

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

über die Erfahrungsaustauschsitzung in Holten am 17. Juni 1938.

---ooOoo---

Anwesend die Herren:

Hochschwender	
Jung	
Klein	
Müller-Lucanus	Schwarzheide
Steinbrecher	
Wagner	
Weingärtner	
Buse	
Grimme	Rheinpreußen
Kölbel	
Strüven	
Schmalfeldt	
Braune	
Heckmann	Rauxel
Von Holt	
Ritter	
Comblés	Krupp-Benzin
Süssespeck	
Roth	
Ullrich	Hoesch-Benzin
Werres	
Drees	
Kowalski	Schaffgotsch-Benzin
Löpmann	Ch.W. Essener Steink.
Tönnis	Lützkendorf
Martin	
Alberts	
Feißt	
Gehrke	
Heckel	
Laube	Ruhrchemie/Ruhrbenzin
Meier	
Neweling	
Roelen	
Schuff	
Velde	

000002

Martin eröffnet die Sitzung mit Begrüßung der Teilnehmer und schlägt vor, die Aussprache wie früher, dem Gang der Fabrikation folgend, vorzunehmen.

000603

Gasreinigung:

Der Schwefelgehalt des feingereinigten Synthesegases wird bei den einzelnen Werken wie folgt angegeben:

	org. Schwefel	H ₂ S	Ges. Schwefel
Rauxel	0,13-0,20	0,0	0,13-0,20 g
Rheinpreußen	0,40-0,50	bis 0,1	0,40-0,50 g
Schwarzheide	0,30	0,02	0,32 g
Ruhrbenzin	0,20-0,30	0,1-0,2	0,30-0,50 g

Auf die Anfrage Hochschwender, ob der hohe Reinigungsgrad des Synthesegases in Rauxel sich auf die Aktivität und Lebensdauer des Kontaktes ausgewirkt hat, erklärt Braune, daß hierüber nichts abschließendes gesagt werden kann.

Hochschwender weist nun auf die Schädigungsversuche mit Kohlenwasserstoff-Kondensaten hin, die aus dem Synthesegas nach der Feinreinigung gewonnen wurden. Diese Kondensate setzen sich in Schwarzheide aus rd. 27 % Olefine, 20 % Cycloolefine und rd. 20 % Aromaten zusammen. Der Schwefelgehalt des Gesamtproduktes beträgt 0,28 %. Werden diese Kondensate in die einzelnen Fraktionen zerlegt, so zeigt die Fraktion 120-130°, die 17 % Olefine und 36 % Cycloolefine enthält, eine besonders starke Aktivitätsschädigung des Synthesekontaktes.

Ganz andersartig sind die vor der Feinreinigung in Rheinpreußen mit Aktivkohle erhaltenen Kohlenwasserstoffe. Diese sind in der Hauptsache Aromaten. Ihr Schwefelgehalt liegt bedeutend höher. Feißt berichtet über die stark schädigende Wirkung dieser Kondensate, die in Laborversuchen festgestellt wurde. Da aber bei Rheinpreußen im Synthesegas nach der Feinreinigung ebenfalls geringe Mengen von Kohlenwasserstoffen gefunden werden, so soll die Einwirkung dieser Körper, die wohl bedeutend weniger Schwefel enthalten, auf den Synthesekontakt untersucht werden.

Schwarzheide berichtet über die Einwirkung desfahrens mit und ohne Sauerstoff auf die Kondensatbildung an der Feinreinigungsmasse. Vor der Feinreinigung werden 0,18 - 0,25 g

Kondensat/m³ beobachtet. Wird nun die Feinreinigung ohne Sauerstoffzusatz betrieben, so wird Neubildung von Kondensat bis zu 0,5 - 1 g/m³ beobachtet, während bei Sauerstoffzusatz die Kondensatmenge nach der Feinreinigung mit 0,12 - 0,16 g/m³ geringer ist als die eingebrachte Kondensatmenge. Der Sauerstoffzusatz zeigt hier also doppelte Wirkung. Neben einer Steigerung der Schwefelaufnahme werden Harzkörper verändert, sodaß ihre Menge im Verlauf der Feinreinigung zurückgeht.

Ritter weist darauf hin, daß für die Schwefelumsetzung nur geringe Sauerstoffmengen, d.h. rd. 0,05 Vol. % benötigt werden, sodaß bei den augenblicklich üblichen Sauerstoffzusätzen Wasserstoff in merklichen Mengen verbraucht wird, da nach der Feinreinigung der Sauerstoffgehalt des Synthesegases allgemein unter 0,1 Vol. % liegt. Eine Schädigung des Synthesekontaktes durch den im Gas verbleibenden Sauerstoff ist bis jetzt noch nicht beobachtet worden.

