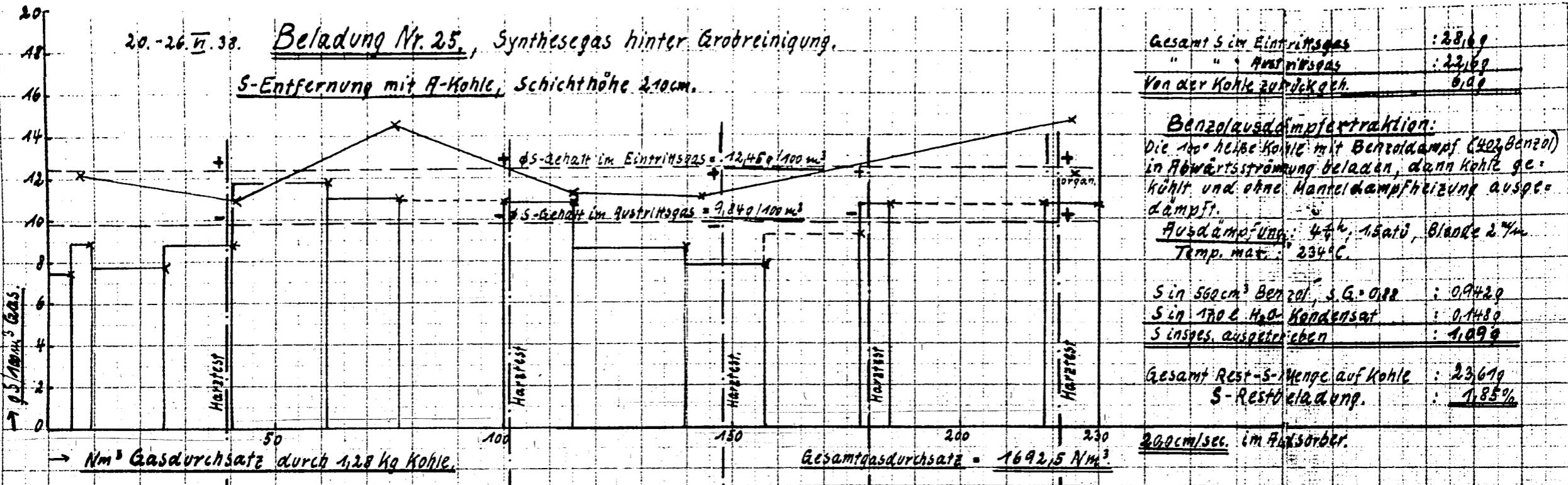
→ Nm<sup>3</sup> Gasdurchsatz durch 1,25 kg Kohle.

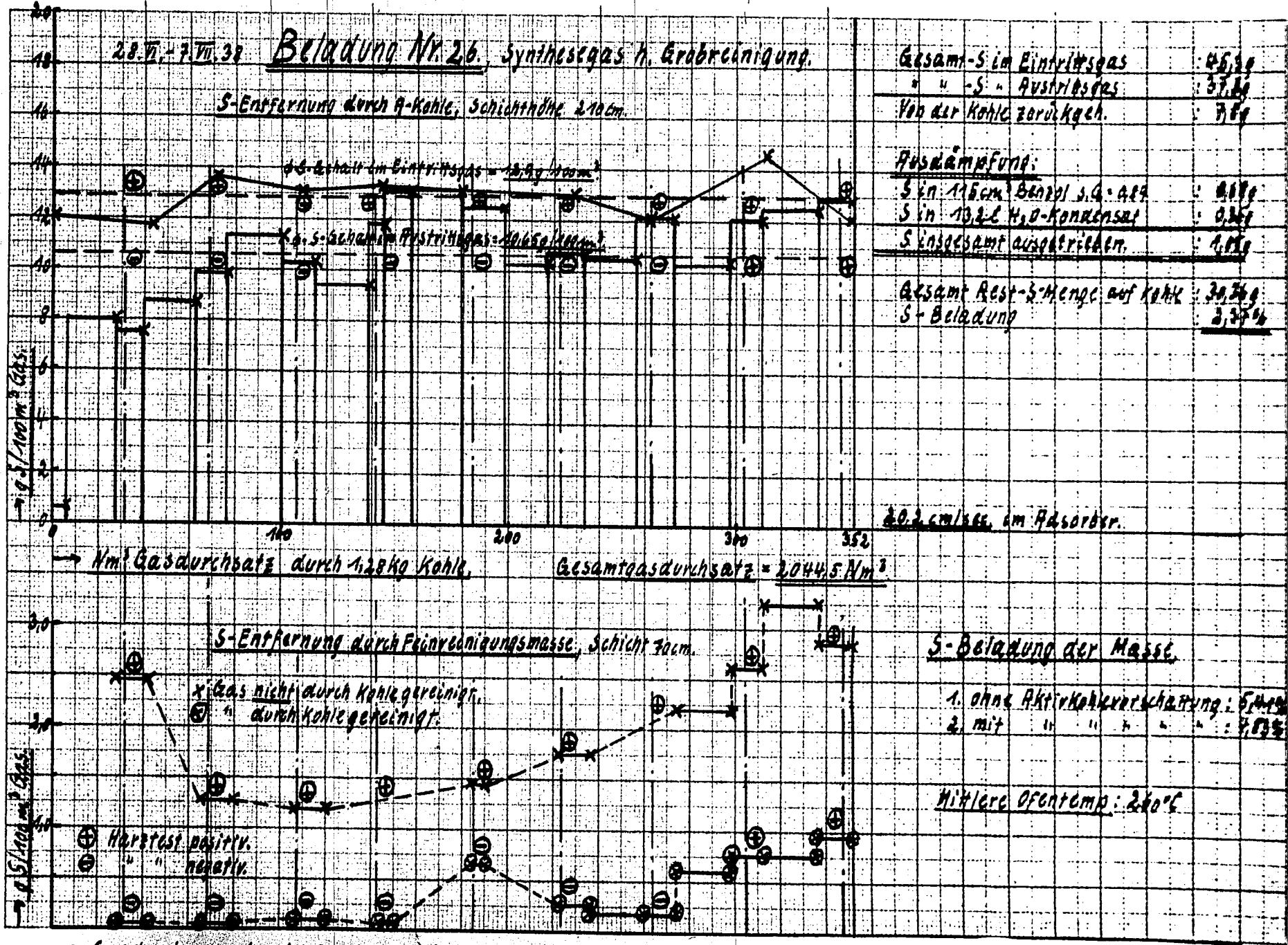
10      20      30      35,05  
Gesamtgasdurchsatz : 1385,4      20,2 cm<sup>3</sup>/sec. im Adsorber.

Feinreinigung nicht eingeschaltet.







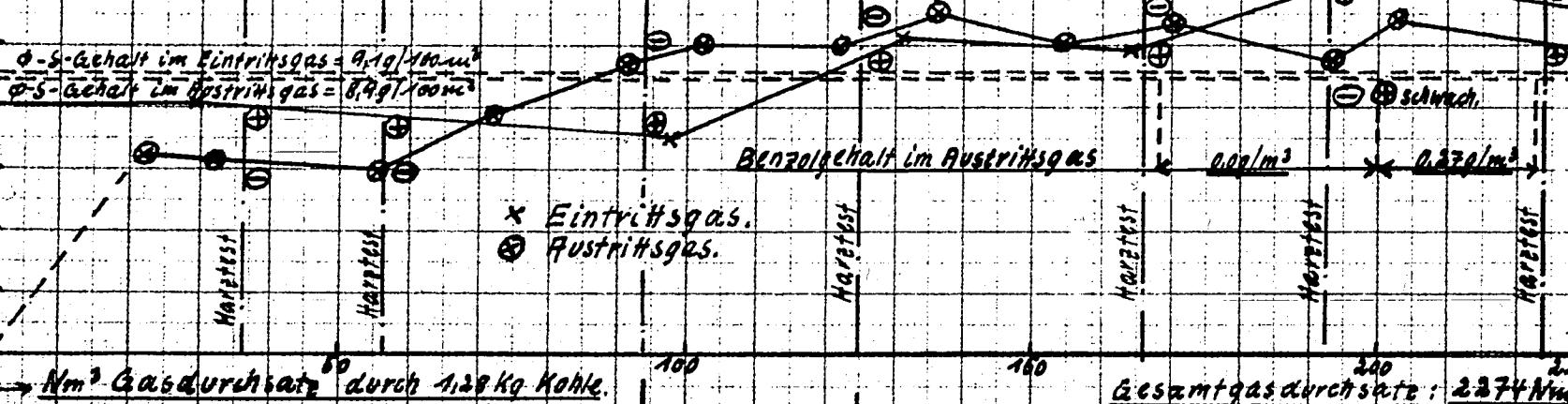


15.-22.VII.38.

