

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

über die Erfahrungsaustauschsitzung in Ruhland
am Freitag, dem 21. Mai 1937 - 9 Uhr.

Anwesend die Herren:

Jung	Ruhland
Kunze	
Lenneberg	
Müller-Lucanus	
Walter	
Schmalfeld	
Braune	Rauxel
Heckmann	
Schneeberger	
Grinne	Rheinpreussen
Kölbel	
Comblés	
Süssespeck	Krupp
Klein	Ruhrchemie
Feist	
Neweling	Ruhrbenzin
Roelen	

Grobreinigung:

Rheinpreussen: Auf der letzten Erfahrungsaustauschsitzung vom 23. April 1937 wurde berichtet, dass nach der Regeneration Kasten I der Grobreinigung mit fast 100 % Wirkungsgrad arbeitet. Dem ist nur hinzuzufügen, dass ein sehr rascher Abfall des Wirkungsgrades eintrat, sodass nach 14 Tagen dieser nur noch 85 % betrug. Die augenblicklich in diesem Kasten eingebrachte Schwefelmenge beträgt 225 t, was einer 40 %igen Aufsättigung entspricht. Ist der Wirkungsgrad dieses Kastens auf 50 % gesunken, so wird eine weitere Regeneration durchgeführt. Die Belastung beträgt 20 000 m³/Std., der Widerstand 70-80 mm.

Ruhrbenzin hat Kasten I auf Verlangen der Firma Klönne nur mit neuer Lurmasse gefüllt. Die Füllung verlief sehr rasch, da mit dem Greifer aufgefüllt wurde. Die Masse wurde nirgends gestampft, sondern nur planiert. Seit 8 Tagen ist dieser Kasten wieder in Betrieb. Über seine Arbeitsweise kann nichts gesagt werden, zumal er als letzter Kasten geschaltet ist. Kasten II mit einem Inhalt von 130 t Schwefel wurde im Kreislauf regeneriert, wobei 0,3 - 0,4 % Sauerstoff aufgenommen wurden. Die Gasaustrittstemperatur betrug 35°. Auf 70-80° vorerwärmtes Wasser wurde zur Feuchthaltung der Masse eingespritzt. Es wurde auf die Unsicherheit der Temperaturmessung an den Kästen selbst während der Regeneration hingewiesen. Bestimmung des Kohlensäuregehaltes, wobei gleichzeitig Vorhandensein von SO₂ mitbestimmt wird, soll als Kontrollprobe über den normalen Verlauf der Kreislaufregeneration angewendet werden.

Ruhland: Kasten I, der bei 60 t regeneriert wurde, hat heute 60-75 t Schwefel und arbeitet mit einem Wirkungsgrad von über 90 %. Durchsatz 17000 - 18000 m³/Std. Druckverlust 120 mm bei allen 4 Kästen zusammen.

Rauxel kann nichts Neues über die Grobreinigung berichten.

Jung fragt an, ob Erfahrungen über die Belastbarkeit vorliegen, da bei Vollbetrieb und Durchführung von Kreislaufregenerationen eine Überbelastung der Grobreinigungsanlage in Ruhland notwendig werden wird.

Neweling weist auf periodische Kreisschaltart, wie sie bei der Ruhrchemie üblich ist, hin, doch lässt diese sich bei der Klönne-Anlage nicht durchführen.

Grinne hat mit einer Schaltung eines frisch regenerierten Kastens an letzter Stelle schlechte Erfahrungen gemacht, da dieser anfangs Schwefelwasserstoff abgab.

