

TITLE PAGE

I. Processes for the purification of gases.
Folder No. S14/II-B-9.

TITLE PAGE

1. Das Sulfammon-Verfahren.
The "Sulfammon" process.

Frame Nos. 1 - 52

I. G. Höchst

An
I. G. Farbenindustrie Akt.
z. Hd. von Herrn Dr. Hartmann
Ludwigshafen a. Rh.

Wp. Zeichen Wp. Zeichen vom Wp. Zeichen vom Unter. Heuert. Unsere Zeichen Frankfurt (Main) Höchst

Stickst. Abtlg. 11.1.45
Dr. Sae./Wg.

Betr.: Chemo-Trennverfahren

Als Anlage senden wir Ihnen den uns überlas-
senen Akt über das Chemo-Trennverfahren mit
besten Dank zurück.

STICKSTOFF ABTEILUNG

Anlage

K 0001 20000 21 1 444
00-0000

001

I. G. Ludwigshafen
Stickstoff-Abteilung

An
Büro Sparte I

**Büro Sparte I
Eingang:
24. OKT. 1943**

Handwritten signature

Bei Z. d. den Ihre Nachricht von Ihre Nachricht von Unser Haupt Unsere Zentrale Ludwigshafen a. Rh.
Aok/Op. 50 25. Oktober 1943
8315

Betreff
Sulfammonverfahren.

In der Anlage erhalten Sie einen Bericht über die Nachreinigung des auf dem Hydrierwerk Scholven nach dem Sulfammonverfahren erhaltenen Ammoniakwassers.

Anlage

206

002

Handwritten signature

Herrn Dr. Bähr, Hochdruckversuche
Herrn Dr. Willroth, Leunawerke

7

... ..

... ..

... ..

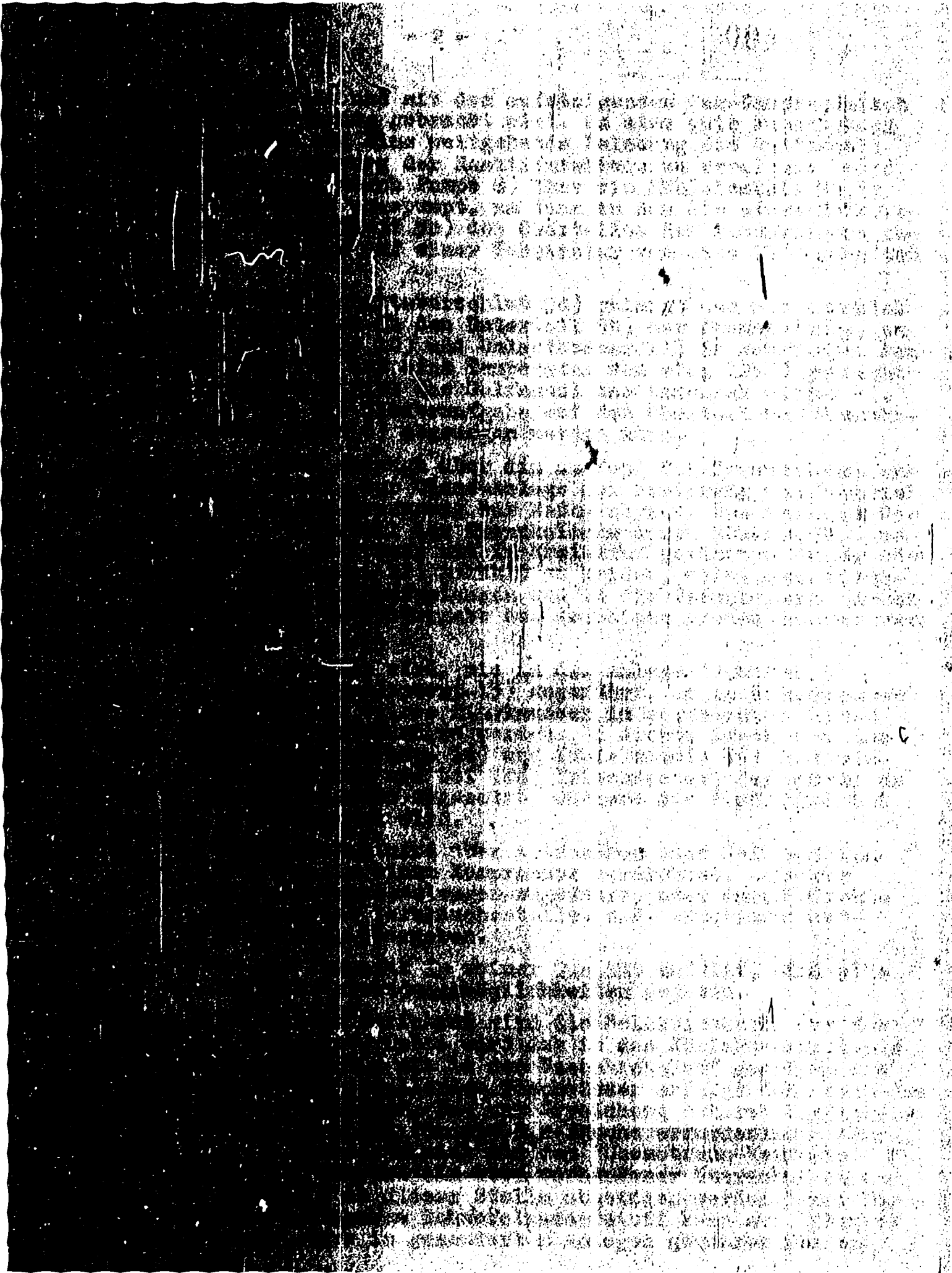
... ..

... ..

... ..

... ..

... ..



1911
The following is a list of the names of the persons who were present at the meeting held on the 1st day of January, 1911, at the residence of Mr. J. H. [unclear] in the city of [unclear].

Mr. J. H. [unclear]
Mr. [unclear]

Mr. [unclear]
Mr. [unclear]

Mr. [unclear]
Mr. [unclear]

Mr. [unclear]
Mr. [unclear]

Mr. [unclear]
Mr. [unclear]

Mr. [unclear]
Mr. [unclear]

Mr. [unclear]
Mr. [unclear]

Mr. [unclear]
Mr. [unclear]

Mr. [unclear]
Mr. [unclear]

Mr. [unclear]
Mr. [unclear]

Mr. [unclear]
Mr. [unclear]

Mr. [unclear]
Mr. [unclear]

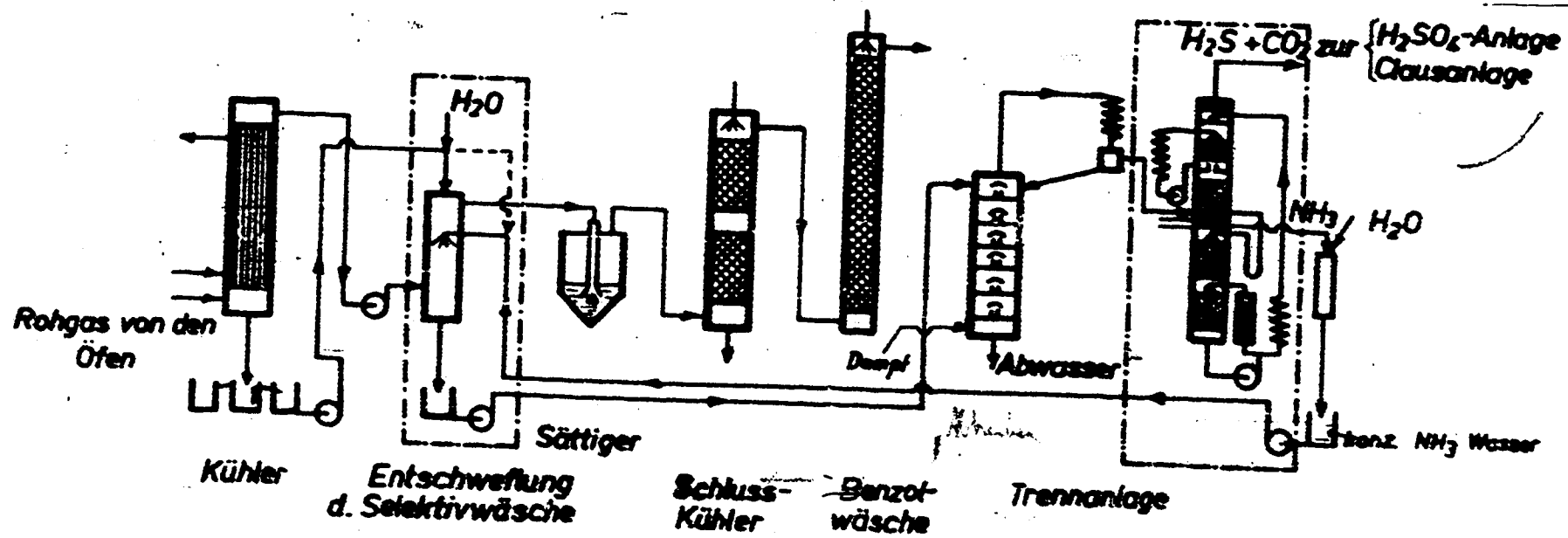
Mr. [unclear]
Mr. [unclear]

Mr. [unclear]
Mr. [unclear]

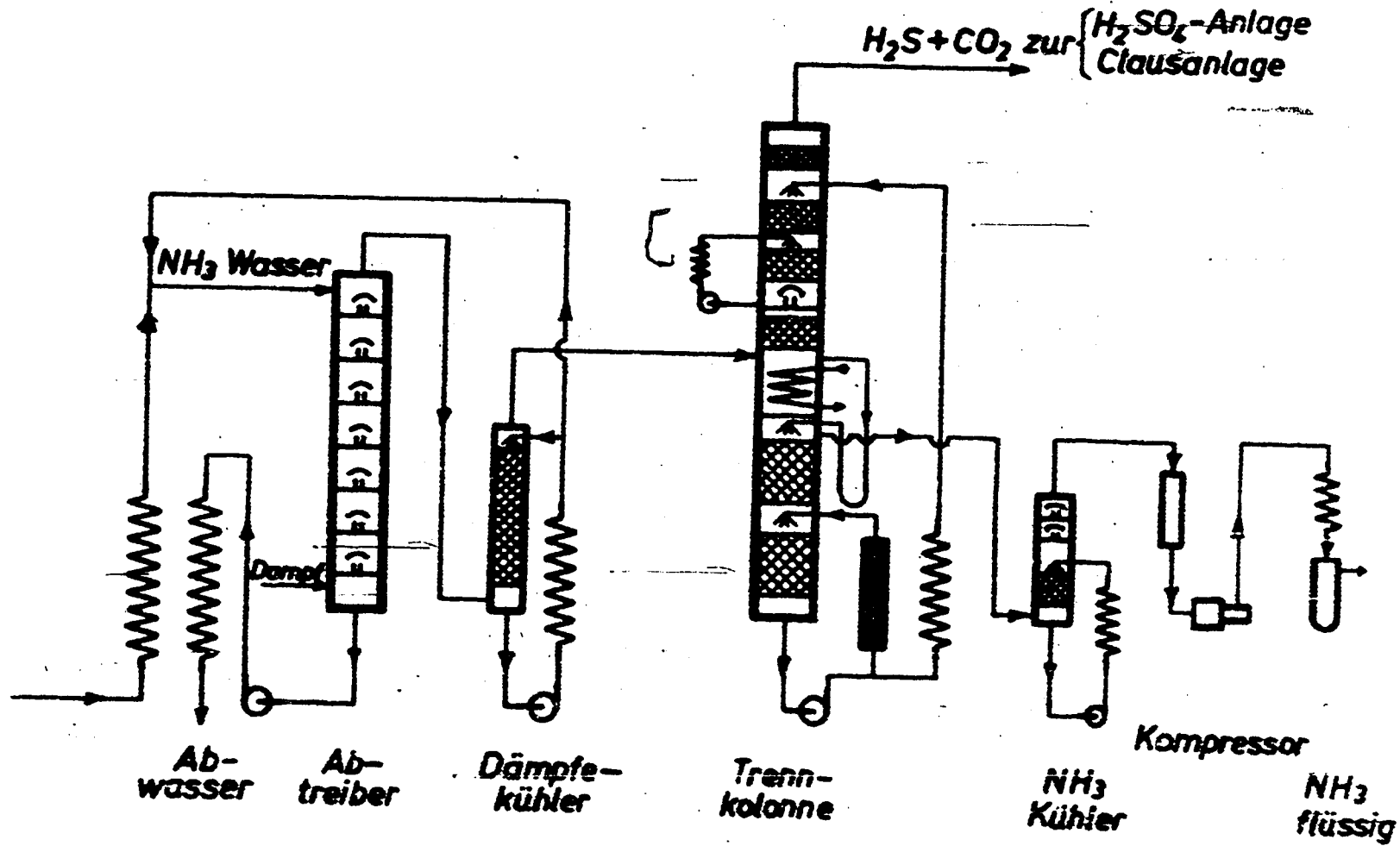
Mr. [unclear]
Mr. [unclear]

Mr. [unclear]
Mr. [unclear]

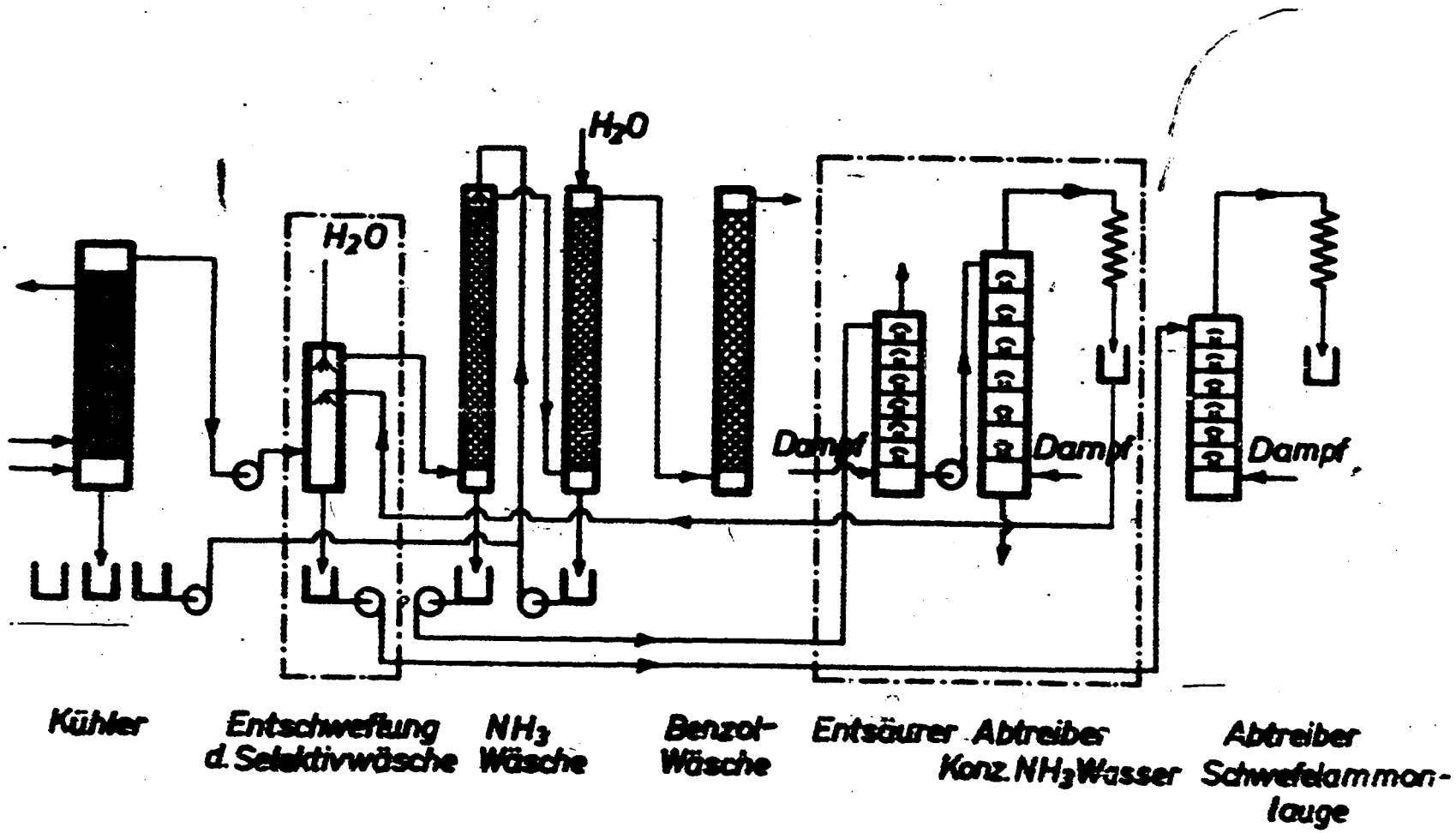
**Kokereigasentschwefelung nach dem Sulfammonverfahren
beim halbdirekten Verfahren**



**Trennkolonne für NH_3 und H_2S bzw. CO_2 Gewinnung
aus Kokerei- und Hydrierwasser
(Chemotrenn-Verfahren)**



**Kokereigasentschwefelung nach dem Sulfammonverfahren
beim indirekten Verfahren**



Abchrift

Dr. C. Otto & Comp. G.m.b.H., Bochum, 21.6.45

009

an

I.G. Farbenindustrie

Sulfanmonverfahren

In der Anlage überreichen wir Ihnen einen Bericht über verschiedene Untersuchungen, die wir nach Abschluß der Versuchsreihe mit Kokereiwässern in der Versuchsanlage Scholven durchgeführt haben. Die Untersuchungen scheinen uns zu zeigen, daß bei der Verarbeitung von Kokereiwasser die stets in diesem vorhandenen pyridinartigen Verbindungen zu Verschlechterungen der Aufnahmefähigkeit des Sulfanols führen. Um das Sulfanol ständig auf gleichbleibender Reaktionsfähigkeit zu halten, dürfte es notwendig sein, ihn die aufgenommenen Pyridine zu entsäuen. Eine Wasserwäsche bringt nicht den gewünschten Erfolg, dagegen ist eine weitgehende Entfernung der Pyridine mittels verdünnter Schwefelsäure möglich. Diese Arbeitsweise hat gleichzeitig den Vorteil, daß die sich stets bildenden fixen Salze auch mit ausgewaschen werden.