### Beladung Nr. 27., Synthesegas hinter Grobreinigung

Benzolzusatz zu dem mit Aktivkohle gereinigten Gas:

S-Entfernung durch A-Kohle, Schichthöhe 2,1 m.



S-Entfernung durch Feinreinigungsmasse, 70cm Schicht.

Gas nicht durch Kohle gereinigt.  
Gas durch Kohle gereinigt.

Benzolzusatz zu dem mit Aktivkohle gereinigten Gas:

0,92 g Benzol/m<sup>3</sup>

→ m<sup>3</sup> Gasdurchsatz durch 1579 Masse, 3-4 mm; 9,3 cm/sec.

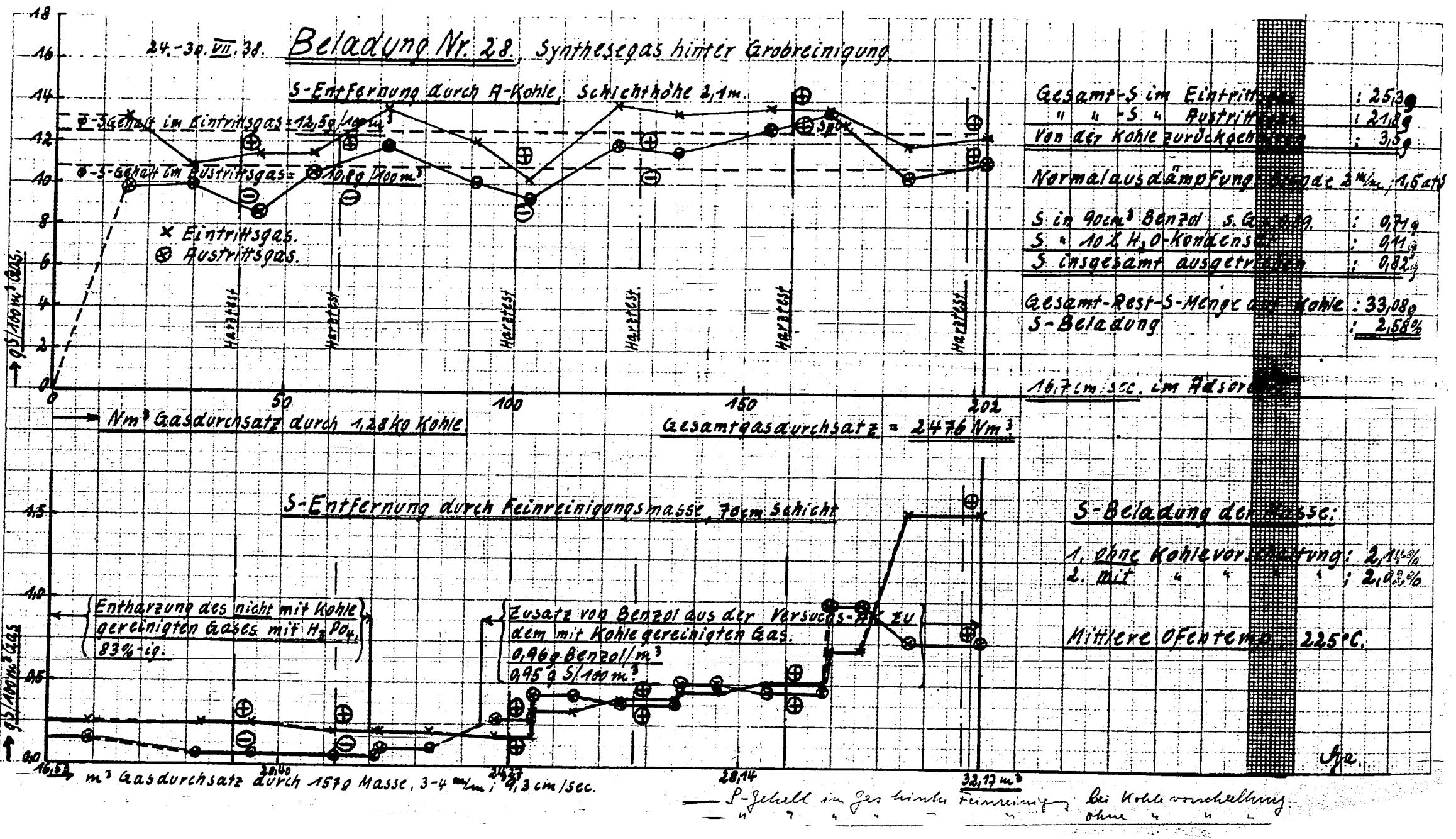
Gesamtgasdurchsatz: 2274 Nm<sup>3</sup>

S-Beladung der Masse

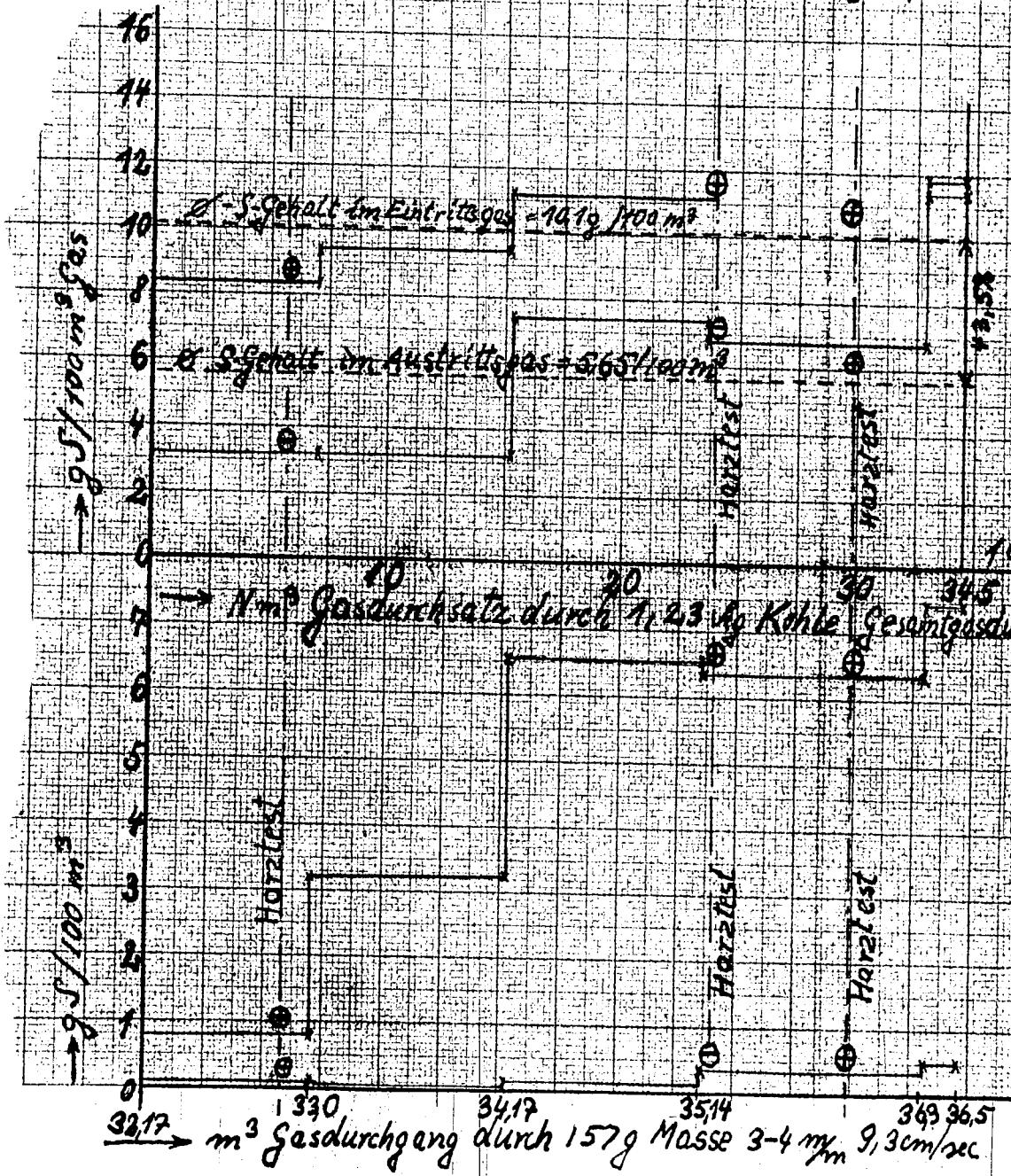
1. ohne Kohlevorschaltung: 0,94%
2. mit " " : 0,93%

