

E 30. 3439-30/501-22

des, den 30.11.

Sehr geehrter Herr Dr. Tolent

(211)

*Handwritten mark*

beide wir durch gänzlich bzw. teilweisen Streckausfall  
mehrere Tage keine Versuche durchführen konnten, war es uns  
möglich, am 29.11. mit dem neuerbauten Einrohröfen (15 mm I.W.,  
3 m Länge, 600 cm Kontaktvolumen) in Betrieb zu gehen. Der Ofen  
arbeitet technisch einwandfrei. Die Temperatur ist auf der ganzen  
Länge gleichmäßig (Umlauf, Petrochemieheizung 1 KW) und die Abscheide  
kondensieren die Produkte vollständig. Auch mit dem Versuchsverlauf  
kann man zufrieden sein. Der Kontakt (100 Fe, 5 Cu, 10 Sn, 20 Kgr,  
1,5 mm-Gr.) wurde im Ofen mehrere Stunden im Luftstrom bei 250°  
getrocknet und dann bei 210° mit Wassergas bei Normaldruck ange-  
fahren. Nach anfänglich starker Kohlendioxidbildung (Reduktion)  
begannt Synthese mit geringem Umsatz. Nach allmählicher Steigerung  
der Temperatur auf 235° wurde nach 91 Betr.-Std. bei einem Durch-  
satz von 250 l/Std und 1 Kontakt ein Umsatz von 30 % erreicht.  
Die Methanbildung betrug  $v=5,5$ , die Aufarbeitung  $X=0,35$  und die  
Ausbeute  $A=50,3$  g/cbm. Bei einem 10 cbm-Ofen ergäbe sich bei dem  
gleichen Durchsatz eine Ausbeute von rd. 3 t/td. Wir werden fest-  
stellen, ob durch weitere Temperaturerhöhung sich ein höherer Um-  
satz bei gleich günstiger Methanbildung und Aufarbeitung ergibt.  
Es ist schade, daß wir das Restgas nicht durch einen Ofen gleicher  
Baart schicken können, um zu sehen, wie weit sich das Gas durch  
eine zweite Stufe aufarbeiten läßt. Nieswand war dabei, einen  
zweiten Ofen zu bauen. Es fehlt ihm jedoch an Acetylen und Sauer-  
stoff, um diese Arbeit zu Ende zu führen. Sollte unser Aufenthalt  
noch von längerer Dauer sein, so wäre die Beschaffung dieser beiden  
Gase von größter Bedeutung, denn wir könnten dann schon hier die  
Grundlage für die erweiterte Fortsetzung unserer an anderer Stelle  
schaffen.

Die Versuche in den Laboröfen haben wir beendet, da sie zu  
sehr auf die hier dauernd auftretenden Spannungsschwankungen rea-  
gieren, sodaß es in letzter Zeit unmöglich war, irgendwelche be-  
stimmten Ergebnisse zu erzielen. Wir wollen deshalb das wenige  
Wassergas, das uns noch zur Verfügung steht für den, bzw. die Ver-  
suche im 600 cm-Ofen verwenden. Das Wassergas wird noch etwa 3  
Wochen reichen.

Außer dem Einrohröfen und den dazu gehörigen Apparaturen  
ist alles verpackt und verladebereit. Das Ferngas fehlt noch immer.

mit bestem Gruß

und

Heil Hitler!

*Handwritten signature*

P.S. Das Ergebnis nach der Temperaturerhöhung auf 235° :

$U = 37.8 \%$        $Mv = 5.1 \%$        $X = 0.88$        $A = 54.8$  g/cbm

Durchsatz: 265 l/Std. und 1 Kontakt

Wir beabsichtigen, den Versuch mit einem Kontakt mit 10 Kgr zu  
wiederholen.

Rees, den 23.X.44.

Rue

Sehr geehrter Herr Dr. Noelen!

Ihr Schreiben vom 21.11. wurde mir heute von Herrn Nieswand überbracht.

Inseere hier ergrüßten Wünschen für den Abtransport und die Weiterarbeit entsprechen den von der Direktion gebenen Richtlinien. Das Leinwandmaterial (Dschun, Jolitt, Pila, Resin-Strandete, Hochdruckarmaturen usw.) ist in Listen verpackt. Die Kältetechnikchen offen sind abgebaut.

Die Laborieren laufen mit einigen Versuchen weiter. Am Mittwoch werden wir den K 0.5ltr.-fen aufgehen. In der Werkstatt brauchen wir einen weiteren Ofen, der wesentlicher mit 250 Liter mit Strom beheizt, was ein Stahl-Reaktor am Markt die Analysen bis zum 2. durch.

Dadurch das uns kein Fernszx und Vc Flug steht, kann die Entschwerung nicht gelitten. Wenn es möglich wäre, uns einige Flaschen Ocksgas nach hier zu schicken, könnten wir wenigstens die Gasanalysen vollständig durchführen und vielleicht auch entlastet auf der Laborateure herstellen. Wir wüssten natürlich auch Analysen geben wie für die Leinwand und Gasanalyse.

Die heute ergrüßten Wünschen sind in der letzten von der Leitung übergebenen Liste, die inzwischen nicht abgeschlossen ist, zu finden. Die Liste enthält die von uns benötigten Gegenstände, die wir bei der Produktion von Ocksgas benötigen, um den Betrieb der Laborateure zu ermöglichen. Die Liste ist mit den in der letzten Liste enthaltenen Gegenständen zu vergleichen. Die Liste ist in der letzten Liste enthalten. Die Liste ist in der letzten Liste enthalten.

Die Liste ist in der letzten Liste enthalten. Die Liste ist in der letzten Liste enthalten.

Die Liste ist in der letzten Liste enthalten. Die Liste ist in der letzten Liste enthalten.

Mit besten Grüßen  
 Dr. Noelen

Oberhausen-Holteln, den 21.10.1944

Sehr geehrter Herr Dr. Lanke!

Ich hoffe, daß die kurzen Mitteilungen, welche Herr Sent von mir erhalten hat, richtig in Ihren Besitz gekommen sind. Wie ich bereits darin bemerkt habe, ist hinsichtlich der Verlagerung noch alles unbestimmt. Es ist in Aussicht genommen, daß unsere Abteilung in enger Anlehnung an eine in Mittelddeutschland neu zu errichtende Syntheseanlage untergebracht werden soll. Die Entscheidung aber, ob dieses Bauvorhaben durchgeführt werden wird oder nicht, ist noch nicht gefallen und ist voraussichtlich erst Ende der nächsten Woche zu erwarten. Wir haben aber die Zusage von Hagemann, daß wir mit den Vorarbeiten einer Verlagerung schon früher beginnen könnten, falls ein günstiger Verlauf der Verhandlungen sichtbar wird. Jedenfalls können Sie hieraus entnehmen, daß wir zur Zeit in der Angelegenheit praktisch noch nichts unternehmen können.

Hagemann hat entschieden, daß unter diesen Umständen bis zur Klärung der Lage normal weitergearbeitet werden soll, sowohl in Rees als auch in Holteln. Martin hat mir allerdings aufgetragen, vorsorglich schon mit dem Verpacken und der Vorbereitung des Verschiebens zu beginnen. Sinngemäß hätten Sie dieses also nur auf diejenigen Geräte auszudehnen, welche bei den im Gange befindlichen Arbeiten nicht benutzt werden.

Dementsprechend bitte ich Sie wie beabsichtigt, den neuen Versuch anzufahren. Ich werde mich auch bemühen noch etwas Wassergas nach dort zu bringen, kann dies aber noch nicht sicher in Aussicht stellen.

Von Hanisch haben wir noch keine Nachricht. Dörnhaus ist soeben wohlbehalten hier eingetroffen.

Mit besten Grüßen und

Heil Hitler

Ihr



Vorbereitung

100 Fe, 5 Cu, 20 Ni, 20 ...

Beurteilung des Kontaktes bei 230° in der ...

siehe Versuch 307

Vorbereitung des Kontaktes mit Wasser- ...

Einfluß von 1500 cem (C, 37 %) ...  
18 ...  
Stunden bei 250°. ...  
Durchsatz von Wasser gas unter ...  
Ausgangsmenge von 150 l/Std. ...  
50,60 ...  
vollständig verbraucht. ...  
Methanbildung auf ...  
(C, 5 %) im Endgas) gering. ...  
betrug die Methanmenge im Endgas ...  
Menge im Endgas betrug bis 6 ...  
bis 15 % ab. Nach 1 Std. wurde die ...  
brochen und die Temperatur innerhalb einer ...  
leiten von 50 l Stickstoff auf 200° herabgesetzt.

Erprobung des Kontaktes

Nach dem Herabsetzen der Temperatur auf 200° ...  
mit Stickstoff wurde mit Wassergas angefahren. ...  
stärkste Ausgangsmenge von 150 l/Std eingehalten. ...  
220° (22 Betr.-Std.) betrug der Umsatz 20% (Mv = 11, X = 0,36).  
Nach Herabsetzen des Durchsatzes von 100 l/Std ...  
200 l/Std blieb der Umsatz etwa der gleiche, die ...  
herunter (Mv = 8) und das Aufarbeitungsverhältnis ...  
auf X = 0,93. Nach Erhöhung der Temperatur auf 250° ...  
Umsatz durchschnittlich 30% (Mv = 8; X = 0,86; A = 47 g/cbm).  
Nach 72 Betr.-Std. wurde auf Synthesegas umgestellt. ...  
einem Durchsatz von 200 l/Std und 1. Kator betrug der Umsatz 32% ...  
(Mv = 7; X = 1,06; A = 47). Der Versuch wurde wegen Mangel an ...  
Wasser- bzw. Synthesegas beendet.

Beurteilung des Kontaktes

Vorbereitung mit Wassergas bei 250° während einer Stunde ergab ...  
aktiver Kontakt. Bei 230° Normaldruck, doppelter Beaufschlagung ...  
mit Wassergas U = 30; Mv = 8; X = 0,86; A = 47  
mit Synthesegas: U = 32; Mv = 7; X = 1,06; A = 47

*Leink*

Versuch 807

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Fe (Normaldruck) - Wassergasanalyse  
Normaldruck (0,42 Atmosph.)

Herstellung des Kontaktes, 27.7.41 in der 1. u. 2. W. Mitt. 1000

Zwei Nachlässen von Keller mit Lösung (1,8 kg Fe und die entsprechenden Cu- und Ca-Mengen) in vorgelegte bestehende Siedelösung (6,4 kg Fe in 10 l Wasser). Zugabe von 540 g Nickelur. Nach kurzem Erhitzen wird ein Teil der Mischung mit 1000 l heissem Weiswasser (Wasserkant 1000, 30 mg Nickel/l; Restante 22,15 deutsche Marke, 1000 ml Fe 16,30; Abgebende Marke 5,16). Nachvollziehen in 100 l Weiswasser und Kern 1000 g Nickelur. Behandlung des Kontaktes mit 70 cm<sup>3</sup> Lösung (242 g SiO<sub>2</sub>/l, 1118 g/l, 21 g/l), die vor der Lagerung auf 250 cm<sup>3</sup> verdünnt wurde, in der Kontaktierung 1000 g Nickelur. Vergleich des Kontaktes auf gleiche Weise in der Kontaktierung 1000 g Nickelur.

Vorbereitung der 3. u. 4. W. Mitt. 1000

Erhitzen von 3 Öfen (je 12 Röhre, 12 mg) mit je 1500 cm<sup>3</sup> C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> (je 1000, insges. 4,3 l C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> (2,49 kg). Aufheizen auf 250° unter Durchleiten von Kohlendioxid, Umstellung auf Wassergas. Einstellen einer konstanten Endgasmenge von 150 l/Std. je Ofen. Endgasanalysen nach 48 Stunden.

	a	b	a
CO <sub>2</sub>	19,6	21,7	21,5
CnHm	1,1	1,1	1,2
O <sub>2</sub>	0,1	0,4	0,2
CO	23,7	22,3	22,1
H <sub>2</sub>	45,1	45,9	44,3
CH <sub>4</sub>	2,9	2,9	3,4
C-Z	1,48	1,35	1,62
N <sub>2</sub>	7,5	5,7	7,3

Beendigung der Vorbehandlung nach 48 Stunden. Erkaltenlassen im langsamen Wassergasstrom.

Erprobung des Kontaktes:

Dreistufenversuch, Mitteldruck, Synthesegas

Der in den drei 16 Röhre-Öfen vorbehandelte Kontakt wurde in den gleichen Öfen erprobt. Aufdrücken von 10 atü Synthesegas und Aufheizen. Nach Erreichen von 150° Durchsatz von Synthesegas (500 l/Std) 3 Öfen waren hintereinander geschaltet, nach der 3. Stufe Aktivkohle. Langsame Temperatursteigerung bis 200° innerhalb von 12 Betr.-Std. Erstz. Probenahme nach 57 Betr.-Std., nach der 3. Stufe

( Kurve bei 570 M/Std;  $\theta = 31^\circ$ ;  $\lambda_V = 14$ ;  $\lambda = 1,12$ ). Nach 107  
Betr.-Std. war bei 100 M/Std ein  $\theta = 20^\circ$  erreicht. ( $\lambda_V = 17$ ;  
 $\lambda = 1,17$ ). Die Kurve bei 100 M/Std ist in der Abb. 10 dargestellt.  
Die Kurve bei 170 M/Std ist in der Abb. 11 dargestellt.  
Die Kurve bei 500 M/Std ist in der Abb. 12 dargestellt.  
Die Kurve bei 170 M/Std ist in der Abb. 13 dargestellt.  
Die Kurve bei 500 M/Std ist in der Abb. 14 dargestellt.  
Die Kurve bei 170 M/Std ist in der Abb. 15 dargestellt.  
Die Kurve bei 500 M/Std ist in der Abb. 16 dargestellt.  
Die Kurve bei 170 M/Std ist in der Abb. 17 dargestellt.  
Die Kurve bei 500 M/Std ist in der Abb. 18 dargestellt.  
Die Kurve bei 170 M/Std ist in der Abb. 19 dargestellt.  
Die Kurve bei 500 M/Std ist in der Abb. 20 dargestellt.

Die Kurve bei 170 M/Std:

Die Kurve bei 170 M/Std ist in der Abb. 11 dargestellt.  
Die Kurve bei 170 M/Std ist in der Abb. 11 dargestellt.  
Die Kurve bei 170 M/Std ist in der Abb. 11 dargestellt.  
Die Kurve bei 170 M/Std ist in der Abb. 11 dargestellt.  
Die Kurve bei 170 M/Std ist in der Abb. 11 dargestellt.  
Die Kurve bei 170 M/Std ist in der Abb. 11 dargestellt.  
Die Kurve bei 170 M/Std ist in der Abb. 11 dargestellt.  
Die Kurve bei 170 M/Std ist in der Abb. 11 dargestellt.  
Die Kurve bei 170 M/Std ist in der Abb. 11 dargestellt.  
Die Kurve bei 170 M/Std ist in der Abb. 11 dargestellt.

*Link*

№ 751

Lebensmittel-Labor

Kat. Nr.: 90178

Weg. Nr. FU3

Glets

100 Fe... 5... Ge 10. Co 0.30... Kge.

Halbwaagenplan-  
Mayer 1048 21/1000 g

Nass: Entwässerung - Filtration auf der Nutsche  
Wasser mit 10x10 l Wasser bei 100°C  
waschen - 100°C Wasser im 100 l Behälter  
waschen - 100°C Wasser

Feucht: Imprägnierung mit Halbwagenplan  
in der Feuchtkammer 30 Minuten

Trocken: Im Vakuum bei 110°C

Redukt: Dauer: 48 Std.

Atm. Gas: Wasserdampf

16. Reaktions-  
Ofen Temp: 250°C

Durchsatz: Minimale Durchsatzmenge 100 l/h in 1 Liter

Druck normal

	unred.	red.		ml/m
g Kal./Liter			Körngrösse	
g Fe./Liter			Fe in 2% Essig	%
Porenvolumen %			Fe-Meß, aus H <sub>2</sub> Extr.	%
			Kohlenstoff	%
Menge Kator im Ofen: je Ofen 0.83-kg (1.6 l)				





18732	Kator. 1. P. 11 25.	Gorumball 1.6 44	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6
-------	---------------------	------------------	-----	-----	-----	-----	-----

Datum	30.7.44	4.10.	5.10.	6.10.	7.10.		
Bar. h <sub>a</sub>	102	102	102	102	102		
Bar. c	1210	1220	1220	1220	1220		
Wind dir	10	10	10	10	10		
Wind force	740	740	703	710	700		
Wind dir	150	150	150	150	150		
Wind force	0.950	0.921	0.899	0.867	0.857		
Wind dir	0.299	0.261	0.262	0.265	0.272		
Wind force	0.927	0.896	0.842	0.844	0.829		
Vol% CO <sub>2</sub>	14.3	16.4	14.7	13.0	16.5	15.7	13.5
CO <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O	0.0	0.0	0.0	0.3	0.5	0.0	0.0
O <sub>2</sub>	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0
CO	17.7	26.4	27.1	22.2	22.8	25.5	27.1
H <sub>2</sub>	52.2	50.1	54.1	52.5	48.1	53.4	49.2
CH <sub>4</sub>	0.1	1.0	0.1	1.5	0.3	1.3	0.2
C <sub>2</sub>	-	-	-	1.10	-	1.61	-
Vol% N <sub>2</sub>	5.7	6.0	4.0	4.3	5.8	7.0	6.6
H <sub>2</sub> Sat. %	15.0	16.7	9.6	11.7	16.9	13.6	13.0
CO-H <sub>2</sub> Umw. % U	13.1	27.1	20.9	23.4	27.1		
CO-H <sub>2</sub> % M	30.5	17.1	15.0	14.8	19.8		
X	1.76	1.45	0.00	1.60	1.34		
Fluoresc. 2/cm sec	15.1	37.5	27.3	30.4	38.1		
S. 200-290°							
S. 210°							
S. 200°							
S. 200-290°							
S. 290-320°							
S. 320-460°							
S. > 460°							
S. > 290°							
S. 200°							
S. 200-290°							
S. 290-320°							
S. 200-290°							
S. 290-320°							
S. 200-290°							
S. 290-320°							

Kator 18732





(35)

Rees, den 17. Okt. 1944.

Sehr geehrter Herr Dr. Rees!

Ich danke Ihnen bestens für Ihr Schreiben vom 10. Oktober. Ich habe mir grosse Freude und dankbar verschafft, dass unsere Versuchsergebnisse Ihre Aufmerksamkeit erlangen. Wir sind weiter bemüht, eine für Normaldrucke am besten betrieblich geeignete Vorbehandlungsmethode zu finden. Bis noch zur Verfügung stehende Wassergas (etwa 170 cbm) benutzen wir ausschliesslich zu dem Zweck, den Reduktionsprozess mit Wassergas unter den verschiedensten Bedingungen unter Zuhilfenahme zahlreicher Gasanalysen eingehend zu studieren. Ich füge in der Anlage 1 3 Ergebnisse der ersten beiden Versuche bei.

Mit unserem Wassergasvorrat werden wir schätzungsweise noch einen Monat auskommen. Nieswand baut z. St. einen Einrohröfen mit 500 ccm Kontaktinhalt (Länge 3 m, lichte Weite 15 mm, Patronenheizung, Öl- oder Wasserfüllung). Wir können dadurch Wassergas sparen und trotzdem Versuche durchführen, die über den Masstab der Laboröfen hinausgehen. Die Öfen lassen leicht in verschiedener Höhe und verschiedenen Querschnitten bauen. Bis zur Fertigstellung des Ofens werden wir nur in Laboröfen führen. Ich bin der Überzeugung, dass wir auch hier wertvolle Erkenntnisse werden sammeln können.

In letzter Zeit habe ich mir die Frage durch den Kopf gehen lassen, welche Gesichtspunkte massgebend sein müssten, um eine abermalige Verlegung der Fe-Kontakt-Versuche schnell und erfolgreich durchzuführen. Unter Zugrundelegung der in Rees beim Aufbau und im praktischen Betrieb gewonnenen Erfahrungen, halte ich die Umstellung der Versuche auf einen kleineren Masstab für günstig. Wenn es z. B. möglich wäre, die Kontakte in den oben genannten Einrohr-Öfen mit 500 ccm Inhalt zu erproben, so würden sich folgende Vorteile ergeben:

1. Die Öfen wären leicht in eigener Werkstatt in der verschiedensten Art zu bauen. Stromverbrauch nur 1 kWh gegenüber 4.5 kWh bei den 1.5-Liter-Öfen.
2. Bei der geringen Kontaktmenge von nur 500 ccm reicht die Katorherstellung im labormässigen Masstabe aus. Hiermit ist wiederum eine wesentliche Vereinfachung des Aufbaues und eine erhebliche Einsparung an Energien verbunden.
3. Bei Aufstellung von 6 Einrohr-Öfen würde der Wassergasverbrauch sich bei doppelter Belastung nur auf 15 cbm/Tag belaufen. Einschliesslich der Laboröfen und eines 1.5-Liter-Ofens würde eine Wassergaserzeugung von 20-30 cbm/Tag ausreichen. Versuche mit höherem Gasdurchsatz wären leicht durchzuführen.

Ausgehend von dem Gedanken, die Versuche in dem oben genannten Masstabe durchzuführen, habe ich errechnet, dass der Abtransport des hierfür notwendigen Materials und der Apparaturen innerhalb von 2 Tagen in einem geschlossenen Güterwagen und einem langen Rungenwagen durchgeführt werden könnte. An Arbeitskräften wären über unsere Reeser Gefolgschaft hinaus 7 Mann erforderlich, die hier untergebracht und gepflegt werden könnten. Der Wiederaufbau wäre innerhalb von 14 Tagen nach Ankunft der Waggons möglich mit der gleichen Anzahl von Arbeitskräften möglich. In der Anlage füge ich einen Plan bei, aus dem der voraussichtliche Raum-, Energie- und Apparaturen- und Personalbedarf ersichtlich ist.

In Sa. ergeben sich folgende Zahlen: (Gaserzeugung nicht gerechnet!)

Raumbedarf:	ca. 200 qm
Strom	30 KW
Koksgas	kleine Mengen
Wasser	"
Wassergas	20 - 30 cbm/Tag
Personal	6 Angestellte, 8 männliche Hilfskräfte, 8 weibliche Hilfskräfte.

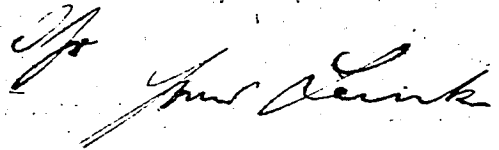
b.w.

Auf die genannte Weise liesse sich am schnellsten mit eigenen Mitteln eine Verlegung durchführen. Wenn alle kleinen Stahlflaschen mit Wassergas gefüllt werden könnten, so könnte an dem neuen Ort sofort gearbeitet werden. Vielleicht besteht auch die Möglichkeit, Wassergas aus einem in der Nähe befindlichen Gaserwerk zu beziehen und damit die eigene Gaszerzeugung einzusparen.

