

9

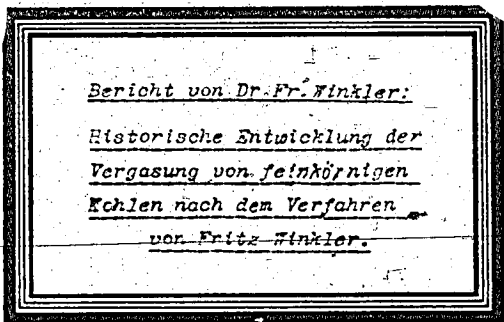
0669

PART I

GASIFICATION OF FINE COAL ACCORDING TO A PROCESS DEVELOPED BY FR. WINKLER

Reference is made to patents belonging to Dr. Winkler. These patents concern a furnace in which fine grain "flowing" coal passes through the furnace in four stages. A drawing of this furnace is included in this report. The process is not explained in detail.

10670



Seiten 2

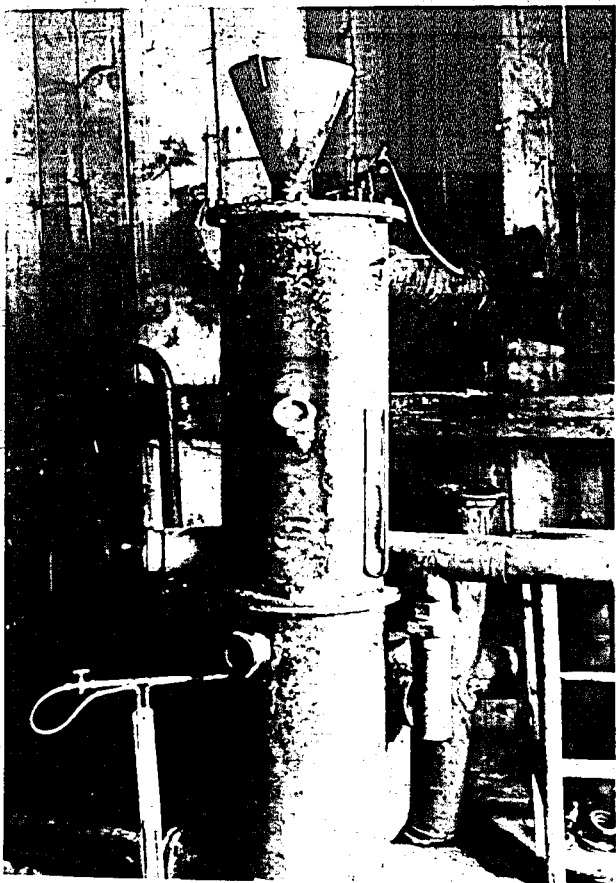
Erste Beobachtung der "kochenden" Feinkohle von Fr. Winkler und Anwendung auf die Aktivierung von Kohlen	1
Erster Vergasungsversuch im kleinen Aktivierungs-ofen	4
Bau des großen Aktivierungs-ofens mit anhängendem Abstreifer für mitgerissene Kohle. - Vergasungsversuche in diesem Ofen. Fr. Winkler vom Juni - November 1923 in Leuna, lernt dort die Braunkohlegruben kennen. In Leipzig die Anmeldung des ersten U.S.P. 1 687 118 für Vergasung.	7
1924 Vergasungsversuche im ersten Versuchsgenerator in Werk Oppau	8
Versuch mit 4 m Kohlehöhe	9
Patente	10-11
Großtechnische Versuche mit Braunkohle in Oppau	12
Die Winkler-Generatoren in Leuna	18
Fig. 19 Vergasungsanlage in Leuna	20
Scherz der Anlage Nr 279	21
Bericht von Obering. Sabel über die Vergasung in Leuna nach zehnjähriger Betriebszeit	22
Generator-Anlagen in Böhlen, Zeitz u.s.w.	26-27
Explosion in der Generator-Anlage in Zeitz	30
Vergasung von feinkörnigen Steinkohlen und Feinkoks	32
Versuche mit feinkörniger soft coal von U.S.A.	33
Fischer-Winkler-Verfahren	35
Herstellung von C ₂ H ₄ , C ₂ H ₆ , C ₄ H ₈ und von Butadien in der "flüssigen" glühenden Kohlefüllung	37
Andere Versuche zur Herstellung von Olefinen	38-39
1931 Besuch von Fr. Winkler bei der Standard Oil of New Jersey	40
1936 Aussprache mit den Herren der Standard Oil u.s.w. in Oppau. Crack-Versuch mit Kruda-Asphalt von der Standard im Schleibett	41
Crack-Versuche mit Steinkohlenteer u.s.w.	42

0672

Historische Entwicklung der Vergasung von feinkörnigen Kohlen
nach dem Verfahren von Fritz Finkler.

1921 befasste sich Fr. Finkler mit der Herstellung von aktiven Kohlen aus Braunkohlen-Schwelkoks (Grude) mittelst Flammgasen. Diese aktiven Kohlen sollten für die Reinigung von Stickstoff-Synthesegas vom Werk Oppau von H_2S verwendet werden. Fr. Finkler hatte 1919, 1920 Labor-Versuche, dann kleintechnische Versuche mit A-Kohle (mit $Zn Cl_2$ aktivierte Holzkohle von Werk Leverkusen) zur H_2S -Reinigung von Wassergas durchgeführt, wobei der in der A-Kohle abgesetzte Schwefel mit Ammoniumsulfid-Lösung extrahiert und das $(NH_4)_2 S$ aus der A-Kohle mit Dampf ausgetrieben wurde. Ende 1920 begann er mit dem großtechnischen Versuch mit einem Absorber (Durchmesser 3,5 m) der mit A-Kohle gefüllt war. 1921 im September vor der großen Explosion im Oppauer Werk am 21. September war dieser Versuch mit gutem Erfolg beendet. Aber eine Änderung war eingetreten: Leverkusen stellte nicht mehr die A-Kohle aus Holz sondern die billigere T-Kohle aus Torf her. Diese T-Kohle hatte aber nur $\frac{1}{3}$ der Wirksamkeit der A-Kohle hinsichtlich der S -Reinigung von Wassergas. Dr. Mittasch, der Vorstand des Ammoniak-Labor, in dem damals Fr. Finkler war, gab daher die Forderung, einen Ersatz für A-Kohle zu suchen.

Schon um 1904 hatte Ostrejho (D.R.P. 136 792) aktive Kohlen mittelst hochüberhitztem Wasserdampf hergestellt. Während des ersten Weltkrieges wurden in den U.S.A. große Mengen Gasmatenkohle durch Aktivieren von Kokosnussschalen mit Flammgasen, denen Wasserdampf zugesetzt wurde, produziert (Dorsey, Journal of Industrial and Engineering Chemistry 1919 Nr. 4, Seite 261 und Nr. 5 Seite 430). Die Kokos-Kohle wurde in mehreren dünnen Schichten übereinander auf Kagen liegend durch einen Tunnelofen dem aktivierenden Heißgasstrom entgegengeführt.



täglich bei einer Aktivierungszeit von 8 Stunden bereits 90-100 ltr. F-Kohle mit einem Litergewicht von 350-360 g hergestellt, die hinsichtlich S-Reinigung die 1 1/2-fache Wirkung wie A-Kohle hatte

Das Ausgangsmaterial war Grude aus Thülingen, die von einer Mannheimer Firma bezogen wurde. 1 ltr. dieser Grude wog getrocknet 550 g. Sie enthielt ziemlich Mengen Feinkorn von 1 mm und darunter. Ein Kollege vom Werk Ludwigs-hafen Dr. Ludwig Mohr, Azo-Farben, machte Fr. Finkler auf den Grudekoks von den Riebeck-Montanwerken in Halle aufmerksam. Er verbrachte ihr in seinem Grudeofen und bezeichnete ihn hinsichtlich Gehalt an körnigen Material (1-10 mm Korn) und hinsichtlich Festigkeit als die beste mitteldeutsche Grude. Die Prüfung einer 50 kg Probe (Ende August) im Aktivierungs-ofen ergab die Richtigkeit dieser Angabe. Es wurde eine wesentlich höhere Ausbeute an ksträtiger F-Kohle wie bei der bisher verwendeten Grude erzielt. Fr. Finkler suchte daraufhin die Direktion der Riebeck-Montan in Halle auf, um wegen des Bezugs größerer Mengen Grude zu verhandeln. Er erfuhr, dass die beste Grube in Oberröblingen bei Halle aus der Braunkohle von der Grube Kupferhammer in Rolle-Öfen durch Verschwelung von Rohbraunkohle gemacht wurde. Es lagen große Halden von dieser Grude bei den Schmelzanlagen. Sie konnte damals nur als Hausbrandkohle in den Grudeöfen verwendet werden und der Absatz hierfür war gering. Um Selbstentzündung der Grude auf den Halden zu vermeiden, wurde sie an den Schmelzöfen gründlich mit Wasser abgeschreckt, sodass sie tropfend nass auf die Halde kam. Es war auch Vorschrift, dass die Grude für den Versand mit Feggen durch die Eisenbahn mindestens 20 % Wasser enthält - wegen der Gefahr der Selbstentzündung. Für die S-Reinigungsanlage in Oppau mit 12 Abzweigen (Innen-Durchmesser 4,5 m) waren 240 m² - rund 85 to abgestrichte F-Kohle nötig. Fr. Finkler machte daher mit Riebeck eine Abklärung auf die Lieferung von mehreren 100 to Oberröblingen Grude.

Neben den Versuchen mit Her „hochenden“ oder „tousenden“ Zehley wie man diese Erweichung nennen will, machte Fr. Finkler auch einen Aktivierungsversuch von Grude in einem Drehofen. Dieser Versuch, der von anderer Seite gewünscht wurde, ging fehl: Die Qualität der Aktivkohle war ungenügend und die Ausbeute war zu klein. Von anderer Seite wurde auch vorgeschlagen, anstelle des Schmelzofens ein gelochtes P2A-Blech in den Aktivierungs-ofen einzusetzen. Auch dieser Versuch wurde in kleinen Ofen gemacht. Das P2A-Blech bewährte sich natürlich nicht. An Schmelzwerk waren im August und September 1922 noch Verbesserungen gemacht worden. Wie sich heraus hatten, man ging es an den Bau der großen Aktivierungs-ofen. Ohne Zuliffe-

870 INTERNATIONAL CONFERENCE ON BITUMINOUS COAL

THE DEVELOPMENT OF THE GAS PRODUCER

This process was first used for the making of activated carbon, and the first extensive gasification tests were made in 1922 in an activation furnace shown diagrammatically in Figure 2. The first small scale trials with a producer equipped with an iron grate could not be under-

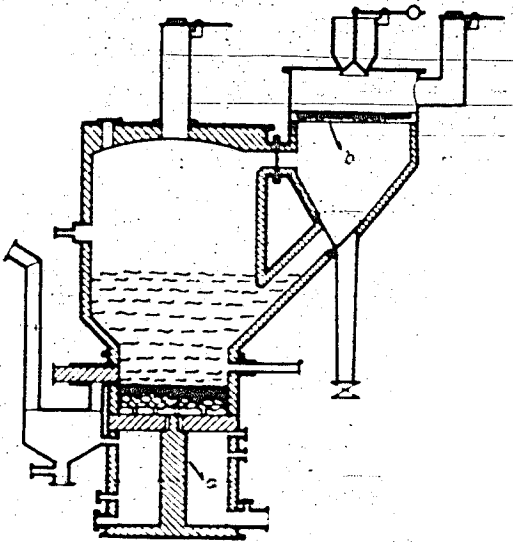


FIG. 2. ACTIVATION FURNACE

taken until 1924. In 1925 a producer was erected at Oppau equipped with a traveling grate, the gasification chamber measuring 4 square meters. This producer has served for trials in making producer gas, as also water gas and producer gas, both from brown coal and coked brown coal in one heating period. These large scale technical trials carried out by Dr. Winkler provided the basis for the construction of

Fig. 8.

Vortrag in Pittsburg im November 1931:

The Gasification Of Fine-Grained Coal in The
Winkler Gas Producer

3673

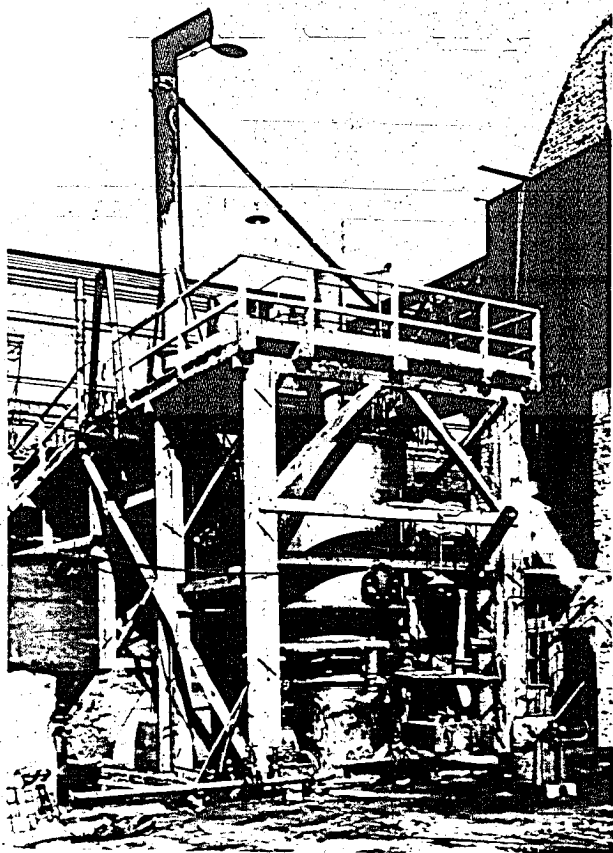


Fig. 9

Steeple Chimney Engine von Dezember 1882
Schnitt durch Massen Ofen, wie in Fig. 8, 17
U. S. P. 1. 662. 513 von September 1897

nahme eines Ingenieurs wurde er nach einer maßstäblichen Skizze von Fr. Winkler aus auf dem Apparatelager ausgesuchten alten Behältern von einem Schlossermeister mit mehreren Schloßern aufgebaut. Fig. 8 zeigt einen Schnitt durch diesen Ofen. Der Schamotterrost wird in der Mitte durch einen in Verbrennungsraum stehende Schamottersteinsäule a getragen. Im Ofen oben rechts war ein Staubabstreifer angebracht, der mit einem Unlegerost b zur Verarbeiten der Grude mit dem dem Ofen verlassenden Aktitoringraum versehen war.

Fig. 9 ist der fertige Ofen. Er wurde noch im Dezember 1922 in Betrieb genommen, aber nur für einige Stunden. Wie die Temperatur im Ofen genügend hoch war, wurde der Klapprost umgelegt aber so rasch. Etwa 400 kg Grude, die auf dem Klapprost lagen, fielen auf einmal in den Ofen auf den Schamotterrost und schlugen diesen glatt durch. Allerdings war dieser Schamotterrost noch nicht mit der Steinsäule a abgestützt. Am nächsten Abend brach ein Bereich aus, der die nach Festhalten abnahmte. Im Januar 1923 führen wir den Ofen ausbauen. Mit mehreren Unterbrechungen war er bis Ende Februar im Betrieb. 2 Behälter mit 40 m³ und 25 m³ Inhalt wurden mit F. Kohle gefüllt.