Mittlere Temperatur: 224°C

S-fach im gas siedende Festeinsatz bei Kohle vorstellung über "



5.-7 August 38 Beladung 29 m Kohlengas



Gesamt-S am Eingang 3,49

" " " am Ausgang 1,93

Von der Kohle zurückgezogen 1,549

Normalausdehnung Blende

S in 3,05 am Beginn 0,487

S in 5,5 L A-D-Kamm 0,474

S in gesamt ausgetragen 0,474

Gesamt Rest-S-Mengenanteil 0,474  
S-Beladung 3,6%

S-Beladung der Masse

1) ohne Kohlenverteilung 3,49

2) mit Kohle 3,773

Mittlere S-gehaltstemperatur 3549

8-11. Augu 1932.

# Beladung No. 30 mit Koksoas

20 March 1948 9:59 5700 m

20-59672 - 100% Acetone, 100% 1,000 mg/ml

- Nach offizieller Meldung durch 1-3 Ergebnisse

卷之三

*Geococcyx californianus* 4253

*W. H. H. - 1900*

卷之三

*Son 207 am 5. Jan 1925  
in der Stadt und  
umgestimmt*

Grandes reservas de gas y petróleo en el Golfo de California

S-P-1000-1973

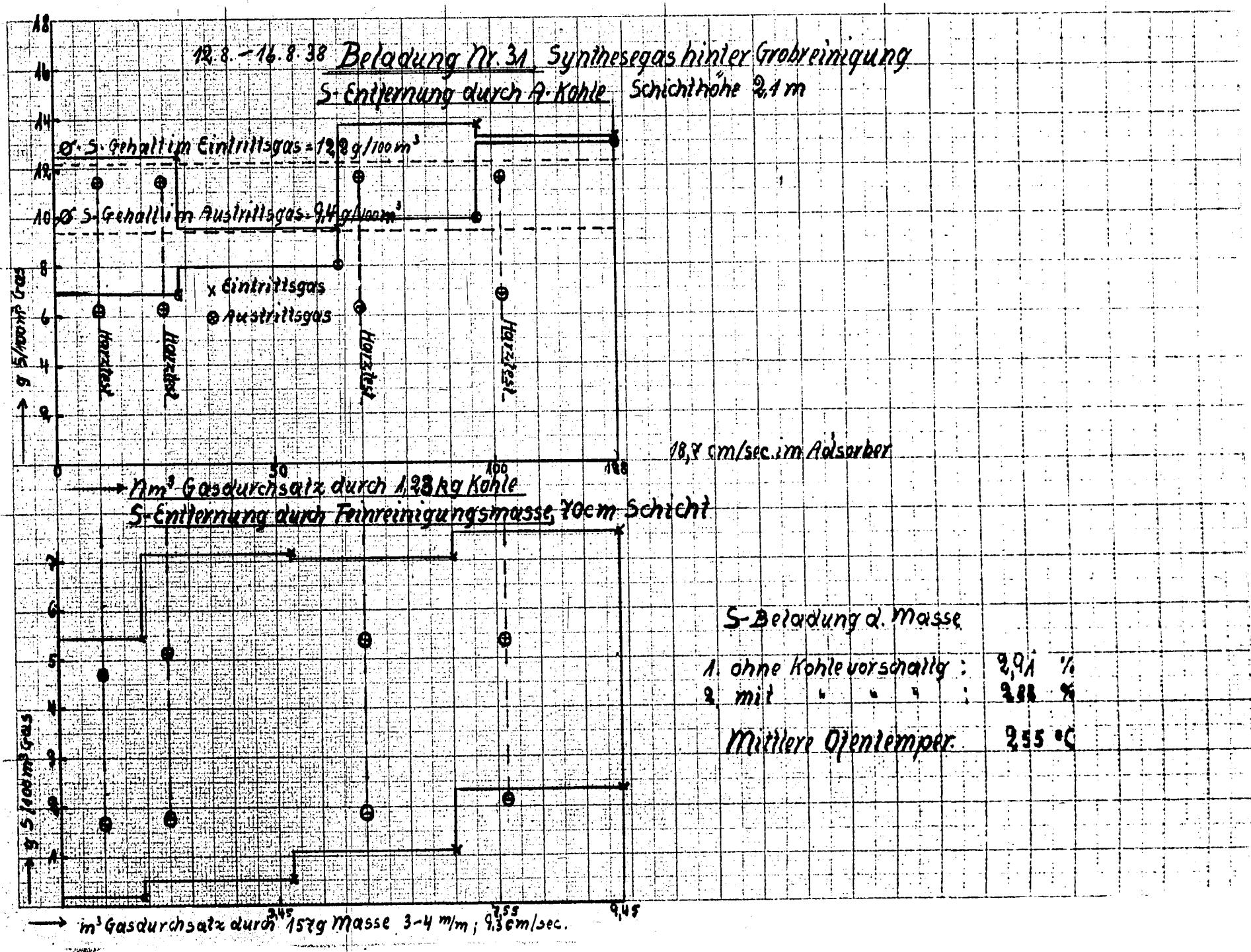
1938

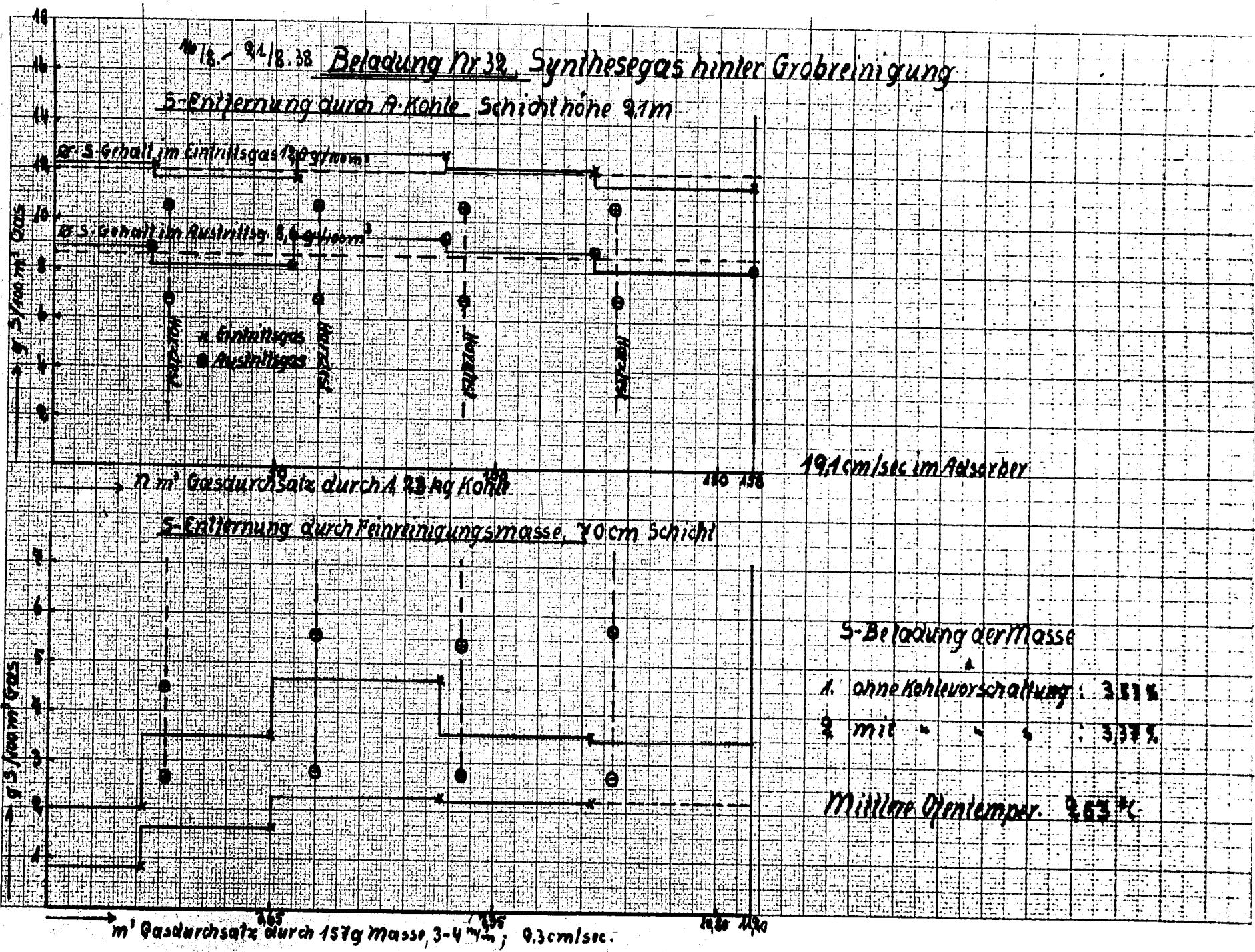
39-1745-25193

777-3517-0750-0000-266°C

<sup>365</sup> → m<sup>3</sup> Gashandschlag durch 152 g Masse 3-4 mm

413





# Grossanschreitung durch Feinreinigungsmasse mit und ohne Aktivkohle-Vorschaltung

Feinreinigungsmasse der Versuche 27 - 32, 37 - 39, 41 - 43 wurden  
