

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

über die Erfahrungsaustauschsitzung in Rauxel
am 5. Februar 1937, Beginn: 10 Uhr.

Anwesend die Herren:

Dr. Jung	
Dr. Wagner	
Dipl.-Ing. Müller-Lucanus	Ruhrland
Dr. Walter	
Dr. Grimme	
Dr. Steinschlager	Rheinproußen
Dr. Köbel	
Strüwe	
Dir. Schmalfeld	
Dr. Braune	Victor
Dipl.-Ing. Heckmann	
Dr. Fischer	
Dr. Klein	Ruhrchemie
Dir. Alberts	
Dr. Feist	
Dipl.-Ing. Neweling	Ruhrbenzin
Dr. Roelen	
Dr. Schuff	
Dr. Schneeberger	Wintershall

Die nächste Erfahrungsaustauschsitzung soll am Freitag,
den 5. März 1937, in M o e r s stattfinden.

I. Feinreinigung:

1) Ruhrbenzin berichtet über die Feinreinigung mit dem Sieb-
turm. Es wird festgestellt, dass der Durchschlag im Sieb-
turm bei einer etwa 8-9 %igen Beladung 40 % des Schwefels
als Schwefelwasserstoff beträgt. Die Reinigung im dabin-
tergeschalteten zweiten Turm erzielte den wünschenswerten
Wert.

2) Rauxel hat die Beobachtung gemacht, dass der Einfluss des

Sauerstoffgehaltes auf die Aufnahmefähigkeit der Masse bzw. auf die Umsetzung des organischen Schwefels von anscheinend sehr wesentlichem Einfluss ist. Es scheint hier zu gelingen, eine Verbesserung der Wirkungsweise der Feinreinigungsmasse überhaupt, unabhängig von der Konstruktion auch des schon einmal zur Diskussion gestellten Wasserdampfgehaltes zu erzielen.

3) Ruhrbenzin erklärt sich bereit, folgende Versuche zu machen:

- a) im Laboratorium Feststellung des Einflusses des Sauerstoffgehaltes auf den Verlauf der Feinreinigung,
- b) Feststellung des Einflusses des Kohlendioxidgehaltes auf die Feinreinigung (Vorschlag Schmalfeld),
- c) Feststellung des Einflusses des Sauerstoffgehaltes im Betrieb durch Zugabe von Sauerstoff beim im Betrieb befindlichen Siebturm, der im Augenblick ca. 50 % als Schwefelwasserstoff durchschlagen lässt.

4) Grundsätzlich kann festgestellt werden, dass die im Laufe der letzten Besprechungen in Angriff genommenen Maßnahmen, wie Verbesserung der Abdichtungen bei den Fässen, Erhöhung der Schichtstärken, einseitiger Gasweg und zwar von oben nach unten durch die Masse, zur endgültigen Lösung der auf verschiedenen Anlagen vorhanden gewesenen Schwierigkeiten führen werden.

Für die einzelnen Werke ist zu sagen, dass im Augenblick die in Angriff genommenen Massnahmen überall bereits dahin geführt haben, dass ein Einfluss des Schwefels auf die Beurteilung der Kontakte z. Zt. behoben ist. Es bleibt offen, ob die für die Bemessung der Feinreinigungsanlagen sowie die für die Wirtschaftlichkeit vorgesehene Absättigung der Masse von 10 % in jedem Falle erreicht werden kann bzw. nicht grundsätzlich erhöht werden kann.

II. Synthese

Da mittlerweile an die verschiedenen Werke eine ganze Reihe neuer Kontakte geliefert worden sind, wird seitens der Ruhrchemie darum gebeten, von den einzelnen Werken

Stellung zu deren Verhalten zu nehmen.

1) Ruhland: Jung berichtet, dass die Kontakte zu einem Teil, auch absolut genommen, in Ordnung sind, jedoch noch ein Teil vorhanden ist, der sowohl im Betrieb als auch im Laboratorium ein schnelleres Absinken der Aktivität zeigt, als beim Vergleich der Ruhrchemie-Werte; ~~worauf diese Differenzen zurückzuführen sind, kann, soweit es sich um die Laboratoriumsuntersuchungen handelt, nicht direkt festgestellt werden; soweit es sich um die Betriebsuntersuchungen handelt, muss bemerkt werden, dass beim Vergleich von Kontakten berücksichtigt werden muss, dass folgende Gründe zu Abweichungen führen können:~~

a) Pullung der Öfen, d.h. schlechtes Einfüllen, bedingt durch zu nassen oder zu trocknen Kontakt, durch zu grobe Körnung, durch nicht sauber vorgereinigte Kontaktofen, durch Änderung des Kobaltgehaltes je Rauminhalt in der angelieferten Kontaktmasse.