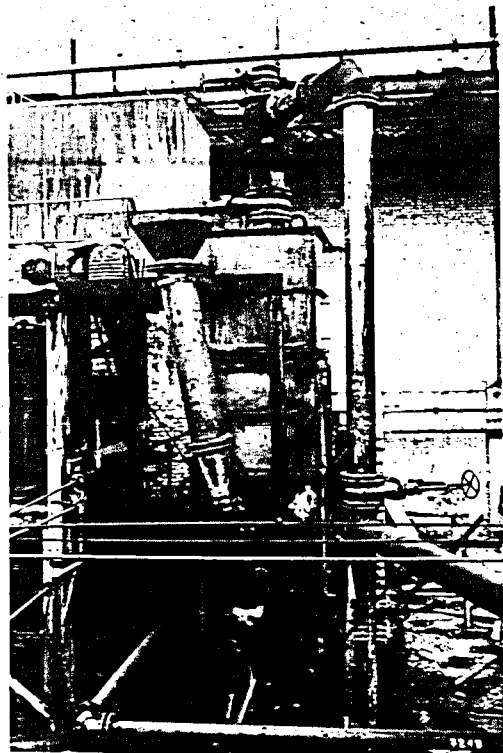
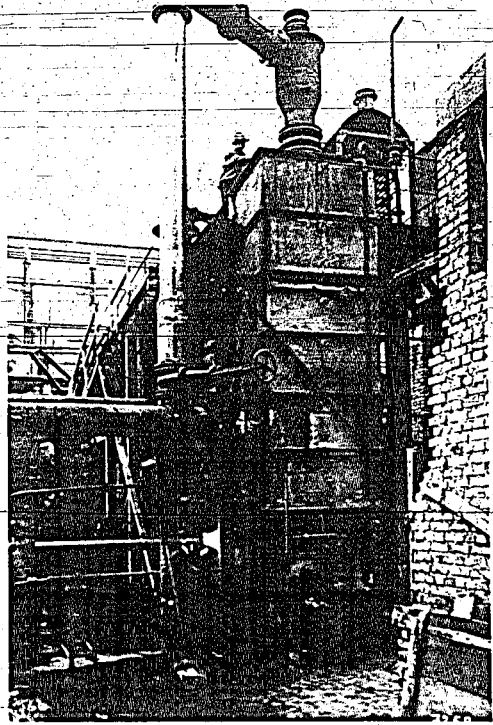
Wie aus Fig. 8 ersichtlich, war oben an der Decke des Ofens ein Schamotterrost eingebaut. In diesem Ofen konnte die Bewegung der glühende, Kohlenkugel recht gut beobachtet werden. Je nach der Leistung, die die Kohlenkugel durchströmte, bot diese dem Anblick einer leicht in Bewegung befindlichen Fließigkeit. In diesem Fall befand sich die grobkörnige Körnung (3-5 mm) im Ofen auf dem Schamotterrost und obenauf bewegte sich die feiner Körnung (1-3 mm und feiner) hin und her. Bei stärkerem Durchströme bot die feiner Körnung eine kochende Bewegung, die wie feine Körnung der Grude nach dem Durchströmen geschleudert. Zum ersten Male wurde in diesem Ofen beobachtet, daß sich je nach der Kohlenkugel ein bestimmter Nucleus gebildet. Die Strömung in der Kohlenkugel ausbildet. Bei 1,3 bis 1,5 m Kohlenkugel bilden sich unter an der Ofenbühnen angebrachten Messerapparaten, die die Schwingungsfrequenz in einer Minute festzustellen. In diesem Ofen wurden einige Vergleichsversuche mit Oberrollinger Grude und mit mittelkörniger Grude durchgeführt. Für Dauerversuche zwecks Vergleich mit diesem Ofen schien der Schamotterrost nicht geeignet. Für die Aktivierung von Kehlen war er jedoch auch weiterhin gut geeignet. Späterhin stellten wir in ihm auch aus Holzkohle heraktives Kehlen her. Er war bis 1944 im Betrieb. Im Februar 1944 wurde das Unterteil des Ofens durch eine in nächster Nähe stehende Fliegerbombe zerstört. Mit dem alten Oberteil, der Aktivierung, haben wir 1946 den Ofen wieder auf.

Am 28. September 1922 wurde von Fr. Winkler die Vergasung nach diesem Verfahren, nach welchem die feinkörnige Kohle in ihrer ganzen Schichthöhe in auf- und abwirbelnder Bewegung ist, ein Patent angemeldet (D.R.P. 437 970). Das entsprechende Patent für die Aktivierung der körnigen Kohle (D.R.P. 463 772) vom 3. Oktober 1922) hat eine andere Formulierung der Bewegung der Kohle, die von den heißen Gasen ständig durchgerührt wird, ohne dass ein wesentlicher Anteil der Kohle in dem freien Ofenraum zum Schwelben gebracht wird."

Im April und Mai 1923 wurde im Leuna-Werk der gleiche Aktivierungs-ofen aufgestellt. Das Oppauer Werk wurde im Mai 1923 durch französische Truppen besetzt und lag still. Fr. Winkler fuhr im Juni 1923 nach Leuna, nahm den F-Kohle-Ofen in Betrieb und stellte die für mehrere Absorber nötige Menge an F-Kohle der S-Reinigungsanlage in Leuna her. Im September 1923 fuhr er zusammen mit Dr. Koppe von Leuna diese Anlage an. In Leuna wurden in dem Ofen auch einige Versuche über die Bewegung der glühenden Grudeffüllung und über deren Vergasung vorgeführt. Dort interessierte man sich sehr dafür, aber man war auch skeptisch wegen des großen Staubgehaltes der dortigen Braunkohle, wenn sie getrocknet ist. Man hielt die Vergasung dieser Braunkohle oder der Grude nicht für möglich. Von Dr. Chr. Schneider und Dipl.-Ing. Sabel waren in Leuna bis dahin Vergasungsversuche in einem Treppenrost-Generator mit der stückigen Rohbraunkohle mit 50 % - 55 % Wasser gemacht worden. Diese Generatoren hatten nur einen geringen Durchsatz. Leuna liegt inmitten großer Braunkohlenfelder. Die Rohbraunkohle wurde damals ausschließlich in den großen Dampfkessel-Anlagen verfeuert. Trocken-Braunkohle kam nicht zur Anwendung. Es war daher hierfür keine Trocken-Anlage in Leuna vorhanden. Fr. Winkler suchte 1923 die Braunkohlengruben auf, die Kohle wurde in allen Gruben im Tagebau gewonnen.

Am 27. September 1923 wurde von Leuna aus das dem D.R.P. 437 970 entsprechende Patent in U.S.A. angemeldet. Fr. Winkler war an diesem Tag bei dem U.S.A. - Konsulat in Leipzig. 1928 wurde das U.S.P. 1 687 118 erteilt. Das U.S. Patentamt verlangte eine sehr genaue Beschreibung des Zustandes der glühend flüssigen Kohlefüllung, die sich in „kochender“ Bewegung befindet. Wie vom Deutschen Patentamt so wurde auch hier zuerst der Einwand gemacht, ob es sich nicht um einen Schmelzbezustand der Kohle handle. Nach Bekanntmachung der Patent-Schuldung in Deutschland wurde von Einsprechenden entgegenschlitten, dass das „Sprudeln“ von Kohlen, wie es genannt wurde, auf den Rosten von Dampfkessel-Feuerungen schon oft beobachtet wurde. Aber niemand konnte den Nachweis erbringen, dass er eine Schicht feinkörniger Kohle in ihrer ganzen Höhe gleichmäßig gleich einer Flüssigkeit bewegt hatte, um damit einen chemischen Prozess durchzuführen.

In Leipzig wurde damals auch die Aktivierung in U.S.A. zu Patent angemeldet (U.S.P. 1 582 718).



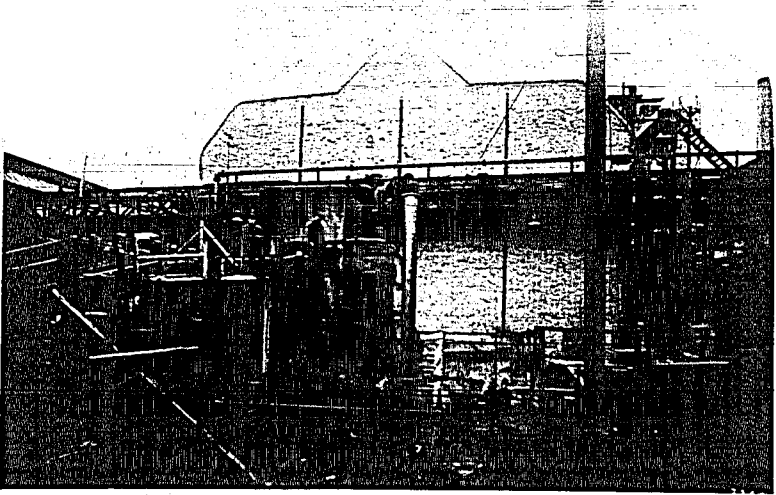
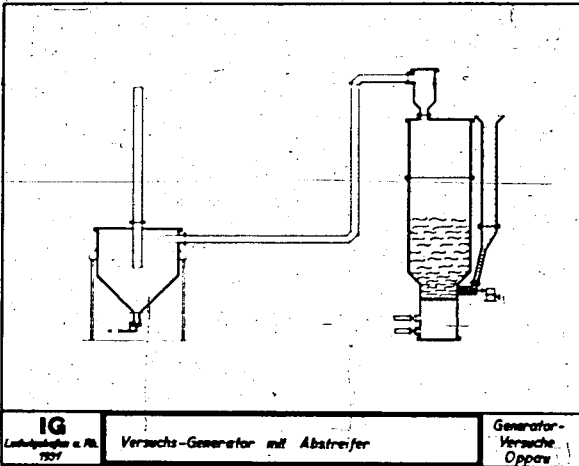


Fig. 12

Generator mit Cyclon rechts im Vordergrund



Zu Fig. 12 Generator mit Cyclon Dispositiv von dem Vertrag 1001/1002

Vergasungsversuche im ersten Versuchsgenerator im Werk Oppau.

Erst 1924 konnte Fr. Finkler mit systematischen Vergasungsversuchen im Werk Oppau beginnen. Es wurden ihm, da 1924 die finanzielle Lage der Badischen Anilin- und Sodafabrik schlecht war, keine Mittel für die Versuche bewilligt. Er machte damals weiterhin F-Kohle im Ofen Fig. 9 für die S-Reinigungsanlage in Oppau, die erst nach und nach ausgebaut und im Mai 1925 fertig wurde. Aus der F-Kohle unter 1 mm Korn, die für die S-Reinigung nicht verwendbar war, stellte Fr. Finkler durch Waschen mit Salzsäure, dann mit Wasser und anschließendem Trocknen und kurzes Nachaktivieren im Ofen eine sehr gute Entfärbungskohle her, die von den Zuckerfabriken u. s. w. gerne gekauft wurde. Auch die S-Reinigung von CO₂ für die Herstellung von Hirschhornsalz (späterhin Harnstoff) führten wir damals mit F-Kohle in einem 3,5 m Absorber durch. Fr. Finkler hatte auf diese Weise Schlosser und Arbeiter an der Hand, mit deren Hilfe er den ersten Versuchsgenerator bauen konnte (Fig. 10). Er hatte keinen Ingenieur zur Hilfe und so fiel dieser Generator etwas primitiv aus. Er war rechteckig, weil der Rost aus Eisenstäben (ein Schlitzrost von 1,2 m² Fläche mit unten abgedeckten Schlitzten) auch rechteckig war. Die 3 Oberteile waren aus dem dünnen Blech eines Gasometers angefertigt, der durch die Explosion von 1921 zerstört worden war. Sie waren in der Mitte durch ein Winkelisen verstärkt, hatten eine halbsteinstarke Innen-Mauerung und waren absichtlich leicht gehalten. Mit einem Oberteil wurde der Versuch mit einer Kohlehöhe bis zu 1,5 m begonnen. Dann wurden weiterhin das zweite und das dritte Oberteil aufgesetzt und Versuche bis zu einer Kohlehöhe von 4 m gemacht. Die Feinkohle wurde noch mit der Hand (Fig. 10 links unten) mittelst einer Schnecke eingedreht und zwar nahe über dem Rost. Auf das Schneckenrohr war das Rohr mit dem Trichter oben (Fig. 11) für die Zuführung der Kohle aufgesetzt. Links von dem Versuchsgenerator (Fig. 12) war das Holzgerüst des Aktivierungs-ofens, auf dem die Braunkohle beim die Grube angefahren wurde. In Fig. 12 ist auch der Cyklon (im Vordergrund rechts) zu sehen, der durch eine Rohrleitung mit dem Generator in Verbindung stand. Er diente zur Staubabscheidung vor allen bei den Versuchen mit Braunkohle von den Leunawerken (aus dem Geiseltal). Diese wurde als Rohdunkkohle von dort bezogen und im Aktivierungs-ofen getrocknet. Mit dieser Trockenbraunkohle wurde der erste Versuch der Vergasung der aus dem Kohlebett hoch gerichteten Kohlestaubes durch Einblasen von Oberwind über der gehenden „kochen-den“ Kohlefüllung gemacht. Dieser Versuch fiel bereits beim ersten Mal relativ gut aus. Der Kohlestaub verbrannte nicht, er wurde vergast. Der Vorteil gegenüber anderen Verfahren zur Vergasung von Kohlestaub liegt darin, dass der Kohlestaub je nach der Temperatur des aus feinkörniger glühender Kohle bestehenden Kohlenbettes in demselben auf Temperaturen von 900° C - 950° C

vorgeheizt ist, wenn die Luft oder der Sauerstoff zur Vergasung des Staubes eingeblasen wird. Damit wird der gesamte Generator-Innenraum zum Vergasungsraum und damit erklären sich auch die großen Vergasungsleistungen (4000 m³/h Gas auf 1 m²-Schachtquerschnitt bei den Hinkler-Generatoren in Leuna).

Diese Versuche wurden ~~im Sommer~~ ^{ab Juli} 1924 durchgeführt. Besonders der Oberwind-Vergasung stand man sehr skeptisch gegenüber und es kamen zu den Versuchen die Direktoren Dr. Gaus und Dr. Krauch. Prof. Dr. Bosch sah sich noch den Versuch mit 4 m Kohlehöhe an. ^{x)} Es waren etwa 2-to-grühende Kohle die sich bei diesem Versuch in fließender Bewegung befanden, ^{die} durch Bildung ziemlich hoher glühender Kohlefontänen, die in einem gewissen Rhythmus auftraten, unterbrochen wurde. Die Erschütterungen des kleinen Generators waren hierbei sehr stark, sodass es nicht ratsam war einen solchen Versuch mit 4 m Kohle jeweils länger wie etwa 1 Stunde durchzuführen. Erwähnt muss noch werden, dass die Versuche mit 4 m Kohlehöhe nur im offenen Generator, also ohne Generator-Decke, gefahren wurden. Bei den Versuchen mit Oberwind-Vergasung wurde das heiße Gas durch den Zyklon geschickt, in dem sich aber nicht nur Staub sondern auch Körnung von 1-2 mm abschied. Der Vergasungsraum über der Kohlefüllung war zu klein. Wenn diese glühende Staub ~~über~~ ^{auf} den Zyklon abgelassen wurde, dann fiel die außerordentliche „Flüssigkeit“ dieses unvollständig ausgegasteten Produktes auf. So wurde z.B. nach einem starken Gewitterregen durch den der Betonboden ringsum den Zyklon nass war, beim Ablassen dieses glühenden Staubes beobachtet, wie er sich gleich einer brennenden Flüssigkeit sehr rasch auf großer Fläche ausbreitete.

Als Folge dieser Versuche wurde 1924 und 1925 von Fr. Winkler folgende Patente angemeldet:

D.R.P. 444 847: Verfahren zum Trocknen und Glühen in Schächten. Dieses Patent beschreibt die Anwendung des Verfahrens der „wirbelnder Bewegung“ befindlichen feinkörnigen Materials ganz allgemein, also die Anwendung nicht allein auf Kohle. Es ist z.B. die Reduktion von feinkörnigem Gips zu Ca-S beschrieben.

D.R.P. 438 843: Verfahren zur Herstellung von Wassergas nach dem periodischen Verfahren, wobei das feinkörnige Gut beim Heißblasen mit Luft von unten in „wirbelnder Bewegung“ gehalten ~~gehalten~~ wird, während in der Wassergasperiode der Dampf von oben nach unten durch die heißgeblasene ruhende Kohlefüllung geleitet wird. Der Dampf wird mit Hilfe des verbrannten Heißblasegases überhitzt. Dieser überhitzte Dampf würde die feinkörnige Kohlefüllung in sehr starke Wirbelung versetzen. Um unnötige Kohleverluste zu vermeiden, wurde daher bei diesem Verfahren der Dampf mit einem Druck von 1/4 bis 1/2 Atm. von oben nach unten durch die ruhende Kohleschicht geblasen.

x) Die Versuche mit 2 - 4 m Kohlehöhe wurden im Oktober 1924 durchgeführt.

D. R. P. 484 003: Der feinkörnige Brennstoff wird von unten oder seitlich in die beheizte glühende Generator-Füllung eingeführt.

D. R. P. 446 678 beschreibt die Herstellung von Wassergas nach D. R. P. 457 970 in einem Generator ohne Rost mit seitlichen Düsen unten am konischen Boden des Generators, an dessen unteren Ende auch die Schlacke abgelassen wird. Die Versuche hierzu wurden im Dezember 1924 und Januar 1925 gemacht. Es wurde gefunden, dass auf diese Weise nur Kohlen mit sehr hohem Ascheschmelzpunkt vergast werden können.