Wir bitten Sie, dessen Ansichten Ihre Stellungnahme mitzuteilen, damit bei einer die Kokereiwässer verarbeiten sollen, auf diese Vorgänge Rücksicht genommen werden kann.

Heil Hitler!

Dr. C. Otto & Comp. G.m.b.H.

ges. Unterschriften

Ergebnisse der Analyse des Zugschmelzes
 vor und nach der Reduktion nach der Ballmann-V-
 faktor (Kernschmelze)

max.	Reduktion 1941-1947		gebleibter Rest	
	min.	Leg. v. 1941-43	Leg. v. 1944	Leg. v. 1945-47
NH ₃ -gesamt	206,0	180,0	206,5	227,0
NH ₃ -frei	203,8	176,0	203,7	206,0
Cl ₂	167,0	123,0	112,5	0,0
S als H ₂ S	32,0	45,0	10,6	0,01
S als SO ₂	7,8	1,00	0,96	0,25
S als SO ₃	---	---	0,0	0,03
Cyan-gesamt	2,2	1,0	1,71	0,70
Cyan-frei	0,5	0,0	0,01	0,00
CFE	0,5	1,0	1,66	0,17
Phosphor	2,0	0,3	1,34	0,10
Pyridin	2,8	1,1	1,17	1,21
Ätherlösliches	6,7	2,3	5,71	2,21

Bericht über Untersuchungen an Sulfanoll der Sulfammonanlage Schol
von

In dem eingehenden Bericht des Herrn Dr. Leithe über die mit der Sulfammonanlage auf Scholven durchgeführten Untersuchungen wird darauf hingewiesen, daß bei Verarbeitung von Kokereiwasser der Abtrieb des Ammoniaks nicht auf 18 g/l gehalten werden konnte, sondern im Laufe der Versuchszeit von 22 Tagen stetig bis auf etwa 47 g/l anstieg. Abbildung 6 gibt diesen immer wieder schlechter werdenden Abtrieb sehr anschaulich wieder. Bei der Verarbeitung von Hydrierwasser konnte diese Veränderung nicht bemerkt werden. Die Erhöhung des Ammoniakgehaltes wird auf Bildung von Ammonium ~~hydroxid~~ zurückgeführt, das als fixen Ammoniumsalz durch Dampf allein nicht abgetrieben werden kann. Voraussetzung für die Bildung von Rhodanid ist, daß sich ein Teil des Schwefelwasserstoffs zu Schwefel oxydiert, der sich dann mit dem vorhandenen Cyanwasserstoff zu Schwefel ansetzt. Beim Hydrierwasser, das keinen Cyanwasserstoff enthält, fällt naturgemäß diese Rhodanbildung weg. Es wurde jedoch gleichzeitig die Beobachtung gemacht, daß die Anlage gegenüber Überlastung empfindlicher wurde, d.h., daß das Ammoniak dann leichter nach oben durchschlug. Dieses Verhalten kann durch die Rhodanbildung nicht erklärt werden, da die Aufnahmefähigkeit der Lauge durch neutrale Salze nicht wesentlich beeinflusst werden dürfte. Die Aufnahmefähigkeit der Lauge kann nur dadurch herabgesetzt werden, daß noch andere basische Stoffe als Ammoniak ~~da durch Xylenol~~ abbinden und nicht mit abgetrieben werden, sodaß immer weniger freies Xylenol vorhanden ist, das Ammoniak festhalten kann.

Die Bestimmung des Ammoniaks im abgetriebenen Xylenol wurde während der Versuche so durchgeführt, daß eine gewisse Menge Sulfanoll mit überschüssiger Lauge versetzt und ausgekocht wurde. Dadurch wird naturgemäß nicht nur das freie, sondern auch das gebundene Ammoniak bestimmt, d.h., man erhält durch diese Bestimmung keinen Anhalt über die Wirkungsweise des Abtriebstells der Trennkolonne, da, wie schon oben erwähnt, der Gehalt an freiem Ammoniak wesentlich für die Aufnahmefähigkeit des Sulfanolls für Ammoniak ist. Um einen weiteren Anhaltspunkt für den Ammoniakgehalt des Sulfanolls zu erhalten, sollten das freie Ammoniak und die fixen Salze mit Wasser ausgeschüttelt und bestimmt werden.

Bei einer am 8.4.43 gezogenen Probe wurden nach den beiden oben erwähnten Methoden folgende Werte gefunden:

mit Lauge ausgekocht:	34,85 g/l NH ₃
mit Wasser ausgeschüttelt:	18,52 g/l "
davon:	8,70 g/l freies NH ₃
davon:	7,82 g/l geb. NH ₃

Beim Ausschütteln mit Wasser findet man also bedeutend weniger Ammoniak als beim Auskochen mit Lauge, außerdem zeigt es sich, daß der Abtrieb des Sulfanolls gut war, da nur 8,70 g/l freies NH₃ noch vorhanden waren. Eine Bildung von fixen Salzen hat bereits stattgefunden. Diese Untersuchung ließ die Vermutung a fkommen,

daß außer Ammoniak auch noch andere Basen an das Sulfanoll gebunden waren, die sich nicht so leicht wie Ammoniak abtreiben lassen, sich also im Laufe des Betriebes mehr und mehr in der Kreislaufanlage ansammeln.

Bekanntlich enthält das Ammoniakwasser der Kokereien Teerbasen, Pyridine, die z.T. im Abtreiber mit abgetrieben werden, durch die heißgehenden Sättiger hindurchgehen und aus den Abschwaben gewonnen werden können. Bei der Herstellung von Starkwasser werden sich die pyridinartigen Verbindungen mit kondensieren und müssen sich im Starkwasser wiederfinden.

Beim Versetzen des abgetriebenen Sulfanolls mit Lauge und vorsichtigem Erwärmen war neben Ammoniak deutlich Geruch nach Pyridin wahrzunehmen.

Nach diesen Vorprüfungen ^{wurden} systematische Untersuchungen auf Ammoniak und Pyridin in Wässern und Sulfanollaugen durchgeführt. Die Trennung von Ammoniak und Pyridin ist nicht ganz exakt durchzuführen, sodaß die ermittelten Werte gewissen Schwankungen unterworfen sind. Die Trennung von Ammoniak und Pyridin wurde wie folgt durchgeführt.

Man destilliert zunächst das mit starker NaOH versetzte Ammoniakwasser wie bei der Bestimmung des Ammoniaks in vorgelegte, genau gemessene, überschüssige Schwefelsäure, setzt zu dem Destillat Methylenorange und titriert die überschüssige Säure zurück, bis die Lösung eben gelb geworden ist. Dieses neutralisierte Destillat wird erneut abdestilliert und zwar in neutral reagierendes Wasser. Das bei dieser Destillation erhaltene Destillat enthält alles Pyridin neben etwas NH₃. Man setzt nunmehr einige Tropfen Phenolphthalein zu und titriert mit $\frac{1}{2}$ N H₂SO₄ bis zur Entfärbung. Diese verbrauchte Säure zeigt nur das mit übergegangene Ammoniak an, da Pyridin sich gegenüber Phenolphthalein neutral verhält. Man gibt nun Methylenorange zu und titriert auf schwache Rotfärbung, um das Pyridin zum bestimmen. 1 ccm verbraucht $\frac{1}{2}$ N H₂SO₄ entspricht 0,079 g Pyridin.

Um gleichzeitig den Ammoniakgehalt des Wassers festzustellen, versetzt man den erkalteten Rückstand der 2. Destillation mit überschüssiger NaOH und destilliert das NH₃ in vorgelegte $\frac{1}{2}$ N H₂SO₄.

Der Verbrauch an Säure, vermehrt um den bei der Titration des Destillates mit Phenolphthalein gefundenen Wert ergibt den Säureverbrauch für das im ursprünglichen Wasser vorhandene NH₃.
1 ccm $\frac{1}{2}$ N H₂SO₄ = 0,017 g NH₃.

Ungenauigkeiten der Bestimmung liegen darin, daß die Trennung der Pyridine vom Ammoniak, vor allen wohl bei den höheren Teerbasen durch die Destillation nicht ganz exakt ist. Außerdem rechnet man mit dem Mol.Gew. des Pyridins, während das Ammoniakwasser die ganze Reihe von Pyridinverbindungen enthält.

Bei den nach obiger Methode durchgeführten Untersuchungen (die Bestimmungen wurden stets doppelt durchgeführt) wurden folgende Werte gefunden:

	Pyridin g/l		NH ₃ g/l	
Rohwasser angeliefert von Zeche Jacobi	12,6	12,6	170,7	177,9
Starkwasser von der Sulfammonanlage vom 20.3.43	7,9	5,5	223,1	221,0

Man sieht, daß das Rohwasser beträchtliche Mengen Pyridin enthält. Ein wesentlicher Teil der Pyridine muß im Abtreiber mit abgetrieben werden, da sich im Starkwasser der Sulfammonanlage ebenfalls Pyridine finden. Es besteht also durchaus die Möglichkeit, daß ein Teil der Pyridine im Sulfanoll hängen bleibt.

Original Sulfanol vom 10.4.43
 regeneriertes Sulfanol v. 8.4.43
 regeneriertes Sulfanol v. 10.4.43
 angereichertes " v. 10.4.43
 Sulfanol a.d. Brüdensumpf v. 10.4.43

Pyridin g/l		NH ₃ g/l	
7,9	8,3	4,25	4,34
43,6	43,8	30,6	26,9
47,8	45,2	36,6	37,4
53,7	51,7	60,4	60,7
86,6	90,8	73,5	73,1

Das Original Sulfanol enthält wie die meisten Rohphenole bereits geringe Mengen Pyridine. Im regenerierten Sulfanol ist der Pyridingehalt beträchtlich angediegen, vom 8.-10.4.43 ist eine deutliche Zunahme festzustellen. Das angereicherte Sulfanol enthält einen höheren Anteil an Pyridinen als das regenerierte Sulfanol. Wie die Untersuchung des Wassers schon vermuten ließ, werden die mit dem Abtreiber schwachen ankommenden Pyridine zusammen mit dem Ammoniak vom Sulfanol festgehalten und nur zum Teil in der Abtreibestufe der Trennkolonne zusammen mit dem Ammoniak wieder abgetrieben. Die höchste Konzentration an Pyridinen findet sich im Sulfanol des Brüdensumpfes.

Um eine gute Trennwirkung zu erzielen, ist es nützlich, das Sulfanol nur auf 50-60 g NH₃/l anzureichern. Theoretisch werden hierdurch etwa 450 g Xylanol abgetrieben. Das außerdem im angereicherten Sulfanol vorhandene Pyridin bindet nochmals etwa 80 g Sulfanol ab. Der Überschuß an ungebundenem Xylanol geht dadurch zurück, wodurch die Trennschärfe herabgesetzt wird. Bei der Verarbeitung pyridinhaltiger Wasser dürfte es also notwendig sein, die im Sulfanol sich anreichernden Pyridine zu entfernen oder ihre Konzentration möglichst niedrig zu halten, damit die Trennschärfe der Anlage im Laufe des Betriebes nicht herabgesetzt wird.

Man könnte zunächst daran denken, durch eine Wasserwäsche des gesamten oder nur eines Teilstromes des Sulfanols die Pyridine auszuwaschen. Versuche in dieser Richtung brachten folgendes Ergebnis:

	Pyridine im Waschwasser g/l ber. auf Sulfanol		Pyridine im Sulfanol g/l		NH ₃ im Waschwasser g/l ber. auf Sulfanol		im Sulfanol g/l	
	regener. Sulfanol v. 8.4.43	12,6	11,1	42,0	40,3	24,1	23,5	8,9
regener. Sulfanol v. 10.4.43	12,7	12,7	42,8	42,6	29,8	28,8	9,3	9,3
anger. Sulfanol v. 10.4.43	11,7	12,3	48,9	-	53,11	53,7	9,3	-
Sulfanol aus dem Brüden- sumpf v. 10.4.43	31,6	30,9	71,1	68,1	55,9	57,9	19,1	19,9

Man sieht, daß eine befriedigende Entpyridierung durch eine Wasserwäsche nicht erreicht werden kann, die Hauptmenge der Pyridine bleibt im Sulfanol zurück. Dagegen werden aus das freie Ammoniak und die Ammonialsalze vom Wasser entfernt. Es würde deshalb zu einer Wäsche mit 16 figer Schwefelsäure übergegangen wobei sich folgende Verhältnisse einstellen:

010

	Pyridin		Pyridin		NH ₃			
	in Waschmittel g/l ber. auf Sulfanol	g/l	in Sulfanol g/l	g/l	in Waschmittel g/l ber. auf Sulfanol	g/l	in Sulfanol g/l	g/l
regener. Sulfanol v. 8.4.43	43,9	41,1	14,6	11,7	9,7	8,8	1,8	1,9
regener. Sulfanol v. 10.4.43	49,9	48,8	11,0	11,3	26,5	26,8	1,7	1,7
anger. Sulfanol v. 10.4.43	55,6	55,9	8,1	10,4	51,4	32,9	1,8	2,1
Sulfanol aus dem Bräuden- sumpf v. 10.4.43	88,8	91,0	10,1	9,3	-	-	1,2	1,3

Durch das Waschen mit Schwefelsäure tritt sofort eine gute und weitgehende Entpyridierung des Sulfanols auf.

Kokereis-

Um bei Verarbeitung von pyridinhaltigen ~~Schmelzwässern~~ die Aufnahmefähigkeit des Sulfanols konstant zu halten, wird es notwendig sein, mittels dünner Schwefelsäure die vom Sulfanol aufgenommenen Pyridine zu entfernen. Gleichzeitig werden die sich bildenden Ammonsalze mit ausgewaschen, sodaß stets ein Sulfanol von gleichbleibender Beschaffenheit zur Verfügung steht. Zur Waschung muß entweder das gesamte Sulfanol von Zeit zu Zeit oder laufend ein Teilstrom herangezogen werden. Außerdem ist es erforderlich, das im Bräudensumpf anfallende Sulfanolkondensat, das besonders viel Pyridine enthält, vor seiner Rückgabe in den Kreislauf von Pyridin zu befreien. Die in der verbleibenden pyridinhaltigen Schwefelsäure vorhandenen Pyridine können in bekannter Weise mittels Ammoniak gasfrei gemacht werden.

Abtg. K.-Lab.
gez. Unterschrift

011

Versuche zur weiteren Reinigung des auf dem Hydrierwerk Scholven nach dem Sulfammonverfahren erhaltenen Ammoniakwassers. 015

Voruntersuchung
Nach Ansicht von Leuna (siehe Schr. Dr. Willfroth v. 11.5.43 an Büro Sparte 1) bietet die Qualität des nach dem Sulfammonverfahren gereinigten Starkwassers hinsichtlich der Verarbeitung auf schwefelsauren Ammoniak über Gips oder auf Ammonnitrat mittels Salpetersäure keine Vorteile, da der Gehalt des lästigen Schwefelwasserstoffs immer noch zu hoch ist, und auch Phenol, Pyridin, Aetherlösliches sowie Cyan- und Rhodanverbindungen nicht genügend entfernt sind.

Ziel der nachstehenden Versuche war festzustellen, ob eine gänzliche oder ausreichende Entfernung dieser störenden Bestandteile durch weitere Nachreinigung möglich ist.

Die Apparatur ist aus der beiliegenden Skizze zu ersehen. Die Versuche wurden im Laboratoriumsmaßstab ausgeführt. 500 ccm Starkwasser aus der Sulfammonanlage Scholven wurden in der Stunde in einem 2 Liter fassenden Dreihalskolben mit aufgesetzter Kolonne auf 100° erhitzt. Das Starkwasser lief kontinuierlich zu und das entgaste Wasser kontinuierlich ab. In dem auf der Kolonne sitzenden Kugelkühler erfolgte eine Kühlung des Ammoniakgases bis 50°, in dem nachgeschalteten Kühler bis 25°. Sodann trat das Ammoniakgas zwecks Reinigung in verschiedene Türme und Waschflaschen ein.

1. Versuch.

Das Ammoniakgas passierte der Reihe nach einen Trockenturm mit M-Kohle (Magerkohle durch Flammengase aktiviert, von Dr. Fritz Winkler), eine Energiewaschflasche nach Müller mit Paraffinoel zwecks Abtrennung des Pyridins, eine Energiewaschflasche mit 20%iger Natronlauge zur Absorption des Schwefelwasserstoffs und schließlich einen zweiten M-Kohleturm. In den beiden nachgeschalteten Woulff'schen Flaschen wurde das gereinigte Ammoniakgas in Wasser gelöst. Die Analyse des erhaltenen Ammoniakwassers ist in der beiliegenden Tabelle in der Rubrik 2 zu ersehen. Zum Vergleich ist in der Rubrik 1 die Analyse des nicht-gereinigten Wassers eingetragen.

Man erkennt, daß Cyan- u. Rhodanverbindungen, Phenol und Schwefelwasserstoff praktisch vollkommen entfernt sind, dagegen konnte Pyridin um etwa zur Hälfte beseitigt werden. Auch der aetherlösliche Anteil ist noch zu hoch.

2. Versuch.

Auf die Waschflasche mit Paraffinoel wurde verzichtet. Sonst wurde keine apparative Veränderung getroffen. Aus den Zahlen der Rubrik 3 ist festzustellen, daß der erzielte Reinigungsgrad auch ohne Paraffinoel wie bei Versuch 1 war. Die Hälfte des Pyridins ging in das Ammoniakwasser.