Der Rest der Apparaturen könnte zu einem späteren Zeitpunkt abgeholt, sichergestellt oder, falls genügende Energien zur Verfügung stehen, auch aufgestellt werden. Für diesen Fall wären nochmals ein geschlossener und ein Rungenwagen erforderlich (ohne Zep-  
pelinflaschen). Der Arbeitsaufwand betrüge 2 Tage. Die Verladung der Zepelinflaschen würde grössere Schwierigkeiten bereiten und einen weiteren Arbeitstag erfordern. In Anbetracht dessen, dass wir in den zur Verfügung stehenden Gasflaschen etwa 250 cbm Gas stapeln können, brauchten wir ~~aufwärts~~ die Zepelinflaschen nicht unbedingt mitzunehmen.

Unser Aufenthalt in Roes zeigt immer deutlicher, dass erfolgreiche Arbeit geleistet werden kann. Alle Mitarbeiter sind mit grossem Eifer bei der Sache und alle wünschen, wir könnten diese Arbeit ungestört fortsetzen. Da aber unser Hierbleiben auf die Dauer, falls sich die militärische Lage nicht grundlegend zu unseren Gunsten ändert, doch ein erhebliches Risiko einschliesst, stellt die Beschäftigung mit dem Gedanken einer weiteren Verlegung eine gewisse Notwendigkeit dar. Ich hoffe, Ihnen mit meinen Überlegungen gedient zu haben und bin

mit bestem Gruss und Heil Hitler!



352

Plan für den Neuaufbau der Eisenkontaktversuche in verkleinertem Maß-  
stabe.

Katorherstellung und analytische Untersuchung:

Wichtigste Apparaturen: Laborgeräte zum Füllen und Filtrieren  
Kleine Eisopumpe (1.3 KW)  
Trockenschrank (9KW)  
Analytische Waage  
Laborgeräte für Red.-W., Fe-,Ca-Bestimmung  
Lebertrockenschrank  
Elektrolyseapparatur

Personalbedarf: 1 Angestellter  
2 weibliche Hilfskräfte  
Raumbedarf: 30 qm

Laborversuchsöfen:

Wichtigste Apparaturen: 4 Blocköfen mit je 8 Röhren  
1 Ofen mit einem Rohr  
Hofer-Umlaufpumpe

Personalbedarf: 1 weibliche Hilfskraft  
Raumbedarf: 20 qm

Versuchsöfen:

Wichtigste Apparaturen: 6 Einrohr-Ofen mit 0.5 Ltr. Inhalt  
2 16-Rohr-Ofen mit 1.5 Ltr. Inhalt  
3 kleine Kompressoren  
2 kleine Gasometer  
1 Druckgasuhr  
Gasuhren, Strömungsmesser usw.

Personalbedarf: 1 Angestellter  
6 männliche Hilfskräfte (Wechselschicht)  
Raumbedarf: 30 qm

Gaserzeugung:

Wichtigste Apparaturen: Kleiner Hofer-Kompressor (6 cbm/Std)  
1 cbm-Gasometer ; 25 Gasflaschen (150 Nm<sup>3</sup>)  
Generator 5 " (100 Nm<sup>3</sup>)

Personalbedarf: Wechselschicht von den Versuchsöfen  
Raumbedarf: ?

Gasanalyse und Produktuntersuchung:

Wichtigste Apparaturen: 3 Orsatapparate  
1 N<sub>2</sub>-Feinbestimmungsapparat  
Destillationsapparatur; Vakuumpumpe  
Zentrifuge

Personalbedarf: 2 Angestellte  
2 weibliche Hilfskräfte  
Raumbedarf: 20 qm

Mechanische und Elektro-Werkstatt:

Wichtigste Apparaturen: Gesamtausrüstung in Kees

Personalbedarf: 1 Angestellter  
1 Elektriker  
1 männliche Hilfskraft (Schweißer)  
Raumbedarf: 40 qm

Lager und Büro:

Personalbedarf: 1 weibliche Hilfskraft  
Raumbedarf: 20 qm

Küche:

Personalbedarf: 2 weibliche Hilfskräfte  
Raumbedarf: 15 qm

Umkleide- und Waschnraum:

Raumbedarf: 20 qm

353

Rees, den 13.X.44.

Versuch 308

Der Versuch läuft z.Zt. noch.- Er wird mit dem gleichen Kontakt wie beim Versuch 307 (PM 93) durchgeführt.- Der Vorgang bei der Reduktion mit Wassergas wurde durch Probenahme in Abständen von 2 Minuten während der ersten 15 Minuten eingehend verfolgt. Das Ergebnis ist im aus dem beiliegenden Protokoll zu ersehen.- Nach 60 Minuten wurde die Vorbehandlung abgebrochen. Der Ofen wurde mit Stickstoff gespült und die Temperatur auf 200° herabgesetzt. Nach der Umstellung auf Wassergas wurden Proben gezogen. Bis 220° waren die Umsätze gering. Bei 230° jedoch war das Ergebnis schon recht zufriedenstellend. Bei einem Durchsatz von etwa 200 l/h und 1 Kontakt ergab sich ein Umsatz von 24 % ( $N_v = 15$ ;  $X = 0.89$ ;  $A = 35$ ).-Ohne Temperatursteigerung stieg der Umsatz innerhalb von 18 Betr.-Std. auf 34 % ( $N_v = 9$ ;  $X = 0.90$ ). Weitere Analysen liegen noch nicht vor, die dieses Ergebnis bestätigen. Es ist jedoch bestätigt, dass bei einer Gasgeschwindigkeit von etwa 200 l/h und 1 Kontakt ein Verbrauchsverhältnis von  $X = 0.9$  erreicht werden kann. Bei einem Umsatz von etwa 30 % würde ein 10-cbm-Ofen mindestens 2 tato erzeugen. Wegen des guten Ergebnisses werden wir den Versuch noch eine zeitlang fortsetzen und u.U. eine kurze Zeit mit Synthesegas fahren.

Weitere Vorbehandlungsversuche führen wir z.Zt. in den Laboröfen mit einem Kontakt, der nur 10 Kgr. enthält, u.a. bei extrem niedrigen Temperaturen durch. Auch hier verfolgen wir die Vorgänge eingehend durch Gasanalysen.



P.S. Soeben erhalte ich die neueste Analyse vom Versuch 308  
-230°; 49 Betr.-Std.; Durchsatz 230 l/h und 1 Kontakt  
 $U = 29.7$ ;  $N_v = 5$ ;  $X = 0.84$ ;  $A = 47.3$







(950)

Reos, den 13.X.44.

Versuch 807

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Natronlaugefüllung), 1 g KOH-Inntragn.

Herstellung des Kontaktes PK 83 in der Motorwerkstatt Reos

Einlaßfenlassen von heisser Nitratlösung ( 1.8 kg Fe und die entsprechenden Cu- und Ca-Mengen in 50 l Wasser) in kochende Natrolauge ( 4.1 kg NaOH in 46 l Wasser). Zugabe von 540 g Kieselgur. Nach kurzem Röhren Filtration auf der Nutsche. Waschen mit 10 x 10 l heissem Leitungswasser. Aufschlüssen in 100 l heissem Leitungswasser und abermaliges Abnutschen. Behandeln des Kontaktkuchens mit 540 ccm Kalilauge (18 g KOH) in der Knetmaschine während/einer Stunde. Streichen des Kuchens auf Bleche. Trocknen im Trockenschrank bei 120° während 16 Stunden. Körnung auf 3 mm.

Erprobung des Kontaktes im 16-Rohr-Ofen

Einfüllen von 1.6 l (0.82 kg) unreduzierten Kontakt in den Ofen. Trocknen des Kontaktes mit Luft (1500 l/h) bei 250° während 12 Std. Ausspülen des Ofens mit 100 l Stickstoff (30 Minuten). Anfahren mit Wassergas bei 250° unter Einhaltung einer konstanten Endgasmenge von 150 l/h.- Nach 12 Minuten wurde die erste Probe gezogen. Sie zeigte, dass CO und H<sub>2</sub> im Verhältnis X=1.08 verbraucht wurden. Die Methanbildung war praktisch Null. Die gebildete CO<sub>2</sub> rührt sicherlich zum grössten Teil von der Reduktion des Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> her. Auch der Wasserstoff scheint sich an der Reduktion zu beteiligen. Nach 25 Minuten war die starke CO<sub>2</sub>-Bildung beendet. Normale Synthese scheint einzusetzen. Nach anfänglich geringen Umsätzen war nach etwa 4 Betr.-Std. ein solcher von 61 % erreicht ( Mv = 20 ). Das Verbrauchsverhältnis lag günstig (X = 0.78). Der Gasdurchsatz betrug etwa das 1.35 bis 1.4-fache des normalen. Nach weiterer Steigerung des Umsatzes bis 65 % trat allmählig Abfall ein, der besonders nach 30 Betr.-Std. stärker wurde. Nach 46 Betr.-Std. (U = 46; Mv = 28; X = 0.71) wurde der Versuch beendet.

Versuchsergebnis:

Bei 250° erfolgt mit Wassergas innerhalb von etwa 20 Minuten Reduktion des Kontaktes. Es entsteht dabei CO<sub>2</sub> und wahrscheinlich wird auch Wasserstoff verbraucht. Dann beginnt unter langsamem Ansteigen des Umsatzes die Bildung von Kohlenwasserstoffen. Es lassen sich bei 250° und Anwendung des 1.4-fachen Durchsatzes (140 l/ Std u. Liter Kontakt) Umsätze bis zu 65 % erzielen (Mv = 24; X = 0.77; A = 89). Danach tritt aber allmählig Abfall des Umsatzes bis auf 46 % ein. Die Methanbildung steigt. Da der Versuch nur dazu dienen sollte, den Vorgang bei der Reduktion genauer kennenzulernen, wurde der Versuch nach 46 Betr.-Std. beendet.

*Reos*

№ 757

~~Lab. No. 100 Fe...~~

Kat. №: PVP3

Weg. №. 807

Sub

100 Fe... v. Ge. P. Co. O. v. O. Kge.

100 K<sub>2</sub>O<sub>4</sub>-  
Impprägn.

Nass:

Fällung mit NaOH

Waffeln mit Leichingsoffen (Reis.)

10x10 L, - Diffusionsrohr in

100 L Leichingsoffen.

Feucht:

Impprägnierung mit KOH

in der Kondensförm 1 Pt

Trocken:

Kondensförm 120° 16 Pt

Redukt:

Dauer:

Waffeln gasverdrängend

№

Gas:

N<sub>2</sub> 16 Kopf - Ofen

Temp:

250°

Durchsatz:

150-200 l/h in l. S. entlast

Druck

normal

	unred.	red.		
g. Kat./Liter			Korngröße	3 mm
g Fe/Liter			Fe in 2% Essig. ll	%
Porenvolumen %			Fe-Met. aus H <sub>2</sub> Erzw.	%
			Kohlenstoff	%
Menge Kator im Ofen:			0.8 kg Zinkstein (1.6 l)	





N 752		Water. No. PNP3				Glycerol 1.6 liter		16.25 g		Viscosity 17 Pp 3	
Datum		9.5.	9.5.	9.5.	9.5.	9.5.	9.5.	10.5.			
Rate An		24.5	24.5	26.5	28.5	30.5	32.5	46.5			
Temp °C		250°	250°	250°	250°	250°	250°	250°			
Pressure at											
at inlet											
at outlet		272/132	274/135	272/132	272/135	271/129	272/129				
Shell 1-X											
R <sub>1</sub>		0.676	0.685	0.735	0.695	0.742	0.676				
x R <sub>2</sub>		0.687	0.670	0.684	0.682	0.710	0.752				
Vol % CO <sub>2</sub>		7.52	2.8	2.9	2.2	2.6	25.0				
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>		0.0	1.9	1.4	2.0	1.4	0.6	0.1			
O <sub>2</sub>		0.0	0.1	0.0	0.2	0.0	0.1	0.0			
CO		37.5	12.5	15.0	14.3	15.0	18.4	19.4			
H <sub>2</sub>		49.7	44.8	41.7	42.2	42.9	43.6				
F											
C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>		0.2	5.8	5.1	5.5	5.0	5.1	4.8			
C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>		1.85	1.96	1.88	1.95	1.62	1.69				
Vol % N <sub>2</sub>		5.0	7.4	7.3	6.8	7.2	6.7	7.4			
M <sub>2</sub> Feedings %											
CO <sub>2</sub> - H <sub>2</sub>											
Amalg % U		57.3	56.4	56.1	55.3	50.2	46.6				
Coal											
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> % M		25.5	21.7	24.1	22.0	26.2	28.2				
100											
H <sub>2</sub> X		0.73	0.79	0.77	0.77	0.79	0.71				
Feedings											
2/cm sec		77.1	79.2	76.4	78.2	66.3	59.9				
L. Prod #/hr											
GASOL. Yield											
- 200°											
200-290°											
290-320°											
320-460°											
> 460°											
Dist > 290°											
- 200°											
200-290°											
290-320°											
Oxide 0-nalips											
- 200°											
220-320°											

*Frank*







Reesden 10.X.44.

Sehr geehrter Herr Dr. Roelen!

Seitdem uns bekannt wurde, dass wir aus Holten vorläufig kein Wasser- und Synthesegas mehr erhalten würden, haben wir den Versuch im luftgekühlten Ofen, der sehr viel Gas verbraucht, abgesetzt. Auch den Dreistufenversuch haben wir beendet, da keine neuartigen Ergebnisse mehr zu erwarten waren.- Es stehen uns z.Zt. noch zur Verfügung etwa 180 cbm Wassergas und 25 cbm Synthesegas. Ausser den Laboröfen von Herrn Grüter ist ein 1.5-Ltr.-Ofen in Betrieb, in dem wir unter genauer gasanalytischer Auswertung die Vorgänge bei der Wassergasvorbehandlung verfolgen. Es scheinen sich interessante Gesichtspunkte zu ergeben, sodass wir hoffen, bald eine Aktivierungsmethode für den Fe-Normaldruckkontakt zu erhalten.- Die Kontaktfällung geht weiter. Es müssten nur bald Fällmittel (z. B. NaOH) nach hier geschickt werden.- Sonst ist hier alles in bester Ordnung. Sobald über die Vorbehandlungsversuche klare Ergebnisse vorliegen, was in nächster Zeit der Fall sein wird, werde ich darüber berichten.

Heil Hitler!

*Wenk*

1933  
Hees, den 7. X. 44.

Sehr geehrter Herr Dr. Woblers!

Beiliegend übersende ich Ihnen einen Bericht vom  
September.

Bei dem Dreistufenversuch mit Synthogas liess sich  
maximal nur ein Verbrauchsverhältnis von  $K = 1.04$  erreichen. Wir  
haben die Temperaturen nochmals etwas erhöht und trotzdem keine  
wesentliche Besserung des Prozesses erhalten. Es wäre denkbar, dass  
in 1.5-Liter-Ofen ein besseres Ergebnis erzielt werden könnte, besonders im  
Hinblick auf den Umsatz, der vielleicht auch bei der hohen  $K$ -  
Geschwindigkeit auf  $K = 2.0$  ein Verbraucherverhältnis. Die Durchführung  
eines solchen Versuches wäre allerdings grosse Schwierigkeiten,  
wobei sich nicht ausschliesst, die Ofen zum Teil zu füllen.  
Im Luftverhältnis oben läuft jetzt ein Versuch bei  $250^\circ C$ .  
bei  $250^\circ C$ . Der Umsatz ist noch sehr niedrig ( $K = 0.34$ ), das Verbrauchs-  
verhältnis ist jedoch einigermaßen zufriedenstellend ( $K = 0.34$ ).  
Die Methanbildung liegt bei  $KV = 25\%$ . Die Belastung ist die 1.6-  
fache der normalen. Wir werden die Temperatur weiter erhöhen.  
In einen 1.5-Liter-Ofen wollen wir morgen einen mit NaOH-  
gefällten Kontakt mit Wassergas vorbehandeln, da bisher alle Vor-  
behandlungen nur mit sodagefällten Kontakten durchgeführt wurden.

Heil Hitler!



Rees, den 7.X.44.

Monatsbericht September 1944

Übersicht über die Aufbaumarbeiten in Rees:

- 24.9. Beginn der Demontage in Holten
- 1. 9. Umspannstation fertiggestellt
- 5. 9. Erster Versuchsofen angefahren.-Gasanalyse in Betrieb
- 17.9. Anfahrt der Laboröfen.-Wassergas aus Holten mittels Hoferkompressor in die Zeppelinflaschen gedrückt
- 20.9. Katorwerkstatt in Betrieb
- 22.9. Dreistufenversuch, 10 atü mit Synthesegas angefahren
- 23.9. Probelauf des luftgekühlten Ofens
- 25.9. Luftgekühlten Ofen mit Kontakt angefahren

Synthese mit Fe-Kontakten bei 10 atü mit Synthesegas im geraden Durchgang und erhöhtem Gasdurchsatz

3 Öfen (je 16 Rohre, 12 mm  $\varnothing$ , 1 m Länge) wurden mit je 1.6 l Kontakt (100 Fe, 5 Cu, 10 CaC, 30 Kgr, Kaliwasserglasimpr.) gefüllt und einzeln 48 Std. mit Wassergas bei 250° vorbehandelt. Nach dem völligen Abkühlen wurden die Öfen hintereinander geschaltet und mit einer Gesamtbelastung von 810 ml/Std (170 ml/Std. und 1 Kontakt) unter 10 atü mit Synthesegas bei langsamer Steigerung der Temperatur angefahren. Nachdem nach 107 Betr.-Std. alle 3 Stufen eine Temperatur von 210° erreicht hatten, betrug der Umsatz insgesamt 40% (Mv=17%; X=1.73; A=53 g/cbm). Durch weitere Erhöhung der Temperatur (1. Stufe: 225°; 2. und 3. Stufe: 220°) konnte der Umsatz nur auf 58% gesteigert werden. Die Methanbildung betrug 23%. Das Verbrauchsverhältnis ging über X=1.54 nicht hinaus. Die berechnete Ausbeute betrug 73 g/cbm.

Die Untersuchung der einzelnen Stufen ergab folgendes Bild:

	Zwischen Eingang und 1. Stufe	Zwischen 1. Stufe und 2. Stufe	Zwischen 2. Stufe und 3. Stufe	Zwischen Eingang und 3. Stufe
% U	23.4	28.3	23.8	58.2
% Mv	18.8	25.4	25.4	22.8
X	1.60	1.45	1.62	1.54
A	30.8	30.7	22.4	72.7
% Kontraktion	16	16	13	39

Die CO/H<sub>2</sub>-Verhältnisse betragen:

- Im Eingangsgas 1 : 2.1
- Im Gas nach der ersten Stufe 1 : 2.3
- Im Gas nach der zweiten Stufe 1 : 2.8
- Im Gas nach der dritten Stufe 1 : 3.4

Synthese mit Fe-Kontakten bei Normdruck

a) in Laboröfen (Grüter)

Es wurde der Einfluss der Wassergasvorbehandlung auf die Aktivierung der Kontakte untersucht:

Kontakt: 100 Fe, 5 Cu, 10 CaC, 50 Kgr (Sodafällung), 0.5 % KOH Imprägn.

Wassergasvorbehandlung: 200°; 300 l/Std und 50 ccm Kontakt, 6 Std

Synthesetemp. 220°; 44 Betr.-Std.;  $U=31.5$ ;  $Mv=2.4$ ;  $X=0.59$   
 Wassergasverbeh. galtung: 220°; 3 1/Std. und 50 ccm Kontakt; 34 Std  
 Synthesetemp. 220°; 72 Betr.-Std.;  $U=19$ ;  $Mv=19$ ;  $X=0.57$

Die Kontakte

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Soda-füllung), 3 1/2 h.-Impr.  
 100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 10 Kgr (Soda-füllung), 1 1/2 h.-Impr.

Kontakte durch Behandlung mit Wassergas bei 220° und 70 l/Std. und 50 ccm Kontakt ~~durtxtx~~ während 6 Std. ~~berst~~ aktiviert werden, dass die Umsätze von etwa 50% und Ausbeuten von etwa 100 g/cbm ergeben.

Bei Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit wurden die Kontakte nach kurzer Zeit inaktiv.

b.) in 1.5 l-Ofen (16 Rohre, 12 mm φ)

Der Kontakt

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr, Kolliwasserglasimpr.

wurde im Ofen bei 250° mit Wassergas angefahren. Der Umsatz war Anfangs gut (55%), ging aber nach kurzer Zeit zurück. Das Verbrauchsverhältnis war schlecht. (Vers. 3C1)

Mit Kontakt mit der gleichen Zusammensetzung wurde bei 130° mit Wassergas unter allmählicher Temperatursteigerung gefahren. Bei Anwendung höherer Kontaktbelastungen (250 bis 300 l/Std und 1 Kontakt) ergaben sich Umsätze von etwa 30% ( $Mv=20$ ) und Verbrauchsverhältnisse von 0.3 bis 0.9 (Vers. 3C2)

c.) im luftgekühlten Ofen

Der Ofen wurde mit 9 l Kontakt (100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr, Kolliwasserglasimpr.) gefüllt und unter Durchleiten von Wassergas schnell bis 200° und dann langsam steigend bis 250° hochgefahren. Der Durchsatz lag bei etwa 140 l/Std. und 1 Kontakt. Der Umsatz betrug bei 250° 31%. Die Methanbildung war sehr hoch ( $Mv=55%$ ). Nach kurzer Betriebszeit wurde erschwerter Gasdurchgang beobachtet. Beim Öffnen des Ofens zeigte es sich, dass Kohlenstoffabscheidung eingetreten war. Aus der Tatsache, dass der gleiche Kontakt unter gleichen Temperaturbedingungen im ölbeheizten Ofen gefahren worden war, ohne Kohlenstoff-~~abscheidung~~ ~~abscheidung~~ abscheidung auszulösen, muss geschlossen werden, dass die Luftkühlung nicht in der Lage war, die Reaktionswärme ausreichend abzuleiten, bzw. der Kontakt zu empfindlich gegen Überhitzungen war. Es besteht die Möglichkeit, dass die Kontaktschädigung durch die während der Laufzeit stattgefundenen 5 Ausfälle des Ventilators (jeweils etwa 7 Minuten) hervorgerufen wurde.

