

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

über die Erfahrungsaustauschsitzung im Hoberg am 6. Januar 1939.

---oo0oo---

Anwesend die Herren:	
Buse	
Grimme	
Kölbel	Rheinpreussen
Strüwe	
<hr/>	
Hochschwender	
Wagner	
Klein	
Müller-Lucanus	Schwarzheide
Steinbrecher	
Weingärtner	
Braune	
Heckmann	Raurol
Von Holt	
Ritter	
Comblés	Krupp-Benzin
Süssespeck	
Verres	
Ohme	Hoesch-Benzin
Drees	
Kowalski	Schaffgotsch-Benzin
Schwenke	
Löpman	Ch.W. Essener Steink.
Seyffert	Wintershall
Martin	
Alberts	
Biermann	
Feißt	Ruhrbenzin/Ruhrchemie
Gehrke	
Laube	
Schuff	

Alberts schlägt vor, zuerst einen Bericht über den Tankbrand in Holten entgegenzunehmen und danach in die üblichen Besprechungen einzutreten.

Biermann berichtet über den Tankbrand wie folgt: Der Tankinhalt bestand aus einem stark paraffinhaltigen Syntheseprodukt, dessen Siedebeginn zwischen 250 und 260°C liegt und von dem 29 % bis 300°C und 60 % bis 360°C überdestillieren. Der Flammpunkt ist mit 110°C ermittelt, der Stockpunkt mit 51°C. Der Tankinhalt wurde, wie üblich, zu einem kleinen Teil innerhalb einer

Glocke auf 40 - 50°C aufgeheizt und ungepumpt. Die gesamte Tankanlage wurde dauernd beaufsichtigt und war auch an Brandtage ordnungsgemäß gefahren worden. Über die Brand- bzw. Explosionsursache kann bis heute keine eindeutige Erklärung abgegeben werden. Mit der sofort eingesetzten Minimax-Schaumlöschanlage konnte deshalb nichts erreicht werden, weil die Schaumleitung außen am Tank bei der Explosion abgerissen und so eine Aufgabe von Schaum in den Tank nicht mehr möglich war. Bei der ungünstigen Windrichtung und Windstärke war es besonders wichtig, den in der nächsten Grube befindlichen Benzintank zu schützen. Über diese Sicherungs- und Löschmaßnahmen wird eingehend gesprochen. Es braucht nur erwähnt zu werden, daß durch Einsatz von genügend großen Schaummengen der Brand nach 27 Stunden gelöscht werden konnte.

Auf Anfrage wird mitgeteilt, daß die Ausrüstung des Tanks mit Sicherheitsventilen und deren Wirken den Normen entsprechen haben. Die Tankkonstruktion selbst war keine normale, da dieser Tank früher für andere Zwecke vorgesehen war. Er besaß eine Mittelsäule und 6 Deckenstützen. Einen Innenanstrich besaß der Tank nicht. Man hofft, nach Entleerung des Tanks und eingehender Untersuchung nähere Erklärungen geben zu können.

Schuff's Bericht, der im folgenden wörtlich wiedergegeben ist, wird entgegengenommen.

Der Anteil der Mischkontakte beträgt seit November 1938 bei Rheinpreussen, Rauxel, Ruhrbenzin u. Krupp 100 % einschließlich der reinen Magnesiumkontakte und bei Brabag-Schwarzheide etwa 50 %.

Die zur Entleerung und Säuberung angewandeten Mittel geben bei mechanisch in Ordnung befindlichen Öfen heute die Gewähr, daß sich die Aktivität der Kontakte weitgehend auswirken kann.

In den letzten 3 Monaten enthält die normale Mischkontaktproduktion nur noch 5 % ThO<sub>2</sub> neben 8 % MgO bezogen auf Kobalt. Diese Kontaktart hat sich bewährt.

Gleichzeitig sind die Betriebsversuche mit Mischkontakten, die nur 2,5 % ThO<sub>2</sub> enthalten, mit reinen Mg-Kontakten und sogen. Eiriekorn fortgesetzt worden. Die Erfahrungen mit diesen Kontakten sollen kurz dargestellt werden.

Wie schon mehrfach bei Austauschitzungen von der RCH erwähnt wurde, wirkt sich nach Laborversuchen ein Zusatz von etwa 2,5 % ThO<sub>2</sub> günstig aus.