3. Versuch.

Die Reihenfolge und Füllung der Waschflaschen und Türme war wie folgt: 2 Energiewaschflaschen mit 20%iger Natronlauge, 2 Energiewaschflaschen mit Paraffinoel, 2 Türme (500 mm hoch) mit Eisenoxydmasse, 2 Türme mit K-Kohle (Grudekoks durch Wasserdampf aktiviert bei Rotglut). Rubrik 4 zeigt, daß Schwefelwasserstoff, Cyanverbindungen, Rhodanverbindungen, Phenole vollkommen entfernt sind. Der Pyridingehalt ist auf 0,029 g/Liter gesunken, während ursprünglich 2,41 g/Liter vorhanden waren.

4. Versuch.

Die Versuchsanordnung war wie bei Versuch 3, jedoch ohne Eisenoxydtürme. Rubrik 5 zeigt dieselbe Analyse wie Rubrik 4. Man sieht, daß auf die Eisenoxydtürme verzichtet werden kann.

Ein weiterer Versuch um zu entscheiden, ob auch das Paraffinoel zu entbehren wäre, konnte nicht mehr ausgeführt werden, da durch den Fliegerangriff in der Nacht vom 23./24.9.43 der vorhandene Vorrat an Starkwasser aus der Versuchsanlage Scholven vernichtet wurde.

Anlage.

Oppau, den 22.10.43

Ack/Op, 50



	1 Starkwasser vor der Reinigung g/l	2 Starkwasser nach der Reinigung mit N-Kohle u. Paraffinöl g/l	3 Starkwasser nach der Reinigung mit N-Kohle, ohne Paraffinöl g/l	4 Starkwasser nach der Reinigung mit N-Kohle, ohne Paraffinöl g/l	5 Starkwasser nach der Reinigung mit N-Kohle u. Paraffinöl g/l
Gesamt-NH ₃	238,00	263,00	120,60	206,5	229,5
CO ₂	0,20	0,25	0,44	0,06	0,04
H ₂ S	0,20	0,00	0,00	nicht nachweisbar	nicht nachweisbar
Gesamt-CN	0,07	0,00	in 200 cm nicht nachweisb.	"	"
CNS	0,03	< 0,001	< 0,001	"	"
Phenole	1,12	< 0,001	Spuren	< 0,001	< 0,001
Pyridin	2,41	1,07	0,74	0,029	0,029
Aetherlösliches	0,25	0,06	nicht bestimmt	0,006	0,006

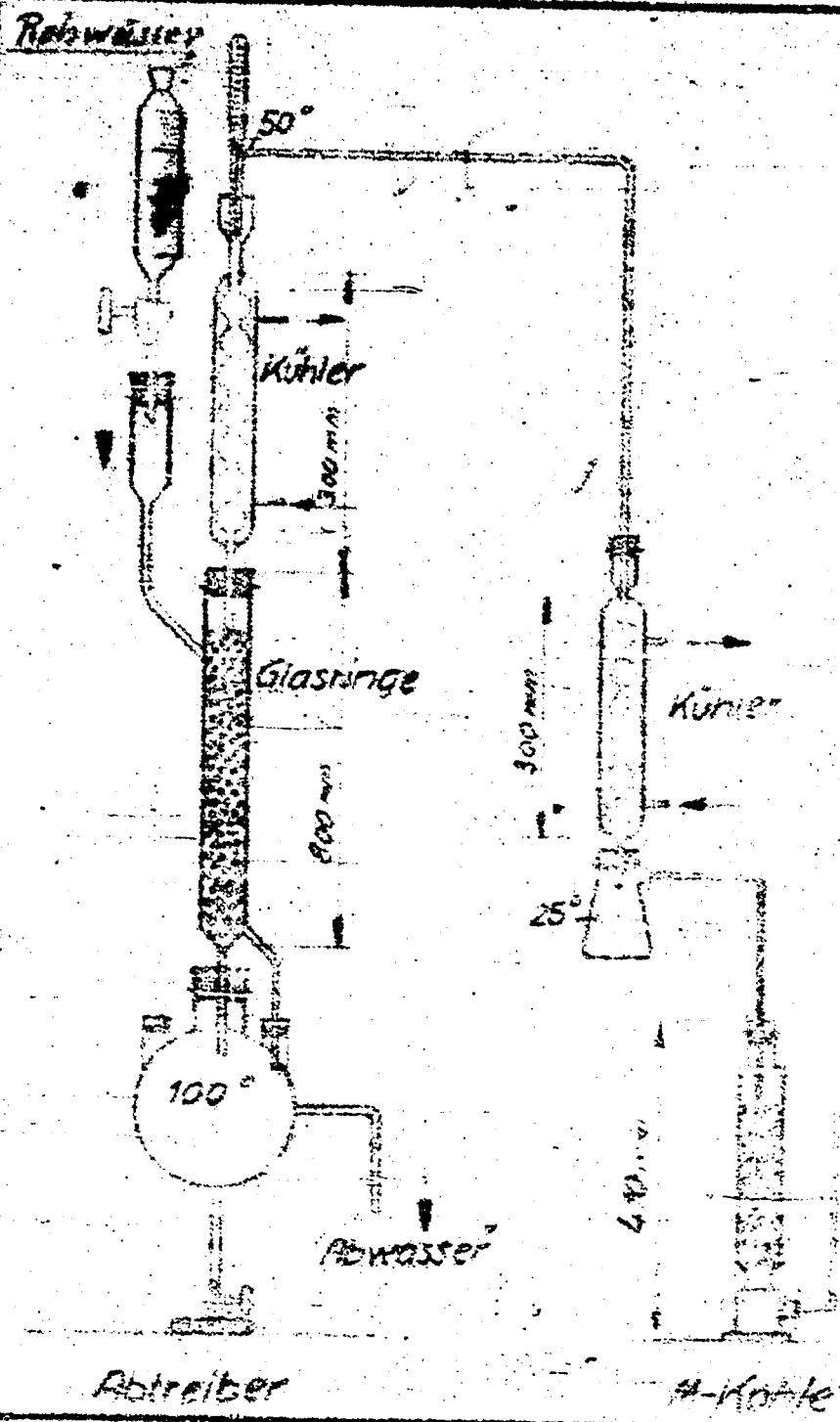
durch Ausschütteln des NH₃-Wassers mit Aether

Handwritten signature

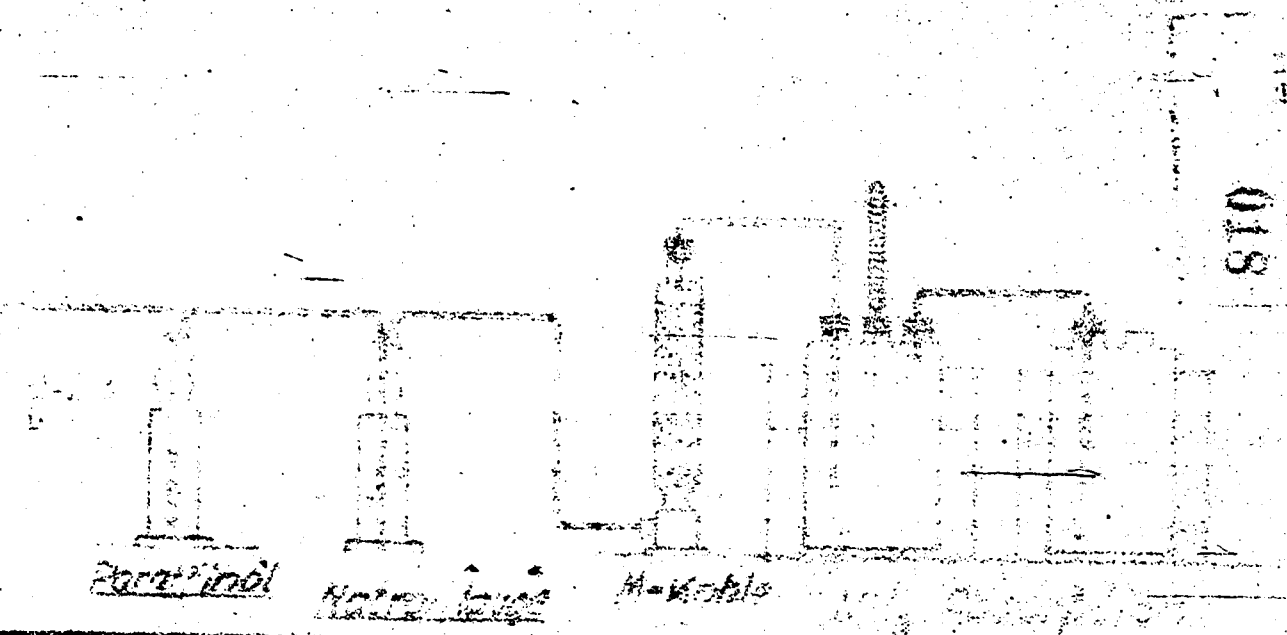
47
017

DM - Patent n. 0 (702 2 27)

L. S. Furber & Co. Aktiengesellschaft
Luftmaschinen u. Reakt.



Nachreinigung von Starkwasser
von der Sulfammananlage Scholven



Handwritten notes and stamps at the top left, including "Dr. M./2." and "Handwritten notes".

Handwritten notes and stamps at the top right, including "Handwritten notes" and "019".

019

Cyano-Verfahren zur Gewinnung von Cyanid aus dem Abfall der
Salpetermineralanlage bei
der Lokerei Eisen der Staatsbahnen in Berlin.

21./22.3.1944.

Teilnehmer die Herren

- Dir. Dr. Lacker, Ferdinands-Nordbahn, Betriebsdirektor, Berlin, Staatsbahnen,
- Dr. Meyer,
- Dr. Andrä,
- Dr. Roth,
- D. I. Mülders,
- Dr. Bahr,
- Dr. C. Otto & Co., Bochum, Holland,
- I. G. Ludwigshafen.

Bei der in dem befindlichen Cyanoanlage Ferdinands-Nordbahn sollen die Cyanverbindungen bereits aus den Abfallerdüpfen in Form von Kaliumferrocyanid abgeschieden werden. Da nach Ansicht von Dr. Lacker das Kaliumferrocyanid in dem Rotkohlrat besser abzusetzen ist als Rhodan ammonium, das ebenfalls bei der Reinigung der Abfallerdüpfen gewonnen werden könnte. Auf der Lokerei Eisen der Staatsbahnen ist eine Anlage zur Gewinnung von Cyan aus Säureabschüssen in Betrieb und die Firma Dr. C. Otto & Co. will die dort gemachten Erfahrungen als Konstruktionsunterlagen für die auf der Ferdinands-Nordbahn zu errichtende Anlage benutzen.

Der Zweck der Reise war nun, durch eine Besichtigung festzustellen, ob die dort in Betrieb befindliche Anlage so weit entwickelt ist, daß eine ähnliche Anlage - ohne einen Fehlschlag befürchten zu müssen - in die Cyano-Anlage Ferdinands-Nordbahn eingebaut werden kann.

Die Anlage verarbeitet Abschwaben eines Ammoniumsulfatsäure, wobei diese durch einen Turm geleitet werden, der mit Eisenabfällen, die überschüssig, gefüllt ist, die mit einer Pottaschelösung im Kreislauf verfahren werden. Das Cyan wird von dem Eisen und der Pottaschelösung unter Bildung von Ferrocyanid, eine Reaktion, die bei der Ausarbeitung des Alkaliverfahrens bereits vor der Kaliumcyanidmethode im Jahre 1934 Anwendung gefunden hat und in unserer Anmeldung N. 6172 niedergelegt wurde. Die Kreislaufflauge reichert sich allmählich mit Kaliumferrocyanid an und wird in dem Kristallator abgezogen und bei dieser bei anfallende Salz wird in einer Zentrifuge abgeschleudert. Die Eisenabfälle werden im Verlauf von 8 Tagen durch das Cyan aufgearbeitet, um die

Turm wird alle 8 Tage nachgefüllt. Die Chemiesubstanz beträgt rund 90 %. Als Material dient für den in den Kreislauf der Lauge eingebrachten Erhitzer Gusseisen, für die Rosten Ferrosilicium und für/andere Teile Schmiedeeisen. Diese Materialien haben sich in der Anlage seit dem Jahre 1937 bewährt.

Bei dem Betrieb ist zu beachten, daß bei der Abstellung der Anlage die Leitungen nicht mit Lauge gefüllt sind, weil sonst beim Abfließen Salz auskristallisiert, wodurch beim Wiederaufnehmen Rohrverstopfungen auftreten und Überhitzungen vorkommen.

In Heerlen werden monatlich 3 bis 3,5 to Kaliumferrocyanid gewonnen, das zu 100.- Rm./100 kg guten Absatz findet. Die Produktion ist in Holland größer als die Produktion der Staatminen ausreicht. Das Verfahren ist nicht patentiert. Die Firma Dr. C. Otto & Co. will mit den Staatminen eine Vereinbarung treffen, daß eine Benutzung des Verfahrens im Rahmen des Chemietrennverfahrens lizenziert wird. Die I.G. ist hierbei unbeteiligt. Sollte das Verfahren für die Zwecke der I.G. einmal benutzt werden, so würde sich die I.G. wegen der Beziehung mit den Staatminen in Verbindung setzen.

Die Anlage macht einen guten Eindruck und läuft ohne Schwierigkeiten. Die Schicht wird einmal etwas lauge abgeaspit und das Salz angereichtert, um zu lizenzieren lassen und abgeschleudert.

Die Beteiligten hatten den Eindruck, daß das Verfahren soweit durchgebildet ist, daß es ohne weiteres für den gewählten Zweck eingesetzt werden kann.

Hierbei ist jedoch zu beachten, daß die in Heerlen verarbeiteten Abshwadendämpfe frei von Ammoniak und Wasserdampf sind, während bei der Chemo-Trennanlage ein Dämpfegemisch zur Verarbeitung gelangen soll, das erhebliche Mengen NH_3 - und Wasserdampf enthält. Da die Firma Otto die Gewährleistung für diesen Teil der Anlage übernommen hat, wäre es zweckmäßig, wenn die Firma Dr. C. Otto & Co. nochmals Kleinversuche machen bei der Chemo-Trennanlage zu erwartenden Dämpfegemischen durchführen läßt.

021

M.H.

Das Chemo-Trennverfahren.

Abchlussbericht.

in der Versuchsanstalt Göttingen

Zusammenfassung

der wichtigsten Betriebsergebnisse.

- 1.) Die Trennung eines im normalen Abtriebevorgang gewonnenen $\text{NH}_3\text{-CO}_2\text{-H}_2\text{S}$ -Dampfgemisches in ein zur Weiterverarbeitung geeignetes $\text{H}_2\text{S-CO}_2$ -Gas und reines Ammoniakgas ist gelungen.
- 2.) Der Reinheitsgrad beträgt sowohl für das $\text{H}_2\text{S-CO}_2$ -Gas als auch für das NH_3 -Gas etwa 99 Vol. %.
- 3.) Die Betriebskosten für den Abtrieb des NH_3 -Wassers und die Zerlegung des Dampfgemisches betragen etwa 5 PfG/kg NH_3 . *ohne Kapitalkosten und Reparaturen*
- 4.) Korrosionen sind innerhalb der Anlage nicht beobachtet worden. Es wurde festgestellt, daß V_2A und V_{17}F für den Betrieb des Dampfkühlers als Baustoff nicht geeignet sind, während Aluminium den Anforderungen genügt.

Abschlußbericht über die Ergebnisse der
Versuchsanlage auf dem Hydrierwerk "Scholven"
Buer.

1.) Allgemeines.

Die innerhalb der Starkwasseranlage des Hydrierwerkes Scholven in Gelsenkirchen-Buer errichtete Chemotrenn-Anlage diente dem Zweck, das von Dr. Bähr, I.G. Farbenindustrie, Ludwigshafen entwickelte Verfahren zur Zerlegung eines im normalen Abtreibevorgang aus Ammoniakwässern gewonnenen $\text{NH}_3\text{-CO}_2\text{-H}_2\text{S}$ -Dämpfegemisches in ein zur Weiterverarbeitung geeignetes $\text{H}_2\text{S-CO}_2$ -Gasgemisch einerseits und Rein-Ammoniakgas andererseits zu prüfen und die Anwendungsmöglichkeit für den Großbetrieb zu untersuchen. Die Versuchsanlage stellte eine Teilstufe des "Sulfation-Verfahrens" dar, bei dem der Schwefelwasserstoff mit einer Ammoniaklösung und das Ammoniak mit Frischwasser aus Gasen entfernt wird, um beide Gasbestandteile in einem Verfahrensgange nach dem Chemotrenn-Verfahren in reiner Form zu gewinnen.

Die Montage der Versuchsanlage "Scholven" hatte durch notwendig gewordene Instandsetzungsarbeiten an den von der Kokerei Auguste Victoria in Huls aus einer gleichen Anlage angelieferten Apparaten, durch Beschaffung neuer Einzelteile in Sondermaterial, durch Anschaffung neuer Pumpen usw. eine unerwünschte Verzögerung erlitten, so daß erst im Januar 1942 mit der Durchführung der Versuche begonnen werden konnte. Im ersten Versuchsabschnitt wurde die Abwicklung der Versuche dadurch merklich beeinflusst, daß die Chemotrenn-Anlage einen Abtreiber nachgeschaltet war, der infolge Fehlens einer Reserveeinrichtung neben dem Versuchsbetrieb die laufende Betriebs-Produktion an Ammoniakwasser zu erledigen hatte, so daß sich trotz des größten Entgegenkommens seitens des Hydrierwerkes Betriebsunterbrechungen nicht vermeiden ließen.