Grimme weist darauf hin, daß zurzeit die Feinreinigungsmasse stark staubhaltig angeliefert wird. Dies beeinflußt einen gleichmäßigen Gasdurchgang während der Reinigung und macht eine nochmalige Absiebung beim Einfüllen nötig. Hierauf und auf die festgestellten Schwankungen des Sodagehaltes, der zwischen 25 und 30 % gefunden wird, führt er die schlechte, nur bis rd. 7 % betragende Schwefelanreicherung zurück.

Braune hatte den hohen Staubgehalt der Feinreinigungsmasse bei der Ruhrchemie schon reklamiert. Zur Sicherheit wird auch hier vor dem Füllen abgesiebt. Zusätzlich wird in Rauxel beim Umschalten der Türme die im 2. Turm befindliche Masse entleert, abgesiebt und wieder neu gefüllt, wenn dieser an erster Stelle gefahren wird. Auch hier wurde ein zu geringer Sodagehalt von rd. 30 % gefunden.

Martin regt Vergleichsversuche über die Wirksamkeit ~~des Staubes und des Kornes an und möchte gleichzeitig den Sodagehalt beider Teile untersucht haben.~~

Nach Gehrke wurde durch Abänderung des Fabrikationsganges der Staubgehalt der Masse in letzter Zeit beträchtlich gesenkt. Der Sodagehalt wird ebenfalls strenger überprüft, doch dürfte bisher eine Unterschreitung von 30 % kaum möglich gewesen sein.

Martin fragt an, aufgrund welcher Ergebnisse der Schwefelgehalt des feingereinigten Synthesegases mit maximal $0,2 \text{ g/m}^3$ festgelegt wurde und ob der niedrige Schwefelgehalt des Synthesegases in Rauxel sich auf die Aktivität und Lebensdauer der Kontakte ausgewirkt hat.

Zur ersten Frage bemerkt Roelen, daß nach einer 5 m langen Kontaktschicht Schwefelwerte bis zu $0,2 \text{ g/100 m}^3$ im Endgas gefunden wurden. Diese Beobachtung führt zu der Annahme, daß diese geringe Konzentration nicht mehr vom Kontakt aufgenommen wird.

Zur zweiten Frage bemerkt Schmalfeldt, daß die Lebensdauer der Kontakte seiner Meinung nach noch zu kurz ist, um die Auswirkungen des Reinheitsgrades des Synthesegases zu zeigen.

Martin möchte $0,2 - 0,3 \text{ g Schwefel/100 m}^3$ als höchste Grenze angesehen haben, da vor allem bei der Drucksynthese deutlich Schädigungen durch höhere Schwefelgehalte festgestellt sind. Er schlägt vor, über das nächste halbe Jahr eingehende Beobachtungen über den Einfluß der verschiedenen Schwefelgehalte auf den Syntheseverlauf anzustellen, um dann nochmals über diese Fragen eingehend zu diskutieren.

Hochschwender weist darauf hin, daß der in Schwarzhilde beobachtete starke Aktivitätsabfall, der nach rd. 1500 - 1600 Betriebsstunden in Erscheinung trat, möglicherweise auf Schwefeleinwirkungen zurückzuführen ist. Wagner möchte Harzbildner anstelle des Schwefels für diese Schädigungen verantwortlich machen.

Von Holt weist darauf hin, daß bei gleichem Schwefelgehalt im Synthesegas Co-ThO₂-Kontakte trotz abfallender Gasbelastung nach 2 Monaten schlechter sind als Mischkontakte, die bei hoher Belastung 3 Monate laufen. Auf eine Schwefelschädigung kann also dieser Abfall nicht zurückgeführt werden, da bei den hochbelasteten Mischkontakten eine solche Schädigung weit eher zu erwarten wäre.

Die bei der Ruhrbenzin laufenden Feinreinigungsversuche, bei denen anstelle des normalen 5 - 15 mm-Kornes ein solches von 3 - 6 mm zur Anwendung gelangte, lassen

bis heute noch keine Rückschlüsse zu.

Jung hebt noch einmal die gute Wirksamkeit der Pottasche-Masse in Schwarzheide hervor, mit der bei guter Reinigung und normaler Belastung sehr lange Laufzeiten erreicht wurden.