Rauxel teilte auf der letzten Sitzung mit, daß diese Kontakte gut sind und sich hinsichtlich ihrer Fahrweise zwischen den Mischkontakt mit 5 % ThO<sub>2</sub> und den reinen Mg-Kontakt einordnen. Weitere 2 Kontakte dieser Art, die im November in Stufe II eingesetzt wurden, haben kein Sonderverhalten gezeigt.

Rheinpreussen hat von den 4 im September gelieferten Kontakten 3 nach der Laborprüfung als gut bezeichnet. Von einer Bewertung im Betrieb wurde damals Abstand genommen, da die Öfen erst kurze Zeit vorher in Stufe I umgeschaltet worden waren. Mittlerweile hat sich gezeigt, dass diese Kontakte vergleichsweise mit den MT5-Kontakten unter gleichen Bedingungen zur Erreichung einer bestimmten Kontraktion nicht so hoch belastet werden durften, d.h. nicht die gleiche Ofenleistung gaben. In gleicher Weise wie in Rauxel hat man erkannt, dass aber bei passender Temperaturführung der entsprechende Erfolg erreicht wird. Weitere derartige Kontakte wurden bisher nicht mehr bezogen.

Schwarzheide hat nur im November 4 derartige Kontakte bezogen und davon 3 in Stufe II eingesetzt. Der in Stufe I laufende Kontakt ist in Ordnung.

Krupp hat 4 solche Kontakte in Betrieb, legt aber ebenso wie Rauxel keinen Wert auf ausschließliche Belieferung damit, da Interesse besteht, auch den M auszuprobieren.

Ruhrbenzin hat 3 derartige Kontakte in Betrieb, die keine bessere Qualität aufweisen als die mit 5 % ThO<sub>2</sub>.

Die reinen Mg-Kontakte haben sich in Rauxel bewährt. Im November wurden 4, im Dezember 6 Öfen damit gefüllt.

Rheinpreussen hat einen, Ruhrbenzin 3 Mg-Kontakte, die als gut zu bezeichnen sind. Gleich gute Erfahrungen hat Krupp gemacht, wo im Dezember wiederum 6 derartige Kontakte eingefüllt wurden.

Schwarzheide hat bisher keine Mg-Kontakte bezogen.

Eirichkorn ist bei Ruhrbenzin und Rheinpreussen in Betrieb und zwar Korngröße von 0,8 - 1,5 mm sowie 1,5 - 3 mm. Die zunächst noch hohe CO-Dichte bewirkt, dass pro Ofen 1200 - 1300 kg CO eingesetzt werden. Die Reduktionswerte liegen um 60 %. Die grössere Korndichte scheint sich dahin auszuwirken, daß diese Kontakte trüger anspringen und erst bei höheren Temperaturen zur vollen Reaktion kommen. So ergeben sich oberhalb 190° bei Belastungen von 1200 - 1400 m<sup>3</sup>/h Kontraktionen von 63 - 65 %.

Die Fahrweise ist heute bei Rheinpreussen und Ruhrbenzin so, dass die Neukontakte zunächst in Stufe II laufen und nach 20 - 30 Tagen in Stufe I umgeschaltet werden. Die hohe Anfangsaktivität der Mischkontakte soll gegenüber dem an Aktiven ärmeren Gas der Stufe II möglichst ausgenutzt werden. Ob hierin ein besonderer Vorteil liegt, muss die Betriebserfahrung ergeben. In diesem Zusammenhang sind Ergebnisse von Schwarzheide an 6 Blöcken mit MT5 von Interesse, die zwischen 1000 und 2300 h Laufzeit in Stufe II in Betrieb waren und dann in Stufe I umgeschaltet wurden. Bei Gesamtlaufzeiten von 2200, 3000 und 3900 h ergab sich eine Kontraktion um 60 % bei Belastungen von 1200, 1000 und 800 m<sup>3</sup>/h. 5 Blöcke davon hatten in dieser ganzen Zeit keine Behandlung mit H<sub>2</sub> durchgemacht. 2 T-Kontakte, die unter gleichen Bedingungen mitliefen, haben bei niedrigeren Belastungen diese Kontraktion nicht erreicht.

Bei einem Vergleich von T und MT, der aus den Ergebnissen des Werkes Schwarzheide herausgezogen ist, muß vorausgeschickt werden, dass Aussagen über das Verhalten beider Kontaktarten heute einen ganz anderen Wert haben, nachdem ihre phys. Beschaffenheit gleich gut ist, im Hinblick auf die Füllung der Öfen.

1.) Allgemein ist das Kontraktionsbild bei MT ein besseres oberhalb 1000 h bis zu 1900 h Laufzeit. Besonders auffallend findet man das bei Blöcken ohne Zwischenbelobung in Schwarzheide II, wo beide Kontaktarten sowohl getrennt als nebeneinander laufen.