Erprobung des luftgekühlten Ofens (L.G.1)

Die Apparatur bestand aus einem Heissluftventilator, in dessen Ansaugleitung sich 4 Ruudbrenner befanden. Die Rauchgase und die durch die Flammen erhitzte Luft wurden mittels des Ventilators durch den Ofen gefördert. Der Ofen bestand aus 9 Syntheserohren (je 22 mm  $\varnothing$  und 3 m Länge), die von dem Heissluftmantel umgeben waren. Um den Mantel war eine Isolierung gelegt. Auf den Isoliermantel folgte ein Luftmantel, der durch eine Clumlaufheizung indirekt beheizt werden könnte. Dann folgte nochmals eine Isolierung. Um eine gleichmässige Temperatur im Ofen zu erzeugen, war eine Luftmenge von 200-230 cbm erforderlich. Die Brenner verbrauchten 5;5 cbm Gas/Std. Beim Aufheizen des Ofens ohne Kontakt betrug der Temperaturunterschied zwischen Ofen oben und Ofen unten ohne Aufheizung des ~~xxx~~ ölbeheizten Ausgleichmantels 14°, bei Benutzung des Ausgleichmantels konnte die Differenz auf 3° herabgedrückt werden. Beim Betrieb des Ofens mit Kontakt lag die Temperatur im Ofen oben um 3-5° niedriger als in der Mitte, da der obere Teil ~~xxxx~~ der Syntheserohre nicht mit Kontakt gefüllt war. Die Tempera-

(169)

turen an den mittleren Begetellen im Ofen stimmten praktisch überein. Die Temperatur, Ofen unten lag um etwa 2° niedriger als in der Mitte. Die Einhaltung genauer Temperaturen bereitete keine Schwierigkeiten. Bei Stromausfall wurde sofort die Zufuhr von Wassergas abgestellt und die Flammen gelöscht.

#### Kontorwerkstatt (Kino)

Es wurden folgende Kontakte hergestellt:

100 Pp, 5 Cu, 10 CaO, 30 Agr, Sodafällung, Kaliwasserglasimpr.	
" " " " " " " " " " " "	1 : KOH-Impr.
" " " " " " " " " " " "	1 : KOH-Impr.
" " " " " " " " " " " "	5 Kgr. Ammoniumkarbonat-Plig., 1 : KOH-Impr.

#### Gasanalyse (Gronemann)

Es wurden etwa 140 Vollanalysen ausgeführt.

#### Zusammenfassung

1. Ein Dreistufenversuch mit Synthesegas bei 10 atü und Anwendung von erhöhtem Gasdurchsatz ergab bei 58 % Umsatz ein Verbrauchsverhältnis von  $X = 1.54$ . Das angebotene Synthesegas hatte ein  $\text{CO}/\text{H}_2$ -Verhältnis von 1 : 2.1
2. Bei Versuchen in Laboröfen konnte die bereits von Herrn Hanisch gefundene Aktivierung von Fe-Kontakten durch Anwendung sehr hoher Strömungsgeschwindigkeiten bei der Wassergasvorbehandlung eindeutig bestätigt werden. Bei Anwendung einer Temperatur von 200° und einer Strömungsgeschwindigkeit von ~~6000~~ 6000 Liter Wassergas pro Stunde und Liter Kontakt konnte nach 6 Stunden ein Kontakt erhalten werden, der bei 220° einen Umsatz von etwa 60 % ergab. Das Verbrauchsverhältnis wurde durch diese Behandlungsart ~~nicht~~ gegenüber den mit Wasserstoff reduzierten Kontakten nicht verbessert.
3. Durch einen Versuch in einem 1.5-Liter-Ofen konnte gezeigt werden, dass bei Erhöhung des Durchsatzes auf das 2.5 bis 3-fache des normalen eine Erhöhung des Verbrauchsverhältnisses erreicht werden kann ( $X = 0.8$  bis 0.9). Die Umsätze waren bisher noch niedrig (etwa 30 %) und die Kontakte scheinen bei dieser Fahrweise keine grosse Lebensdauer zu besitzen.
4. Ein im luftgekühlten Ofen gefahrener Kontakt zeigte nach kurzer Betriebsdauer Kohlenstoffabscheidung. ~~Ein~~ ~~Entz~~ ~~ziehung~~ ~~xx~~
5. Im luftgekühlten Ofen konnte zufriedenstellender Temperaturausgleich zwischen Ofen oben und Ofen unten erzielt werden. Die Temperatur liess sich genau einstellen, und über lange Zeit konstant halten.



367

Bei ...  
 $\mu = 2.33$   
 $\sigma = 0.1$   
 $\sigma = 0.1$   
 $\sigma = 0.1$

und ...  
 $a = 2.1$      $b = 3.2$      $c = 2.33$      $d = 4.4$      $n = 2.1$

Wenn bei 4 ...  
 Nimmt man an, dass A ...  
 würde bei einem ...  
 A = 12,5 betragen, d ...

1

am 27. 11. 1941.

Sehr geehrter Herr Dr. Meelen!

Da es mir in Folge der unkontrollierten Vermittlung in der Höhe statt erwarteter Bombardierungen nicht möglich ist, über den Fortschritt der Ruhrchemie Tätigkeiten zu berichten, möchte ich Ihnen auf die am Tage ein kurzes Bild über die Lage in der Fabrik geben.

Das allgemein ist festzustellen, daß die feindliche Lufttätigkeit, insbesondere durch Jagdbombenverbände, sich laufend verstärkt. Unsere aus Holten mit dem Flugzug kommende Fliegerstaffel, wurde heute morgen zwischen Ennsberg und Haldern durch hierlieger beschossen. In den Feldern blieben verletzte Reisende liegen; unsere Flieger setzten ihnen Weg nach dort und konnten erst um 10.00 Uhr ihre Arbeit aufnehmen. Durch die gestrige und besonders die am heutigen Vormittag nachkommenden Flieger laufend beschossen wurden, ist mit einem Anhalten dieses Zustandes zu rechnen.

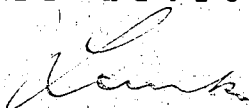
Während ich es bisher verantworten zu können glaubte, die Gefolgschaft bei Fliegeralarm weiterarbeiten zu lassen, sind mir durch die verstärkte Lufttätigkeit und die deutlich wahrnehmbaren Bombardierungen in der näheren Umgebung Bedenken gekommen. Da die alarmfreie Zeit praktisch nur wenige Stunden am Tage beträgt, würde eine Unterbringung im inzwischen ausgebauten Luftschutzkeller eine kaum tragbare Einschränkung unserer Arbeiten bedeuten. Die Frontnähe bringt es mit sich, daß hier praktisch kein Unterschied zwischen öffentlicher Luftwarnung, Vorentwarnung und Fliegeralarm besteht.

Wir werden bei Bestehen bleiben der augenblicklichen Lage weiter voll arbeiten, bitten aber für den Fall einer weiteren Verschärfung um entsprechende Anweisungen.

Herr Lanisch ist leider seit gestern an einer schweren Blutvergiftung erkrankt und bittet um möglichst baldigen Rücktransport zu seinen Schwiegereltern nach Mühlheim.

Sämtliche Versuche und die Kontaktherstellung laufen planmäßig. Gestern und heute hatten wir während des Alarms mehrfach für kurze Zeit Stromausfall. Der luftgekühlte Ofen ist seit 25 Stunden mit Kontakt angefahren und läuft zur vollen Zufriedenheit. Die Temperaturunterschiede zwischen oben und unten betragen etwa 5°. Der 3-Stufenversuch mit Synthesegas läuft ebenfalls.

Heil Hitler!



Hees, den 20. September 1944.

Herrn

Dr. K o e l e n

#### I. Stand der Aufbaumassnahmen

I. Luftgekühlter Ofen: Aparatur fertiggestellt bis auf Isolierung des Ofenbodes, Ventilator probe-einlaufen, desgleichen Gelheizung für Zwische mantel. Spätestens Sonnabend dieser Woche wird der Ofen wärmetechnisch ohne Kontaktfallung erprobt werden; Mitte der nächsten Woche wird der Ofen mit Kontakt gefüllt werden können.

II. Ofen für Mitteldruckversuch mit Synt esegas: Drei Ofen zu je 1.5 Ltr. Inhalt stehen anfahrtsbereit. Sobald Kontakt vorhanden, erfolgt An-fahrt, wahrscheinlich Sonnabend.

III. Katorwerkstatt: Heute wurde die erste Charge gefüllt. Schwierigkeiten traten nur bei der Kondensatbeschaffung ein, da Oldenkott zur Zeit Stillstand hat. Morgen wird mit Holtener Kondensat gewaschen.

IV. Gasbeschaffung und Lagerung: Großer Hoferkompressor arbeitet einwandfrei und mit ausreichender Leistung. Eine Zepelinflasche ist bis 100 atü gefüllt, die 2. wird zur Zeit aufgedrückt.

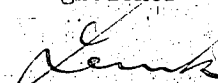
V. Ofenraum: Seit 16.9.44 mit zwei Rohren im Betrieb. Weitere Rohre können angefahren werden.

VI. Gasanalyse: Voll im Betrieb.

#### 1. Stand der Versuchsarbeiten

In einem 1.5 Ltr. Ofen wird ein Kontakt bei Normaldruck mit Wassergas gefahren. Es könnte festgestellt werden, dass bei 2,2-facher Belastung sich ein Aufarbeitungsverhältnis von  $X = 0.9$  bis  $1.0$  erreichen lässt. Der Kontakt wurde ~~xxx~~ mit Wassergas vorbehandelt. Die Temperatur liegt zur Zeit bei  $230^{\circ}$ , der Umsatz ist niedrig, ( $U = 25\%$ ) die Methanbildung verhältnismäßig gering ( $Mv =$  etwa  $10\%$ ). Beim Herabsetzen auf Normalbelastung trat bei unwesentlicher Umsatzsteigerung Verschlechterung im Verbrauchsverhältnis ein. Trotz des niedrigen Umsatzes erscheint der Versuch geeignet, weitere Kenntnisse über die Abhängigkeit des Verbrauchsverhältnisses von der Gasbelastung zusammenzufassen. Die Temperatur wird weiterhin gesteigert werden, gegebenenfalls auch der Durchsatz.

Die auf Anregung von Herrn Henisch wiederholten Versuche über den Einfluss der ~~xxx~~ Strömungsgeschwindigkeit bei der Wassergasvorbehandlung könnte das bereits in Holtenerhaltenen Ergebnis bestätigt werden: Demnach ergibt eine Vorbehandlung mit höherer Strömungsgeschwindigkeit ( $300$  l/Std. und  $50$  cm Kontakt) einen wesentlich aktiveren Kontakt als eine solche mit normaler Strömungsgeschwindigkeit bei gleicher Temperatur ( $200^{\circ}$ ).



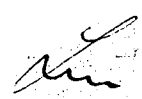


Stand der Fe-Kontaktversuche.

1. Gerader Durchgang, 10 atü: Es hat sich herausgestellt, dass der mit Kaliwasserglas imprägnierte Kontakt schlecht wiederholbar ist (wahrscheinlicher Grund: uneinheitliche Zusammensetzung des Kaliwasserglases und Verunreinigungen desselben durch Na). Es wird deshalb zur Zeit versucht, das Wasserglas durch KOH oder  $H_2CO_3$  zu ersetzen. Auch diese Kontakte geben, mit Wassergas bei 250° vorbehandelt, ein günstiges X. Die Methanwerte bei diesen, wie auch bei den Wasserglaskontakten, liegen immer noch ziemlich hoch. Bisher hat keine Variation der Vorbehandlung diesen Nachteil beseitigen können. Das Versuchsprogramm ist jedoch noch keinesfalls erschöpft. Es wird in folgender Richtung weiter gearbeitet: kombinierte Vorbehandlung mit Kohlendioxyd, Wassergas und Wasserstoff bei verschiedenen Temperaturen, über verschieden lange Zeiten usw; Imprägnierung mit Kaliumhydroxyd, Pottasche usw; Herabsetzung des Kieselgurgehaltes auf 10 Kgr. -
2. Kreislauf, 10 atü: der mit Synthesegas im MR-Ofen laufende Versuch hat bei 210° 70% Umsatz und ein X von 1,6. Die Methanbildung ist hoch (Mv = 18). - Der Kontakt F 2093 läuft nach wie vor mit gutem Umsatz, niedrigem Methan und günstigem Verbrauchsverhältnis. Es wird weiterhin versucht, diesen Kontakt zu reproduzieren.
3. Gerader Durchgang, Normaldruck: der erste Versuch wurde nach 500 Stunden abgebrochen (U = 58; Mv = 14; X = 0,6). - Zur Zeit läuft ein Kontakt im MR-Ofen, der nach Wasserstoffreduktion ebenfalls einen Umsatz von 60% gibt. - Demnächst soll ein Kontakt mit 10 Kgr eingelegt werden.

Unter der Voraussetzung, dass die Methanbildung bei dem Reichsamtversuch sich nicht doch noch im Laufe der Zeit erhöht hätte, wäre es denkbar, dass das  $CO_2$ -freie Wassergas einen Einfluss auf die Methanbildung ausübt. Die Ofenkonstruktion oder die Anfahrt verantwortlich zu machen, halte ich nicht für wahrscheinlich.

Vor einigen Tagen rief Herr Dir. Hagemann an und erkundigte sich nach der Iso-Synthese, worüber ich ihm nähere Angaben nicht machen konnte, und nach dem Stand unserer drucklosen Versuche mit Eisenkontakten. Kölbl hat mitgeteilt, dass er durch eine besondere Art der Vorbehandlung in der Lage wäre, einen dem Kobaltkontakt weitgehend ebenbürtigen Fe-Kontakt herzustellen, der bei 215 - 220° arbeite und die gleiche Lebensdauer wie der Kobaltkontakt besäße. Herr Dir. Hagemann hielt es für angezeigt, möglichst bald auch von uns aus Ergebnisse über diesen Gegenstand bekanntzugeben.



Stand der drucklosen Syntheserversuche mit Fe-Kontakten.

Die nachfolgenden Kontakte wurden zuerst eine Stunde lang bei 300° mit  $H_2N_2$ -Gemisch reduziert und dann 240 - 400 Stunden lang bei 150° mit Wassergas vorbehandelt:

	PN 32	PN 43	PN 46	PN 46a	PN 47
Betr.-Std.	1000 <sup>l</sup>	464	464	350	464
Temp.	225°	220°	220°	215°	220°
U	61,0	64,2	56,7	57,5	66,8
X	0,63	0,65	0,59	0,52	0,68
Mv	26,4	22,5	17,4	17,2	13,8
A <sub>1</sub>	81,0	91,0	85,3	84,0	105,0

Der Kontakt PN 46a wurde nicht mit Wassergas vorbehandelt, sondern nur bei 300° mit  $H_2N_2$ -Gemisch reduziert und gilt als Vergleichsversuch. Die Wassergasvorbehandlung zeigt demnach bis jetzt bei einer vorhergehenden Wasserstoffreduktion keinerlei Vorteile.

Methanisierung.

Die Ruhrgas teilte uns telefonisch folgende Termine für die Kontaktbelieferung mit: bis Ende Juni für Düsseldorf, Zersetzer 450 l, Syntheseöfen 3 x 160 l.

Bis Ende Juli für Dresden, Zersetzer 2 x 450 l, Syntheseöfen 6 x 160 l.

Für Anfang August für Zecke Karolinenglück, Zersetzer 2 x 450 l, Syntheseöfen 6 x 160 l.

In sechs Anlagen sind die gewünschten Vergleichsnachrechnungen beigelegt.

*He*

212

Stand der drucklosen Synthesversuche mit Fe-Kontakten.

Die nachfolgenden Kontakte wurden zuerst eine Stunde lang bei 300° mit  $H_2N_2$ -Gemisch reduziert und dann 240 - 400 Stunden lang bei 150° mit Wassergas vorbehandelt:

	PN 32	PN 43	PN 46	PN 46a	PN 47
Betr.-Std.	1000	464	464	350	464
Temp.	225°	220°	220°	215°	220°
U	61,0	64,2	56,7	57,5	66,8
X	0,63	0,65	0,59	0,52	0,68
Kv	26,4	22,5	17,4	17,2	13,8
A <sub>1</sub>	81,0	91,0	85,3	84,0	105,0

Der Kontakt PN 46a wurde nicht mit Wassergas vorbehandelt, sondern nur bei 300° mit  $H_2N_2$ -Gemisch reduziert und gilt als Vergleichsversuch. Die Wassergasvorbehandlung zeigt demnach bis jetzt bei einer vorhergehenden Wasserstoffreduktion keinerlei Vorteile.

Methanisierung.

Die Ruhrgas teilte uns telefonisch folgende Termine für die Kontaktbelieferung mit: bis Ende Juni für Düsseldorf, Zersetzer 450 l, Syntheseöfen 3 x 160 l.  
Bis Ende Juli für Dresden, Zersetzer 2 x 450 l, Syntheseöfen 6 x 160 l.  
Für Anfang August für Zecke Karolinenglück, Zersetzer 2 x 450 l, Syntheseöfen 6 x 160 l.

In sechs Anlagen sind die gewünschten Vergleichsnachrechnungen beigelegt.

*Haus*

373

Oberhausen-Mothen, den 26.9.1944.  
Abtlg. F.L.

Versuch 796

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Soda-fällung) Kaliwasserglasimprägnierung (0,45 K/100%)

Herstellung des Kontaktes PN 74 in der Katorwerkstatt

Einlaufenlassen von heißer Nitratlösung (1,9 kg Fe) und die entsprechenden Cu- und Ca-Mengen in 50 Ltr. Wasser) in vorgelegte kochende Sodalösung (6,4 Kg Soda in 50 Ltr. Wasser). Zugabe von 540 g Kieselgur. Nach kurzem Rühren Filtration auf derutsche. Waschen mit 10x10 Liter heißem Kondensat. Aufschlüssen in 100 Ltr. Wasser und abermaliges Abnutschen. Behandeln des Kontaktkuchens mit 72 ccm Kaliwasserglaslösung. Behandeln des 342 g SiO<sub>2</sub>/l, 111 g K/l und 21 g Na/l enthält und vor der Imprägnierung auf 350 ccm verdünnt wurde, in der Knetmaschine während 30 Minuten. Streichen des Kuchens auf Eleche. Trocknen im Trockenschrank bei 110°. Körnung auf 1,5 mm.

Erprobung des Kontaktes im luftgekühlten 42-Rohr-Ofen

Einfüllen von 5,2 Ltr. Kontakt (unreduziert) in dem 42-Rohr-Ofen. Aufheizen mit Heißluft unter Durchleiten von Kohlendioxid. Erzeugung der Heißluft: Jägergebläse 60 cbm/Std., Ölbeheizter Röhrenofen 104 Rohre zu 12 mm Durchmesser und 3 m Höhe, 14 qm Heizfläche, 50 Ltr. Inhalt. Nach 5 Std. war eine Temperatur von 250° erreicht. Durchsatz von Wassergas (1000 Ltr./Std).

Temperaturen:  
vor dem Syntheseofen 253°  
oben Syntheseofen 256°  
Mitte Syntheseofen 257°  
unten Syntheseofen 225°  
nach Syntheseofen 236°

Die Temperaturmessungen waren wegen ungünstiger Anordnung der Messstutzen schwer ~~anzuführen~~ durchzuführen. Nach 15 Betr.-Std. betrug der Umsatz bei 250° und 1000 Ltr. Durchsatz 35 %; die Methanbildung  $Mv = 21\%$ ; Verbrauchsverhältnis  $X = 0,72$ ; Ausbeute 51,3 g/cbm. Nach Erhöhung der Temperatur auf 260° und Herabsetzen des Durchsatzes auf 500 Ltr. betrug der Umsatz nach 117 Betr.-Std. 42 % ( $Mv = 22$ ;  $X = 0,7$ ) und die Ausbeute 58 g/cbm. Der Versuch mußte in Folge eines Fliegerangriffes vorzeitig beendet werden.

Ergebnis des Versuches:

Der Syntheseofen ließ sich durch Heißluft auf gleichmäßige Temperatur halten. Der Kontakt konnte im Ofen mit Wassergas ohne vorhergegangene Reduktion auf einen mittleren Umsatz von etwa 30 % bei 250° und doppelter Beaufschlagung gebracht werden.

Versuch 777

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr. (Soda-Fällung) 1/3 KCH-Imprägnie-  
rung

Herstellung des Kontaktes PH 66 in der Kontaktwerkstatt

Einlaufenlassen von heißer Nitratlösung (1.3 kg Fe und die entsprechenden Cu- und Ca- Mengen in 50 l Wasser) in vorgelegte kochende Soda-Lösung (6.4 kg Soda in 50 l Wasser). Zugabe von 540 g Kieselgur. Nach kurzem Rühren Filtration auf der Nutsche. Waschen mit 10 x 10 heißem Kondensat. Aufschlüssen in 100 Ltr. Wasser und abermaliges Abnutschen. Behandeln des Kontaktkuchens mit 540 ccm KCH-Lösung (33 g KCH/l) in der Kontaktmaschine während 30 Minuten. Streichendes Kuchens auf Eleche. Trocknen im Trockenschrank bei 110°. Körnung auf 3 mm.

Wassergasvorbehandlung

Einfüllen von 7 Ltr. Grünkorn in einem 3l Rohr-Ofen (20 mm  $\varnothing$  je Rohr, Höhe 300 mm). Aufheizen auf 250° im schwachen CO<sub>2</sub>-Strom. Durchsatz von Wassergas (200 Ltr/Std. und 1 Kator) während 24 Stunden. Abkühlenlassen im langsamen Wassergasstrom. Abfüllen unter Stickstoff in eine mit Kohlendioxyd gefüllte Flasche.

Reduktionswert: 55 % (Essigsäure-Methode).

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 7

Einfüllen von 2.38 kg (ca 5 Ltr) vorbehandelten Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 100° Gasdurchsatz (350 Ltr/Std) und allmähliche Temperaturerhöhung. Bei 202° wurde nach 35 Betr.-Std. ein Umsatz von 45 % (Mv = 6; X = 1.36) erreicht. Nach 85 Betr.-Std. betrug die Temperatur 214°. Gasdurchsatz 100 l/Std. und 1 Kontakt. Umsatz 55 %; Methanbildung Mv = 12; Aufarbeitungsverhältnis X = 1.10. Unter Beibehaltung der Temperatur ~~wurde~~ von 214° wurde der Durchsatz erhöht. Die Auswirkung dieser Maßnahme ist in der nachstehenden Tabelle dargestellt:

Durchsatz nlw- Gas pro Std.u. 1 Kontakt	Umsatz U	Methan- Bildung Mv	Verbrauchs- verhältnis X	Ausbeute g/cbm ber.	Ausbeute tato bei 10 cbm Kontakt
100	55	12	1.10	87	2.1
150	43	9	1.16	72	2.6
175	35	13	1.16	55	2.3
200	29	8	1.18	49	2.35
300	22	6	1.22	36	2.60

Der Versuch wurde nach 372 Betr.-Std. durch den durch Bombenschaden hervorgerufenen Stillstand beendet.

274

Beurteilung des Kontaktes

Gute Aktivität ( $214^{\circ}$  = U = 55). - Methanbildung etwas zu hoch ( $N_v = 12$ ). - Aufarbeitungsverhältnis günstig ( $X = 1.10$ ). - Bei Erhöhung des Durchsatzes auf das Dreifache ging der Umsatz auf U = 22 zurück. - Die Methanbildung ging auf  $N_v = 6$  zurück. - Das Verbrauchsverhältnis wurde günstiger  $X = 1.23$ . - Die tats. Ausbeute für einen 10 cm- Ofen erhöhte sich von 2.1 bei Normalbelastung auf 2.6 bei dem 3 fachen Durchsatz.

