

Berichtesammlung des Versuchs-Laboratoriums

Bericht Nr. **217** 190000214

Vertraulich

3045-17

B e r i c h t

30/4.02 über die

Kohlenwasserstoff-Synthese-Versuche

in L e u n a

190000215

Leuna Werke, Ende Februar 1939/Sab/r.

B e r i c h t

über die Kohlenwasserstoff-Synthese-Versuche in Leuna.

Zweck, Durchführung und Ergebnis der bisherigen Versuche
(Zusammenfassung)

Laboratoriumsarbeiten

Halbtechnische Versuche

Wärmetechnische und theoretische Prüfung des Verfahrens

2 Projektentwürfe für Kohlenwasserstoff-Synthesen

Versuchsöfen-Konstruktionen

	Seite
<u>Zweck, Durchführung und Ergebnis der Versuche</u>	1 - 3
<u>Laboratoriumsarbeiten</u>	
Apparatur für Serienkontaktversuche	4 - 6
Dampfkesselgekühlte Laboröfen	6 - 8
Synthesegas	8 - 9
Produkterfassung und Aufarbeitung	9
Die reinen Kontaktversuche	10 - 13
Reduktion der Kontakte	13 - 14
Allgemeines über Kontaktherstellung	14 - 16
Reaktivierung im Ofen	16 - 17
Art der Produkte	17 - 18
Einfluß der Kontaktrohrdurchmesser	19
Temperaturmeßversuche im Kontakt	19 - 22
Kontakttherieselung	22 - 23
Zum Reaktionsmechanismus der K.W.-Synthese	25 - 30
Laufende Arbeiten und Versuchsprogramm	30 - 31
<u>Die halbertechnischen Versuche</u>	
Übersicht über die Versuchsöfen	32 - 33
Synthesegase und Reinigung	33 - 37
Katalysatoren und Reduktion	37 - 41
Füllen und Entleeren der Öfen	41 - 43
Arbeitsweise	43 - 44
Regeneration der Katalysatoren	44 - 46
Betriebskontrolle	47 - 48
<u>Versuchsergebnisse</u>	
Produkte	48 - 50
Reduktionsversuche	50 - 51
Gasreinigungs- und Vergleichsversuche	51 - 52
Belastungsversuche	53 - 55
Versuche unter Druck	55 - 56
2-Stufen-Fahrweise	56 - 57
Einfluß des Kontaktschüttgewichts	57
Einfluß der Höhe der Kontaktschicht	57 - 58

Wälgasversuche	58 - 59
Versuche in engsten Kontaktrohren	59
Versuche im liegenden Röhrenofen	59 - 60
Paraffinsynthese	60 - 61
Laufende Arbeiten und Versuchsprogramm	61

Wärmetechnische Berechnung der Syntheseeöfen

Wärmetransport aus der Kontaktschicht und Temperaturverteilung	62 - 68
Mittel zur Verringerung des Temperaturunter- schiedes in der Kontaktschicht	69 - 72
Einfluß des Druckes auf den Wärmetransport aus der Kontaktschicht	72 - 74
Einfluß der Strömungsgeschwindigkeit auf die Wärmeabfuhr	74 - 76
Aufheizung des Gases im Syntheseeofen	76 - 78
Zusammenfassung der wärmetechnischen Untersuchung	78 - 79

Diagramme zur Betriebsüberwachung

Gegenseitige Abhängigkeit der Benzin-CO ₂ - GE ₄ -Bildung	80 - 81
Ausbeute in Abhängigkeit von Kontraktion und Methangehalt	81 - 82
Qualitätskennzeichen in Abhängigkeit von Kontraktion und Methangehalt	82 - 83

Wahl der Stufenzahl bei Syntheseeinlagen

3. Projektentwürfe für Kohlenwasserstoff-Synthesen

100 000 Tonne Kogasin auf Basis Koks	90 - 98
100 000 Tonne Kogasin auf Basis Erdgas	99 - 104

Ofenkonstruktionen

Hochdruckplattenofen	105 - 107
Druckplattenofen	107 - 110
Rohr-Kontaktöfen	110 - 114
Versuchsrohröfen	115 - 117
Grenzschichtofen	116
Stufenofen	116 - 121
Vierstufen-Röhrenöfen	121 - 124
Gasheizung im Röhrenofen	125 - 126

Zweck, Durchführung und Ergebnisse der Versuche

Der Auftrag, Versuche über die Synthese der Kohlenwasserstoffe aus Kohlenoxyd und Wasserstoff durchzuführen, wurde uns Anfang Oktober 1937 von Herrn Direktor Dr. B ü t e f i s c h erteilt. Der Auftrag umfaßte Nachprüfung des Bekannten und weitere Verbesserung des Verfahrens in chemischer und technischer Hinsicht.

Die beauftragte Versuchsgruppe, zuerst 1 Chemiker und 1 Ingenieur sowie 1 Chemiker nebenamtlich, hatte sich bis dahin mit Benzin-Synthese nicht befaßt. Es mußten eine technische Versuchsanlage und ein geeignetes Laboratorium eingerichtet werden. Bezüglich der Kontakte konnten wir uns auf die in Leuna vorhandene Kontaktfabrik und ihre Chemiker stützen. Mit der Kontaktherstellung waren wir auf die Literatur angewiesen. Als Synthesegas stand außerdem in Leuna vorhandenes Methanol-Synthesegas aus Steinkohlenkoks eine gut eingerichtete kleine Versuchsanlage für Synthesegase aus Braunkohlenbriketts zur Verfügung. Die Gasreinigung, im besonderen die organische Entschwefelung war noch anzuarbeiten.

