

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

Über die Erfahrungsaustauschsitzung im Hotel Excelsior
in Berlin am 30. Juli 1937 - 10 Uhr.

Anwesend die Herren:

Buse	Rheinpreußen
Grime	
Kölbel	
Jung	
Küller-Lucanus	Ruhrland
Wagner	
Walter	
Braune	Raunel
Schnalfeld	
Kitter	Krupp
Klotz	Büro Koppenberg
Grund	Amt f. deutsche Roh- und Werkstoffe
Alberts	
Feigt	Ruhrbenzin
Roelen	
Laube	Ruhrchemie

I. Grobreinigung

Ruhrbenzin: In dem Betriebszustand der Anlage hat sich nichts geändert. Es wird laufend durch kontinuierlichen Sauerstoffzusatz regeneriert. Lediglich ein Kasten wird hiervon ausgenommen, da dieser Klönne zur Verfügung gestellt ist, um den Nachweis zu erbringen, daß die diskontinuierliche Regeneration von Erfolg ist. Ein abschließendes Urteil läßt sich noch nicht abgeben, da in diesem Kasten bisher nur etwa 200 t Schwefel aufgenommen sind.

Rheinpreußen: Die Regeneration erfolgt nach wie vor diskontinuierlich, wie von Klönne vorgesehen. Es hat sich jedoch gezeigt, daß nunmehr durch die sehr lange Regenerationszeit für einen Kasten ein weiterer Kasten während dieser Zeit so beladen wurde, daß die augenblickliche Regeneration dieses Kastens

bereits wieder über 3 Wochen durchgeführt wird. Es ist zu befürchten, daß bei der vorhandenen Leistung der Regeneration ein regelmäßiger Turnus bei Vollbelastung der Schwefelreinigungsanlage nicht einzuhalten sein wird.

Es ist weiterhin festgestellt worden, daß unregelmäßige bei Beginn der Regeneration ...

II. Feinreinigung

Ruhrbensin: Um die Wirkung der Sauerstoffzugabe auf die Feinreinigung zu prüfen, hat Ruhrbensin 2 Systeme mit Sauerstoffzugabe versehen, aber in der Weise, daß bei dem einen System die Sauerstoffzugabe vor den Gaserhitzer bereits erfolgt, also vor beiden Türnen, bei dem anderen System jedoch erst vor dem 2. Turm. Beide Systeme sind gleich hoch belastet, haben etwa die gleiche Schwefelanreicherung und zwar in dem erstgeschalteten Turm 6-7 %, in dem zweitgeschalteten Turm etwa 0,6 %.

Die Temperaturen der Türne sind bei beiden ebenfalls die gleichen. Es zeigt sich dabei, daß bei Sauerstoffzugabe vor beiden Türnen der erste Turm den anorganischen Schwefel praktisch restlos absorbiert, dagegen noch merkliche Mengen organischen Schwefel durchschlägt. Die Restreinigung erfolgt im 2. Turm einwandfrei bis auf 0,2 g org. Schwefel/100 m³.

In dem anderen System, wo die Sauerstoffzugabe erst vor dem 2. Turm erfolgt, ist festzustellen, daß bei dem ersten Turm ohne Sauerstoffzugabe die Umsetzung des organischen Schwefels praktisch vollkommen erfolgt, dagegen jedoch etwas Schwefelwasserstoff durchschlägt, während die Restreinigung im 2. Turm genau wie bei dem 1. System bis auf etwa 0,2 g org. Schwefel/100 m³ erfolgt. Die Schwefelwasserstoffgehalte bei beiden Systemen liegen unter 0,1 g/100 m³.

Zwischenseitlich wurde zur Prüfung der Belastungsfähigkeit und deren Einwirkung auf die Reinigungswirkung die Gasströmung von beiden Systemen auf ein einziges System gegeben, d. h. also eine Erhöhung von 11500 auf 23000 m³/Std. vorgenommen. Die Reinigungswirkung blieb die gleiche.

Rauzel: Die Sauerstoffzugabe erfolgt jeweils vor dem System. Schwefelwasserstoff ist nach dem System nur in Spuren festzustellen, während der org. Schwefel 0,15 g/100 m³ beträgt. In einem Nachreiniger wird dieser Gehalt noch auf 0,08 g erniedrigt. Die Temperaturen liegen bei etwa 250-260°.

