

Oberh.-Holtum, den 19. Dez. 1938

005770  
Sekretariat Hg.  
Eingang: 19. 10. 38  
Ust. Nr.: 1342  
Gezeichnet: /

Herrn Professor M a r t i n.

Betr.: Monatsbericht Oktober u. November 1938.

Konvertierungsmassen von Kuhlmann, IG und Rütgerswerke wurden auf ihren Schwefelgehalt untersucht und dabei festgestellt, daß die IG-Masse den höchsten und die Kuhlmann-Masse den niedrigsten Schwefelgehalt aufweist. Die Abgabe von Schwefelwasserstoff in der ersten Betriebszeit läuft diesem Schwefelgehalt parallel, sodaß bei der Kuhlmann-Masse über kurze Zeit auch nur geringe Schwefelwasserstoffgehalte nachweisbar sind. Mit diesen 3 Massen wurden Konvertierungsversuche über kürzere Laufzeiten durchgeführt.

In einem Dauerversuch der s.Zt. 600 Betriebsstunden läuft, wird unsere Feinreinigermasse auf ihre Verwendbarkeit als Konvertierungsmasse untersucht. Die anfängliche Abgabe von Schwefelwasserstoff ist kleiner als bei der Kuhlmann-Masse, doch wird bei der betriebsmäßigen Aufsättigung mit Wasserdampf erst bei 550° eine rund 60 %ige Umwandlung des Kohlenoxydes erreicht. Eine Abnahme dieses Umsatzes mit der Zeit, d.h. eine Temperaturschädigung des Kontaktes, ist bis jetzt noch nicht festgestellt. Um zu höheren Kohlenoxydumsetzungen zu gelangen soll nach 1000 Betriebsstunden die Konvertierung bei 600° ebenfalls über längere Dauer durchgeführt werden.

Versuche das Natrium in unserer Feinreinigermasse durch Magnesium zu ersetzen, um auf diese Weise zu niedrigeren Konvertierungstemperaturen zu gelangen, ergaben bis jetzt nur Massen mit geringer Festigkeit.

Der Versuchereiniger hat bei normaler Gasbelastung gezeigt, daß mit unserer Feinreinigungsmasse die Feinreinigung in einer Stufe bis zum gewünschten Reinheitsgrad unter 0,2 g Schwefel je 100 m<sup>3</sup> durchgeführt werden kann, wobei bis jetzt eine Aufsättigung der Masse bis rund 8 % Schwefelgehalt erreicht wurde. Wenn dieses im Betrieb nicht gelingt, d.h. wenn nach dem ersten Turn vor der Erreichung einer solchen Aufsättigung grössere Schwefeldurchbrüche erfolgen, so ist dieses nach den obigen Versuchsergebnissen auf einen ungleichmäßigen

Gasdurchgang innerhalb des Turmes und nicht auf die Aktivität der Masse bezw. die Fahrweise der Feinreinigung zurückzuführen, da diese Versuche mit dem in der Feinreinigung zu reinigendem Wassergas und unter den gleichen Temperatur- und Sauerstoffbedingungen wie im Grossbetrieb durchgeführt wurden. Nach Abschluss dieser Versuche soll im Versuchereiniger eine Masse mit 44 % Sodagehalt eingesetzt werden um festzustellen, ob hierbei eine höhere Aufsättigung möglich ist. Kleinversuche haben hier gezeigt, daß keine wesentlichen Unterschiede zwischen 33 und 44 % Sodagehalt bestehen, wohl aber daß eine Feinreinigungsmasse mit 33 % Soda als Eirichkorn verformt bedeutend schlechter ist, d.h. frühzeitig einen untragbaren Schwefeldurchschlag aufweist.

Für die Synthese wurden im Monat Oktober 24 Proben neueingesetzter Kontakte auf Aktivität, Reduktionswert und Kobaltgehalt untersucht. Im Monat November betrug die Zahl dieser Untersuchungen 38. Die Kontaktaktivität kann als gleichmäßig und gut bezeichnet werden, ebenso der Reduktionswert. Die Kobaltgehalte schwanken zwischen 28 und 31 % auf reduzierten Kohlen säure-getränkten Kontakt bezogen.

In 3 Versuchen wurde der Einfluss der Kontaktschichtdicke auf die Synthese erneut untersucht. Hierbei wurde ein Ringraum, der beiderseits direkt wassergekühlt ist, mit einem Abstand von nur 1 mm mit einem Kontakt der Korngröße 0,6-0,8 mm gefüllt. Die bis jetzt erzielten Ergebnisse lassen keinen wesentlich geringeren Vergasungsgrad erkennen, wie auch die Synthesetemperatur für einen bestimmten Umsatzgrad nicht niedriger als bei normaler Schichtdicke gefunden wurde. Diese Versuche werden fortgesetzt, wobei die Verhältnisse bei extrem hohen Belastungen untersucht werden sollen.

