

000548

Herrn Dr. Heide

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT

Holten, den 13. April 1939.

N i e d e r s c h r i f t

über die Erfahrungsaustauschsitzung in Holten am 3. März 1939.

---oooOooo---

Anwesend die Herren:

|                |                     |
|----------------|---------------------|
| Wagner         |                     |
| Klein          |                     |
| Müller Lucanus | Schwarzheide        |
| Steinbrecher   |                     |
| Weingärtner    |                     |
| Buse           |                     |
| Grimme         | Rheinpreussen       |
| Kölbel         |                     |
| Strüwen        |                     |
| Braune         | Rauxel              |
| Heckmann       |                     |
| Ritter         |                     |
| Comblés        | Krupp-Benzin        |
| Süssespeck     |                     |
| Weitenhiller   |                     |
| Ohme           | Hoesch-Benzin       |
| Ullrich        |                     |
| Drees          | Schaffgotsch-Benzin |
| Kowalski       |                     |
| Seyffert       | Wintershall         |
| Alberts        |                     |
| Feißt          |                     |
| Gehrke         | Ruhrbenzin/         |
| Heckel         | Ruhrchemie          |
| Laube          |                     |
| Roelen         |                     |

Ruhrchemie berichtet über die Kontaktlieferungen im letzten Monat. Die Anforderungen an neuen Ofenfüllungen betragen rd. 100, nicht abgerufen wurden 5 Kübel. Die angemeldeten Lieferungen sollen Mindestbestellungen sein und müssen abgenommen werden, da die Katorfabrik schon allein im Hinblick auf die Kieselgurbestellung planmäßig vorgehen muß. Ebenso ist eine zeitlich geregelte Abnahme notwendig, zumal der Versand durch Ab-ruf von Kübeln und Fahrgestellen der Brabag erschwert wird.

Katalysatorlieferungen.

Brabag sagt mit Vorbehalt zu, 2 Untergestelle und Kübel zur Aushilfe über den 10. März hinaus bei der Ruhrchemie zu belassen. Für die Monate März und April 1939 wird folgender Kontaktbedarf angegeben:

|                    | <u>März</u> | <u>April</u> |
|--------------------|-------------|--------------|
| Rheinpreussen      | 16          | 16           |
| Rauxel             | 10          | 12           |
| Ruhrbenzin         | 36          | ?            |
| Krupp-Benzin       | 22          | 20 mit Vor-  |
| Essener Steinkohle | 10          | - behalt     |
| Hoesch-Benzin      | 12          | -            |

Diese Bestellungen sind Mindestbezüge. Die Aufteilung bezgl. der Korngröße bleibt für alle Werke die gleiche, wie sie auf der letzten Erfahrungsaustauschsitzung festgelegt wurde.

Im letzten Monat wurden keine Mischkontakte mit 2,5 % ThO<sub>2</sub> hergestellt. Bei Krupp laufen solche Kontakte in der 2. Stufe und zeigen keine Unterschiede gegenüber Mischkontakten mit 5 % ThO<sub>2</sub>. Rheinpreussen hat seine Versuchskontakte am 8. und 13. Februar angefahren. Sie laufen heute bei 12 atü mit 1500 m<sup>3</sup> Stundenbelastung und ergeben über 60 % Kontraktion. Sie sind weder besser noch schlechter - auch nach ihren Gasanalysen - als die normalen Mischkontakte. Es sollen auch weiterhin Versuche mit Mischkontakten mit 2,5 % ThO<sub>2</sub> durchgeführt werden. Rheinpreussen erklärt sich bereit, 4 Ofenfüllungen, Krupp ebenfalls 4 Füllungen abzunehmen. An Rauxel können alle 10 angeforderten Füllungen als Kontakt mit 2,5 % ThO<sub>2</sub> geliefert werden. Ruhrbenzin ist ebenfalls bereit, diese Kontaktart abzunehmen, doch soll die Anzahl nicht festgelegt werden, da die Produktion der Katorfabrik berücksichtigt werden soll.

Versuchskontakte.