2.) Der H<sub>2</sub>-Bedarf für die Zwischenbelobung ist nach den Monatsmittelwerten von etwa 4000 in den Monaten Juni

bis September angestiegen auf 4500 im Oktober und 7500 m<sup>3</sup> pro Hydrierung im November, während er bei allen übrigen Werken eine mehr oder weniger fallende Tendenz aufweist. So hat Raunel seit Juni den Verbrauch von 11000 auf 7000 Rheinpreussen von 4500 auf 3000 und Ruhrbenzin von 2500 auf 1900 m<sup>3</sup>/Hydrierung reduziert.

Bei Schwarzheide besteht zunächst ein Widerspruch darin, dass mit steigendem Anteil der MT an der Produktion der H<sub>2</sub>-Bedarf grösser ist. Man kann nun feststellen, dass zwar 60 % aller in Stufe I in Betrieb befindlichen Öfen Zwischenbelegungen durchgemacht haben, von den MT aber nur 35 %, von den T dagegen 80 %. Unterteilt nach den beiden Anlagen sind von allen in Stufe I befindlichen Öfen in der nur mit 30 % MT besetzten Anlage Schwarzheide I 75 %, in der mit 70 % MT besetzten Anlage Schwarzheide II dagegen nur 30 % mit H<sub>2</sub> behandelt wurden.

Um Kontraktion und Ausbeute bei gleichen Laufzeiten zu halten, müssen T intensiv und wesentlich häufiger hydriert werden als MT, wodurch ein höherer H<sub>2</sub>-Verbrauch bedingt ist.

3.) In Verbindung mit dem besseren Kontraktionsbild bedeutet das nicht nur eine Ersparnis an H<sub>2</sub> sondern auch einen Gewinn an Lebensdauer gegenüber den T-Kontakten.

4.) Die Frage, ob bessere Ausbeuten und Ofenleistungen mit den MT erzielt werden, kann heute nicht ganz klar beantwortet werden. Es hat den Anschein, als ob das stark mit MT besetzte Schwarzheide II in dieser Hinsicht günstiger liegt. Es wird daher sehr aufschlussreich sein, wie sich die Werte verschieben, nachdem jetzt mehr MT in Schwarzheide I eingesetzt werden und so allmählich gleiche Anteile in beiden Anlagen laufen sollen. Man will auf diese Weise gleichzeitig sehen, ob sich auch die etwas verschiedene Gasqualität von Schwarzheide I und II dabei auswirkt.

Es ist nicht ohne Interesse, auch das Entleerungsproblem wieder zu streifen. Für T besteht heute kein Zweifel, dass man nur nach Extraktion mit Sicherheit entleeren kann. MT wird von Raunel (Dämpfeextraktion) und Ruhrbenzin (Flüssigextraktion) ebenso vorbehandelt. Die zurückgelieferten Kontakte enthalten weniger als 5 % Paraffin.

Immerhin treten bei Rauxel in den beiden letzten Monaten bei der Hälfte der Kontakte auch Werte von 10 - 20 ‰ auf.

Rheinpreussen hat bisher die MT mit  $H_2$  bei  $220^\circ$  behandelt und mit wenig Ausnahmen mit Erfolg entleert. Die ausgebauten Kontakte enthielten 10 - 20 ‰, manchmal auch mehr Paraffin. Neuerdings verwendet man mit Erfolg die Düsenextraktion und hat in Dezember alle Kontakte mit Paraffingehalten von 2 - 3 ‰ zurückgeschickt.

Schwarzhofe hat in den Monaten August, September und Oktober mit wenig Ausnahmen MT mit weniger als 5 ‰ Paraffingehalt zurückgeliefert. Alle diese Kontakte waren bis zu 3000-h und mehr in Betrieb und ihre Schlussbedingungen in der Synthese entsprachen denen der sogenannten Spaltmethode, die vor längerer Zeit mit stark wechselndem Erfolg bei T verwendet worden war, nämlich hohe Temperatur bis zu  $205^\circ$  und geringe Belastung bis zu  $500 \text{ m}^3/\text{h}$  herab. Im November traten plötzlich höhere Paraffingehalte bis zu 40 ‰ bei MT auf und über den ganzen Monat gesehen haben nur noch 20 ‰ der Kontakte weniger als 10 ‰ und je 40 ‰ haben 10 - 20 ‰ bzw. um 40 ‰ Paraffin. Man hat in Schwarzhofe die Vermutung geäußert, daß durch die programmäßige Herabsetzung der Laufzeiten von T und MT nun letztere bei dem tieferen Temperaturniveau doch mehr Paraffin speichern, als bisher für MT angenommen wurde. Durch die damit automatisch eintretenden Entleerungsschwierigkeiten wurden nun solche Kontakte ebenfalls durch Düsenextraktion vorbehandelt. Dementsprechend liegen die Paraffingehalte vom 8. bis 24.12. wieder niedrig bei 1 - 12 ‰. Erst in den letzten Tagen treten wieder höhere Paraffingehalte um 25 ‰ auf.