D. R. P. 443 445: Vergasung des Kohlestaubes über der Kohlefüllung mit Oberwind. Statt Luft kann auch Sauerstoff oder Lindluft verwendet werden. In dem kleinen Versuchsgenerator von 1924 konnte mit der Oberwind-Vergasung kein Dauer-Versuch durchgeführt werden. Daher wurde in diesem Patent ein Versuch angeführt mit dem nächst größeren Versuchsgenerator von 4 m² Schachtquerschnitt der 1925 aufgestellt wurde. Es wurde mittelst Luft aus Braunkohle ein Gas mit etwa 5 % CO₂, 25 % CO, 10 % H₂ Rest N₂ hergestellt.

D. R. P. 457 179 beschreibt im Beispiel die elektrische Erhitzung von feinen Grudekohle mit Wechselstrom von 380 Volt zwischen 2 gekühlten Elektroden, wobei die Grude mit Dampf von 250°C in kochender Bewegung gehalten wurde. Der Dampfmenge wurde so gewählt, dass sich eine Temperatur von 750°C in der Füllungs-Füllung einstellte. Es entstand ein Gas mit 23 % CO₂, 9 % CO, 62 % H₂, 2 % CH₄ und 5 % N₂. Fr. Finkler füllte die Grude dunkelrot glühend in den Elektroden, brachte sie mit Dampf in leichte Bewegung und legte dann an die Elektroden 380 Volt an. Solange die Kohlekörner noch dunkelrot glühend waren, sprangen zwischen den sich bewegenden Körnern kleine weiße Funken her und es war über dem Ofen ein tiefes lautes Geräusch zu hören hinsichtlich Tonhöhe im Verhältnis des Wechselstromes entsprechend. Mit ansteigender Temperatur sprangen 700 Sp. vergrößerten die weißen Funken, aber der tiefe Ton war noch vorhanden. In dem Patent wird darauf hingewiesen, dass auch Kontaktmassen auf der Oberfläche der Elektroden erhitzt werden können. (F. P. 617 004).

D. R. P. 1 267 709 beschreibt das gleiche Verfahren wie D. R. P. 457 179. Beigefügt die Zeichnung eines solchen elektrischen Ofens. Auch auf die Anwendung von Festbrennstoffen nach diesem Verfahren ist hingewiesen (Seite 1, Zeile 20).

D. R. P. 469 277 bringt eine Verbesserung der Aktivierung von Kohlen auf Grund der Erfahrungen, die bei den Vergasungsversuchen gemacht wurden (Anwendung von Eisenpulver).

Großtechnische Versuche.

1925 und 1926 wurden von der Leitung des Werkes Oppau große Mittel für die Versuche zur Verfügung gestellt. 1924 machte Fr. Finkler seine Versuche allein mit Hilfe seines Meisters und seiner Arbeiter. Von 1925 an hatte er sehr bewährte Mitarbeiter wie Obering. Drecker, Dr. Linckh, Dr. Messerknecht, Dr. Feiler und 1926 Dr. Augsten. Ausserdem stand ihm eine große Werkstätte mit mehreren Schlossermeistern und einer großen Zahl von Schlossern zur Verfügung. Zum Bau der Versuchsgeneratoren wurden alte Behälter genommen. Nur auf diese Weise war es möglich, den Versuchs-Generator von 4 m^2 Schachtquerschnitt mit einer Bauhöhe von 12 m (Fig. 13) in kurzer Zeit aufzustellen. In Fig. 13 ist das von oben nach unten führende Rohr für die Zuführung der Feinkohle von dem auf dem oberen Podest befindlichen Kohlenbunker nach unten zu sehen. Motor und Getriebe für die Schnecke, mit der die Kohle direkt über dem Rost in das Kohlebett eingedreht wurde, standen auf dem unteren Podest. In der Mitte des Bildes sind an der Generatorwand 2 gekrümmte Rohre übereinander, die von dem vertikalen Rohr rechts am Generator kommen. Sie dienen für die Zuführung von Oberwind. Links waren 2 ebensolche Rohre die durch das Kohlerohr verdeckt sind. 3 Düsen für den Oberwind waren oben am Generator angebracht.

Das erzeugte Gas wurde am Generatorkopf durch 2 Rohrleitungen abgeführt, die beide zu 2 Abstreifern für den Kohlestaub im Gas und von da zu einem Couper führten. Wie bei dem Aktivierungssofen Fig. 9 hatte jeder der 2 Abstreifer ein Rücklaufrohr für den abgeschiedenen Staub zum Kohlebett. Aber die Wirkung dieser 2 Abstreifer, die innen eine Stiefwand hatten, war nicht ausreichend. Von den 2 Abstreifern ging das Gas zu einem Schamottestein-Couper. Es wurden damals, März 1925, Versuche zur periodischen Herstellung von Wassergas aus Grude von Riebeck durchgeführt. Das Heißblaugas wurde im Couper verbrannt und abschließend wurde der Wasserdampf im Couper überhitzt und für die Wassergasperiode verwendet. Von 19. März 1925 stammt die erste Skizze von Fr. Finkler von einem Generator mit erweitertem Kopf. Es hatte sich bis dahin gezeigt, dass die Staub-Vergasung in dem Oberteil des 4 m^2 -Generators ganz ungenügend war. Es wurden noch Versuche mit Leunzer Braunkohle gemacht, die dies bestätigten. Ein erweiterter Oberteil konnte auf diesen Generator nicht aufgesetzt werden, weil sonst die Tragkonstruktion zu stark belastet worden wäre. Es wurde daher im Dezember 1925 und Januar 1926 ein großer Cyklon am Generator angebaut.

In Fig. 14 ist rechts oben der seitlich über dem Generator befindliche Cyklon, links ist das vom Generatoroberteil zum Cyklon oben führende Rohr für

1688

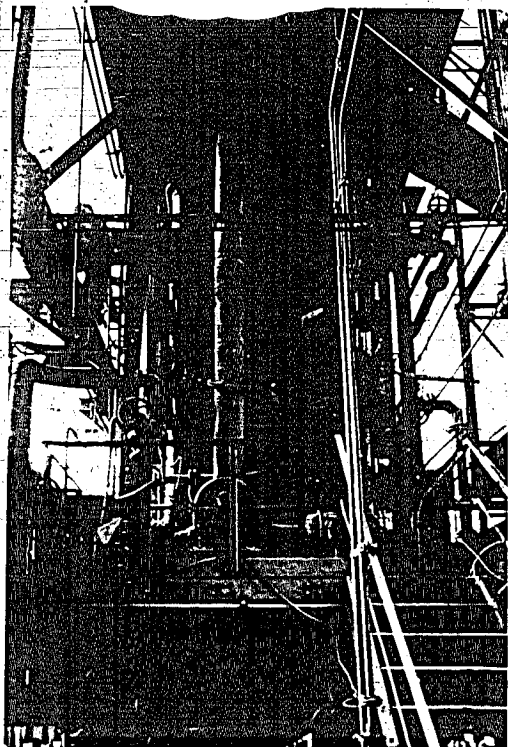
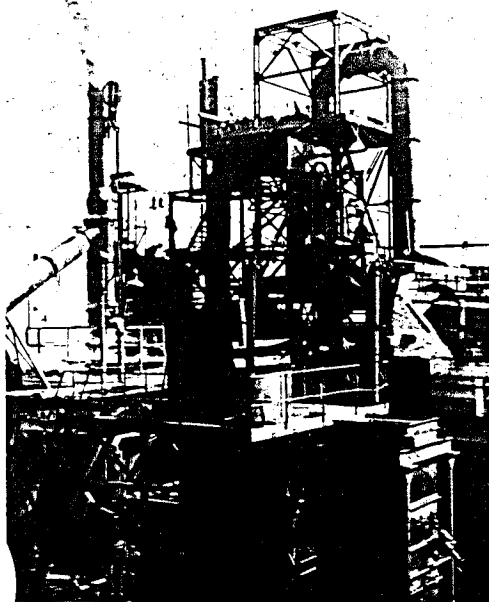


Fig. 15

Wasserdampf-Generator in Oppau
mit 4 $\frac{1}{2}$ -Schicht.

Fig. 14

Diesel-Generator mit Cylindern
mit Hochlaufrohr zum Generator,
rechts oben und mit tiefer stehen-
den Cylindern links mit Hochlaufrohr.



für das im Generator erzeugte Gas, das den Cyklon nach der Entstaubung durch das große Rohr rechts oben verließ. Dieses Rohr führte nach unten zu einem 2. tiefer stehenden Cyklon, von dem nur das vertikale Abzugsrohr mit Rauchwolke auf dem Bild sichtbar ist. Aus dem ersten hochstehenden Cyklon rutschte der abgeschiedene Staub durch ein Rohr unmittelbar in den Generator in das Kohlebett zurück. Der Cyklon und die zugehörigen Rohre waren wegen der hohen Temperaturen (bis zu 1000 °C) ausgemauert. Im Vordergrund von Fig. 14 ist rechts der Versuchsgenerator von 1924, der bei der obigen Apparatur in der Nähe der stillgelegten Kokerei des Werkes Oppau aufgestellt wurde und in der Mitte ist ein kleiner runder Generator (Innendurchmesser 0,9 m), auf den späterhin zurückgekommen wird. Rechts in Fig. 14 ist ein Teil unseres sogenannten Mauer-Generators, dessen Inneres in Fig. 15 und der in Fig. 16 im Betrieb zu sehen ist. Er wurde zuerst mit einer Rostfläche von $4 \times 9 \text{ m} = 36 \text{ m}^2$ betrieben und wurde dann abgemauert, sodass eine Rostfläche von $4 \times 4 \text{ m} = 16 \text{ m}^2$ und schließlich eine von $3 \times 2,5 \text{ m} = 7,5 \text{ m}^2$ übrig blieb. Die großen Gebläse der Kokerei lieferten die für den Betrieb des Mauergenerators nötigen großen Luftmengen (bis zu 30 000 m^3 stündlich). Fr. Winkler machte die Versuche mit dem Mauergenerator, um die Bewegung großer glühender Kohlenmassen zu beobachten und daraus eine Nutzanwendung für den Bau der Generatoren in Leuna zu ziehen. Fig. 16 zeigt eine große Kohlefontäne, die in einem Generator sehr ausstrahlend ist. An der in einigen Abstand über der Spitze dieser Fontäne befindlichen Kohlestaubwolke ist zu ersehen, welche Kohlestaubmenge von einer solchen Fontäne hochgeschleudert wird. Bei einer solchen stoßweisen Entladung von Kohlestaub in Generator wäre eine gleichmäßige Vergasung dieses Stabes im Oberteil des Generators nicht möglich. An dem Mauergenerator stand ein kleiner Beobachtungsturm aus einem Eisenrohr mit kleinen Glimmerfenstern, der mit Wasser benetzt wurde. Von hier aus konnten wir uns während der Mäure in die glühende Kohlefüllung des Mauergenerators sehen.

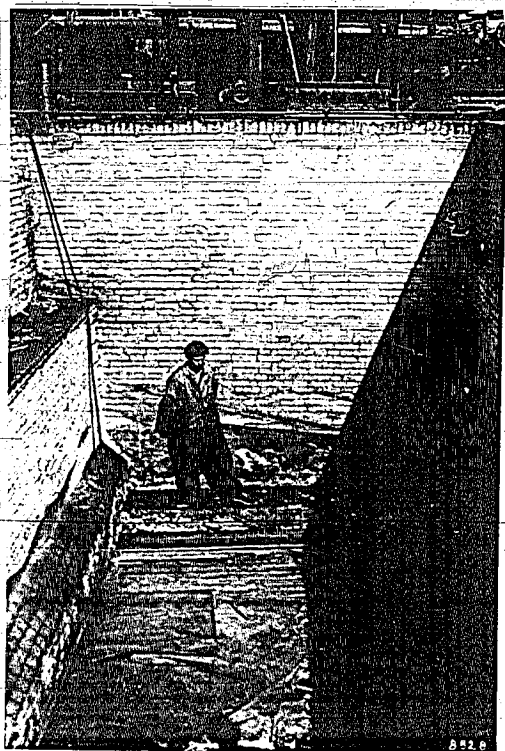
Der 4 m^2 -Generator war zuerst mit 2 in der Mitte gegeneinander geneigten Schieferböden versehen, zwischen denen eine Rinne war, in der eine Schmelze lief. Die sich auf den Böden bildende Schlacke sollte nach der Mitte zu abfließen und durch die Schmelze nach aussen befördert werden. Diese Vorrichtung war als solche geeignet für die Vergasung von Leunauer Kohle, bei der sich nur wenig Schlacke auf dem Rost bildete. Wir bezogen Kohlen auch von anderen Stellen im unteren Grunde von der Jakobgrube von der Terscheln-Weissenfelger Erzdolchlag. Die Aache dieser Grube hatte einen niedrigen Schmelzpunkt und es bildeten sich auf dem Rost große Schlackenstücke, die nicht auf Schmelze mitfließen konnten. Daraufhin wurde für den 4 m^2 -Generator ein Wanderrost gebaut. Im Juli 1925 wurde derselbe fertig eingebaut und von Juli bis Oktober 1925 wurde durch die Vergasung der Jakobgrube sowohl periodisch für Wasserergas

0690

Fig. 15

Generator mit $4 = 94,36 \text{ m}^2$

Rechtfläche



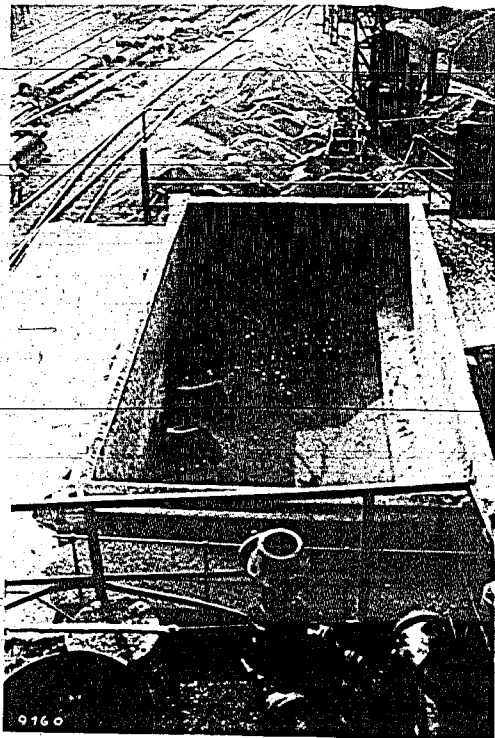
8528



0691

Fig. 16

Generator mit Kohlefüllung
nach Versuch.



wie kontinuierlich für Heizgas durchgeführt. Von 8. bis 15. September 1925 lief ein Dauerversuch zur Vergasung von Jakobsgrube mittelst Luft. Der Wänderrost beherrschte sich dabei sehr gut. Wir sahen daher für den ersten Generator in Leuna einen Wänderrost vor.

Wie schon erwähnt, wurde von 1925/1926 ein großer Zyklon am Generator angebaut (Fig. 14). Der zylindrische Teil des Zyklons hatte nach der Ausmauerung einen Durchmesser von 3 m und eine Höhe von 5 m. Das Zentralrohr aus Schamottesteinen stand auf einer Schamottestein-Brücke, die auf dem Konus des Zyklons aufsaß. Das Fallrohr, in dem der abgeschiedene Kohlestaub in das Kohlebett im Generator zurückrutschte war auch ausgemauert (Innendurchmesser 300 mm). Es wurden in dem Generator in erster Linie Versuche mit Leunauer Braunkohle von Grube „Elise“ gemacht, weil diese Kohle nach der Trocknung einen sehr hohen Staubgehalt hatte (bis 45 % Staub mit $\frac{1}{2}$ mm Korn). Ferner war diese Kohle für den Betrieb der Generatoren in Leuna vorgesehen. Diese Kohle war bei der Vergasung im Generator sehr „flüchtig“. Es wurde beobachtet, dass der Wänderrost auf der Seite, auf der das Fallrohr des Zyklons einmündete, dunkelrotglühend wurde und dass dort stoßweise auf einer Fläche von etwa $\frac{1}{2}$ m² glühender Kohlestaub durchfiel. Dies wurde verursacht durch den aus dem Fallrohr von Zyklon herkommenden Staub, der einer Fallhöhe von 10-12 m entsprechend mit ziemlicher Geschwindigkeit in Kohlebett sank und bis auf den Rost durchschlug. Das Fallrohr hatte an unteren Ende allerdings nur einen Abstand von 50 cm vom Rost. Daher wurde an unteren Ende des Fallrohres ein Prallstein eingebaut, der die zurückfließende Kohle seitlich ablenkte. Ausserdem wurde der Wänderrost mit einem neuen Belag von Stäben mit engerem Spalt versehen. Mit Luft wurde aus der Leunauer Braunkohle ein Gas mit 7 % CO₂, 23 % CO, 8-10 % H₂, 1,5-2 % CH₄; Rest N₂ erzeugt und zwar stündlich 10 000 bis 12 000 m³. Im Juni und Juli 1925 folgten dann die Versuche zur periodischen Herstellung von Wassergas aus Braunkohle. Vor allem beim Eindrehen der Kohle zu Beginn jeder Periode traten große Verluste an Kohlestaub auf, die mit dem 2. tiefer stehenden Zyklon (Fig. 14) festgestellt wurden. Die Füllzeit für 1,5-2 to Braunkohle war 15 bis 20 Minuten und in dieser Zeit fielen 110-150 kg Staub mit 35-40 % Asche an. Bei 1 m Kohlehöhe wurde in 8-10 Minuten auf 1100 °C heißgeblasen. Die Wassergasperiode dauerte 5-6 Minuten. Das Verhältnis von Heißblasegas zum Wassergas war 1:1, war also ungünstig, da das Heißblasegas einen Heizwert von durchschnittlich 500 H.E. hatte.