Hinsu kam die außerordentliche Beeinflussung der Untersuchungen durch höhere Gewalt (Fliegeralarm, Leutenangel usw.), die Stillstände und Unterbrechungen und als Folge davon häufige Betriebsstörungen verursachten. Aus der Vielzahl der Ergebnisse sind deshalb drei Hauptabschnitte des Versuchsbetriebes gesondert zu behandeln und für die Beurteilung des Verfahrens heranzuziehen, während alle übrigen ermittelten Zahlen in der Gesamtbewertung Berücksichtigung finden.

Grundsätzlich sind die auf der Anlage Auguste Victoria angewendete Anordnung und Betriebsweise beibehalten worden, nur wurden aus Gründen des Platzbedarfes und auch zum Studium dieser Schaltung Trenn- und Abtreibekolonne übereinander angeordnet, wobei das Sulfannol über einen Syphonverschluß zum Unterteil geführt wurde. Dieser selbsttätige Ablauf des Sulfannols hat sich im Falle "Scholven" nicht bewährt, weil bei der wechselnden Zusammensetzung des Rohwassers ein gleichbleibender Betriebszustand infolge Veränderung der Druckverhältnisse in den beiden Kolonnen nicht erreicht werden konnte, so daß aus diesem Grunde und aus anderen Überlegungen heraus der Ablauf des Sulfannols über eine Pumpe geführt wurde. Unter Berücksichtigung dieser und aller weiteren beobachteten günstigsten Voraussetzungen wurde die nachfolgend geschilderte und in Abb. 1 dargestellte Betriebsweise gefahren.

2.) Betriebsweise.

Das im Betriebe anfallende Ammoniakwasser wird in normaler Weise durch Einblasen von direktem Dampf in einen Abtreiber 1) angetrieben und das dabei entstehende $\text{NH}_3\text{-CO}_2\text{-H}_2\text{S-H}_2\text{O}$ -Dampfgemisch einem Dampfkühler 2) zugeführt, wo es durch direkte Berührung mit über eine Pumpe 3) und Kühlelemente 4) im Kreislauf geführten Ammoniakwasser auf 50°C herabgekühlt wird. Das dabei infolge der Wasserdampfkondensation anfallende Ammoniakwasser wird über eine Abzweigleitung 5) auf den Abtreiber zurückgeführt. Das gekühlte Gas-Dampfgemisch gelangt in die Trennkolonne 6), wo es mit "Sulfannol" behandelt wird, das bei

Erhaltung geeigneter Temperaturen das Ammoniak aus dem Gas-Dampfgemisch herausnimmt, während H_2S und CO_2 nicht aufgenommen werden. Zu diesem Zweck wird regenerierte Waschlösung mittels Pumpe 7) über Kühlelemente 8) auf den Kopf der Trennkolonne 6) gegeben, wo sie über einen Verteilerboden (oder mittels anderer Verteilereinrichtungen) gleichmäßig auf den Kolonnenquerschnitt verteilt und mit dem aufsteigenden Gas-Dampfgemisch über Füllkörpern in innige Berührung gebracht wird. Um eine gute Auswaschung des Ammoniaks und eine weitgehende Beladung des Sulfanols, sowie eine Abführung der Reaktionswärmen zu ermöglichen, wird die Waschlösung aus einem Zwischensumpf abgezogen und über Pumpe 9) und Kühlelemente 10) in mehrfacher Menge ungepumpt, um dann in den mit einem Heizelement versehenen Sumpf der Trennkolonne abzulaufen, wo sie auf einer Temperatur von etwa $70^{\circ}C$ gehalten wird.

Über die Ablaufleitung und Pumpe 11) gelangt das mit Ammoniak beladene Sulfanol in die Abtriebkolonne 12), um hier, mittels Pumpe 13) über den Umlaufheizer 14) in mehrfacher Menge ungepumpt, auf eine Temperatur von $125^{\circ}C$ gebracht zu werden. Dabei gibt das Sulfanol das Ammoniak zum größten Teil wieder ab, so daß es für die Wiederaufgabe auf den Oberteil der Trennkolonne 6) über Pumpe 7) und Kühlelemente 8) abgezogen werden kann.

Das H_2S-CO_2 -Gas gelangt über die am Kopf der Trennkolonne 6) angeschlossene Leitung über eine Schwefelsäure-Tauchung 15) an die Betriebsstelle zur Gewinnung von elementarem Schwefel. Das Ammoniak-Gas wird nach Austritt aus der Abtriebkolonne in einem direkten Kühler 16) mit über Pumpe 17) und Kühlelemente 18) im Kreislauf geführten NH_3 -Wasser gekühlt und zur Entfernung etwa noch vorhandener Reste an CO_2 und H_2S , sowie zur Rückgewinnung etwa mitgerissenen Sulfanols gewaschen. Für die Gewinnung des Gases stehen dann z.B. folgende Wege offen:

a) Das Ammoniak wird, wie in der Anlage "Scholven" einem Strahlapparat 19) zugeführt, um in Frischwasser gelöst als reines Starkwasser in gewünschter Konzentration gewonnen zu werden.

Zu diesem Zweck wird das Wasser über Pumpe 20) und Kühlelemente 21) unter stetigem Zulauf von Frischwasser im Kreislauf geführt, wobei die Produktion über eine Abzweigleitung 22) abläuft.

b) Das Ammoniak kann über Aetsnatron oder Kalk getrocknet und, in einem Kompressor verdichtet, entweder einem Druckkesselwagen zugeführt, oder durch eine direkte Leitung der Verbrauchsstelle zur Weiterverarbeitung übergeben werden.

Die Einbaumöglichkeiten des Verfahrens in den Großbetrieb sind in den von Dr. Bähr zusammengestellten Abb. 2 - 4 wiedergegeben.

3.) Versuchsergebnisse.

a) Verarbeitetes Rohwasser.

In dem ersten Teil der Betriebsuntersuchungen kamen die auf dem Hydrierwerk Scholven aus der Kohle- und Benzolphase anfallenden Ammoniakwässer zur Verarbeitung. Die Zusammensetzung dieses Rohwassers ist in der Zahlentafel 1 enthalten. Entsprechend den vorliegenden Betriebsbedingungen zeigte das Wasser keine gleichbleibende Konzentration der Einzelbestandteile. Die laufend durchgeführten Analysen ergeben folgende Werte

NH ₃	30 - 75 g/l	im Mittel	45 g/l
CO ₂	15 - 35 "	"	25 "
H ₂ S	12 - 24 "	"	15 "
C ₆ H ₅ OH	2 - 5 "	"	3,5 "

Um die Möglichkeit einer Anwendung des Chemotron-Verfahrens auch für die Verarbeitung von Kokereiwässern untersuchen zu können, wurde zum Abschluß der Versuche Ammoniak-Starkwasser von der Kokerei Jakobi, Oberhausen, verarbeitet und zu diesem Zweck durch Vermittlung der D.A.V.V. in Kesselwagen zum Hydrierwerk gebracht, wo es über einen Lagertank der Chemotron-Anlage stetig zugeführt wurde. Dieses Starkwasser hat im Gegensatz zum Hydrierwasser einen wechselnden Gehalt an Cyanwasserstoff und seinen Verbindungen. Die mittlere Zusammensetzung des Wassers wurde aus den Wagenproben der Kokerei, des Versuchsbetriebes und des Hauptlaboratoriums, entsprechend den Aufzeichnungen

in Zahlentafel 2, ermittelt zu

NH ₃	192,3	g/l
CO ₂	145,2	"
H ₂ S	35,7	"
HCN	1,3	"
C ₆ H ₅ OH	3,4	"

Um eine ordnungsmäßige Abrechnung über Anlieferung und Abgabe an Ammoniak anstellen zu können, sind in Zahlentafel 3 Mengen und Analysen des an das Hydrierwerk weitergegebenen Starkwassers zusammengestellt, während in Zahlentafel 4 der während des Versuchsbetriebes entstandene Verlust an Ammoniak ermittelt und nachgewiesen ist. Dieser Ammoniak-Verlust ist dadurch entstanden, daß in den ersten Versuchstagen infolge ungenauer Eichung der Mengen-Meßscheibe für Rohwasser die Anlage überlastet wurde, so daß Ammoniak in beachtlicher Menge mit dem H₂S-CO₂-Gas abging. (In den ersten 4 Tagen wurden 11400 kg NH₃ durchgesetzt und 5300 kg an das Hydrierwerk abgegeben, so daß in dieser Zeit ein Verlust von 6100 kg NH₃ entstanden ist. Der nicht nachweisbare, d.h. im Laufe der Untersuchungen entstandene Verlust beträgt somit nur 7059-6100 = 959 kg NH₃, d.h. auf die insgesamt durchgesetzte Menge bezogen etwa 1,3 %).

b) Dämpfkühler.

Sowohl bei der Verarbeitung des Hydrierwassers als auch beim Kokereiwasser haben sich, unter Berücksichtigung d. in Abschnitt Korrosionsuntersuchungen angegebenen Beobachtungen, keine Schwierigkeiten in der Fahrweise gezeigt. Das zur Kühlung im Umlauf befindliche Wasser reichert sich entsprechend den vorliegenden Betriebsbedingungen mit den Einzelbestandteilen der Dämpfe an, so daß sich etwa folgende mittlere Zusammensetzung für das vom Dämpfkühler auf den Abtreiber zurückgeführte Wasser ergibt.

	<u>Hydrierwasser</u>	<u>Kokereiwasser</u>
NH ₃	180 g/l	218 g/l
CO ₂	65 "	156 "
H ₂ S	50 "	35 "

Bei den niedrigen Temperaturen ist darauf zu achten, daß die zur Kühlung der Dämpfe umlaufende Ammoniaklösung nicht zu stark herabgekühlt wird, da in dem vorliegenden System NH_3 - CO_2 - H_2S - H_2O genau begrenzte Konzentrationsverhältnisse gelten für die Fälle, in denen in Abhängigkeit von der Temperatur Salzausscheidungen eintreten, die die Kühlelemente verstopfen. So trat bei folgender Zusammensetzung und 25°C Temperatur Kristallbildung ein, während bei 30°C keine Salze zu beobachten waren.

NH_3	=	270 g/l
CO_2	=	205 g/l
H_2S	=	118 g/l

Im übrigen können für diese Fälle die von Klempt zusammengestellten Unterlagen, von denen für eine Temperatur von 20°C die Bedingungen in Abb. 5 dargestellt sind, herangezogen werden.

Um innerhalb des Chemotrenn-Verfahrens möglichst keine Kondensatausscheidungen zu erhalten, empfiehlt es sich, im Dampfkühler möglichst eine Austrittstemperatur von 50°C einzuhalten und diese Temperatur nicht zu überschreiten. Bei höheren Temperaturen wird unnötig viel Wasser in die Trennanlage geschleppt, das zu Druckschwankungen und Salzausscheidungen führt. Die verbindende Leitung zwischen Dampfkühler und Trennkolonne wird zweckmäßig beheizt, um Salzausscheidungen durch Kondensatbildung auszuschließen.

c) Trenn- und Abtreibekolonne.

Zur Trennung der Abtreibedämpfe findet "Sulfannol", ein Gemisch höher siedender Phenole, Anwendung. Die Analysen des angelieferten Sulfannols sind in der Zahlentafel 6 zusammengestellt, während das Verhalten des Waschmittels im Betrieb aus dem Untersuchungsbefund in Zahlentafel 7 zu entnehmen ist. Im wesentlichen unterscheiden sich Braunkohlen- und Steinkohlen-Produkt in der Farbe. Das Steinkohlen-Sulfannol zeigt eine violette Farbe, im Gegensatz zur braunen Farbe des Braunkohlen-Erzeugnisses. Ein geringerer Unterschied liegt im spezifischen Gewicht und Moleku-

largewicht. Wesentlich ist, daß bei Mischung beider Produkte mit Asphaltausscheidungen zu rechnen ist. (Gleiche Teile Steinkohlen-Produkt mit 0,0% Asphalt mit gleichen Teilen Braunkohlen-Produkt mit 0,13 % Asphalt gemischt, ergab sofort 1,02 % Asphalt = 20 mal mehr als Ausgangs-Produkte. Ber.Kohlenlabor.11.6.42) In gleicher Weise treten Verdickungen durch Ausscheidungen ein bei zu hoher Erhitzung der Lauge, die sich absetzen und den Wärmeübergang an den Heizeinrichtungen beeinträchtigen. (Bei 1/2-stündigem Erhitzen der Betriebslauge auf 160°C war der Anteil an benzimnlöslichem von 11,4 auf 37,6 % gestiegen. Ber.Kohlenlab.11.6.42) Mit einer zunehmenden Höhe der Ammoniakbeladung ist bei niedrigen Temperaturen eine Abnahme der Viskosität zu beobachten:

ohne NH ₃	3,4 °E bei 20°C
65 g NH ₃ /l	2,2 °E " 20°C

Für einen störungsfreien Betrieb der Trennkolonne ist die Einhaltung bestimmter Temperaturen unbedingt erforderlich und zwar ist der Betrieb so zu führen, daß vom Eintritt des Dämpfegemisches in die Trennkolonne (55°C) bis zum Austritt des H₂S-CO₂-Gases am Kopfe der Kolonne (25-30°C) ein gleichmäßiger Temperaturabfall vorliegt, der mit den Temperaturen des Kreislauf-Sulfanols und der regenerierten Lauge eingehalten und auch geregelt werden kann. Bei Austrittstemperaturen des H₂S-CO₂-Gases über 30-40°C ist mit Ammoniakverlusten zu rechnen. Die Temperatur des Sumpfes der Trennkolonne wird so eingestellt, daß die ablaufende Waschlösung eine Temperatur von 70°C hat.

In der Abtriebkolonne wird die Temperatur auf 125°C (130°C) gehalten. Dabei gelingt ein Abtrieb des NH₃ bis etwa 18 g NH₃/l, so daß im allgemeinen mit einer Belademöglichkeit von 60-18 = rd. 45 g/l zu rechnen ist. Bei der Verarbeitung von Kokereiwasser trat insofern eine Schwierigkeit ein, als der Abtrieb des Ammoniaks nicht auf 18 g/l gehalten werden konnte, sondern im Laufe der Versuchszeit nach Abb. 6 stetig bis auf etwa 47 g NH₃/l anstieg. Hier

liegt Rhodanbildung vor, so daß das NH_3 nicht abgetrieben wird und eine langsame Anreicherung an gebundenen Ammoniak eintritt. Dieser Nachteil ist dadurch zu beheben, daß man einen kleinen Teil der umlaufenden Gaschleife abzweigt und mit Wasser wäscht, wie es in der Versuchszeit am 17. Betriebstage kurze Zeit geschehen ist, wodurch die Aufnahmefähigkeit wieder um mehr als 50% gesteigert wurde. Eine andere Möglichkeit, die auch sonst weiteren Nutzen bringt, liegt in der vorherigen Entfernung des Cyans und seiner Verbindungen (s. später).

d) Brüdenwascher.

Um eine Nachwaschung und Kühlung der Ammoniakdämpfe zu erreichen und außerdem das infolge ungünstiger betrieblicher Voraussetzungen mitgerissene Sulfannol aufzufangen, wird das NH_3 -Gas mit gekühltem NH_3 -Wasser im Brüdenwascher gewaschen. Dabei wird eine geringe Menge NH_3 -Wasser aus der Krzeugung zugeführt, das nun in einem Scheider von dem gleichzeitig abgezogenen Sulfannol getrennt werden muß. Es ist zu berücksichtigen, daß beide Stoffe in ihrem spezifischen Gewicht nicht weit auseinander liegen und die günstigsten Temperaturen berücksichtigt werden müssen, wie nachfolgende Gegenüberstellung ergibt:

Temp.	Sulfannol + NH_3 -Wasser	Sulfannol ohne Wasser	Wasser
20	0,976	1,014	0,952
25	0,977	1,009	0,960
30	0,977	1,004	0,960
35	0,976	1,003	0,987
40	0,974	0,999	0,993
45	0,974		
50	0,973		

7,5 % gelöst. Wasser

Der Temperaturkoeffizient beträgt somit 0,0005 - 0,001 je $1^\circ C$. Die Lösung wird mit zunehmender Temperatur schwerer, weil bei höheren Temperaturen das ungebundene NH_3 ausgetrieben wird und sich das spez. Gewicht dadurch dem Wert 1 nähert. Für eine gute Trennung Sulfannol vom Wasser ist also maßgebend die Temperatur und die NH_3 -Konzen-

tration. Das Sulfanoll im Scheider unterscheidet sich von dem Betriebsulfanoll nur in seiner Siedeanalyse. Da aber im wesentlichen die niedrig siedenden Anteile enthalten sind, ist für eine restlos Rückführung in den Trennkreislauf zu sorgen.

e) H₂S-CO₂-Gas

Die Trennung des Dämpfegemisches in der Trennkolonne ist bei Einhaltung der vorgeschriebenen Temperaturen möglich, so daß mit einem Reinheitsgrad von etwa 99 Vol.-% H₂S-CO₂ zu rechnen ist (s. Z. Malent. 1+2). Diese Gaszusammensetzung genügt den Anforderungen des Großbetriebes. Falls eine vollständige Entfernung der Restgehalte an NH₃ erforderlich ist, muß eine Schwefelsäure-Tauchung vorgesehen werden, durch die das Gas vor der Weitergabe an die Verarbeitungsstelle geführt wird.

f) NH₃-Gas

Die Zusammensetzung des gewonnenen Starkwassers ist in den Zahlentafeln 1 und 2 enthalten, und zwar wurden als Mittelwerte gefunden bei der Verarbeitung von

	<small>Nach der Chemotechnik</small> Hydrierwasser	Kokerschw.	<small>Kernkraft</small> Starkwasser	Schmelzen
NH ₃	185 g/l	220,9 g/l	177 g/l	272 g/l
CO ₂	1,9 "	1,2 "	90 "	165 "
H ₂ S	5,4 "	1,8 "	30 "	90 "
HON		0,1 "		

Diese Werte lassen sich wesentlich verbessern, wenn die Apparatur unter Verwendung der gewonnenen Erkenntnisse weiter verbessert wird. Hierzu gehört vor allem die Ausbildung des Brüdenwaschers, der zweckmäßig Tauchstufen enthält, die gegebenenfalls mit NaOH-Lösung beschickt werden, um das NH₃-Gas zu trocknen und nachzureinigen. Außerdem ist zu empfehlen, den Strahlapparat gegen einen normalen Waschapparat auszutauschen, um eine gleichmäßige Abnahme des NH₃-Gases aus der Abtriebskolonne zu gewährleisten. Der Unterschied des gewonnenen Starkwassers gegenüber dem auf

dem Hydrierwerk in der normalen Starkwasseranlage anfallenden NH_3 -Wasser ist in der obigen Gegenüberstellung dargelegt. Die an Leuna abgegangenen Kesselwagen ergeben folgende Analysen:

*Analysen
von Leuna*

NH_3	gesamt	g/l	206,5	227,0
NH_3	frei	"	203,3	226,0
CO_2		"	0,0	0,0
S	als H_2S	"	0,51	1,24
S	" S_2O_3	"	0,25	0,20
S	" SO_3	"	0,03	-
Cyan	gesamt	"	0,80	0,06
Cyan	frei	"	0,00	0,02
CNS.		"	0,17	0,34
Phenole		"	0,40	0,29
Pyridin		"	1,21	1,03
Atherlösliches		"	2,14	2,18

Die im Starkwasser von Leuna gefundenen Anteile an Phenol liegen im Gegensatz zu den in Zahlentafel 8 aufgezeichneten Werten sehr niedrig. Legt man diese Zahlen als Durchschnittswert mit 0,35 g Phenol/l zugrunde, so entspricht das bei 217 g NH_3 /l einen Phenolabgang auf dem Kreislauf der Trennanlage von 0,0016 kg Phenol je kg Ammoniak. Diese Feststellungen bedürfen noch weiterer Beobachtungen, da gerade bei diesen Bestimmungen sehr starke Unterschiede auftraten.

g) Korrosionsversuche.