Schmalfeldt möchte die Feinreinigungsmasse durch irgendwelche Zusätze, vielleicht Magnesiumchlorid, verfestigt haben. Das Forschungslabor RB soll hierüber Versuche aufnehmen.

Synthesebetrieb:

Aufgrund seiner wöchentlich durchgeführten Besuche der einzelnen Werke gibt Schuff einen zusammenfassenden Bericht über die Kontaktbewertung.

Für Rheinpreußen führt er aus:

Neukontakte werden mit Rücksicht auf die Gasreinheit in Stufe II angefahren, 30 Tage dort belassen, dann im allgemeinen ohne Hydrierung auf Stufe I umgeschaltet und in dieser 1. Fahrperiode auf 192,5 - 194° gefahren. Bei einer Belastung von 1000 m³/Std. erreichen gute Th-Kontakte 55 - 50 % Kontraktion in Stufe II.

Die Lebensdauer konnte entsprechend der Qualität der Herbstkontakte von 1937 mit 4 Monaten, im Frühjahr 1938 nur noch mit 3 Monaten eingesetzt werden. Trotz wesentlicher Verbesserung der physikalischen Eigenschaften der Th-Kontakte wurde die Herbstqualität nicht wieder erreicht.

Die Th-Kontakte 1:1 haben die Erwartungen nicht erfüllt. Zwei sind bei verhältnismäßig niedrigem Reduktionswert als gut bis sehr gut, zwei weitere als mäßig bis schlecht zu bezeichnen und schon entleert. Die Gasbelastung betrug entsprechend dem Co-Gehalt 1100 - 1150 m³/Std. Der beste Kontakt dieser Reihe bewegte sich in Stufe II bis zur 1. Hydrierung (830 Std.) zwischen 50 und 40 % Kontraktion. In der 2. Fahrperiode wurde er nach 5 Tagen auf Stufe I umgeschaltet (1.6.38), mit 1300 m³/Std. belastet und ergab über 50 % Kontraktion. Im Labor zeichnen sich die beiden schlechten Kontakte durch höhere Anfangsaktivität, aber

rascheren Abfall aus.

Die Th-Mg-Kontakte zeichnen sich durch sehr gute physikalische Beschaffenheit aus. Sie wurden bisher ebenfalls 30 Tage auf Stufe II gefahren und mit 1000 m³/Std. belastet. Eine sonderliche CH₄-Bildung, wie sie beim Anfahren und nach der Hydrierung dieser Kontakte in Stufe I bei den anderen Werken beobachtet wird, zeigte sich in Stufe II nicht, auch nicht nach Umschalten auf Stufe I.

Von den im März und April gelieferten 9 Th-Mg-Kontakten heben sich 2 bei 430°/45' reduzierte Kontakte heraus. Die übrigen sind bei 410°/60-70' reduziert. Am 14.5. wurden die Reduktionsbedingungen der Th-Mg-Kontakte auf 430°/45' festgelegt und mittlerweile zur Erreichung eines uns zunächst zweckmäßig erscheinenden Reduktionswertes von mindestens 55 % auf 435°/60' abgeändert. Seit dieser Zeit hat Rheinpreußen weitere 6 Th-Mg-Kontakte erhalten, die z.T. angefahren und als sehr gut zu bewerten sind. Von diesen wird einer im Vergleich zu einem Th-Kontakt mit 1300 m³/Std. gefahren und erstmalig nach 1 Tag von Stufe II auf I umgeschaltet. Da der Th-Vergleichskontakt nach der Laboruntersuchung und den Betriebsergebnissen als nicht sehr gute Qualität zu bezeichnen ist, soll der Versuch mit einem weiteren Ofenpaar durchgeführt werden. Diese Versuche sind von Bedeutung, da in Stufe I eine einwandfreiere Beurteilung der Kontakte möglich ist. Es steht zu hoffen, daß auch ein gleichmäßiges und hochwertiges Synthesegas zur Verfügung steht, d.h. keine wechselnden Mengen Restgas vor der Synthese zugesetzt werden, wie es bisher der Fall war.

Untersuchungen über die Eigenschaften der Produkte aus Th-Mg-Kontakten, insbesondere die Siedelage, den Olefingehalt des Benzins und die Eigenschaften des Kontaktparaffins sind im Gange.

