

8646

Bericht Dr. G e i s e l vom 28. Oktober 1944

zur Werkstofffrage der Harnstoff-Fabrik Op 283
II. Teil

* Entfernung von organ. Schwefel (COS) aus der
Reinkohlensäure. -

1864

19. Oktober 1959

Sp. 283 II Teil

Sp. 283

Sp. 283

Die Anlange hat während ihrer nunmehr dreieinhalbjährigen Betriebszeit hinsichtlich der Vermeidung der dem Harnstoffbetrieb gefährdenden Korrosionen die in sie gesetzten Erwartungen voll erfüllt.

Die Schmecke & Thier, die von der Pochreckelwerke (Schmecke) zur Verfügung gestellt sind, hatten früher (1953 - 1959) eine mittlere Lebensdauer von 45 Betriebs-Tagen bei 2.315 t Harnstoffherzeugung. Heute fällt wegen Mangel der Vorrichtung kein Kühler mehr aus; d. H. liefen 2 Kühler mit

314, 308, 242 Betriebs-Tagen und 24.554 t, 13.724 t Harnstoffherzeugung. Die beiden zusammen mit 387 Betriebs-Tagen und 17.736 t Harnstoffherzeugung für den Transport nach Heydebreck zur Verfügung gestellt wurden, wies eine so gut wie umgekehrte Verbleibung auf. Von der Wasserseite her konnten die Kühler lediglich einer kurzen Reinigung in regelmäßigen Abständen von etwa 2 Monaten. Damit hat eine einfache und komplizierte Vorrichtung aus Harnstoffbetriebszwecken eine erhebliche Steigerung ihrer Lebensdauer bewirkt.

8049

(11.) Name: Schafelmann, GGS - Leitung: ...

In März 1943 stiegen die Ausfälle sonderartig auf die Achtung des Vormonats (40 Ausfälle auf 1000 t Harzstoff) und sahen sich für den Betrieb bedrohliches Ausmaß an. Es wurden fast nur die Umschaltteile betroffen, die Harzstoff-Lösung war stark blau gefärbt. Man hatte zwar seit Einführung der Sauerstoffentfernung 3/4er Wochen periodenweise den Eindruck, dass verhältnismäßig viele Umschaltteile gegenüber verbleibten ausgetauscht werden müssten, jetzt war die Beobachtung eindeutig. In der Aufklärung der genaueren Abströmung hat uns ein Probierversuch von 1940 gelehrt, dass es festgestellt war, dass normale Betriebsgeschwindigkeit gleichzeitig auf 2 Versuchskontrollen aus Messel verzweigt wurde, wobei in die eine derselben die gleiche Menge Schwefelwasserstoff eingedrückt wurden. Bei der Ermittlung der Widerstandszahl 21 der beiden Kontrollen ergibt sich, dass das mit H_2S in Berührung gekommene nur eine Widerstandszahl von 38 hatte, während das H_2S -freie die Widerstandszahl von 291 anwies. Damit war H_2S als gefährlich für Messel - wenigstens in der Harzstoffschmelze - erkannt worden und wir hatten daraufhin aus der bisher nur gelegentlichen Prüfung auf H_2S eine fortwährende und einwandfreie eingeführt, die jetzt allerdings keinen H_2S im Reinschmelzeabgang anzeigt. Schon wurde in anderer Richtung weitergesucht, da prüften wir auch einmal die Rohrleitungsschmelze beim Verlassen des den Sauerstoff entfernenden Kontakts auf H_2S in der Überlagerung, der uns zuletzt geliefert Kontakt konnte vielleicht nicht die alte Qualität haben anstellen. Hieraus wurde die H_2S fest.

- 1) Sauerstoff konnte nicht die Ursache sein, das zeigte einwandfrei unsere Versuche, besonders auch der Vergleich der Schmelze bei 10 bzw. 20 Minuten Sauerstoff.
- 2) Sauerstoff war nicht die Ursache, das zeigte einwandfrei unsere Versuche, besonders auch der Vergleich der Schmelze bei 10 bzw. 20 Minuten Sauerstoff.
- 3) Sauerstoff war nicht die Ursache, das zeigte einwandfrei unsere Versuche, besonders auch der Vergleich der Schmelze bei 10 bzw. 20 Minuten Sauerstoff.