Anfang Januar 1938 kam der erste drucklose Plattenofen mit etwa $1/2 \text{ m}^3$ Kontaktinhalt in Betrieb, im März ein gleicher Ofen kleineren Inhalts für Drücke bis 20 at und ab Januar wurde eine steigende Zahl von kleinen dampfkesselgekühlten Röhrenöfen für Drücke bis 25 atü aufgestellt. Ende 1938 können die Versuchseinrichtungen, wie sie im nachfolgenden Bericht beschrieben sind, im großen und ganzen als fertig angesehen werden.

Nachdem wir uns in den ersten Monaten in das Arbeitsgebiet eingearbeitet hatten, traten im Juni noch 2 Chemiker zu der Versuchsgruppe, die heute folgende Herren umfaßt:

- | | |
|-----------------|---|
| Dr. Wenzel, | Leiter der Versuchsgruppe, nebenamtlich, |
| Dr. Kratz, | Kontaktherstellung, " |
| Dr. Landenklos, | halbtechnische Versuchsanlage, |
| Dr. Wintzer, | } Labor für Kontaktherstellung u. Kontaktvers. |
| Dr. Zerrweck, | |
| Dr. Wirth, | Versuchseinrichtungen und theoretische und wärmetechnische Nachprüfung der Verfahren. |

Diese Herren haben die Arbeiten gemeinsam durchgeführt und auch den nachfolgenden Bericht ausgearbeitet. Die Versuche wurden wesentlich unterstützt durch Dr. Keilig für Synthesegaserzeugung und -reinigung, Obering. Keinke für Konstruktion und besonders auch durch die Herren der Betriebskontrolle Leuna.

Es wäre nicht zweckmäßig gewesen, wenn die Versuche frühzeitig nach einer Richtung, z.B. nach bestimmten Kontakten oder speziellen Ofenkonstruktionen, betrieben worden wären. Wir haben deshalb möglichst umfassend Kontakte, Öfen und Fahrweisen studiert und erst nach und nach aus den gewonnenen Erkenntnissen heraus diese oder jene Arbeitsweise vorgezogen. Bei der Bearbeitung des ganzen Gebietes wurden nur die Versuche über Lebensdauer der Kontakte etwas zurückgestellt. Bei der Kürze der Zeit und bei der für unsere Zwecke notwendigen Häufigkeit des Kontaktwechsels hätten Versuche in dieser Richtung uns aufgehalten.

Der erste Teil unseres Auftrages ist heute praktisch beendet; wie der nachfolgende Bericht zeigt, bringen unsere Arbeiten eine gute, bis ins einzelne gehende Bestätigung der auf der USAC-Tagung im November 1938 bekannt gewordenen Erfahrungen und Anschauungen der Ruhrchemie.

Bezüglich der Verbesserung der Synthese dürften unsere Arbeiten gewisse Fortschritte bringen. Zunächst im Ofenbau: Es liegt eine Reihe von guten Konstruktionen vor, die bezüglich der Ausnutzung der Kontakträume, der Wärmeabfuhr und der Herstellung der Röhrenöfen besser sein dürften als die heute von der Ruhrchemie benutzten Syntheseöfen. Ferner sind Fortschritte erzielt in der Fahrweise der Öfen: Die Berieselung der dampfkesselgekühlten Röhrenöfen mit einer Produktfraktion sowie die Anwendung von Wälzgas in den Röhrenöfen ergibt eine bessere Temperaturkonstanz in den Kontakträumen, vielleicht auch eine längere Lebensdauer der Kontakte und, soweit Wälzgas in Frage kommt, auch eine Mehrleistung des Kontaktraumes. Neu und wichtig ist ferner die Erkenntnis, daß voraussichtlich eine erhebliche Mehrleistung des Kontaktraumes dadurch erreicht werden kann, daß in mehr als 2 Stufen hintereinander, zweckmäßig 4-6 Stufen,

mit Zwischenabscheidung der kondensierbaren Produkte gefahren wird. Wir glauben weiter eine Verbesserung erzielt zu haben dadurch, daß die Öfen vom Augenblick des Anfahrens ab ständig in ihrer Methanbildung überwacht werden. Diese Überwachung der Methanbildung soll direkt zum Steuern der Ofentemperatur durch Beeinflussen des Dampfdruckes auf der Kühlseite ausgenutzt werden.

Bessere Kontakte und andere Produkte sind bisher nicht gefunden. Wir sind jedoch z.Zt. auch in dieser Richtung mit Hoffnung auf Erfolg an der Arbeit: Es werden z.Zt. spezielle Paraffinkontakte und auch spezielle Paraffinöfen studiert. Einzelwerte bis 90 % Paraffin bei 120 g Gesamt-Primärprodukt/m³ CO + 2H₂ sind erzielt worden. Außerdem haben wir Eisenkontakte in unsere Versuche neuerdings einbezogen. Auch Oppauer und Ludwigshafener Kontakte werden z.Zt. in unseren Versuchseinrichtungen geprüft, ebenso wie der inzwischen eingetroffene Original-Kontakt der Ruhrchemie.

Damit ist unser Versuchsprogramm neben der Erhärtung der bisher gewonnenen Erkenntnisse für die nächsten Monate festgelegt.

24. 2. 39

Sauer