

FT  
9

### Fahrbericht

#### über den 1,5 cbm - Schaumplattenofen der Kohlenwasserstoffsynthese.

Der 1,5 cbm - Schaumplattenofen besteht aus einem für 20 at Druck geeigneten Rohr von 8 m Höhe und 0,5 m Durchmesser. Das Rohr wird mit dem aus dem Anfall-Paraffin bestehenden Sumpf gefüllt, der den Eisenkontakt in einer Korngröße von 1-5 suspendiert enthält. Im unteren Teil des Rohres ist eine Schaumplatte angebracht, durch die das Gas in feinen Bläschen in den Sumpf eintritt. Um ein Absinken des Kontaktes zu vermeiden und eine Kühlung des Sumpfes herbeiführen zu können, wird der letztere mit einer Umlaufgeschwindigkeit von etwa drei Minuten umgepumpt. Er passiert dabei einen Ausgastopf, in dem das aufgenommene Gas mit Produktdämpfen sich vom Sumpf trennt, dann einen Kühler, wo der Sumpf seine überschüssige Wärme abgibt, und gelangt schließlich in eine Zentrifugalpumpe, die ihn unten über der Schaumplatte wieder in den Ofen drückt.

Da der Sumpf im allgemeinen durch Neubildung wächst, ist im Ausgastopf ein Überlaufrohr eingebaut, das die Höhe des Sumpfniveaus bestimmt. Um den Kontakt im Ofen zurückzuhalten, ist ein sog. Absitztopf im Ausgastopf eingebaut. In dem der Kontakt Gelegenheit findet durch Absinken sich vom überlaufenden Sumpf zu trennen. Der letztere sowie das den Ausgastopf oben verlassende Abgas gelangen dann in den Heißabscheider mit 120° Temperatur, der dazu dient, das Paraffin herauszunehmen, um die nachher kommenden kälteren Apparaturteile vor Paraffinverstopfungen zu schützen. Es folgt dann ein Wasser-gekühlter und schließlich ein Ammoniak-gekühlter Abscheider.

Der Reaktionsofen ist mit Ölmantel versehen, um den Ofen anzufahren zu können. Das Öl wird mittels Pumpe durch einen elektrisch geheizten Vorheizser im Kreislauf durch den Ölmantel gedrückt. Statt des Vorheizers kann auch ein Kühler eingeschaltet werden, der es erlaubt, mit dem Ölmantel wahlweise auch zu kühlen.

#### Erfahrungen während des Betriebes.

Als der Ofen erstmalig am 4.1.42 in Betrieb genommen wurde, war er noch nicht mit dem Kühler im äußeren Sumpfumlauf ausgestattet. Die Kühlung sollte mit dem Ölmantel vorgenommen werden. Als Schaumstein war ein aus mit Glas verkitteten Quarzkörnern hergestellter Stein mit 0,1 mm Porenweite, der sich bei kleineren Öfen gut bewährt hatte, eingebaut.

Es zeigte sich aber, daß schon wenige Stunden nach Inbetriebnahme der Schaumstein zerstört wurde. Der Ausbau zeigte, daß der Stein infolge thermischer Spannungen zerplatzt war, da das Gas kalt in den Ofen eintrat. Da ein geeigneter Chamottestein, der wenig spröde gewesen wäre, nicht zugegen war, wurde ein gleicher Stein wie der erste oben und unten durch aufgelegte Schutzgitter aus Eisen verstärkt und das Gas durch einen vorgeschalteten dampfgespeisten Vorheizser vorgewärmt. Diese Maßnahmen genügten, um ein Springen des Steins zu verhindern.

Als am 19.1.42 erneut angefahren wurde, zeigten sich schon nach zwei Tagen Schwierigkeiten bei der Sumpf-Umlaufpumpe. Der Kontakt drückte sich in die Pumpenstopfbüchse und wirkte da als Schleifmittel, die Welle wurde angefressen.

Es wurden nun neue Pumpen eingebaut, bei denen Sperröl langsam von den Stopfbüchsen nach innen gedrückt wurde, so daß der Sumpf nicht mehr an die Stopfbüchsen gelangen konnte. Als Sperröl wurde die bei der Synthese anfallende Mittelölfraction von 250-350° verwendet, um artfremde Stoffe fernzuhalten. Es waren täglich etwa 20 kg erforderlich. Die Erfahrung zeigte dann, daß hiermit alle Pumpenschwierigkeiten schlagartig und endgültig beseitigt waren.

Am 19.1. wurde wieder angefahren. Während der nun folgenden kalten Winterwochen gab es viele Störungen durch Einfrieren an der Gasmischstation in Oppau. Zur Beseitigung mußten die Rohre mit Dampfheizung und Abstreifern versehen werden.

Nach etwa zwei Wochen zeigten sich zunehmend Schwierigkeiten mit der Kühlung durch das Mantelöl. Die Kühlung versagte und es sah so aus, als ob die Wand des Reaktionsofens von innen durch an der Zylinderwand abgesetzten Kontakt isoliert sei. Am 1.2. wurde abgestellt und ausgebaut. Aber der Ofen war nach dem Entleeren innen sauber.

