

3446-30/5-1-25

*J. Fe. Rindler*

000239

Ergebnisse der Laborversuche in der Zeit vom  
20.7.1935 bis 30.9.1935

1.) Überwachung der Kontaktanstellung.

Die Durchschnittsproben der im Betrieb hergestellten Grosschargen wurden so genommen, dass von einer Trockenofenfüllung, also von insgesamt 30 Chargen, aus jeder Charge ein kleiner Teil Kontakt entnommen wurde. Aus dieser Probe wurde nach Zerkleinerung und Mischung das 1 - 3 mm Korn abgesiebt und im Labor auf Aktivität geprüft. Alle Durchschnittsproben war durch die beschränkte Anzahl der Versuchesöfen nicht möglich. Die untersuchten Proben zeigen im grossen und ganzen gute Aktivität. Die vorhandenen geringen Abweichungen fielen durch Einführung der neuen Füllart (s. unter 4.)a) weg.

Weiterhin wurde von jeder Füllung des Reduktionsofens vor der Reduktion eine Probe genommen und untersucht. Kontraktion und Ausbeute war in diesem Falle bei gleicher Temperaturführung etwas geringer. In Anwendung des Kontaktes als Presskorn dürfte diese Verschlechterung bedingen.

2.) Füllung der Synthesöfen.

Nach Beendigung der Reduktion im Hochofen und beim Füllen der Synthesöfen wurden weiterhin Durchschnittsproben genommen. Die Versuche zeigten bei normaler Reduktion die zu erwartenden guten Ergebnisse. Auch nach längerer Lagerung war die Aktivität eines reduzierten Kontaktes gut geblieben. Nach 4 Monaten Lagerzeit konnte im Versuch 75 - 80% Kontraktion mit Ausbeuten von sehr als 100-gr. Flüss. Prod. erhalten werden.

3.) Kontakte mit verschiedenen Zusätzen.

a.) Untersuchung von Kieselgur.

In 65 Versuchen wurden Kieselgursorten folgender Firmen als Kontaktträger erprobt:

Verdichtete Deutsche Kieselgurwerke, Hannover  
Märkische Industrie, Bochum,  
Gleinhold & Co., und Isolierwerke Weschen, Bernhausen.

mit Wasser/  
Auswaschungen aus Handbach, Rotbach ergaben nur geringe Bindungen der Kontaktaktivität, während das Wasser aus den Brunnen der Zeche Hugo stark schädigend wirkt. Ruhrwasser ist zum Ansetzen der Ausgangslösungen und als Waschwasser ungeeignet. Wird das Kondensatwaschwasser auch nur zu einem Drittel durch Ruhrwasser ersetzt, so ist ein deutliches Nachlassen der Aktivität zu beobachten.

Versuche von Dr. Martin, das Kondensat teilweise durch Waschwasser früherer Füllungen zu ersetzen, zeigten gute Ergebnisse.

Ferner 18 Füllungen untersucht, die auf Zentrifugen entweder vollständig aufgearbeitet oder nur von der Mutterlauge befreit wurden, um dann auf derutsche gewaschen zu werden. Die Aktivität dieser Kontakte war in den meisten Fällen gut. 4 Füllungen, die auf dem Imperial-Zellenfilter von der Mutterlauge befreit und auf derutsche ausgewaschen wurden, zeigten ebenfalls normale Aktivität.

5.) Reduktion. (siehe auch Bericht v. 21.9.35. & 2.10.35)

Bei erneuten Messungen des Schwundes der Kontaktmasse während der Reduktion wurden im Labor bei 22 - 25% Gewichtsverlust 10 - 12% Volumen - Verminderung gemessen.

Bei Durchführung der Reduktionswertbestimmungen wurde jedesmal starke Schwefelwasserstoffentwicklung beim Auflösen des Metalls in Salzsäure beobachtet. Eine Bestimmung des so erhaltenen Schwefelwasserstoffes ergab 0,011% Sulfidschwefel im Kontakt nach der Reduktion, während eine Parallelbestimmung 0,015% an Gesamtschwefel erbrachte. Im nicht reduzierten Kontakt konnte 0,016% Gesamtschwefel nachgewiesen werden, so dass ungefähr 70% dieses Schwefels während der Kontaktreduktion zu Sulfid reduziert wird. Die Ausgangsmaterialien haben folgende Schwefelgehalte:

	Gesamtschwefel-	Sulfidschwefel
Soda .....	0,0	—
Kieselgurill 8 .....	0,082	0,0
Thoriumhydrokarbonat .....	0,29	0,0
Kobaltmetall .....	0,022	0,0
Nicht reduzierter Kontakt .....	0,016	0,0
Reduzierter Kontakt .....	0,015	0,011

Der Einfluss dieses Sulfidschwefels auf die Aktivität soll weiterhin untersucht werden.