Alberts regt an, so bis zur nächsten Sitzung keine neuen Erfahrungen mit Mischkontakten mit 2,5 % ThO<sub>2</sub> vorliegen, allgemein zu dieser Kontaktart überzugehen, zumal der Gehalt von 5 % Thorium auch nach Roelen keine erhöhte Sicherheit für die Aktivität gegenüber

einem Kontakt mit 2,5 % ThO<sub>2</sub> zeigt. Für die Katalysatorfabrik würde die alleinige Herstellung von Mischkontakt mit 2,5 % ThO<sub>2</sub> fabrikatorisch eine Erleichterung darstellen. Selbst wenn keine Kostensenkungen hiermit verbunden wären, sollte dieser Schritt unternommen werden, da die Entwicklung zum reinen Magnesiumkontakt hin nicht gehemmt, sondern gefördert werden muß. Sowohl von Seiten der Ruhrbenzin als auch von Rauxel liegen keine Bedenken vor, heute schon zu dem thoriumarmen Kontakt vollständig überzugehen, zumal man bestrebt sein will, eine Kontaktkostensenkung mit allen zur Verfügung stehenden Möglichkeiten zu erreichen. Rheinpreussen möchte weitere Erfahrungen abwarten, zumal die guten thoriumarmen Mischkontakte erst 4 Wochen in Betrieb sind und daher eine endgültige Beurteilung noch nicht möglich ist.

Über reinen Magnesiumkontakt berichtet Krupp, daß 4 in der ersten Stufe befindliche Kontakte wesentlich besser als die anderen Mischkontaktfüllungen sind. 12 Ofenfüllungen in der zweiten Stufe zeigen ebenfalls eine gute Aktivität. Es wird darauf hingewiesen, daß diese reinen Magnesiumkontakte kurz nach dem Einfüllen auch mit Synthesegas in Betrieb genommen wurden, während die zum Vergleich herangezogenen Mischkontakte z.T. eine lange Lagerzeit im Ofen aufweisen. Für diese letzteren könnte eine Schädigung während der Lagerung nach den heutigen Ergebnissen nach Ansicht Krupp angenommen werden. Krupp würde 4 - 6 reine Magnesiumkontakte abnehmen, wenn auch von anderer Seite diese Kontaktart gewünscht und daher auch hergestellt wird. Rauxel würde ebenfalls 2 - 4 reine Magnesiumkontakte im Rahmen der Kontaktanforderung abnehmen, zumal die letzten Lieferungen dieser Kontaktart gute Aktivitäten zeigten. Rheinpreussen würde 1 reinen Magnesiumkontakt nehmen. Ruhrchemie sagt die Belieferung von 10 - 12 reinen Magnesiumkontakten im Monat März zu. Diese werden in einer besonderen Anlage hergestellt.

Alberts fragt an, ob in Schwarzheide mittels der Versuchs-Aktivkohlen Vergleiche zwischen Mischkontakten und reinen Thoriumkontakten durchgeführt wurden. Müller-Lucanus bejaht dieses, doch liegen die Untersuchungen soweit zurück und ihre Ergebnisse waren so uneinheitlich, daß sie heute zur Beurteilung nicht herangezogen werden können. Diese Vergleiche sind zwar vorgelesen, doch sind augenblicklich die Versuchs-Aktivkohlen durch andere Versuche belegt.

Kontakt-  
qualität.

Strüwen bezeichnet die Kenn-Nr. 476 als schlecht und mehrere andere Ofenfüllungen als mittelmäßig. Kölbel stellt ebenfalls fest, dass die Qualität in der letzten Zeit stark schwankend geworden ist, während im Dezember und Januar eine gute Gleichmässigkeit bestand. Gehrke weist darauf hin, dass die Labor-Untersuchungen bei Rheinpreussen von den Laboruntersuchungen der Ruhrchemie stark abweichen, daß deswegen eine Schädigung der Kontakte während des Transportes als nicht ausgeschlossen erscheint. Er bittet um genauere Angaben über diese Ofenfüllungen und weist darauf hin, dass auch allgemein der Druckzustand der Kübel vor dem Einfüllen geprüft werden muß. Diese Prüfung wird nach Aussage der einzelnen Werke überall durchgeführt. Häufigere Beanstandungen ergaben sich auch nur bei Versand von Kleinkübeln. Alberts weist darauf hin, an neuen Öfen vor der Kontaktfüllung zu untersuchen, ob ein Durchfallen des Kontaktes durch die Siebe ausgeschlossen ist.