Rohr a, aufgetaut und den S-Gehalt bestimmt.

ohne Kohlevorsch., Rohr a

mit       ohne

ohne       mit

Sammelkurve der Masse in cm

S. Bildung auf verschiedene  
Masse-Umrechnungskoeffizienten  
(Vergleich mit 100% = 0,9776%)

Ohne Kohlevorschaltung  
Rohr a      Rohr b      S-Gehalt  
100%      100%      100%      100%  
100%      100%      100%      100%

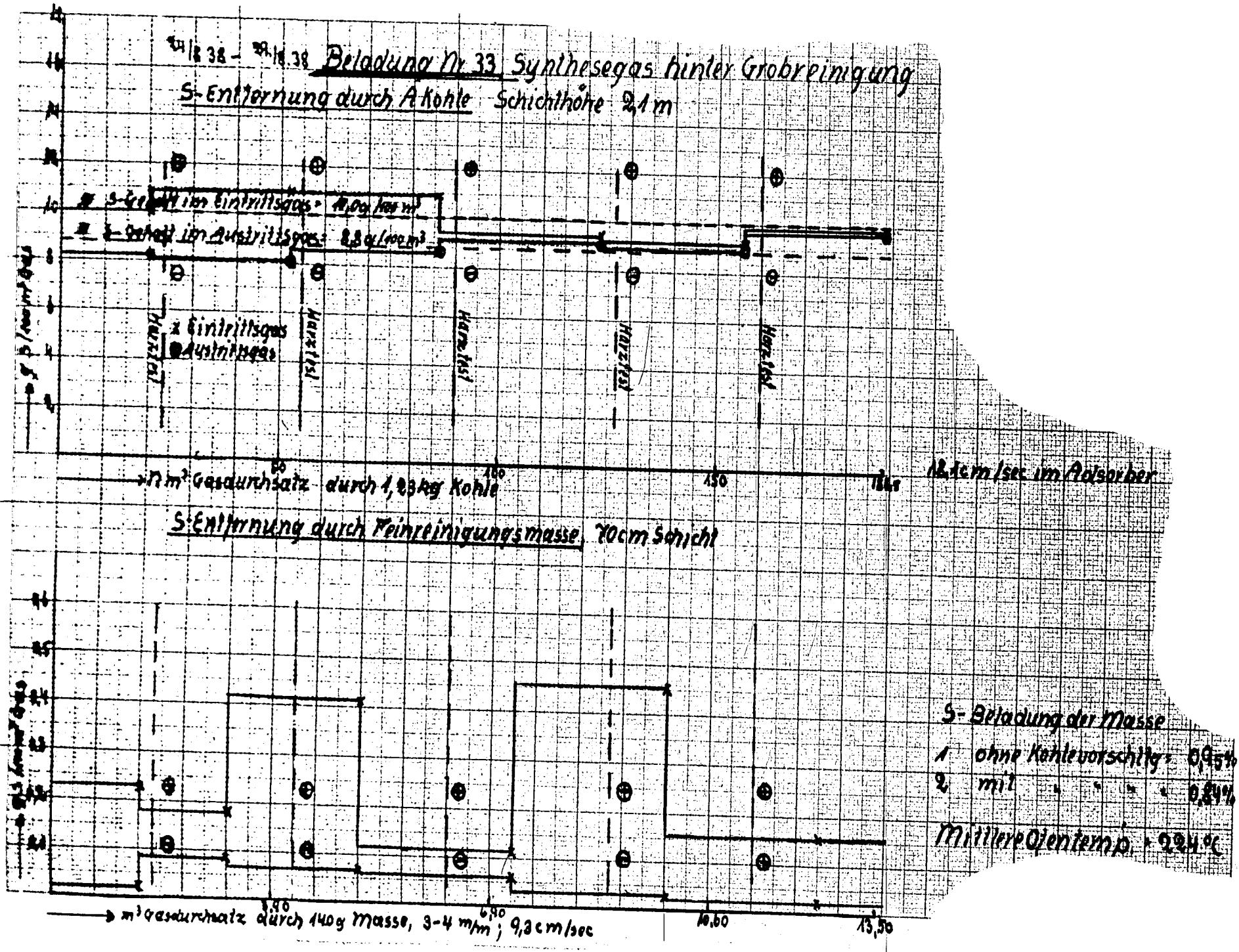
100%      Gleichheit a      100%  
100%      Gleichheit b      100%  
100%      Gleichheit c      100%

Berechnet aus S-Bildung im Gas 100% = 3,53%

100% Rohr a      Rohr b      S-Gehalt  
100%      100%      100%      100%  
100%      100%      100%      100%

100%      Gleichheit a      100%  
100%      Gleichheit b      100%  
100%      Gleichheit c      100%

Berechnet aus S-Bildung im Gas 100% = 3,53%



8.7.12 05:30

Befahrung Nr. 36, Stammesgas Linse Grubenförderung

Selbstfahrt durch A-Kolle Schichtkante 305m.

0-3000 m/min

- ① Gummireifen
- ② Reifensäge

→ M³ Gasdurchsatz durch 140g Kolle.

1000 m/min im Bereich 305m  
3000 m/min im Bereich 305m

↓ Einfahren durch Füllschichtkante.

