

*Wm. Fr. Koldk.*

000617

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT

Holten, den 10. Mai 1938/Dn

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

über die Erfahrungsaustauschsitzung im Rheingarten in Homberg  
am 5. Mai 1938.

-----

Anwesend die Herren:

Hochschwender	
Jung	
Klein	
Müller-Lucanus	Schwarzheide
Steinbrecher	
Wagner	
Weingärtner	
Buse	
Grimme	
Kölbel	Rheinpreussen
Strüven	
Braune	
Heckmann	
von Holt	Rauxel
Comblés	
Raffloer	
Ritter	Krupp-Benzin
Ohme	
Roth	
Ullrich	Hoesch-Benzin
Drees	
Kowalski	Schaffgotsch-Benzin
Löpmann	
Schwenke	Essener-Benzin
Seyffert	Wintershall
Albrecht	Amt für deutsche Roh- und Werkstoffe
Alberts	
Feißt	
Gehrke	
Heckel	
Laube	
Meier	Ruhrchemie/Ruhrbenzin
Neweling	
Roelen	
Schuff	

-----

Alberts bittet, zuerst über die Erfahrungen mit den magnesiumhaltigen Versuchskontakten zu sprechen, dann erst die normalen Co-ThO<sub>2</sub>-Kontakte zu behandeln.

Co-ThO<sub>2</sub>-MgO-Kontakte.

Schuff berichtet für Ruhrbenzin über die beiden Versuchskontakte, die ThO<sub>2</sub> und MgO im vorgesehenen Verhältnis von 1: 1,6 enthalten. Diese haben die Kenn-Nummer 546 A und 547 A. Sie wurden bei 43°C 45 Minuten lang reduziert. Beim Einfahren zeigten beide gleich hohe Methanbildung. In normale Reaktion kamen sie bei 11 atü. Bei einer Beaufschlagung von 1500 m<sup>3</sup>/Std. wurden in der ersten Fahrzeit 55-60 % Kontraktion erreicht. Der Methangehalt im Restgas betrug 7-8%. Gute Co-ThO<sub>2</sub>-Kontakte ergaben bei nur 1000 m<sup>3</sup> Stundenbelastung in der gleichen Fahrzeit ebenfalls 55-60 % Kontraktion bei einem Methangehalt von 5-6 % im Restgas.

Eine Gegenüberstellung dieser beiden Mischkontakte und der besten Normalkontakte (Ofen 81 und 82) ergab bei Multiplikation der m<sup>3</sup> Gasbelastung/Std. mal Kontraktion über 50 Tage Laufzeit für den Mischkontakt 140 %, wenn für den Normalkontakt 100 % eingesetzt werden. Die Ofenleistung in t/Tag beträgt, so man den gemessenen Kontraktionen bzw. der CO-Aufarbeitung einen experimentell gesicherten Ausbeutewert zugrundelegt, beim Mischkontakt über diese 50 Tage 2,9 t, während der Normalkontakt nur 2,1 t leistete. Während Normalkontakte bisher bis zu 20 Tagen mit rd. 1300 m<sup>3</sup> überlastet werden konnten, hat der Mischkontakt über 50 Tage diese Überlast ertragen.

Hochschwender bezweifelt die Richtigkeit dieser Berechnungsart, da nach Ergebnissen in Schwarzheide die Mischkontakte einen stärkeren Abfall an flüssigen Produkten m<sup>3</sup> mit der Laufzeit gebracht haben als die Normalkontakte. Als Vergleichszahl wird z.B. 86,5 g für den Mischkontakt und 91 g für den Normalkontakt nach gleicher Laufzeit angegeben. Weiterhin werden die Gaskosten als sehr maßgeblich angesehen, weshalb vor aller eine Berücksichtigung der Ausbeute in g/m<sup>3</sup> erfolgen muss.

Alberts weist darauf hin, dass ein anderer Mischkontakt bei Normalbelastung auf der Versuchs-Aktivkohle-Anlage bei gleicher CO-Aufarbeitung die gleichen Ausbeuten an flüssigen Produkten in  $\text{g/m}^3$  ergeben hat, wie sie für Normalkontakte als gesichert angesehen werden müssen. Aufgrund dieser Beobachtung ist s.E. ein Vergleich der beiden Kontaktarten, wie er oben angeführt ist, wohl zulässig.