Zu diesen Ausführungen bemerkt Kölbel, daß bei den 1:1-Kontakten ein Mißverständnis in der Auffassung besteht, daß 3 der gelieferten 1:1-Kontakte von Anbeginn an schlecht waren und nur 1 Kontakt den Erwartungen entsprach. Dieser ist seiner Meinung nach den 1:2-Kontakten gleichzusetzen.

Zur Vergleichsuntersuchung der Produkte, die mit normalem und mit Mischkontakt gewonnen wurden, erklärt Grimme, daß im Gasol kaum Unterschiede festgestellt wurden. Vielleicht ist bei dem über Mischkontakt entstandenen Gasol eine leichte Erhöhung des Olefingehaltes möglich. Das Benzin, von dem Proben nach 3, 8 und 18 Tagen Laufzeit untersucht wurden, zeigt ein ähnliches Verhalten. Die Hexan-Fraktion beträgt bei normalem Kontakt 5,1 %, beim Mischkontakt 4,9 %. Sie ist somit praktisch gleich groß. Der Olefingehalt liegt beim Mischkontakt um 2 - 3 % höher, wie durch Jodzähl- und Mol.-Gewichtsbestimmungen festgestellt wurde.

Bemerkenswert ist, daß in einem Falle nach 15-tägiger Laufzeit eine Belastungssteigerung auf 1500 m³/Std. beim Mischkontakt möglich war, wobei Kontraktion und Ausbeute trotz gleichbleibender Temperatur sich ebenfalls nicht änderten.

Über Gewerkschaft Viktor, Rauxel berichtet Schuff:

Allgemein ist zu bemerken, daß bei einem hochwertigen Gas mit nur 12 - 13 % Inerten, einer Durchschnittsbelastung von 1000 m³/Std. in Stufe I und 720 m³/Std./Ofen insgesamt bei einer Kontraktion von etwa 75 % eine Aufarbeitung des CO von 90 % stattfindet. Die Anfangsbelastungen in Stufe I betragen bisher 1300 m³/Std., bei Th-Mg-Kontakten bis 1700 m³/Std., nach Vermehrung der Ofenzahl jetzt etwa noch 1100 m³/Std. und werden mit zunehmendem Alter der Kontakte im Hinblick auf die Gasaufarbeitung abgesenkt, bis etwa 600 m³/Std.

Die im Mai gelieferten Th-Kontakte 1:2 sind von mittlerer und guter Qualität. Ein im Februar gelieferter, bei 360°/90' reduzierter Kontakt dieser Art hat sich den guten Herbstkontakten gegenüber als gleichwertig, wenn nicht überlegen gezeigt. In 92 Betriebstagen war er mit durchschnittlich 1115 m³/Std. belastet.

Viktor hat 2 Th-Kontakte 1:1 erhalten. Vergleichsweise zu guten Th-Kontakten 1:2 oder gar Th-Mg-Kontakten ist eine Sonderwirkung oder Überlegenheit nicht festzustellen.

len. Ein Interesse an dieser Art Versuchskontakte besteht deshalb nicht.

Die Th-Mg-Kontakte sind von ausgezeichneter physikalischer Beschaffenheit. Sie lassen sich daher mit hohen Gasmengen belasten. Die starke CH_4 -Bildung beim Anfahren in Stufe I und nach den im Vergleich zu Th-Kontakten erfolgreicheren Hydrierungen ist ein besonderes Kennzeichen dieser Kontakte und ist bei geringerer Aktivität weniger oder garnicht vorhanden.

Die niedriger reduzierten Kontakte waren bei niedrigen Wassergehalten im Reduktionsgas z.T. gut. Erst die im Mai gelieferten 4 Th-Mg-Kontakte sind sämtlich bei $435^\circ/60'$ reduziert und als gut zu bezeichnen.

Die Lebensdauer der Th-Mg-Kontakte ist nach Erfahrungen bei Viktor eine längere als bei Th-Kontakten. Bis zur Entleerung erreicht ein Th-Kontakt eine Laufzeit von etwa 90 Tagen und zeigt zuletzt bei $600 \text{ m}^3/\text{Std.}$ Belastung noch 60 % Kontraktion. 2 Th-Mg-Kontakte erreichten 110 Tage, weitere 5 Kontakte haben 90 Tage und darüber, teils mit 850, teils mit $1000 \text{ m}^3/\text{Std.}$ belastet und zeigen bis 65 % Kontraktion.