Kontakte bis zu 15 ‰ Paraffingehalt können nach ihrer Inaktivierung durch eine Dampf-Wasserbehandlung direkt zur Auflösung in der Katorfabrik gebracht werden. Ein bei der Ruhrbenzin durchgeführter Versuch, einen Kontakt im Ofen durch Dampfbehandlung zu inaktivieren, ist mißlungen. Mit Dampf-Luft-Gemischen wurde noch nicht gearbeitet.

Wagner regt an, die Berichte von Schuff den einzelnen Werken vor der Sitzung zugänglich zu machen, damit eine Abstimmung mit den von den einzelnen Lizenznehmern vertretenen Ansichten erfolgen kann.

Alberts möchte diese Abstimmung in einer Aussprache während der Erfahrungsaustauschsitzung vorgenommen haben, da diese Aussprache der Allgemeinheit ein umfassenderes Bild der Probleme vermittelt.

Müller-Lucanus nimmt zu den Bericht wie folgt Stellung:  
Eine Erhöhung der spezifischen Ausbeute durch Verwendung von Mischkontakt konnte bisher nicht festgestellt werden. Wohl ist die Laufzeit der Mischkontakte länger, aber sie sind in der Belastung empfindlicher und müssen vorsichtig angefahren werden. Sie können auch nicht so hoch belastet werden, vor allem anfangs nicht, da sonst zu leicht Kohlenstoffabscheidung eintritt. Ein Vorteil der Mischkontakte ist die geringe Zahl von Zwischenbelegungen im Vergleich zu den Thoriumkontakten. So ergibt z.B. ein Mischkontakt nach 2300 Betriebsstunden ohne Zwischenbelegung noch über 60 % Kontraktion. Leider wurde in diesem Falle die Ausbeute des Ofens nicht durch die Versuchs-AGA festgestellt.

Wagner möchte aufgrund der bis heute in Schwarzheide vorliegenden Zahlen keine Entscheidung über die Frage "Mischkontakt oder reiner Thoriumkontakt" fällen.

Schuff möchte auch durch seinen Bericht diese Frage nicht geklärt wissen, zumal er es vermieden hat, auf die Ofenleistung beider Kontaktarten einzugehen.

Alberts bittet um einen Vergleich der reinen Thoriumkontakte der früheren Produktion der Ruhrchemie mit denen der heutigen Produktion in Schwarzheide.

Wagner bezeichnet die Schwarzheide-Kontakte als mindestens so gut wie die guten Ruhrchemie-Kontakte, doch ist ein abschließendes Urteil noch nicht möglich, da die Anlagen Schwarzheide I und II mit verschiedenen Mischungsverhältnissen an Misch- und Thoriumkontakten laufen, dabei aber auch verschiedene Reinheitsgrade des Synthesegases aufweisen. Zuerst soll nun das Verhältnis der Mischkontakte zu reinen Thoriumkontakten in beiden Anlagen gleichgestellt werden, dann kann erst der Einfluß der Gasreinheit erkannt und seine Wirkung auf die bisherigen Ergebnisse festgelegt werden.

Für die Mischkontakte wirkt sich die in Schwarzheide all-

allgemein auf rd. 2000 Betriebsstunden festgesetzte Laufzeit ungünstig aus, da bei der Außerbetriebnahme dieser Kontakte die Kontraktion höher liegt als die der reinen Thoriumkontakte.

Für Rheinpreussen kann Grimme keinen einwandfreien Vergleich der Mischkontakte mit den Thoriumkontakten durchführen, da hier die Änderung der Gasqualität von grossem Einfluß auf die Aktivität und Lebensdauer war. Da die Gasqualitätsänderung mit der Umstellung der Anlage auf 100 % Mischkontakt einigermaßen zusammenfällt, ist also hier keine Bewertung möglich. Eindeutig steht bei Rheinpreussen fest, dass die Gasolbildung beim Mischkontakt nicht größer ist als bei reinem Thoriumkontakt. Daher und aus den bisher ermittelten Zahlen ist auch keine grössere Methanbildung anzunehmen.