Rubland: Die in Betrieb befindlichen Systeme arbeiten alle mit Sauerstoffzugabe (Luft) vor dem zweitgeschalteten Turm. Bei einem System hat man einen 3. Turm nachgeschaltet, der mit

einer eigenen Gaserhitzung angedrückt ist. Die Sauerstoff-
zugabe vor dem zweigeschalteten Turm beträgt 0,1 % und nach
dem zusätzlichen 3. Turm 0,02-0,04 %. Bei 20000 m³/Std. Bela-
stung, 6-11 g org. Schwefel, 0,4-0,6 g Schwefelwasserstoff/
100 m³ vor der Reinigung werden folgende Schwefelwerte nach
den einzelnen Türmen gefunden:

nach Turm I (220°)	1,0-1,8 g H ₂ S	-	0,5-1,5 g org. S
" " II (210°)	0,1 g "	-	0,1-0,6 g "
" " III (205°)	0,01-0,02 g "	-	0,01-0,02 g "

Nach einer Temperaturerhöhung

wurde

Bei einer Belastung von 20000 m³/Std.
wurde die Sauerstoffzugabe vor dem System
auf 0,1 % vor dem zweigeschalteten Turm 0,1 % nach dem
zusätzlichen 3. Turm 0,02-0,04 %.
Der Schwefelgehalt des Systems beträgt 6-11 g H₂S und
0,4-0,6 g Schwefel. Die Schwefelabreinigung des Systems be-

trägt zu einer Schwefelabreinigung des Systems bei
einer Belastung von 20000 m³/Std. um 90 %.
Die Sauerstoffzugabe vor dem System beträgt 0,1 %
und nach dem zusätzlichen 3. Turm 0,02-0,04 %.
Der Schwefelgehalt des Systems beträgt 6-11 g H⁺
0,4-0,6 g Schwefel. Die Schwefelabreinigung des Systems be-

trägt zu einer Schwefelabreinigung des Systems bei
einer Belastung von 20000 m³/Std. um 90 %.
Die Sauerstoffzugabe vor dem System beträgt 0,1 %
und nach dem zusätzlichen 3. Turm 0,02-0,04 %.
Der Schwefelgehalt des Systems beträgt 6-11 g H⁺
0,4-0,6 g Schwefel. Die Schwefelabreinigung des Systems be-

Es sind z.T. von Ruhland und Rauzel Untersuchungen gemacht worden über die Zusammensetzung der organischen Schwefelverbindungen. Dabei hat Ruhland festgestellt, daß die Schwefelverbindungen, wie Schwefelkohlenstoff, Kohlenstoffoxysulfid und Schwefelwasserstoff, in stark wechselnden Mengen zugegen sind, dagegen Thiophen in einer Größenordnung von etwa 0,1 bis 0,3 g/100 m³ festgestellt wurde. Die Bestimmung wurde mit Iodin-Schwefeläure auf kolorimetrischen Wege durchgeführt.

Rauzel hat 0,5 µ des org. Schwefels, das sind 0,07 g/100 m³ als Thiophen festgestellt.

Die unterschiedliche Kontraktionseinklang der Masse bei Vorhandensein von Schwefelkohlenstoff, Kohlenstoffoxysulfid und Thiophen wird sowohl von Zuber (Ruhland) als auch von Feilitz (Hohenzollern) dahingehend festgestellt, daß die Kontraktionseinklang von Schwefelkohlenstoff und Kohlenstoffoxysulfid 100 % Abgabe von Thiophen, jedoch nur 70 % Abgabe

III. Analyse

a) Qualität der Kontakte:

Ruhland berichtet, daß die Qualität der Kontakte, die Ende Juni und im Juli geliefert wurden, im großen und ganzen gut war, jedoch sind immer noch Ungleichmäßigkeiten festzustellen dahingehend, daß bei den guten Kontakten über 2-300 Stunden Kontraktionen von 70-65 % erzielt wurden, dagegen bei 6 Kurbeln in der Kontraktion ein Abfall von 70 auf 60 % erfolgte.

