

# Aktennotiz

über die Besprechung mit

in **Melton** am **27.7.u.8.1938**

Anwesend:

Alberts  
Feisst  
Neelam  
Schuff

Verfasser:

Dr. Schuff.

Durchdruck an:

Martin  
Hagemann  
Alberts  
Feisst  
Neveling  
Neelam  
Schuff  
Betr.-Kontr.  
Gehrke

Zeichen:

Datum:

KB. DG. Schuff./Htg. 27.9.1938.

Betrifft:

## Allgemeine Fragen der Schwefelreinigung.

Angesichts von den günstigen Betriebserfahrungen mit der Feinreinigung von Synthesegas in Gegenwart von Sauerstoff, der nun bei allen Verketen zugesetzt wird, sollte in Hinblick auf den Erfahrungsaustausch über dieses Thema in nächster Zeit festgestellt werden, wie der Stand der Forschung auf diesem Gebiet ist, welche Arbeiten in Gange sind und welche Folgerungen für die Herstellung der Feinreinigungsmasse gezogen werden können.

Kinsichtlich der Bewertung der Masse für den Betrieb werden Sodagehalt, Porosität und Korngröße herangezogen. Durch den Zusatz von  $O_2$  vor der Feinreinigung ist eine Reaktionslenkung gegeben derart, dass die sulfidische Schwefel-Bindung an Natrium praktisch anscheidet gegenüber der sulfatischen an das Natrium der Soda. Damit ist die erreichbare S.-Belastung der Masse nur noch abhängig von ihrem Sodagehalt. Es wird daher die Frage aufgeworfen, welche Auswirkungen ein höherer Sodagehalt auf Festigkeit und Porosität der Masse hat und was man über den Einfluss der Porosität auf die Reinigungswirkung der Masse kennt. Es wird festgestellt, dass die Feinreinigungsversuche früher mit einer Masse durchgeführt wurden, die 50% Soda enthielt und dass lediglich die hohen Aufwendungen für Soda dazu führten, auf etwa 37% herunter zu gehen. In Abwesenheit von Sauerstoff spielt Soda in wesentlichen

eine katalytische Rolle bei der Spaltung der organischen Schwefelverbindungen, während die Bindung des Schwefels an das Eisen der Lammase erfolgt. In Gegenwart von Sauerstoff hingegen entfällt das Argument des Kostenaufwandes, vorausgesetzt, dass die Soda auch bei erhöhter Menge voll zur sulfatischen Schwefel-Bestimmung ausgenutzt wird. Versuche über die Festigkeit solcher Massen und die Änderung ihrer Porosität werden in Angriff genommen.

Zur Erzielung einer günstigeren Gasverteilung werden von der Ruhrbenzin Versuche mit Kleinkorn 3-6 mm durchgeführt. Dieses Korn scheint gleichzeitig den Vorteil zu haben, viel weniger Staub zu enthalten und beim Einfüllen auch weniger erneute Staubbildung zu zeigen als das bisher gelieferte Korn 6-15 mm. Man kann annehmen, dass bei der Art der Herstellung die groben Stücke durch Staub verklebte Kleinhörner darstellen, also mechanisch weniger widerstandsfähig sind als letztere. Es wird die Frage erörtert, ob beim Trocknungsvergang durch Ausblühen eine Sodaanreicherung an der Oberfläche eintreten kann, sodass beim Brechen und Abreiben durch Abrieb kleineres Korn sodaärmer werden kann als gröberes. Betriebserfahrungen haben dafür keinerlei Anhaltspunkte gegeben. Es wird weiterhin angeregt, den Einfluss der mehr oder weniger sorgfältigen Annäherung des Lastrostes auf die Kornfestigkeit zu untersuchen, wie er von der Kontaktfabrikation her bekannt ist. Die Bedeutung anderer Verformungen z. B. Kugelhörn ergibt sich erneut.