Es wurden in jener Zeit mit dem Physiker Dr. Hochheim zusammen auch Versuche zur elektrischen Abcheidung des Staubes aus dem gekühlten Gas, wie es bei dem in folgenden beschriebenen Versuch zur Trocknung von Rohbraunkohle unternommen, die recht günstig aussahen. Es war ein Röhrenstaubreiniger

mit 10 Röhren für 30 000 Volt Spannung für 5.000 m³ Gas stündlich aufgestellt worden. Die Versuche veranlassten uns für den ersten Generator in Leuna auch eine elektrische Staubreinigung von Siemens und Schuckert bauen zu lassen.

Auch Trocken-Versuche von Rohbraunkohle „Elise“ mit 55 % Wasser mittels der heißen Gase aus dem Generator wurden gemacht (August 1926). In das den Cyklon (Fig. 14) mit etwa 950 °C verlassende Gas wurde unmittelbar in das Gasrohr die Rohkohle mit einer Schnacke eingedreht. Die Kohle wurde von dem Gasstrom bis zu dem 2. Cyklon mitgerissen und setzte sich dort ab. Die Gastemperatur im Cyklon war nurmehr 280 °C - 300 °C. Der durchschnittliche Wassergehalt der Kohle war je nach der eingeführten Rohkohlemenge 15-20 %. Das Verfahren hat den Nachteil, dass der Grad der Trocknung von der Korngröße der Kohle abhängt. 100 ltr. solcher Trockenkohle wurden aussinandergesteht:

über 10 mm . . .	10,4 ltr. mit 40 % Wasser
4-10 mm . . .	26,0 " " 27 % "
2-4 mm . . .	10,0 " " 15 % "
1-2 mm . . .	10,0 " " 12 % "
unter 1 mm . . .	61,0 " " 10 % "

In dem 4 m²-Generator wurden noch Versuche mit anderen Feinkohlen mit Kagerkohle von der Ruhr (Langenbraun-Anthrazit), mit Koksgries und mit dem Waschgries von der Peisenberger Packglanzkohle von Oberbayern gemacht.

Auch zur Entfernung von Schlacke wurden in einem kleinen runden Generator Versuche mit einem Planrost und einem gekühlten Rührarm gemacht, die aber misslangen. Der Generator war für diesen Versuch zu klein. In Leuna ist es späterhin von Dr. Chr. Schneider ^{und Dipl. Ing. Sabel} der gleiche Vorschlag gemacht und an den großen Generatoren bewährte sich die Schlackenentfernung mit dem gekühlten Rührarm sehr gut.

Auf Wunsch von Prof. Dr. C. Bosch wurde 1926 ab September in dem in Fig. 14 abgebildeten Generator von 0,9 m Durchmesser aus Leunzer Braunkohle nach dem periodischen Verfahren Wassergas hergestellt. Nach Beimischung von Stickstoff wurde aus diesem Gas nach der Reinigung von H₂S mittelst F-Zohle nach der Konvertierung von CO zu H₂ und CO₂ u.s.w. in einer eigens dafür erbauten Hochdruck-Apparatur Ammontak hergestellt. Diese kleine NH₃-Fabrik lief nach anfänglichen Schwierigkeiten ohne Störung etwa 2 Monate - bis Ende 1926. Die Kupferlaugenwäsche (200 Atm.) für die Entfernung der geringen CO-Mengen im N₂-Synthesegas ging normal. Dieses Wassergas aus Braunkohle enthielt 0,7-0,8 % CH₄ gegen 0,2 % CH₄ in Wassergas aus Ruhrkohle und hatte

auch einen höheren Gehalt an organischem Schwefel (180-200 mg) in 1 m^3 gegen etwa 90 mg im Koksgas). Es hätte eine stärkere Schädigung der Kupferlauge und des Ammoniak-Kontaktes wie mit Koks-Wassergas auftreten können, aber beides war nicht der Fall.

Dieser NH_3 -Synthese-Versuch mit dem Braunkohle-Wassergas war der Abschluß der Großversuche in Oppau für die Vergasung der Leuzner Braunkohle. Die Kleinversuche 1924 und die Großversuche von 1925 und 1926 gingen ohne schwere Unfälle vorüber. Es gab einige nicht schwere Verbrennungen. 1924 zog sich Fr. Finkler selbst eine solche zu, als er bei einem Wassergas-Versuch, mit Dampf von oben nach unten von einem plötzlich aus dem Generator hervorschießenden Kohlestaubstrahl (ein Thermoclement hatte sich gelockert), seitlich am Kopf und Hals getroffen wurde. Eine dicke Filzjacke und ein ebensolcher Hut schützte ihn vor schwerer Verbrennung. Es gab mancherlei Überraschungen aus denen man lernen mußte. Wie 1924 aus dem Zyklon der glühende Staub auf den massen Betonboden abgelassen wurde, breitete sich der Staub wie eine brennende Flüssigkeit so rasch aus, dass wer in der Nähe war, fliehen mußte.

1925 und 1926 war das Interesse der Herren von der Leitung des Werkes Oppau für die Versuche sehr groß. Dir. Dr. Carl Krauch kam in der Woche meist mehrere Male um sich über den Stand der Versuche an Ort und Stelle zu orientieren. Prof. Dr. G. Bosch und Prof. Ditsberg von Leuerkusen besichtigten zusammen die Versuche. Auch von der Ruhr kamen 1925 und 1926 mehrere Male Besuche. Mit dem Leunawerk standen wir seit Beginn der Großversuche, seit 1925, dauernd in Verbindung. Wie wir die ersten Ergebnisse der Vergasung der Leuzner Braunkohle (10 000 - 12 000 m^3 Gas in einer Stunde auf 4 m^2 Schichtquerschnitt hatten, ging es an die Planung einer Großanlage in Leuna. 5 Generatoren mit einer großen Dampfer für Trockenbraunkohle und eine Trockenanlage mit Dampf-Röhrentrocknern für die Rohbraunkohle mit 50-55 % Wasser sollten in Leuna aufgestellt werden.

- 18 -

Die Generatoren in Launa

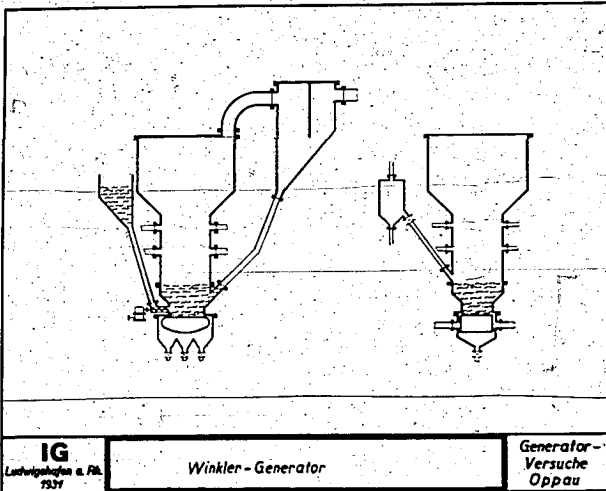


Fig. 17

Erster Generator in Launa, Diapositiv von Pittsburg.

Mit der Konstruktion des ersten Generators wurde 1925 begonnen. Obering. Lampe Ludwigschafen führte auf Grund der ihm von Fr. Finkler gegebenen Unterlagen mit seinen Technikern die Entwürfe für den ersten Generator (Fig. 17) aus. Dieser erste Generator hatte einen Wanderröhr und war rechteckig. Er hat einen Schacht querschnitt von $3 \times 4 \text{ m} = 12 \text{ m}^2$, der Querschnitt des stark erweiterten Kopfes ist $7 \times 8 \text{ m} = 56 \text{ m}^2$. Die Innerhöhe des Generators vom Rost bis zur Decke ist 18 m. Zur Abschaidung des gröberen Staubes aus dem erzeugten Gas diente ein großer dem Generator anhängender Staubabscheider mit Rücklaufrohr für den abgeschiedenen Staub zum Kohlebett. Der feine Staub sollte später aus dem Gas nach Passieren eines Dampfkessels mit elektrischen Staubreinigern entfernt werden. Die Anordnung von Staubabscheider am Generator ist die gleiche wie am ersten Aktivierungsöfen (Fig. 8). In Fig. 17 ist im Bild links noch der hochsitzende Kohlebunker mit der Eindrehsochnecke unten in der Windkammer der Wanderröhr und im Bild rechts ein desgleichen hochsitzender Anfahröfen zu sehen. Das Ablaufrohr des Anfahröfens mündet 2 m über der Bodfläche in den Generator ein. In einem solchen Ofen werden 6-8 m^3 glühende Grude erzeugt. Zum Anfahren lässt man diese glühende Grude in den Generator auf einmal einlaufen und stellt Luft auf diesen. 4 bis 5 Stunden später kann das Gas aus dem Generator bereits für die Fabrikation abgegeben werden.

Im Winter 1925/1926 wurde mit d. Arbeiten für die Fundamente des ersten Generators angefangen. Das Bild Fig. 18 zeigt links die Tragkonstruktion für den ersten Generator. Die 5 Röhre oben, die in das Querrohr einmünden, kommen von Staubabscheidern, von welchen die rechte Seitenwand zu sehen ist. Rechte

... mit glühender Grude, die ständig in hochender Bewegung war und bei
 ... des Schillers unter ... Ofen wie Wasser in den unteren Generatorraum
 ... in einen solchen Ofen die Grude so hochlang glühend halten.
 ... wenn man sie jeden Tag einmal kurze Zeit mit Luft ...
 ... solche Sorgfältigkeit der getrockneten Braunkohle ...
 ... der ... (M. K. ...)
 ... Anlage mit ... Arbeitkräften in Betrieb zu stellen ...
 S. 21
 ... links wird die von der Trockenanlage (Röhrentrockner mit Dampf-
 ...) ... geführte Trochler-Braunkohle (GEBR.) in den
 ... Ein ...
 ... Anlage ...
 ... In der Mitte dieses Bildes ist
 ein Generator und rechts davon der dazu gehörige Zyklon, der im Schema No 279
 als Staubsaug bezeichnet ist.

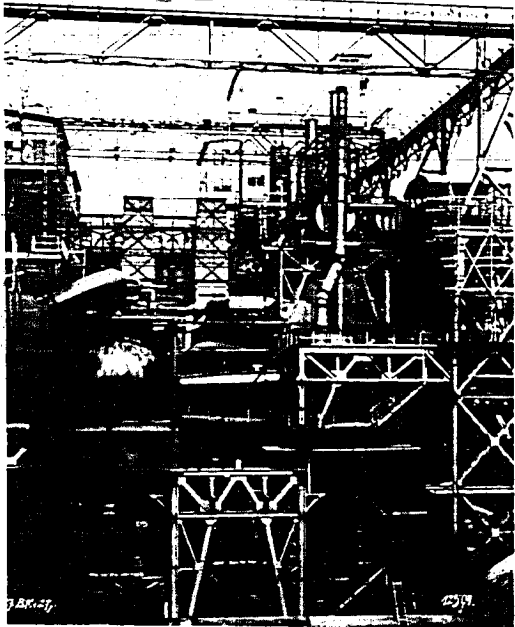


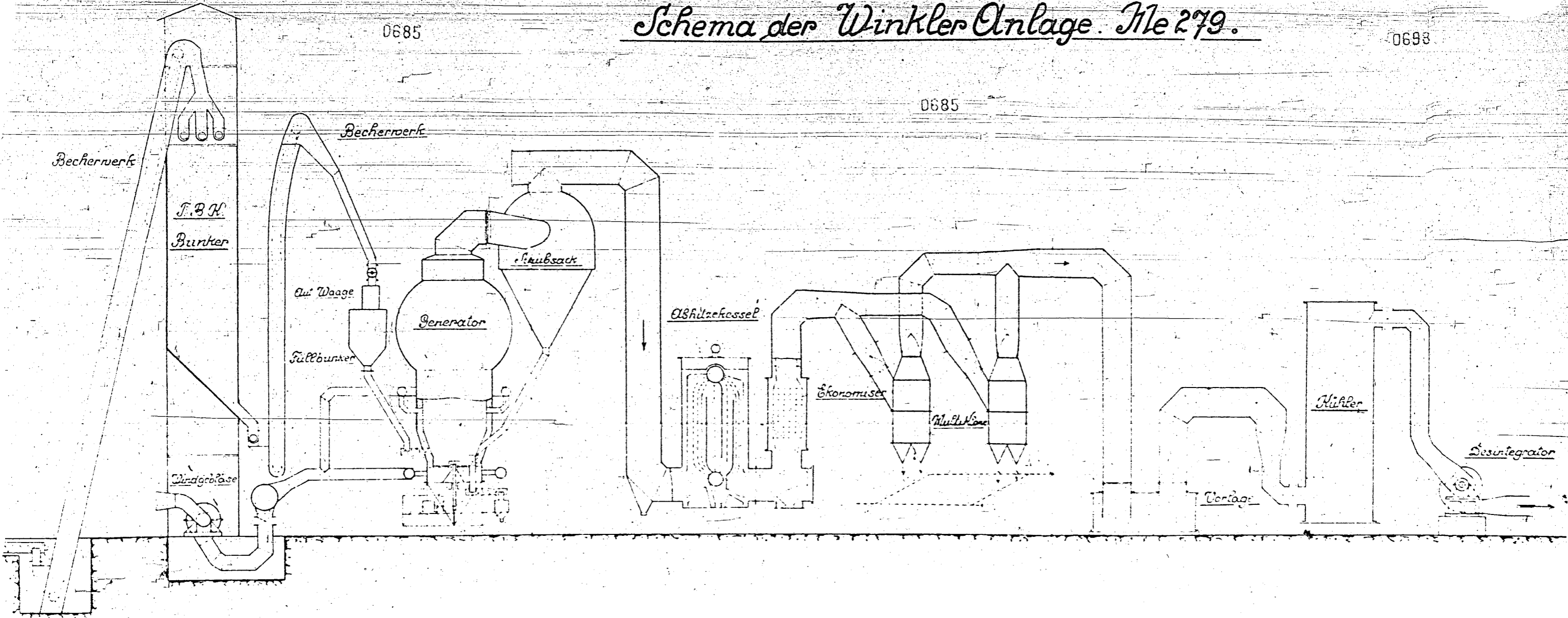
Fig. 19

Schema der Winkler Anlage. Nr 279.

0685

0693

0685



Oben über den Generatoren ist die fahrbare Kranenbrücke, durch die der Bau der Anlage wesentlich erleichtert wurde. Sie wird noch überragt von dem Rohkohlen-Sunker im Hintergrund. Die Anordnung von Abhitzkessel Multiklon-Anlage für Staubabscheidung u.s.w. ist für jeden der Generatoren, wie sie das Schema zeigt. Diese Anlage ist übrigens von keiner Fliegerbombe getroffen worden und ist seit 1945 z.T. wieder im Betrieb. Als Normalleistung eines solchen Generator bei Vergasung von T.B.K. oder von Grude hieraus ist die Erzeugung von 70 000 - 80 000 m³ Gas stündlich anzusehen. Am besten gibt Auskunft über die Anlage nach 10-jähriger Betriebszeit der folgende Bericht von Obering. Sabel vom 30. Juni 1937.

Leuna Werke, den 30. Juni 1937/Sab
/R.

Vergasung von Braunkohle nach dem

Winkler-Verfahren.