8059

1. Versuch: Aktivierung des Kohlenstoffkontaktores A mit

Die Aktivierung eines karbonisierten Kohlenstoffes von z.B. in Form von Kontaktoren, welche gegen Kohlenstoff, also gegen H₂ im Kontaktoren erfinden sich, geht aus den folgenden Messungsverbindungen (OGS), die offensichtlich in der Aktivierung aus der Kohlenstoff nicht anfiert wurden, hervorgeht. Die Messung der Reaktionsrate kann auch 7 mg organ.

Am 10.4.43 (16.4.43), Generalbau auf einen Frischkontaktoren, brauchte sofort das überrauschende erfahrungsgemäß, dass der eigentlich der Sauerstoffentfernung stehende Kontaktoren des organ. Schwefel herausheilt, an Ausgrenzung des Kohlenstoff war kein wesentl. Schwefel mehr feststellbar. Die arzneilichen Kontaktorenfälle waren am nächsten Tage bereits wieder in allen Bereichen.

April 1943	10.	11.	12.	13.	14.	15.	16.
ausgewählte Kohlenstoff							
Schwefel	4	5	6	11	7	3	7

Am 16.4.43 Frischer Kontaktoren Herstellung

April 1943	17.	18.	19.	20.	21.
ausgewählte Kohlenstoff					
Schwefel	6	1	2	3	1

Es war auch die Blaufärbung der Harnstofflösung wie oben.

Die weitere Erprobung warfen kurz darnach der Kontaktoren bei der Kohlenstoff gefüllte Gefäße vergewissert, die bei 40° schalten werden, damit die Kohlenstoff sich nicht verflüchtigt. Die Kohlenstoff, etwa die Hälfte des Gesamt - Kohlenstoffgehaltes der Aktivierung auf, durch Verschalten einer schon stehenden Menge Kohlenstoff, wenn aber z.B. die entsprechenden Kohlenstoffdrucke noch anstehen, hoffen wir der Kontaktoren den weiter aktivierten zu können. Bei Verwendung der aktiven Kohlenstoff ohne Zuhilfenahme es war v.a. bisher noch nicht, OGS aus Sauerstoff herausheilen, es ist aber nicht ausgeschlossen, dass dies sich in unserem Falle bei Kohlenstoff und unter 150° auch durch einen noch von fraglicher Ausmaß doch bemerkbar sein

lässt. Dieser Versuch wird demnächst durchgeführt.

Im Jahr 1943 kamen auf 1000 t erzeugten Sarnstoff 11 ausgewaschene te Leif...
" 1944 (März mit Sept.) " " 11

Die Steigerung gegenüber 1942 und 1941 von 8 auf 11 ist wohl auf die viel ruhrigere Fahrweise (häufige anlagebedingte Abstellungen) zurückzuführen.

Chemismus

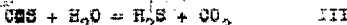
In Kohle- und Kontaktofen wird COS zu chem. Schwefel oxydiert:



In Kontaktofen läuft gleichzeitig (zur O₂-Entfernung) die Reaktion ab:



Nach bestimmter Zeit (s.u.) schlägt im Kontaktofen COS um etwas H₂S durch, die Oxydation von COS erfolgt nicht mehr quantitativ, nebenbei tritt jetzt auch Umsetzung von COS mit H₂O ein, die bei höherer Temperatur bekannt ist (Witzeck S 1303 I, 1053):



Leistung der Kohleöfen und des Kontaktofens.

Nach 60 Betriebstagen schlug H₂S durch.