Auf die Konstruktion der Feinreinigertürme wird kurz eingegangen. Bei den Kinsätzen hat eine Vergrößerung der Schichthöhe durch Herausnahme der Zwischensiebe keine Sonderwirkung ergeben, (Maxel). Für die Verwendung von Siebtürmen war massgebend, bei den neu zu errichtenden Werken die teure Krananlage zu vermeiden, die zur Befüllung der schweren Kinsatzhubel erforderlich ist.

Das Fahren der Feinreiniger speziell bei der Ruhrbenzin nach einem festen Temperaturprogramm stößt auf gewisse Schwierigkeiten, insofern als die ungenügende Mischung des Wassergas- und Konvertgas-teilströmes dazu führt, dass die Reiniger mit verschiedenen Mengen an organischen und anorganischen S. beaufschlagt werden. In Kürze fällt diese Ercheinung weg, wenn alles Wassergas vorweg feingereinigt und der Teilstrom zur Konvertgasanlage hinter der Feinreinigung abgenommen wird.

Dem Reaktionsmechanismus soll größere Aufmerksamkeit geschenkt werden und sowohl die Wiederholung früherer als die Durchführung neuer Versuche mit  $O_2$ -haltigem Gas ausgeführt werden.

In den verschiedenen Anlagen werden Grossversuche durchgeführt über den Einfluss der Korngrösse (Grobkorn bei Viktor, Kleinkorn bei R.B.) und der Temperatur (Rheinprossen u. Viktor) auf die Reinigung. Insbesondere handelt es sich um die Aufarbeitung des organischen S. im erstgeschalteten Turm bei höheren Temperaturen, die nur mit gebrauchter Masse durchgeführt werden kann, wie sie im zweitgeschalteten Turm verliert beim Wechsel der Gasrichtung. Verschwefelung und höhere Temperatur haben dann die Aktivität der Masse genügend herabgesetzt, um das Arbeiten bei höheren Spalttemperaturen zu ermöglichen.

Nach den Erfahrungen und Untersuchungen der Werke Rheinprossen und Buebig-Schwarzhöhe sind neben S.-Verbindungen die Harz Körper des rohen Synthesegases für das Arbeiten der Feinreinigeranlage von grosser Bedeutung. Ende 1937 wurden diese Fragen in Zusammenhang mit der Feinreinigeranlage von Courrières-Kalkoven in Harnoe auch bei uns erörtert. Schädigungsversuche mit Harzbildnern, wie sie in Kompressor und Kondensaten der  $C_2H_2$ -Spaltanlage der RCH. vorkommen, wurden vorgeschlagen. Dergleichen solche mit definierten Harzbildnern wie Cyclopentadien. Die bekannte polymerisierende Wirkung von S.-Verbindungen auf Harzbildner wurde in Betracht gezogen (Akt.-Notiz (15 v. 29. 9. 38)). Anfang April 1938 konnte vorläufig festgestellt werden, dass die oben genannten praktisch S.-freien Kondensate keine Kontaktschädigung hervorrufen im Gegensatz zu den stark S.-haltigen Kondensaten von Schwarzhöhe und Rheinprossen. Die Kontaktschädigung konnte nun die Methylolalkoholischen S.-Verbindungen allein ebenso gut verursachen, wie durch die durch S.-Verbindungen angelieferte Harzbildung. Damit ergab sich erneut das Interesse für die Wirkung von definierten Harzbildnern in Gegenwart von einfachen S.-Verbindungen wie  $H_2S$ ,  $C_2H_2S$ ,  $SH$ , usw., die in ihrer kontaktschädigenden Wirkung hinter Thiophen usw. zurückstehen. (Besprechung April 1938: Feist, Grims, Nowling, Schuff).