Zur Vergasung kommt grundsätzlich feinkörniges Material. Die Formungskosten, z.B. die Pressung zu Braunkohlenbriketts oder die Herstellung von Grudeformlingen mit Pech, können also in Wegfall. Für die Siebanal. v. des körnigen Materials besteht keine besondere Vorschrift, es ist eher wünschenswert, wenn nicht zu viel grobstückiges Material im Brennstoff vorhanden ist, beispielsweise nicht mehr als 10 % über 5 mm Korngröße, weil die Verschlackungsgefahr im Brennstoffbett um so größer wird, wenn stückiger Brennstoff vergast werden muß. Beispielsweise sind aber auch schon geschwelte Braunkohlenbriketts, die etwa 50 % ihrer Stückigkeit beibehalten hatten, in wochenlangen Betrieb vergast werden, wobei man naturgemäß mit einem hohen Dampfverbrauch und einer entsprechend schlechteren Brennstoffausnutzung zu rechnen hat. Die Staubmenge im Brennstoff, wobei unter Staub Korngrößen unter 0,5 mm verstanden sind, unterliegt kaum einer Begrenzung. Es ist nur wünschenswert, dass der Staubgehalt keinen zu großen Schwankungen unterworfen ist. Entsprechend dem Staubgehalt muss der Oberwind bzw. der Obersauerstoff am Generator dosiert werden. Starke Schwankungen im Staubgehalt verschlechtern den Wirkungsgrad, weil es für die Bedienungsmannschaft nicht möglich ist, dauernd den Oberwind- bzw. den Obersauerstoff-Zusatz den so übergehend schwankenden Staubgehalt des Brennstoffes anzupassen.

Ein Vorteil des Winkler-Generators ist, die bei den Braunkohlen so sehr befürchteten Verschlackungen durch das stark wallende Brennstoffbett zu vermeiden. Naturgemäß liegt eine Grenze bei Braunkohlen mit sehr niederen ische-

Schmelzpunkt. Immerhin ist es möglich, unter gewissen Voraussetzungen sogar für oder weniger salzhaltige Kohle noch wirtschaftlich zu vergasen, weil im Kuppel-Verfahren die Temperaturregulierung im Generator und die Temperaturkontrolle durch Thermoelemente in der Brennstoffschicht und an der Kuppel des Generators ausserordentlich einfach und zuverlässig ist. Beispielsweise wurde mitteldeutsche Braunkohle Hermine-Henriette mit einem Salzgehalt der Asche bis 40 % (15 % Alkali) bei Temperaturen von 700 - 800° im Generator noch vergast, wobei selbstverständlich ein erhöhter Dampfzusatz und eine gewisse Verschlechterung des Wirkungsgrades in Kauf genommen werden mussten.

Bei Vergasung von mitteldeutscher Braunkohle, sei es in Form von Hochbraunkohle mit 6 - 8 % Wasser, sei es in Form von Schmelzgrude, z.B. Grude aus Lurgi-Ofen erhält man 63 - 66 % der aufgewandten Wärme in erzeugtem Gas und etwa 15 % in Form von hochwertigem Abhitzedampf mit 55 at. Überdruck. Der gesamte Wirkungsgrad bewegt sich also um 80 %, der Rest verteilt sich auf Verlust durch Kohlenstoff in der Asche, fühlbare Wärme der Gase und Strahlung.

Grundsätzlich unterscheidet sich die Technik der Heiz- oder Kraftgasherstellung mit Luft und die Art der Herstellung des Wassergases mit Sauerstoff und Dampf nicht, so dass in der gleichen Apparatur sowohl Heizgas mit Luft als auch Wassergas hergestellt werden kann, wenn im letzteren Falle statt Luft Sauerstoff mit Dampf angewendet wird. Durch Anwendung von reichlichen Dampfungen gelingt es auch, aus Braunkohlen ein Wassergas mit CO : H₂ in Verhältnis 1 : 2 herzustellen.

Durchschnittliche Analysen aus mitteldeutscher Braunkohle oder Grude sind etwa die folgenden:

	Kraftgas:	Wassergas:	Wassergas: 1 : 2
Schwefelwasserstoff	0,2 - 0,8 %	0,4 - 1,5 %	1,5 %
Kohlendünne	6 - 10 %	15 - 20 %	26,5 %
Kohlenoxyd	10 - 22 %	31 - 40 %	22,5 %
Wasserstoff	6 - 12 %	15 - 23 %	45,0 %
Methan	0,2 - 1 %	0,8 - 1,6 %	2,5 %
Stickstoff	55 - 55 %	0,4 - 1,0 %	1,0 %

Analysen mit geringeren Methan- und Schwefelwasserstoffgehalt entsprechen der Anwendung von Grude als Brennstoff. Verbraucht werden durchschnittlich für 1000 m³ Wassergas 0,62 to Trockerbraunkohle von 5-6 % Wasser oder 0,52 to Grude mit 2-3 % Wasser. Für 1000 m³ Kraftgas werden durchschnittlich benötigt 0,52 to mitteldeutsche Braunkohle oder 0,25 to mitteldeutsche Grude.

Die Anwendung von Sauerstoff, die in Leuna seit 1931 betriebsmäßig durchgeführt und jetzt auch in einigen anderen größeren Werken ausgeübt wird. Erprobung von Fr. Finkler: 1927 haben wir in Oppau mit der gleichen Kohle Schmelzversuche im 4 m² Generator bei 2 m Kohlehöhe gemacht. Die Temperatur des Schmelzbett konnte gleichmäßig z.B. auf 420° C eingestellt werden.

bietet keinerlei Schwierigkeiten und Gefahren. Zur Anwendung gelangt dabei 98 - 99 %iger Sauerstoff, der sich in Gebläsen, Leitungen und Gasometern praktisch nicht anders verhält als Luft. Die Mischung des nötigen Dampfes geschieht erst unmittelbar vor dem Generator selbst.

Vergleicht man die Vergasung von Braunkohle nach dem Winkler-Verfahren mit anderen bekannten Kesselgasverfahren, so fällt zunächst auf, dass alle anderen Verfahren von Braunkohlenbrikett aus gehen. Für die Vergasung von feinkörniger Grude besitzt heute noch das Winkler-Verfahren ein Monopol. Die Brikettvergasung ist natürlich zusätzlich mit den Formungskosten der ^{belegte} Briketts und bedingt bekanntlich, trotzdem die Sauerstoff-Fabrik bei diesen Verfahren in Wegfall kommt, eine wesentlich unständlichere und teurere Apparatur als das Winkler-Verfahren. Beispielsweise benötigt eine Winkler-Anlage zur Herstellung von 40 000 Nm³ CO + H₂ stündlich ein Anlagekapital von 4 Millionen für die Winkler-Anlage und 2,4 Millionen für die Sauerstoff-Anlage, zusammen 6,4 Millionen, während andere bekanntgewordene Verfahren für die gleiche Erzeugung aus Braunkohlenbriketts 8,5 - 9,5 Millionen Investierungskosten erfordern. Dazu kommen die Investierungskosten für die Brikettfabrik. Zu beachten ist, dass die Betriebssicherheit sowohl bei der Winkler-Anlage als auch bei der Sauerstoff-Anlage auf einen ausgezeichneten Stande ist. Z.B. hat in jahrelangen Betrieb die Sauerstoff-Fabrik in Leuna zur Herstellung von 8 - 10 000 m³ Sauerstoff stündlich einen Ausnutzungsfaktor ihrer Kapazität von 93 % gehabt. Wegen der Einfachheit der Winkler-Apparatur sind die Reparaturen am Generator selbst selten und nehmen nur kurze Zeit in Anspruch. Freilich unterliegt nur der Rührer sowie der Kohleneintrag und Aschenauswurf kleinen Reparaturen, die durch die konstruktive Art des Generatorunterteils, der auf einen Wagen leicht aus und wieder eingefahren werden kann, nur kurze Zeit dauern. Die großen Winkler-Generatoren in Leuna sind in den letzten ^{Jahren} 255 Tagen 320 - 330 Tage in Betrieb. Bei gewöhnlichem Brennstoff, d.h. bei hohem Ascheschmelzpunkt, wie z.B. bei Rheinischen Braunkohlen oder Niederlausitzer Braunkohlen, darf mit Sicherheit mit Betriebszeiten von weit über ein Jahr rechnen. Die Erfahrung hat auch gezeigt, dass die Reparaturen an den genannten Generatoren selbst fast nie momentan notwendig werden, sondern immer so gelegt werden können, dass ein Reserveaggregat zur Übernahme der Last hergerichtet, bzw. dass mit der Reparatur bis zu einem für den Betrieb günstigen Zeitpunkt gewartet werden kann.

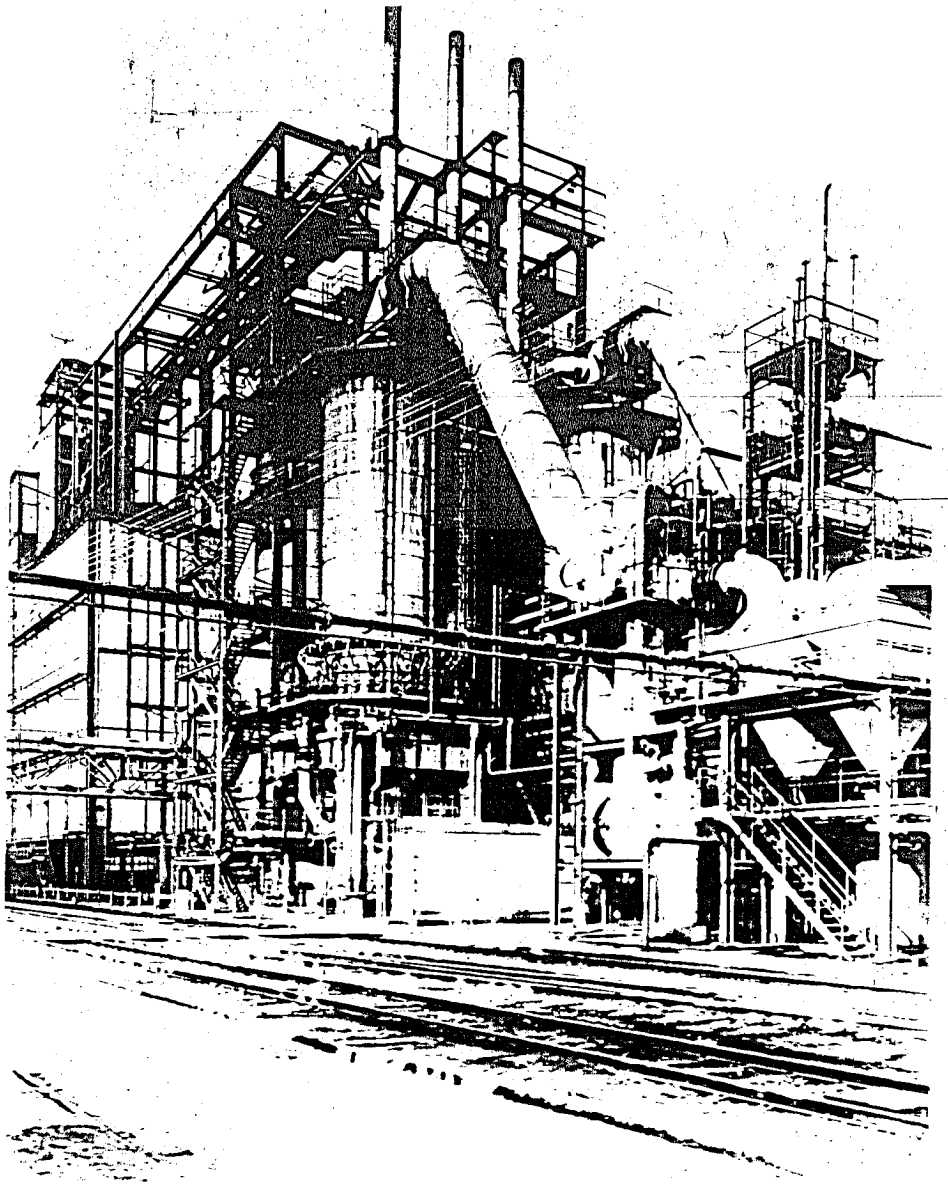
Im Vergleich mit anderen Verfahren ist wichtig, dass die Winkler-Vergasungsanlage infolge ihrer außerordentlich hohen Schachtleistung einen sehr geringen Platzbedarf hat. Während die Gaskühlung und Staubreinigung selbstverständlich einen der absoluten Gasmenge entsprechenden Platz benötigen,

Die Gaserzeugungsapparatur, der eigentliche Generator, mit einem Pflanz-
aufrieden, der $\frac{1}{6}$ - $\frac{1}{8}$ des Platzbedarfes anderer Braunkohlen-Wassergaser-
führer ist. Ebenso baut sich die Sauerstoff-Fabrik sehr kompakt und über-
sichtlich. Reparaturen an der Sauerstoff-Fabrik in Leuna sind bisher in fünf-
jährigen Betrieb nicht aufgetreten. Der Ausfall an Kapazität bezieht sich
lediglich auf das regelmäßige Auftauen der einzelnen Apparate, das alle
24 Monate erfolgt.

Wichtig des Betriebs des Winkler-Generators ist die Elastizität der
Gaserzeugung und die Übersichtlichkeit des Generators ganz ausserordentlich.
Die großen Generatoren in Leuna, die für eine Normalgasmenge von je etwa 70 -
80 000 m³ Gas stündlich konstruiert sind, sind im Bedarfsfall herunter bis
auf 12 - 15 000 m³/h gefahren worden und erzeugen andererseits in wochen-
langem Betrieb bis zu 125 000 m³/h Gas ohne besondere Schwierigkeiten. Bei
hoher Leistung wird selbstverständlich der Hochofenbrand schlechter, da der
Hauptteil der Braunkohlenasche, etwa 80-90 %, mit den Gasen als feiner Flug-
staub den Generator verlässt. Bei starker Überlastung des Generators reicht
dann die Zeit für einen gründlichen Ausbrand nicht mehr aus, so dass die
Asche, die in normalen Betrieb nicht mehr als 25-30 % Kohlenstoff enthält,
im C-Gehalt unter diesen Umständen auf 45-50 % ansteigen kann. Aber auch mit
hohem C-Gehalt und dem schlechteren Ausbrand ist die Vergasung durchaus
durchführbar und der Abfall des Wirkungsgrades in erträglichen Grenzen. Die
normale Belastung, die in Leuna 75 000 m³ stündlich ist, errechnet sich zu
rund 5 000 m³ Gas/m² Schicht und Stunde.

Der Flugstaub ist ausserordentlich fein. Er kann, wo Kesselanlagen vor-
handen sind, ohne weiteres als Brennstaub benutzt werden, um die Asche voll-
ständig auszubrennen. In geeigneten einfachen Wirbelbrennern brennt der Staub
sehr ruhig und leicht regulierbar wie eine Gasflamme. Auf diese Weise können
etwa 6-10 % an Wirkungsgrad durch völligen Ausbrand der Flugasche gewin-
nen werden.

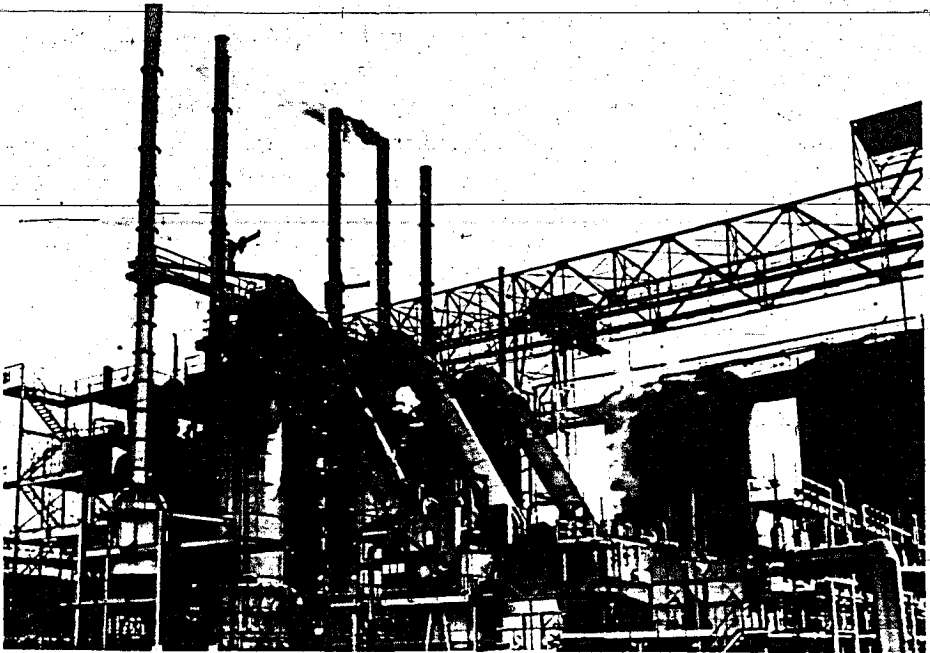
Tergas wurden bisher im technischen Betrieb Braunkohlen und Gruben-
kohle etwa 10 - 12 verschiedenen Gruben mitteldeutscher Braunkohle und einer
schlesischen Braunkohlengrube. Alle Kohlen waren für die Tergasung gut geeignet,
wobei auch geringe Unterschiede in Wirkungsgrad vorhanden sind. Insofern, als
Kohlen mit niedrigeren Schmelzpunkt, die eher zum Verschlacken des Roetes
führen zur Verschlackung der Gasausgänge führen, mit etwas höherem Generatorgas
zufahren werden können müssen, d.h. sie haben einen etwas höheren Dampfdruck
und bekommen einen etwas schlechteren Ausbrand. Aber auch diese Kohlen
unterscheiden sich nicht weiter als 1-2 % von den oben angegebenen Tergasungs-
Wirkungsgrad von 80 %.