Verzögerung der Gasdurchsatz durch  
die Schichtkante 305m

↓ Durchfahrt durch

↓ durch Füllschichtkante 305m  
↓ M³

↓ M³ Menge Steinkohle 21300

↓ ohne Kohlenförderung

↓ mit

↓ Kohle

↓ Kohle

↓ Kohle

↓ Kohle

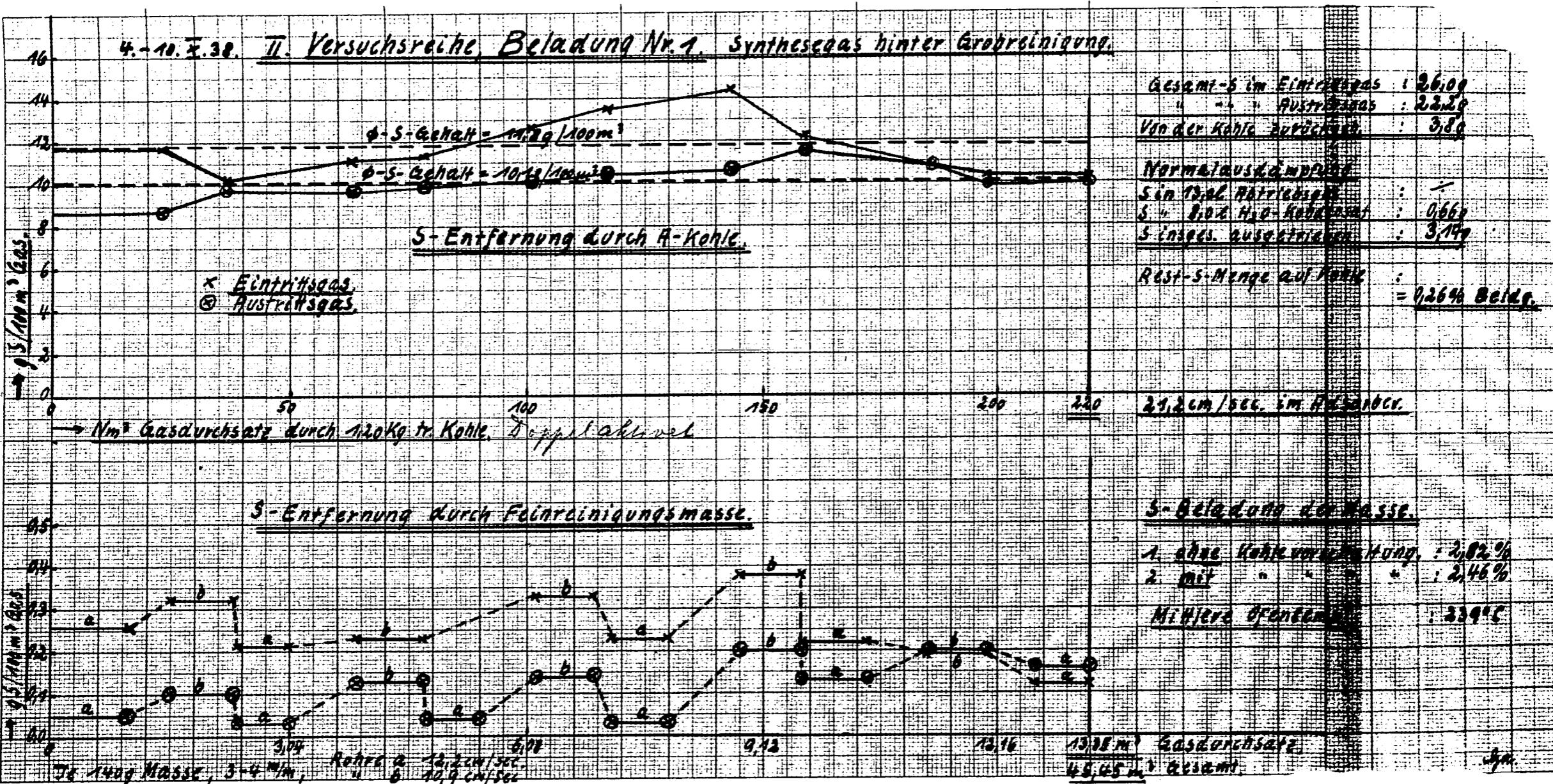
13,5

19,55

25,6

92,1 → m³ Gasdurchsatz durch 140g Hasse, 3-4 m/a.

4.-10.X.38. II. Versuchsreihe, Beladung Nr. 1. Synthesegas hinter Grobreinigung.



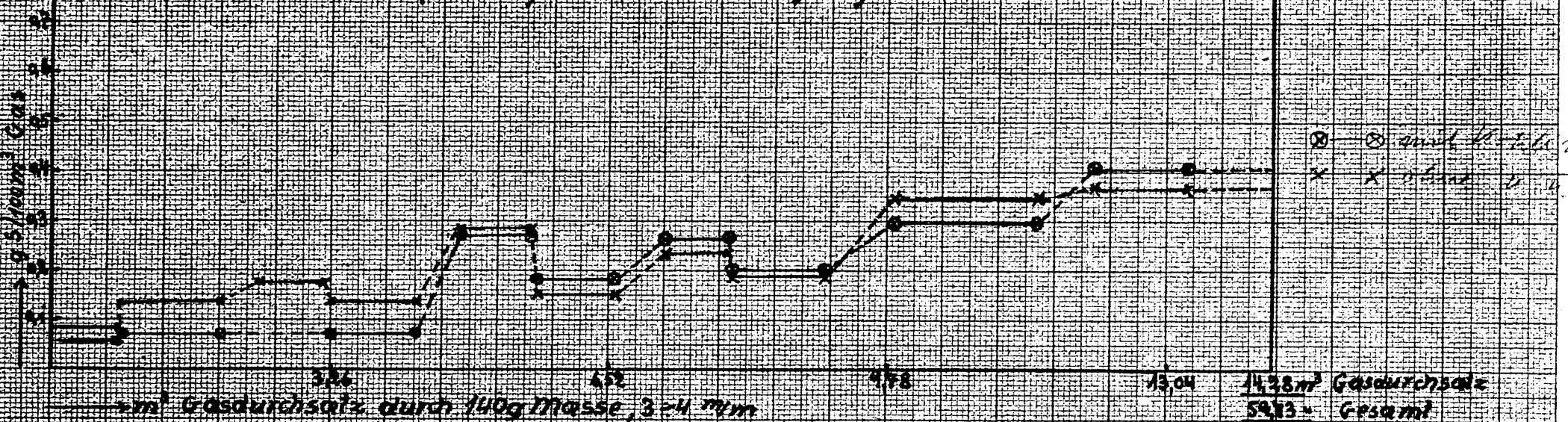
11.10.2010 - 12.10.2010 I Versuchsanlage Blockung 1012 Symmetrische Kinetik großes Pinguin

Wert Gasdurchsatz durch 1,20 kg Kohle (Doppelkohle) = 9,0 m<sup>3</sup>/min  
Gasgeschwindigkeit im Absorber = 19,5 cm/sec

#### Durchschnitts-S-Gehalt im Gas vor der Kühle

- nur bei der normalen Einschmelzung ca. 10 %

### S-Eliminierung durch Reinigungsmasse



$3.75$   $6.52$   
 $\text{mm}^3$  Gras durchsatz durch luftmasse,  $3-4 \text{ mm}$

Plants 10-12 cm tall, forming dense tufts. Stems slender, erect, branched near the top. Leaves linear, 10-12 mm long, 1-2 mm wide, acute, smooth, glaucous, with prominent midrib, becoming slightly pubescent at maturity. Inflorescence terminal, spike-like, 5-10 mm long, composed of numerous small flowers. Flowers yellow, 4-5 mm long, with four petals. Fruits (capsules) 3-4 mm long, containing numerous small seeds.