Eine grosse Anzahl Versuche über Reduktion und ihrer Behinderungsmöglichkeiten muss durchgeführt werden, da sich bei den letzten Versuchen über Kontaktträger gezeigt hat, dass das Versagen mancher Kontakte auf unvollkommene Reduktion zurückzuführen ist. Ähnliche Beobachtungen wurden schon früher anlässlich anderer Versuche gemacht.

#### 6.) Ölfränkung des Kontaktes.

An Stelle unseres synthetischen Benzins wurde zur Lösung des Paraffins bei der Kontaktfränkung ein rumänisches Benzin mit paraffinischer Grundlage ( E6 des Benzolverbandes Bochum) verwendet. Nach den bisher gemachten Feststellungen ist ohne Abweichungen in Aktivität und Ausbeute eine Verwendung dieses Benzins als Fränkungsmittel möglich.

#### 7.) Reaktionsverlauf.

Bei erneuten Dauerversuchen konnte gezeigt werden, dass bei 1,5 Meter langer Schicht über 800 Betriebsstunden lang Ausbeuten von über 100-gr an flüss. Prod. erhalten werden, ~~aktive~~ selbst dann, wenn die Reaktionstemperatur nur um  $4 - 5^{\circ}$  ( von  $180 - \text{maximal } 186^{\circ}$  ) gesteigert wird. Wird ein so vorbehandelter Kontakt mit synth. Benzin ( Siedegrenze  $140-150^{\circ}$  ) bei  $120^{\circ}$  im Rohr extrahiert, so erlangt er die anfängliche Aktivität wieder, doch war in einigen Fällen ein rasches Absinken der Irksamkeit danach zu beobachten. Eine nach der Extraktion bei der Reaktionstemperatur vorgenommene Behandlung des Kontaktes mit  $H_2N_2$ -Gemisch verhindert dieses Absinken, so dass diese Kontakte nach 1500 Betriebsstunden noch 100-gr flüss. Produkte liefern, obwohl nach der Extraktion die Reaktionstemperatur auch nur um weitere  $4 - 6^{\circ}$  gesteigert wurde. Die Reaktionstemperatur beträgt jetzt nach 1500 Betriebsstunden  $189/190^{\circ}$ .

Als Vergleichsversuch zu den extrahierten Kontakten wurde das vierte Rohr dieses Ofens ( ebenfalls mit 1,5 m langer Kontaktschicht ) nach 840 Betriebsstunden 16 Stunden lang mit  $H_2N_2$ -Gemisch bei normaler Reaktionstemperatur behandelt. Diese Behandlung wurde also mit einem nicht extrahierten Kontakt ausgeführt. Das im Kontakt befindliche Paraffin wird als Öl ausgetragen. ~~mit Fränkgas wurde danach die anfängliche akti-~~

aktivität wieder erreicht und auch in diesem Falle bis 1500 Betriebsstunden bei gleicher Temperaturführung wie bei den extrahierten Katalysatoren 100 gr flüss. Produkte erhalten. Weitere Versuche zeigten, dass die Extraktion nicht immer als Dauerwirkung eine Erhöhung der Aktivität bringt, wohl aber die Behandlung mit  $H_2H_2$ -Gemisch. Diese Versuche werden fortgesetzt. Vergleichs-Versuche über den Reaktionsverlauf in 5, 3,25 und 1,5 m langer Schicht sind im Gange. In den ersten 100 Betriebsstunden zeigen sich keine Unterschiede in Kontraktion und Ausbeute bei den verschiedenen Schichtlängen. (Ausbeute bei 5 m Schicht über 110 gr. flüss. Prod. pro cbm Ausgangsgas.).

Versuche über erhöhte Oelbildung sind bisher mit Wassergas unternommen worden. Um ein abschliessendes Urteil über eine erhöhte Oelbildung in diesem Falle abgeben zu können, müssen die Reaktionsprodukte einer längeren Betriebszeit vorliegen.

#### 6.) Regeneration.

Versuche über Regeneration ausbebrannter Kontakte werden von Dr. Schuff, ausgeführt.

Roe