Die reinen Mg-Kontakte haben gute Betriebsergebnisse gezeigt. Die Aktivität und damit CH_4 -Bildung beim Anfahren scheinen gegenüber den Th-Mg-Kontakten noch gesteigert zu sein. Einer dieser Kontakte läuft jetzt 3 Monate und zeigt nach der Anfang Juni erfolgten 2. Hydrierung bei $1000 \text{ m}^3/\text{Std.}$ noch 65 % Kontraktion. Wichtig ist die Beobachtung, daß bei noch gutem Zustand des Ofens die versuchsweise Hydrierung ohne wesentlichen Erfolg war d.h. Zwischenbelegungen mit H_2 u.U. seltener nötig sind als bei Th-haltigen Kontakten. Zwei weitere Mg-Kontakte sind angefahren. Die stark ausgeprägte Aktivität bewirkte bei einem dieser Kontakte, wahrscheinlich infolge C-Abscheidung in den oberen Kontaktschichten, eine Verstopfung und dadurch Verminderung des Gasdurchganges. Die Kontakte arbeiten sonst ausgezeichnet.

Vonseiten Rauxel ist zu diesem Bericht nichts zu sagen. Auf Anfrage wird mitgeteilt, daß die Kontaktentleerung nach der Schlußhydrierung hier sehr gut verläuft, so-

daß nur bei den Öfen, bei denen durch anfängliche Kohlenstoffabscheidung oben Verkrustung eintrat, eine weitere Säuberung des Ofens notwendig wurde.

Über Brabag Schwarzheide berichtet Schuff wie folgt:

Neukontakte werden seit einiger Zeit mit einer Belastung von 1500 m³/Std. und einer Temperatursteigerung gefahren, die 60 % Kontraktion erreichen läßt. Die Endtemperatur der 1. Fahrperiode beträgt 195°. Das Synthesegas hat etwa 17 % Inerte.

Die im Mai gelieferten Th-Kontakte 1:2 sind verhältnismäßig gut und gleichmäßig. Eine bei schonenderen Temperaturbedingungen reduzierte Serie aus Ende März 1938 hat sich als besonders gut erwiesen. Dagegen waren 2 ähnlich reduzierte Kontakte nur von mäßiger Qualität, was von der Linie der bisherigen Erfahrungen zwar abweicht, aber auch anderweitig verursacht sein kann. Seit Einführung der neuen Fällungsart Anfang März wird eine wesentliche Besserung der physikalischen Beschaffenheit der Th-Kontakte festgestellt. Ein Th-Kontakt 1:1 leistet im Vergleich zu normalen Th-Kontakten bei der jetzt üblichen hohen Belastung von 1500 m³/Std. nicht mehr und kann als guter Durchschnitt bezeichnet werden.

Die Th-Mg-Kontakte sind in ihrer physikalischen Beschaffenheit ausgezeichnet, sodaß sehr hohe Gasbelastungen möglich sind, welche die auch hier beobachtete starke CH₄-Bildung beim Anfahren zurückzudrängen erlauben. Man hat den Eindruck, daß zur Erreichung ähnlicher Kontraktionen eine langsamere Temperatursteigerung nötig ist, daß die Laufzeiten der 1. und 2. Fahrperiode länger und die Hydrierungen erfolgreicher sind als bei Th-Kontakten.

Bezgl. des Einflusses der Reduktionsbedingungen ist keine ganz klare Linie zu sehen. Von den seit Dezember 1937 bis einschl. April 1938 gelieferten Th-Mg-Kontakten sind nur 2 bei 430°/45' reduziert, die übrigen bei 410°/60'.

~~Der Einfluß des Wassergehaltes im Reduktionsgas ist dabei~~ besonders deutlich zu sehen. Sofern dieser in Ordnung war, sind die Kontakte als gut bis sehr gut zu bewerten. Im Mai

wurden weitere 12 Th-Mg-Kontakte geliefert, davon 8 in 2 Blöcken auf Stufe I angefahren, deren Bewertung noch abzuwarten ist.

Für die Beurteilung der Lebensdauer der Th-Mg-Kontakte wurde ähnlich wie bei Viktor versucht, aus dem Zustand der Öfen nach etwa 2000 Stunden (85 Tage), wo Th-Kontakte im allgemeinen entleerungsreif sind, ein Bild zu gewinnen. In großen Zügen ergeben sich für Th-Kontakte nach 1600 - 1900 Stunden und 1000 m³/Std. Belastung Kontraktionen von 36 - 41 %, für Th-Mg-Kontakte nach 2000 - 2300 Stunden und 1000 m³/Std. Belastung noch Kontraktionen von 52 - 57 %.