Eingehend wird die Frage behandelt, ob die Methan- und Gasolbildung in allen Fällen miteinander gekuppelt sein muß. Eine eindeutige Erklärung hierzu ist aber aufgrund der bisher durchgeführten Versuche und der Betriebserkenntnisse nicht möglich.

4 Mischkontakte mit 2,5 % Thorium, die im November 1938 an Rheinpreussen geliefert wurden, haben anfänglich in ihrer Wirksamkeit enttäuscht. Als die Temperatur rascher gesteigert wurde, erfolgte eine Angleichung der Aktivität. Nach einer Laufzeit von 3 1/2 Monaten können diese Kontakte als verhältnismäßig gut bezeichnet werden. Aufgrund dieser Befunde wünscht Rheinpreussen - nur zur Erprobung der besseren Fahrweise - einige Mischkontakte mit 2,5 % Thorium, nicht aber die gesamte monatliche Liefermenge, zu erhalten.

Rauzel ist mit der Aktivität der gelieferten Mischkontakte zufrieden, dagegen versagten 4 reine Magnesiumkontakte. Alberts weist darauf hin, daß von Seiten der Ruhrchemie reine Magnesiumkontakte nicht empfohlen wurden, da im Kleinversuch erkannt war, dass reine Magnesiumkontakte leichter dem Einfluß irgendwelcher Schädigungen, sei es bei der Herstellung oder im Betrieb, unterliegen. Es wurde daher von Seiten der Ruhrchemie ein Zusatz von 2 - 2 1/2 % Thorium als erhöhte Sicherheit beibehalten, obwohl erkannt war, daß auch ein noch geringerer Thoriumanteil diese Schutzwirkung ausübt. Labormässig sind 1,5 - 2,0 % Thoriumzusatz als genügend festgestellt. Im Betrieb hat sich ein Kontakt mit 1,75 % Thorium gut bewährt, dagegen fällt ein solcher mit nur 0,04 % Thorium stark ab, doch ist hierbei zu berücksichtigen, daß sich

dieser Katalysator in einem schlecht entleerten Ofen befindet.

Braune glaubt, dass die reinen Magnesiumkontakte, die sich im Betrieb gut bewährt haben, noch soviel Thorium an Verunreinigung enthielten, dass eine Schutzwirkung gegen Schädigungen noch vorhanden war. Hierzu bemerkt Gehrke, dass die an Rauzel gelieferten Magnesiumkontakte so ausgewählt waren, dass sie vollständig thoriumfrei waren. Dies trifft vor allem für die im November und Dezember 1938 gelieferten Kontakte zu, die in ~~einer von der Mischkontakt-Produktion getrennten Anlage hergestellt wurden.~~

Auf Grund der Ausführungen Alberts über die Empfindlichkeit der Magnesiumkontakte, wünscht Braune von jetzt ab für die Rauzeler Anlage nur noch Mischkontakte mit 2 - 2 1/2 % Thoriumgehalt, sodass jeder Einfluss von Verunreinigungen ausgeschlossen ist. Weiterhin teilt Braune mit, dass die Untersuchung der Thoriumkontakte ergeben hat, dass das Cobalt in hexagonaler Struktur vorliegt, während Magnesiumoxyd mit Cobalt Mischkristalle bildet. Im ausgebrauchten reinen Magnesiumkontakt wurde prozentual weniger hexagonales Cobalt gefunden als in den thoriumhaltigen Kontakten. Fernerhin konnte gezeigt werden, dass das Trägermaterial, in diesem Falle die Kieselgur, ebenfalls von Einfluss auf die Cobaltstruktur ist. Es war nicht möglich, ohne Kieselgur das Cobalt in hexagonaler Form zu erhalten, was in diesem Falle gleichbedeutend war mit einem inaktiven Kontakt. Da also nach Braune die Aktivität des Kontaktes in engem Zusammenhang steht mit der hexagonalen Struktur des Cobaltmetalles, weist er auf die Wichtigkeit dieser Untersuchungen hin, die aber noch nicht abgeschlossen sind und deren weitere Bearbeitung er sich vorbehält.

Kölbel bestätigt die Anschauungen Braunes insofern, als auch er festgestellt hat, dass auch Spuren von Thorium genügen, um die Stabilität und Aktivität des Mischkontaktes zu erhöhen.