In einem 16-Röhren-Ofen, bei dem die Kontaktschicht 10 mm beträgt und die Schichtlänge 1 mtr. ist, wurden Belastungsversuche durchgeführt. Diese zeigten, daß die Ofenleistungen entgegen der bisher vorliegenden Daten aus Grossbetrieb und Laborergebnissen bei einer Steigerung der Belastung um das fünf-fache immer noch ansteigt. Dieser Versuch wird s.Zt. nochmals wiederholt, da die erste Durchführung durch Ausblasen eines Rohres anlässlich eines Betriebsstillstandes bei der Belastung abgebrochen werden musste. Es soll hierbei

bei der Belastung, die die höchste Ofenleistung bringt, die Lebensdauer des Kontaktes untersucht werden.

Für Mischkontakte wurde in Reihenversuchen bei 185, 190 und 195° die günstigste Prüftemperatur ermittelt. Da die übliche Temperatur von 185° wohl für reine Thorium-Kontakte ein richtiges Bild gibt aber nicht für Mischkontakte. Bei einer Prüftemperatur von 190° werden über lange Betriebszeiten ähnliche Kontraktionskurven erhalten, wie bei reinem Thoriumkontakt bei 185°, sodaß nach Vergleich in den Versuchsergebnissen bei Rheinpreussen und Schwarzheide anlässlich der nächsten Erfahrungsaustauschsitzung eine neue Festsetzung der Prüftemperaturen erfolgen kann.

Die Schädigungsversuche mit Rheinpreussen-Kondensat wurden abgeschlossen und bei drei Versuchsreihen mit verschiedenen Kondensatzusätzen zum Synthesegas immer eine deutliche Aktivitätsschädigung festgestellt, die sich besonders nach der ersten Zwischenbelegung auswirkt. Versuche mit einer Kondensatfraktion von 130 - 150°, die in Schwarzheide mit Aktivkohle aus dem Synthesegas gewonnen wurde, sind im Gange. Die Fraktion ist aufgrund ihres hohen Schwefelgehaltes besonders aktivitätsschädigend.

In 2 Versuchsreihen wurde der Einfluss von Acetylen im Synthesegas auf die Umsetzung untersucht, und zwar wurden 20 um 200 gr je m<sup>3</sup> zugesetzt. Nach 1650 Betriebsstunden ist bei beiden Versuchen keine Einwirkung festzustellen.

Versuche bei denen durch Tiefkühlung unseres Synthesegases eine Nachreinigung durchgeführt wurde, zeigten keine eindeutigen Ergebnisse, da bei der langen Versuchszeit die Durchführung dieser Reinigung auf erhebliche Schwierigkeiten stößt.

Ausgebrauchte Kontakte der Grossanlage wurden auf ihr Paraffingehalt untersucht und dabei Werte von 3-8 % gefunden. Zur Aktivierung dieser paraffinarmen Kontakte wurden Behandlungen mit Wasserdampf und Wasserdampfluftgemischen bei Temperaturen bis zu 220°, die im Grossbetrieb max. anwendbare Temperatur, durchgeführt. Eine reine Dampfbehandlung ergibt selbst nach langer Behandlungszeit keine Aktivierung, während bei Luftzusatz, und zwar 250 m<sup>3</sup> je Tonne Kobalt je Stunde, eine vollständige Inaktivierung nach 4 h Behandlungszeit erreicht werden konnte. Diese Art der Inaktivierung dürfte aber aufgrund des hohen Luftsatzes im Grossbetrieb nicht anwendbar sein.

Auf Veranlassung von Herrn Dr. Velde wurde Granosil als Kontaktträger versucht. Sowohl Fällungskontakte wie Röstkontakte

005773

ergaben auf diesem Träger inaktive Katalysatoren.

Korrosionsproben im Kondensat der Endgasleitung und im Rückkühlwasser der Kondensationstürme ergaben für Eisen das mit einem Kunststoffüberzug der Firma Heika versehen war, ebenso für Aluminiumblech keine wesentliche Korrosionseinwirkungen, während in beiden Fällen unbehandeltes Eisenblech sehr starke Korrosion aufwies.

Für Herrn Lüben wurden Paraffinhydrierungen mit Nickel-Mangan-Aluminium-Kontakten durchgeführt, die aber den gewünschten Erfolg, d.h. eine hydrierende Spaltung ohne Bildung von gasförmigen oder flüssigen Spaltprodukten bis jetzt nicht brachten.

Eine Aktivkohle der Vereinigten Farbwerke Düsseldorf wurde mit der/dem Betrieb benutzten Adsorbentkohle der Lurgi-A.G. verglichen. Sie weist eine höhere Aktivität als die Lurgi-Kohle für die Aufnahme von Benzol auf.