In dieser Zeit sind 3.988 t Sarnstoff erzeugt worden, flügen also durch die Anlage 2 925 t = 1642000 m³ Reinkohlensäure mit einem mittleren organ. Schwefelgehalt von 7.7 mg/m³ = 12.6 kg organ. S, davon wurden in den beiden Kohletürmen (alt aus. 440 kg S-Kohle) 4.6 mg/m³ = 7.6 kg S und im Kontaktofen 3.1 mg/m³ = 5.0 kg S aufgenommen (510 kg Kontakt)

Bestimmung des organ. Schwefels in der Reinkohlensäure.

Ein Strom von 10 l/Std. Reinkohlensäure wird durch eine Waschflasche geleitet, in der sich eine Lösung von 20 g Cadmiumacetat, 25 g Natriumacetat und 20 cm³ Eisessig befindet. Ein gelblich-grober Niederschlag von Cadmiumsulfid zeigt anorg. H₂S an.

Der in der Waschflasche anorg. von H₂S befreiten Reinkohlensäure werden mehrere 10 l/Std. Wasserstoff beigegeben und das Gemisch durch ein auf 700 - 800° gehaltenes Quarzrohr geleitet, wobei COS und andere organ. S-Verbindungen in H₂S übergeführt werden. Da-

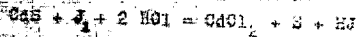
8654

Umsatz Zahlen

Tag

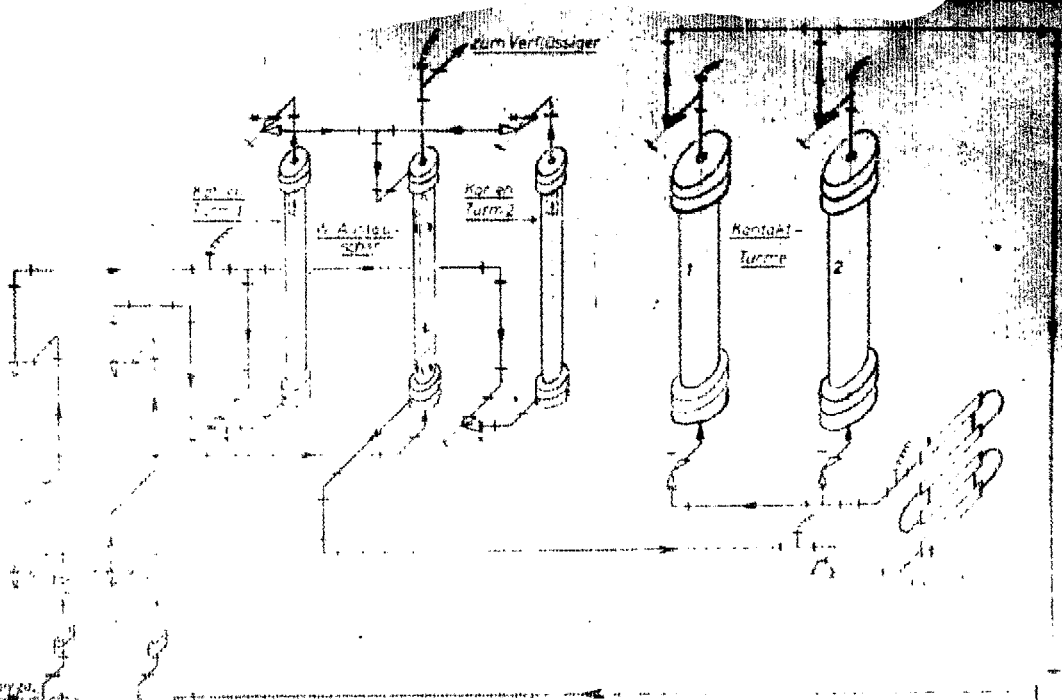
Blatt

hintergeschaltet ist ein Zerkugelrohr, das mit 50 cm³ der oben genannten Gasmittelabsetzung beschickt ist. Bei Gegenwart von organ. S-Verbindungen Sulfidniederschlag wie oben, der auf einen Mundfilter gebracht, mit Wasser essigsäurefrei gemessen und dann mit n/50-Lösungen titriert wird nach:



1 ccm verbr. Jed = 0.32 mg S.

Gittel



ARCH 2744

Kohlensäurereinigungsanlage Nr. 29