Schwarzheide erklärt, daß sich die dortigen Ausbeuten auf die Messung des unstabilen AK.-Benzins beziehen. Die entsprechenden Werte, bezogen auf stabiles oder genauer ausgedrückt C<sub>4</sub>-freies Benzin, betragen z.B. für Januar 121 ( statt 132 ) und für Februar 126 ( statt 135 ) g/Nm<sup>3</sup>. Es ist zu bemerken, daß es sich hier um eine Errechnung und nicht um eine effektive Messung handelt. Nur diese Zahlen können mit denen der obigen Werke verglichen werden, die ihren Ausbeuten die Produktion an Kondensatöl und Stabilbenzin zugrundelegen.

Ausbeuten.

Es wird über die Erfassung der Produkte, insbesondere über die Bestimmung der Gasol- bzw. der C<sub>5</sub>+

höhere Kohlenwasserstoffe längere Zeit gesprochen. Die Behandlung dieser Frage, die durch Schwarzheide durch den Brief vom 4.2. 39 aufgeworfen wurde, soll einem Sonderausschuß unterbreitet werden, der aus folgenden Herren besteht:

|             |               |        |                  |
|-------------|---------------|--------|------------------|
| Braune      | Raukel        | Stock  | Krupp            |
| Grimme      | Rheinpreussen | Thiess | Ch.W.Ess.Steink. |
| Ohme        | Hoesch-Benzin | Schuff | Ruhrbenzin       |
| Weingärtner | Brabag.       |        |                  |

Dieser Ausschuß tritt am 15.3. 39 in Holten zusammen. Es wäre wünschenswert, wenn in diesem Ausschuß auch noch über die Bestimmung des Vergasungsgrades verhandelt würde.

Brabag führt aus, daß die Extraktion etwas besser als die Hydrierung in bezug auf Kontraktion und Produktion wirke, doch seien diese Unterschiede nicht groß. Der Hauptvorteil bestehe in der guten Ofenentleerung und in der Paraffingewinnung. Über die Beeinflussung der Lebensdauer der mit Extraktionsmitteln behandelten Kontakte kann nichts gesagt werden, da die Laufzeit der Ofenfüllungen in Schwarzheide allgemein gleichmässig begrenzt ist. Wohl ist zu bemerken, daß die Laufzeiten zwischen den Wiederbelebungen bei Extraktion länger ausgedehnt werden können als bei Hydrierung. Eine neue Extraktionsanlage ist im Bau, an die 20<sub>0</sub> bzw. 50 Öfen angeschlossen werden können. Ferner fragt Krupp an, ob man die Extraktion mit Aktivkohle-Benzin durchführen könne. Roelen weist darauf hin, daß die Löslichkeit des Paraffins im Extraktionsmittel, soweit dieses den Syntheseprodukten selbst entnommen wird, sehr gering ist. Die Wirkung der Extraktion beruht auf der guten Mischarbeit des Paraffins und des Extraktionsmittels bei Temperaturen, bei denen das Paraffin in flüssigem Zustande vorliegt, d.h. es sind Temperaturen von 140 - 160° erwünscht, die also mit Aktivkohle-Benzin nicht erreicht werden können. Feißt weist darauf hin, daß bei der Ruhrbenzin Extraktionsversuche mit Kondensatöl durchgeführt werden, sodaß nach deren günstigem Ausgang das nur in geringen Mengen vorhandene Schwerbenzin ersetzt werden kann.

Kontakt-  
extraktion.