Feinreinigung:

Rheinrussen: Aggregate II und IV, über die auch auf der letzten Erfahrungsaustauschsitzung berichtet wurde, sind in-

leb. Aggregat II: Durchsatz $14000 \text{ m}^3/\text{Std}$,
bei 265° , 2.2 t Schwefelbeladung; Temperatur
nach Turn I sind 0.05 g Schwefelwasserstoff und
Schwefel/100 m^3 und nach Turn II 0.02 g Schwefel-
wasserstoff - 0.4 g org. Schwefel feststellbar. Die-

Aggregat III: Betrieb mit Luftzusatz geföhren. Der
Durchsatz vor dem Aggregat 0.25 $\%$, nach Turn I

0.05 $\%$. Aggregat IV, das mit 7000-
m³ Durchsatz nach Turn I mit 1.7 t Schwefel
beladung, nach Turn I 0.5 g Schwefelwasserstoff

und nach Turn II 0.2 g Schwe-
felwasserstoff/100 m^3 . Obwohl hier

kein organischer Schwefel wird nach diesen Aggre-
gaten Schwefelwasserstoff als nach Aggregat
II 100 m^3 sind augenblicklich

Aggregat I: Durchsatz $10000 \text{ m}^3/\text{Std}$. Belastung
des einen Aggregates bei
Belastung des org. Schwefels
bei niedrigeren Temperaturen ge-
reinigt. Schwefelwasserstoff
Aggregat II hat in Turn I bei
Belastung Anreicherung, während
Aggregat I 0.2 g org. Schwefel gereinigt
Schwefelwasserstoff nicht nachweisbar.

Aggregat III: Sauerstoff sind in Gas

Aggregat I: dabei in Turn I, in den die
Aggregaten, die Masse locker und
Aggregaten vorgefunden. Überall
Schwefel festgestellt. Turn II
Aggregaten mehrere Russnester. Diese
Aggregaten während des Betriebes durch Turn
Aggregaten stellt.

Aggregaten aus einem Siebturn und einen
Aggregaten hatte, wie schon auf der

letzten Erfahrungsaustauschzeitung mitgeteilt, in Siebturm
sehr rasch starke Schwefelwasserstoff-Durchbrüche. Nun waren
auch vorzeitig Schwefeldurchbrüche in Turm II eingetreten,
sodass dieses Aggregat herausgenommen werden musste. Über
die Ursache dieses Versagens wird diskutiert. Ein endgültiges
Bild ist aus den bisher vorliegenden Befunden nicht zu ermit-
ten. Die Qualität der Feinreinigung
der letzten Erfahrungsaustauschzeitung
überwacht werden.
schlecht

stelle von Lammasse Haseneisenerz oder Rotschlamm verwendet wurde, keine unterschiedliche Wirkungsweise festgestellt werden konnte.

Ruhland untersucht die Natur seiner Schwefelverbindungen. Eine hierbei neu angewandte Methode soll auch bei den anderen Lizenznehmern auf ihre Brauchbarkeit geprüft werden.

Über die Abkühlung und Ausfüllung von Feinreinigungsmasse kann zusammenfassend gesagt werden, dass ein Umwälzgebliise zur raschen Kühlung der ausgebrauchten Masse nur zu empfehlen ist. Bei derart gekühlter Masse ist ein Ausfüllen der Kübel ohne Entzündung möglich.

Ofenhaus:

Kontaktbeurteilung:

Rheinpreussen: Die in dem Zeitraum von 15.4. - 5.5. neu gelieferten Kontakte zeigten eine gleichmässig gute Aktivität. A-Kontakte sind besser als die durch Reduktion im grossen Kübel hergestellten. Im Labor wurden mit A-Kontakten über 324 Betriebsstunden Kontraktionen von 72-68 % erhalten, während diese Kontakte in Betrieb in der 2. Stufe rd. 60 % Kontraktion ergaben. Eine Annäherung der Labor- und Betriebsergebnisse ist erfolgt. Die noch bestehende Differenz beträgt ungefähr 10 %.

Ruhland: ist im allgemeinen mit der Aktivität zufrieden. Nur züsste eine grössere Gleichmässigkeit noch erreicht werden. Von den in einen Viererblock eingefüllten Kontakten sind 3 A-Kontakte als gut zu bezeichnen, während der 4., ein im grossen Kübel reduzierter Kontakt, deutlich schlechter ist.

Rauxel: ist im allgemeinen mit der Aktivität zufrieden, doch wurden auch hier in der ersten Laufzeit bei einigen Kontakten geringere Kontraktionen erhalten. Ein Kontakt gab zum Beispiel eine mittlere Kontraktion von 67.5 %, während ein zweiter nur 62.5 % erreichte. Dieser 2. Ofen wurde nach 14 Tagen hydriert und zeigte seitdem die gleich guten Umsetzungen wie der 1. Ofen.