Weiterhin liegen Resultate vor über die Ausbeute und Tagesleistung beider Kontaktarten, die zugunsten des Th-Mg-Kontaktes sprechen. Natürlich darf nicht außer acht gelassen werden, daß die zu vergleichenden Kontakte innerhalb ihrer Art gute oder beste Qualität darstellen sollten. In diesem Sinne reicht das vorhandene Material noch nicht aus.

Jung stimmt grundsätzlich diesen Angaben zu. Die zuletzt gemachten Erfahrungen über die längere Lebensdauer des Mischkontaktes müssen seiner Meinung nach in ihrer Abhängigkeit von den Gasverunreinigungen näher untersucht werden, da in Laborversuchen gezeigt werden konnte, daß der Mischkontakt Giften gegenüber viel empfindlicher ist.

Bei Rheinpreußen wurden ähnliche Beobachtungen im Laboratorium gemacht, doch bestätigt dort der Betrieb diese Ergebnisse nicht.

Martin weist noch einmal darauf hin, daß die Einführung der Mischkontakte einmal eine Senkung der Kontaktkosten und zum andern eine Verlängerung der Lebensdauer bringt. Sollte die Gasreinheit einen Einfluß auf die Lebensdauer der Kontakte haben, so müßte sie erhöht werden.

Wagner weist nochmals auf die 1:1-Kontakte hin, die bis jetzt nach 700-800 Betriebsstunden bei langsamer Temperatursteigerung sehr beständig in der Kontraktion waren.

Schuff berichtet über Ruhrbenzin wie folgt:

Neukontakte werden auch bei der Ruhrbenzin seit einigen Monaten mit Belastungen von 1300 - 1500 m³/Std. und

einer Temperatursteigerung gefahren, die bis 60 % Kontraktion erreichen läßt. Diese Temperatursteigerung muß bei den Kontaktlieferungen seit Januar 1938 im Anfang schneller erfolgen als früher, insbesondere bei den Th-Mg-Kontakten. Mit dem Alter der Kontakte werden die Belastungen neuerdings gesenkt. Da die Ruhrbenzin ausschließlich nur noch mit Th-Mg-Kontakten beliefert wird, werden mit Rücksicht auf die hohe CH_4 -Bildung Neukontakte nicht mehr in Stufe I, sondern in Stufe II kurzzeitig angefahren und dann umgeschaltet. In gleicher Weise ist ein Einfahren mit Restgas z.B. im Kreislauf zweckmäßig.

Im Mai hat die Ruhrbenzin nur noch 2 Th-Kontakte 1:2 bezogen, die zu einer Serie von mäßiger Qualität gehören, von der auch Rheinpreußen und Schwarzheide beliefert wurden. Von früheren Th-Kontakten ist in einer Zeit stark staubhaltiger und daher schwer zu bewertender Kontakte ein Fadenkorn entsprechend seiner guten physikalischen Beschaffenheit besonders hervorzuheben.

Von Th-Kontakten 1:1 erhielt die Ruhrbenzin 2 unter verschiedenen Reduktionsbedingungen hergestellte. Der bei $400^\circ/45'$ reduzierte Kontakt ist mit 70 % Reduktionswert sehr mäßig gewesen und nach 75 Tagen entleert worden. Der andere bei $360^\circ/90'$ reduzierte ist mit nur 50 % Reduktionswert als gut zu bewerten. Diese Ergebnisse zeigen wiederum die Bedeutung der milderer Reduktionsbedingungen für die Herstellung der Th-Kontakte, insbesondere der Co-reicheren.

Von den Th-Mg-Kontakten zeigte der im Januar 1938 gelieferte einen außergewöhnlich regelmäßigen Kontraktionsverlauf. Die Belastung betrug $1000 \text{ m}^3/\text{Std}$. Die 1. Hydrierung erfolgte nach 50 Tagen Laufzeit. Die Reduktionsbedingungen waren hinsichtlich des Wassergehaltes im Reduktionsgas damals sehr günstig. 2 weitere Kontakte, die Reduktionswerte von 55 - 60 % aufwiesen, laufen jetzt 3 Monate mit Belastungen von $1200 - 1100 \text{ m}^3/\text{Std}$. und haben etwa noch 50 % Kontraktion. Ein weiterer unter ungünstigen Reduktionsbedingungen hergestellter Kontakt wies einen sehr niedrigen Reduktionswert auf, war in der 1. Fahrperiode mäßig, erholte

sich aber bei der 1. Hydrierung derart, daß er in 2 weiteren Fahrperioden mit 1500 und 1250 m³/Std. belastet 58 - 55 % bzw. 55 - 50 % Kontraktion zeigte. Er hat jetzt etwa 60 Betriebstage. Allgemein ergibt sich auch bei der Ruhrbenzin eine bessere Wirkung bei der Hydrierung als bei Th-Kontakten.