Weingärtner berichtet für Schwarzheide über einen Mischkontakt mit dem  $\text{ThO}_2$ -MgO-Verhältnis von 1 : 1,46, der durch die Versuchsaktivkohle überwacht wurde. Eingefahren wurde dieser Kontakt mit einer Belastung von  $1400 \text{ m}^3/\text{Std.}$  Er wurde nach 7 Tagen bei  $187^\circ$  und  $1000 \text{ m}^3$  Stundenbelastung auf die Versuchs-Aktivkohle geschaltet. Bis 500 Stunden wurden im Durchschnitt 2,3 tato flüssige Produkte erhalten. Die in  $\text{g/m}^3$  festgestellten Ausbeuten schwankten zwischen 107 und 90 g (auf Synthesegas bezogen). Von der 500. Betriebsstunde an wurde die Belastung auf  $1200 \text{ m}^3/\text{Std.}$  erhöht. Die Temperatur betrug hierbei anfangs  $189^\circ$ . Da die Kontraktion um rd. 5 % abfiel, wurde die Temperatur so erhöht, daß eine gleichmässige Kontraktion gehalten werden konnte. Bis zur 1000. Betriebsstunde waren  $194^\circ$  erreicht. Die Tagesleistung betrug 2,2 - 2,25 t. Nach 1000 Betriebsstunden wurde bei  $200^\circ$  über 25 Stunden im Kreislauf hydriert und hiernach mit  $1200 \text{ m}^3$  Stundenbelastung bei raschem Erhöhen der Temperatur auf  $195^\circ$  angefahren. Nach je 5 weiteren Tagen wurde die Belastung auf  $1000 \text{ m}^3/\text{Std.}$  zurückgenommen. Die durchschnittliche Tagesleistung während dieser Fahrperiode betrug 2,4 t. Nach der 2. Hydrierung wurde ebenfalls wieder mit  $1200 \text{ m}^3$  Stundenbelastung in Reaktion gegangen und eine Tagesleistung von 2,25 t erreicht.

Bei der Inbetriebnahme wurden Methan-Höchstwerte von  $40 \text{ g/m}^3$  gemessen; während des Betriebes wurden 20-25 g neugebildetes Methan gefunden. Die Gasolausbeute lag zwischen 14 und  $16 \text{ g/m}^3$  Synthesegas. An Kontraktionen wurden in der ersten Fahrperiode bei  $1000 \text{ m}^3$  Stundenbelastung 60-65 %, bei  $1200 \text{ m}^3/\text{Std.}$  zuerst rd. 52 und nach Temperaturerhöhung rd. 60 % gemessen. Nach der ersten Hydrierung betrug die Kontraktion 64 %, um bis zur zweiten Hydrierung auf 60 % abzufallen.

Andere Ofenfüllungen mit Mischkontakt wurden nur gasanalytisch überwacht, doch zeigen diese Untersuchungen das gleiche Bild wie der mit der Versuchs-Aktivkohle überwachte Ofen.

Jung faßt die Erfahrungen in Schwarzheide wie folgt zusammen: Eine höhere Belastungsmöglichkeit scheint für den Mischkontakt gegeben, doch wird hierdurch die spezifische Ausbeute in  $g/m^3$  nicht verbessert. Über die Lebensdauer kann noch nichts endgültiges gesagt werden.

Braune glaubt, in seinen Ausführungen während der letzten Erfahrungsaustauschsitzung in Rauxel zum Teil falsch verstanden zu sein. Er präzisiert daher seine Stellungnahme wie folgt:

1.) Rauxel steht auf dem Standpunkt, dass es zweckmässig sei, sowohl aufgrund der gemachten Erfahrungen als auch aus rein wirtschaftlichen Überlegungen zum Mischkontakt überzugehen. Die Frage des  $ThO_2$ - $MgO$ -Verhältnisses muß noch weiter geklärt werden. Aufgrund der bisherigen Erfahrungen haben sich sowohl  $ThO_2$ - $MgO$ -Kontakte im Verhältnis von 1 : 1,5 als auch reine  $MgO$ -Kontakte gut bewährt.

Im Vergleich zu dem normalen Kontakt wurde bei Mischkontakten bei gleicher Kontraktion und gleicher Verflüssigung eine wesentlich höhere Belastbarkeit festgestellt und dies bei Versuchen, die über 50 und 90 Tage liefen., wobei der 90 Tage-Versuch besonders günstige Ergebnisse zeigte, die aber zahlenmäßig nicht festgelegt werden können.