卷之三

卷之三

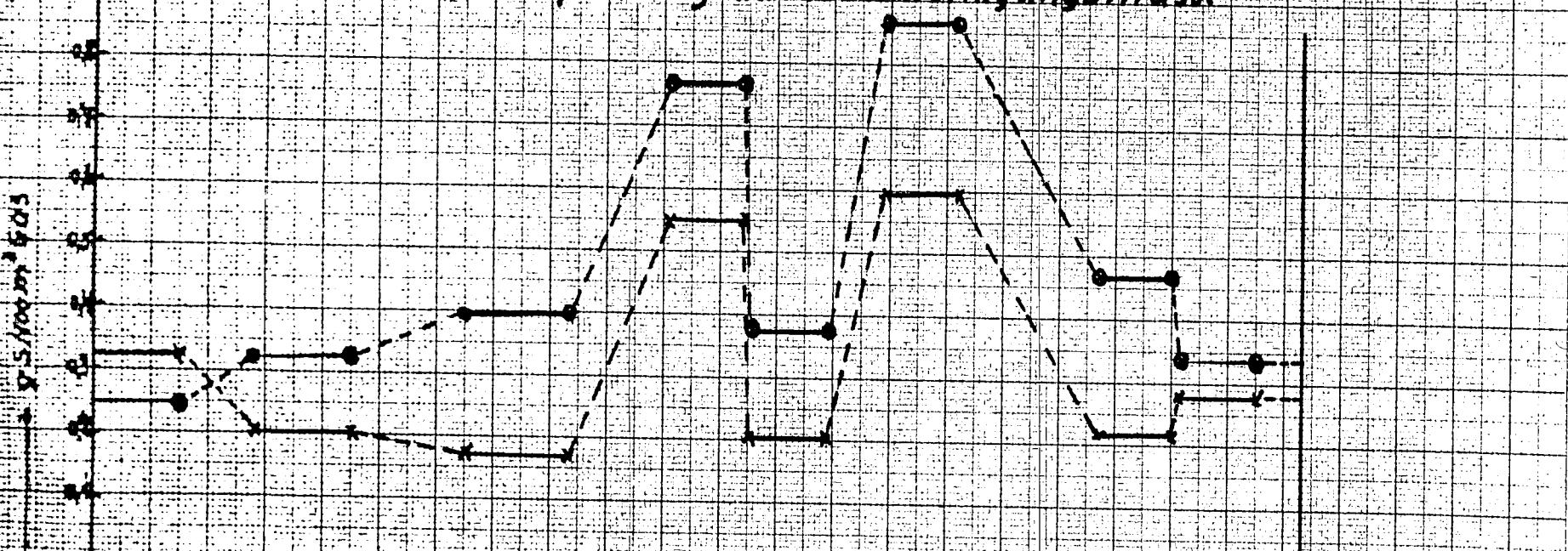
1192-3 (continued)

5913 - 6950703

5. Beladung der Masse: 1) ohne Kohlevorschaltung : 3.90% mit Openloop : 243 °C  
2) mit : - : 3.91%

20/10 - 27/10.38. II. Versuchsreihe, Beladung Nr. 3, Synthesegas hinter Grobreinigung

$\text{Nm}^3$  Gasdurchsatz durch 1,20 kg Kohle (Doppelplatte) =  $2,13 \text{ m}^3$   
 Geschwindigkeit im Adsorber =  $19,6 \text{ cm/sec}$   
 Durchschnitt S-Gehalt im Gas vor der Kohle " " nach " bei norm. Entzündung = ca.  $11,8 \text{ g/100m}^3$   
 S-Entfernung durch Feinreinigungsmasse =  $10,5 \text{ g/m}^3$



$3/16$   $639$   $948$   $1964$   $13,45 \text{ m}^3$  Gasdurchsatz  
 $\text{Gasdurchsatz durch 1kg Masse, 3-4 mm}$   $\text{Gesamt}$   
 Kohle  $\text{v} = 19,9 \text{ cm/sec.}$   
 $2,10,9$

S-Beladung der Masse:  
 1) ohne Kohlevorschaltung : 5,00%  
 2) mit : 4,40%  
 Mittlere Oxytentemperatur : 2,50°C

3.11. x 8.11. 38. II. Versuchsreihe Beladung Nr. 4, Synthesegas hinter Grobreinigung

$\text{Nm}^3$  Gasdurchsatz durch 1,20 kg Kohle (Zappertaktiv) =  $283,5 \text{ m}^3$  je  $187,4 \text{ l} \text{ min}^3$

Geschwindigkeit im Absorber

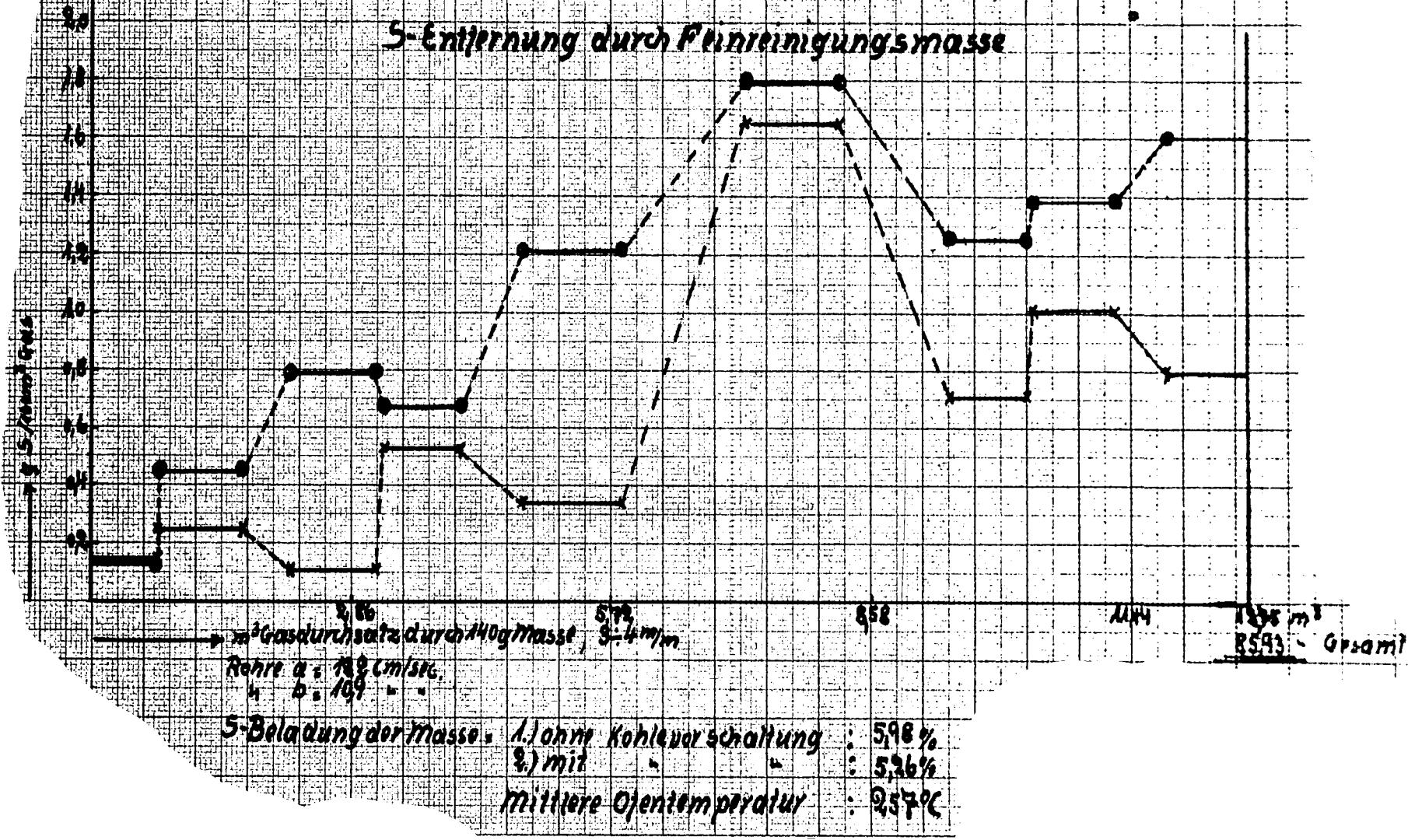
$652 \text{ cm/sec.}$

$20,8 \text{ cm/sec.}$

Durchschnitts S-Gehalt im Gas vor der Kohle " nach " bei norm. Entschwefelg = ca.  $11,5 \text{ g/m}^3$

= ca.  $10,5 \text{ g/m}^3$

S-Entfernung durch Feinreinigungsmasse



Gesamtstahlwirkungsverlust mit Flüssigkeitsmasse  
mit und ohne Kohlenstoffvorschaltung

Faktorielle Versuchsdurchführung: 20-30 cm Schichten aus den Rohren  
ausgetragen von 3 Schüttgutmaschinen (1000 kg/h)

→ ohne Kohlenstoffvorschaltung, Rohr a

5-Betriebs auf Ursprüngliche Masse  
umgezähneter Blindwert der Probedurch-  
messer 0,01465,

ohne Kohlenstoffvorschaltung

Rohr a. ausgestrichen 1000 kg/h

Masse 1000 kg/h

Gasstrom 1000 kg/h

Rohr b. ausgestrichen 1000 kg/h

Masse 1000 kg/h

Gasstrom 1000 kg/h

mit Kohlenstoffvorschaltung

Rohr a. ausgestrichen 1000 kg/h

Masse 1000 kg/h

Gasstrom 1000 kg/h

Rohr b. ausgestrichen 1000 kg/h

Masse 1000 kg/h

Gasstrom 1000 kg/h

Berechnet 0,01465

A n l a g e .