b) Gaswiderstand in Öfen: Bei korrektem Vergleich zweier Öfen müssten diese, die gleiche Kontaktkörnung vorausgesetzt, sowie bei gleicher Gasbelastung und Temperatur, gleiche Widerstände und gleiche Kontraktion im Ofen ergeben. Falls einer dieser Punkte nicht zutrifft, muss sich der andere verändern, da z.B. mit der Erhöhung der Kontraktion der Widerstand erheblich fällt. Man darf also nur dann die anderen Differenzen miteinander vergleichen, wenn die Temperatur, Gasbelastungsverhältnisse und auch gleiche Kontraktion vorhanden sind. Erst nach Erfüllung dieser Bedingungen könnte man aus den Öfen in Ruhland eine Schlussfolgerung ziehen. Die bis jetzt gefundenen Unterschiede im Betrieb brauchen also nicht unbedingt auf die Kontaktqualität zurückzuführen sein.

2) Victor: Heckmann stellt fest, dass sie mit der Qualität der Kontakte zufrieden sind. Eine Ungleichmäßigkeit in der Wirkungsweise ist nur bei ungleichmäßiger Korngröße festzustellen und zwar dahingehend, dass die Korngröße

1 - 2 mm 7-8 \approx bessere Kontraktionen ergibt bei gleichen Betriebsbedingungen, als die Öfen mit gröberer Körnung.

- 3) Rheinpreussen kann einen besonderen Vergleich bis heute nicht angeben, da sie nur 4 neue Kontakte erhalten hatten, die allerdings bei den Laboratoriumsuntersuchungen eine sehr gute Anfangsaktivität, jedoch noch keine so lange Lebensdauer zeigen, wie sie von Ruhrchemie-Laboratorium gefunden wird. Eine Kontrolle dieses Verhaltens im Betrieb liegt bis heute nicht vor. Nach Angabe von Grünze ist die Zusammensetzung des Synthesegases heute in Ordnung.
- 4) Ruhrbenzin kann ihre Zahlen bei den bisher in Betrieb genommenen 6 neuen Öfen vorlegen, die zum Teil bereits 3 Wochen Betriebszeit hinter sich haben. Diese Zahlen lassen eine Ungleichmässigkeit des Kontaktes bis heute nicht erkennen, auch nicht eine Abhängigkeit von der verschiedenen Korngrösse; ebenso keine Abhängigkeit von der Füllung der Öfen unter Öl. Es muss betont werden, dass zu diesem Vergleich allerdings nur ein normal gefüllter Ofen zur Verfügung stand.

Es wird von Schnalfeld die Frage angeschnitten, dass im Rauzeler Ofen früher 1400 kg Kobalt enthalten gewesen sind, während wir heute nur noch 950 - 1050 kg rechnen wollen. Es sei ihm klar, dass bei gleicher Gasbelastung der Ofen mit 1400 kg unbedingt besser arbeiten müsste. Alberts weist auf die bei den Südafrika-Versuchen als auch in Ruhland vielfach festgestellten Ausbeuten hin, die keineswegs schlechter liegen als diejenigen von Victor unter Berücksichtigung des inertes Gehaltes. Die Möglichkeit, 1400 kg Kobalt in einen Ofen hineinzubekommen, ist heute bei dem Herstellungsvertrag garnicht gegeben und war derzeit mehr oder weniger erforderlich. Die Differenzen, die immer noch bestehen bleiben zwischen den Laboratoriumsuntersuchungen und den Betriebsuntersuchungen bewegen sich in einer Grössenordnung von 10 - 15 $\%$ Kontraktionszahl. Eine Erklärung für diese Differenzen könnte sein, dass die tatsächlich in dem Kontakt vorhandene Temperatur bei den Laboratoriumsuntersuchungen höher liegt als die in Betrieb gemessene, oder aber dass die Wärmeabfuhr in dem

einen Falle eine andere ist als in anderen. Um dieses zu bestätigen, ist bereits in der Erfahrungsaustauschsitzung vom 5. Januar d. Ja. der Vorschlag gemacht worden, in Ruhland einige neue Öfen schnell auf 190, 192 und 195°C zu fahren. Ruhland hatte sich derzeit dazu bereit erklärt, hat jedoch zurzeit derartige Versuche an den neuesten Kontakten noch nicht gemacht, jedoch wohl an solchen, die bereits vorher mit niedriger Temperatur in Betrieb waren. Aber selbst an diesen hat sich ein gewisser Erfolg gezeigt.

Alberts erklärt den Zweck der engeren Lamellenabstände, der bei gleichem Umsatze des Kohlenoxyds eine bessere Verflüssigung herbeiführen soll. Dadurch wird ein Restgas erhalten, das eine zweite Stufe rechtfertigt. Nur auf diesem Wege kann man den theoretischen Zahlen nahekommen.