An einzelnen Stellen innerhalb der Anlage waren Korrosionsproben eingebaut worden, um das Verhalten der verschiedensten Materialien im Dauerbetrieb zu beobachten. Die Ergebnisse sind in der Zahlentafel 9 für Hydrierwasser und Zahlentafel 10 für Kokereiwasser zusammengestellt. Im allgemeinen sind, auch nach einem Untersuchungsbericht der I.G. - Ludwigshafen vom 23.3.43, keine Korrosionen festgestellt worden. Die an den einzelnen Stellen vorgesehenen Baustoffe haben sich bewährt. Jedoch traten bei der Verarbeitung von Kokereiwasser starke Angriffe an den Materialproben im Kreislauf des Dampfkühlers ein, und zwar sind sowohl Gußeisen, als auch V_2A und V_{17}F als nicht korrosionsfest befunden worden, während Aluminium den Anforderungen genügt. Dieser Einfluss ist auf die

Anwesenheit von Cyan zurückzuführen, sodaß die Überlegung berechtigt ist, ob nicht ein Weg gefunden werden kann, das Cyan nicht erst aus dem H_2S-CO_2 -Gas mittels einer Kaltwasserwäsche zu entfernen, sondern schon aus den Abtreibedämpfen möglichst nutzbringend auszuwaschen. Diese Frage wird in einem besonderen Bericht behandelt. Es sei bereits darauf hingewiesen, daß durch eine Waschung der Dämpfe hinter dem Dampfkühler mit einer Schwefellösung das Cyan als Rhodanid angebunden werden kann. Eine andere Möglichkeit ist gegeben durch die Einschaltung des Staatsmijnen-Otto-Verfahrens, wobei die Abtreibedämpfe über Eisensphänen mit Soda oder Pottaschelösung gewaschen werden, um das Cyan als Natrium- oder Kaliumferrocyanid zu gewinnen und so ein verkaufsfähiges Erzeugnis zu erhalten.

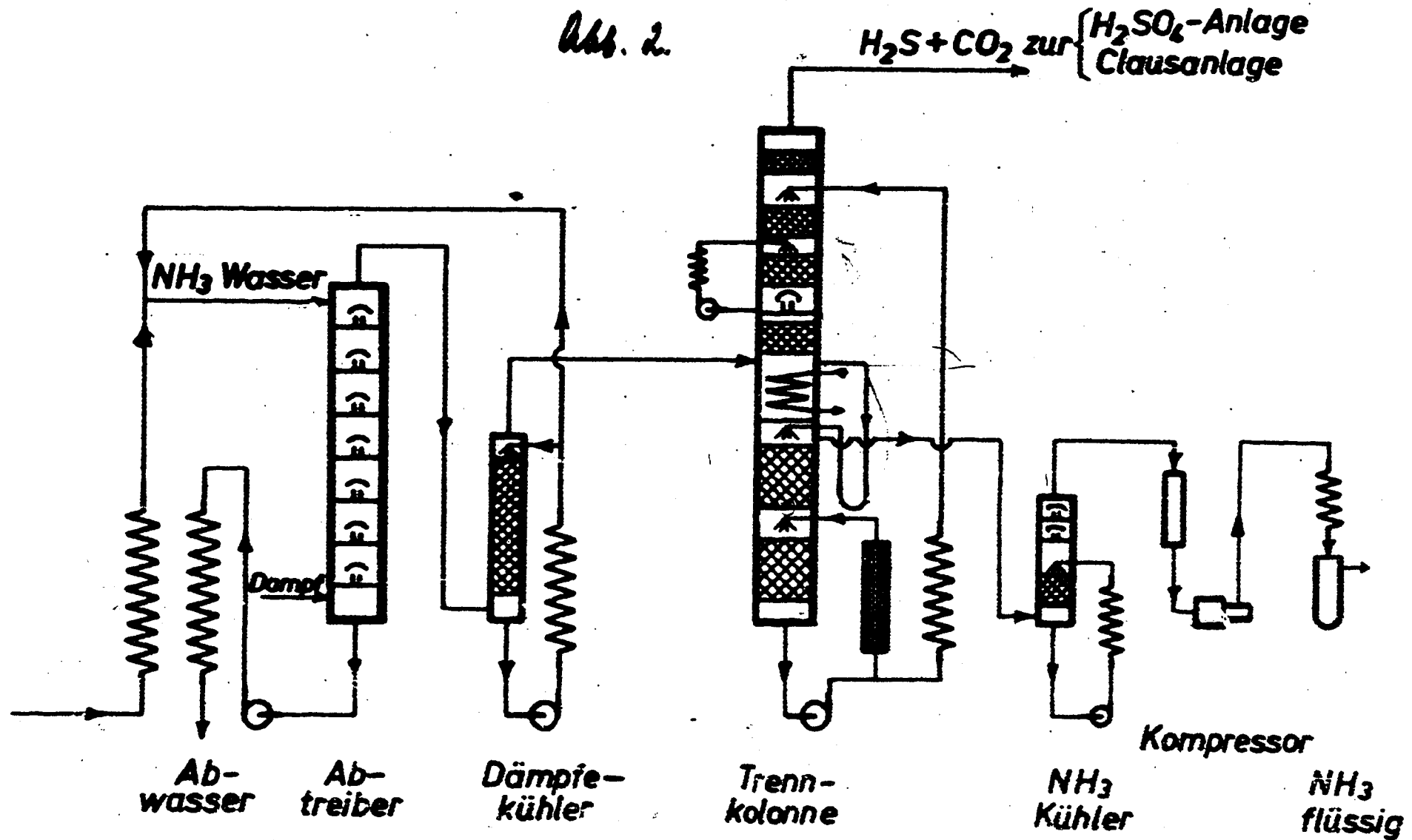
h) Verbrauchszahlen und Betriebskosten.

Die Versuchsanlage war an allen infrage kommenden Betriebspunkten mit Meßeinrichtungen ausgerüstet, sodaß eine einwandfreie Ermittlung der günstigsten Betriebsbedingungen als auch der tatsächlichen Verbrauchszahlen möglich war. Die festgestellten Betriebsdaten sind in der Zahlentafel 12 eingetragen und für die Bestimmung der voraussichtlichen Betriebskosten je kg NH_3 verwertet. Daraus ergibt sich, ohne Berücksichtigung der Amortisation und Instandsetzungsarbeiten, ein Verarbeitungspreis von etwa 5 Pfg/kg NH_3 .

Klitzel

Trennkolonne für NH_3 und H_2S bzw. CO_2 Gewinnung aus Kokerei- und Hydrierwasser (Chemotrenn-Verfahren)

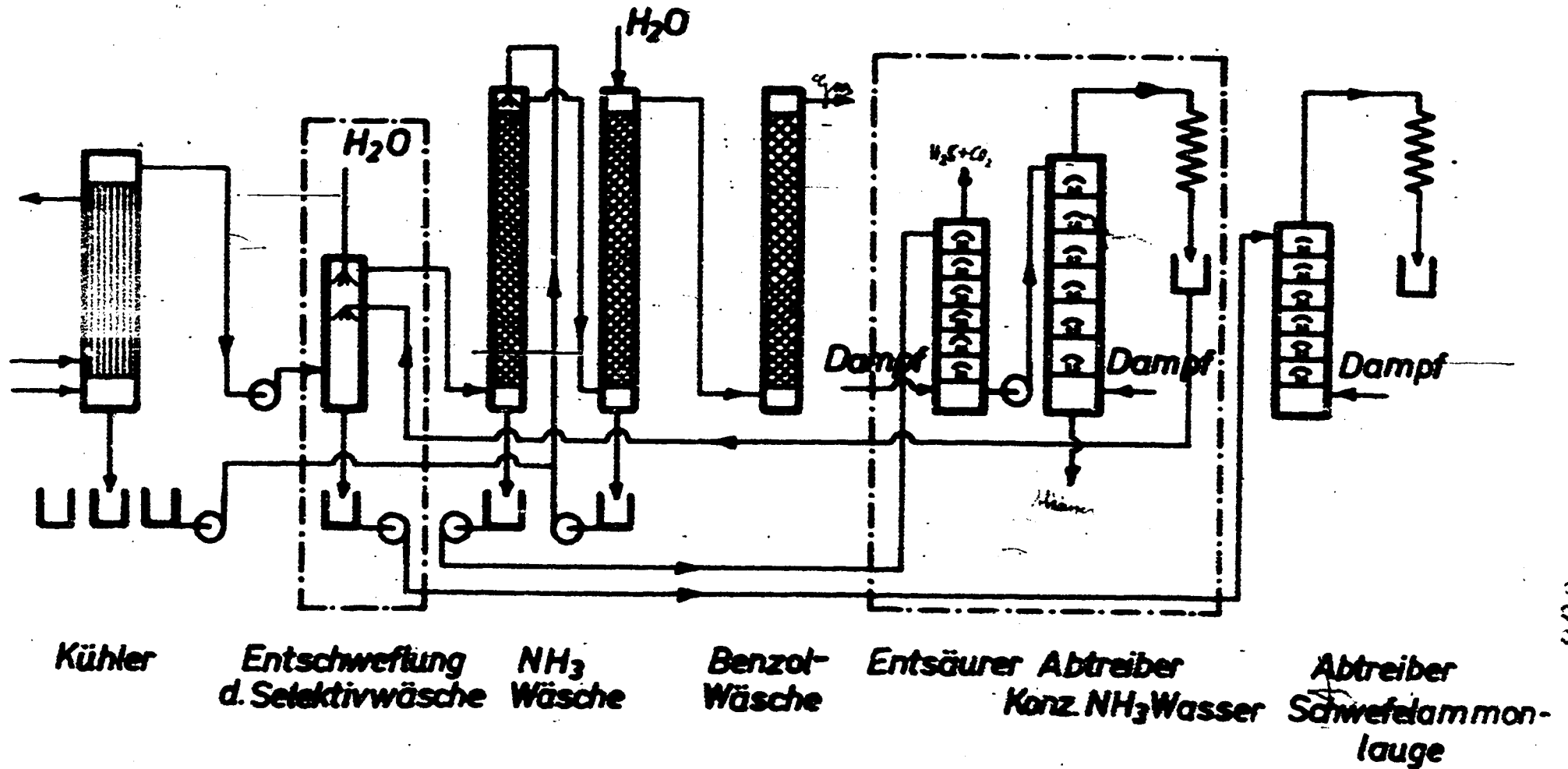
Abb. 2.



0374

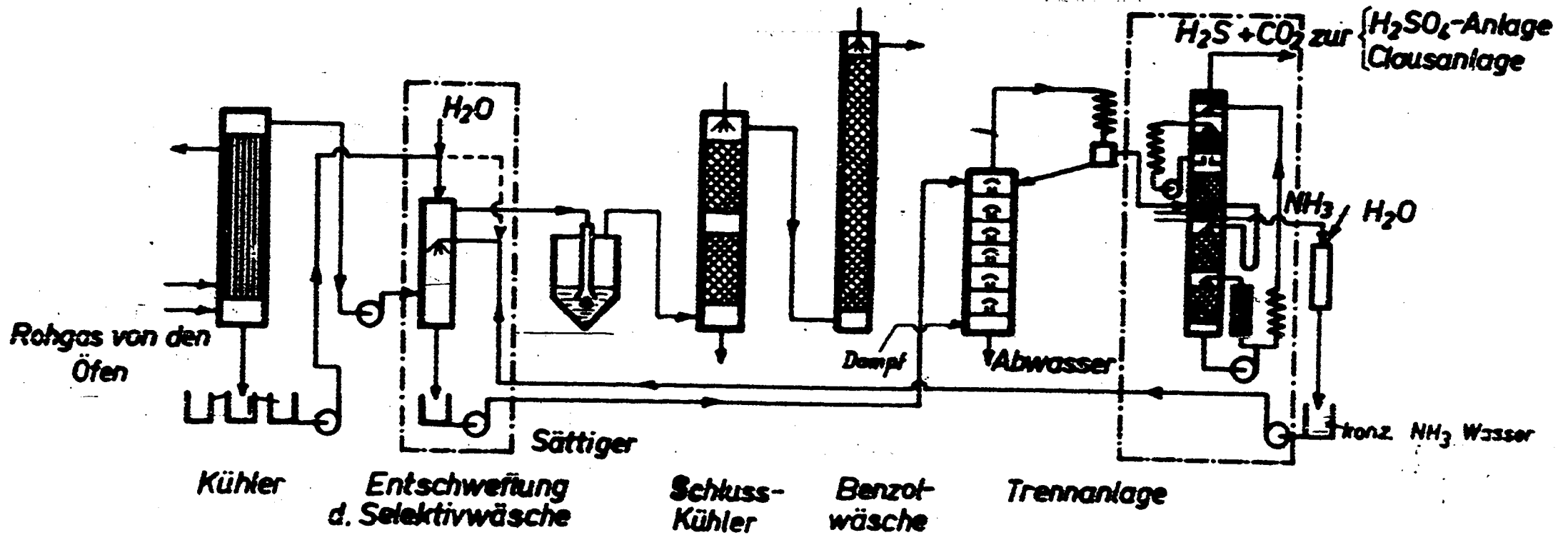
Kokereigasentschwefelung nach dem Sulfammonverfahren beim indirekten Verfahren

Abb. 3.

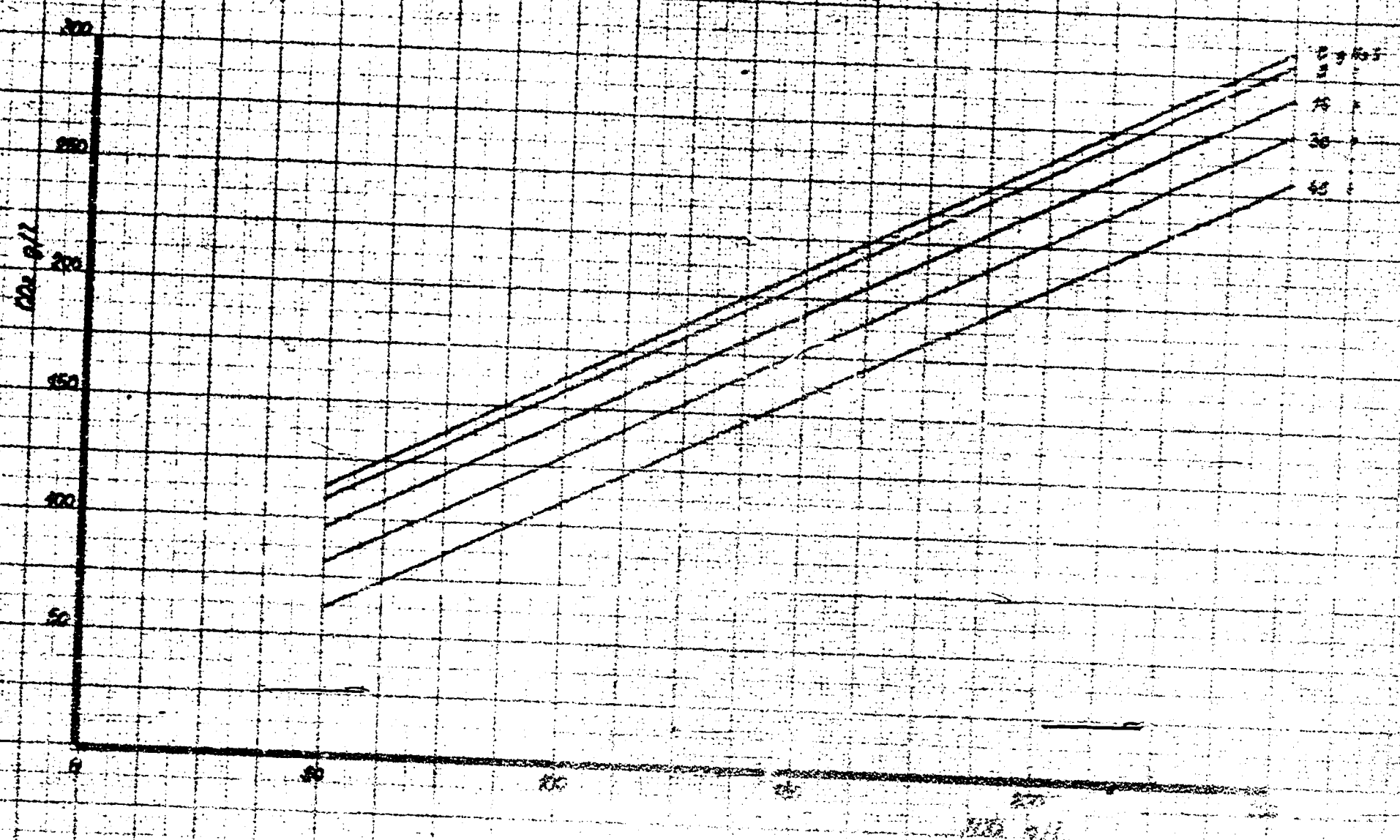


Kokereigasentschwefelung nach dem Sulfammonverfahren beim halbdirekten Verfahren

Abb. 4.