*Klein*

373

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten

Oberhausen-Holten, den 21.9.1944  
Abtl. PL

Versuch 774

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr. (Sodaflüßung) 0.5 % KOH-Imprägnierung

Herstellung des Kontaktes PN 65 in der Motorwerkstatt

Einlaufenlassen von heißer Nitratlösung (1.8 kg Fe und die entsprechenden Cu und Ca-Mengen in 50 Ltr. Wasser) in vorgelegte kochende Sodablösung (6.4 kg Soda in 50 Ltr. Wasser). Zugabe von 540 g Kieselgur. Nach kurzem Rühren Filtration auf derutsche. Waschen mit 10 x 10 Ltr. heißem Kondensat. Aufschlüssen in 100 Ltr. Wasser und abermaliges Abnuttschen. Behandeln des Kontaktkuchens mit 540 ccm KOH-Lösung. (16.7 g KOH/l) in der Knetmaschine während 30 Minuten. Streichen des Kuchens auf Bleche. Trocknen im Trockenschrank bei 110°. Körnung auf 3 mm.

Wassergasvorbehandlung

Einfüllen von ca. 7 Ltr. Kontakt in einem 3l Rohr-Ofen (20 mm  $\square$  1e Rohr, Höhe 300 mm). Aufheizen auf 250° im schwachen CO<sub>2</sub>-Strom. Durchsatz von Wassergas (200 Ltr./Std. und 1 Kator) während 24 Stunden. Abkühlenlassen im langsamen Wasserstrom. Abfüllen unter Stickstoff in eine mit CO<sub>2</sub> gefüllte Flasche.  
Reduktionswert: ~~78~~ 38 %

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 6

Einfüllen von 2.91 kg (ca 5 Ltr) vorbehandelten Kontakt in den Ofen, Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 100° Gasdurchsatz (350 Ltr/Std) und allmähliche Temperaturerhöhung. Nach 21 Betr. Std. betrug bei einer Temperatur von 190° der Umsatz U = 31 % (Mv = 11, X = 1.50). Um einen Umsatz von 53 % zu erreichen, mußte die Temperatur auf 221° erhöht werden. Die Methanbildung lag durchschnittlich bei Mv = 12, das Verbrauchsverhältnis bei X = 1.15. Nach 250 Betr.-Std. ging bei 221° der Umsatz auf 46 % zurück und die Methanbildung stieg an.

Beurteilung des Kontaktes

Aktivität schlecht. (221°:U = 53).- Aufarbeitsverhältnis gut (X = 1.15).-

(316)

Oberhausen-Kattien, den 14.9.1944.  
Abtlg. PL

Versuch 747

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Agr (Sodafüllung) KOH-Imprägnierung  
(1.8 KOH/100 Fe)-----

Herstellung des Kontaktes PN 47 in der Motorwerkstatt

siehe Versuch 735

Reduktion im Glasrohr (Ofenraum)

Einfüllen von 50 cem Grünkorn in ein Glasrohr (15 mm l.W.).  
Schichtlänge 310 mm. Überleiten von  $H_2$  (300 l/Std.) bei  $300^\circ$   
während einer Stunde. Abkühlen im langsamen  $H_2$ -Strom. Befüllen in  
eine mit  $CO_2$  gefüllte Flasche.  
Reduktionswert: 50% (Essigsäure-methode)

Erprobung des Kontaktes im Ofen Nr 3

Einfüllen von 2.65 kg Kontakt in den Ofen. Schnelles Anheizen  
auf  $220^\circ$  unter Wasserdampfdruck. Nach den ersten Betr.-Std. betrug  
der Umsatz 50%. Ohne Steigerung der Temperatur erhöhte er sich  
allmählich bis auf 58% ( $Nv = 14; X = 0.62$ ). Nach 500 Betr.-Std.  
wurde der Versuch beendet.

Beurteilung des Kontaktes

Der unter Normaldruck gefahrene Kontakt hatte bei  $220^\circ$  während  
500 Betr.-Std. einen Umsatz von 56%. Die Methanbildung betrug  
 $Nv = 14$ . Das Verbrauchsverhältnis lag bei  $X = 0.6$ .

-1  
*Heink*



(12)

Oberhausen-Holten, den 14.9.1944  
Abtlg. PL

Versuch 737

100 Fe, 20 Cu, 10 CaO, 30 Ker (Selenfällung) Zuluwasserglas-Is-  
prägnierung (G.45 K/100 Fe)

Herstellung des Kontaktes PK 48 in der Motorwerkstatt

Gleiche Herstellungsweise wie PK 32 (Versuch 707), jedoch erhöhte Cu - Menge. - 1.5 mm - Korn

Wassergasbehandlung im Ofen 3 und 6

Einfüllen von 5 Ltr. Grünkorn in Ofen 6 und 2 Lt. in Ofen 3. Aufheizen bis 250° unter geringem CO<sub>2</sub>-Durchsatz (3 Std.). Durchsatz von Wassergas (Austretende Menge: 100 Ltr./Std. pro Ltr. Kontakt) während 24 Stunden. Abkühlen lassen im Wassergasstrom (20 Ltr. Std. pro Ltr. Kontakt) während 15 Stunden. Abfüllen unter Stickstoff in eine mit CO<sub>2</sub> gefüllte Flasche, -  
Reduktions-Wert: 28 % (Essigsäure-Methode).-

Erprobung des Kontaktes im Ofen M R 11

Einfüllen von 2.85 kg (ca 5 Ltr) Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 100° Gasdurchsatz (350 l/Std.) Allmähliche Steigerung der Temperatur. Bei 200° betrug der Umsatz 32 % (X = 1.35). Trotz Anwendung einer Temperatur von 220° ließ sich nur ein Umsatz von 46 % erreichen (Mv = 12; X = 1.11). Wahrscheinlich oxydierte sich der Kontakt beim Ausfüllen aus dem Vorbehandlungs-ofen. Es wurde stärkere Erwärmung beobachtet und ein sehr niedriger Reduktionswert gefunden.

Beurteilung des Kontaktes:

Infolge Oxydation des Kontaktes ergab der Versuch kein einwandfreies Ergebnis. Bei 220° betrug der Umsatz 46 % (Mv = 12; X = 1.11).

*Handwritten signature*

Versuch 716

100 Fe, 5 Ca, 10 CaO, 30 Ker (Soda-füllung) Kaliwasser-glas-Im-  
prägnierung (0.45 R/100 Fe)

Herstellung des Kontaktes PN 43 in der Katorwerkstatt

Gleiche Herstellungsweise wie PN 32 (siehe Versuch 707)  
Körnung: 1.5 mm

Wassergasbehandlung (Ofen 7 und 2

Einfüllen von 5 Ltr. Grünkorn in Ofen 7 und von 2 Ltr. in Ofen 2.  
Aufheizen bis 250° in CO<sub>2</sub>-Atmosphäre (16 Std. Ofen 7, 6 Std. Ofen 2).  
Durchsatz von Wassergas (Austretende Menge: 100 Ltr./Std. pro  
Ltr. Kontakt). während 48 Std. Gasanalyse nach 43 Stunde:

CO <sub>2</sub>	: 7.2	29.6	R <sub>3</sub> (aus N <sub>2</sub> )	: 0.722
SKW	; 0.0	1.5	R <sub>5</sub> (ber.)	: 0.690
-O <sub>2</sub>	: 0.1	0.1		
-CO-	: 37.3	13.2	U =	54.2 %
H <sub>2</sub>	: 50.2	45.0	Mv =	19.4 %
CH <sub>4</sub>	: 0.0	3.4	X =	0.68 %
N <sub>2</sub>	: 5.2	7.2	A =	79.6 g/cbm

Abkühlenslassen im Wassergasstrom (20 Ltr./Ltr. Kontakt) während  
15 Std. Abfüllen unter Stickstoff in einer mit CO<sub>2</sub> gefüllte Flasche  
Red-W.: 51 % (Essigsäure Methode); 24 % (Hg Cl<sub>2</sub> Methode); Fe-Dichte:  
310 g/Ltr. Dichte: 545 g/l

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 7

Einfüllen von 2.75 kg (ca 5 Ltr) Kontakt in den Ofen. Auf-  
drücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 100° Gasdurchsatz  
(350 Ltr/Std). Nach 36 Betr.-Std. wurde bei 201° ein Umsatz von 45 %  
erreicht. (Mv = 7; X = 1.21). Nach allmählicher Temperaturstei-  
gerung bis 211° betrug nach 108 Betr.-Std. der Umsatz 59 %  
(Mv = 8; X = 1.17). Um diesen Umsatz zu halten, war eine weitere  
laufende Temperatursteigerung bis 221° notwendig. Die Methanbil-  
dung stieg im Durchschnitt auf Mv = 12; während das Verbrauchsver-  
hältnis sich bei X = 1.12 hielt und erst gegen Ende des Versuches  
nach 600 Betr.-Std. eine leichte Tendenz zum Abfallen zeigte.  
Der Versuch wurde nach 800 Betr.-Std. beendet. Das Paraffin war  
von gelber Farbe.

Beurteilung des Kontaktes

Gute Aktivität.- Aufarbeitungsverhältnis gut (X = 1.12).-  
Methanbildung anfangs gering, später stärker (Mv = 14).-

Versuch 735

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 K<sub>2</sub> (Sodafüllung) KOH-Imprägnierung  
(1.8 KOH / 100 Fe)

Herstellung des Kontaktes PN 47 in der Katorwerkstatt.

Einlaufenlassen von heißer Nitratlösung (1.8 kg Fe und die entsprechende Cu und Ca Mengen in 50 Ltr. Wasser.) in vorgelegte kochende Sodafüllung (6.2 kg Soda in 50 Ltr. Wasser).  $p_H$ -Wert 8.8-9.0. Zugabe von 540 g Kieselgur. Nach kurzem Rühren Filtration auf der Nutsche. Waschen mit 100 l Wasser. Behandeln mit 370 ccm KOH - Lösung (100 g KOH/l) in der Knetmaschine während 30 Minuten. Streichen auf Bleche. Trocknen im Trockenschrank bei 110° während 12 Std. - Körnung auf 15 mm.

Wassergasbehandlung (Öfen 3 und 6)

Einfüllen von 5 Ltr. Grünkorn in Ofen 6 und 2 Ltr. in Ofen 3. Aufheizen bis 250° in CO<sub>2</sub> - Atmosphäre (5Std.). Durchsatz von Wassergas (Austretende Menge: 100 Ltr./Std. und 1 Kontakt) während 24 Stunde. Gasanalyse nach 18 Stunden:

SO <sub>2</sub>	:	7.3	32.9	R ( aus K )	:	0.768
sKW	:	0.1	1.7	R (ber. Ohne K)	:	0.668
O <sub>2</sub>	:	0.1	0.2	U =	57.4 %	
CO	;	37.5	10.1	Mv =	13.6 %	
H <sub>2</sub>	:	50.0	46.1	X =	0.63	
CH <sub>4</sub>	;	00.0	2.5	A =	90.0	
N <sub>2</sub>	:	5.0	6.5			

Abkühlenlassen im Wassergasstrom (20 Ltr./Ltr. Kontakt) während 15 Stunden. Abfüllen unter Stickstoff in eine mit CO<sub>2</sub> gefüllte Flasche.

Erprobung des Kontaktes im Ofen M R 4

K r e i s l a u f

Einfüllen von 2.90 kg ( ca 5 Ltr) in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 100° Gassedurchsatz (350 Ltr./Std.). Bei 202° nach 24 Betr.-Std. betrug der Umsatz 42 % (Mv = 3.2; X = 1.49). Durch Erhöhung der Temperatur auf 215° wurde über längere Zeit ein Umsatz von 62 % (Mv = 12; X = 1.24) gehalten. Durch Steigerung der Temperatur auf 220° wurde ein Umsatz von 68 % erreicht. (Mv=14; X=1.2). Der Versuch wurde nach 740 Betr.-Std. beendet. Das Paraffin war hellgelb.

Beurteilung des Kontaktes:

Aktivität ausreichend. - Methanbildung hoch (Mv = 14). - Verbrauchsverhältnis gut ( X = 1.2) Vergl. Versuch 738

Oberhausen-Holten, den 14.9.1944.  
Abtlg. Fl.

381

Versuch 710

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Sedafällung) Kaliwasserlas-Im-  
prägnierung (0.45 K / 100 Fe)

Herstellung des Kontaktes PK 43 in der Katorwerkstatt

Gleiche herstellungsweise wie PK 32 (siehe Versuch 707)  
Körnung auf 1 - 2 mm

Wassergasbehandlung ~~14~~

Einfüllen von 5 Ltr. Grünkorn in Ofen 5 und 1.5 Ltr. in Ofen 2. Beide Öfen in  $CO_2$  - Atmosphäre (ca  $\frac{1}{2}$  50 l/Std.) bis  $250^\circ$  aufgeheizt (12 Std.) Durchsatz von Wassergas (100 Ltr./Std. pro 1 Kontakt) bei  $250^\circ$  während 24 Std. Abkühlenlassen in Wassergasstrom (100 Ltr./Std; 10 Std.). Abfüllen unter Stickstoff in eine mit  $CO_2$  gefüllte Flasche.

Reduktionswert: 54 % (Essigsäure - Methode)  
15 % (Hg  $CO_2$  - Methode)

Erprobung des Kontaktes im Ofen M R 9

Einfüllen von 2.64 kg Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen bis  $100^\circ$ . Unter allmählicher Erhöhung der Temperatur Durchsatz von 400 - 450 Ltr. Wassergas pro Stunde. Nach 56 Betr.-Std. betrug bei  $205^\circ$  der Umsatz  $U = 39\%$  ( $Mv = 8$ ;  $X = 1.45$ ). Unter langsamer Steigerung der Temperatur wurde bei  $215^\circ$  nach 150 Betr.-Std. ein Umsatz von 54 % ( $Mv = 13$ ;  $X = 1.17$ ) erreicht. Bei  $222^\circ$  blieb der Umsatz bei durchschnittlich 52 % ( $Mv = 14$ ;  $X = 1.14$ ). Nach 700 Betr.-Std. wurde der Versuch beendet.

Beurteilung des Kontaktes:

Sehr günstiges Verbrauchsverhältnis ( $X = 1.14$ ). - Umsatz bei 52 - 54 %. - Methanbildung hält sich in erträglichen Grenzen. ( $Mv = 14$ ).

Oberhausen-Holten, den 11.9.1944.

Versuch 729

100 Pa, 5 Cu, 30 ZnO, 5 Kgr (Soda-fällung) 0.45 g K / 100 Pa,  
Kaliwasserglasimprägnierung

Herstellung des Kontaktes PH 44 in der Katorwerkstatt

Gleiche Herstellungsweise wie PH 32 (siehe Versuch 707)  
jedoch CaO durch ZnO im oben angegebenen Verhältnis zu  
Fe ersetzt.

Reduktion im 6 L - Redukteur ( R85)

Gleiche Bedingungen wie beim Versuch 707  
Schwund: 27 %

Erprobung des Kontaktes im Ofen M R 8

Einfüllen von 4.18 kg (ca 5 L) Kontakt in den Ofen.  
Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 100° Gas-  
durchsatz unter langsamer Steigerung der Temperatur. Bei  
200° betrug nach 35 Betr.-Std. der Umsatz 40 % (Mv = 13).  
Bei 213° wurde ein gleichbleibender Umsatz von 63 % erreicht.  
Methanbildung im Mittel Mv = 16, Verbrauchsverhältnis X = 0.75.  
Der Versuch wurde nach 320 Betr.-Std. beendet.

Beurteilung des Kontaktes

Aktivität gut (213°: U = 63 %). - Methanbildung hoch  
(Mv = 16). - Aufarbeitungsverhältnis mäßig (X = 0.75)

*Kank*

Oberhausen-Holten, den 11.9.1944.  
Abtlg. PL

12

Versuch 727

100 Fe, 5 Cu, 40 ZnO, 5 Kgr (Sodafüllung) Kaliwasserglasimprägnierung (0.45 K / 100 Fe)

Herstellung des Kontaktes PN 45 in der Katorwerkstatt

Gleiche Herstellungsweise wie PN 32 (siehe Versuch 707) jedoch CaO durch ZnO im oben angegebenen Verhältnis zum Fe ersetzt.

Reduktion im 6 L - Redukteur ( R 84 )

Gleiche Bedingungen wie beim Versuch 707

Erprobung des Kontaktes im Ofen K R 6

Einhüllen von 4,26 kg (ca 5 L) Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 100° Gasdurchsatz (350 L in der Stunde) unter langsamer Temperatursteigerung. Nach 30 Betr.-Std. bei 200° betrug der Umsatz 40 % (Xv = 14). Bei 215° wurde ein gleichbleibender Umsatz von 62 % (Xv = 20; X = 0.73) erreicht. Der Versuch wurde nach 300 Betr.-Std. beendet.

Beurteilung des Kontaktes

Aktivität gut (215° : U = 62 %). - Methanbildung hoch (Mv = 20). - Aufarbeitungsverhältnis mäßig. (X = 0.73). -

*Leink*

Oberhausen-Holten, den 11.9.1944  
Abtlg. VL

673

Versuch 726

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Sodafällung) Kaliwasserglasimprägnierung (0.45 K / 100 Fe)

Herstellung des Kontaktes PN 43 in der Katorwerkstatt

Gleiche Herstellungsweise wie PN 32 (siehe Versuch 707)

Reduktion im Glasrohr (Ofentaum)

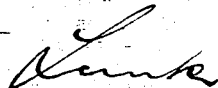
Gleiche Bedingungen wie beim Versuch 721

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 4

Einfüllen von 2.5 kg (ca. 5 L) Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 100 Gasdurchsatz (350 L / Std.) und weitere langsame Temperatursteigerung. Nach 35 Betr.-Std., betrug bei 200° der Umsatz  $U = 32\%$  ( $Mv = 13$ ). ( $X = 1.18$ ). Durch weitere sehr vorsichtige Erhöhung der Temperatur wurde der Umsatz bei 205° nach 85 Betr.-Std. auf  $U=44\%$  ( $Mv = 16$ ;  $X = 0.93$ ) (erreicht) gebracht. Nach 227 Betr.-Std. wurde bei ~~21~~ 214° ein Umsatz von  $U = 58\%$  ( $Mv = 21$ ;  $X = 0.93$ ) erreicht. Wegen der zu starken Methanbildung und des mit steigender Methanisierung sich verschlechternden Verbrauchsverhältnisses wurde der Versuch bei 214° nach 251 Betr.-Std. abgebrochen.

Beurteilung des Kontaktes

Umsatz zufriedenstellend (214°: 58%); Verbrauchsverhältnis günstig ( $X = 0.93$ ); Methanbildung hoch ( $Mv = 22$ )



Versuch 724

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Sodafraktion) Kaliwasserglasin-  
prägnierung (0.45 K/100 Fe)

Herstellung des Kontaktes PN 43 in der Katorwerkstatt

Gleiche Herstellungsweise wie PN 32 (siehe Versuch 707)

Reduktion im Glasrohr (Ofenraum)

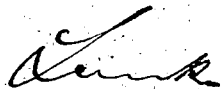
Herstellung in Einzelchargen zu je 50 ccm. Einfüllen von 50 ccm Grünkorn in ein Glasrohr. (15 mm l.W.) Schichtlänge 310 mm. Überleiten von  $H_2N_2$  (300 L/Std.) bei  $250^\circ$  während einer Stunde. Abkühlen im langsamen  $H_2N_2$  - Strom. Abfüllen in eine mit  $CO_2$  gefüllte Flasche.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 7

Einfüllen von 2.16 kg Kontakt (ca 5 L) in den Ofen. Tränken mit Wetan. Aüßdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab  $190^\circ$  Gasdurchgang (400 L/Std.) Nach 28 Betr.-Std. bei  $210^\circ$  betrug der Umsatz 33 % (Mv = 15;  $X = 0.95$ ). Trotz allmählicher Temperatursteigerung bis  $222^\circ$  war kein höherer Umsatz als 45 % zu erreichen. Die Methanbildung lag durchschnittlich bei Mv = 20, das Aufarbeitsverhältnis bei  $X = 0.85$ . Der Versuch wurde nach 264 Betr.-Std. beendet.

Beurteilung des Kontaktes

Sehr geringe Aktivität ( $222^\circ$ : U = 45).-- Methanbildung hoch (Mv = 20).-- Aufarbeitsverhältnis schlecht ( $X = 0.85$ )





Oberhausen-Holten, den 11.9.1944  
Abtlg. FL

Versuch 723

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO. 30 Kgr (Sodafällung) Kaliwasserglasimprägnierung (0,9 K / 100 Fe)

Herstellung des Kontaktes PN 40 in der Katorwerkstatt

Gleiche Herstellungsweise wie PN 32 (siehe Versuch 707), jedoch stärkere Kaliwasserglasimprägnierung (140 ccm Kaliwasserglaslösung (~~282~~ g  $\text{SiO}_2$  / L) auf 350 ccm mit Wasser verdünnt!)

Reduktion im 6 L - Redukteur (R 82)

Einfüllen von 6.2 Liter Grünkorn in die unter Stickstoff stehende Apparatur. Durchleiten von  $\text{H}_2\text{N}_2$  bei 242 - 253 während einer Stunde (35 cbm/Std.) Freifahren der Apparatur mit Stickstoff. Herausnehmen des Troges. Kaltblasen mit  $\text{H}_2\text{N}_2$ . Abfüllen unter Stickstoff.

Reduktionswert: 67 % (Essigsäure.Methode)

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 8

Einfüllen von 2.71 Kg (ca 5 L) Kontakt in den Ofen. Tränken mit Cetan. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 190<sup>o</sup> Gasdurchsatz (400 L/Std.) - Nach 31 Betr.-Std. bei 211<sup>o</sup> U = 37; Mv = 12; X = 0.77. - Bald danach erhöhte Methanbildung (Mv = 46), dann Absinken des Umsatzes. Nach 120 Betr.-Std., den Versuch bei 211<sup>o</sup> abgebrochen.

Beurteilung des Kontaktes

Umsatz schlecht; starke Neigung zur Methanbildung.-  
Verbrauchsverhältnis nicht zufriedenstellend (X = 0.75)

Versuch 722

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 50 Apr (Sodafällung) Kaliwasser-glasimprägnierung (0.45 %/ 100 Fe)

Herstellung des Kontaktes PN 42 in der Katorwerkstatt

Gleiche Herstellungsweise wie PN 32 (siehe Versuch 707), jedoch Zugabe einer größeren Kieselgurmenge (900g)

Reduktion im 6 l - Redukterr (R 81)

Gleiche Bedingungen wie beim Versuch 707

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 4

Einfüllen von 2.25 kg (ca 5 l) Kontakt in den Ofen. Tränken mit Cetan. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 190° Gasdurchgang (400 l /Std.) und weitere Temperaturerhöhung. Nach 44 Betr.-Std. war bei 214° ein Umsatz von 53 % erreicht. (Mv = 14 ; X = 0.98). Bei Erhöhung der Temperatur um 1° trat starke Methanisierung auf (Mv = 73). Bald danach fiel der Umsatz auf 40 %. Der Versuch wurde beendet (68 Betr.-Std).