Die Hydrierung der neueren Kontakte verläuft nach Angabe von Ruhland als auch von Ruhrbenzin mit dem gewünschten Erfolg. Es zeigt sich allerdings, dass relativ sehr grosse Öl- und Methanmengen ausgebracht werden, was die Annahme, dass wir grundsätzlich mit so niedrigen Temperaturen fahren, bestätigen könnte. Es soll hier auf die gleichen Verhältnisse bei dem Versuchsofen in Rauzel hingewiesen werden, der bei Durchlaufen der ersten ca. 1000 Betriebsstunden sehr lange Zeit mit sehr niedrigen Temperaturen gefahren ist. In dieser Zeit wurde eine Ausbeute an flüssigen Produkten von 80 - 83 g erhalten, wobei bei der 1. und 2. Hydrierung sehr grosse Mengen Paraffin angetragen wurden. Hiernach brachten höhere Fahrttemperaturen erst die Ausbeuten, die im Durchschnitt bei 106 - 107 g fl. Produkte pro cbm Idealgas lagen.

Bezüglich des Verhaltens der neuordnende in der Katalysatorfabrik der Ruhrchemie regenerierten Kontakte erklärt Ruhrbenzin, dass die bisher gelieferten 2 Ofenfüllungen innerhalb von 14 Tagen Betriebszeit keinen Abfall in der Kontraktion zeigen und auch kein anderes Verhalten gegenüber erstmalig hergestellten Kontakten.

Jung bittet um Angabe, wie gross die von den Firmen

vorgesehene Gaserzeugung ist und wieviel Kontaktöfen zur Verarbeitung dieser aufgestellt sind bzw. werden:

- 1) Rauxel: 32000 cbm, 42 Öfen (bei 10-12 % Inertgehalt und zweistufigem Betrieb. Verhältnis Gas:Öfen = 1:1.31)
- 2) Wintershall: 80-90000 cbm
120 - 126 Öfen (Inertgehalt 15 %, Verhältnis 1:1.4 zweistufig)
- 3) Ruhrbenzin: 76 000 cbm, 106 Öfen (Inertgehalt 15 %, Verhältnis 1:1.42 zweistufig)
- 4) Ruhrland: 210 000 cbm, 232 Öfen (Inertgehalt 15 %, Verhältnis 1:1.22 ein- u. zweistufig)
- 5) Rheinpreussen: 60 000 cbm, 96 Öfen (Inertgehalt 13 %, Verhältnis 1:1.6 zweistufig)

Für die neuen Treibstoffwerke, die im Rahmen des Vierjahresplanes im Laufe des Jahres 1938 in Betrieb kommen, ist das Verhältnis Gas zur Ofenzahl 1:1.4 vorgesehen.

III. Benzinabscheidung und Weiterverarbeitung

Zur Benzinabscheidung werden keine besonderen Ausführungen gemacht.

IV. Benzinverarbeitung

Ruhrbenzin teilt mit, dass sie Beobachtungen gemacht hat, dass A.K-Benzin in stabilisierter, redestillierter und gealterter Form nach relativ kurzen Lagerzeiten ein starkes Ansteigen der Säurezahl aufweist (z.B. von 0.003 innerhalb von 2 Monaten auf 0.6). Derartige Erscheinungen sind bisher von den anderen Werken nicht festgestellt worden, selbst bei Untersuchungen, die unter weitaus ungünstigeren Bedingungen, wie z.B. unter Luft, vorgenommen wurden. Es ist wünschenswert, dass diesen Beobachtungen besondere Aufmerksamkeit gewidmet wird und baldigst endgültige Stellungnahme zu diesem Punkt genommen werden kann.

Die Entsäuerung des Dieselöles wird in Rheinpreussen mittels Lauge vorgenommen und gibt einwandfreie Ergebnisse. Säurezahl im Endprodukt: 0.02 - 0.04 mg KOH pro g Dieselöl.

Ruhland glaubt, mit der vorgesehenen Kalkwäscbe das gleiche Ergebnis erzielen zu können, dabei jedoch wirtschaftlicher zu arbeiten.

Rheinpreussen macht auf das Abscheilewasser der ~~Fraktionieranlage aufmerksam, das ausserordentlich sauer ist~~ und scheinbar zu sehr schnellen Korrosionen führt.

V. Gasol

Ruhrbenzin fragt an, ob bei den bisher getätigten Gasollieferungen Reklamationen bezüglich der Qualität des Gasols aus der Kundschaft vorliegen. Es liegen bisher keine Reklamationen vor. Es wird nochmals festgestellt, dass der Kohlensäuregehalt bei Rheinpreussen 2-3 % beträgt, bei Ranzel und Ruhland 3-4 %.