DATE: 12/1/57



Graph showing the relationship between
the System and the CO2 P/P and
and the CO2 P/P.

im abgibt. Sulfanzol gr NH₃/l.



Ammoniakgehalt im abgetriebenen Sulfanzol

Abb. 6.

5714

Zahlentafel 8.

Versuche mit Kokereistarkwasser
Ermittlung des Ammoniakverlustes

039

1.) Anlieferung von Kokerei Jakobi

Verwiegung: 22 Waggon 395570 kg
spez. Gewicht 1,06 g/cm³

$$\frac{395570}{1,06} = 373180 \text{ Liter}$$

$$373180 \cdot 192,31$$

$$= 71763 \text{ kg NH}_3$$

2.) Ablieferung an Hydrierwerk

a) 35 Tanks mit 242,8 m³
242,8 · 220,9 = 53635 kg

b) Im Rohwassertank verblieben = 3104 "
= 56739 kg

3.) Ablieferung an I.G. Farbenindustrie

a) Wag. 520439 20380 kg
 $\frac{20380}{0,900} = 22644 \text{ Ltr.}$
22644 · 233,8 = 5295 kg

b) Wag. 514088 10420 kg
 $\frac{10420}{0,904} = 11526 \text{ Ltr.}$
11526 · 221,9 = 2558 kg

c) Probesendungen 500 Ltr. = 110 kg

$$= 64702 \text{ kg NH}_3$$

Verlust

$$7059 \text{ kg NH}_3$$

=====

Der bei der Durchführung der Versuche
entstandene Verlust beträgt somit

$$7059 \text{ kg NH}_3$$

$$= 9,8 \%$$

Zahlentafel 8

Phenol-Bestimmungen.

No.	Rohwasser g/l	abgetr. Wasser g/l	Dämpfekühler g/l	Brüdenwascher g/l	Starkwasser g/l
1	2,4	1,60		22,7	0,82
2	1,3	0,82		19,5	
3	5,8	5,20		15,8	5,30
4	3,4	2,92	24,2		1,50
5	4,1				2,86
6	2,5				2,40
7	2,1				1,30
8	1,9				1,80
	2,94	2,62	24,2	1,93	2,28

Zahlentafel 9.

Korrosionsversuche
im Betriebsabschnitt mit Hydrierwasser

Versuchszeit:
14.10.42 - 25.2.43

Gruppen Nr.	Einbaustelle	K.Nr.	Art	Größe cm ²	Betriebs- stunden	Gewicht beim		Abnahme in der Versuchszeit
						Einbau g	Ausbau g	
1	Trennkolonne- Eingang (Regenerierte Lauge)	758	V 17 P	43,6	1356	27,186	27,186	0
		208	Gußeisen	45,1	"	39,148	39,096	0,052
		722	V ₂ A	46,-	"	44,980	44,980	0
		723	V ₂ A	46,-	"	42,548	43,549	0
		137	Aluminium	45,4	"	19,199	18,825	0,374
		727	Kesselblech	46,-	"	39,495	39,303	0,192
3	Oberer Kreislauf vor dem Kühler	137	Aluminium	47,2	1165	17,778	17,406	0,372
		758	V 17 P	41,7	"	28,526	28,526	0
		722	V ₂ A	46,5	"	41,645	41,595	0,050
		723	V ₂ A	42,8	"	44,620	44,620	0
		740	Sicfomal	46,1	"	44,197	44,197	0
		208	Gußeisen	42,4	"	38,499	38,398	0,101
23a	Dämpfe-Kühler Umlauf	137	Aluminium	43,8	788	16,440	16,170	0,270
		208	Gußeisen	46,8	"	38,327	38,194	0,133
		722	V ₂ A	47,4	"	40,848	40,848	0
		758	V 17 P	42,6	"	26,996	26,996	0

110

Zahlentafel 10.

Korrosionsversuche
in Betriebsabschnitt mit Kokerei-
Starkwasser.

Versuchszeit:
22.3.43 - 15.4.43

Gruppen Nr.	Einbaustelle	K.Nr.	Art	Größe cm ²	Betriebs- stunden	Gewicht beim		Abnahme in der Versuchszeit
						Einbau g	Ausbau g	
1	Trennkolonne Eingang (regenerierte Lauge)	758	V 17 F	43,6	443	27,186	27,1900	0
		208	Guß Eisen	45,1	"	39,096	38,4760	0,620
		722	V ₂ O	46,-	"	44,980	44,9860	0,002
		723	V ₄ A	46,-	"	43,549	43,5540	+0,005
		137	Aluminium	45,4	"	18,829	18,7750	0,054
		727	Kesselblech	46,-	"	39,303	38,5380	0,765
3	Oberer Kreislauf vor dem Kühler	137	Aluminium	47,2	450	17,406	17,3600	0,044
		758	V 17 F	41,7	"	28,526	28,5290	0
		722	V ₂ A	46,5	"	41,595	41,6470	+0,052
		723	V ₄ A	42,8	"	44,620	44,6220	0
		740	Sicromal	46,1	"	44,197	44,2012	+0,004
		208	Guß Eisen	42,4	"	38,398	38,3260	0,072
23a	Dämpfe-Kühler Umlauf	137	Aluminium	43,8	435	16,170	15,8210	0,349
		208	Guß Eisen	46,8	"	38,194	35,9750	2,219
		722	V ₂ A	47,4	"	40,848	39,6450	1,203
		758	V 17 F	42,6	"	26,996	19,0210	7,975

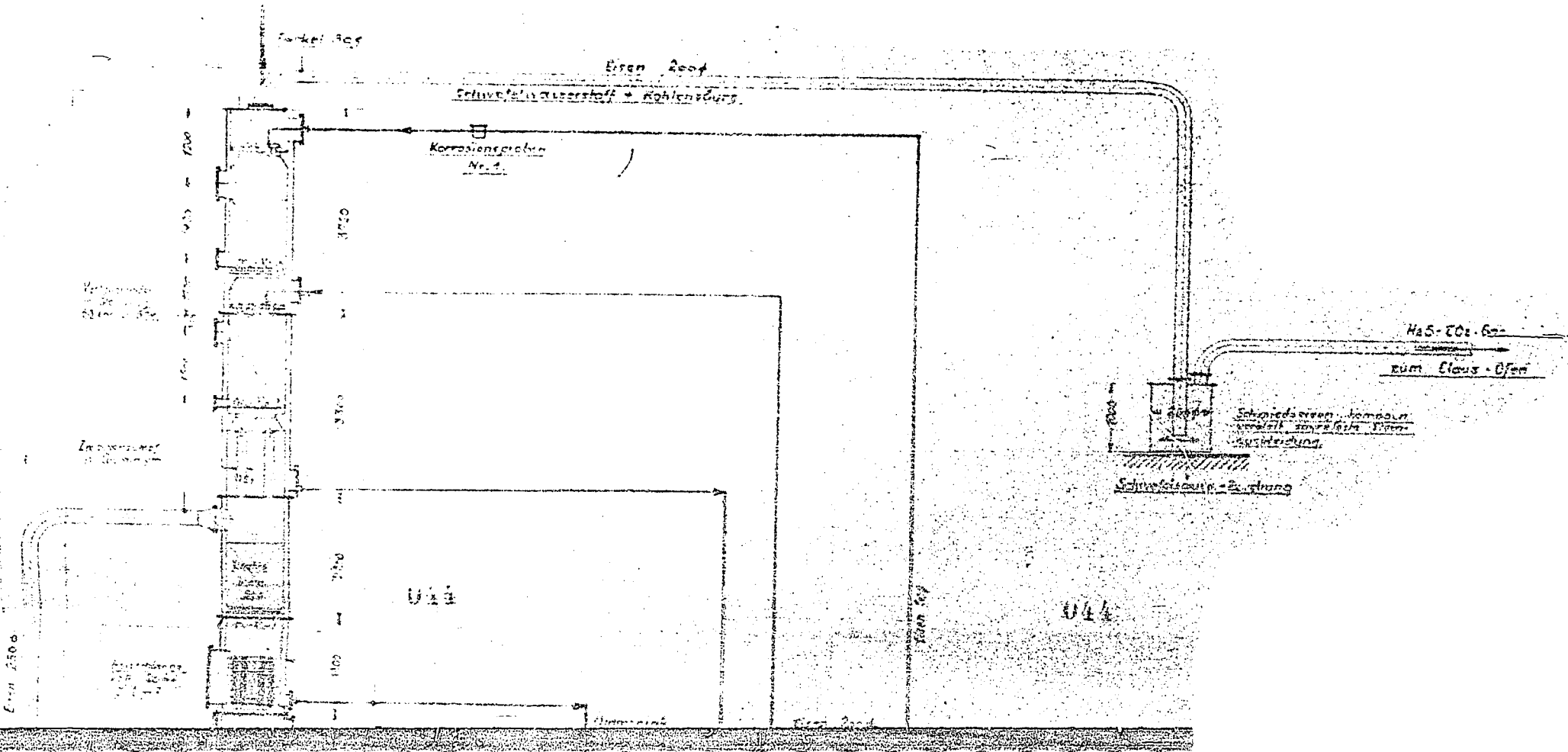
Zahlentafel 11.

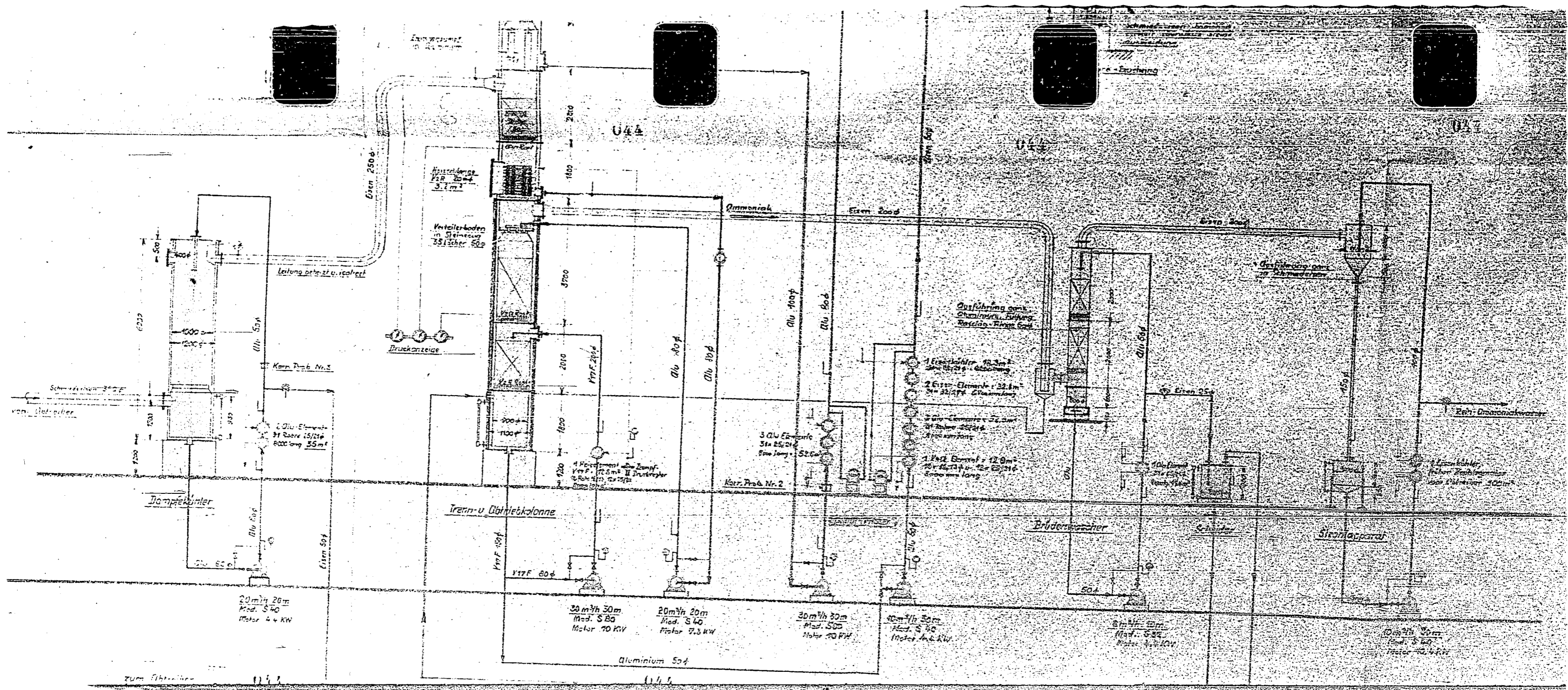
Verbrauchszahlen und Betriebskosten.

043 |

Kostenart	Einheitswert RM	Verbrauch je kg NH ₃ /N	Kosten je kg NH ₃ RM
1) Dampf für Abtreiber für Trennkolonne	kg 0,003 kg 0,003	6,5 <u>3,5</u>	0,0195 0,0105
2) Pumpenenergie	kWh 0,020	10,0	0,030
3) Kühlwasserverlust	m ³ 0,050	0,25	0,005
		0,01	0,001
4) Sulfanoll-Verbrauch etwa 4x Füllung / Jahr = 4x6 = ca. 25 m ³	m ³ 500,-	0,000012	0,000006
5) Lohnstunden = 2 Mann	h 1,35	0,008	0,011
Betriebskosten		RM	0,053

Anmerkung: Die Dampfkosten liegen ungünstig, weil der vorhandene Abtreiber infolge der gegebenen Leistung der Chemo-Trennanlage schlecht belastet und ausserdem nicht isoliert war.





Schmelzofen 3500
von Definitiv

Dampfboiler

20 m³/h 20m
Mod. S 40
Motor 4 kW

Trenn- u. Dampfkolonne

30 m³/h 30m
Mod. S 80
Motor 70 KW

20 m³/h 20m
Mod. S 40
Motor 7.3 KW

30 m³/h 30m
Mod. S 80
Motor 20 KW

40 m³/h 30m
Mod. S 40
Motor 4.6 KW

Brüdenmacher

Schmelzofen

20 m³/h 20m
Mod. S 40
Motor 7.3 KW

20 m³/h 20m
Mod. S 40
Motor 7.3 KW

U 44

U 44

U 44

Hinterboden
VFR 100g
3.2 m²

Verteilerboden
in Steinzeug
3513cher 50g

Drucktafel

Leitung beh. z. u. Isoliert

Karr. Prob. Nr. 1

20 Alu Elemente
31 Röhre 15/14
8000 lang 35 m²

1 Verdampfer
VFR 12.8 m³ II Druckrohr
3 Röhre 4m x 15/14
8000 lang

Karr. Prob. Nr. 2

3 Alu Elemente
51x25x214
8000 lang 52 m²

1 Eisenboiler 12.3m³
3 Röhre 4m x 15/14
8000 lang

2 Eisen Elemente 22.4m³
31 Röhre 15/14
8000 lang

3 Alu Elemente 22.4m³
31 Röhre 15/14
8000 lang

1 Verdampfer 12.0m³
3 Röhre 4m x 15/14
8000 lang

10 Alu Elemente
51x25x214
8000 lang

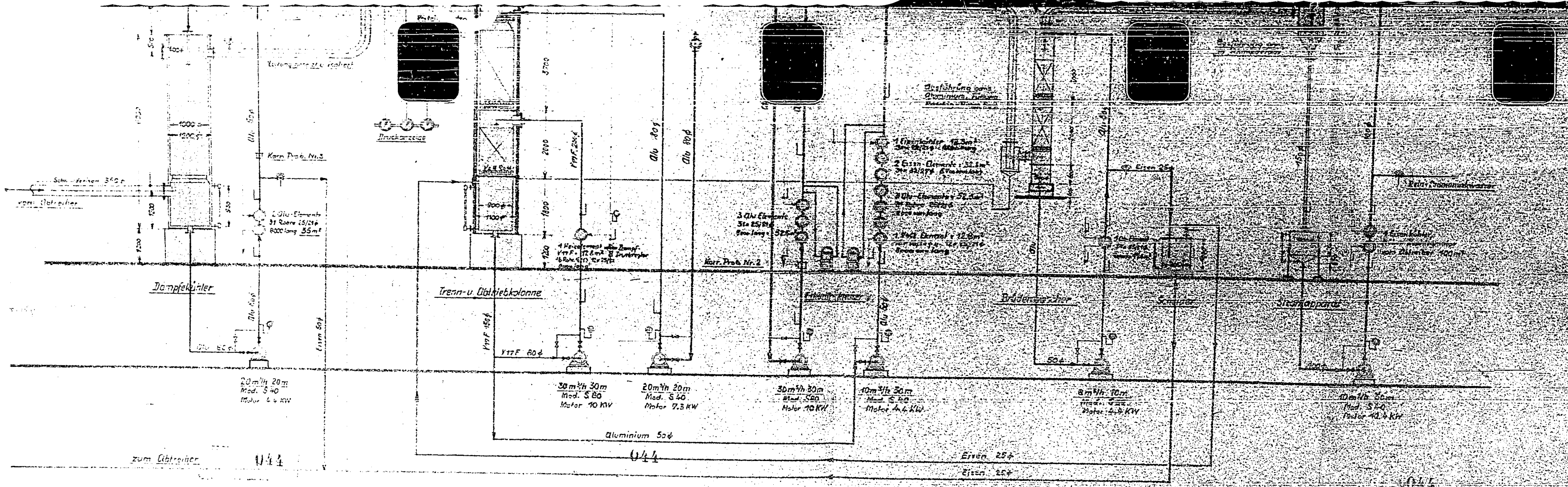
2 Eisenboiler
3 Röhre 4m x 15/14
8000 lang

Zur Filteranlage

Zur Filteranlage

Aluminium 50g

U 44



Chemo-Trennverfahren. - Dr. Bähr.