Für Krupp berichtet Ritter, dass 3 reine Magnesiumkontakte über 14 Tage unter Kontrolle in der 2. Stufe liefen und dabei festgestellt wurde, dass bei 1200 m<sup>3</sup> Stundenbelastung die Methan- und Gasbildung wesentlich höher ist bei Mischkontakten. Bei gleichem Kohlenoxydumsatz werden beim Mischkontakt 6 - 8 % Methan gegen 9,5 bis 12 % beim reinen Magnesiumkontakt gefunden. Mischkontakte mit 2,5 % Thorium zeigen gegenüber den Mischkontakten mit 5 % Thorium bei gleichem Fahrprogramm keine Unterschiede.

Allgemein wird festgestellt, dass auch heute noch bei den Mischkontakten solche mit bedeutend schlechterer Aktivität von Zeit zu Zeit zur Anlieferung gelangen. So hat Rheinproben in den letzten Wochen Mischkontakte mit 5 % Thorium erhalten, die, obwohl in neue Öfen unter normalen Gewichtsbedingungen eingefüllt, eine schlechte Aktivität zeigten. Da diese Öfen Einzelöfen sind und ihre Überwachung sich in Ordnung befindet und ferner die Lagerzeit des Kontaktes im Ofen vor dem Anfahren eine normale war, so muß die schlechtere Umsetzung auf die Kontaktaktivität zurückzuführen sein.

Für Rauzel berichtet von Holt, daß ebenfalls 4 Mischkontakte, die Anfang November 1938 geliefert wurden, eine geringere Wirksamkeit zeigten. Gehrke bittet um nähere Daten über diese Kontakte, glaubt aber kaum, dieses Versagen aufklären zu können, da in den letzten Monaten keine Unregelmäßigkeiten in der Kontaktfabrik festgestellt wurden.

Wagner bittet den von Seiten der Ruhrchemie schon längere Zeit zugesagten Kostenvergleich zwischen Thorium- und Mischkontakt baldigst den einzelnen Werken zu übermitteln, damit neben den betrieblichen Belangen auch die Kostenfrage zur Beurteilung herangezogen werden kann. Laube sagt einen Gesamtabschluss der Kostenberechnung für Ende Januar 1939 zu. Martin weist darauf hin, daß eine abschließende Kostenrechnung erst dann möglich ist, wenn der Aufbereitungsengang für ausgebrauchte Kontakte eindeutig feststeht. Zurzeit ist für die Beseitigung der Pyrophorität noch kein endgültiger Weg gefunden. Weiterhin steht zu erwarten, daß der Thoriumpreis in baldiger Zeit gesenkt wird, sodaß auch hierdurch eine Verschiebung der Kosten eintreten würde, die zwar nicht allzu groß sein kann, da der Preisunterschied zwischen Thoriumoxyd und Magnesiumoxyd immer noch groß bleibt. Martin faßt nochmals zusammen, welche Momente zum Übergang auf Mischkontakt führten. Hauptsächlich ist hier der geringe Staubgehalt und die große Abriebfestigkeit im Vergleich zum reinen Thoriumkontakt hervorzuheben, welche beiden Eigenschaften eine gute Füllung der Öfen und eine gleichmäßige Gasverteilung gewährleisten. Wenn, wie Wagner ausführte, die Entleerung des ausgebrauchten Mischkontaktes ohne Vorbehandlung auch nicht möglich ist, so muß die Weiterentwicklung in der Katorfabrik neben anderen Fortschritten auch diese Frage einer Lösung zuführen.

Wenn Wagner die absoluten Leistungen des Thoriumkontaktes als bekannt, die des Mischkontaktes als heute noch unsicher hinstellt, so glaubt Alberts, daß die erreichten Laufzeiten und die geringe Anzahl der Zwischenbelegungen neben dem Preisvorteil ein günstigeres Bild für den Mischkontakt ergeben. Thoriumkontakte müssen bis 2000 Stunden 2 - 3mal, Mischkontakte dagegen höchstens 1 - 2mal einer Zwischenbelegung unterworfen werden. Nach von Holt benötigt ein reiner Magnesiumkontakt bis zu 2000 Betriebsstunden keine Hydrierung. Die Paraffinbeladung war hier äußerst gering und stimmt gut mit den vom Forschungslabor der Zuhrenemie aufgestellten Beladungskurven überein.

