

Holtzen, den 8. Juli 1938.

Herrn Professor M a r t i n !

Betr.: Monatsbericht J u n i 1938.

Die labormäßige Überwachung des Betriebes erfolgt nach dem am 22. Oktober 1937 aufgestellten Plan und den in der Zwischenzeit gemeldeten zusätzlichen Untersuchungen.

Die Feinreinigung wird seit einiger Zeit s.T. mittels einer neuen Methode zur Bestimmung des organischen Schwefels überwacht. Hierbei wird der organische Schwefel bei 850-900° C im Quarzrohr über Quarzstückchen mit dem im Gas befindlichen Wasserdampf restlos in Schwefelwasserstoff übergeführt und dieser Schwefelwasserstoff titrimetrisch bestimmt. Vergleichsbestimmungen nach der Verbrennungsmethode zeigen gut übereinstimmende Werte. Die neue Bestimmungsmethode erlaubt neben der schnellen Feststellung des Schwefelgehaltes eine kurzfristige gute Überwachung der Feinreinigung, vor allem während der Anfahrperiode.

Untersuchungen über die Zusammensetzung des organischen Schwefels im Wassergas haben gezeigt, daß rd. 80 % des Schwefels als Schwefelkohlenstoff und rd. 20 % als Kohlenstoffoxysulfid oder ähnliche, mit Alkalilaugen leicht erfaßbaren Schwefelverbindungen, vorhanden sind. Der Anteil an schwer zersetzlichen Schwefelverbindungen beträgt dagegen unter 1 %, d.h. höchstens 0,1 - 0,2 g/100 m³ Gas. Diese Trennungsmethoden für Gasschwefel werden weiterhin ausgearbeitet.

Die in letzter Zeit ausser Betrieb genommenen ausgebrauchten Feinreinigermassen wurden auf ihren Schwefelgehalt untersucht. Auf der Gaseintrittsseite sind allgemein Auf-sättigungen von 9-11 %, auf der Gasaustrittsseite Schwefelgehalte von 5-7 % festgestellt worden. Die dauernd mit Sauerstoffzusatz gefahrenen Reinigungssysteme zeigen durchweg einen unter 1 % liegenden Sulfidgehalt. Ein Kübelinsatz

macht hiervon eine Ausnahme, doch ist die Ursache für den hohen Sulfidgehalt dieser Massen nicht aufzuklären.

Regenerationsversuche an ausgebrauchter Feinreiniger-
masse mit Wasserdampf bei Temperaturen von 200-400° hatten
keinen Erfolg, da selbst bei Massen mit hohem Sulfidgehalt
die Austragung des Schwefelwasserstoffes äußerst langsam
vor sich geht.

Obwohl unser Synthesegas mit Formaldehydschwefelsäure
keinen Harzbildnertest gibt, wurden die Einwirkungen von
Granosil bei 180° untersucht. Bei Überleiten von 1 m³ Gas
über 10 g Granosil war eine Gewichtszunahme von 0,6-0,8 g
festzustellen. Eine Elementaranalyse zeigte, daß kohlen-
stoff- und wasserstoffhaltige Substanzen vom Granosil auf-
genommen worden waren. Diese Untersuchungen werden weiter-
hin fortgesetzt.

Wird Synthesegas bei Temperaturen über 250° über Fein-
reinigermasse geschickt, so wird die Bildung eines gelben
Öles beobachtet. Der Kohlensäuregehalt des Synthesegases
nimmt leicht zu, während der Gehalt an Kohlenoxyd abnimmt.
Eine Veränderung der anderen Gasbestandteile wurde nicht
festgestellt. Der Harzbildnertest ist stark positiv. Um nun
die Einwirkung dieser an Feinreinigermasse entstandenen
Harzbildner auf den Synthesekontakt zu untersuchen, wurden
Vergleichsversuche angesetzt, bei denen einmal über Co-ThO₂,
das andere Mal über Mischkontakt ein Synthesegas zur Umset-
zung gelangte, das bei Temperaturen von 260-320° C über
Feinreinigermasse geleitet war. In einem Vergleichsversuch
wurde ein Mischkontakt mit normalem Synthesegas betrieben,
während in einem 4. Rohr Feinreinigermasse ohne nachgeschal-
tetem Synthesekontakt mit Synthesegas beaufschlagt wurde.
An diesem Rohr wurden qualitative und quantitative Untersu-
chungen über den Harzbildnergehalt durchgeführt. Bis zu einer
Laufzeit von 400 Betriebsstunden waren Unterschiede in der
Aktivität der Synthesekontakte nicht feststellbar. Diese
Versuche laufen weiter. Ein Hauptaugenmerk soll auf die
Wirksamkeit der Wiederbelebung gerichtet werden.

Im Monat Mai und Juni wurden 42 Kontaktproben des Synthesebetriebs auf Reduktionswert und Aktivität untersucht und dabei trotz gleichbleibendem Reduktionswert bei den letzten Mischkontakten eine schwankende Aktivität festgestellt.

Ein druckloser Zweistufenversuch, bei dem einmal nach der ersten Stufe das Benzin mit Aktivkohle herausgenommen, das andere Mal im Synthesegas der zweiten Stufe belassen wurde, zeigt nach 1600 Betriebsstunden und 2 Zwischenregenerationen keine Unterschiede der beiden Durchführungsarten. Nachdem bei Druckversuchen festgestellt war, daß mit der Korngröße 0,5-1 mm unter gleichen Synthesebedingungen eine bessere Kohlenoxydaufarbeitung und Verflüssigung zu erreichen ist als mit 2-3 mm-Korn der gleichen Herstellung, werden diese Versuche augenblicklich drucklos durchgeführt. In einem weiteren Druckversuch wurde nochmals die Anwendungsmöglichkeit von 20 mm dicken Kontaktschichten untersucht. Ein in sich unterteilter Druckofen sollte bei dieser Schichtdicke im oberen Teil eine teilweise Aufarbeitung des Synthesegases bei extrem niedriger Temperatur bringen, während im unteren Teil bei normaler oder höherer Temperatur vollständige Aufarbeitung des Kohlenoxyds durchgeführt wurde. Es gelang aber selbst unter diesen schonenden Bedingungen nicht, eine völlige oder wenigstens sehr starke Umwandlung des Kohlenoxyds zu Methan zu verhindern. Damit dürfte die Anwendung einer Kontaktschicht von 20 oder mehr mm selbst bei Druckversuchen als unmöglich erwiesen sein.

Die von Dr. Wagner (Brabag) vorgeschlagene Wiederbelebung durch Kondensation einer Ölfraktion auf dem Kontakt brachte für sich allein angewandt nicht den Regenerations-effekt wie ihn Wasserstoff am gleichen Kontakt zeigt. Nach den bisher vorliegenden Versuchen und den schon seit Jahren bekannten Ergebnissen kann nur eine nachträgliche Wasserstoffbehandlung die gleiche Wiederbelebung erzielen wie eine reine Wasserstoffbehandlung.

Eine große Zahl verschiedener Anstrichfarben wurde auf ihre Beständigkeit in der Scheidegrube, im Öltank und im Benzintank für die Firma Krupp Treibstoffwerk, Wanne-Eickel, untersucht. Dabei konnten mehrere Anstriche bei zweimonatiger Prüfung als gut brauchbar befunden werden.



Ddr. H. Dir. Hagemann
H. Dir. Alberts