Es wurde folgendes festgelegt:

- 1) Es werden in der nächsten Zukunft die Katalysatoren seitens der Ruhrchemie so angeliefert, dass bei richtiger Füllung des Ofens 950 - 1050 kg Kobalt in diesen enthalten sind.
- 2) Victor erhält auf Wunsch 1 - 3 mm Korn.
- 3) Ruhrchemie erklärt, dass die heutigen Klagen über den verschiedenen Feuchtigkeitsgehalt in allernächster Zeit beseitigt sein werden.

Die von Rheinpreussen in der letzten Sitzung beabsichtigte Vornahme von Temperaturmessungen mittels Thermoelementen in der Kontaktmasse haben gegenüber der dem Dampfdruck entsprechenden Sattdampf-temperatur kaum Differenzen ergeben. Die Ruhrchemie hat bereits derzeit darauf aufmerksam gemacht, dass derartige Temperaturmessungen mit

Thermoelementen im Ofen küsserot schwierig sind und keine zuverlässigen Werte ergeben,

4) Ruhrchemie bittet darum, dass die Lizenznehmer ihre Beobachtungen über das Verhalten der Ofen bzw. der Kontakte laufend auftragen, und zwar in einer Tabelle, in welcher beispielsweise Gasbelastung, Gasdruck, Betriebsdruck des Kessels, Widerstand, Kontraktion, Co im Endgas und CH_4 im Endgas usw. enthalten sind. Die Ruhrchemie wird den Lizenznehmern eine derartige Vorlage in allernächster Zeit zustellen, mit der Bitte, die Eintragungen alle 8 Tage einzuschicken, damit das Material verarbeitet werden und sie auf den Erfahrungsaustauschsitzungen ihre Beurteilung zur Kenntnis geben kann.

5) Alberts legt fest, dass sich aus der Diskussion ergeben hat, dass die neuerdings beobachteten Kontaktlieferungen sich im Betrieb gleichmässig und gut verhalten mit der Einschränkung, dass in Ruhland dieses nur teilweise bestätigt werden kann. Es bleibt abzuwarten, ob bei gleich langer Betriebsdauer diese Kontakte auf den anderen Werken dann nicht auch ein abnormales Absinken der Aktivität zeigen.

6) Der in der letzten Erfahrungsaustauschsitzung angeregte Austausch der Ausbeuten wird heute von den Firmen wie folgt vorgenommen:

flüssige Produkte g/cbm Idealgas, ohne Gasol

	<u>Aug.</u>	<u>Sept.</u>	<u>Okt.</u>	<u>Nov.</u>	<u>Dez.</u>	<u>Jan.</u>
<u>Ruhland, 1-stufig</u>	87	78	70	54	66	82
<u>Rauxel 1-stufig</u>	81	73	63	57	56	62
					61 mit Gasol	
<u>Rheinpreussen, 2-stuf.</u>	-	-	78	94	89	81
<u>Ruhrbenzin, 2-stufig</u>	102	107	100	99.4	80.7	78.3

7) Die Füllung der Kübel erfolgt vorläufig mit 11 cbm Inhalt. Diese Zahl soll nach vorliegenden entsprechenden Erfahrungen gegebenenfalls berichtigt werden, falls die Ruhrchemie Änderungen der Kobaltmengen in der Volumeneinheit

gelieferter Kontaktmasse vornimmt. Auch bezüglich des Phosphorgehaltes wird die Werke mit der Belieferung gleichzeitig hiervon in Kenntnis setzen, damit die entsprechenden Beobachtungen gleich aufgenommen werden und die Ruhrchemie auf dem schnellsten Wege zu den besten Erkenntnissen kommt.

8) Nach Ansicht Ruhland, Rheinpreussen und Essen ist ein Kohlenoxydmenge von nicht über 1% in Regeneriergasstoff erträglich, da mit diesen Gehalten einwandfreie Regenerierergebnisse bisher erzielt worden sind.

9) Von allen Schwierigkeiten, die bei Verhandlungen mit dem Gewerbeaufsichtsamt, Luftschutzamt, Überwachungsverein, Berufsgenossenschaft, usw. auftreten, ist unmittelbar der Ruhrchemie als Vertreterin des Verfahrens Mitteilung zu machen, damit von allen Seiten aus in dem gleichen Sinne vorgegangen wird.

Die nächste Erfahrungsausschussung, für die der 9. März vorgesehen war, soll auf Wunsch von Ruhland hinausgeschoben werden. Wir schlagen den 22. März vor und bitten bei Einverständnis, dass die entsprechenden Einladungen von Rheinpreussen rechtzeitig herausgegeben werden.

ges. Albert
ges. Soelen