2.) Im September und Oktober 1937 war die Kontaktqualität so gut, daß die Soll-Leistung der Rauxeler Anlage erreichbar schien. Im November und Dezember 1937 ließ die Qualität der Kontakte nach. Dies wurde bei der Ruhrchemie reklamiert und in Besprechungen aufzuklären versucht. Als Hauptursache glaubt man den hohen Staubgehalt annehmen zu müssen. Vonseiten der Katorfabrik wurde der Staubgehalt verringert, wodurch nach Ansicht Braunes die Kontaktqualität sofort besser wurde. Dieser Zustand dauerte bis Ende Januar 1938 an. Doch trat im Februar 1938 eine katastrophale Verschlechterung des Kontaktes ein. In dieser Periode wurden Kontaktte geliefert, die nach 6 Wochen wieder außer Betrieb genommen werden mußten, da ihre Leistungen,

ungentügend waren. Bei diesen Ofenentleerungen traten Schwierigkeiten auf, wie sie bisher in Rauxel noch nicht beobachtet wurden. Hinzu kommt, dass diese Kontakte auch von der Katorfabrik nur mit den größten Schwierigkeiten zu verarbeiten sind, da sie sich als äußerst pyrophor erweisen.

Nachdem nun Rauxel mit diesen Normalkontakten im Monat Februar 1938 sehr schlechte Erfahrungen gemacht hatte, erhoffte man von dem Mischkontakt, zu dessen Abnahme man sich für den Monat April 1938 bereit erklärte, eine wesentliche Besserung. Von den 8 abgelieferten Mischkontakten besaßen 6 Ofenfüllungen eine derart schlechte Aktivität, daß sie nach 8-10 Tagen bei Temperaturen von 14 atü und einer Belastung von unter 1000 m<sup>3</sup>/Std. eine ungenügende Aufarbeitung zeigten. Hiermit sind 50% der in diesem Monat gelieferten Kontakte als Ausfall zu betrachten. Da der Staubgehalt dieser Mischkontakte äußerst gering war, muß eine mangelhafte Aktivität des Kornes vorliegen, zumal zwei weitere Mischkontakte dieser Lieferung in ihrer Aktivität ausgezeichnet waren. Dieser Sachverhalt wurde sofort der Katorfabrik mitgeteilt, ohne daß bisher eine Stellungnahme von dieser Seite vorläge.

Als Entgegnung hierzu weist Gehrke darauf hin, daß die Herstellung der Mischkontakte sich in gewissem Sinne noch im Versuchsstadium befinde. Nachdem ein ThO<sub>2</sub>-MgO-Verhältnis von 1 : 1,6 festgelegt war, galt es, die günstigste Reduktionstemperatur und Reduktionsdauer zu ermitteln. Es wurde daher gebeten, jegliche Beobachtung über das Verhalten der Kontakte schnellstens der Katorfabrik mitzuteilen. Dies wurde aber von keiner Seite aus so durchgeführt, daß hieraus positive Ergebnisse für die Kontaktherstellung abgeleitet werden konnten. Neben diesen Schwierigkeiten traten im Monat Februar 1938 Störungen der Gastrocknung in der Reduktion ein. Diese Schwierigkeiten sollten durch die neu in Betrieb genommene Linde-Anlage, die mit einer zweiten Silica-Gel-Anlage gekuppelt ist, behoben werden. Doch auch diese Anlage brachte anfangs keine einwandfreie Gastrocknung. Da die Kontaktlieferung aufrecht erhalten werden sollte, mußte die Produktion weiterlaufen, wobei eine Verschlechter-

ung der Aktivität in Kauf genommen werden mußte. Heute ist das Reduktionsgas wieder einwandfrei in Ordnung. Gehrke weist nochmals darauf hin, daß eine schnelle und allseitige Unterrichtung der Katorfabrik notwendig ist, da vor allem die Reduktionsbedingungen durch die in letzter Zeit gelieferten Kontakte festgelegt werden müssen.

Braune weist für Rauxel den Vorwurf der schlechten Unterrichtung zurück, da Rauxel sich über alle Erfahrungen ausführlich und weitgehendst schriftlich geäußert hat.