Im Mai wurden 12, im Juni bisher 8 Th-Mg-Kontakte geliefert und angefahren, darunter 1 Fadenkorn. In einem Block zeigen 6 Kontakte, die unter teilweise sehr ungünstigen Reduktionsbedingungen Ende April hergestellt wurden, große Unregelmäßigkeiten in der Aktivität und schalten daher bei der Bewertung aus. Die anschließend gelieferten Kontakte sind sämtlich bei 435°/60' und geringen Wassergehalten im Reduktionsgas hergestellt, zeigen gleichmäßige Reduktionswerte zwischen 55 und 60 % und erweisen sich bei Belastungen von 1200 - 1500 m³/Std. mit 57 - 62 % Kontraktion nach Laufzeiten von 25 und 13 Tagen als sehr gut.

Bezgl. der Lebensdauer der Th-Mg-Kontakte kann soviel gesagt werden, daß erst 2 Kontakte eine Laufzeit von 94 Tagen erreicht haben und bei 1200 m³/Std. Belastung noch etwa 50 % Kontraktion aufweisen, während Th-Kontakte in diesem Alter bei nur 1000 m³ Stundenbelastung im Mittel noch 40 % Kontraktion und darunter zeigen. Die übrigen Kontakte haben 40 Tage Laufzeit noch nicht erreicht.

Ergänzend sollen einige Ausbeutezahlen angegeben werden. Der erste Th-Mg-Kontakt aus Januar 1938 ergab in der 1. Fahrperiode nach 330 Stunden etwa 105, nach 900 Stunden etwa 98 g/m³ Idealgas, bei einer CO-Aufarbeitung von 75 % und Belastungen um 900 m³/Std., das entspricht Tagesleistungen von 1,88 und 1,75 t. Ein im Juni angefahrener Th-Mg-Kontakt ergab nach 290 Stunden etwa 107 g/m³ Idealgas bei ebenfalls 75 % CO-Aufarbeitung und einer Belastung von 1160 m³/Std., das entspricht einer Tagesleistung von 2,47 t.

~~Das Verhalten über längere Zeiten wird geprüft.~~

Eine Diskussion über diese Ausführungen erfolgt nicht.

Die Frage einer evtl. Veränderung der Produkte nach Mengenverhältnis oder Eigenschaften beim Übergang von Th-

zu Mischkontakten ist von allen Werken nach einheitlichen Gesichtspunkten in Angriff genommen. Es betrifft das die Siedelage des Gesamtproduktes, den Olefingehalt des Benzins und Menge und Eigenart des Kontaktparaffins. Die bisher bekannt gewordenen Unterlagen sind noch nicht hinreichend, um heute schon ein zusammenfassendes Urteil abgeben zu können; doch werden im folgenden vorläufige Ergebnisse besprochen, die möglicherweise für weitere Untersuchungen von Einfluß sein können.

Roelen konnte in der Produkthenzusammensetzung nach Siedelage bei Th- und Mischkontakten selbst nach langer Laufzeit keine Unterschiede feststellen. Wohl nimmt der Olefingehalt wie auch der Säuregehalt vom reinen Th-Kontakt über den Mischkontakt zum reinen Mg-Kontakt zu. So beträgt z.B. der Olefingehalt des Produktes aus

reinem Th-Kontakt	22,8 %
Mischkontakt	25,0 %
reinem Mg-Kontakt	31,0 %

Diesen Befunden gegenüber stehen Untersuchungen bei Schwarzzeide, bei denen bei gleicher Reaktionstemperatur ein reiner Th-Kontakt im Rohbenzin (30-180°) 44 % Olefine aufwies, während der Olefingehalt beim Mischkontakt nur 37,6 % betrug.

Es wird darauf hingewiesen, daß eine Abhängigkeit zwischen Olefinbildung und Synthesetemperatur heute schon sichtbar ist, d.h., daß die Mischkontakte bei etwas höherer Temperatur die gleichen Olefingehalte erreichen wie die normalen Th-Kontakte. Da der Mischkontakt mit guten Ausbeuten auch bei höheren Temperaturen bis 200° gefahren werden kann, so dürften die bisherigen Erkenntnisse über die Olefinbildung nicht nachteilig für den Mischkontakt sein.