---

Betrifft: Gasentschwefelung/Rheinpreussen.  
 Zusammenstellung der Acetylen- und Sauerstoffbestimmungen  
 im Synthesegas vor und hinter der Aktivkohle.  
 (Auszug aus Berichten von Herrn Garbe).

1. Acetylenbestimmungen während der Beladungen 2, 4 und 8.

Datum	Bel.Nr.	Nm <sup>3</sup> Gasdurchsatz durch 1,28 kg Kohle.	Acetylengehalt Vol.%	
			vor	nach
28.2.-	!			
2.3.	2	2,5	0,02	0,021
4.-6.3.	4	1,6-3,6	0,047	0,052
16.-18.3.	8	0,0-36,8	0,0344	0,0338

O<sub>2</sub>-Feinbestimmungen während der Beladungen

1, 2 und 7.

Datum	Bel.Nr.	Nm <sup>3</sup> Gasdurch- satz durch 1,28 kg Kohle	Vol.% O <sub>2</sub>	
			vor	nach
22.-24.2.	1	32	0,0808	0,0796
28.2.-2.3.	2	6	0,1290	0,1430
	2	28,5	0,1320	0,1280
14.-16.3.	7	15,5	0,0958	0,0904

9.11.7. 14) M.38 II-Versuchsreihe, Beladung Nr. 5 Synthesegas unter Grobpräparation

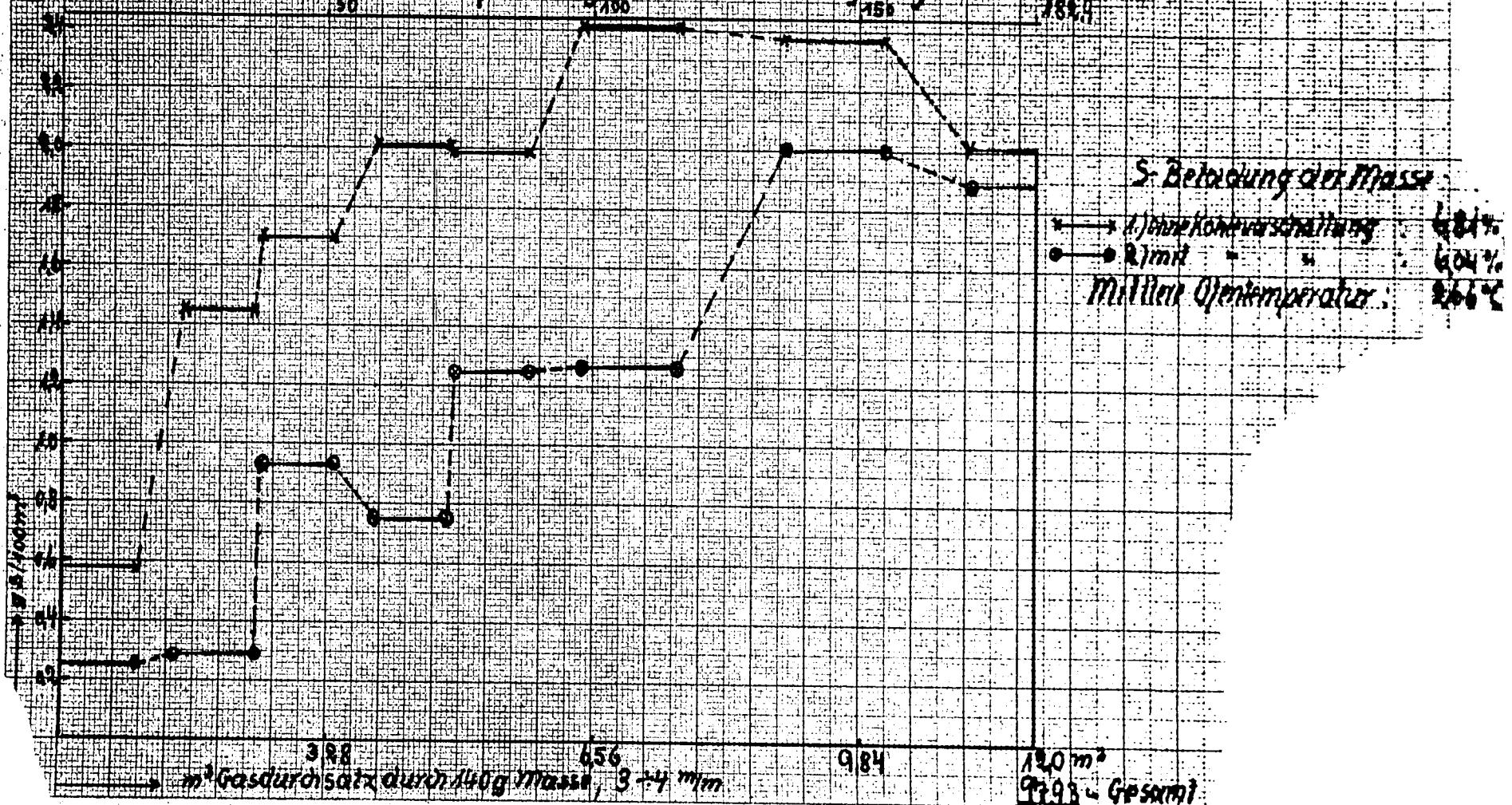
$m^3$  Gasdurchsatz durch 1,20 kg Kohle (Doppelaktivkohle) =  $182,9 \text{ m}^3$  Gesamt 10  
Geschwindigkeit im Adsorber =  $204 \text{ cm/sec}$

Durchschnittl. S-Gehalt im Gas vor der Kohle =  $11,5 \text{ g/100 m}^3$   
nach =  $0,0 \text{ g/100 m}^3$  d. norm. Entschwefelung =  $10,3 \text{ g/100 m}^3$