Braune bemerkt zu dem Inhalt des Protokolls über die Erfahrungsaustauschsitzung vom 6.1. 39 Seite 9, daß seine Ausführungen falsch wiedergegeben worden sind. Die kubische Struktur des Cobalts ist die katalytisch wirksame, die hexagonale Struktur ist die katalytisch unwirksame. Kontakte ohne Kieselgur als Trägermaterial lassen nur geringe Bildung von kubischem Cobalt zu, daher zeigen diese auch eine geringe Aktivität. Cobalt bildet mit Magnesium Mischkristalle. Hieraus kann die schwerere Reduzierbarkeit der Mischkontakte erklärt werden. Roelen erwähnt, daß vor längerer Zeit an Sauter, Schwarzheide, eine größere Auswahl von Kontakten zur röntgenographischen Untersuchung weitergegeben wurde, dass aber bis heute noch keine Ergebnisse vorliegen. Zu den letzten Ausführungen Braune's bemerkt Roelen, daß aus Cobalt und Magnesium ohne Kieselgur und ohne Thorium hochaktive Kontakte dargestellt werden können. Kölbel bestätigt dies bei Darstellung eines Kontaktes, der viel Thoriumoxyd, aber keine Kieselgur enthält.

Kontakt-  
forschung.

In Rauxel sind mit grobem Korn 10 - 20 mm gute Erfahrungen gemacht worden, vor allem, da der Staub sich bei grobem Korn leicht entfernen lässt und damit eine gleichmäßige Gasverteilung erzielt wird. Durch Absiebung sollen nur die physikalischen Störungen beseitigt werden. Als angenehme Beigabe ist der geringe Druckverlust zu erwähnen. In Rauxel wurde auch bei Umschaltung der Türme innerhalb des Systemes die Masse nochmals abgesiebt. Ein erster Versuch ohne die Zwischenabsiebung bei 20 000 m<sup>3</sup> Belastung ist augenblicklich im Gange.

Feinrei-  
nigungs-  
fragen.

Die allgemein der Feinreinigung zugesetzten Sauerstoffmengen liegen zwischen 0,15 und 0,25 Vol.%. Sowohl bei Rheinpreussen als auch bei der Ruhrbenzin werden nach der Feinreinigung rd. 0,05 - 0,06 Vol.% Bau-erstoff gefunden. FeiBt weist auf Versuche hin, bei denen der Einfluß geringer Sauerstoffmengen im Synthesegas auf die Kontaktaktivität untersucht wurde. Sauerstoffgehalte von 0,1 - 0,2 % ergeben im Vergleich zu vollständig sauerstoff-freiem Synthesegas keine schlechteren Synthesergebnisse selbst über lange Betriebszeit.

~~000553~~

000554

Schädigungen wurden erst bei einem Gehalt von rd. 1 % Sauerstoff beobachtet. Steinbrecher hat ebenfalls bis 0,4 % Sauerstoff keinen Einfluß auf die Kontaktaktivität feststellen können.

Ausser den schon besprochenen Korrosionen in den Endgasleitungen bzw. deren Kompensatoren bei Rauxel und an einer Stelle bei Schwarzheide sind keine Korrosionserscheinungen festgestellt. Anlässlich eines Stillstandes wurden bei der Ruhrbenzin die Endgasleitungen untersucht. Sie zeigten nur sehr schwache, über den ganzen Querschnitt gleichmässig verteilte Angriffe, obwohl beide Endgasleitungen nicht isoliert sind.

Korrosions-  
fragen.

In Schwarzheide sind einige Walzstellen kurz vor den Krümmern undicht geworden. Auch bei Rauxel mußten 2 - 3 Rohre wegen Undichtigkeit ausgewechselt werden. An Krupp-Öfen sind hier an den Wassercumlaufrohren mehrmals Korrosionen aufgetreten, obwohl mit einem gut entgasten Dampfcondensat gefahren wird.

Mechanisches  
Verhalten  
der Synthese-  
öfen.

Die nächste Erfahrungsaustauschsitzung findet am 5. Mai 1939 auf Einladung von Krupp statt.

gez. F e i s t .