Für Rheinpreussen berichtet Kölbel über die bisher in Betrieb befindlichen 8 Mischkontakte. 4 Ofenfüllungen sind bis heute 50-60 Tage in Betrieb. Dabei sind die Füllungen 444 A und 445 A als gut und mittelgut zu bezeichnen, sie sind aber in ihrer Wirksamkeit, was Aufarbeitung und Belastbarkeit betrifft, dem normalen Co-ThO<sub>2</sub>-Kontakt nicht überlegen. Die beiden anderen Füllungen dieser ersten Sendung sind als schlecht zu bezeichnen. Weitere 4 Ofenfüllungen, die vor 10 Tagen in Betrieb genommen wurden, haben sich alle als in ihrer Wirksamkeit unzureichend erwiesen. So konnten bei einer dieser Füllungen (655 A) nach 10 Tagen bei 13 atü nur 32 % Kontraktion erreicht werden, während bei einem normalen Kontakt nach dieser Zeit bei 7-8 atü 50-52 % Kontraktion (in der 2. Stufe) zu erreichen sind. Bei all diesen Kontakten wurde ein niedriger Reduktionswert festgestellt, ja rd. 20% der Masse waren nicht reduziert. Vonseiten Rheinpreussen muß daher, nachdem die ersten Mischkontakte ein günstiges Bild ergaben, nach den heutigen Ergebnissen eine weitere Abnahme von Mischkontakten abgelehnt werden.

Alberts faßt zusammen:

Der Grund für das Versagen der in der ersten Aprilhälfte gelieferten Mischkontakte ist klar erkannt. Die unzulängliche Trocknung des Reduktionswasserstoffes ist allein hierfür verantwortlich zu machen. Die Herstellungsbedingungen für das Grünkorn des Mischkontaktes wie auch das ThO<sub>2</sub>-MgO-Verhältnis liegen fest. Die Reduktionsbedingungen, soweit sie Temperatur und Dauer betreffen, sind soweit erkannt, daß mit einem gleichmäßigen und gut aktiven Kon-

takt dann gerechnet werden kann, wenn nicht technische Schwierigkeiten das Einhalten der Herstellungsbedingungen in der Katorfabrik beeinträchtigen. Das beweisen die in letzter Zeit an Rauxel gelieferten Kontakte 678 A und 679 A, wie auch die im gleichen Werk seit 90 Tagen in Betrieb befindlichen Mischkontakte über die gesamte Laufzeit ein günstigeres Bild ergeben als die besten Co-ThO<sub>2</sub>-Kontakte. So sind bei den Mischkontakten die Durchschnittszahlen nach 2300 Betriebsstunden einmal 1150 m<sup>3</sup> Gasbelastung/Std., 65 % Kontraktion, 78% CO-Aufarbeitung und 70 % Verflüssigung, das andere Mal 1370 m<sup>3</sup> Gasbelastung/Std., 65 % Kontraktion, 78 % CO-Aufarbeitung und 68 % Verflüssigung, während der Co-ThO<sub>2</sub>-Vergleichskontakt nur 1000 m<sup>3</sup> Gasbelastung/Std., 65 % Kontraktion, 80 % CO-Aufarbeitung und 68 % Verflüssigung ergibt. Der Staubgehalt der Mischkontakte ist nach aller Erfahrung bedeutend geringer und hat noch keine Schwierigkeiten bereitet.

Rauxel und Ruhrbenzin stimmen also in der Beurteilung der Mischkontakte überein. Beide rechnen mit einer Besserung der Belastbarkeit von rd. 35 %. Die ausschließliche Herstellung von Mischkontakt würde von diesen Werken begrüßt werden. Rheinpreußen lehnt die Lieferung von Mischkontakten vorerst gänzlich ab. Schwarzheide möchte in der Hauptsache mit Normalkontakt beliefert werden, ist aber bereit, weitere Mischkontakte zu Versuchszwecken zu übernehmen. Die zahlenmäßige Verteilung wird später behandelt. Die Aufnahme der Herstellung reiner MgO-Kontakte, wie sie von Rauxel und Ruhrbenzin gewünscht wird, kann aus obigen Gründen nicht durchgeführt werden.

Auf die Frage von gleicher Seite, ob Mittel bekannt sind die anfänglich starke Methanbildung des Mischkontaktes zu mildern oder ganz zu unterbinden, kann keine positive Antwort gegeben werden, doch werden hierüber Versuche durchgeführt.

Dem Wunsche nach besserer und schnellerer Unterrichtung über die Betriebsergebnisse soll dadurch nachgekommen werden, daß

auch die anderen Werke, wie es von Schwarzheide heute schon durchgeführt wird, möglichst täglich Ofenprotokolle, zumindest über die Versuchsofen, der Katorfabrik zugehen lassen. Die Ausgestaltung dieser Protokolle soll von der Katorfabrik baldigst bekannt gegeben werden. Sollten besondere Umstände es angebracht erscheinen lassen, Berichte über das Verhalten der einzelnen Kontakte herauszugeben, so sind diese lediglich als Mitteilung der Unterschiede und nicht als Beurteilung aufzufassen.