Braune fragt an, ob Unterschiede zwischen Paraffin, aus reinem Thorium- und aus Mischkontakt gewonnen, beobachtet worden sind. Obwohl das Gesamtprodukt kaum wesentliche Unterschiede zeigt, dürfte das Paraffin aus Mischkontakten einen höheren Schmelzpunkt aufweisen. Experimentelle Daten liegen hierüber aber noch nicht vor.

Alberts fragt an, ob neue Ergebnisse über die Kontaktwiederbelegung durch Behandlung mit Paraffin-Lösungsmitteln vorliegen. Wagner berichtet für Schwarzhelde, daß die Extraktion nach Kleinversuchen im Labor und im Betrieb günstiger ist als die Hydrierung. Es ist durch diese Art der Zwischenbelegung sowohl ein Produktionsgewinn festzustellen als auch eine größere Temperaturreserve für den Betrieb zu erhalten, da die durch Extraktion behandelten Kontakte bei niedriger Temperatur wieder anspringen als die durch Hydrierung regenerierten. Nicht zu vergessen ist auch die Einsparung an Wasserstoff bzw. Synthesegas.

Heckmann und von Holt berichten, daß diese Ergebnisse im Betrieb Raugel nicht bestätigt werden konnten. Die Zwischenbelegungen wurden in Raugel in letzter Zeit alle durch Extraktion vorgenommen. Als hiernach ein allgemeiner Produktionsabfall festgestellt wurde, konnte nur durch Hydrierung dieser Abfall wieder ausgeglichen werden.

Martin fragt an, ob Einflüsse der Extraktion auf Kornstabilität, Kontaktverlust und die Gasverteilung innerhalb des Ofens beobachtet werden. Von Holt hat beim Entleeren von extrahierten Ofen Staubkorn festgestellt, die also auch die Gasverteilung beeinflussen können. Beim Werk Schwarzhelde sind bis jetzt weder beim reinen Thorium- noch beim Mischkontakt Einwirkungen der Extraktion auf Kontaktkorn bzw. Gasverteilung festgestellt.

Alberts schlägt vor, kurz die augenblicklich angewandten Entleerungsmethoden zu besprechen:

Ruhrbenzin: Extraktion durch mehrmaliges Füllen des Ofens von unten und Wiederablassen des Extraktionsmittels. Zur guten Entleerung sind 2 Schwerölfüllungen und 2 Schwerbenzinfüllungen nötig. Die Trocknung des Kontaktes erfolgt mit Synthesegas I bei 19 atü über rd. 12 Stunden. Die Düsen-Extraktion wird augenblicklich vorbereitet.

Schwarzeide: Hier werden entweder Hydrierungen bei hoher Temperatur oder Schlußfahrt über 3 Tage bei ebenfalls hohen Temperaturen oder Extraktionen als Kondensat- oder Düsenextraktionen durchgeführt. Bei der Kondensat-Extraktion werden 4 t Frischöl (wohl aber im Kreislauf) und bei der Düsen-Extraktion 15 t Frischöl je Ofen benötigt. Die Zeitdauer der Düsen-Extraktion wird mit 5 Stunden, die der Kondensat-Extraktion mit heute noch rd. 12 Stunden angegeben, doch ist diese letzte Zeit durch die geringe Leistung der Destillationsblase bedingt. Sie kann bei größerer Blase ebenfalls in 5 - 6 Stunden durchgeführt werden. Die Kondensat-Extraktion wird jetzt nur noch zu Wiederbelebungs Zwecken angewandt, während die Düsen-Extraktion als Vorbehandlung vor der Entleerung dient. Beide Extraktionsarten haben für die Entleerung immer Erfolg gebracht.

Rheinpreussen: Hier wurde die Düsen-Extraktion mit 12 - 13 und mit 15 - 20 m<sup>3</sup> Extraktionsmitteln in rd. 5 - 6 Stunden durchgeführt. Im ersten Falle betrug der Paraffingehalt des Kontaktes 6 - 8 %, im zweiten Falle nur noch 2 - 3 %. Die Entleerung war in jedem Falle gleich gut.

Rauzel: Die Kondensat-Extraktion benötigt bei 16 - 18 m<sup>3</sup> Durchsatz 8 Stunden. Wird mit Inertgas hiernach getrocknet, so bleiben unter 1 % Paraffin im Kontakt, während bei Trocknung mit 1000 m<sup>3</sup> Restgas pro Std. bei 200° über 10 Stunden 2 - 3 % Paraffin gefunden werden.

Bei Krupp, Essener Steinkohle und Hoesch ist die Düsen-Extraktion vorgesehen.