Beurteilung des Kontakt

Starke Neigung zur Methanbildung. - Verbrauchsverhältnis günstig (X = 1.0.)

*Link*

Oberhausen-Holten, den 11.9.1944  
Abtlg. FL

Versuch 721

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Sodafällung) Kaliwasserglasimprägnierung (0.9 K / 100 Fe)

Herstellung des Kontaktes P N 40 in der Katorwerkstatt

Gleiche Herstellungsweise wie PN 32 (siehe Versuch 707), jedoch stärkere Kaliwasserglasimprägnierung (342 g  $\text{SiO}_2$  / l ) auf 350 ccm mit Wasser verdünnt.)

Reduktion im Glasrohr (Ofenraum)

Herstellung in Einzelchargen zu je 50 ccm:  
Einfüllen von 50 ccm Grünkorn in ein Glasrohr (15 mm li.W.).  
Schichtlänge 310 mm. Überleiten von  $\text{H}_2\text{N}_2$  (300 l /Std. ) bei  $300^\circ$   
während einer Stunde. Abkühlen im langsamen  $\text{H}_2\text{N}_2$  - Strom. Abfüllen  
in eine mit  $\text{CO}_2$  gefüllte Flasche.  
Reduktionswert: 62 % (Essigsäure-Methode.) - 16.3 % (Hg.-Methode.)

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 11

Einfüllen von 2.32 kg (ca 5 l ) Kontakt in den Ofen. Tränken  
mit 3 l Cetan. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen.  
Ab  $190^\circ$  Gasdurchgang (400 l /Std. ) Nach 36 Betr.-Std. bei  $211^\circ$   
betrug der Umsatz 45 % ( $M_v = 7$ ;  $X = 0.85$ ). Durch vorsichtige  
Temperatursteigerung bis  $220^\circ$  erhöhte sich der Umsatz auf 59 %  
( $M_v = 19$ ;  $X = 0.79$ ). Der Versuch wurde nach 396 Betr.-Std. bei  $221^\circ$   
beendet.

Beurteilung des Kontaktes

Methanbildung zu hoch ( $M_v = 19$ ). - Aufarbeitungsverhältnis un-  
befriedigend ( $X = 0.79$ ). - Umsatz zufriedenstellend ( $220^\circ$ :  $U = 59\%$ )

*Kank*

389

Oberhausen - Holtan, den 11.9.1944.  
Abtlg. PL

Versuch 719

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 50 Kgr +) (Sodaflüßung) Kaliwasserglasimprägnierung (0.9 R/ 100 Fe)

Herstellung des Kontaktes PH 39 in der Katorwerkstatt

Gleiche Herstellungsweise wie PH 32 (siehe Versuch 707), jedoch stärkere Kaliwasserglasimprägnierung (140 ccm Kaliwasserglaslösung (342 g SiO<sub>2</sub>/ l) auf 350 ccm mit Wasser verdünnt) und Zugabe einer größeren Kieselgurmenge (900g)

Reduktion im 6 l - Redukteur ( R 79 )

Gleiche Bedingungen wie beim Versuch 707  
Schwund: 11 %; Reduktionswert : 75 % ( Essigsäure- Methode )

Erprobung des Kontaktes im Ofen M R 10

Einfüllen von 2.07 kg (ca 5 l) Kontakt in den Ofen. Tränken mit Cetan. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 190° Gasdurchsatz (300 l / Std.). Innerhalb von 2 Stunden Erhöhung auf 195°. - Nach 4 Betr.-Std. 200°. - Nach 19 Betr.- Std. wurde bei 209° ein Umsatz von 35 % gemessen. Das Aufarbeitungsverhältnis lag bei X = 1.0. Die Methanbildung, die anfangs niedrig war, stieg bei 215° auf Mv = 19. Trotz Temperatursteigerung bis 220° erreichte der Umsatz nur 42 %. Die Methanbildung betrug Mv= 20. Das Verbrauchsverhältnis lag bei etwa X= 1.0. Der Versuch wurde nach 113 Betr.-Std. bei 220° beendet.

Beurteilung des Kontaktes

Umsatz schlecht (220° = U = 40). Methanbildung hoch (Mv=20); Verbrauchsverhältnis günstig (X = 1.0)

+) Die analytische Untersuchung des Grünkornes ergab:  
100 Fe, 3.82 Cu, 3.9 CaO, 43 Kgr.

*Kunk*

Versuch 718.

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Soda-Lösung) Kaliwasserglasimprägnierung (1.8 K/100 Fe)

Herstellung des Kontaktes PN 41 in der Katorwerkstatt.

Gleiche Herstellungsweise wie PN 32 (siehe Versuch 707), jedoch stärkere Kaliwasserglasimprägnierung (280 ccm Kaliwasserglaslösung (342 g SiO<sub>2</sub>/l) auf 350 ccm mit Wasser verdünnt.)

Reduktion des Kontaktes im 6'i - Redukteur ( R 78 )

Gleiche Bedingungen wie bei Versuch 707

Schwund : 17-%

Erprobung des Kontaktes im Ofen M R 9

Einfüllen von 2.42 kg (ca 5 l) Kontakt in dem Ofen. Tränken mit 3 l Cetan. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 190° Gasdurchsatz (400 L/ Std. - Ziemlich schnelle Erhöhung der Temperatur. Nach 19 Betr.-Std. betrug die Temperatur 210° und der Umsatz 37 %. Mv = 13; X = 0.8). - Zur Erreichung eines Umsatzes von 55 % war eine Temperatur von 222° notwendig. Die Methanbildung betrug bei diesem Umsatz durchschnittlich Mv = 12, das Verbrauchsverhältnis X = 0.7. - Der Versuch wurde ~~bei~~ nach 260 Betr.-Std. bei 224° beendet.

Beurteilung des Kontaktes.

Umsatz schlecht (222° : U = 55 %); Methanbildung zu hoch (Mv = 12). - Verbrauchsverhältnis unbefriedigend (X = 0.7)  
Reinweißes Paraffin.-

*Venk*

Versuch 717

100 Pp. 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr. (Soda-fällung) Kaliwasserglasimprägnierung (0.9% K bez. auf Fe)

Herstellung des Kontaktes PN 40 in der Katorwerkstatt.

Gleiche Herstellungsweise wie bei PN 32 (s. Versuch 707), jedoch stärkere Kaliwasserglasimprägnierung ( 140 ccm Kaliwasserglaslösung ( 342 g SiO<sub>2</sub>/l) auf 350 ccm mit Wasser verdünnt.)

Reduktion im 6 l. Redukteur (R 77)

Gleiche Bedingungen wie bei Versuch 707  
Reduktionswert ; 63 %

Erprobung des Kontaktes im Ofen M R 7

Einfüllen von 2.41 kg (ca 5 l ) Kontakt in den Ofen. Tränken mit Metan. Aufdrücken von 10 atü Wasser gas und Aufheizen. Ab 190° Gasdurchsatz (350 - 400 l /Std) und weitere Temperatursteigerung. Bereits bei ziemlich niedrigen Temperaturen hohe Methanwerte ( 205°: U = 32; Mv = 15; X = 0.95), Durch Steigerung der Temperatur auf 215° konnte der Umsatz auf U = 52 gebracht werden. Die Methanbildung war weiterhin hoch ( Mv = 20). Das Aufarbeitsverhältnis lag bei X = 0.9. Da die starke Methanbildung eine weitere Temperaturerhöhung nicht zuließ, wurde der Versuch nach 139 Betr.- Std. beendet,

Beurteilung des Kontaktes

Methanbildung zu hoch. - Aufarbeitsverhältnis günstig.  
(X = 0.9.)

- \*) Das verwendete Kaliwasserglas hatte folgende Zusammensetzung:  
342 g SiO<sub>2</sub>/l ; 111 g K/l ; 21 g Na/l.

*Leink*

Versuch 715

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Soda-Fällung) Kaliwasserglas-Im-  
prägnierung (0.4 K/100 Fe)

Herstellung des Kontaktes PN 32 an der Katorwerkstatt.

siehe Versuch 707

Reduktion im 6 l - Redukteur (R75)

Gleiche Bedingungen wie bei R 74 (Versuch 714) Reduktionswert  
62 % (Essigsäure-Methode).-

Erprobung des Kontaktes im Ofen M R 3

Kreislauf

Einfüllen von 2,45 kg (ca 5L) Kontakt in den Ofen. Tränken  
mit Cetan. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab  
190° Gasdurchsatz (500 L Eingang, 1500 L Umlauf) und schnelle  
Erhöhung der Temperatur auf 195°. (U<sub>g</sub> 35; Mv = 23; X = 1.3.)  
Bei 200° wurde nach 24 Betr.-Std. ein Umsatz von 40 % bei  
Mv = 12 und X = 1.33 erreicht. Bei 205° stieg der Umsatz von  
40 % auf 55% (Mv = 17. X = 1.34). Nach 48 Betr.-Std. betrug  
der Umsatz bei 210° 62% (Mv = 18; X = 1.3). - Bei einer Störung  
am Umlaufkompressor wurde der Versuch kurze Zeit auf geraden  
Durchgang umgestellt. Hierbei trat starke Methanisierung auf.  
(Mv = 80). Nach Umschaltung auf den Kreislauf ging die Methan-  
bildung allmählich zurück. Nach Erhöhung der Temperatur auf 215°  
wurde ein Umsatz von 70 % bei Mv = 22 und X = 1.22 erreicht.  
Wegen der starken Methanbildung wurde der Versuch nach 177  
177 Betr.-Std. beendet.

Beurteilung des Kontaktes:

Bereits bei niedrigeren Temperaturen beim Fahren im Kreislauf  
starke Methanbildung.- Umsatz gut.- Aufarbeitungsverhältnis sehr  
gut (X = 1.22).- Methanwerte zu hoch (Mv = 22).

*Kant*

Versuch 714.

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Soda-Füllung) Kaliwasserglas-Impränie-  
Herstellung des Kontaktes PH 32 in der Katorwerkstatt  rung(0,4K/100 Fe).

siehe Versuch 707

Reduktion im 6 l Redukteur (R 74)

Einfüllen von 6.2 l Grünkorn in die unter Stickstoff stehende Appa-  
ratur. Durchleiten von 35 obm  $H_2N_2$  bei 288 - 302° während einer  
Stunde. Freifahren der Apparatur mit Stickstoff. Herausnehmen des  
Trogas. Kaltfahren mit  $H_2N_2$ . Abfüllen unter Stickstoff.

Erprobung des Kontaktes im Ofen M R 4

Einfüllen von 2,58 kg (ca 5 l) Kontakt in den Ofen. Tränken mit  
3 l Cetan. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 190°  
Gasdurchsatz (300- 350 l /Std. und Steigerung der Temperatur auf  
195° innerhalb von 4 Std. (U= 30; Mv= 10; X= 1.0). Nach 24 Betr. Std  
wurde die Temperatur innerhalb von 2 Std. auf 200° erhöht (Gas-  
durchsatz 350l /Std.). Der Umsatz erhöhte sich nicht, dagegen die  
Methanbildung auf Mv= 20, das Verbrauchsverhältnis blieb bei 1.05.-  
Auch durch weitere Steigerung der Temperatur auf 210° konnte der  
Umsatz nur auf 43 % gebracht werden. (Mv = 22; X = 1.0). Bei Stei-  
gerung der Temperatur auf 210° trat starke Methanisierung ein (Mv=75)  
sodaß die Temperatur sofort wieder auf 210° zurückgenommen werden  
mußte. Nach 188 Betr.- Std. betrug bei 212° der Umsatz 40 % bei  
Mv = 22 und X = 1.0 - Die Entleerung des Ofens bereitete keine  
Schwierigkeiten.

Beurteilung des Kontaktes.

Gutes Aufarbeitungsverhältnis (X= 1.0), jedoch sehr starke Steigung  
zur Methanbildung. Geringer Umsatz (210°: U = 40; Mv = 20; X = 1.0)

*Leub*



Versuch 712.

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30Kgr (Sodafraktion) Kaliwasserglas-Imprägnierung (G.4 K/100 Fe)

Herstellung des Kontaktes PH 36 in der Kontaktwerkstatt.

siehe Versuch 707 (PH 32)

Reduktion im 6 l Redukteur ( R 72 )

Einfüllen von 6 l Grünkorn in die unter Stickstoff stehende Apparatur. Du ableiten von 35 cbm  $H_2, N_2$  bei  $300^\circ$  während 1 Std. Freifahren der Apparatur mit Stickstoff. Herausnehmen des Trägers. Kaltfahren des Kontaktes mit  $H_2, N_2$ . Abfüllen unter Stickstoff. Schwund: 13 % Reduktionswert: 71% (Essigsäuremethode)

Erprobung des Kontaktes im Ofen M R 9

Einfüllen von 2.45 kg (ca. 5 l) Kontakt in den Ofen. Tränken mit 3 l Cetan. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab  $170^\circ$  Gas Durchsatz (400 L /Std. und weitere Steigerung der Temperatur, innerhalb von 12 Stunden auf  $200^\circ$ ). Bei  $203^\circ$  wurde ein Umsatz von 40 % festgestellt ( $Mv = 10$ ;  $X = 1.17$ ). Durch allmähliche Temperaturerhöhung bis  $212^\circ$  konnte keine wesentliche Umsatzsteigerung erreicht werden. ( $212^\circ$ :  $U = 44$ ;  $Mv = 20$ ;  $X = 1.05$ ), - Bei  $214^\circ$  trat nach 75 Betriebsstundenstarke Methanbildung auf ( $Mv = 72$ ). Danach konnte trotz allmählicher Steigerung der Temperatur auf  $223^\circ$  kein höherer Umsatz als 45 % erreicht werden. Die Methanbildung war hoch ( $Mv = 20$ ), das Aufarbeitungsverhältnis gut ( $X = 1.0$ ).

Beurteilung des Kontaktes.

Umsatz niedrig ( $223^\circ = 45\%$ ); Methanbildung zu hoch ( $Mv = 20$ ); Aufarbeitungsverhältnis gut ( $X = 1.0$ ). Steigung zu starker Methanbildung)

*Leimb*

8722

Versuch 707.

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Sodafällung) Kaliwasserglas - Im-  
prägnierung (0,4 K/100 Fe) \*

Herstellung des Kontaktes PN 32 in der Katorwerkstatt.

Einlaufenlassen von heisser Nitratlösung (1,8 kg Fe und die entsprechenden Cu- und Ca - Mengen in 50 l Wasser). in vorgelegte kochende Sodalösung (6,4 kg Soda in 50 l Wasser). Zugabe von 540 g Kieselgur. Nach kurzem Rühren Filtration auf der Nutsche. Waschen mit 10 mal 10 Liter heissem Kondensat. Aufschlüssen in 100 l Wasser und abermaliges Abnutschen. Behandeln des Kontaktkuchens mit 70 ccm Kaliwasserglaslösung, die lt. Analyse 234 g,  $\text{SiO}_2$  /l enthielt und vor der Imprägnierung auf 350 ccm verdünnt wurde, in der Knetmaschine während 30 Minuten. Streichen des Kuchens auf Bleche. Trocknen im Trockenschrank bei  $110^\circ$  während 16 Stunden. Drücken durch ein 3 mm Sieb.

Reduktion im 5 l Redukteur (R67).

Einfüllen von 6.2 l Kontakt in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von  $\text{H}_2\text{N}_2$  bei  $300^\circ$  während einer Stunde (35 cbm) Herausnehmen des Troges unter Stickstoff. Abkühlen unter Durchleiten von  $\text{H}_2\text{N}_2$ . Abfüllen unter Stickstoff. Schwund 15 % Reduktionswert 81 %.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 5

Einfüllen von 2,635 kg Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Nach Erreichen von  $100^\circ$  Gasdurchsatz 350%/Std. Bei  $200^\circ$  wurde ein Umsatz von 30 % erreicht. Die Methanbildung betrug  $Mv = 14$ . Das Aufarbeitungsverhältnis lag nahe bei  $X = 1.1$ . Der Versuch mußte wegen technischer Schwierigkeiten abgebrochen werden.

Beurteilung des Kontaktes.

Soweit der Kontakt erprobt werden konnte (65 Betr. -Std.  $202^\circ$ ) zeigte er ein gutes Verbrauchsverhältnis ( $X = 1.1$ ), Die Methanbildung war ziemlich hoch. ( $Mv = 14$ )

+) Vom benutzten K- Wasserglas wurde keine quantitative K-Bestimmung gemacht. Der K- Gehalt kann mit etwa 110 g K/l angenommen werden.

394

Versuch 725.

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, SiO<sub>2</sub> (Sodaflüßung) K-Wasserglasbehandlung.  
nach Lurgi.

Herstellung des Kontaktes FN 37 in der Katorwerkstatt.

Einlaufenlassen von heißer Nitratlösung (1,8 kg Fe und die entsprechenden Cu- und Ca-Mengen in 50 l Wasser) in vorgelegte kochende Sodalösung (6,4 kg Soda in 50 l Wasser). Filtration auf der Nutsche. Waschen mit 72 l heißem Kondensat. Aufschlämmen des Kontaktkuchens in Kaliwasserglaslösung (50 l Wasser + 443 ccm Kaliwasserglaslösung, die 234 g SiO<sub>2</sub> im Liter enthielt) und Absaugen Streichens des Kuchens auf Bleche. Trocknen im Labortrockenschrank bei 110°. Körnung auf 3 mm.

Reduktion im 6 l- Redukteur (r 83).

Einfüllen von 6,2 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> bei 300 - 310° während einer Stunde (ca. 35 cbm /Std.). Hefafsnehmen des Troges unter Stickstoff. Abkühlen unter Durchleiten von H<sub>2</sub>N<sub>2</sub>. Abfüllen unter Stickstoff. Schwund 35,5%.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 10.

Einfüllen von 4,05 kg (ca 5 l) Kontakt in den Ofen. Aufwärmen von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 100° Gasdurchgang (350 l /Std. und langsame Temperaturerhöhung. Nach 55 B.Std. betrug die Temperatur 200° und der Umsatz 42% (Mv = 10; X = 0,8). Bei 214° wurde nach 223 B.Std. ein konstant bleibender Umsatz von 62% erreicht. Die Methanbildung betrug im Mittel Mv = 16. Die Aufarbeitung lag bei X = 0,73. Der Versuch wurde nach 463 B.Std. bei 214° beendet, da die Eigenschaften des Kontaktes als erprobt angesehen wurden.

Beurteilung des Kontaktes.

Aktivität gut (214° : U = 62) Methanbildung hoch (Mv = 16) Verbrauchsverhältnis X = 0,73.

*Kunk*

305

Versuch 713.

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Sodafällung) 3% K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Imprägnierung.

Gleiche Herstellungsweise wie PN31 (Versuch 709).

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 73).

Einfüllen von 6 l Grünkorn in die Unter Stickstoff stehende Apparatur. Durchleiten von 35 cbm H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> bei 297 - 304° innerhalb einer Stunde. Freifahren mit Stickstoff. Herausnehmen des Troges. Kult-fahren des Kontaktes mit H<sub>2</sub>N<sub>2</sub>. Abfüllen unter Stickstoff. Schwund 17%. Reduktionswert 63% (Essigsäuremethode).

Vorbehandlung des reduzierten Kontaktes mit Wassergas im Ofen MR 6.

Einfüllen von 2,67 kg Kontakt in den Ofen. Durchleiten von CO<sub>2</sub>-freiem Wassergas (15 l /Std.) und Aufheizen bis 140°. Bei dieser Temperatur den Kontakt unter Beibehaltung der Beaufschlagung von 15 l /Std. während 240 Std. behandeln. Im Endgas befanden sich 6 - 7% Kohlensäure. Der Umsatz betrug etwa 20%.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 6.

Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Durchsatz von 340 - 400 l /Std. Nach Steigerung der Temperatur bis 218° wurde ein Umsatz von 62% erreicht (Mv = 15; X = 0,7). Da der Versuch kein weiteres Interesse bot, wurde er beendet.

Beurteilung des Kontaktes.

Umsatz bei 218° gut (U = 60) Methanbildung hoch (Mv = 15). Aufar-beitungsverhältnis X = 0,7.

Vergleich Versuche 709 und 710.

Versuch 710.

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Egr (Sodafällung) 3% K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Imprägnierung.

Herstellung des Kontaktes PN 31 in der Katorwerkstatt.

Beschreibung siehe Versuch 709.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 70).

Beschreibung siehe Versuch 709.

Reduktionswert 78% (Essigsäuremethode).

Vorbehandlung des reduzierten Kontaktes im Ofen MR 8.

Einfüllen von 2,37 kg Kontakt in den Ofen unter Stickstoff. Durchleiten von kohlenstofffreiem Wassergas (50 l /Std.) und Aufheizen bis 140° (7 Std.). Erhöhung des Durchsatzes auf 300 l /Std. und Erhöhung der Temperatur auf 150°. Im Endgas wurden etwa 1% CO<sub>2</sub> gefunden. Nach 90 Std. Beendigung der Vorbehandlung.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 8.

Aufdrücken von 10 atü Wassergas. Bei einem Durchsatz von 350 - 400 l /Std. allmähliche Erhöhung der Temperatur. Bei 205° wurde ein Umsatz von 35% erreicht (Mv = 15; X = 0,74). Durch langsame Steigerung der Temperatur bis 221° konnte der Umsatz auf 60% gebracht werden. (Mv = 17). Das gebildete Paraffin war von hellgelber Farbe. Der Versuch wurde nach 524 B-Std. (einschl. Vorbehandlung) beendet.

Beurteilung des Kontaktes.

Umsatz bei 221° gut (U = 60) Methanbildung hoch (Mv = 17). Aufarbeitungsverhältnis X = 0,7.

*Link*

397

Versuch 709.

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Sodafüllung) + 3% K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Imprägnierung.

Herstellung des Kontaktes PN 31 in der Katorwerkstatt.

Einlaufenlassen von heisser Nitratlösung (1,8 kg Fe und die entsprechenden Cu- und Ca-Mengen in 50 l Wasser) in vorgelegte kochende Sodablösung (6,4 kg Soda in 50 l Wasser). Zugabe von 540 g Kgr. Nach kurzem Rühren Filtration auf der Nutsche. Waschen mit 10 x 10 l Kondensat. Aufschlännen des homogenisierten Kontaktkuchens in 100 l Wasser und abermaliges Abnutschen. Behandeln des Kontaktkuchens mit 572 ccm Pottaschelösung (95 g K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> im Liter) in der Knetmaschine während 30 Min. Streichen des Kuchens auf Bleche. Trocknen im Trockenschrank bei 110° während 16 Std. Drücken durch ein 3 mm-Sieb.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 69).