Vonseiten der Katorfabrik muß andererseits wiederum alles getan werden, um eine gleichmässige Herstellung des Kontaktes nach den bisher bekannten optimalen Bedingungen zu gewährleisten. Ferner muß die Katorfabrik für schnellste Benachrichtigung der einzelnen Lizenznehmer sorgen, wenn es sich um Zusammensetzung oder andere wichtige Daten der gelieferten Kontakte handelt. Es wird empfohlen, diesen Verkehr durch Brieftelegramme zu beschleunigen.

Allgemein wird dem Vorschlag Hochschwender zugestimmt, der vorsieht, dass vonseiten der Ruhrchemie ein Herr bestimmt wird, der durch persönliche Rücksprache bei den einzelnen Werken für einen guten Austausch der gemachten Erfahrungen sorgt. Alberts sagt für die Ruhrchemie die Erfüllung dieses Vorschlages zu.

Roelen schlägt vor, von jetzt ab die Bezeichnung der Mischkontakte nach ihrem Prozentgehalt an oxydischen Bestandteilen, bezogen auf Cobaltmetall, vorzunehmen. So würde der heute gebräuchliche Mischkontakt mit dem  $\text{ThO}_2$ - $\text{MgO}$ -Verhältnis von 1 : 1,6 als Co-Kontakt mit 5 %  $\text{ThO}_2$  und 8 %  $\text{MgO}$  benannt werden.

Auf die Frage, ob die Reduktionsbedingungen für den Mischkontakt in Laborversuchen eindeutig festgelegt sind, kann gesagt werden, daß wohl für die labormässige Herstellung dieses Kontaktes diese Bedingungen festliegen, daß aber bei Herstellung im großen die vorhandenen Betriebsmittel in etwa eine Änderung dieser Bedingungen notwendig machen. Nachdem jetzt eine zweite Reduktionsanlage zur Verfügung steht und somit der Engpaß der Kontaktherstellung überwunden sein dürfte, ist es eher möglich, die bisher erkannten günstigen Bedingungen auch gleichbleibend anzuwenden. Allgemein wird gutgeheißen, daß bei Störungen in der Anlage besser die Produktion eingestellt wird als dass ein schlechter Kontakt erzeugt wird.



Gehrke hält eine Steigerung der Produktion über 90. Ofenfüllungen monatlich hinaus erst dann für möglich, wenn die neue Trocknungs- und Formgebungsanlage voll in Betrieb ist. Er bittet durch möglichst rasche Rückleitung von Kübeln und Fahrgestellen den Versand zu erleichtern.

Mischkontakte sind bisher nur bei Schwärzheide und Ruhrbenzin aus den Öfen entleert worden. Beide Entleerungen verliefen gut.

Über die Zwischenbelegung berichtet Rauxel, dass diese nach rd. 1200 Betriebsstunden mit gutem Erfolg durchgeführt wurde. Das gleiche stellt Rheinpreussen bei den normalen Mischkontakten fest.

Schwärzheide kann nur einen positiven Effekt bestätigen. Vergleiche über die Wirksamkeit sind infolge der verschiedenen Belastungen nicht möglich.

Steinbrecher hat in Laborversuchen Mischkontakte siebenmal hydriert bei einer Laufzeit von 3000 Stunden. Die Kontraktion war bei konstant 185° nie unter 50 % abgefallen. Bei den Hydrierungen, die bei 200° durchgeführt wurden, konnte fast alles Paraffin aus dem Kontakt entfernt werden. Diese Ergebnisse decken sich mit den vom Forschungslabor der Ruhrbenzin schon mehrmals bekanntgegebenen.

Versuchskontakte mit dem Co-Kgr-Verhältnis von 1 : 1.

Kölbel berichtet über 2 Versuchskontakte, die jetzt 2000 Stunden in Betrieb sind und die trotz schlechter Aktivität bei gleicher Ausnutzung des Gases eine um 15 % höhere Belastung erhalten, ohne daß die Ausbeute den Vergleichskontakten gegenüber schlechter ist. 2 weitere Kontakte, deren Co-Kgr-Verhältnis 1 : 1,27 ist, haben in der Laborprüfung ergeben, dass sie nicht so gut wie normale Co-Kontakte sind, doch ist ihre Aktivität immer noch besser als die der beiden zuerst gelieferten. Diese Ofenfüllungen sind seit 14 Tagen in der zweiten Stufe in Betrieb und geben bei 1200 m<sup>3</sup> Stundenbelastung je Ofen 50 % Kontraktion. Durch diese Mehrbelastung sind sie den normalen Ofenfüllungen überlegen.