$m^3$  Gasdurchsatz durch

100g Aktivkohle

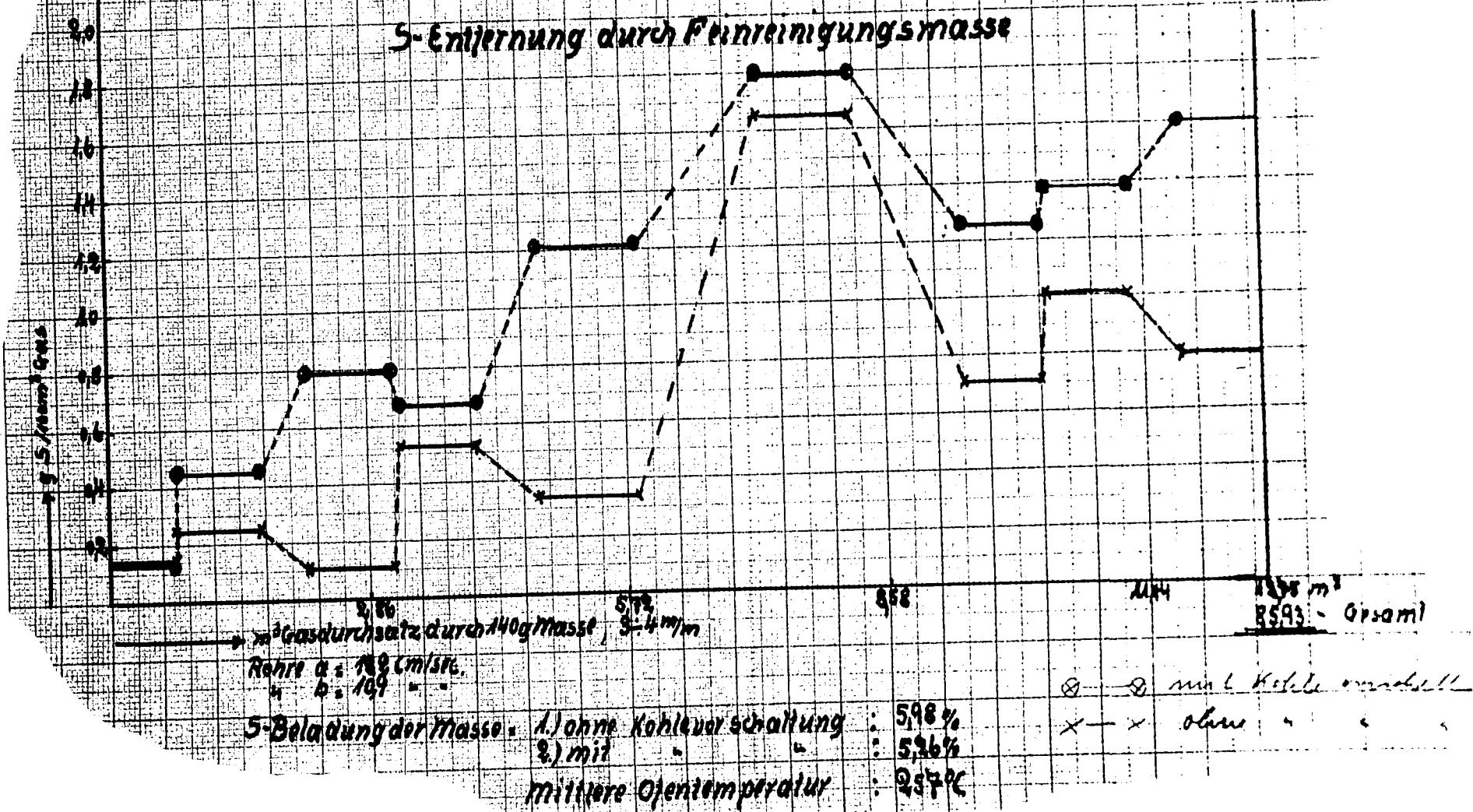
S-Entfernung durch Feinreinigungsmasse



3. 11. x 8593. II Versuchsreihe Beladung Nr. 4, Synthesegas hinter Grobreinigung

$\text{Nm}^3$  Gasdurchsatz durch 1,20 kg Kohle (Doppelaktivat) = 223,5  $\text{m}^3$   
 Geschwindigkeit im Adsorber = 208  $\text{cm/sec}$ .

Durchschnitt S-Gehalt im Gas vor der Kohle = ca. 11,5 g/ $\text{Nm}^3$   
 " " " " nach " bei norm. Entschwefelung = ca. 1,08 "





140 von 149 3.8.1 URSMEISTERliche Eröffnung Nr. 6. Sunthierseitlicher Graben mit

Am Gassanischen Berg 12080 Kohn (Doppelaktivität) = 143,84 m<sup>2</sup> 12,77  
Gesamtfläche 0,801 m<sup>2</sup> Auskunftsfläche = 0,09 m<sup>2</sup>

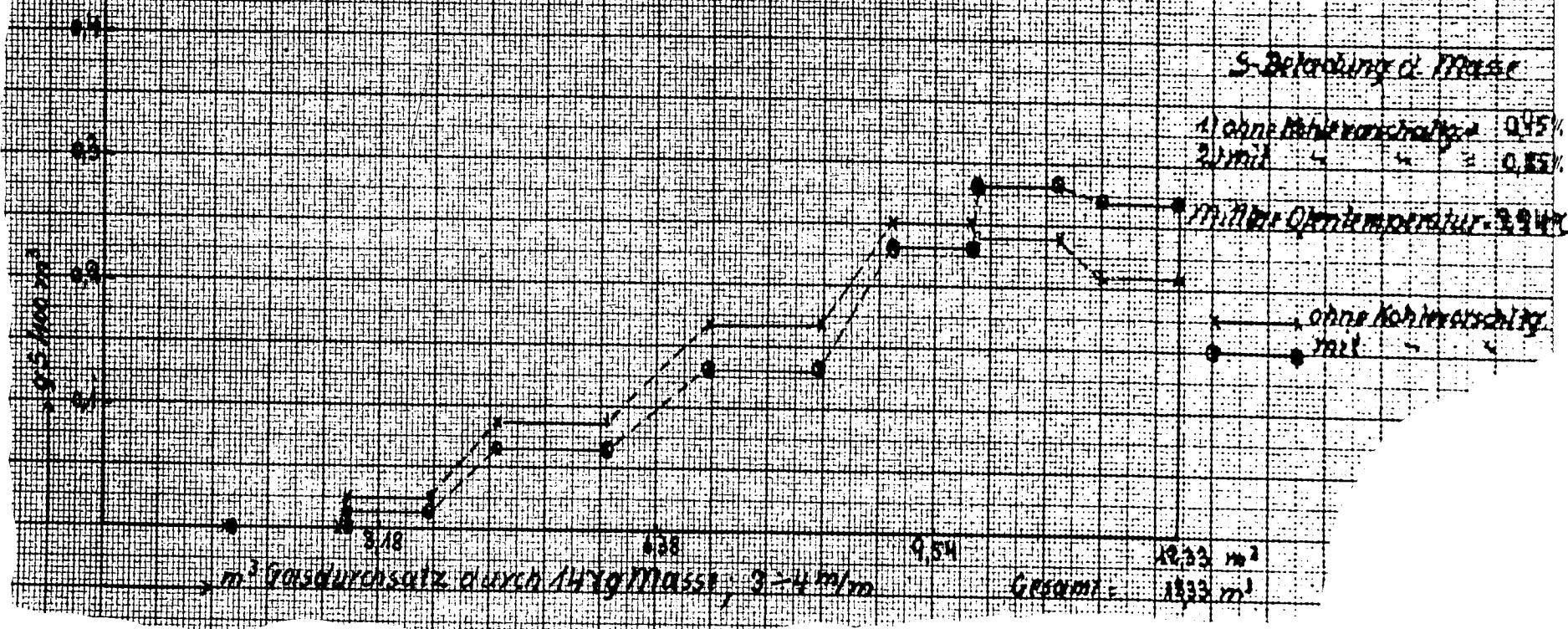
2015/09/28/18:16

Durchschnittliches S-Gehalt im Gas vor oder Kohle = 115 g/m³

卷之三

### **5. Erinnerung durch Spontanen und Enzyklopädie**

Der Gesamtgewicht durch 1,9 kg Doppelortikin



8/18 - 13/18 38. II. Versuchsreihe Beladung Nr 7, Synthesegas hinter Grobreinigung

$$\text{Nm}^3 \text{ Gasdurchsatz durch 130kg Kohle (Doppelaktivat.)} = 194,7 \text{ m}^3 \quad \underline{\text{Gesamtdurchsatz: } 1445,3 \text{ m}^3}$$

Geschwindigkeit im Adsorber 80 % (cm/sec)

Ausdämpfung 0.0 CMM: Hordensal

$$\text{Durchschnitts-S-Gehalt im Gas vor der Kohle} = \text{ca. } 9.2 \text{ g/m³}$$

... nach ... o. norm. Enzephalitis 83

### Entfernung durch Entzündungsprozesse

**RECHNUNG DURCH PFERDERRÖHRIGE KASSE**

ROCKWOOD CHURCH 13 AUG 1970

50 100 150 200