Rheinpreußen stellte ebenfalls eine Besserung der Kontaktqualität fest, doch sind auch hier noch sowohl im Betrieb als auch in Labor Ungleichmäßigkeiten aufzufinden. Die Februar/Mai-Qualität ist, was Anfangsaktivität als auch Dauerwirkung anbetrifft, noch nicht erreicht. Nach 300 Betriebsstunden sind die Kontraktionen in vielen Fällen unter 60 %. Bei den allerletzten Lieferungen ist eine Besserung festzustellen.

Rauzel stellte eine gute Aktivität der Kontakte fest, doch wird auch hier die Ungleichmäßigkeit der Lieferungen beanstandet.

Ruhrbenzin hat in vergangenen Monat nur 5 Kontakte erhalten,

von denen einer aus der Reihe fiel, während die anderen nach den bis heute vorliegenden Ergebnissen als ausreichend zu betrachten sind.

b) Tränkung der Kontakte:

Die Lieferung der mit Kohlensäure getränkten Kontakte sowohl an Ruhland als auch an Ruhrbenzin hat bis heute zu irgendwelchen wesentlichen Schwierigkeiten nicht geführt. Es ist lediglich festzustellen, daß bei manchen Kübeln ein Unterdruck bei der Ankunft auf den Werk vorhanden war, das bedeutet, daß die Tränkung mit Kohlensäure nicht ausreichend gewesen ist. Bei diesen Kübeln kommt es dann vor, daß die Masse beim Einfüllen in den Ofen wackelt und sogar ein leichtes Aufglühen festzustellen ist. Als Grund in der unterschiedlichen Füllhöhe anzunehmen, daß die Nalung der Kontaktmasse nach der Regeneration nicht gleichmäßig erfolgt, sodaß bei der anschließenden Kohlenstofftränkung je nach der Temperatur der Masse mehr oder weniger Kohlensäure adsorbiert wird. Bei allgemeiner Anwendung von Kohlensäuregetränkten Kontakten würde es zweckmäßig sein, den Kontakt mittels Kohlensäure im Kreislauf unter Abregulierung bestimmter Mengen zu durchlassen bis zu einer bestimmten Temperatur, bei der dann sicherlich eine absolute Durchtränkung des Kontaktes mit Kohlensäure erreicht sein wird.

Bei der heute nur versuchsweise durchgeführten Kohlensäuretränkung ist es leicht verständlich, daß derartige Unterdrücke auftreten.

Über die Wirksamkeit dieser Kontakte zeigen die bisher gelieferten Kübel, daß diese den normal getränkten Kontakten absolut gleichwertig sind. Zweifellos bedeuten jedoch die Kohlensäuregetränkten Kontakte für die einwandfreie Füllung des Ofens eine erheblich größere Sicherheit, da das Material sich in kürzester Zeit einwandfrei einfüllen läßt, sodaß das Entstehen von Brüchen und Kanten innerhalb der Lamellen wohl praktisch ausgeschlossen ist. Ein Beweis hierfür ist die Feststellung, daß bei Verwendung von Kohlensäurebeladenen Kontakt ca. 200 kg Masse mehr in den Ofen hineingehen.

Es wird noch erwähnt, daß dieser Kontakt bei der Einfüllung ziemlich stark staubt. Der Staubgehalt des Kontaktes ist an sich zweifellos nicht größer als bei den mit Öl getränkten Kontakten, aber jedoch bei diesen besser anhäftet. Es wird die Befürchtung ausgesprochen, daß dieser Staub gegebenenfalls mit den Restgasen in die Austrittsleitung, bzw. in die Kondensation getragen wird. Alberts hält das nicht für wahrscheinlich, da beim Einfüllen des Kontaktes der Staub niemals nach unten kommen wird, sondern nur die gröbere Masse, während des Betriebes jedoch die Masse ein Filter für die im oberen Teil befindlichen Staubmengen ist. Es soll jedoch der Versuch gemacht werden, einen Ofen in kalten Zustande normal zu betreiben und dabei beim Austritt des Ofens genaue Staubmessungen durchzuführen.