Der bei der Ruhrbenzin in Betrieb befindliche Versuchskontakt hat das Verhältnis Co : Kgr = 1 : 1,2. Seine Aktivität ist normal.

000626

- 10

Ein Unterschied gegenüber den guten normalen Co-ThO<sub>2</sub>-Kontakten ist bis heute nicht festzustellen.

Ein Versuchskontakt ist in Schwarzheide über 2000 Stunden in Betrieb. Bis 1700 Stunden bzw. bis zur zweiten Hydrierung wurden konstant 61 % Kontraktion erreicht. Die Methanbildung ist nicht höher als bei normalen Co-ThO<sub>2</sub>-Kontakten. Abschließend kann aber erst dann ein Urteil über diese Versuchskontakte abgegeben werden, wenn die Betriebsergebnisse der 4 weiteren schon gelieferten Versuchskontakte vorliegen.

Zu der oben erwähnten Ofenfüllung 85 mit 1 : 1 Kontakt (Schwarzheide) kann Roelen einen kurvenmässigen Vergleich mit dem gleichzeitig laufenden Ofen 88 in dem 1:2 Kontakt eingefüllt ist erbringen. Danach ist das Ausbringen des 1 : 2 Kontaktes ~~was~~ besser als das des 1 : 1 Kontaktes.

Kölbel glaubt, daß sowohl die Aktivität als auch die Kornfestigkeit bei diesen Versuchskontakten verbessert, d.h. auf die gleiche Höhe wie bei labormässiger Herstellung gebracht werden könne, wenn Rheinpreussen die Möglichkeit gegeben werde, einen Einfluß auf die Kontaktherstellung auszuüben. Bei weiteren Kontaktlieferungen möchte Rheinpreussen nur noch Kontakte mit dem Co-Kgr-Verhältnis von 1 : 1 erhalten.

Alberts bemerkt hierzu, daß bis zur Klärung der Frage, ob ausschließlich Co-ThO<sub>2</sub>- oder Co-ThO<sub>2</sub>-MgO-Kontakte hergestellt werden, weitere Versuchskontakte nicht hergestellt werden können. Aus dem gleichen Grunde muß auch die Belieferung von Rauxel mit Versuchskontakten, die nur Co und MgO enthalten, abgelehnt werden. Sollte in 4-6 Wochen die Entscheidung zwischen normalem und Mischkontakt gefallen sein, so können die gewünschten andersartigen Versuchskontakte hergestellt werden. Diese Regelung wird allgemein begrüßt.

Roelen weist nochmals darauf hin, dass vonseiten der Ruhrchemie eine Änderung in der Zusammensetzung des Kontaktes nur dann vorgenommen wurde, wenn hierbei eine Verbesserung der Raum-Zeit-~~ausbeute~~ ausbeute zu erwarten war.

Alberts glaubt aus Erfahrungen bei Versuchen unter Druck sagen zu können, dass eine Verdünnung des Kontaktes, d.h. ein höherer

Kieselguranteil als 1 : 1 auch eine bessere Wirksamkeit des Kontaktes ergeben hat. Zu berücksichtigen ist, dass die bis jetzt vorliegenden zweijährigen Betriebsergebnisse durchweg mit Kontakten gemacht wurden, die teils in ihrer chemischen und teils in ihrer physikalischen Beschaffenheit unterschiedlich waren. Er möchte daher allzuweit gehende Rückschlüsse vermeiden.

Zu dem Bericht von Kölbel vom 9.3.1938 liegt ein Bericht des Forschungslabors der Ruhrbenzin vor. Folgende Zusammenfassung wird verlesen:

- 1.) Es wird behauptet, die RCH bestimme die Zusammensetzung des Katalysators nach nebensächlichen Gesichtspunkten (Kobalt-Ausnutzung, Paraffinlähmung, Wiederaufarbeitungskosten). Richtig ist, daß für die Wahl der Zusammensetzung und Herstellungsart immer in erster Linie die beste Raum-Zeit-Ausbeute massgebend gewesen ist.
- 2.) Als Grund für die aufgestellten Behauptungen dienen erstens angebliche Feststellungen von Fischer und zweitens zwei Reihen von Labor-Versuchen.  
Die Behauptung, nach den Ergebnissen des KWI stehe fest, dass durch die Erhöhung der Kieselgurmenge über das Verhältnis 1 : 1 hinaus sich eine Verbesserung der Kontakte nicht erzielen lasse, ist falsch. Sie steht im Widerspruch zu der Veröffentlichung von Fischer und Koch. Gesammelte Abhandlungen, Band 10, Seite 564.  
Bei den mitgeteilten Labor-Versuchen sind die 1 : 2-Katoren außergewöhnlich schlecht und deshalb unterlegen. Die 1 : 1-Katoren dagegen ergaben keine absolut bessere Leistung, als wir sie mit 1 : 2-Katoren normal auch erreichen. Die Ergebnisse sind daher nicht beweiskräftig.
- 3.) Die in dem Bericht aufgestellte, entscheidende Behauptung lautet: "~~Würde die Katorfabrik zur Erzeugung kieselgurärmerer Katoren übergehen, z.B. zu 1 : 1, so würde dies den Synthesebetrieben ermöglichen, ihre Erzeugung um 40-60 % zu steigern.~~"  
Diese Behauptung wurde nur überlegungsmässig begründet, nicht aber auch durch den experimentellen Beweis aus

genau entsprechenden Versuchen.

Derartige Laborversuche haben wir inzwischen ausgeführt, nämlich mit gleichem Kontaktvolumen und steigender Gasbelastung. In allen Fällen waren die 1 : 1-Katoren deutlich schlechter, besonders hinsichtlich der Verflüssigung (grössere Methanbildung).

- 4.) Die neuen Magnesiumhaltigen Katalysatoren haben im Betrieb bereits das geleistet, was die 1 : 1-Katoren im theoretisch günstigen Falle leisten könnten, praktisch aber nicht erreicht haben.

Diese thoriumarmen Magnesium-Katoren können sofort mit voller Leistung der Katorfabriken hergestellt werden, die 1 : 1-Katoren würden wegen ihres 4-8 mal grösseren Thorium-Umlaufes zunächst den Bau neuer Thoriumfabriken erfordern.

- 5.) Die Forderung nach kieselgurarmen 1:1-Katoren kann als nicht ausreichend begründet, wenig aussichtsreich und als überholt bezeichnet werden.

Über den an diese Zusammenfassung sich anschliessenden Bericht soll <sup>in</sup> keine Diskussion eingetreten werden, da er erst heute den einzelnen Lizenznehmern zugestellt wurde. Sollten sich Rückfragen ergeben, so werden diese in der nächsten Erfahrungsaustauschsitzung verhandelt.

Allgemeine Fragen.

Kontaktlieferungen werden angefordert:

- 1) Schwarzheide benötigt 55-58 Ofenfüllungen
- 2) Rheinpreussen 16 "
- 3) Rauxel 12-14 "
- 4) Ruhrbenzin 10-12 "

Davon können bei Schwarzheide 10 Ofenfüllungen Mischkontakte sein, während Ruhrbenzin eine 100 %ige Belieferung mit Mischkontakt wünscht. Rauxel ist ebenfalls mit der ausschliesslichen Belieferung von Mischkontakten einverstanden, möchte aber, da dies bei der gleichzeitigen Herstellung von Normalkontakt möglich ist, 1 oder 2 Normalkontakte erhalten, die als Vergleichsmaßstab für die Mischkontakte dienen sollen. Rheinpreussen möchte nur mit Normalkontakten beliefert werden.

Rauxel hat bei den letzten Kübelsendungen 6-8 % Überkorn über 3 mm gefunden gegenüber früherer Werte von rd. 1 %.

Gehrke glaubt, dass die Erhöhung des Überkornes auf die allgemein festgestellte Verfestigung des Kontaktes zurückzuführen ist, da erfahrungsgemäss bei der Formgebung aus festerem Ausgangsmaterial bei der Zerkleinerung eine Zunahme der grösseren Siebfractionen eintritt.

Alberts weist nochmals auf die Wichtigkeit des Verformungsproblemee hin. Augenblicklich laufende Versuche zeigen, dass klassiertes Korn allgemein eine bessere, gleichbleibendere und höhere Umsetzung sowie bessere Verflüssigung ergibt.