Ruhrbenzin: In allgemeinen ist die Aktivität gut; doch auch hier wurden Ausnahmen festgestellt. Auch hier stimmen Laborprüfungen und Betriebsergebnisse gut überein.

Bauxel: berichtet eingehend über 2 Öfen, die 4 Wochen lang bei einer Belastung mit 1300 und 1200 m³/Std. ohne Hydrierung eine mittlere Kontraktion von 65 % ergaben, während ein anderer Ofen über 119 Tage eine mittlere Kontraktion von 60 % erreichte. Es wird berichtet, dass ein Kontakt in zu großer Höhe stand. Dies war bedingt durch die Beschaffenheit der Anrührschale. Eine Wiederholung der Versuche ist geplant.

Die Versuche zeigten wechselnde Ergebnisse. Die Untersuchungen über die Umwandlung dieser Kohlenstoff-Abfälle in Gasen durchgeführt werden, wobei die Untersuchung auf Körperkörper

Das Gesamtgewicht des Kontaktes, die von den Kontakten, die von den Kontakten auf die meist 10-12 Stunden mit Wasserstoff und auf die Temperatur der Öfen zurückzuführen

Die besten Zwischenbelegungen wurden bei den ersten und zweiten Durchführungen erzielt. Diese Zwischenbelegungen erreichten Betriebsbedingungen und wurden durchgeführt.

Die Versuche gingen immer bei erhöhter Temperatur mit 600-700 m³ Frischwasser

Die Versuche, bei denen festgestellt wurde, dass die Umwandlung bei 220-230°C die gün-

Roelen weist auf die schädigende Wirkung von Kohlenoxyd und Kohlensäure in Wasserstoff hin und dass, wenn bei höherer Temperatur die Wasserstoffbehandlung vorgesehen werden soll.

Ofenentleerungen:

Mit Öl eingeschleudert
extrahiert

Klein fragt an, wie sich die einzelnen Lizenznehmer zur Extraktion des Kontaktes vor Ausbau aus dem Ofen stellen. Ruhland kann diese Massnahme nicht durchführen, da die vorhandene Destillationsanlage zur Herstellung dieses Extraktionsmittels zu klein ist. Rauzel hat zu geringe Paraffinbelastung, sodass eine Extraktion kaum lohnend sein wird. Von Rheinpreussen und Ruhrbenzin wird diese Frage noch untersucht.

Ferner wird darauf hingewiesen, dass von allen Seiten eine möglichst rasche Rückleitung der Kübel und Kübelwagen durchzuführen ist. Da häufig Beschädigungen an Kübel und Kübelwagen vorkommen, muss die Buchemie die Kosten für diese Instandsetzungen im Verhältnis der Kontaktlieferung auf die einzelnen Lizenznehmer umlegen.

Von Ruhland und Ruhrbenzin wird folgendes als Anlage gegebenes Schema für den Austausch der Betriebszahlen vorgeschlagen. Soweit diese Zahlen von den einzelnen Lizenznehmern vorliegen, sind sie für den Monat April und die ersten 20 Tage des Monats Mai ausgetauscht.

Benzinveredelung:

Kondensation.

Eingehend wird die Bildung einer Emulsionsschicht in den Scheidetöpfen der Kondensation besprochen. Zu Unzufriedenheiten hat diese Emulsionsschicht bisher nur in Ruhrbenzin geführt. Nach den bisher vorliegenden Erfahrungen ist die Emulsionsschicht bei Verwendung von saurem Kühlwasser geringsten, während bei alkalischen Kühlwasser die Trennung von Öl und Wasser noch schlechter gelingt. Ruhrbenzin betreibt seine Kühlung mit einem Wasser mit einer Säurezahl von rd. 400 mg KOH, Rauzel mit rd. 700 mg KOH, während Rheinpreussen 400-500 mg NaOH angibt.