Einfüllen von 6 l Grünkorn in die unter Stickstoff stehende Apparatur. Durchleiten von H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> bei 300° während 1 Std. (35 cbm). Freifahren der Apparatur mit Stickstoff. Herausnehmen des Troges und Abkühlen im H<sub>2</sub>N<sub>2</sub>-Strom. Abfüllen unter Stickstoff. Schwund 14%. Reduktionswert 75% (Essigsäuremethode).

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 5.

Einfüllen von 2,6 kg Kontakt (ca. 5 l) in den Ofen. Tränken des Kontaktes mit Cetan. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchgang und weitere allmähliche Temperatursteigerung. Bei 200° wurde nach 11 Betriebsstunden ein Umsatz von 43% erreicht (Mv = 8; X = 0,85). Um einen bleibenden Umsatz von 62% zu erreichen, musste die Temperatur allmählich auf 221° gesteigert werden. Von der 137. - 1113. Betriebsstd. konnte der Umsatz auf durchschnittlich 60% gehalten werden (Mv = 20; X = 0,73). Der Versuch wurde nur wegen der Notwendigkeit einer anderweitigen Verwendung des Ofens beendet. Ein Abfall des Umsatzes war am Ende des Versuches nicht zu bemerken. Die Entleerung bereitete keine Schwierigkeiten.

Beurteilung des Kontaktes.

Aktivität gut und gleichbleibend (220° : U = 60% während 1000 B.Std.) Methanisierung hoch, aber den Kontakt nicht schädigend (Mv = 20). Keine Neigung zu übermäßiger Methanbildung. Verbrauchsverhältnis X = 0,75.

+) Die genaue analytische Untersuchung des Grünkorns ergab:  
XX 100 Fe, 3,04 Cu, 8,1 CaO, 35,4 Kgr.

*Heink*

Versuch 704

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kfr (Sodafällung) 3% KOH-Imprägnierung.

Herstellung des Kontaktes F 2093 in der Katorfabrik.

Beschreibung siehe Versuch 696.

Reduktion im 6 l-Reduktuer (R 66)

Einfüllen von 6 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von  $H_2N_2$  bei  $325^\circ$  während drei Stunden. Freifahren der Apparatur mit Stickstoff. Abkühlen des Troges mit  $H_2N_2$ . Abfüllen unter Stickstoff. Schwund 33%.

Vorbehandlung des reduzierten Kontaktes mit Wassergas im Ofen MR 10.

Einfüllen von 3,67 kg Kontakt in den Ofen unter Stickstoff. Durchleiten von kohlenstofffreiem Wassergas (50 l/Std.) und Aufheizen bis  $110^\circ$  (6 Std.). Erhöhung des Durchsatzes auf 300 l /Std. und weitere allmähliche Temperatursteigerung unter genauer Messung der Kohlensäurebildung. Nach Erreichen von  $150^\circ$  (7 Std.) Durchleiten von 300 l Wassergas (0,7%  $CO_2$ ) stündlich während 63 Std. Die Kohlensäurebildung war während der gesamten Dauer der Behandlung gering. Und lag bei dem genannten Durchsatz zwischen 2,4 und 1,5 l  $CO_2$  /Std. Aus den Gasanalysen war zu ~~ersehen~~ ersehen, dass nur CO und kein  $H_2$  verbraucht wurde. Während der letzten Stunden der Behandlung wurde kein Kohlendioxyd mehr gebildet.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 10.

Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Durchsatz von 350 - 400 l /Std. Allmähliche Temperatursteigerung. Bei  $210^\circ$  wurde ein Umsatz von 60% erreicht (Mv = 15; X = 0,75). Durch verschiedene Betriebsstörungen musste die Temperatur bis  $222^\circ$  erhöht werden, um einen durchschnittlichen Umsatz von 55% zu erzielen. Die Methanbildung lag bei etwa Mv = 12, das Aufarbeitungsverhältnis bei X = 0,72.

Beurteilung des Kontaktes.

Gute Anfangsaktivität ( $210^\circ$  : U = 60). Kontakt wenig beständig. Bei  $222^\circ$  nur 55% Umsatz (Mv = 12; X = 0,72).

Vergleiche Versuche 696, 697, 700, 595 und 720.

*J. Penk*

Versuch 702

100, Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Sodafällung), 3% KOH-Isprügnierung.

Herstellung des Kontaktes PN 13 in der Motorwerkstatt:

Behandeln von 55 g Aluseligur in kochender Sodulösung (6,4 kg Soda, 50,4 l Wasser) während einer Minute. Zulaufenlassen von heisser Nitratlösung (50 l mit 1,8 kg Fe und den entsprechenden Cu- und Cu-Mengen). Einschütten von 485 g Kgr. Nach kurzem Rühren Filtration auf der Kutsche. Absaugen der Mutterlauge. Waschen mit 44 l heissem Kondensat. Behandeln des trockengesaugten Kontaktkuchens mit 540 ccm Kalilauge (100 g KOH im Liter) in der Knetmaschine während 30 Min. Streichen des Auchens auf Bleche. Trocknen in Trockenschrank bei 120 - 140°. Drücken durch ein 4 mm-Sieb.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R65):

Einfüllen von 6 l Grünkorn in die aufgenäzte und unter Stickstoff stehende Temperatur. Durchleiten von 35 cbm  $H_2N_2$  bei 315 - 334° während einer Stunde. Herausnahme des Troges unter Stickstoff. Abkühlen im  $H_2N_2$ -Strom. Abfüllen unter Stickstoff. Schwund 13,3%. Reduktionswert 75% (Essigsäuremethode).

Vorbehandlung des reduzierten Kontaktes mit Wassergas im Ofen MR 11.

Einfüllen von 2,65 kg reduzierten Kontaktes in den Ofen unter Stickstoff. Spülen mit  $CO_2$ -freiem Wassergas. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen bis 100° unter Durchleiten von stündlich 50 l  $CO_2$ -freiem Wassergas. Ab 100° Erhöhung des Durchsatzes auf 300 l /Std. und Steigerung der Temperatur auf 163° innerhalb von sieben Stunden. Im Endgas 4%  $CO_2$ . Von der 9. Betriebsstunde an drucklos bei 155° mit  $CO_2$ -freiem Wassergas weiter gefahren. Im Endgas 0,8%  $CO_2$ . Nach 100 Betriebsstunden die Vorbehandlung beendet.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 11:

Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Durchsatz von 350 - 400 l /Std. Allmähliche Steigerung der Temperatur. Bei 216° wurde ein Umsatz von 62% erreicht ( $M_v = 12$ ;  $X = 0,65$ ). Dieser Umsatz konnte bei weiterer allmählicher Erhöhung der Temperatur bis 222° gehalten werden. Zum Schluss stieg die Methanbildung bis  $M_v = 20$  an.

Beurteilung des Kontaktes

Gegenüber dem nicht vorbehandelten Kontakt PN 4 (Versuch 676) besitzt der vorbehandelte Kontakt eine bedeutend bessere Aktivität. Die Methanbildung ist noch zu hoch. Das Verbrauchsverhältnis ist schlecht.

*Kunk*



1900

Versuch 700

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Sodafüllung), 1/2 KOH-Imprägnierung.

Herstellung des Kontaktes F 2093 in der Katorfabrik:

Beschreibung der Herstellung siehe beim Versuch 696.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 64)

Beschreibung siehe Versuch 696.

Reduktionswert 63% (Essigsäuremethode).

Erprobung des Kontaktes im Ofen ER 6

Einfüllen von 3,2 kg (ca 5%) Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchgang (350 - 400 l / Std.) und weitere allmähliche Temperatursteigerung. Bei der Anfahrt nur geringe Methanbildung (bis 220° durchschnittlich  $M_v = 5$ ). Erst bei 223° wurde ein Umsatz von 55% erreicht ( $M_v = 11$ ,  $X = 0,72$ ). Nach einiger Zeit Abfall des Umsatzes auf 50%, Rückgang der Methanbildung bis  $M_v = 8$  und Anstieg des Aufarbeitungsverhältnisses. Da der Kontakt in seinen Grundeigenschaften als erprobt anzusehen war und die Ergebnisse einen Vergleich mit den Versuchen 696 und 697 zuließen, wurde der Versuch beendet.

Beurteilung des Kontaktes:

Geringe Aktivität (223° :  $U = 55$ ;  $M_v = 11$ ;  $X = 0,72$ ). Vergleiche Versuche 696, 697, 704, 595 und 720.

*Kunk*

124

Versuch 690

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 15 Lgr (Soda-Fällung) 14 H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Zertrügerung.  
Herstellung des Kontaktes PN 17 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 135 g Kgr in kochender Sodalösung (0,4 kg Soda, 50 l Wasser) während 1 Min. Zulaufenlassen der Filtration (1,8 kg Fe und die entspr. Cu- und Ca-Mengen, 50 l Wasser). Zugabe von 135 g Kgr. Nach kurzem Röhren Filtration auf der Futsche. Absaugen der Mutterlauge. Waschen mit 44 l heissem Kon. ensut. Behandeln des trocken-gesaugten Kontaktkuchens mit 540 ccm Pottaschelösung (100 g/l) in der Knetmaschine während 30 Min. Streichen des Kuchens auf Blech. Trocknen im Trockenschrank bei 120 - 140°. Drücken durch ein 4 mm-Sieb.

Reduktion im 6 l-Reduktionsapparat (R 50).

Einfüllen von 6 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von 23 cbm H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> bei 250° während 40 Min. Kaltfahren im N<sub>2</sub>-Strom. Abfallen in eine mit CO<sub>2</sub> gefüllte Flasche und Absättigen mit CO<sub>2</sub>.

Schwund 17%; Reduktionswert 59% Essigsäuremethode, ~~...~~

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 11.

Einfüllen von 3,14 kg (ca 5 l) Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (400 - 450 /Std.) und weitere allmähliche Temperatursteigerung. Bei 220° wurde ein Umsatz von 55% bei  $Mv = 10$  erreicht. Als der Umsatz trotz Steigerung der Temp. abfiel, wurde der Versuch beendet. Die Entleerung des Ofens bereitete keine besonderen Schwierigkeiten, jedoch schien das Korn auch hier zerfallen zu sein.

Beurteilung des Kontaktes.

Geringe Aktivität! Keine beständigen Umsätze. Kornzerfall wahrscheinlich.

*[Handwritten signature]*

402

Versuch 689

100 Fe, 20 Cu, 10 CaO, 5 Kgr (Sodafällung) v. KOH-Imprägnierung.

Herstellung des Kontaktes PK 12 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 45 g Kgr in kochender Sodablösung (7 kg Soda, 50 l Wasser) während 1 Min. Zulaufenlassen der kochenden Natriumlösung (1,8 kg Fe und die entspr. Cu- und Ca-Mengen, 50 l Wasser). Zugabe von 45 g Kgr. Nach kurzem Rühren Filtration auf der Kutsche. Absaugen der Mutterlauge. Waschen mit 44 l heissem Kondensat. Behandeln des trockengesaugten Kontaktkuchens mit 540 ccm Kalilauge (100 g KOH/l) in der Knetmaschine während 30 Min. Streichen des Kuchens auf Bleche. Trocknen im Trockenschrank bei 120 - 140°. Drücken durch ein 4 mm-Sieb.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R59).

Einfüllen von 6,2 l in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von  $H_2$  bei 250° während 1 Std (ca. 35 cbm). Kaltfahren mit Stickstoff. Abfüllen und Absättigen mit Kohlendioxyd. Schwund 32%; Reduktionswert 56 (Essigsäuremethode) ~~.....~~

Erprobung des Kontaktes im Ofen KR 4.

Einfüllen von 3,57 kg (ca. 4,4 l) in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (400 - 450 l /Std.) und weitere allmähliche Temperatursteigerung. Erst bei 215° wurde ein Umsatz von 51% bei  $Nv = 10$  erreicht. Trotz Temperaturerhöhung auf 220° ging der Umsatz auf 30% zurück. Kurze Zeit danach war kein Gasdurchgang mehr möglich. Wie bei den übrigen Versuchen mit 5 Kgr-Kontakten war auch hier Kornzerfall eingetreten.

Beurteilung des Kontaktes.

Aktivität gering. Methanbildung mässig. Kornzerfall. Abfallen des Umsatzes. Verstopfung des Ofens.

1155

Versuch 688

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 5 Agr (Sodafraktion) 1% K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Imprägnierung.

Herstellung des Kontaktes PK 16 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 45 G Agr in 50 l kochender SodabLösung (6,4 kg Soda, 50 l Wasser) während 10 Min. Zulaufenlassen von heisser Nitratlösung (1,8 kg Fe und die entspr. Cu- und Ca-Mengen in 50 l Wasser). Zugabe von 45 G Agr. Nach kurzem Röhren Filtration auf der Nutsche. Absaugen der Mutterlauge. Waschen mit 4 l heissem Kondensat. Behandeln des trockengesaugten Kontaktkuchens mit 540 ccm Pottaschelösung (100 g/l) in der Knetmaschine während 30 Min. Streichen auf Bleche. Trocknen im Trockenschrank bei 120 - 140° während 24 Std. Körnung auf 3 mm.

Reduktion im 6 l -Redukteur(R 58).

Einfüllen von 6 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur Durchleiten von 35 cbm H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> bei 250 - 255° während 60 Min. Kaltfahren bis auf Raumtemp. im Stickstoffstrom. Abfüllen und Absättigen unter CO<sub>2</sub>.

Schwund 25%; Reduktionswert 52% (Essigsäuremethode) ~~33% Wasserstoff~~

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 2.

Einfüllen von 3,85 kg (ca. 4,5 l) Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (350 - 450 l /Std.). Bereits bei 203° gute Umsätze (61%; Mv = 12). Durch eine Störung an der Heizung trat über längere Zeit Temperaturabfall ein, so dass der Versuch unter Druck stehen bleiben musste. Nach der Wiederanfahrt betrug der Umsatz nur noch 50%. Der Hauptgrund für diesen Rückgang ist wohl aber auch hier in einem Zerfall des Kornes zu sehen, da zum Schluss erschwerter Gasdurchgang beobachtet wurde.

Beurteilung des Kontaktes.

Sehr gute Anfangsaktivität. Ein längerer Stillstand, in der Hauptsache aber der Zerfall des Kornes, riefen nach kurzer Zeit Umsatzminderung und Verstopfung des Ofens hervor. Bei grösserer Festigkeit des Kontaktes kann möglicherweise ein gutes Ergebnis erreicht werden.

*Lück*

Versuch 667

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 5 Kgr (Soda-fällung).

Herstellung des Kontaktes PK 15 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 45 g Kgr in kochender Sodulösung (6,4 kg Soda, 50 l Wasser) während 1 Min. Zulaufenlassen von heisser Nitratlösung (1,8 kg Fe, und die entspr. Cu- und Ca-Mengen, 50 l Wasser). Zugabe von 45 g Kgr. Nach kurzen Rühren Filtration auf der Mutze. Ausaugen der Mutterlauge. Waschen mit 44 l heissem Kondensat. Dreimaliges Behandeln des Kontaktkuchens mit je 72 l heissem Kondensat im Fällbehälter. Filtration auf der Mutze; Streichen des Kontaktkuchens auf Bloche. Trocknen im Trockenschrank bei 120 - 140°.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 57).

Einfüllen von 6 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von 35 cbm  $H_2$  bei 250 - 256° während 1 Std. Kaltfahren mit Stickstoff bis auf Raumtemperatur. Abfüllen in eine mit  $CO_2$  gefüllte Flasche und Absättigen mit  $CO_2$ . Schwund 25%.

Erprobung des Kontaktes im Ofen LR 11.

Einfüllen von 3,5 kg (ca 5 l) in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchgang (400 l /Std.) und weitere allmähliche Temperatursteigerung. Bereits bei 180° starke Methanbildung ( $U = 18$ ;  $Mv = 17$ ;  $X = 1,05$ ). Bei 195° betrug der Umsatz 32% ( $Mv = 20$ ;  $X = 1,12$ ). Bei 200° trat so starke Methanisierung ein ( $U = 69$ ;  $Mv = 80$ ;  $X = 0,81$ ), dass es zwecklos erschien, den Versuch weiter zu führen. Die Entleerung des Ofens bereitete keine Schwierigkeiten.

Beurteilung des Kontaktes.

Kontakt arbeitet fast ausschliesslich nach der Methanseite. Starke Aktivität.

*Stark*

1003

Versuch 486

100 Fe, 5 Cu, 10 Ca, 10 Mg (Sottasche-Füllung) 10% KCl-Isobehnung.  
Herstellung des Kontaktes FN 12 in der Katorverfahrt.

Gleiche Herstellungsweise wie bei FN 11 (s. Versuch 483), jedoch stärkere Alkaliimpregnierung (1800 cem Kalklösung, 100 g / l).

Reduktion in H<sub>2</sub>-Redukteur (R 56).

Einfüllen von 6 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur durchleiten von 35 atm H<sub>2</sub> bei 250° während 1 Std. Haltefahren im Stickstoffstrom. Abfüllen unter Kohlendioxid und Abschütten. Schwund 17%.

Erprolung des Kontaktes im Ofen IR 6.

Einfüllen von 3,15 kg (s. S. 1) in den Ofen. Aufdrücken von 10 atm Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (350 - 400 l / Std.) und weitere allmähliche Temperatursteigerung. Nach 52 Betriebsstd. wurde bei 205° ein Umsatz von 52% bei  $\lambda v = 5$  und  $X = 0,6$  erreicht. Weitere Erhöhung der Temp. führte zu keiner Umsatzsteigerung. Bei 215° ging sogar der Umsatz zurück. Der Versuch wurde daraufhin abgebrochen. Beim Öffnen des Ofens zeigte sich, dass das Korn ähnlich wie bei den Versuchen mit 5 Mg zerfallen war.

Beurteilung des Kontaktes.

Gute Aktivität bei geringer Methanbildung. Es trat jedoch Kornzerfall ein, wodurch der Umsatz stark zurückging.

*Link*

Versuch 685

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 5 Kgr (Soda fällung) 3% KOH-Imprägnierung.

Herstellung des Kontaktes PK 14 in der Katorwerkstatt.

Gleiche Herstellung wie PK 8 (vergl. Versuch 677).

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 55)

Einfüllen von 6 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von  $35 \text{ m}^3 \text{ H}_2\text{N}_2$  bei  $252 - 254^\circ$  während einer Stunde. Kaltfahren im Stickstoffstrom bis auf Raumtemperatur. Abfüllen unter  $\text{CO}_2$  und Absättigen mit  $\text{CO}_2$ . Schwund 15%.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 10.

Einfüllen von 3,9 kg (ca. 5 l) Grünkorn in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab  $150^\circ$  Gasdurchsatz ( $350 - 400 \text{ l/h}$ ) und weitere allmähliche Temperatursteigerung. Bei der Anfahrt geringe Methanbildung. Bei  $206^\circ$  wurde ein Umsatz von 41% bei geringer Methanbildung ( $M_v = 3$ ) erreicht. Trotz Steigerung der Temperatur bis  $214^\circ$  erhöhte sich der Umsatz nicht mehr, wesentlich ( $U = 49$ ;  $M_v = 9$ ;  $X = 0,53$ ). Bald darauf trat sogar trotz weiterer Temperaturerhöhung starker Rückgang des Umsatzes ein. Der Gasdurchgang wurde laufend schlechter. Als endlich vollkommene Verstopfung eingetreten war, wurde der Versuch beendet. Beim Öffnen des Ofens zeigte sich, dass das Korn zerfallen war und mit dem Paraffin, das infolgedessen nur unvollständig ausgetragen worden war, eine zähe Masse gebildet hatte. Das Kontakt-Paraffingemisch war ausserdem durch das Sieb gelaufen und im unteren nicht beheizten Teil des Ofens erstarrt. Die Entleerung des Ofens bereitete grosse Schwierigkeiten.

Beurteilung des Kontaktes.

Bildet wenig Methan. - Kornzerfall - (Vergl. Versuch 684).

*Lank*

Versuch 604

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 5 Kgr (Pottaschefüllung) +) 3% KOH-Imprägnierung

Herstellung des Kontaktes PK 10 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 50 g Kieselgur in kochender Pottaschelösung (3,3 kg Pottasche, 50 l Wasser) während einer Minute. Zulaufblasen von heisser Nitratlösung (50 l mit 1,8 kg Fe und den entsprechenden Cu- und Ca-Mengen). Einschütten von 50 g Kgr. Nach kurzem Rühren Filtration auf der Kutsche (1,3 m<sup>2</sup>). Absaugen der Mutterlauge. Waschen mit 72 l heissem Kondensat. Behandeln des trockengesaugten Kontaktkuchens mit 540 ccm Kalilauge (100 g KCl/l) in der Anetmaschine während 30 Minuten. Streichen des Kuchens auf Eleche. Trocknen im Trockenschrank bei 120 - 140° während 24 Stunden. Drücken durch ein 4 mm-Sieb.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 54).

Einfüllen von 6 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von 35 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub> bei 254 - 257° während einer Stunde. Abkühlen im sauerstofffreiem Stickstoffstrom bis auf Raumtemperatur. Abfüllen und Absättigen mit Kohlendioxyd. Hierbei trat Erwärmung ein. Schwund: 17%.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 5.

Einfüllen von 4,15 kg (ca. 5 l) Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (400 - 450 l/h) und weitere allmähliche Temperatursteigerung. Während der Anfahrt betrug die Methanbildung Mv = 6. Erst bei 212° wurde ein Umsatz von 55% erreicht (Mv = 8), der trotz weiterer Temperaturerhöhung bis 220° nicht anstieg, sondern im Gegenteil absank. Da später festgestellt wurde, dass sich Kontakt und Paraffin durch das obere Sieb in den unteren, nicht beheizten Teil des Ofens gedrückt hatte, ist das Abfallen des Umsatzes mit dieser Störung ursächlich in Verbindung zu bringen. Bei genauer Untersuchung ergab sich, dass das Korn im ganzen Ofen zerfallen war. Durch Vermischung mit dem Paraffin entstand eine pastenartige Masse, die sich durch das Sieb drückte. Das Absinken des Umsatzes kann also einwandfrei auf den Zerfall des Kontaktes, wodurch ein Ausstragen des Paraffins verhindert wurde, zurückgeführt werden. Die Entleerung des Ofens bereitete grosse Schwierigkeiten, da sich das Paraffin mittels heissem Wasserstoff nicht austragen liess.

Beurteilung des Kontaktes.

Geringe Aktivität (212° : U = 55). - Methanbildung verhältnismässig niedrig (Mv = 8). - Aufarbeitungsverhältnis schlecht (X = 0,58).

Wegen Zerfall des Kornes war einwandfreie Erprobung nur bis 212° möglich.

+) Untersuchung des Grünkornes im analytischen Labor ergab: 100 Fe, 4,7 Cu, 5,58 CaO, 4,6 Kgr.  
Alkalität 204 ccm  $\frac{n}{10}$  HCl-Verbrauch / 100 g Kontakt.