Bei Rheinpreussen ist in den letzten Monaten eine merkbare Verschiebung der Produktion zugunsten der leichtsiedenden Bestandteile eingetreten, ohne dass klar zu erkennen ist, ob diese Erscheinung auf Kontaktalter, Belastung, Hydrierung oder Anwendung von Mischkontakt zurückzuführen ist. Da Rheinpreussen 20 % seiner in Betrieb befindlichen Öfen mit Mischkontakt gefüllt hat, ist die Verschiebung wahrscheinlich hierauf zurückzuführen, zumal diese Mischkontakte hauptsächlich in der zweiten Stufe, d.h. mit einem verdünnten Synthesegas laufen. Bei den anderen Marken ist dieser bekannte Einfluss des Mischkontaktes nicht festzustellen, da hier prozentual weniger Mischkontakte in Betrieb sind

- 14 -

Die Entleerung des Fadenkontaktes aus dem Ofen nach normaler Laufzeit war gut

Über die Vorbereitung zur Ofenentleerung teilt Schwarzheide mit, dass mit Extraktionen kein durchschlagender Erfolg erreicht wurde, ausser bei häufiger Wiederholung. Dagegen bringt eine 36-stündige Kreislaufbehandlung mit Wasserstoff, der rd. 5-7 % Kohlenoxyd enthält, bei einer Gasbelastung von 1700 m<sup>3</sup>/Std. eine gute Entleerung. Der Ofen hält sich bei diesem Gemisch gerade bei 205°. Auch sehr staubhaltige Kontakte glaubt man so leicht entleeren zu können.

Rauxel wendet seit 1½ Jahren diese gleiche Methode mit Erfolg an. Hier schwankt die Belastung zwischen 1200 und 1500 m<sup>3</sup>/Std. Als Schwierigkeit wird die grosse Luftempfindlichkeit des so behandelten Kontaktes angesehen.

Während bei der Ruhrbenzin-nach fünfmaliger Extraktion mit flüssigen Mitteln ein Paraffingehalt von 3-5 % im Kontakt erreicht wird und dieser Arbeitsgang in 24 Stunden durchgeführt werden kann, gelingt dies in Schwarzheide nur mit einer grösseren Anzahl von Extraktionen bei einer Zeitdauer von 3 Tagen.

Wagner teilt Ergebnisse einer anderen Entparaffinierungsmethode mit. Vor der Entleerung des Ofens wird diesem eine zwischen 170 und 190° siedende Schwerbenzin-Fraktion in Dampfform von oben zugeführt. Als Trägergas wird ein inertreiches Restgas verwendet. Die Ofentemperatur wird auf 160° gehalten, sodass das Schwerbenzin im Ofen kondensiert. Bei dieser Fahrweise wird zuerst ein Kondensationsprodukt mit sehr hohem Paraffingehalt gewonnen. Fällt dieser mit der Zeit ab, so wird, wie in dem geschilderten Versuch, nach 10 Stunden das Kondensat in eine Destillationsblase zurückgegeben und von da wieder in den Ofen verdampft. Dieses ~~"Soxleth"-Verfahren wird über weitere 12 Stunden angewendet~~ und hierdurch die letzten schwer entfernbaren Paraffine aus dem Ofen herausgeholt. So wurden aus einem Ofen insgesamt 4 t Paraffin mit einem Schmelzpunkt von 103° gewonnen. Der Paraffingehalt des Kontaktes nach dieser Behandlung ist gleich Null. Im Grossen wurde diese Behandlung bisher

nur zur Entleerung angewandt, während im kleinen eine Wiederbelebung des Kontaktes auf diese Weise mit Erfolg durchgeführt wurde. Als besonderer Vorteil wird in diesem letzten Falle eine gleichmässige Fahrweise erreicht, da Methanspitzen beim Wiedereinfahren nicht oder nur in untergeordneter Masse auftreten. Als Lösungsmittel-Verbrauch werden vorerst für einen Ofen  $8 \text{ m}^3$  für die ersten 10 Stunden angegeben.

Alberts gibt bekannt, dass bei der Ruhrbenzin zurzeit Grossversuche in der Feinreinigung durchgeführt werden, bei denen durch Klassierung der Korngrösse ein möglichst gleichmässiger Gasdurchgang erzielt werden soll.

Grimme beobachtete, dass immer dann der Wirkungsgrad der Feinreinigung schlecht war, wenn die Grobreinigung ebenfalls schlecht arbeitete, d.h. Schwefelwasserstoff durchschlagen ließ. Ähnliche Beobachtungen wurden bei der Ruhrbenzin gemacht, zumal hier von der Konvertierung grössere Schwefelwasserstoff-Mengen in das Gas vor der Feinreinigung gelangen.

Die nächste Erfahrungsaustauschsitzung findet am 17. Juni 1938 in Holten statt.

gez. FeiBt