Wagner weist darauf hin, daß Spaltbenzine nicht als Extraktionsmittel zu verwenden sind, da vor allem die Harzbildner bei der Wiederbelebung schädlich sein dürften. Raffinierte Spaltprodukte dürften überlegungsgemäß nicht schädlich sein, doch liegen hierüber keine Versuchsergebnisse vor.

Grimme berichtet über vergleichende Untersuchungen des Benzins der I. und II. Stufe bei Betrieb der Synthese mit einer Aktivkohle-Anlage nach der II. Stufe. Da dieser Bericht den einzelnen Lizenznehmern schriftlich zugegangen ist, braucht hier nur die Zusammenfassung wiedergegeben zu werden: Zusammenfassend ergaben die Untersuchungen im Betrieb bisher, dass die Fahrweise mit einer Aktivkohlestufe und 2 Synthesestufen eine Verarmung an Olefinen verursacht, dagegen bleibt die Siedelage des in der I. Stufe gebildeten Benzins bei Durchgang durch die II. Stufe unverändert.

Wagner fragt an, ob in der II. Stufe mehr Paraffin gebildet wird. Grimme verneint dies.

Feist berichtet über Zweistufenversuche im Labormaßstabe, bei denen ebenfalls der Einfluß einer Zwischenherausnahme des Benzins vor der II. Stufe untersucht wurde. Die Versuchsreihen zeigen eindeutig, daß Unterschiede im Kontraktionsverlauf, im Ausbringen an flüssigen Produkten und in der CO-Umsetzung nicht festgestellt worden sind. Die Qualitäten der flüssigen Produkte zeigen keine Abweichungen, was Siedeverlauf, spezifisches Gewicht und Säuresahl anbelangt. Nur der Olefingehalt zeigt, daß das in der I. Stufe gebildete Benzin in der II. Stufe der Synthese einer teilweisen Hydrierung unterworfen wird. Über die Qualität der Gasole kann anhand dieser Versuche nichts gesagt werden. Diese Ergebnisse stimmen mit den im Großbetrieb bei der Ruhrbenzin erhaltenen gut überein.

Alberts berichtet über den Betrieb der Drucksynthese in Holten. Durch Stromausfall war ein längerer Stillstand nötig, doch wurden vorher bei einstufigem Betrieb bei 5 atü Druck Ausbeuten erreicht, die den Ausbeuten der Normaldrucksynthese in 2 Stufen entsprechen. Durch systematische Untersuchungen in der Versuchsanlage konnte gezeigt werden, daß die Unterschiede der Umsetzung bei 3 und 5 atü Druck schon ganz beträchtlich sind. Es wird deshalb erwartet, daß die augenblicklich noch hohe Vergasung bei Erhöhung des Druckes noch weiter zurückgedrängt wird.

Laube macht nochmals auf die Schwierigkeiten aufmerksam, die dem Katalysatorversand durch die Verschiedenheit in der Kornklassierung, in der Kontaktzusammensetzung und in der Gewichtsverteilung je Ofenfüllung entstehen. Nach längerer Besprechung wurden folgende in die Kübel einzufüllende Gewichte festgesetzt:

13 399

Große Kübel erhalten 3000 kg Füllung

Kleine " " " 3250 kg " "

Die Kontaktlieferung wird für Januar 1939 wie folgt festgelegt:

- I Anzahl der Ofenfüllungen
- II Thoringehalt des Kontaktes
- III Gewünschte Korngröße mm

Werk	I	II	III	Bemerkungen
<u>Schwarzheide</u>	24	5,0 %	2-3 (1-2)	
<u>Ruhrbenzin</u>	8	5,0 %	1-2 u. 2-3	
"	8	2,5 %	1-2 u. 2-3	
"	12	5,0 %	nur 2-3	für Drucköfen-Neufüllung.
<u>Rheinpreußen</u>	16	5,0 %	1-2 od. 2-3	
"	4	2,5 %	1-2 od. 2-3	
<u>Rauzel</u>	14	2,5 %	1-3 od. 2-3	
<u>Krupp</u>	5	5,0 %	mögl. 2-3	
<u>Wintershall</u>	30	5,0 %	1-3 od. 2-3	
<u>Essener Steink.</u>	16	5,0 %	1-2 u. 2-3	
<u>Hoesch</u>	6	5,0 %	nur 2-3	in der Zeit vom 25. I. bis 31. I. zu liefern.
<b>Summe</b>	<b>117</b>	<b>5,0 %</b>		
"	26	2,5 %		

Die nächste Erfahrungsaustauschsitzung findet am 3. März 1939 in Volten statt.

gez.: F e i s t .