Versuchsanlage "Scholven".

Abb. 1.

Datum	Wasser			Dampfverlust			Brüdenwasser			Tankproben			
	NH ₃ g/l	CO ₂ g/l	H ₂ S g/l	NH ₃ g/l	CO ₂ g/l	H ₂ S g/l	NH ₃ g/l	CO ₂ g/l	H ₂ S g/l	NH ₃ g/l	CO ₂ g/l	H ₂ S g/l	HCl g/l
26.3.				136	79	--	145	0,0	--	192	3,10	5,10	
27.3.							196	17,3	34,2	220	0,40	1,80	
28.3.										231	0,24	1,70	
30.3.										117	5,90	1,70	
31.3.				161	92	--	192	12,2	31,2	167	0,00	0,80	
1.4.	0,34	0,24	0,00	185	120	34,8	232	86,2	18,4	202	0,16	0,12	
31.3.				168	160	31,2	219	70,2	10,2	204	0,00	2,00	
1.4.										247	0,32	0,62	
2.4.	1,00		1,20	253	81	46,2	248	28,4	5,1	192	0,45	1,10	
				270	205	118,0				204	0,32	2,20	0,01
3.4.	0,17	0,20	0,15	221	231	30,6	190	56,2	11,2	196	0,90	4,20	
	0,20	0,10	0,13	190	168	24,0	190	42,0	12,1	202	0,54	1,90	
4.4.				204	220	42,2	263	54,8	36,6	193	0,90	1,80	
				209	192	39,2	234	48,2	27,4	170	2,20	2,40	
										193	1,50	0,85	
6.4.										212	0,80	1,50	
										214	1,20	0,60	
7.4.	0,11	0,19	0,70	228	25	37,2	241	42,3	34,2	212	1,10	1,20	
										232	0,90	1,70	
8.4.										249	0,70	1,70	
										220	1,20	1,40	
9.4.	0,68	0,40	0,70	290	245	45,6	246	67,5	29,4	214	1,10	3,40	
										192	0,90	1,80	
10.4.				230	190	35,1	244	55,2	28,1	223	0,70	1,10	0,15
				218	181	34,0	240	61,2	25,2	220	1,50	4,40	
11.4.				225	170	37,5	228	65,2	18,5	230	1,10	3,10	
										254	1,50	4,60	
12.4.				230	160	33,2	246	11,2	17,0	236	1,20	4,20	
				251	154	28,2	284	13,0	18,7	242	0,60	0,80	
13.4.				225	148	25,5	264	13,3	11,9				
				235	150	21,5	255	12,5	10,7				
14.4.				222	140	18,5	274			236	0,62	1,20	
							250		14,8				
15.4.				217	136	16,5	281	15,5	19,9				
16.4.				238	185	29,5	270	10,5	9,5	230	0,25	0,50	
Mittelwert	0,42	0,23	0,48	218	156	36,4	238	37,8	20,2	209	1,02	1,92	

Tabelle 2.

Versuche mit Kokerei-Starkwasser
an der Kokerei Jakob.

045

Zinkproben			Strohapparat			enger. Lauge			abstr. Lauge			H ₂ S- CO ₂ - Gas			
CO ₂ g/l	H ₂ S g/l	HCN g/l	NH ₃ g/l	CO ₂ g/l	H ₂ S g/l	NH ₃ g/l	CO ₂ g/l	H ₂ S g/l	NH ₃ g/l	CO ₂ g/l	H ₂ S g/l	NH ₃ Vol.-%	CO ₂ Vol.-%	H ₂ S Vol.-%	HCN Vol.-%
3,10	3,10					48,5			14,8						
0,40	1,80					37,4			14,5			0,46	78,6	20,9	0,36
0,24	1,70														
5,90	1,70														
0,00	0,80		216	0,00	1,10	39,3			18,5			0,46	84,0	15,3	0,22
0,16	0,12		222	0,22	0,91	51,0			23,9			2,00	74,8	22,9	0,26
0,00	2,00		220	0,34	1,40							0,21	86,7	13,0	
0,32	0,62														
0,45	1,10	0,01	196	0,28	0,77	46,5			20,8			0,86	86,0	13,0	0,14
0,52	2,20														
0,90	4,20		202	0,15	0,19	46,2			22,4		2,8	0,60	83,1	16,3	0,26
0,54	1,00		192	0,20	0,90							0,40	84,2	15,4	
0,90	1,80		180	0,20	0,80	49,3	0,00	4,2	30,2		3,1	0,65	75,0	24,4	
2,20	2,40		178	0,40	0,90	52,0			31,8			0,39	81,4	18,6	
1,50	4,85					48,2			29,6			1,10	80,9	9,0	
0,80	1,50														
1,20	0,60														
1,10	1,20														
0,90	1,70		190	0,60	1,10	57,8		4,8	33,2		2,7	0,84	88,2	10,9	0,12
	1,70					57,4			31,8						
	1,40								31,4			4,60	63,7	31,7	
	3,40		198	0,41	1,60	45,5		4,1	32,4		2,3	1,40	81,8	16,8	0,00
	1,80					58,2		4,6	34,8		2,5	2,20	78,4	19,6	0,00
1,50	1,10	0,15	188	0,50	1,10	37,2		5,3	39,4		4,7	0,90	86,0	13,1	0,00
1,10	3,10		192	0,60	0,90	58,1		5,6	40,2		4,5	0,80	85,3	14,7	0,00
1,50	4,60		198	0,40	1,20										
1,20	4,20		222	1,10	0,70	62,2		5,3	34,8		3,2	0,78	83,8	16,5	
0,60	0,80		257	0,70	0,50	63,3		5,9	42,2		4,2	1,40	77,1	21,5	0,00
			242	0,60	0,60	64,3		4,3	42,9		5,1	1,50	85,2	13,3	0,00
			241	0,50	0,50				44,0		5,2	1,80	77,8	20,4	
0,62	1,20		236	0,60	0,40	65,6		4,0			2,8				
			224	0,50	0,40			5,8	46,4		4,2	1,90	78,1	20,0	
			233	0,60	0,40	67,0		6,1	47,8		4,1				
0,25	0,50		280	0,25	0,50	67,0			47,0						
									41,8						
									38,3						
									40,2						
1,02	1,92		213	0,45	0,80	64,4		5,0	--		3,5	1,18	81,8	17,02	0,28

045

046

Zahlentafel 8.

Anlieferung
von Starkwasser von Kokerei

Lfd. Nr.	Eing. Datum	Waggon-Nr.	Verwiegung			Analysen des Betriebes				
			Jakobi kg	Schulven kg	Mittel kg	NH ₃ g/l	NH ₃ g/l	CO ₂ g/l	H ₂ S g/l	HC g/l
1	22.3.	568155	21740	21940	21840	191,0	194	139	32	
2	22.3.	503184	15870	16400	16135	193,0	202	144	34	
3	24.3.	503792	17100	17160	17130	191,0	198		39	
4	24.3.	552363	17750	18020	17885	191,9	199	159	39	
5	24.3.	504198	18910	18860	18885	190,1	200	156		
6	25.3.	505976	17030	17030	17030	192,6	200	173		0
7	27.3.	587080	19600	19860	19730	192,9	195	172		
8	29.3.	587017	19260	19470	19365	192,1	192	152	37	
9	2.4.	523426	18970	18900	18935	185,3				
10	3.4.	502890	14200	14200	14200	180,1	178	170	41	
11	4.4.	520439	19430	18990	19210	187,2	193	168	40	1
12	5.4.	505139	18520	18680	18600	189,1	199	165	42	
13	6.4.	587072	19690	19740	19715	184,9	195	170	41	2
14	7.4.	523426	18500	18500	18500	184,0	186	158	40	
15	7.4.	503184	16550	15200	15875	182,9	191	165	39	
16	8.4.	503792	17220	17190	17205	183,7	196	169	39	
17	8.4.	504198	18740	18860	18800	183,2	190	167	38	
18	10.4.	552751	19010	19130	19070	180,0	191	162	37	
19	11.4.	505139	18900	18830	18865	181,5	184	162	40	
20	11.4.	520439	21230	21360	21295	181,4	186			
21	14.4.	514088	12600	12840	12720	198,8	190	162		
22	14.4.	573916	14500	14660	14580	191,8	183			
im Mittel			395320	395820	395570	187,2	192	156	39	1

NH ₃ -Gehalt	
Jakobi	18
Betrieb	19
Hydrierwerk	19
im Mittel	19

046

Sablenzettel.

046

Anlieferung

Starkwasser von Kokerei Jakobi

Analysen des Rohwassers												Bemerkungen
N ^o	Betrieb					Hydrierwerk					Spes. Gew. g/cm ³	
	CO ₂ g/l	H ₂ S g/l	HCl g/l	Phenol g/l	NH ₃ g/l	CO ₂ g/l	H ₂ S g/l	HCl g/l	Phen. g/l			
194	139	32										
202	144	34		4,1	194	139	32		4,1			
198		39			202	144	34		2,5			
199	159	39										
200	156											
200	173		0,54									
195	172											
192	152	37										
178	170	41			196	142	35		2,1	1,07		keine Wagenprobe z. Lab. or Hydrierwerk
193	168	40	1,30									
199	165	42										
195	170	41	2,16									
186	158	40										
193	165	39										
196	169	39										
190	167	38										
191	162	37										
184	162	40										
186					197,4	1122	287	12	1,9	1,052		
190	162											
183												
192	156	39	1,33	4,1	197,2	1343	324	1,2	4,7	1,06		

<u>Gehalt</u>	Jakobi	187,2 g/l
	Betrieb	192,5 "
	Hydrierwerk	197,3 "
	im Mittel	192,3 g/l

046

047

Zahlentafel 12.

Pumpen- und Motorenliste

Pos.	Aufstellungsort	P u m p e n					
		Bestell-		Modell	Leistung		Stütz
		Datum	Nummer		m ³ /h	Förd.höhe	
1	Regener.Lauge	13.1.41	841872	S 40	10	30	50/40
2	Umlauf-Kocher	19.9.41	841657	S 80	30	30	80
3	Oberer Kreislauf	19.9.41	841657	S 80	30	30	80
4	Dämpfekühler	13.11.41	841873	S 40	20	20	65/50
5	Strahlapparat	25.11.41	841899	S 40	10	30	50/40
6	Brüdenwascher		842066	S 32	8	10	32
7	Syphon	25.11.41	841900	S 40	20	20	65/50

Sämtliche Pumpen sind Fabrikat Halberg AG
 Die Pumpen haben einen Umföhrungskanal vor
 zur Saugseite. Hierdurch wird die Entlastung
 hinter der Stopfbüchspackung unter Druck
 durch ein Einsaugen von Luft vermieden wi

047

Zahlentafel 12.

047

sen- und Motorenliste

Leistung		M o t o r e						
m ³ /h	Pörd.höhe	Stutzen	Fabr.Nummer	Volt	Amp.	kW	U/Min.	
10	30	50/40	5920302 E	500	7,2	4,4	1420	Mot.Eigent.Scholven
30	30	80	8 409953	500	15,8	10	1445	
30	30	80		500	16,0	10	1450	
20	20	65/50	5920301 E	500	7,2	4,4	1420	
10	30	50/40	41621	500	9,1	10,4	1450	
	10	32	5920300 E	500	7,2	4,4	1420	
	20	65/50	8 463850	500	7,3	4,4	1440	

sind Fabrikat Halberg AG., Ludwigshafen
 einen Umföhrungskanal von der Druck-
 rdurch wird die Entlastungskammer
 ohspackung unter Druck gesetzt, wo-
 n von Luft vermieden wird.

047

Datum	Rohwasser			abgek. Wasser			Brüdenwasser			Starkwasser			Mittelwert
	NH ₃ g/l	CO ₂ g/l	H ₂ S g/l	NH ₃ g/l	CO ₂ g/l	H ₂ S g/l	NH ₃ g/l	CO ₂ g/l	H ₂ S g/l	NH ₃ g/l	CO ₂ g/l	H ₂ S g/l	
28.10.	36,4	16,8	20,3	1,86	2,2	0,24	306 293		126 98	181		6,1	17 16
29.10.	41,1	20,8	17,0	1,66	1,5	0,09	291		96	210		11,3	17 19 18
30.10.	40,8	23,7	11,7	1,28	1,7	0,08	286	154	107	197		10,0	18 19 18
31.10.	56,0	27,9	15,9	1,18	0,9	0,07				204		10,5	19 18 18
1.11.	82,3	38,1	25,6	1,70	1,6	0,17				198		6,0	18 17 18
2.11.	40,4	19,7	13,2	1,70	1,9	0,10	254 286 261 266	39 67 49 33	80 100 59 48	208		3,3	20 18 17
3.11.	39,6	24,2	12,5	2,36	2,5	0,10				195		5,4	198 16 17
4.11.	39,5	19,5	12,3	2,00	2,2	0,10	254 274	35 40	49 69	191		2,4	168 184
5.11.	40,4	24,4	12,4	1,86	2,2	0,12	281	52	90	210		5,2	149 16 19
6.11.	40,7	22,9	13,7	4,10	2,6	0,10	233 264	88 14	26 15	192		1,9	179 183
11.11.	45,3	24,3	14,3	3,00	3,7	0,26	281	48	54	240		8,0	188 126
12.11.	43,5	24,3	14,8	2,90	3,1	0,10	304 295 308	53 52 54	124 118 57	213		3,6	126 143 205
13.11.	30,8	20,0	14,9	0,34	0,1	0,02	283 290	11 66	43 100	235		5,4	182 212
14.11.	38,4	22,0	13,6	2,90	2,8	0,20	310 264	55 28	138 40	221		3,8	192 202
15.11.	35,5	15,7	12,8	2,40	2,5	0,13	296	23	60	219		2,3	208 198
16.11.	37,4	20,9	11,9	1,80	2,3	0,07	314	34	98	223		2,9	196 208
							289	43	89	209		2,1	214 209
18.11.	42,5	22,5	13,8	1,70	1,6	0,05				214			210 212
19.11.	42,7	29,8	14,0	2,40	2,9	0,03	255	14	38	226		6,3 1,2	203 198 218
Mittelwerte	43,0	23,2	14,8	2,06	2,13	1,13	282	45	77	210		5,2	185

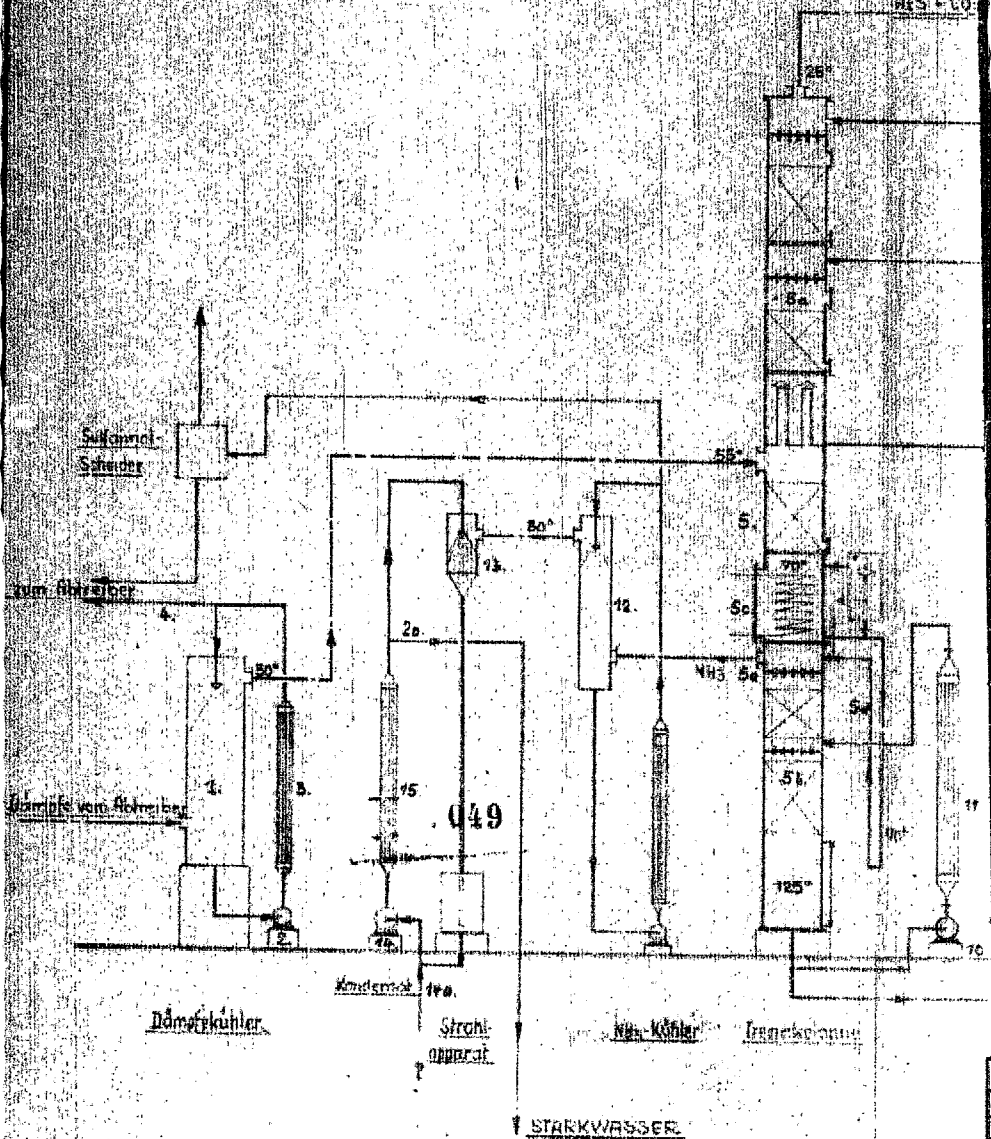
Zahlentafel 1.