*Kern*



402

Versuch 682

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 5 Kgr (Kalilaugefüllung) +) 1/2 KOH-Imprägnierung

Herstellung des Kontaktes PK 9 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 50 g Kgr in kochender Kalilauge (6,8 kg K-hydroxyd, 50 l Wasser) während einer Minute. Zulaufenlassen von heisser Nitratlösung (50 l mit 1,3 kg Fe und den entsprechenden Cu- und Ca-Mengen) Einstellen auf  $p_{\text{H}} = 9,3$  durch Zugabe von 7 l Kalilauge (135 g KOH/l). Einschütten von 50 g Kgr. Nach kurzem Rühren Filtration auf der Kutsche (1,3 m<sup>2</sup>). Absaugen der Lutteflauge. Waschen mit 44 l warmem Kondensat. Behandeln des trockengesaugten Kontaktkuchens mit 540 ccm Kalilauge (100 g KOH/l) in der Knetmaschine während 30 Minuten. Streichen des Kuchens auf Bleche. Trocknen im Trockenschrank bei 120 140° während 24 Stunden. Drücken durch ein 4 mm-Sieb.

Vorbehandlung des Grünkorns.

Das Grünkorn im Glühofen 24 Stunden lang bei 430° an der Luft erhitzt.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 53).

Einfüllen von 6 l vorbehandeltem Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> bei 250° während einer Std. (35 m<sup>3</sup>). Abkühlen im sauerstofffreiem Stickstoffstrom bis auf Raumtemperatur. Abfüllen und Absättigen mit Kohlendioxyd. Dabei trat Erwärmung ein.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 2.

Einfüllen von 4,19 kg (ca. 5 l) Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (400 l/h) und langsam weitere Temperatursteigerung. Bei 190° wurde ein Umsatz von 44% und ein Mv von 51 gemessen. Trotz äusserst vorsichtiger Steigerung trat bei 197° abermals starke Methanisierung ein (Mv = 40). Danach sank der Umsatz auf etwa 20 und die Methanbildung genügt zurück. Ohne Temperaturerhöhung stieg bei 210° die Methanbildung von Mv = 4 auf Mv = 87. Daraufhin wurde der Versuch beendet, da nach Abklingen der Methanisierung der Umsatz stark zurückging.

Beurteilung des Kontaktes.

Bereits bei 190° starke Methanbildung. Auch bei höheren Temperaturen starke Methanisierung.

+ Die analytische Untersuchung des Grünkornes ergab:  
100 Fe, 4,83 Cu, 7,86 CaO, 4,4 Kgr.  
Alkalität 18 ccm  $\frac{1}{10}$  HCl Verbrauch /100 g Kontakt.

*Handwritten signature*

Versuch 690

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Natronlaugefällung) 1/2 KOH-Imprägnierung

Herstellung des Kontaktes PN 7 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 55 g Kgr in kochender Natronlauge (4,0 kg Na-hydroxyd / 7 l Wasser) während einer Minute. Zulaufschleusen von heisser Nitratlösung (50 l mit 1,6 kg Fe und den entspr. Cu- und Zn-Ionen). Einstellen auf  $p_{H_2} = 9,3$  durch Zugabe von 2 l Natronlauge (35 g NaOH / l). Einschütten von 485 g Agr. Nach kurzem Rühren Filtration auf der Nutsche. Absaugen der Mutterlauge. Waschen mit 44 l heissem Kondensat. Behandeln des trockengesaugten Kontaktkuchens mit 540 ccm Kalilauge (100 g KOH / l) in der Anetmaschine während 30 Min. Streichen des Kuchens auf Bleche. Trocknen im Trockenschrank bei  $T/120 - 140^\circ$  während 24 Std. Drücken durch ein 4 mm-Siet.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 52).

Einfüllen von 6 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von  $H_2$  bei  $318 - 227^\circ$  während 75 Min (35 cbm). Abkühlen im sauerstofffreiem Stickstoffstrom bis auf Raumtemperatur. Abfüllen und Absättigen mit Kohlendioxyd. Dabei trat Erwärmung bis auf etwa  $70^\circ$  ein.  $Z$

Erprobung des Kontaktes im Ofen NR 1.

Einfüllen von 2,57 kg (ca. 51) Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab  $150^\circ$  Gasdurchsatz (400 - 450 l / Std) und weitere allmähliche Temperatursteigerung. Ab  $200^\circ$  betrug die Methanbildung  $Mv = 15$ . Nach 102 Betriebsstd, wurde bei einer Temperatur von  $215^\circ$  ein Umsatz von 60% bei  $Mv = 20$  erreicht. Durch allmähliche Temperaturerhöhung bis  $220^\circ$  konnte bis zur 380. Betriebsstd. der Umsatz bei 60% gehalten werden. Dann trat kurzzeitig starke Methanbildung ein ( $Mv = 45$ ). Hierdurch ging der Umsatz zunächst auf 50% und nach 700 Betriebsstd. auf 40% zurück. Die Methanbildung blieb bei 15%. Der Versuch wurde nach 962 Betriebsstd. beendet.

Beurteilung des Kontaktes.

Gute Aktivität bei einer Methanbildung von  $Mv = 20$ . Arbeitstemperatur  $222^\circ$ . Aufarbeitungsverhältnis  $X = 0,7$ . Reinweisses Paraffin.

+) Die analytische Untersuchung des Grünkornes ergab:  
100 Fe, 5,78 Cu, 5,68 CaO, 21,5 Kgr.

Alkalität 108 ccm HCl-Verbrauch / 100 g Kontakt.

*Frank*

2110

Versuch 679.

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Kalilaugefüllung) + 30 KOH-Imprägnier  
Herstellung des Kontaktes PN 6 in der Motorwerkstatt.

Behandeln von 55 g Kgr in kochender Kalilauge (7,1 kg K-hydroxyd), 52,5 l Wasser) während einer Minute. Zulaufenlassen von heisser Nitratlösung (50 l mit 1,8 kg Fe und den entspr. Cu- und Ca-Mengen). Einstellung auf  $p_{\text{H}} = 9,3$  durch Zugabe von 4,5 l Kalilauge (130 g KOH/l). Einschütten von 485 g Kgr. Nach kurzem Rühren Filtration auf der Nutsche (1,3 m<sup>2</sup>). Absaugen der Mutterlauge. Waschen mit 44 l heissem Kondensat. Behandeln des trockengesaugten Kontaktkuchens mit 540 ccm Kalilauge (100 g KOH/l) in der Knetmaschine während 30 Minuten. Streichen des Kuchens auf Bleche. Trocknen im Trockenschrank bei 120 - 140° während 24 Stunden. Drücken durch ein 4 mm-Sieb.

Reduktion im 6 l -Redukteur (R51).

Einfüllen von 6 l Kontakt in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von 35 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> bei 320 - 325° während einer Stunde. Abkühlen im sauerstofffreiem Stickstoffstrom bis auf Raumtemperatur. Abfüllen unter CO<sub>2</sub>-Schutz und Absättigen mit Kohlendioxyd. Hierbei trat Erwärmung ein.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 8.

Einfüllen von 2,69 kg (ca. 5 l) Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (400 - 450 l/h) und weitere allmähliche Temperatursteigerung. Bis 195° war die Methanbildung gering (Mv = 4). Ab 200° stieg sie auf durchschnittlich Mv = 15. Bei 217° wurde nach 117 Betriebsstunden ein Umsatz von 64% bei Mv = 15 und X = 0,7 erreicht. Durch allmähliche Temperatursteigerung auf 221° liess sich über eine längere Betriebszeit (550 Betriebsstd.) der Umsatz bei 60% halten. Die Methanbildung betrug während dieser Zeit im Durchschnitt Mv = 16. Dann trat plötzlich starke Methanisierung ein (Mv = 57). Nach dem Abklingen der Methanbildung war trotz Temperaturerhöhung nur noch ein Umsatz von 47% bei Mv = 10 zu erreichen. Der Versuch wurde nach 810 Betriebsstd. beendet. In den oberen Schichten hatte sich Kohlenstoff abgeschieden. Für die plötzlich aufgetretene Methanisierung sind wahrscheinlich ungünstige Betriebsverhältnisse (ungenügende Wasserfüllung des Ofens) verantwortlich zu machen.

Beurteilung des Kontaktes.

Gute Aktivität bei einer durchschnittlichen Methanbildung von Mv = 16. Arbeitstemperatur 221°. Aufarbeitungsverhältnis X = 0,7. Nach 670 Betriebsstd. bei 221° 61% Umsatz. Reinweisses Paraffin;

+) Die analytische Untersuchung des Grünkorns ergab:  
100 Fe, 5,17 Cu, 4,28 CaO, 19,5 Kgr.

Alkalität 102 ccm  $\frac{n}{10}$  HCl Verbrauch /100 g Kontakt.

*Kern*

Versuch 678.

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Pottascherhüllung) +) 3% KOH-Imprägnierung

Herstellung des Kontaktes PK 5 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 55 g Kgr in kochender Pottaschelösung (8,3 kg Pottasche, 50,4 l Wasser) während einer Minute. Zulaufenlassen von heisser Nitratlösung (50 l mit 1,8 kg Fe und den entsprechenden Cu- und Ca-Mengen). Einschütten von 485 g Kgr. Nach kurzem Rühren Filtration auf der Nutsche (1,3 m<sup>2</sup>). Absaugen der Mutterlauge. Waschen mit 44 l heissem Kondensat. Behandeln des trockengesaugten Kontaktkuchens mit 540 ccm Kalilauge (100 g KOH/l) in der Knetmaschine während 30 Minuten. Streichen des Kuchens auf Bleche. Trocknen im Trockenschrank bei 120 - 140° (24 Std.). Drücken durch ein 4 mm-Sieb.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R50).

Einfüllen von 6 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> bei 315 - 327° während einer Stunde (35 m<sup>3</sup>). Abkühlen im N<sub>2</sub>-Strom bis auf Normaltemperatur. Abfüllen unter N<sub>2</sub> und Absättigen mit CO<sub>2</sub>. Dabei trat Erwärmung bis auf ca. 60 - 70° ein. Schwund 15%.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 7.

Einfüllen von 2,8 kg (ca. 5 l) Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (400 - 500 l/h) und weitere allmähliche Temperatursteigerung. Bei der Anfahrt trat bis 195° kaum Methanbildung auf (Mv = 2). Nach 84 Betriebsstunden wurde bei 204° ein Umsatz von 55% bei Mv = 7 erreicht. Trotz allmählicher weiterer Temperaturerhöhung bis auf 222° war kein höherer Umsatz als durchschnittlich 53% zu erzielen. Die Methanwerte hielten sich durchschnittlich bei Mv = 11. Das Aufarbeitungsverhältnis lag im Durchschnitt bei X = 0,62. Der Versuch wurde nach 348 Betriebsstunden beendet.

Beurteilung des Kontaktes.

Geringe Aktivität. Verhältnismässig geringe Methanbildung. Schlechtes Aufarbeitungsverhältnis (222° : U = 53; Mv = 11; X = 0,62).

+ Die analytische Untersuchung des Grünkornes ergab:

100 Fe, 4,9 Cu, 10,0 CaO, 24,1 Kgr.  
Alkalität 244 ccm  $\frac{N}{10}$  HCl/100 g Kontakt.

*Reink*

Versuch 677

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 5 Kgr (Sodafällung) +) 3% KOH-Imprägnierung.

Herstellung des Kontaktes PN 8 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 45 g Kieselgur in: kochender Sodulösung (6,4 kg Soda, 50,4 l Wasser) während einer Minute. Zulaufenlassen von heißer Nitratlösung (50 l mit 1,8 kg Fe und den entsprechenden Cu- und Cu-Mengen). Einschütten von 45 g Kieselgur. Nach kurzem Rühren Filtration auf der Nutsche (1,3 m<sup>2</sup>). Absaugen der Kutterlauge. Waschen mit 4 l heißem Kondensat. Behandeln des trockengeaugten Kontaktkuchens mit 540 ccm Kalilauge (100 g KOH /l) in der Knotmaschine während 20 Minuten. Streichen des Kuchens auf Bleche. Trocknen im Trockenschrank bei 120°. Drücken durch ein 4 mm Sieb.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 49).

Herstellung in zwei Chargen (4 l und 3 l). Einfüllen des Grünkorns in die mit N<sub>2</sub> gefüllte Apparatur. Durchleiten von H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> bei 250 - 256 während einer Stunde (6 m<sup>3</sup> /Std. und 1 Kontakt). Kaltfahren mit O<sub>2</sub>-freiem Stickstoff bis auf Raumtemperatur. Umfüllen in CO<sub>2</sub>-Atmosphäre und Absättigen mit CO<sub>2</sub>. Dabei trat Erwärmung bis etwa 60° - 70° ein. Schwund ca. 25%.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 4.

3.191 Einfüllen von 100 kg Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (400 l /h) und weitere allmähliche Temperatursteigerung. Bei sehr niedrigen Methanwerten wurde bei 208° ein Umsatz von 50% erreicht (Mv = 6). Dann fiel aber plötzlich der Umsatz stark ab und konnte auch nicht durch Erhöhung der Temperatur auf die alte Höhe gebracht werden. Als der Ofen endlich kein Gas mehr durchließ, wurde der Versuch beendet. Beim Öffnen zeigte sich im oberen Teil keine Kohlenstoffabscheidung. Im unteren Teil des Ofens war das obere Sieb zerdrückt, so dass ein Teil des Kontaktes in den nicht mehr vom Heizmantel umgebenen Teil des Reaktionsraumes gelangen konnte. Anscheinend hat hier durch ungenügende Wärmeabfuhr starke Überhitzung stattgefunden, die zu Kohlenstoffabscheidung Veranlassung gab. Die Entleerung bereitete im unteren Teil des Ofens Schwierigkeiten.

Beurteilung des Kontaktes.

Geringe Methanbildung. Erprobung war wegen einer Störung nur bis 208° möglich. Bis zu dieser Temperatur zufriedenstellender Umsatz bei geringer Methanbildung (U = 54; M = 7; X = 0,59). Die nochmalige Erprobung des Kontaktes notwendig.

*Heink*

+) Die analytische Untersuchung des Grünkornes ergab: 100 Fe, 5,02 Cu, 3,06 CaO, 4,2 Kgr.  
Alkalität 136 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{10}$  HCl-Verbrauch /100 g Kontakt.

1413

Versuch 676

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Sodafällung) +) 3% KOH-Imprägnierung.

Herstellung des Kontaktes PM 4 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 50 g Kieselgur in kochender Sodablösung (6,4 kg Soda, 50,4 l Wasser) während 1 Minute. Zulaufenlassen von heisser Nitratlösung (50 l mit 1,8 kg Fe und den entsprechenden Cu- und Ca-Mengen). Einschütten von 485 g Kieselgur. Nach kurzem Rühren Filtration auf der Nutsche (1,3 m<sup>2</sup>). Absaugen der Mutterlauge. Waschen mit 44 l heissem Kondensat. Behandeln des trockengesaugten Kontaktkuchens mit 540 ccm Kalilauge (100 g KOH / l) in der Eretmaschine während 20 Minuten, Streichen des Kuchens auf Bleche. Trocknen im Trockenschrank bei 140°. Drücken durch ein 4 mm Sieb.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 48).

Einfüllen von 6,2 l in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von 35 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> bei 317 - 323° während einer Stunde. Kaltfahren mit O<sub>2</sub>-freiem Stickstoff bis 60°. Tränken mit CO<sub>2</sub> bis zum Erreichen der Raumtemperatur.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 6.

Einfüllen von 2,91 kg (5 l) in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (400 - 450 l/h). Bis 205° nur geringe Methanbildung bei einem Umsatz von 38% (Mv = 6). Bei 205° trat plötzlich sehr starke Methanisierung (Mv = 51; U = 64) ein, die dann aber auf Mv = 8 zurückging. Gleichzeitig ging aber auch der Umsatz laufend zurück. Temperatursteigerung bis 222° bewirkte keine Erhöhung des Umsatzes. Der Kontakt war ausgesprochen inaktiv (222° : U = 34; Mv = 8). Die Entleerung des Ofens bereitete wegen der im oberen Teil des Ofens eingetretenen Kohlenstoffabscheidung Schwierigkeiten.

Beurteilung des Kontaktes.

Neigung zur Methanbildung (205° : Mv = 51). Nach der Methanisierung schlechter Umsatz trotz Anwendung höherer Temperaturen (222° : U = 34; Mv = 8).

*Stink*

+) Die analytische Untersuchung des Grünkorns ergab: 100 Fe, 602 Cu, 8,03 CaO, 22,8 Kgr.  
Alkalität 274 cm<sup>3</sup> Verbrauch  $\frac{n}{10}$  HCl / 100 g Kontakt.



Versuch 675

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Pottaschefällung) 1% KOH-Imprägnierung

Herstellung des Kontaktes PN 3 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 53 g Kgr in 49 l kochender Pottaschelösung (8,5 kg Pottasche) während einer Minute. Zulaufenlassen von heisser Nitratlösung (49 l mit 1,75 kg Fe und den entsprechenden Cu- und CaO-Mengen) Einschütten von 465 g Kgr. Nach kurzem Rühren Filtration auf der Muttsche (1,3 m<sup>2</sup>). Absaugen der Mutterlauge. Waschen mit 84 l heissem Kondensat. Behandeln des trockengesaugten Kontaktkuchens mit 525 ccm Kalilauge (100 g KOH/l) in der Knetmaschine während 30 Min. Streichen des Kuchens auf Eleche. Trocknen im Trockenschrank bei 140°. Drücken durch ein 4 mm Sieb.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R47).

Einfüllen von 6,2 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von 35 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> bei 325° während einer Stunde. Kaltfahren mit O<sub>2</sub>-freiem Stickstoff (1 Std.). Abfüllen unter N<sub>2</sub>. 15% Schwund.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 3.

Einfüllen von 2,55 kg Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (350 - 400 l/h) und weitere Temperatursteigerung. Nach 91 Betriebsstunden wurde bei 219° ein Umsatz von 62% festgestellt (Mv = 21). Die Methanbildung war während der Anfahrtszeit ziemlich gleichbleibend (Mv = 15). Die Temperatur wurde auf 221,5° gesteigert. Der Umsatz ging allmählich von 67% auf ungefähr 50% zurück (Mv = 15). Nachdem die Temperatur auf 222,5° erhöht worden war, hielt sich der Umsatz von der 314. bis zur 700. Stunde bei durchschnittlich 55%. Die Methanwerte schwankten zwischen Mv = 15 - 20. Nach 700 Betriebsstunden wurde der Ofen im Kreislauf gefahren. Der Umsatz verbesserte sich hierdurch nicht, die Methanwerte gingen etwas herunter, und das Aufarbeitungsverhältnis stieg auf 0,8. Da der Versuch nichts Neues mehr erwarten liess, wurde er beendet.

Beurteilung des Kontaktes:

Mittlere Aktivität (U = 55). Hohe Methanbildung (Mv = 15 - 20). Betriebszeit 700 Stunden. Braunes Paraffin. Arbeitstemperatur 222°

+) Die analytische Untersuchung des Grünkorns ergab:  
100 Fe, 6,1 Cu, 8,9 CaO, 26,7 Kgr.

Alkalität 150 ccm  $\frac{n}{10}$  HCl-Verbrauch/100 g Kontakt.



Versuch 671

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 30 Kgr (Natronlauge-Fällung) 3% KOH-Imprägnierung

Herstellung des Kontaktes PN 2 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 53 g Kgr in 42 l kochender Natronlauge (3,57 kg NaOH während einer Min. Zulaufenlassen von heisser Nitratlösung (49 l mit 1,75 kg Fe und den entsprechenden Cu- und Ca-Mengen). Einstellung auf  $p_H = 9,3$  durch Zugabe von 7 l Natronlauge (85 g NaOH / l). Einschütten von 462 g Kieselgur. Nach kurzem Rühren Filtration auf Mutsche (1,3 m<sup>2</sup> Absaugen der Mutterlauge, Waschen mit 42 l heissem Kondensat (4 mal je 10 l). Behandeln des trockengesaugten Kontaktkuchens mit 525 ccm Kalilauge (100 g KOH / l) in der Knetmaschine während 30 Min. Streichen des Kuchens auf Eleche. Trocknen im Trockenschrank bei 140°. Drücken durch ein 4 mm-Sieb.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 45).

Einfüllen von 6,2 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von 35 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> (75% H<sub>2</sub>) bei 325° während einer Std

Erprobung des Kontaktes im Ofen KR 1.

Einfüllen von 2,68 kg (5 l) Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (400 - 450 l / h) und weitere allmähliche Temperatursteigerung. Der Umsatz stieg von etwa 20% bei 180° innerhalb von 150 Betriebsstunden ziemlich gleichmässig bis 61% bei 220°. Während dieser ganzen Zeit betrug die Methanbildung durchschnittlich  $Mv = 18$ . Nachdem der Versuch einige Zeit bei 220° gelaufen war, trat plötzlich sehr starke Methanisierung ein ( $Mv = 53$  bei Umsätzen zwischen 63 - 70%). Kurz darauf machte sich erschwörter Gasdurchgang bemerkbar. Deshalb wurde der Versuch abgesetzt. Beim Öffnen des Ofens wurde im oberen Teil elementarer Kohlenstoff gefunden. Die Entleerung des Ofens bereitete nur in der obersten Schicht Schwierigkeiten. ~~XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX~~

Beurteilung des Kontaktes.

Kontakt arbeitet bei verhältnismässig hoher Temperatur (220° :  $U = 61$ )  $Mv = 18$ ;  $X_1 = 0,66$ ) und neigt zu spontaner Methanbildung (220° :  $Mv = 53$ ).

*Handwritten signature or initials.*



1176

Versuch 670.

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 50 Kgr. (Natronlaugefüllung) 3% KOH-Imprägnierg.

Herstellung des Kontaktes F 2219 im Labor.

Herstellung in Einzelchargen mit je 25 g Fe. Behandeln von 2 g Kgr in 630 ccm Natronlauge (538 g NaOH /l) unter Kochen während einer Min. Zulaufenlassen von siedender Nitratlösung 175 ccm Fe-nitratlösung (143 g Fe /l); 7,1 ccm Cu-nitratlösung (176 g Cu /l); 12,1 ccm Ca-nitratlösung (107 g CaO /l)]. Einstellen auf  $p_H = 9,3$ . Zugabe von 11 g Kieselgur. Filtration auf Nutsche. Waschen mit 600 ccm heissem Kondensat. Imprägnieren des Kontaktkuchens auf einem Blech mit 7,5 ccm Kalilauge (100 g KOH /l). Streichen des Kuchens auf Bleche, Trocknung im Trockenschrank bei 106° (24 Std.). Körnung auf 1,5 mm.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 46).

Einfüllen von 6,2 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von 35 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> (75% H<sub>2</sub>) bei 325° während einer Stunde. Kaltfahren mit O<sub>2</sub>-freiem Stickstoff während einer Stunde. Abfüllen unter N<sub>2</sub>. 14% Schwund.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 5.