Prof. Dr. Carl Bosch hat in einem Vortrag „Probleme großtechnischer Hydrierungs-Verfahren“, gehalten vor der Norwegischen Akademie der Wissenschaften in Oslo am 6. Oktober 1933 auch die Vergasung im Winkler-Generator beschrieben (Chemische Fabrik 7. Jahrgang 1934 Nr. 1/2). Er weist darauf hin, dass es Fränkl-Linde damals gelungen ist, den Sauerstoff so billig zu gewinnen, dass er für die Großvergasung herangezogen werden konnte. Im D.R.P. 443 445 vom Mai 1925 betreffend die Vergasung mit Oberwind wird auch auf die Vergasung mit Sauerstoff und Lindeluft, statt Luft hingewiesen. Aber 1925 waren Sauerstoff und Lindeluft zu teuer. Die ersten Versuche mit Fränkl-Linde-Sauerstoff führte 1931 Dr. Augsten in Leuna durch. Ausser Dr. Augsten waren noch Dr. Pattenhausen, Dr. Messerknecht, Dipl.-Ing. Öhler, Dr. Eckhardt und Dr. Pastzold verdienstvolle Mitarbeiter von Obergang Sabel.

Die Banag-Meguin A.G., Berlin bekam die Bau-Lizenz für die Winkler-Generatoren und sie baute diese Generatoren für die Hydrierwerke in Magdeburg, Bunkern, Zeitz und Bruns. Fig. 20 zeigt 3 solcher Generatoren in der Anlage in Zeitz. Fig. 21 ist ein Winkler-Generator in Magdeburg.

Fig. 20



Sie haben keine Fraktionierung an Generatorkopf, sind aber dafür wegen der Staubabreinigung höher als die Generatoren in Leuna (von Rest bis zum Gasausgang 22 m., in Leuna 15 m.). In diesen Anlagen wurde Grade von der Schwelung von Braunkohle-

Erkettts oder von Braunkohle (in Bräse) vergast. Diese Grude hatte zum Beispiel in Zeitz bis zu 45 % Asche. Auch in Leuna wurde nach 1939 hauptsächlich Grude mit 30-55 % Asche von den umliegenden Schmelereien vergast. Bei Erzeugung von 80 000 m³ Wassergas in einem Generator in Leuna werden stündlich etwa 50 to solcher Grude mit 17-18 to Asche vergast. Die staubförmige Asche wird, wie Fr. Winkler bereits in D.R.P. 437 970 beschrieben hat, von dem erzeugten Gas aus dem Generator weggeführt (in Leuna 90 % der Gesamtmenge) und wird in der Multiklon-Anlage (Siehe Schema Nr 279) abgeschieden. Auch die Vergasungsanlagen der Hydrierwerke waren, wie das Schema Nr 279 zeigt, mit Abhitzeessel und Multiklon-Anlage ausgestattet.

Es sei noch bemerkt, dass in Leuna ab 1926 bis 1931 in den Winkler-Generatoren hauptsächlich Kraftgas durch Vergasung von Braunkohle mit Luft erzeugt wurde und zwar war die Erzeugung an Gas meist sehr hoch z.B. im Mai und Juni 1929 durchschnittlich 200 000 m³ Kraftgas stündlich. In Herbst 1929 machte sich die beginnende Wirtschaftskrise bemerkbar und die Stickstoffproduktion in Leuna und damit auch die Erzeugung an Kraftgas ging stark zurück.

Es muss noch erwähnt werden, dass wir in Leuna 1927 noch einen Versuch zur Probierung der Rohbraunkohle mit 50-60 % Wasser durch Einführung dieser Kohle direkt in das etwa 950 °C heiße Gas (etwa 25 000 m³/h) aus dem ersten Generator machten.

Fritz Winkler übernahm selbst die Einführung der Rohkohle oben auf einer Düse an Gasausgangrohr des Generators. Wir hatten den Behälter für die Rohkohle und die Schnecke für deren Einführung in den heißen Gasstrom provisorisch gerichtet. Der Versuch ging an sich ganz gut. Es trat jedoch ein Gasdrückbruch an der Schnecke für die Rohkohle und einige Meter auf der Düse behinder CO-Vergiftung. Das war der erste Fall von Gas-Vergiftung, den wir in Leuna hatten. Die bei dem entsprechenden Versuch in Cygan wurde die Trockenhohle in einem großen Zylinder abgeschieden und von dort abgelassen. Es zeigte sich folgender Sachstand: Wurde die Braunkohle auf etwa 8 % Wasser getrocknet, dann enthält das Kraftgas geringe Mengen Teer. Die Verwendung dieses teerhaltigen Gases ist nicht in Frage. Beim Trocknen im Gasstrom wurden die staubförmigen Anteile abgetrennt, sodass diese Staubböhlle geschwemmt wurde. Beim Ablassen aus dem Zylinder geriet diese Staubböhlle in Brand. Es blieb keine andere Verwendung der Wärme des den Generator mit etwa 1000 kg verlassenden Gases übrig als für die Erzeugung von Dampf. Sämtliche 5 Generatoren in Leuna wurden mit Dampf-esseln zur Erzeugung von 55 Atm.-Dampf ausgerüstet. Es gab auch da anfangs Schwierigkeiten, die aber bald Lehnber von Dampftrieb Leuna unter Führung von Dr. Guillemins und Obering. Valder behoben wurden.

Auch die elektrische Abscheidung des Staubes aus dem Gas nach Passieren des Dampfkessels wurde 1927 für etwa 20 000 m³ stündlich durchgeführt. Dieses Verfahren war aber zu teuer. Es wurde daher eine Multiklon-Anlage eingebaut. Diese reinigte zwar das Gas nicht so weitgehend wie die elektrischen Abscheider, aber in dem nachfolgenden Kühler und Desintegrator, beide mit Wassernebspritzung wurde der Staub bis auf 20 mg/m³ Gas ausgebläht. Dies war für uns eine angenehme Überraschung, ist aber darin begründet, dass der Staub im Gas auf etwa 1000 °C erhitzt wird und keine Spur Teer, auch bei Vergasung von Braunkohle, enthält. Der Staub wird daher von Wasser leicht benetzt und gut ausgebläht.

Der Wanderrrost am Generator I war, wie sich im Verlauf des ersten Großversuches in Leuna zeigte, empfindlich gegen einseitige Erhitzung die sich besonders am Schlackenaustrag ungünstig auswirkte. Dieser Wanderrrost war um ein Mehrfaches größer wie unser erster Wanderrrost am 4 m²-Generator in Gypau, der infolge seiner geringen Größe weniger empfindlich gegen Erhitzung war. Dr. Chr. Schneider und Obering. Sabel schlugen anstelle des Wanderrostes einen Planrost mit Wassergekühltem Rührarm vor und Wegführung der Schlackenstücke durch eine Öffnung im Planrost mit anschließendem Rohr nach unten, an das sich eine Schnecke zur Entfernung der Schlacke anschloss. Diese Schnecke wird automatisch durch den sich drehenden Rührarm eing- und ausgeschaltet. Im Schema Nr. 279 ist am Generator dieser Rost u. s. w. eingezeichnet. Diese Schlackenabführung hat sich sehr gut bewährt und sie wurde dann bei allen Generatoren angebracht, die nach dem Minkler-Verfahren arbeiten. Die Voraussetzung für das Funktionieren des Schlackenrührers und der Schlackenschnecke ist, dass die Schlacke in nicht zu großen Stücken anfällt. Wenn die Kohle im Generator richtig in Bewegung gehalten wird und die Kohletemperatur nicht zu hoch ist, kann sich nur kleine stückige Schlacke bilden. Sie von dem nahe über dem Planrost streichenden Rührarm erfasst und zu dem Abzugsrohr geschoben wird. Durch diese Verbesserung wurde die Bedienung des Generators um ein weiteres Stück vereinfacht. Stünige Mann können einen Generator wie 20 000 m³ Wassergas Stundenleistung mit Dampfkessel und Staubabscheidung in der Multiklon übersehen. Die feinkörnige stückhaltige Kohle wird mit Schnecken in den Generator eingeführt. Der größte Teil der Asche nimmt das Erzeugnis Gas aus dem Generator mit fort, der kleinere Teil geht als Schlacke mittels einer Schnecke durch den Rost ab. Dem Mann am Generator muss dafür sorgen, dass die Kohletemperatur im Generator gleich bleibt und die Temperatur im Kohletett auf Generatorkopf auf möglichem Stand gehalten wird durch die welche Beschaffenheit der Braunkohle. Wenn der Grade fließt nur ein geringer Verschleiß der Schnecken statt. Für den Rührarm im Generator muss auch die hintere Schlackenabfuhr stärker abgerieben und muss, wie Sabel auch

2) In der Trockenanlage mit den Dampföhrentrocknern wurde der Braunkohlestaub auch weiterhin elektrisch abgeschieden.

führt, in Leuna einmal im Jahr ersetzt werden. - Erwähnt muss noch werden, dass in der Vergasungsanlage in Brück die ausgeschweifte Feinkohle, unter 10 mm Korn mit Staub, mittelst Stickstoff auf pneumatischem Wege auf einige 100 m von der Lurgi-Schmelzanlage zur Vergasung befördert wurde. In der Lurgi-Schmelzanlage von Brück wurden keine Briketts sondern stückartige Braunkohle von etwa 20 verschiedenen Gruben Fortuna, Zentrum, Guido, Hedwig u.s.w. geschwelt. Der Schwelkoke über 10 mm wurde verkauft und der unter 10 mm Korn mit Staub kam zur Vergasung in die Generator-Anlage. Der Aschegehalt dieses feinen Schwelkokes war sehr verschieden von 20 % bis zu 50 % (Grube Hedwig). Die Vergasungs-Versuche mit diesem Feinkoks der von der Lurgi-Schwelerei Böhlen kam wurde 1939 bei den Generator-Versuchen in Oppau durchgeführt. Die Vergasung in Brück lief einwandfrei bis 1945. 1939 machten wir in Oppau auch einen Vergasungsversuch mit 95 to Grude vom Hydratwerk Zeitz, der auch von Böhlen kam, da die Schwelerei in Zeitz bzw. Espenheim noch nicht fertig war. Diese Grude hatte damals bis zu 33 % Asche. Späterhin nach Inbetriebnahme der Anlage in Zeitz hatte die dort vergaste Grude bis zu 45 % Asche. Auch diese Anlage lief einwandfrei. Einmal ereignete sich in Zeitz eine Explosion in dem dazugehörigen Gasometer und in der Schwefelreinigungs-Anlage durch die Unachtsamkeit der Bedienung von einem der Generatoren. Dieser Generator wurde kalt gefahren, hatte also kein glühendes Kohlebett und der Sauerstoff aus diesem Generator mischte sich zu dem Gas aus dem in Betrieb befindlichen Generator. Im Gasometer u.s.w. bildete sich ein Knallgas-Gemisch und es gab eine schwere Explosion.

Zum Abschluss des Kapitels über die Vergasung von Braunkohle sollen noch einige Bemerkungen angefügt werden.

- 1927 hatten wir in Leuna einmal beim Anfahren des zweiten Generators eine Kohlenstaub-Explosion im Generator ohne dass irgendwie ein Schaden verursacht wurde. Fr. Finkler war damals selbst am Generator. Im Bedienungsraum war nur eine starke Erschütterung des Generators zu spüren, die Explosion ähnlich dem Donner mit einem fernen Gewitter wurde in der Umgebung gehört. Bei der Untersuchung über die Ursache stellte sich heraus, dass der Anfahröfen nicht richtig gefüllt worden war. Er enthielt zum Teil unverbrannte Braunkohle. So war vergessen worden, die Kohlefüllung des Anfahröfens vor dem Ablassen nochmals mit Luft hoch zu blasen und gleichmäßig glühend zu machen. Man muss in einer solchen Anlage eine zuverlässige Bedienung haben. Leute die speziell für einen solchen Betrieb geeignet sind.

1931/32 haben wir in Leuna einen Großversuch zum Schmelzen von der feinsten Trockenbraunkohle in einem großen Röhrenofen mit 300 Röhren (ø 80 mm Länge 6 m) durchgeführt. Dieser Ofen setzte im Tco 250 to Trockenbraun-

Kohle durch. 1928 und 1929 gingen Versuche von Fr. Winkler und Ed. Linckh in Oppau mit 2 kleineren Ofen voraus und zwar setzte der letzte Ofen in Oppau 40 to T.B.K. täglich durch. Der Röhrenofen in Leuna lief unter der Führung von Ed. Linckh ohne Störung 5 Monate. Ein Teil der anfallenden Grude ging in die Generatoren, der andere Teil wurde in einer direkt neben der Schmelz-Anlage befindlichen Feuerung eines Dampfkessels auf einem sogenannten Schirmventil-Wanderrost von Geißen verbrannt. Auf diesem Rost wurde die Grude in einer Höhe von etwa 72 m von der Luft auch in flüssiger Bewegung gehalten. Weitere Luftmengen zwecks völliger Verbrennung von Gas und Kohlestaub wurden an verschiedenen Stellen des Kessels oben eingeblasen. Dieser Wanderrost war auch etwa 5 Monate im Betrieb, Es war kein Schlitzrost, wie der von uns benützte Wanderrost, sondern die vertikalen Bohrungen im Rost für den Luftdurchgang waren mit beweglichen Schirmventilen bis auf einen schmalen Spalt abgedeckt. Dieser Wanderrost war anfangs besser wie der unsrige. Nur späterhin machten die Schirmventile Schwierigkeiten. Aber das hätte sich überwinden lassen. Unsere Schmelzung der feinkörnigen T.B.K. kam nicht zur Einführung. Da Braunkohlebrikett-Fabriken genügend vorhanden waren, wurde späterhin auf die Brikkettschmelzung nach dem Spilgas-Schmelzverfahren der Lurgi übergegangen.

Fr. Winkler machte 1928 in Oppau auch Versuche über die Förderung und gleichzeitig teilweise Vergasung von Trockenbraunkohle im mit Schamottesteinen ausgemauerten Rohr mittelst Luft. Dieses etwa 30 m lange Rohr mündete in einen desgleichen feuerfest ausgemauerten Behälter von etwa 50 m³ Inhalt, in welchem die glühende Grude gespeichert wurde. Mit dieser Grude wurde periodisch Wassergas hergestellt. Die Heißblaseperiode war natürlich kürzer wie bei der Vergasung von L.S.A. direkt. Das bei der Förderung der T.B.K. im Rohr entstehende Gas und das Heißblasegas sollten unter einem Dampf-Kessel verbrannt werden. Durch die Verwendung des billigen fränkli-Linde-Sauerstoffs zur Vergasung kam das obige Verfahren nicht mehr in Frage.

Es müssen noch einige Patente angeführt werden, die das Hauptverfahren und die Verbesserungen desselben betreffen:

F.P. 651 948 mit Zusatz 35 382

F.P. 617 064 elektrische Vergasung

D.P. 214 544 und E.P. 279 316

E.P. 268 599 elektrische Vergasung

U.S.P. 1 770 076 Herstellung von Wassergas

U.S.P. 1 915 908 enthält eine Skizze des Generators mit erweitertem Kopf und anhängendem Cyklon für die Vergasung des Kohlestaubes über dem Schmelzrost. Im Cyklon scheidet sich nicht vergastee Feinkorn ab und fällt in den Generator zurück.

1934 erhielten wir aus dem Ausland die erste Anfrage betreffend die Vergasung von Braunkohle und zwar handelte es sich um Braunkohle aus dem Mosauer Becken. Die Kleinversuche, die wir in Oppau mit dieser Kohle durchführten, fielen günstig aus. Infolge des hohen Gehaltes der Asche an Al_2O_3 war der Asche-Schmelzpunkt hoch. Es sollte in einem Generator in Leuna ein Großversuch gemacht werden. Aber die Verhandlungen mit Russland zerschlugen sich. Späterhin erhielten wir noch Braunkohlen aus Österreich, Italien, Jugoslawien, Griechensland, Spanien und der Türkei, aber zum Bau einer Vergasungs-Anlage kam es nicht mehr. Braunkohleproben wurden uns noch von Sachalin (Japan) und Brasilien geschickt. Von Brasilien erhielten wir auch Ölschiefer (Olyoco Eapirtit(Sante) *) mit 27 % Öl bei 30 % Wassergehalt. Die Versuche mit all diesen Kohlen waren jedenfalls für uns sehr interessant.