Seither hat Rheinpreussen die Frage der Gasreinigung mit A.-Kohle intensiv bearbeitet. Karubildner und hochmolekulare S.-Verbindungen werden festgehalten, während man die einfachen S.-Verbindungen in grösserer Menge durchschlagen lassen kann, da sie von der Feinreinigung einwandfrei herausgenommen werden. Die Spaltung der höhermolekularen S.-Verbindungen erfolgt eben bis zu  $300^\circ$  nur unvollkommen an der Feinreinigungsmasse, während die einfachen S.-Verbindungen wie  $CO_2$ ,  $CO$  und  $H_2S$  vollkommen umgesetzt und aufgenommen werden. In Übereinstimmung hiermit steht, dass feingereinigtes Betriebsgas zur Aktivitätsprüfung von Kontakten bei den Verken, die Kokgasspaltung im Generator durchführen (Rheinpreussen, Courrières-Kuhlmann) oder auf Basis Braunkohle arbeiten (Erubag-Schwarzeide) mit A.-Kohle nachgereinigt werden muss. Feingereinigtes Synthesegas, das aus Wassergas und Konvertgas erzeugt wird, und hochmolekulare S.-Verbindungen oder Karubildner nicht enthält, bedarf dieser Nachreinigung nicht, wie Vergleichsversuche ergeben haben (RB.). Hiermit erklärt sich zunächst auch die Feststellung von Schwarzeide und Rheinpreussen, dass Feinreinigungsmasse ein grobgeredrigtes und dann durch A.-Kohle nachgereinigtes Gas ausständiges feinreingt.

Von besonderem Interesse ist, in wie weit die Anwesenheit der genannten Gaseverunreinigungen die Umsetzung und Aufnahme des S in der Feinreinigungsmasse beeinflussen. Eine Masse, die mit Kokgas behandelt wurde, vermag über längere Zeit kein grobgeredrigtes Synthesegas zu reinigen, (Rheinpreussen). Ob es sich dabei um eine Verklebung der wirksamen Oberfläche durch Harze oder geringe Feerreste handelt, ist zunächst nicht zu entscheiden. Man kennt solche inaktivierenden Verklebungen auch bei Konvertierungsmassen, die  $O_2$ -haltiges Kokgas von  $CO$  befreien sollen (Gaseutgiftung). Es wäre möglich, die Erklärung der Feinreinigungsmasse für die S-Aufnahme mit Verharzungsverfäulungen in Zusammenhang zu bringen. Je nach dem Gelingen einer Auflagerung der Masse bis zu 10%, wie sie bei uns erreicht wird, bei den Verken, die mit Kokgasspaltung im Generator arbeiten, nicht. Von Erubag-Schwarzeide sind brauchbare Unterlagen noch nicht zu haben. Maxzel hat insofern andere Verhältnisse, als einmal ein Teil des Kokgases (etwa 60%) in einer Sonderanlage bei hoher Temperatur gespalten wird, andererseits der Nachreiniger

in Betrieb ist. Bei Rheinpreussen werden sich meine Erkenntnisse ergeben, wenn die Wenderspaltenanlage für Kokogas in Betrieb ist. Auch Maxzel wird in Kürze das gesamte Kokogas ausserhalb des Generators spalten.

Schliesslich soll untersucht werden, ob dem in Kokogas stets vorhandenem  $C_2H_2$  eine schädigende Wirkung zukommt und bei dem Mitwirkenden angeregt werden, das Synthesegas auf seinen  $C_2H_2$ -Gehalt zu untersuchen. Dabei muss unterschieden werden zwischen  $C_2H_2$  und dem höheren homologen Acetylenen. Für Versuche kann dabei das diacetylenhaltige  $C_2H_2$  der  $CH_4$ -Spaltanlage der RW. benutzt werden.

Abschliessend wird nochmals festgestellt, dass die von der Gewerkschaft Viktor Maxzel frühzeitig erkannte und auf der Erfahrungsmarktausschüttung in Helten am 27.11.36 erstmalig mitgeteilte Bedeutung der Ca-feldreinigung in Gegenwart von Sauerstoff, die nunmehr bei allen Werken geübt wird, einen entscheidenden Fortschritt bedeutet hat.

Wien 7