Einfüllen von 2,2 kg (ca. 5 l) Kontakt in den Ofen. Aufdrücker von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (400 l/h) und weitere allmähliche Temperatursteigerung. Der Umsatz stieg langsam bei ungefähr gleichbleibender Methanbildung (Mv = 17). Beim Erreichen einer Temperatur von 223° wurde ein Umsatz von 64% festgestellt (Mv = 18). Nachdem sich während 150 Betriebsstunden bei gleichbleibender Temperatur der Umsatz auf dieser Höhe gehalten hätte, trat danach ein Absinken ein. Der Versuch wurde aus diesem Grunde beendet. (343 Betriebsstunden). Beim Öffnen des Ofens wurde keine Kohlenstoffabscheidung festgestellt.

Beurteilung des Kontaktes:

Bereits von 190° an ziemlich starker, aber gleichbleibende Methanbildung (Mv = 18). Bei 223° guter Umsatz (U = 64%) bei einem Aufbereitungsverhältnis X = 0,7. Nach einiger Betriebszeit Absinken des Umsatzes.

Bisher bester Kontakt aus der Serie mit 50 Kieselgur.

*L. L. L.*

Versuch 669

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 50 Kgr (Natronlaugefällung) 3% KOH-Imprägnierg.

Herstellung des Kontaktes PN 1 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 75 g Kieselgur in 30 l kochender Natronlauge (etwa 85 g NaOH /l) während einer Minute. Zulaufenlassen von heisser Nitratlösung [11,6 l Fe-nitratlösung (107,5 g Fe /l) 1,25 kg Fe + 0,69 l Cu-nitratlösung (90,5 g Cu /l) + 1,04 l Ca-nitratlösung (120 g CaO /l) + 21,6 l Wasser]. Einstellung auf  $p_H = 9,3$  durch Zugabe von 2,5 l Natronlauge (etwa 85 g NaOH /l). Einschütten von 550 g Kieselgur. Filtration auf Kutsche (1,3 m<sup>2</sup>), Absaugen der Mutterlauge, Waschen mit 30 l heissem Kondensat. Behandeln des trockengesaugten Kontaktkuchens mit 375 ccm Kalilauge (100 g KOH /l) im Knetter während 30 Min. Streichen des Kuchens auf Eleche. Trocknen im Trockenschrank bei 140°. Drücken durch ein Sieb (4 mm<sup>2</sup>) auf 3 mm Korn.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 43).

Einfüllen von 6,2 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> 35 m<sup>3</sup> stündlich bei 380° während 24 Std. Kaltfahren mit O<sub>2</sub>-freiem Stickstoff. Abfüllen unter Stickstoff. Sc-hwund 20%. 74% Red.wert.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 4.

Einfüllen von 2,15 kg (ca. 5 l) in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (350 - 400 l/h) und weitere allmähliche Temperatursteigerung. Im Temperaturgebiet von 190 - 200° ziemlich starke Methanbildung (Mv = 16) bei einem durchschnittlichen Umsatz von 25% und einem günstigen Verbrauchsverhältnis (X = 1,0). Zwischen 204 und 207° zunehmende Methanbildung (Mv = 30) bei gleichbleibendem Umsatz und absinkendem Verbrauchsverhältnis (X = 0,83). Zwischen 208 und 213° Erhöhung des Umsatzes auf U = 35 bei Mv = 20. Durch Steigerung der Temperatur auf 220° konnte nur geringe Umsatzerhöhung (U = 46) bei stark ansteigender Methanbildung (Mv = 50) erzielt werden. Nach Rückgang der Methanisierung war trotz Temperaturerhöhung auf 223° nur ein Umsatz von maximal 37% bei immer noch starker Methanbildung (Mv = 22) zu erreichen. Beim Öffnen des Ofens zeigte sich, dass in der obersten Schicht sich eine geringe Menge Kohlenstoff abgeschieden hatte. Die Entleerung des Ofens bereitete keine Schwierigkeiten.

Beurteilung des Kontaktes.

Bereits bei niedrigen Temperaturen (190 - 205°) starke Neigung zu Methanbildung. Bei 220° mässiger Umsatz bei starker Methanbildung (U = 46; Mv = 50). Danach trotz Anwendung höherer Temperaturen niedrige Umsätze bei immer noch hohen Methanwerten (U = 37; Mv = 22 X = 0,74).

Kontakt besitzt stark ausgeprägte Neigung zu Methanbildung.

*Kank*

(116)

Versuch 668

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 25 Egr (Kalilaugefällung) 3% KOH-Imprägnierung.

Herstellung des Kontaktes P 3220 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 0,3 kg Kieselgur in kochender Kalilauge (19 kg K-hydroxyd, 190 l Wasser) während einer Min. Zulaufenlassen von heisser Nitratlösung (36 kg Fe-nitrat, 1,5 kg Ca-nitrat, 1,0 kg Cu-nitrat, 120 l Wasser). Zugabe von 1,2 kg Kieselgur. Nach 1 minütigem Rühren Filtration durch Filterpresse. Waschen mit heissem Kondensat (30 Min.) Trocknen mit Luft (10 Min.). Behandeln des Kontaktkuchens mit K-hydroxyd (0,18 kg, 2 l Wasser) im Eschmischer während 30 Min. Streichen des Kuchens auf Bleche. Trocknen im Trockenschrank bei 140°. Körnung auf 1 - 3 mm.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 42).

2 Chargen (3,5 l und 4,0 l). Einfüllen des Grünkorns in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von  $H_2N_2$  (75%  $H_2$ ) bei 325° während einer Stunde. Kaltfahren mit  $O_2$ -freiem Stickstoff. Abfüllen unter  $N_2$ . Schwund 28%.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 2.

Einfüllen von 3,22 kg (ca. 4,9 l) in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (400 - 450 l/h) und weitere allmähliche Temperatursteigerung. Bei 200° wurde ein Umsatz von 40% bei  $Mv = 11$  erreicht. Bei weiterer Temperaturerhöhung verlief die Reaktion mit mässiger Methanbildung. Zufriedenstellender Umsatz wurde erst bei 225° erreicht ( $U = 58$ ;  $Mv = 10$ ;  $X = 0,72$ ). Es ist möglich, dass diese hohe Temperatur durch einen längeren Stillstand, hervorgerufen durch Absinken der Temperatur, notwendig wurde. Nach 300 Betr.-Std. betrug der Umsatz 56%, die Methanbildung  $Mv = 7$  und das Aufarbeitsverhältnis  $X = 0,77$ . Die Entleerung des Ofens bereitete keine Schwierigkeiten.

Beurteilung des Kontaktes.

Kontakt arbeitet mit verhältnismässig geringer Methanbildung ( $Mv$  durchschnittlich 8). Arbeitstemperatur ziemlich hoch (222 - 225°) jedoch kann dies durch einen Stillstand bedingt sein. Umsätze maximal 58%. Verbrauchsverhältnis  $X = 0,77$ .

*Lank*

419

R

Versuch 667

100 Fe, 10 Cu, 10 CaO, 50 Kgr (Natronlaugefällung) 10% KOH-Imprägnierung.

Herstellung des Kontaktes F 2218 in der Katorwerkstatt.

s. Versuch 665.

Vorbehandlung des Grünkorns.

Das Grünkorn im Glühofen 24 Stunden lang bei 420° an der Luft erhitzt.  
Schwund: 14%.

Reduktion im KX 6 l-Redukteur (R 41).

Einfüllen von 6 l vorbehandeltem Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von 35 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> (75% H<sub>2</sub>) bei 325° während einer Stunde.  
Schwund 12%.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 3.

Einfüllen von 2,71 kg (ca. 4,6 l) in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (450 - 500 l/h) unter weiterer allmählicher Temperatursteigerung bis 206°. Hier wurde bei Mv = 36 ein Umsatz von 64% erreicht, der aber nach kurzer Zeit auf U = 47 herabsank (Mv = 19). Trotz weiterer Temperaturerhöhung bis 221° konnte im Verlaufe von weiteren 80 Betriebsstunden maximal nur ein Umsatz von etwa 56% bei einer durchschnittlichen Methanbildung von Mv = 16 erreicht werden. Der Versuch wurde deshalb abgesetzt.

Beurteilung des Kontaktes.

Im Gebiete von 200 - 205° gute Anfangsaktivität, jedoch hohe Methanbildung und schnell abfallender Umsatz. Trotz Temperatursteigerung bis 221° unbefriedigender Umsatz bei verhältnismässig hoher Methanbildung (U = 55; Mv = 15; X = 0,67).

*Leuk*

220

K

Versuch 665

100 Fe, 10 Cu, 10 CaO, 50 Kgr (Natronlaugefüllung) 10% KOH-Imprägniert

Herstellung des Kontaktes F 2218 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 0,6 kg Kgr mit kochender Natronlauge (12,2 kg NaOH, 190 l Kondensat) während einer Minute. Zulaufenlassen von heisser Nitratlösung (36 kg Fe-nitrat, 1,5 kg Ca-nitrat, 2,0 kg Cu-nitrat, 120 l Wasser). Zugabe von 2,4 kg Kgr. Nach kurzem Rühren Filtration durch Filterpresse. Waschen mit heissem Kondensat (30 Minuten). Trocknen mit Luft (10 min.). Behandlung des Kontaktkuchens unter Zusatz von K-hydroxyd (600 g KOH, 2 l Wasser) im Esch-Mischer während 30 Min. Vortrocknen des Kuchens im Trockenschrank bei 80° während 3 Std. Streichen auf Bleche und Trocknung bei 140° im Trockenschrank. Körnung auf 1 - 3 mm.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 39).

Einfüllen von 6,2 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von 35 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> (75% H<sub>2</sub>) stündlich bei 380° während 24 Std. Kaltfahren mit O<sub>2</sub>-freiem Stickstoff während einer Stunde. Abfüllen unter Stickstoff.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 1.

Einfüllen von 2,64 kg (ca. 5 l) Kontakt in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (450 - 500 l pro Std.) unter weiterer allmählicher Temperatursteigerung bis 200°. Der Umsatz bei dieser Temperatur betrug 36% (Mv = 8; X = 0,451). Zur Erreichung eines höheren Umsatzes musste die Temperatur innerhalb von 60 Stunden auf 223° gebracht werden. Nachdem während etwa 70 Std. der Umsatz bei durchschnittlich 60% (Mv = 12; X = 0,67) gelegen hatte, trat allmählicher Abfall ein. Aus diesem Grunde wurde der Versuch beendet. Die Entleerung des Ofens ging leicht vonstatten.

Beurteilung des Kontaktes.

Geringe Aktivität. Erst bei Temperatur über 220° zufriedenstellender Umsatz (U = 60%; Mv = 12; X = 0,67), der aber nach kurzer Zeit abfiel.

*Link*

451

R

Versuch 664

100 Fe, 10 Cu, 10 CaO, 50 Kgr (Natronlaugefällung) 10% KOH-Imprägnier

Herstellung des Kontaktes P 2217 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 0,6 kg Kgr. mit kochender Natronlauge (12 kg NaOH, 190 l Kondensat) während einer Minute. Zulaufenlassen von heisser Nitratlösung (36 kg Fe-nitrat, 1,5 kg Ca-nitrat, 2,0 kg Cu-nitrat, 120 l Wasser). Zugabe von 2,4 kg Kgr. Zur vollständigen Fällung der Nitrate Zusatz von 0,7 kg NaOH. Nach kurzem Rühren Filtration durch Filterpresse. Waschen mit heissem Kondensat (20 Min.). Trocknen mit Luft (10 Min.). Behandlung des Kontaktkuchens unter Zusatz von Kaliumhydroxyd (600 g KOH, 2 l Wasser) im Esch-Mischer während 30 Min. Vortrocknen des Kuchens im Trockenschrank bei 80° während 3 Stunden. Streichen auf Eleche und Trocknung bei 140° im Trockenschrank. Körnung auf 1 - 3 mm.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 38).

Einfüllen von 6,2 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von 35 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> (75% H<sub>2</sub>) bei 320° während einer Stunde. Kaltfahren mit O<sub>2</sub>-freiem Stickstoff während einer Stunde. Abfüllen unter N<sub>2</sub>.  
13% Schwund.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 3.

Einfüllen von 2,97 kg (ca. 5<sub>0</sub>l) in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (450 - 500l/h) unter weiterer allmählicher Temperatursteigerung bis 218°. Der Umsatz bei dieser Temperatur betrug U = 47, die Methanbildung Mv = 7, das Aufarbeitungsverhältnis X = 0,5. Trotz weiterer Steigerung der Temperatur bis 222° trat keine Umsatzerhöhung ein. Aus diesem Grunde wurde der Versuch abgesetzt. Leichte Entleerung des Ofens.

Beurteilung des Kontaktes.

Geringe Aktivität. Erst im Temperaturgebiet um 220° mässiger Umsatz (U = 47) bei Mv = 7. Schlechtes Aufarbeitungsverhältnis X = 0,5.

Da bei der Fällung ein stärkerer Überschuss an Alkalihydroxyd verwendet wurde, entspricht der Kontakt nicht voll der gewollten Qualität. Bei besonderem Interesse für den Kontakt, besonders aber für einen Vergleich mit den Versuchen 665 u. 667, müsste der Versuch wiederholt werden.

*Limb*

423

JK

Versuch 663

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 50 Kgr (Kalilaugefällung) 3% KOH-Imprägnierung

Herstellung des Kontaktes P 2216 im Labor (s. Versuch 662).

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 37).

Einfüllen von 6,1 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von 35 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> (75% H<sub>2</sub>) bei 330° während einer Stunde. Kaltfahren mit O<sub>2</sub>-freiem Stickstoff während einer Stunde. Abfüllen unter N<sub>2</sub>.  
14,8% Schwund.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 2.

Einfüllen von 2,07 kg ~~(xxxxx50xix)xxxxxxweitxxxxxallmählichxxxx~~ (ca. 4,7 l) in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab 150° Gasdurchsatz (ca. 450 l/h) unter weiterer allmählicher Temperatursteigerung bis 200°. Bei dieser Temperatur trat stärkere Methanbildung (Mv = 17 bei U = 31) auf. Bis 205° erhöhte sich der Umsatz auf 43% bei Mv = 12. Danach blieb der Ofen durch eine Störung am Dampfraum etwa 24 Std. unter Druck ohne Gasdurchsatz bei tieferer Temperatur stehen. Nach dem Wiederaufheizen wurde bei 215° ein Umsatz von 37% bei Mv = 4% festgestellt. Trotz weiterer allmählicher Temperatursteigerung bis 223° liess sich ein Umsatz über U = 41 nicht erreichen. Der Mv-Wert bei 220° betrug 6%. Der Versuch wurde beendet. Der Kontakt liess sich leicht aus dem Ofen entleeren.

Beurteilung des Kontaktes.

Im Gebiet 200 - 205° gute Anfangsaktivität. Nach einem Stillstand von 24 Stunden war trotz Steigerung der Temperatur bis 223° kein guter Umsatz mehr zu erreichen. U = 40; Mv = 6; X = 0,6.

Bei besonderem Interesse für den Kontakt müsste der Versuch wiederholt werden.

*Frank*

423  
j

Versuch 662

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 50 Kgr (Kalilaugefällung) 3% KOH-Imprägnierung

Herstellung des Kontaktes P 2216 im Labor.

Herstellung in Einzelchargen mit je 25 g Fe. Behandeln von 2 g Kgr in 730 ccm kochender Kalilauge (98,5 g KOH) während 15 Sekunden. Zulaufenlassen von 700 ccm siedender Nitratlösung (25 g Fe, 1,25 g Cu, 2,5 g CaO). Einstellen auf  $p_H = 9,3$ . Zugabe von 11 g Kgr. Filtration auf Filternutsche. Waschen mit 600 ccm kesselm Kondensat. Imprägnierung des Kontaktkuchens auf einem Blech mit 7,5 ccm Kalilauge (100 g KOH/l). Streichen des Kuchens auf Bleche, Trocknung im Trockenschrank bei  $106^\circ$  (24 Std.). Körnung auf 1,5 mm.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 36).

Einfüllen von 6 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von  $35 \text{ m}^3 \text{ H}_2\text{N}_2$  (75%  $\text{H}_2$ ) stündlich bei  $370^\circ$  während 24 Stunden. Kaltfahren mit  $\text{O}_2$ -freiem Stickstoff während einer Stunde. Abfüllen unter  $\text{N}_2$ .  
21,5% Schwund; Red.W.: 91%.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 1.

Einfüllen von 1,935 kg (ca. 4,5 l) in den Ofen. Aufdrücken von 10 atü Wassergas und Aufheizen. Ab  $150^\circ$  Gasdurchsatz (400 - 450 l /Std.) unter weiterer allmählicher Temperatursteigerung bis  $215^\circ$ . Bei dieser Temperatur betrug der Umsatz  $U = 40$ , die Methanbildung war stark ( $Mv = 25$ ). Bei weiterer Erhöhung stieg der Umsatz auf  $U = 54$  ( $Mv = 12$ ). Ein höherer Umsatz konnte trotz Temperatursteigerung auf  $222^\circ$  nicht erreicht werden. Der Versuch wurde deshalb beendet. Die Entleerung des Ofens ging leicht vonstatten.

Beurteilung des Kontaktes.

Geringe Aktivität. Im Temperaturgebiet zwischen  $215 - 222^\circ$  mässiger Umsatz ( $U = 50$ ) bei  $Mv = 12$  und  $X = 0,6$ .

*Handwritten signature*



424  
1

Versuch 650

100 Fe, 5 Cu, 10 CaO, 5 Kgr (Sodafällung) 3% KOH-Imprägnierung.

Herstellung des Kontaktes P 2188 in der Katorwerkstatt.

Einlaufenlassen von heisser Nitratlösung (42 kg Fe-nitrat; 1,75 kg Ca-nitrat, 1,17 kg Cu-nitrat, 120 l Wasser) in vorgelegte kochende Sodablösung (24 kg Soda, 190 l Wasser). Zugabe von 0,35 kg Kgr. Nach kurzem Rühren Filtration durch Filterpresse, Waschen mit hiessem Kondensat (30 Min.) Trocknen mit Luft (15 Min.). Dreimaliges Behandeln des Kontaktkuchens mit je 500 l Kondensat im Fällbehälter, Filtration durch Filterpresse, Waschen (10 Min.) und Trocknen. Zwecks Alkali-Imprägnierung, dreimaliger Durchgang des Kontaktkuchens durch die Fadenpresse unter Zusatz von K-hydroxyd (0,21 kg KOH, 1 l Wasser), Streichen des Kuchens auf Bleche, Trocknen im Trockenschrank bei 140°, Körnung auf 1 - 3 mm.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 25 a).

Einfüllen von 5 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von stündlich 28 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> (75% H<sub>2</sub>) bei 325° während 24 Std. Kaltfahren mit O<sub>2</sub>-freiem N<sub>2</sub> (beh. mit CO-Mischkontakt) während 1 Stunde. Abfüllen unter Stickstoff.

30% Schwund; Schüttgew. 780; Fe-dichte 726; Red.W: 85%.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 1.

Einfüllen von 447 kg (ca. 5 l) in den Ofen. Langsames Aufheizen bei geringem Gasdurchsatz unter 10 atü Wassergas. Bei 140° wurde die erste Kontraktion beobachtet und ein CO-Verbrauch von etwa 31% festgestellt. Bis 155° wurde weiterhin nur CO verbraucht (etwa 40%). Im Temperaturgebiet 160 - 180° beteiligte sich auch der Wasserstoff langsam steigend am Umsatz. Die Methanbildung blieb unter 1%. Der Umsatz stieg auf etwa 40%. Durch weitere allmähliche Steigerung der Temperatur wurde nach 50 Betr.-Std. bei 205° ein Umsatz von 65% bei Mv = 13 und X = 0,67 erreicht. Dieser Umsatz konnte während der folgenden 100 Betr.-Std. unter Beibehaltung einer Temperatur von 206° ohne wesentliche Erhöhung der Methanbildung (Mv = 18) aufrechterhalten werden. Dann setzte aber plötzlich starke Methanbildung bis zu Mv = 76 ein. Nachdem nach 15 Stunden kein Absinken der Methanbildung eingetreten und erschwerten Gasdurchgang beobachtet worden war, wurde der Versuch abgesetzt. Die Entleerung wurde durch die eingetretene Kohlenstoffabscheidung erschwert.

Beurteilung des Kontaktes.

Guter Umsatz bei niedriger Temperatur (206° : U = 65; Mv = 18; X = 0,65). Sehr starke Neigung zu erhöhter Methanbildung und Kohlenstoffabscheidung. Wegen spontan eintretender Überhitzungen im Ofen nicht zu beherrschen.

*Handwritten signature*

425

Versuch 657

100 Fe; 5 Cu, 10 CaO, 50 Kgr (Pottaschefüllung).

Herstellung des Kontaktes P 2201 in der Katorwerkstatt.

Behandeln von 0,3 kg Kgr mit kochender Pottaschelösung (29 kg Pottasche, 190 l Wasser) während einer Minute. Zulaufenlassen von heisser Nitratlösung (36 kg Fe-nitrat, 1,5 kg Ca-nitrat, 1,0 kg Cu-nitrat, 120 l Wasser). Zugabe von 2,7 kg Kgr. Nach kurzem Rühren Filtration durch Filterpresse, Waschen mit heissem Kondensat (30 min.), Trocknen mit Luft (15 Min.). Streichen des Kontaktkuchens auf Bleche. Trocknen im Trockenschrank bei 140°. Körnung auf 1 - 3 mm.

Reduktion im 6 l-Redukteur (R 32).

Einfüllen von 6 l Grünkorn in die mit Stickstoff gefüllte Apparatur. Durchleiten von stündlich 35 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> (75% H<sub>2</sub>) bei 360° während 24 Stunden. Kaltfahren mit O<sub>2</sub>-freiem Stickstoff (bes. mit Co-Mischkontakt) während einer Stunde. Abfüllen unter N<sub>2</sub>. 16,7% Schwund; Schüttgew. 426; Fe-dichte 163; Red.W.: 93,5%.

Erprobung des Kontaktes im Ofen MR 1.

Einfüllen von 1,94 kg (ca. 5 l) in den Ofen. Langsames Aufheizen bei geringem Gasdurchsatz unter 10 atü Wassergas. Ab 165° voller Gasdurchsatz (500 l/h). Bei 195° trat kurzzeitig stärkere Methanbildung ein. Bei 210° wurde ein Umsatz von 38% bei Mv = 15 erreicht. Weitere Temperaturerhöhung bis 218° brachte nur geringe Umsatzsteigerung bis max. 45% bei Mv = 16. Nach kurzer Zeit ging der Umsatz so erheblich zurück, dass die Weiterführung des Versuches zwecklos erschien.

Beurteilung des Kontaktes.

Trotz Anwendung höherer Temperaturen schlechter, schnell absinkender Umsatz (218° : U = 45; Mv = 16; X = 0,67).

*Leink*