Es wird ferner vorgeschlagen, eventuell einen Versuch mit einem Kohlenstoffkontakt zu machen, obgleich die in Augenblick zur Verfügung stehenden Kohlenstoffverbindungen für eine generelle Anwendung nicht besonders geeignet sind. Es ist jedoch anzunehmen, daß bei Verwendung dieser Kohlenstoffverbindungen des Kontaktes die Verwendung dieses möglich sein wird.

Nachdem die Erfahrungen von Ruhland und Ruhrchemie noch einige Zeit abwarten und ist dann auch bereit, auf die Kohlenstoffgetränkten Kontakte überzugehen.

Da die für die Tränkung nur reine Flaschenkohlensture verwendet wird, ist von Wichtigkeit festzustellen, wie sich ein Gehalt an Sauerstoff in der Kohlensture, wie er z.B. auf den neu zu erhaltenden Marken vorhanden sein wird, auf den Kontakt auswirkt. Es werden hierüber sofort Laborversuche angestellt und zwar so, daß zwischen 100 und 50° verschiedene Gemische von Kohlensture und Wasserstoff zur Anwendung gelangen.

Es wurde weiterhin zur Sprache gebracht, daß zur Heratellung von Schutzgas seitens der Ruhrchemie noch Stickstoff gefordert wird, der durch Verbrennen von Luft erzeugt wird. Roelen weist darauf hin, daß seiner Ansicht nach die geringsten Mengen Sauerstoff äußerst schädigend auf den Kontakt wirken, so daß aus diesem Grunde die Verwendung von Stickstoff, aus Luftverbrennung herrührend, bei den immer noch mit reinem Sauer-

stoff zu rechnen ist, abzulehnen ist.

c) Entleerung der Öfen:

Alberts berichtet über die Schwierigkeiten beim Entleeren der Öfen, die im Laufe ihrer Betriebszeit mehrfach extrahiert wurden. Es ist bis heute nicht gelungen, einen Ofen, der extrahiert wurde, glatt zu entleeren. Die Schwierigkeiten der Entleerung sind so groß, daß man teilweise wochenlang an einem einzelnen Ofen arbeiten muß.

Die gleichen Beobachtungen sind auch in Rheinpreußen gemacht worden, ebenso in Ruhland.

Es wird jedoch festgestellt, daß diese Schwierigkeiten auch teilweise bei Kontakten auftraten, die nicht extrahiert wurden.

Die Ursache dieser Schwierigkeiten ist bis heute nicht bekannt. Der Hinweis, daß die Paraffinbelastung des Kontaktes nicht stichhaltig sein, da dieser bei der Paraffinbelastung bei der Extraktion nicht haben. Es sind von dem ... gang und Entleerung der Öfen ... worden, ohne jedoch durchschlagende ... wird hierüber auf der nächsten Sitzung berichtet werden.

Alberts weist darauf hin, daß man hofft, daß durch Verwendung von regenerierter Kieselgur die Ausfallerscheinungen geringer werden, da man festgestellt habe, daß deren Paraffinbelastung wesentlich geringer ist als bei Verwendung frischer Kieselgur, vor allen aber auch der Kontakt bei sehr langen Betriebszeiten absolut trocken und körnig in Ofen liege, wohingegen er bei frischer Kieselgur meistens klebrig sei.

d) Zusammensetzung des Kontaktes:

Kolbel weist, wie schon des öfteren darauf hin, daß er davon überzeugt sei, daß ein höherer Kobaltgehalt im Ofen einen besseren Wirkungsgrad zur Folge habe! Diese Beobachtung kann von den anderen Werken bis heute nicht unterstützt werden. Bis zur nächsten Sitzung sollen über die angebliche Ko-

baldichte im Ofen und Belastbarkeit schriftliche Berichte von Köbel und Roelen eingereicht und zur Diskussion gestellt werden.

e) Kontaktverteilung:

Von der Ruhrchemie wird folgender Vorschlag zur Kontaktverteilung gemacht:

Den Anregungen von verschiedener Seite folgend, haben wir versucht, eine Formulierung für die Kontaktlieferung auszuarbeiten, die die Verteilung regeln soll, solange der Kontakt nicht in ausreichenden Mengen zur Verfügung steht.