Vergasung von feinkörnigen Steinkohlen und von Feinkoks.

1926 wurden, wie schon erwähnt, Vergasungsversuche mit feinkörnigen Anthrazit und Koksgries von der Ruhr im 4-²-Generator in Oppau gemacht. In ein neues Stadium kamen die Versuche zur Vergasung von Steinkohle durch den Besuch von Fr. Finkler bei der Standard Oil of New Jersey in Bayway bei New-York vom Januar bis Mai 1931. Er war hauptsächlich wegen der Krackung von Raffinerie-Abgasen bei der Standard. Auf die Herstellung von Aethylen, Propylen und Butylen war er bei der Vergasung von Trockenbraunkohle in Oppau gekommen. Hierüber soll im letzten Kapitel berichtet werden. Er lernte bei der Standard die sogenannte „soft coal“ kennen. Er hörte auch von der verbesserten Abbauprobe der Steinkohle in U.S.A. und wollte ein Bergwerk besichtigen (über die Senet-Selway-Gasproducer Comp. durch Vermittlung von W.P. Fickhardt, Chemnyoo, New-York). Leider wurde nichts aus diesem Besuch. Was Fr. Finkler über die Feinkohlen sagte, war sehr interessant. Es gibt soft coal mit nur 1,5 % Asche und geringem Schwefelgehalt (1 % und weniger). Wegen des geringen Schwefelgehaltes bewegen die Stahlwerke den Koks dieser Kohle. Sie verkaufen die Kohle, welche sie etwa 70 % Koksausbeute, selbst und geben das Gas an die Städte ab. Die Senet-Selway-Gasproducer Comp. machte damals das Gas für New-York in Vertikal-Höfen aus Schamotte aus denen der Koks unten abgelassen wurde. Der Koks wurde für den Hausbrand und für Warmwasserheizungen verkauft. Dieser Feinkohle hatte etwa das halbe Volum-Gewicht wie Kokereikoks. Es wurde Fr. Finkler gesagt, dass von diesem schweren Koks eine einmalige Füllung des Warmwasser-Rohrs mit etwa 150# den ganzen Tag verbräut. Diese Füllung nimmt früh der Morgen

a) Ferner von Tabaté, Brasilien

vor, ehe er in's Geschäft ging. Von dem leichtesten Weichkoks gingen nur 75-80 # in den Ofen. Es war also notwendig mit dem Weichkoks in Laufe eines Tages mindestens 2 Mal nachzuschüren.

Diese stark backende und blühende Weichkohle interessierte Fr. Winkler sehr. Er hörte auch von den Verfahren der Clinchfield Co. in West-Virginia, nach welchem die Weichkohle kontinuierlich in Drehrohröfen geschwelit und der noch nicht ausgegarte Koks dann zu Briquette gepresst wird, die dann nochmals stark erhitzt werden. Auf diese Weise wird ein schwerer Hartkoks gemacht. Dieses Verfahren soll aber zu teuer gewesen sein. Die Schwelung der Weichkohle in Vertikal-Retorten aus Schamotte wurde damals in U.S.A. fast allgemein durchgeführt.

W.P. Pickhardt besorgte für die Versuche von Fr. Winkler etwa 1500 kg feinkörnige soft coal von der Old Ben Coal Corporation, Mine B, Chicago. In August 1931 kam diese Kohle bei den Generator-Versuchen Oppau an. Die Frage war: Wird es gelingen, diese stark backenden Feinkohle in der in hochender Bewegung befindlichen Kohlefüllung zu vergasen, ohne dass ein Zusammenbacken zu großen Stücken stattfindet, die auf den Rost absinken und diesen rasch zuschmelzen würden? Nach einigen Vorversuchen im kleinen Versuchsofen war die Lösung bald gefunden. 1 Liter dieser Feinkohle wog 660 g. 1 Liter des aus der soft coal hergestellten Feinkokeses wog nur 320 g. Würde diese Feinkohle wie die Braunkohle mit der Schnecke direkt über den Rost eingedreht, dann würde sie sich nur schwer mit dem darüber befindlichen leichteren Feinkoks mischen, und zu großen Stücken zusammenbacken. Wie aus der Fig. 22 (Bild vom Pittsburger Vortrag) ersichtlich, wurde die Weichkohle mit der Schnecke über der Kohlefüllung eingeführt. Die Kohlekörner fallen von oben auf die in hochender Bewegung befindliche glühende Koksfüllung und verteilen sich unter Vertikung und Aufblühen in dieser. In dem von Fr. Winkler für die dritte International Conference on Bituminous Coal in November 1931 in Pittsburg ausgearbeiteten Vortrag:

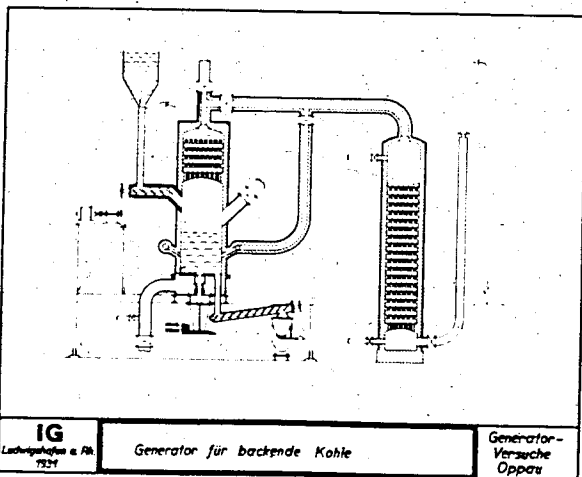


Fig. 22

IG
Lachmeyer & Pk
1931

Generator für backende Kohle

Generator-
Versuche
Oppau

„The Gasification of fine-grained coal in the Winkler-gas producer“ wird am Schluss das Ergebnis der Versuche mit der soft coal angeführt. Prof. Grimm hielt diesen Vortrag. Fr. Winkler war es wegen besonderer Umstände leider nicht möglich 1931 nochmals nach U.S.A. zu kommen.

Der mit der soft coal begonnene Versuche wurden mit Flammenkohlen von der Ruhr fortgesetzt. Unter diesen Kohlen war keine, die eine solche Backfähigkeit hatte und sich so aufblähte wie die soft coal. Einen Feinkoks mit einem Litergewicht von nur 320 g haben wir mit der Ruhr-Flammkohle niemals erhalten. Er hatte gegen 400 g Litergewicht und war noch schwerer bei hohem Aschegehalt. Die Vergasung der Steinkohle benötigte höhere Temperaturen und führte leichter zu Verschlackung. Da fanden wir folgenden Ausweg: Ein Teil des erzeugten Gases wird anstelle des Vergasungsmittels unter dem Rost eingeblasen und hält die Kohlrückfüllung in kochender Bewegung. Luft, Sauerstoff, Dampf werden durch Düsen nahe über dem Rost eingeführt. Der andere Teil der Luft u.s.w. kommt wie üblich, als Oberwind zur Anwendung. Wir nannten diese Vergasung Wälzgas-Verfahren.

Fr. Winkler und Eduard Linckh arbeiteten es aus. Folgende Patente liegen darüber vor:

- D.R.P. 647 142
- E.P. 421 356
- F.P. 774 537
- U.S.P. 2 111 579.

In Deutschland kam das Verfahren nicht zur Anwendung. Da war damals guter Koks für die Wassergas-Brzeugung in genügender Menge da. Wir hatten für diese Steinkohleversuche einen neuen Versuchsgenerator mit 0,9 m² Schachtquerschnitt, 3 m Innenhöhe und oben erweiterten Kopf aufgestellt. Er kann mit und ohne Wälzgas gefahren werden. Die Erfahrungen an einem großen Generator fehlten uns, darum waren wir mit Garantien vorsichtig. 1934, 1935 und 1936 bekamen wir aus Japan größere Mengen verschiedener Steinkohlen und Schmelzkoks und führten damit Versuche durch. An diesen Versuchen waren außer Linckh noch Dr. Duftschmid beteiligt. So wurden dann in Japan auf Grund dieser Versuche 3 Anlagen mit je einem Generator für Stickstoff-Synthesegas gebaut.

Die Yahagi Werke in Kijoya machte aus Halbkoks von Kathero-Kohle (Sachalin) stündlich etwa 6500 m³ Gas. Dieser Halbkoks hatte 14 % - 20 % Wasser und 12 - 15 % Asche.

In der Anlage der Nippon Kasei auf der Insel Kjusju kam eine stark kochende Steinkohle zur Vergasung mit 4-7 % Wasser und etwa 9 % Asche. Es wurden erzeugt stündlich 10 000 - 11 000 m³ Gas mit 11 % - 12 % CO₂, 64-65 % CO + H₂, 0,9 % CH₄ und 0,2 % H₂. 0,18 m³ Sauerstoff (90%ig.) wurden auf 1 m³ Steinkohlegas verbraucht. Der Fehlbrennverbrauch war 0,50 - 0,55 kg 1 m³ Gas (15 °C, 760 mm.).

Die dritte Anlage war in Toyama. Sie gehörte der Nissan Kagaku. Die verwendete Steinkohle wurde in Takamatsu auf der Insel Kyushu in Tiefbau gefördert. Es war eine tiefschwarze Kohle mit Einschlüssen von Bernstein-artigem Bergharz. Sie war stark backend und ziemlich blühend. Sie wurde mit Schiff zum Hafen von Toyama befördert. Sie enthielt 4 % Wasser und 12-13 % Asche. Es sollten 11 000 - 12 000 m³ Gas stündlich gemacht werden. Das Gas hatte nahezu dieselbe Analyse wie bei der Nippon. Der Kohleverbrauch war desgleichen derselbe wie oben.

Diese Generatoren konnten mit Wälgas gefahren werden. Linckh hat 1937 und 1938 diese 3 Generatoren angefahren. Fr. Winkler konnte nicht nach Japan, da er an den Folgen einer Operation zu leiden hatte. Für die Herstellung von Stickstoff-Synthesegas benötigte Linckh das Wälgas nicht.

Wir hatten aus Japan auch Steinkohlen mit 20-23 % und mit 43-45 % Asche erhalten. Doch von der Vergasung von Steinkohle mit derartig hohem Aschegehalt sehen wir damals ab. Auch von Frankreich (von Schneider u. CO. und von Mines de Blanzay) erhielten wir 1935 Steinkohle mit 39-45 % Asche. Braunkohlen wurden uns von Frankreich nur für Aktivierungsversuche vom Onix, Toulouse, zugehickt. Wir haben damals auch Steinkohleproben aus China, Indien und Südafrika (Ernold) erhalten.

Ein Problem hatten wir noch nicht gelöst: Die Herstellung von einem brauchbaren Heizgas mittelst Luft aus Flugkoks oder Koksgries. Der Koksgries kann nach unserem Verfahren eben wegen seiner geringen Reaktionsfähigkeit gut zur periodischen Herstellung von Wassergas verwendet werden. Beim Heißblasen einer Füllung von Koksgries mittelst Luft kann durch entsprechende Anordnung der Luftdüsen ein Heißblasegas mit nur 6-7 % CO erhalten werden. Aber ein Heizgas aus Feinkoks mit etwa 1000 EE/m³ mittelst Luft in unserem Betriebsgenerator kontinuierlich herzustellen, das war uns noch nicht gelungen. F. Flesch, seit 1938 Mitarbeiter von Fr. Winkler, machte ¹⁹⁴³ mit dem sehr feinen Flugkoks der Gasfabrik Oppau Vergasungsversuche im ruhenden Kohlebett mit Luft von oben nach unten wie beim Junkert-Lastwagen-Generator oder beim Schweizer-Generator. Es entstand ein Gas mit 1,4 % CO₂, 27,2 % CO, 6,4 % H₂, 0,4 % CH₄ und 64,6 % N₂ (Hu = 1020 EE). Die Schlacke bildete sich in Stücken verteilt auf der Oberfläche der Kohleschicht. Die Größe dieser Schlackenstücke hängt von der Dauer des Blases mit Luft ab. Im vorliegenden Falle wurde 10-12 Minuten mit Luft von oben geblasen und dann umgestellt auf Dampf von unten (Ausspülen der Luft über der Koksschicht mittelst Dampf 1 Minute) und die Koksfüllung in ihrer ganzen Schichthöhe in leicht wirbelnde Bewegung versetzt, wobei gleichzeitig Feinkoks nachgefüllt wird. ^{x)} In dieser Dampfperiode von etwa 2 Minuten Dauer sinkt die Schlacke nach unten auf den Rest und wird von dem Rührer nach aussen geschafft. Ferner findet in diesen 2 Minuten in

2) Seite 10 D.B.P. 458 843: Periodische Herstellung von Wassergas, Dampf geht von oben nach unten durch die Kohle.

der fallenden Kohle, zu der die Frischkohle dazu kommt, eine Schichtung nach Korngröße statt, wobei die großen Körner nach unten sinken und die feinste Körnung oben bleibt. ²⁾ Es wurde ein Wassergas geblasen mit 8,6 % CO₂, 26,2 % CO, 42,8 % H₂, 0,4 % CH₄ und 22,0 % N₂ (H_U = 1920 HS). Dieser Versuch wurde in einem kleinen Versuchs-Generator mit 0,66 m² Schachtquerschnitt ausgeführt 4 Perioden wurden in der Stunde gemacht und auf 0,66 m² Schacht 650 m³ Luftgas und 70 m³ Wassergas hergestellt. Der verwendete Flugkoks war ausserordentlich fein 0-1/2 mm Korn etwa 40 %, 1/2-1 mm 20 %, 1-2 mm 20 % und 2-4 mm 20 %. Da nur ein Luftdruck von etwa 5 m H₂O zur Verfügung stand, konnte der Flugkoks wegen des großen Anteils an Feinkorn ^{H₂O} mit 500-650 mm Schichthöhe gefahren werden.

1944 machte Flesch im 0.66 m²-Generator einen Versuch zur Herstellung von Holzgas aus aschereicher Kohle von Krupp, Essen. Diese Kohle, Amalie-Mittelprodukt enthält 40 % Asche und war hinsichtlich Körnung wesentlich günstiger zusammengesetzt wie der Flugkoks. Sie enthält nur 2 % von 0-1/2 mm, 4 % von 1/2 - 1 mm, 10 % von 1-2 mm und der Rest von 84 % verteilte sich ziemlich gleich auf die Körnungen 2-4 mm, 4-6 mm und 6-10 mm. Es war eine leicht backende Kohle. Diese Backfähigkeit wirkte sich bei der Wassergasperiode günstig aus, indem sich aus der Feinkohle gröberes Korn bildete. Es konnte mit einer Höhe der Kohleschicht von 180 cm bis 200 cm gearbeitet werden. Bei 4 Perioden stündlich wurden gemacht abwärts mit Luft 900 m³ Gas (H_U = 1080 HS) und aufwärts mit Dampf 160 m³ Gas (H_U = 2720 HS). Dieses Wassergas enthält 1 % CnSn, 8,5 % CH₄ und etwas Teer. Beide Gase zusammen hatten H_U = 1520 HS. Auf 1 m² Schachtquerschnitt wurden pro Stunde 1500 m³ Gas erzeugt. Auf 1000 m³ Gas (15 °C, 735 mm) wurden verbraucht 335 kg Kohle und 200 kg Dampf. Mit Koksgrisa mit 12 % Asche, der etwa 20 % von 0-1/2 mm Korn, 20 % von 1/2 - 4 mm, 50 % von 4 - 6 mm und 10 % von 6-10 mm Korn enthält, also wesentlich gröber wie Flugkoks war, haben wir in denselben Generator mit 88 %igen Sauerstoff und Dampf auch einen Versuch zur Herstellung von Synthesegas gemacht, der gut ausfiel. Bei Vergasung von Kohle oder von Schmelzkoks aus Braunkohle mit Sauerstoff in gleicher Weise enthält das in der Dampfperiode erzeugte Gas einige Prozente CH₄ und auch etwas Teer, weil das Kohlebett nur im oberen Teil eine Temperatur von etwa 1000 °C und der Generatorraum über der Kohle nicht mehr als 600-700 °C hat. Zur Aufstellung eines Betriebsgenerators sind wir nicht mehr gekommen. Das Verfahren hat den Vorteil, dass auch Kohlen und Koks mit sehr niedrigem Asche-Schmelzpunkt vergast werden können. Wir nennen es Flesch-Finkler-Verfahren.