Die Rohölmessungen werden bei der Ruhrbenzin mit Trommelwaagen durchgeführt. Die Ergebnisse stehen mit der Vorlagemessung in Übereinstimmung. Rauzel führt nur Tankmessungen durch, während Ruhland Kolonnenesser der Fa. Eckhardt augenblicklich einbaut.

Aktivkohle-Anlage:

Die Beladungszeiten betragen bei der Ruhrbenzin und bei Rubland je eine Stunde. Es werden dabei rd. 6 % Zusatzbeladung erreicht. Rauxel und Rheinpreussen haben Schaltzeiten von 0.5 S-tunden mit einer Zusatzbeladung von 5-6 %. Die Gesamtleistung je kg Kohle beträgt bis jetzt bei Ruhrbenzin, Rubland und Rheinpreussen rd. 50 kg, bei Rauxel rd. 70 kg Benzin. Die Dampfkolonne, die bei der Ruhrbenzin seit einigen Wochen in Betrieb ist, arbeitet zur Zufriedenheit. Das Aktivkohle-Benzin wird bis 140° bei 98 % geschnitten, während das Schwerbenzin unter 140° rd. 3.5 % enthält und ein Siedende von 190° besitzt.

Über die tatsächlich erhaltenen Gasolausbeuten kann nur Rauxel genaue Angaben machen. Die Gesamtproduktion beträgt rd. 12 % der anfallenden flüssigen Produkte, von denen 9.6 % gewonnen werden, während 2 % im Restgas verbleiben. 7 - 7.5 t Gasol aus der Synthese und Crackanlage werden täglich gewonnen. Das Gasol setzt sich bei Rauxel aus rd. 25 % C₃- und 75 % C₄-Kohlenwasserstoffen zusammen, während bei der Ruhrbenzin dies Verhältnis ohne Berücksichtigung der Stabilisationsgase annähernd 1:1 ist. Mit Stabilisationsgasen wird ein ähnliches Verhältnis wie in Rauxel erreicht. Grimme weist darauf hin, dass die Überprüfung der Aktivkohle-Anlage mit Carbotox-Kohle keine zuverlässigen Werte ergibt.

Feist berichtet kurz über die mit dem Benzolverband getroffenen Vereinbarungen über Qualitätsrichtlinien des in den Handel gebrachten Gasols. Folgendes wurde als vorläufige Regelung abgesprochen:

I. Physikalische Eigenschaften:

- 1) Unterer Heizwert 11000 kcal/kg Toleranz ± 3 %
- 2) Gesamtdichte (bez. a/Luft=1) 1.7 - 1.8
- 3) Flaschendruck:
 - a) Temperaturen unter 0°C: Bei einer Temperatur von -15°C soll der Druck von D.V.-Treibgas keinesfalls weniger als 0.5 atü betragen.

- b) Temperaturen über 0°C: Bei der höchsten Betriebstemperatur von +40°C darf ein Höchst-
druck von 16.7 atü nicht über-
schritten werden.

II. Chemische Eigenschaften:

- 1) Siedelare: Für die Ermittlung der Siedelage ist die B.V.-Apparatur massgebend.
- Zusammensetzung: 35-50 Gew.-% C₃-Kohlenwasserstoffe
55-50 " " C₄-Kohlenwasserstoffe
- B.V.-Treibgas darf bei der Destillation in der B.V.-Apparatur keine über 20°C siedenden Anteile hinterlassen.
- 2) Wassergehalt: B.V.-Treibgas muss frei von Wasser sein.
- 3) Reinheitsbedingungen:
- a) Schwefel: Schwefelwasserstoff, elementarer Schwefel oder Merkaptane dürfen in B.V.-Treibgas nicht vorhanden sein.
- b) Ammoniak: oder andere korrodierende Stickstoffverbindungen dürfen nicht vorhanden sein.
- 4) Harze: B.V.-Treibgas muss frei von Harzen oder Harze bildenden Stoffen sein.
- 5) Ölgehalt: kleiner als 10 mg/100 g B.V.-Treibgas.