aus den Versuchsergebnissen mit Hydrierwasser

048

Wasser	Tankproben				frischer Lauge			abgek. Lauge			H ₂ -CO ₂ -Gas			
	H ₂ /l	NH ₃ /l	CO ₂ /l	H ₂ /l	NH ₃ /l	CO ₂ /l	H ₂ /l	NH ₃ /l	CO ₂ /l	H ₂ /l	H ₂ Vol. %	CO ₂ Vol. %	Gas Vol. %	
181	6,1	177	8,8	19,7	46,8									
		164	2,4	8,7	38,2				18,6			0,6	43,6	58,8
		173	2,6	5,8					20,2					
210	11,3	181	2,3	6,6	37,8				14,7			0,2	55,4	44,3
		186	2,2	8,0										
		186	7,2											
197	10,0	197	5,9		36,4				19,0			0,5	49,3	50,2
		183	4,1											
		190	3,0	8,5										
204	10,5	187	1,9	9,4	36,0				19,2					
		182	2,2	9,8										
		184	4,1	14,8										
198	6,0	175	3,2	11,1	41,6				17,9					
		183	1,0	4,4										
		202	1,1	7,2										
208	3,3	189	0,9	5,4	48,4				17,0			0,4	54,4	45,2
		188	0,5	2,6										
		172	0,3	2,9										
195	5,4	198	0,5	3,4	46,2				15,5			0,4	51,6	47,9
		163	0,6	4,5										
		171	0,4	4,7										
191	2,4	166	0,3	2,1	44,5				12,9			0,9	54,7	44,4
		184	0,2	1,8										
		149	0,5	2,1										
210	5,2	163	0,7	5,5	52,5				16,1			0,8	57,0	42,2
		191	0,4	5,9	45,2									
		179	0,3	3,4										
	1,9	183	0,7	2,7	54,5				17,7					
		188	0,6	2,2										
	8,0	126			47,5				24,5			0,4	57,3	42,3
		126												
213	3,6	143			45,3				20,2			1,1	55,7	43,2
		205	2,8	6,8										
		182	1,6	3,4										
235	5,4	212	0,7	2,7	38,8				20,2					
221	3,8	192	1,1	4,3	47,6				19,6			0,8	28,8	70,4
		202	0,4	5,1										
		208	0,4	5,1										
219	2,3	198	0,2	1,9	43,5				20,4			0,6	58,0	41,4
		196	0,2	2,7										
223	2,9	208	0,2	1,8	46,4				13,8			0,8	52,7	46,5
		214	0,2	3,4										
209	2,1	209	4,7	4,2										
		210	1,2	2,5										
214	6,3	212	4,8	4,4										
	1,2	203	3,1	8,7	45,2				19,0					
226	1,2	198	4,9	3,5	42,5				20,0					
		218	1,5	1,7										
210	5,2	185	1,9	5,4	44,3				18,8			0,7	51,9	47,4

049



Sulfamid-Schmelzer

zum Abwaschen

Dampf vom Abwascher

049

Kondensator

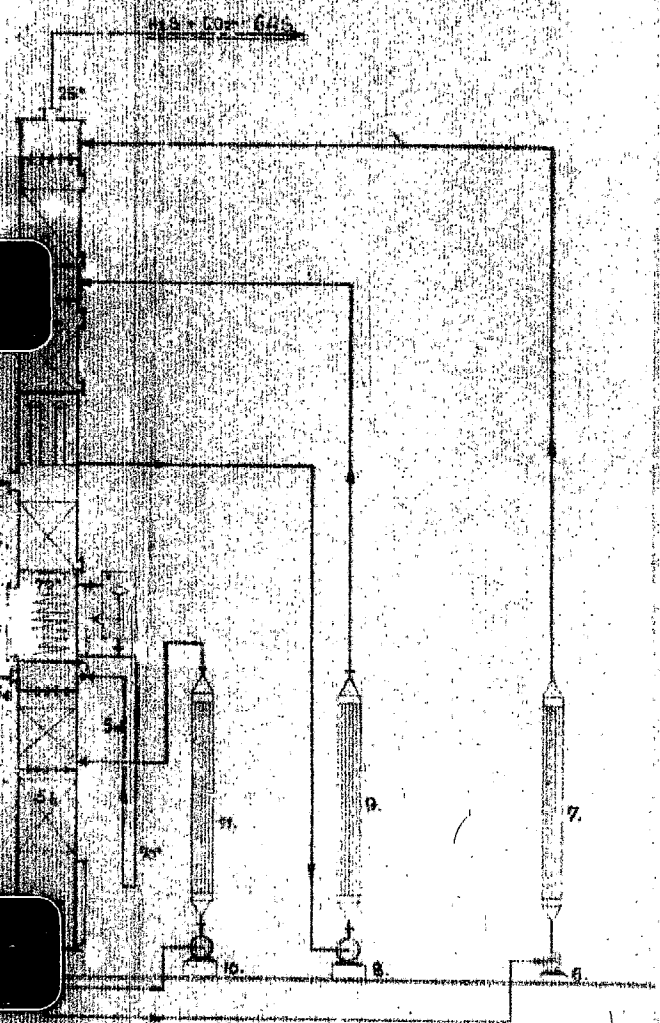
Strohapparat

NH3-Kühler

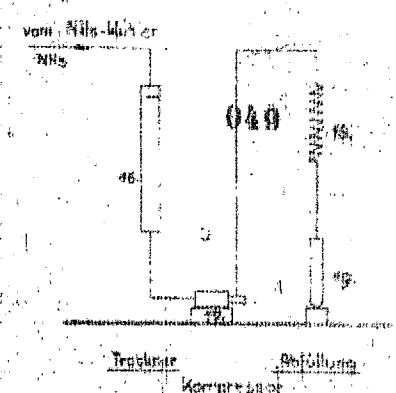
Innensolung

STARKWASSER


040



Fall B.



REINIGUNG

Hersteller  Dr. C. Otto & Comp. Seckman			Auftrag No. 52314
Abg.	Ton	Alum	
Gasvolumen	200		SULFAMON - VERFAHREN.
Gasdruck	40		

051

Zahlentafel
Ablieferung
von NH_3 -Reinwasser an das Hydrierwerk

Tag Nr.	Datum	Menge g	Betrieb				Betrieb Schelven				Labor	
			NH_3 g/l	CO_2 g/l	H_2S g/l	H_2N g/l	NH_3 g/l	CO_2 g/l	H_2S g/l	H_2N g/l	NH_3 g/l	
1	26.3.	7,5	192	3,88	2,10		189,5	5,30	3,14			
2	27.3.	7,0	220	0,30	2,80		197,2	7,70	1,36			
3	28.3.	8,0	231	0,24	1,70		236,0	0,66	0,17			
4	29.3.	7,5	117	5,90	1,70		119,9	0,44	0,94			
5	31.3.	7,2	167	0,10	0,80		179,3	3,90	0,94			
6	1.4.	7,9	204	0,10	2,00		175,9	4,40	2,98			
7	1.4.	7,0	202	0,16	0,12		171,7	7,90	1,10			
8	1.4.	7,0	247	0,30	0,62		216,7	3,20	1,10			
9	1.4.	6,8	192	0,45	1,10		175,9	2,40	2,20			
10	2.4.	7,0	204	0,92	0,01		196,6	0,33	0,92		204	
11	2.4.	7,0	196	0,90	4,20		198,1	4,40	1,70			
12	3.4.	7,7	202	0,50	1,90		212,5	0,55	0,93			
13	3.4.	7,5	195	0,20	0,80	0,02	176,8	3,30	1,10			
14	3.4.	7,5	202	0,80	2,00		195,5	4,40	2,04			
15	4.4.	7,0	193	0,90	1,80		159,8	4,40	1,40			
16	4.4.	7,0	170	2,20	2,40		176,0	0,66	1,45			
17	4.4.	6,0	195	1,50	0,85		203,1	0,44	1,02			
18	4.4.	7,0	212	0,80	1,50		219,3	2,20	1,18			
19	4.4.	7,0	214	1,20	0,60		217,6	0,88	0,93			
20	4.4.	7,0	212	1,10	1,20		228,7	2,44	0,85			
21	7.4.	7,0	232	0,90	1,70		234,6	7,70	0,68			
22	7.4.	7,0	209	0,70	1,70		248,1	4,40	1,36			
23	8.4.	7,0	220	1,20	1,40		153,0	6,60	0,51			
24	8.4.	7,0	214	1,10	3,40	0,11	215,1	4,40	2,17			
25	9.4.	7,5	192	0,80	1,00		196,4	7,70	1,37		keine Analyse durchgeführt	
26	10.4.	7,0	220	0,70	1,10	0,15	198,9	2,20	1,30			
27	10.4.	7,5	220	1,50	4,40		219,4	1,20	1,70			
28	11.4.	7,0	230	1,10	3,10		232,0	5,70	5,30			
29	11.4.	7,5	234	1,50	4,60		202,3	5,50	3,20			
30	12.4.	7,0	236	1,20	4,20		182,9	4,80	3,06			
31	12.4.	5,0	242	0,60	0,80		246,5	5,94	0,94			
32	14.4.	6,5	236	0,62	1,20		209,1	6,60	0,25			
33	16.4.	7,0	230	0,25	0,50		235,1	4,40	1,70			
34	16.4.	7,0	230	—	—		233,7	6,40	3,90			
35	17.4.	4,0	246	0,75	1,30		246,5	0,75	1,30			
1. Mittel		242,8	210	1,01	1,86		231,5	1,36	1,63			

Gesamtwittel = 220,9 g NH_3 /l

Ergebnisse nach Kupfer

14.4.	520479 = 20380 kg	233,8	1,5	1,2	0,0	Phen.	Spez.Gew.
17.4.	514088 = 10420 kg	221,9	2,4	1,0	0,0	1,3	0,900
						1,8	0,904

051

Zahlentafel 4

Abliefer MK

von NH₃-Reinwasser an das Hydrierwerk

051

Betrieb				Schmelzen				Labor Schmelzen			
Nr.	NH ₃ g/l	H ₂ g/l	H ₂ S g/l	Nr.	CC ₂ g/l	H ₂ S g/l	HCl g/l	NH ₃ g/l	CC ₂ g/l	H ₂ S g/l	HCl g/l
182	3,28	2,20		189,5	5,30	3,14					
227	0,30	1,80		197,2	7,70	1,36					
231	0,24	1,70		238,0	0,66	0,17					
187	3,90	1,70		119,9	0,44	0,94					
164	0,10	0,80		179,3	3,90	0,94					
204	0,10	2,00		175,9	4,40	2,98					
202	0,16	0,12		171,7	7,90	1,10					
217	0,30	0,62		216,7	3,20	1,40					
218	0,45	1,10		175,9	2,40	2,20		204	2,2	1,7	
		0,01		190,4	0,33	0,92					
		4,20		190,1	4,40	1,70					
		1,90		212,5	0,55	0,93					
		0,80	0,02	176,8	3,30	1,10					
		2,00		197,5	4,40	2,04					
		1,80		159,8	4,40	1,40					
		2,40		176,0	0,66	1,45					
		0,85		203,1	0,44	1,02					
		1,30		219,3	2,20	1,18					
		0,60		217,6	0,88	0,93					
		1,20		228,7	2,44	0,85					
		1,70		234,6	7,70	0,68					
		1,70		248,1	4,40	1,36					
		1,40		153,0	6,60	0,51					
		3,40	0,11	215,1	4,40	2,17					
		1,80		196,4	7,70	1,37					
		1,10	0,15	190,9	2,20	1,30					keine Analyse durchgeführt
		4,40		219,4	1,20	1,70					
		3,10		232,0	5,70	5,30					
		4,60		202,3	5,30	3,20					
		4,20		182,9	4,80	3,06					
		0,80		246,5	5,94	0,94					
		1,20		209,1	6,60	0,25					
		0,30		233,1	4,40	1,70					
				233,7	6,40	3,90					
		1,30		246,3	0,75	1,30					
210	1,81	1,06		231,5	1,36	1,63					

Geamittel = 220,9 g NH₃/l

233,8	1,5	1,2	0,0	Phen.	Spez.Gew.
				1,3	0,900
221,9	2,4	1,0	0,0	1,8	0,904

051

051

Zahlentafel 4.

Abwasser

Im H₂-Reinigungs- und Hydrierwerk

051

Mittelwert			Mittelwert				Mittelwert				
NO ₃ g/l	NO ₂ g/l	NO _x g/l	NO ₃ g/l	NO ₂ g/l	NO _x g/l	NO ₃ g/l	NO ₂ g/l	NO _x g/l	NO ₃ g/l	NO ₂ g/l	NO _x g/l
3,88	5,10		169	5,70	3,14						
0,00	1,10		167	7,70	1,76						
0,00	1,70		238	0,66	0,17						
0,00	1,70		219	0,44	0,94						
0,00	0,80		179	3,90	0,94						
0,00	2,00		175	4,40	2,98						
0,00	0,12		171	7,90	1,10						
0,00	0,62		216	3,20	1,40						
0,00	1,10		175	2,40	2,20				204	2,2	1,7
0,00	0,01		196	0,33	0,92						
0,00	4,20		198	4,40	1,70						
0,00	1,90		212	0,33	0,93						
0,00	0,80	0,02	176	3,30	1,10						
0,00	0,80		195	4,40	2,04						
0,00	0,40		159	4,40	1,40						
0,00	0,85		176	0,06	1,43						
0,00	1,50		203	0,44	1,02						
0,00	0,80		219	2,20	1,18						
0,00	1,20		217	0,88	0,93						
0,00	1,70		228	2,44	0,81						
0,00	1,70		234	7,70	0,66						
0,00	1,40		248	4,40	1,36						
0,00	1,40	0,11	133	6,60	0,51						
0,00	1,80		215	4,40	2,17						
0,00	1,80	0,15	196	7,70	1,37						
0,00	1,10		196	2,20	1,30						
0,00	4,40		219	1,20	1,70						
0,00	3,10		232	3,70	3,30						
0,00	4,60		202	3,30	3,20						
0,00	4,20		182	4,50	3,06						
0,00	0,80		246	3,84	0,94						
0,00	1,20		209	6,50	0,23						
0,00	0,50		233	4,40	1,70						
0,00	---		233	6,40	3,90						
0,00	1,30		246	0,75	1,30						
1,81	1,86		231,5	1,36	1,63						

keine Analyse durchgeführt

Mittelwert = 220,9 g NH₃/l

	Phen.	Spez.Gew.
233,8	1,3	0,900
221,9	1,8	0,904

051

051

Analysen des angelieferten Sulfenols

		1	2	3	4	5
		Julii 41	Juni 42	Nov. 42 Wolfen	Nov. 42 Duisburg	Jan. 43
spez. Gewicht	g/cm ³	1,027	1,021	1,027/26	1,078/26	1,028
Wassergehalt	%	0,01	0,2	0,1	0,1	0,8
Asphaltgehalt	%	0,016	0,13	0,0	0,0	Spuren
Molekulargewicht Benzol		141	134		152	
C	%	75,8				
H	%	7,1				
S	%	0,0	0,0			
Löslichkeit in NaOH				klar	klar	
Viskosität bei 20 ^o C	cm ² /s	6,15	3,40	4,88	4,85	4,94
bei 50 ^o C		1,67	1,30			1,10
Siedebeginn		229	223	218	208	218
bei 190 ^o C						
" 195						
" 200						
" 205						
" 210					3,0	
" 215						
" 220						
" 225				9,0	95,0	
" 250		10,0	40,0	78,0	97,0	14,0
" 255		37,0	74,0			45,0
" 240		81,0	85,5	93,0		75,0
" 245		90,0	91,0			85,0
" 250		94,5	93,0	97,0		90,0
" 255			95,0	97,5		94,0
Nachlauf				98,5	98,0	

052

Zahlentafel 6.

052

Analysen des angelieferten Sulfanols

	1	2	3	4	5	6
	Juli 41	Juni 42	Nov. 42 Wolfen	Nov. 42 Daisburg	Jan. 43	März 43 Leuna
	1,027	1,021	1,027/26	1,078/26	1,028	1,027/22
	0,01	0,2	0,1	0,1	0,8	0,8
	0,016	0,13	0,0	0,0	Spuren	
	141	134		152		
	75,8					
	7,1					
	0,0	0,0				
			klar	klar		
	6,15	3,40	4,88	4,88	4,74	2,7
	1,67	1,30			1,10	1,5
	229	225	218	208	218	141,5
						1,0
						1,5
				3,0		75,0
			9,0	95,0		95,5
			78,0	97,0	14,0	98,5
	10,0	40,0			45,0	
	57,0	74,0			75,0	
	81,0	85,5			85,0	
	90,0	91,0	93,0		90,0	
	94,5	93,0	97,0		94,0	
		95,0	97,5			
			98,5	98,5		

052

052