²⁾ Auch die leichte Kohle steigt nach oben. Durch diese Schichtung wird auf der ganzen Oberfläche der Kohle ein gleichmäßiger Durchgang der Luft erzielt.

Herstellung von Aethylen, Propylen, Butylen und Butadien
in der "flüssigen" glühenden Kohlefüllung.

Am 1., 2. und 3. April 1925 machten wir bei den Generator-Versuchen in Oppau die ersten periodischen Wassergas-Versuche mit 26 to Trockenbraunkohle "Elise" (von Leuna), die wir uns selbst getrocknet hatten, in dem 4 m²-Generator. Um die Menge des Heißblasegases (etwa 2000 m³ je Periode) und seine durchschnittliche Zusammensetzung genau zu bestimmen, fingen wir es in einem Gasometer auf. Es war nun auffällig, dass dieses Heißblasegas einen Geruch wie Stein-Kohle-Leuchtgas hatte. Das Gas enthält 0,5 % CnH_{2n} (C₂H₄). Wir schickten nun das Gas bis zur Sättigung durch einen kleinen Absorber mit getrockneter Aktivkohle. Das absorbierte Gas trieben wir mit Dampf aus und fingen es nach Passieren eines Kühlers getrennt in 4 kleinen Gasometern auf. Das Gas im ersten Gasometer hatte 23,1 % CnH_{2n}, 3,6 % C₂H₆ und 0,6 % CH₄, im 4. Gasometer hatte es 29,2 % CnH_{2n}, 3,0 % C₂H₆ und 0,0 % CH₄. Der Rest des Gases bestand aus 57-65 % CO₂ und 3 - 1,5 % CO. Im Kondensat nach dem Kühler war Benzol. Wir bestimmten über die Bromide die Zusammensetzung der Olefine im Gas. Sie bestanden zu 85 % aus C₂H₄, C₃H₆ und zu 15 % aus C₄H₈. - Die Trockenbraunkohle wurde mit der Schnecke direkt über dem Rest egedreht. Die Höhe der darüber befindlichen glühenden Kohleschicht war 140-150 cm. Wie Fr. Finkler in seinem Tagebuch vom 4. April 1925 bemerkte, musste sich der Teer der T.B.K. in der glühenden Kohlefüllung zersetzen und Benzol u.s.w. bilden und da bei diesen periodischen Fahren der Oberwind schwer einzustellen war, blieben Benzol u.s.w. in Gas.

Fr. Finkler und seine Mitarbeiter machten von nun ab auch Versuche zur Herstellung von C₂H₄, C₃H₆, C₄H₈ und von Benzol. Ausgangsstoffe waren Kohlen aber auch flüssige Brennstoffe wie Öle, Teer und Mineralöl-Rückstände. Wir führten die feinkörnigen Kohlen oder den Teer in die heißgeblasene Kohlefüllung ein, die mit Wasserdampf in leicht kochender Bewegung gehalten wurden. Wir meldeten dieses Verfahren im März 1926 an. (D.R.P. 496 342). Die Einführung flüssiger Brennstoffe in die in wirbelnder Bewegung befindliche Brennstoffschicht steht in Anspruch. Linckh und Messerknecht arbeiteten bei diesen Versuchen mit. Das gleiche Verfahren speziell für die Herstellung von Ölgas aus Teeroh und Mineralölen wurde von Alfred Starke, Hydrierung, im Oktober 1926 angemeldet (D.R.P. 484 743). Er hat seinen Anspruch allgemeingefasst für körnige Füllmassen die in wirbelnder Bewegung hochgehiezt werden.

Wir stellten bei diesen Versuchen ausser den Olefinen wie C_2H_4 u.s.w. auch Diolefine, nämlich Butadien in den Krackprodukten fest. Fr. Winkler und P. Feller machten nun systematische Versuche zur Herstellung von Butadien im elektrisch geheizten Ofen, in dem zwischen 2 Elektroden die Kohlefüllung in kochender Bewegung gehalten wird. (Seite 11: D.R.P. 457 179, U.S.P. 1 857 799 und F.P. 617 004). Dieses Verfahren hat den Vorteil, dass die Temperatur im Ofen sehr genau eingehalten werden kann. Zwischen 2 Graphit-Elektroden wurden feinkörnige Kohle auf $650^\circ C$ erhitzt und stündlich die Dämpfe von 40 kg Teer durchgeschickt, die die glühende Kohlefüllung dauernd in kochender Bewegung hielten. Das Gas enthielt 1 % CO_2 + H_2S , 39 % Olefine, 5 % CO , 25 % H_2 , 23 % CH_4 , 7 % N_2 . In den Olefinen waren etwa 20 % Butadien enthalten. - Der gleiche Versuch wurde gemacht mit Braunkohle mit 2 % Wasser und 23 % Teer bei $700^\circ C$. Das Gas, ohne CO_2 und H_2S enthielt 35 % C_2H_4 , C_3H_6 , C_4H_8 einschließlich Butadien. Anstelle der Kohle können auch andere elektrisch leitende körnige Materialien verwendet werden. Über das Verfahren existieren D.R.P. 490 563 und F.P. 36 561 Zusatz zu F.P. 617 004. Wir hatten das Verfahren auch in U.S.A. angemeldet, mussten es aber 1932 wegen der damals einsetzenden Sparmaßnahmen zurückziehen. - In unserem U.S.A.P. 1 840 649, das wir im März 1927 eingereicht haben, ist auf Seite 2, Zeile 55-60 die Spaltung von Teer, Öl, Mineralölrückständen und von Asphalt im glühend „flüssigen“ Kohlebett unter Bildung von Aethylen, Propylen und Butylen angeführt. (F.P. 33 382 Zus. F.P. 631 948).

Unsere Arbeiten über die Herstellung von C_2H_4 , C_3H_6 , C_4H_8 und Butadien beziehen nicht auf die Versuche im glühenden Kohlebett beschränkt und sie sollen ein abgerundetes Bild unserer Arbeit auf diesem Gebiet zu geben, kurz angeführt werden.

P. Feller fand, dass das Butadien aus Olefingasmischungen mit salzsaurem Cuprochlorid-Lösung eine Additionsverbindung, einen gelblichen Niederschlag gibt, aus dem das Butadien leicht durch Erhitzen gewonnen werden kann. Die Additionsverbindungen von C_2H_4 , C_3H_6 und C_4H_8 mit salzsaurem Cl_2 bleiben in Lösung. Es wurde erteilt: E.P. 303 523, F.P. 669 338, U.S.P. 1 795 549. Für die deutsche Anmeldung musste 1932 aus den oben angegebenen Gründen zurückgezogen werden.

Wir machten auch Versuche zur Erzeugung von C_2H_4 u.s.w. aus einer pulverigen Braunkohle von Riebeck mit etwa 20 % Teer in Cu-Per. Diese Pulverkohle konnte von Riebeck, Halle, nicht für die Extraktion von Montanwachs verwendet werden. 1929 stellten wir in Leuna eine große Apparatur auf, mit der P. Feller stündlich $2500 m^3$ Gas mit 19-20 % C_2H_4 , C_3H_6 und C_4H_8 herstellte. 2/3 der Olefine waren C_2H_4 . Durch Auswaschen mit Öl bei 10 Atm. wurde ein Gas mit etwa 65 % C_2H_4 , C_3H_6 und C_4H_8 erhalten, das in der Hydrierung zur Herstellung von Schmieröl verwendet wurde.

Auch über die Herstellung von Benzol und Homologen aus C_2H_4 , C_2H_6 u. s. w. arbeiteten wir ab 1925. P. Feiler fand den Chromoxyd-Kontakt (Kaliumdichromat auf Bimstein oder Aktivkohle) der diese Umsetzung von C_2H_4 zu Aromaten und Hydroaromaten praktisch ohne Kohlenstoff-Abscheidung ermöglichte (F.P. 626 117, E.P. 296 034). 1926 setzte auch die Mitarbeit von Dr. Häuber und Dr. Weigmann auf diesem Gebiet ein, wobei Dr. Häuber über unser sogenanntes Zweistufen-Verfahren in der ersten Stufe Herstellung von C_2H_4 u. s. w. in der zweiten Stufe Umwandlung von C_2H_4 in Benzol arbeitete. Dr. Weigmann machte Versuche über die Löslichkeit der Olefine in den aus Braunkohle erhaltenen Spaltgasen in Ölen u. s. w. Ed. Linckh untersuchte die Umsetzung von $CO + H_2$ an Kupfer-, Silber- und Gold-Kontakten und stellte die Bildung von geringen Mengen C_2H_4 , C_2H_6 und C_4H_8 fest. Im Folgenden stellte er den Eisenochmelzkontakt für die $CO + H_2$ -Ölsynthese her, der später seine praktische Anwendung für das Ölkreislauf-Verfahren von Dr. Duftschmid und für die Versuche von Dr. Klemm zur Herstellung von Äthylalkohol aus $CO + H_2$ fand.

1928 wurde uns von der Hydrierung von Dr. Pier, entgegeng gehalten, die Herstellung von C_2H_4 , C_2H_6 , C_4H_8 von Benzol u. s. w. aus Teer, Ölen und Braunkohlen habe keinen Zweck, denn alle diese Produkte würden von der Hydrierung in Benzin übergeführt. Äthan, Propan und Butan würden dagegen in den Abgasen der Hydrierung in großen Mengen zur Verfügung und die Weiterverarbeitung dieser Gase sei erwünscht.

F. Winkler und H. Häuber führten nun die Reaktion bei etwa $800^\circ C$ mit Äthan, Propan und Butan mit Metallrohren durch die innen mit einem Überzug von Zinn, Zink, Aluminium oder Chrom versehen waren, ohne dass sich die Rohre mit Kohle zusetzten (D.R.P. 595 248, U.S.P. 1 894 255). P. Feiler fand, dass ein aus Kalybdän-Carbonyl abgeschiedener Molybdän-Überzug in einem glatten V2A-Rohr ebenso wirkt wie ein Zinnüberzug. Morkwürdigerweise verhält sich ein aus Eisenkarbonyl abgeschiedener glatter Eisen-Überzug ebenso. (D.R.P. 590 874, U.S.P. 2 063 596). Hans Häuber machte Versuche mit Rohren, die innen mit elementarem Silicium überzogen waren (Anstreichen mit Wasserglas-Lösung und Aufstreuen von Siliciumpulver). Der Siliciumüberzug blieb vollkommen kohlefrei (D.R.P. 653 413 Zusatz zu D.R.P. 650 952). H. Häuber setzte diese Versuche mit sogenannten Siliciumstein als Kontakt bzw. mit Siliciumrohren, die aus Pulver von elementarem Silicium mit einem Bindemittel geformt waren, fort. Es war z. B. möglich, in einem solchen Rohr Methan bei $950^\circ C$ in mehrstägigen Versuch zu spalten, ohne dass es sich mit Kohle zusetzte. Es bildete sich ein glatter Überzug von Glanzkohle. (D.R.P. 559 755, U.S.P. 1 573 834 ferner D.R.P. 595 257, F.P. 717 494, U.S.P. 2 018 619 u. U.S.P. 1 922 918.

Wie schon Seite 32 erwähnt, war Fr. Winkler von Januar bis Mai 1931 bei der Standard in Bayway und zwar speziell bei der Standard Oil Development

Company im Forschungslaboratorium, das Hr. Per K. Frolich unterstellt war. Dort wurde über die Krackung von Erdgas und Raffinerie-Abgasen zwecks Herstellung von Aromaten gearbeitet. Die ersten Versuche waren schon 1929 im Massachusetts Institute of Technology in Quarzrohren gemacht worden. F. Winkler berichtete über unsere Versuche betreffend die Spaltung von Teer u. s. w. im glühend „flüssigen“ Kohlebett sowie über die Versuche mit Methan und Homologen in verzinneten, verzinkten, alitierten und chromierten Röhren sowie in den Siliciumrohren. Für die Krackung von Mineralölrückständen im „flüssigen“ Kohlebett hatte die Standard kein Interesse. Fr. Winkler machte nur im Laboratorium der Standard mit Hilfe der Chemiker von Hr. Per K. Frolich mehrere Dauer-Versuche zur Herstellung von Aromaten aus den Raffinerie-Abgasen in Siliciumstein-Röhren, die er von Deutschland mitgebracht hatte. auch mit einem Quarzrohr wurde unter denselben Bedingungen ein Dauerversuch gemacht.

Nach 5 Tagen war das Quarzrohr völlig mit Kohle zugesetzt, während die Siliciumrohre in 5-6 tägigen Versuch keinen Kohlenansatz zeigten. Diese Versuche waren im Februar bis Mitte März 1931 durchgeführt worden. Es wurde im Folgenden über den Bau einer Großanlage zur Herstellung von Aromaten aus den Raffinerie-Abgasen gesprochen, ein Projekt entworfen u. s. w. aber es würde in Rahmen dieser Abhandlung über Vergasung von Feinkohlen zu weit führen, wenn hierauf eingegangen würde. Entgegenkommenderweise wurde im März Fr. Winkler von der Standard die tube and tank-Anlage in Bayway gezeigt, die erst Mitte 1930 in Betrieb genommen war. Wie schon Seite 32 erwähnt, hörte er Näheres über die soft coal ebene über die Braunkohlenverkochen in U.S.A. Der Fortgang der Versuche über die Krackung von Raffinerie-Abgase der Standard wider Hydrocracking-Abgase in Lewin soll noch kurz angeführt werden. Die Standard machte noch 1931 Versuche in Chromstahlrohren mit 18 % Chrom mit günstigen Ergebnis. Wir hatten Gelegenheit ein Isocalloyrohr (mit etwa 30 % Chrom) aus U.S.A. zu erhalten. Häuber machte in diesem Rohr Crack-Versuche mit CH_4 und Homologen. Das Isocalloy-Rohr verhält sich nicht so günstig, wie wir nach seinem hohen Chromgehalt erwartet hatten. Es enthielt etwa 1 % Nickel, wie in analytischen Labor festgestellt wurde. Wir suchten nun einen Chromstahl mit möglichst wenig Nickel. H. Häuber fand schließlich die Krupp-Chromstähle FF25 und FF30 mit 25 bzw. 30 % Chrom, die unseren Anforderungen genigten. Die Krupp'schen FF25 und FF30-Rohre waren gezogen im Gegensatz zum Isocalloy-Rohr, das gegossen war. Häuber machte zuerst Versuche mit dem FF30-Rohr, das unter 0,2 % Ni und etwa 1 % Si enthielt, mit Propan und Eutan. Auch im Dauerversuch fand in FF30-Rohr keine Kohlenstoff-Abscheidung statt. Krupp stellte dann das FF30-Supra-Rohr her. Dieses gab unter den gleichen Bedingungen starke Kohlenstoff-Abscheidung. FF30-Supra enthielt 1 % Ni bei 30 % Cr. H. Häuber fand dann,

Das Seite 30 beschriebene Verfahren der elektrischen Erhitzung der kochenden Kohlefüllung lässt sich für die Herstellung von olefinhaltigen Gasen aus Braunkohlen, wie dort angeführt, sicher gut anwenden. Zur Behebung der Kohle wird man als Rückgas oder als Heizgas einen Teil des erzeugten Gases, aus dem C_2H_2 , C_2H_4 und C_2H_6 schon gewonnen wurden, verwenden und wird ihm je nach Bedarf mehr oder weniger Dampf zusetzen. - Es wurde auch ein Versuch mit kontinuierlichen Einpumpen von Mineralöl-Rückstand in die Kohlefüllung des mit Sauerstoff betriebenen 0,9-m²-Generators gemacht. Je nachdem wie das Öl eingeführt wird ob bei den Sauerstoff-Düsen oder über denselben, wird es bis zu $CO + H_2$ vergast oder zu CH_4 und Homologen verbletet. Es ist auf diese Weise sicher möglich ein Gas mit mindestens 4 000 W.B./m³ herzustellen.

Nachtrag.

Die Zeichnungen von den Winkler-Generatoren 2 u. 3. in Leuna sind sowohl P. Winkler wie Obering. Lampe vorhanden. Wir haben nun die 2. St. in 2 Exemplaren von Leuna im Innern ausgelagerten Zeichnungen des Werkes Oppau (best. 30 000 Stück) über einmündig auf dem Öl-Ofen von Kautschukgen. anzuverwandeln. Die Zeichnungen werden nun fertig und eingedruckt. Von den Generatoren 2, 3, 4 und 5 in Leuna wurde die jetzt noch keine Zeichnung gezeichnet.

Fritz Winkler