Martin glaubt, daß eine nachträgliche Hydrierung der olefinischen Kohlenwasserstoffe am Kontakt eintritt und daß es bei weiterer Beobachtung vielleicht gelingt, durch irgendwelche Maßnahmen diese nachträgliche Hydrierung zu beeinflussen.

Schmalfeldt weist darauf hin, daß Mischkontakte 2

weitere Vorteile haben, nämlich:

1. einen größeren Reaktions-Temperaturbereich, der mithilft, die Lebensdauer des Kontaktes zu erhöhen und
2. ist die Olefinbildung hier deutlich temperaturabhängig, was beim normalen Co-Th-Kontakt bisher nicht beobachtet wurde.

Heckmann weist darauf hin, daß bei Mischkontakten durch den erhöhten Säureanfall ein größerer Wasserbedarf in der Kondensation eintritt und daß die Öl-Wasser-Trennung in den Scheidebehältern genau beobachtet werden muß.

Wagner berichtet über weitere Ergebnisse, die bei der Extraktion des Kontaktes im Synthesofen durch Kondensation einer Ölfraktion am Kontakt durchgeführt wurde. Bei mehreren Extraktionen konnte selbst nach verschiedenen Laufzeiten festgestellt werden, daß die Paraffinbeladung bis zu 5 % der laufenden Produktion beträgt. Wurde nach dieser Behandlung der Kontakt genügend getrocknet, so ließen die Öfen sich gut entleeren. In einigen Fällen wurde die Extraktion anstelle einer Wasserstoffzwischenbelegung durchgeführt und hierbei, was die Wiederbelegung des Kontaktes anbelangt, fast gleiche Wirkung erreicht. Zwei Ofenfüllungen je Woche sollen zu weiteren Vergleichsversuchen zwischen Extraktion und Wasserstoffzwischenbelegung herangezogen werden. Das bei der Extraktion gewonnene Paraffin kann seines großen Moleküls wegen nicht zur Fettsäureherstellung Verwendung finden. Es ist auch nicht anstelle von Ozokerit zu gebrauchen, da seine kristalline Struktur ganz anders ist.

Über die Rücklieferung des ausgebrauchten Kontaktes berichtet Gehrke, daß es der Katorfabrik am angenehmsten sei, wenn der Kontakt mit möglichst wenig Paraffin (möglichst unter 15 %) angeliefert wird, da er in diesem Zustande ohne Vorbehandlung in die Regeneration eingesetzt werden kann. Kann ein geringer Paraffingehalt nicht erreicht werden, so ist es wünschenswert, daß möglichst soviel Paraffin im Kontakt enthalten ist, daß eine gute Brickettierung vor der Extraktion möglich ist.

Bisher lieferte Rauxel in guter Gleichmäßigkeit

000016

- 15 -

Kontakte mit hohem Paraffingehalt, während Ruhrbenzin durchweg solche mit sehr niedrigem Paraffingehalt zurückgibt. Die Kontakte dieser beiden Werke können gut verarbeitet werden.

Die Rücklieferungen von Schwarzheide sind zu ungleichmäßig, sodaß 3/4 der Kübelfüllungen extrahiert werden mußte.

Die von Rheinpreußen zurückgelieferten Massen sind oft sehr feucht und schlammig, sodaß ihre Aufarbeitung, zumal der Paraffingehalt zwischen 17 und 34 % liegt, sich äußerst schwierig gestaltete.

Es soll angestrebt werden, bis zur nächsten Erfahrungsaustauschsitzung eine Einigung über eine einheitliche Endbehandlung herbeizuführen, sodaß die zurückgelieferte Kontaktmasse aller Werke nach einem einheitlichen Arbeitsgang regeneriert werden kann. Ist diese Einigung erreicht, so sollen bei Rücklieferung ungeeigneter Massen die dadurch bei der Aufarbeitung entstehenden Mehrkosten dem Lieferanten auferlegt werden.

Alle Lizenznehmer sollen ihre Patentanmeldungen, wie vertraglich festgelegt, allgemein bekanntgeben.

Die nächste Erfahrungsaustauschsitzung findet Ende August in Schwarzheide statt. Der genaue Termin wird noch bekanntgegeben.

gez. FeiSt