Die Formulierung lautet folgendermaßen:

Gaskapazität/Std. in 1000 m³ x Betriebszeit in Std./1000 + Zahl der nicht in Betrieb befindlichen Ofen x 0,5. Wir haben als Grundlage die vorhandene Gaskapazität gewählt, die mit einem Faktor multipliziert wird, der das Ofenalter enthält. Als Korrekturglied wird dazu addiert eine Zahl, die von der Menge der nicht in Betrieb befindlichen Ofen bzw. von den leeren Ofen abhängt.

Wir hoffen auf diesem Wege die Verteilung entsprechend den Erfordernissen der einzelnen Betriebe vornehmen zu können, da einerseits auf das Alter der Ofen Rücksicht genommen wird, andererseits aber auch die Belange der Werke berücksichtigt werden, die noch nicht über die Zahl der notwendigen Kontakte verfügen. Für den Monat August ergibt sich nach dieser Formulierung ungefähr folgende Verteilung:

Von den hergestellten Ofenfüllungen erhält:

Brabag	46 %
Rheinpreußen	18 %
Rauel	18 %
Ruhrbenzin	18 %

Dieser Vorschlag wird eingehend besprochen, aber von den einzelnen Lizenznehmern in seinen verschiedenen Teilen abgelehnt. Jung weist eingehend auf die notwendige erhöhte Zuteilung für Ruhland hin. Alberts kann dem entgegenstellen, daß die anderen Lizenznehmer teils seit einem ganzen Jahre ihre Gaskapazität nicht voll ausnutzen können. Dem Vorschlage der Ruhrchemie will Jung für Ruhland dann zustimmen, wenn die anderen Lizenznehmer monatlich je 2 Kontakte an Ruhland abtreten. Dieser Vorschlag wird einstimmig abgelehnt.

Alberts bringt den Vorschlag zur Abstimmung, die Verteilung für den Monat August wie in Monat Juli vorzunehmen. Der Vor-

Schlag wird bei Stimmenthaltung von Ruhland angenommen.

Laube teilt mit, daß die Leistungsfähigkeit der Kontaktfabrik im Monat August ebenfalls wieder 45-50 Ofenfüllungen betragen wird. Eine höhere Leistungsfähigkeit wird erst im Monat September erwartet.

Es wird nochmals darauf hingewiesen, daß die endgültigen Durchschnittszahlen für die Monate Juni und Juli bisher nur von der Ruhrbenzin vereinbarungsgemäß schriftlich an die Ruhrchemie eingereicht worden sind. Die Werke werden gebeten, die Angaben umgehend nachzuholen.

An die Herren Delegierten der Erfahrungsaustausch-Sitzung.

Den Anregungen von verschiedener Seite folgend, haben wir versucht, eine Formalisierung für die Kontaktlieferung auszuarbeiten, die die Verteilung regeln soll, solange der Kontakt nicht in ausreichenden Mengen zur Verfügung steht. Die Formalisierung lautet folgendermaßen:

$\text{Gaskapazität/h in } 1000 \text{ m}^3 \times \text{Betriebszeit in Std./1000}$

+ Zahl der nicht in Betrieb befindlichen Öfen $\times 0,5$

Wir haben als Grundlage die vorhandene Gasleistung gewählt, die mit einem Faktor multipliziert wird, der das Öfenalter enthält. Als Normleistung ist die Leistung eines Öfens, die von der Leistung eines Öfens mit einem Alter von 10 Jahren hergeleitet wird. Die Zahl der nicht in Betrieb befindlichen Öfen kann durch den Faktor 0,5 berücksichtigt werden.

Obwohl dem Erfordernis der Gaskapazität zu entsprechen, da ein Öfen, der in Betrieb ist, eine gewisse Leistung erbringen wird, können die Öfen, die in Betrieb sind, berücksichtigt werden. Die Öfen, die in Betrieb sind, können nach dieser Formalisierung folgende Verteilung

Von den hergestellten Öfenfüllungen erhalten:

Brand	46 %
Rheinpreußen	18 %
Brand	16 %
Ruhrbezirk	18 %