Rauzel bringt durch das bei der Gasolgewinnung anfallende Kompressionsbenzin 15 mg Schmieröl in sein A.K.-Benzin. Rheinpreussen hat, um diesem Übelstande abzuhelpen, einen Kompressor mit Glycerin gefahren, aber schlechte Erfahrungen damit gemacht. Ruhrbenzin hat kein Schmieröl im Fertigbenzin, da bei der Redestillation des Benzins dieses Schmieröl entfernt wird.

Benzinqualität:

Ruhland stellt ein A.K.-Benzin mit Siedeendpunkt 170-175°C, Dampfdruck 0.6 und Oktanzahl 58-60 (Res.) her.

Rheinpreussen erreicht bei einem Siedeendpunkt von 155-160°C und einem Dampfdruck von 0.75 kg eine Oktanzahl von 57-58

(Res.) beim stabilisierten und gewaschenen Benzin, während Ruhrbenzin ebenfalls bei einem stabilisierten und gelaugten Benzin mit einem 95 ζ -Punkt von 140° und einem Dampfdruck von 0.7 - 0.75 eine Oktanzahl von 60-61 (Res.) erreicht. Rauzel ermittelt bei einem Endpunkt von 160° und einem Dampfdruck von 0.5 kg eine Oktanzahl von 58.

Es wird vereinbart, dass, um die Bestimmung der Oktanzahl vergleichen zu können, bis zum 24. Mai von jedem Lizenznehmer an die anderen Lizenznehmer je eine 2-3 l-Probe des Fertigenbensins versandt wird. Die Probe soll am 1.6.37. auf ihre Oktanzahl, den Abblasetest, Dampfdruck, Olefingehalt und auf ihr Siedeverhalten untersucht werden.

Versuche über die Lagerbeständigkeit ergaben in Ruhland beim Versuch in der Glasflasche unter Luftzutritt starken Abfall der Oktanzahl, während in verschlossener Flasche unter Luftabschluss nur geringe Abnahme erfolgte. Eingehenden Bericht hierüber wird Ruhland den einzelnen Lizenznehmern demnächst zukommen lassen.

Rauzel stellte innerhalb von 4 Wochen bei Lagerung in einem grossen Tank bei Luftatmung beim stabilisierten und gewaschenen Benzin keinen Abfall der Oktanzahl und kein Ansteigen Peroxydzahl fest.

Roelen berichtet über Versuche zur Entfernung der Peroxyde mit dem normalen Cobalt-Synthese-Kontakt. Bei einem Benzin, das durch lange Lagerung in der Oktanzahl abgenommen und in der Peroxydzahl zugenommen hatte, konnte auf diese Weise die Anfangsqualität wieder hergestellt werden. Schutzmassnahmen bei der Lagerung von stabilisiertem und gelaugtem Benzin werden bisher noch von keinem Lizenznehmer durchgeführt.

Die Entsäuerung von Dieselöl mit Kalkpulver wird in Ruhland ohne Schwierigkeiten durchgeführt. Ruhland verwendet für den internen Betrieb das entsäuerte Öl von 205-305° siedend, ohne bis jetzt Schwierigkeiten gehabt zu haben.

Rheinpreusser entsäuert mit 10 %iger Natronlauge bei 80°.

Feist berichtet über die erste Betriebsperiode der TVP-Spaltanlage, wobei mit 80 %iger Ausbeute bei 4 % Rückstand, bei einem Endpunkt von 190°, einem Dampfdruck von 0.6 kg, einem Anilinpunkt von 40° eine Oktanzahl von 66 (Res.) erreicht wurde. Dabei war eine Polymerisation der Gasolbestandteile noch nicht möglich. Auf die Wichtigkeit und Dringlichkeit von Vergleichsversuchen zwischen der Carburol- und TVP-Anlage wird hingewiesen.

Die Rückerstattung und weitere Vergütung des Tränköls von seiten der Lizenznehmer an die Ruhrchemie ist zwischen Ruhland bzw. Rheinpreussen und Ruhrchemie geregelt. Mit Rauxel soll auf schriftlichem Wege eine Regelung erfolgen.

Die nächste Erfahrungsaustauschitzung soll am 25. Juni 37. in Rauxel stattfinden.

res. Feist