Da nun über die Ursache keine Klarheit bestand, wurde eine stärkere Ölpumpe eingebaut und außerdem schon ein Ausgleichgefäß für den Ölstand vorgesehen.

Am 14.2. wurde wieder angefahren. Die Schwierigkeiten waren aber die alten. Es wurde daher am 19.2. erneut abgestellt, um einen Kühler, der vorher schon angefertigt worden war, in den Sumpfkreislauf einzubauen.

Gleichzeitig wurde der Quarz-Schaumstein durch einen Chamätsstein, der außerdem noch die doppelte Porenweite, nämlich 0,2 mm hatte, ersetzt.

Am 26.2. wurde wieder angefahren. Gegen Ende März fiel jedoch die Leistung rasch ab und am 31.3. wurde nach 32 Fahrtagen abgestellt. Die Untersuchung ergab Kontaktverschwafelung. Das Gas hatte in letzter Zeit zeitweise 5 mg S im cbm gehabt.

Es wurde nun zum Zwecke der Entfernung des organischen Schwefels Luxmasse mit 40 % Soda vorgelegt. Die Ruhrchemie reinigt auf diese Weise drucklos bei 250° ihr Gas. Da aber bei uns das Gas unter 23 at Druck ankommt, mußte unter diesem Druck gearbeitet werden. Da zeigte es sich, daß schon bei Temperaturen wenig über 200° die Masse an einzelnen Punkten starken Temperaturanstieg bekam und eine Kohlenoxydreduktion schon im Reinerger stattfand. Einzelne aktive Stellen waren offenbar durch das Gas reduziert worden und reagierten nun in unerwünschter Richtung wild unter starker Wärmeentwicklung. Die Nachbarteilchen kamen so ebenfalls auf hohe Temperatur und wurden reduziert. Es blieb nichts übrig, als neue Reinigungsmasse einzusetzen und diese bei 150°, d.h. so tief zu fahren, daß keine Reduktion mehr stattfinden kann. Da in letzter

0555

Zeit keine Schwefelwelle mehr ankam, konnte die Wirksamkeit noch nicht unter Beweis gestellt werden.

Am 7.5. wurde der Ofen mit neuem Kontakt wieder angefahren und lief 31 Tage bis zum 6.6., wo eine Umlaufstörung eintrat. Der Ausbau zeigte folgenden Befund: Über dem Ausgastopf war nachträglich eine K<sup>1</sup>alschlange eingebaut worden, um unter solchen Bedingungen, bei denen der Sumpf durch Verdampfer allmählich abnimmt, durch einen Rückfluskkühler die schwerer siedenden Anteile zurückhalten zu können. Der aus dem Ofen kommende, seinen Kreislauf machende Sumpf spritzte zum Teil gegen die Schlange, die etwa 30° unter Fahrtemperatur gehalten wurde und blieb daran hängen. Nun wuchs immer mehr Kontakt daran und bildete schließlich einen Deckel, der die ganze Breite des Entgassungstopfes einnahm. Dieses Gebilde ließ sich nicht schmelzen. Wahrscheinlich brach dann und wann ein Stück davon ab, fiel herab und sperrte unten die Verbindungsleitung zum Kühler.

Der Kühler selber, der innen eine auf und abgehende Kühltorschlange enthält, war in seinem äußeren Teil ebenfalls vollständig zugesetzt und zeigte bloß noch in der Mitte Durchgang.

Sonst wurde nichts auffälliges gefunden. Die Pumpe wurde auf mechanische Korrosion durch den Kontakt untersucht. Nach rund 100 Tagen Laufzeit zeigte sich keinerlei Abrieb.

Die Kühlerverstopfung wurde wahrscheinlich durch die merkwürdige Bildung des Kontaktkuchens im Ausgastopf veranlaßt. Es wurde die Schlange entfernt, um keine Ausatomöglichkeit zur Bildung weiterer Klumpen zu geben.

Da der Schaumstein mit der größeren Porenweite (0,2 mm) einen Leistungsrückgang gegenüber dem mit 0,1 mm Porenweite gezeigt hatte, wurde ein Stein mit 0,1 mm wieder eingebaut und der Ofen am 19.6. mit dem alten Kontakt wieder in Betrieb genommen. Er läuft zur Zeit noch.

Alles in allem sind sämtliche Ursachen, die zur Abstellung führten, äußere gewesen, Sie konnten oder können sämtlich beseitigt werden. Durch prinzipielle Mängel ist die Fahrperiode nie unterbrochen worden. Insgesamt wurde bisher 105 Tage lang gefahren. Einmal mußte der Kontakt wegen Schwefelvergiftung erneuert werden. Die gegenwärtige Kontaktcharge arbeitet nun insgesamt 1,1/2 Monate.

gez. Michael

Störung

Schaumstein gesprungen

Pumpenschwierigkeiten

Häufiges Zufrieren der Frischgasleitung in Op

Mantelkühlung versagt

Mantelkühlung versagt erneut

Kontakt S vergiftet

Kühler mit Kontakt verstopft. Deckenbildung im Entgasungstopf

Abhilfe

Schaumstein oben und unten armiert, Gas vorgelieft

Sperrölpumpen eingebaut

Mantelöl mit größerer Pumpe versehen. Standgefäß als Puffer

Kühler in Kreislauf eingebaut. Schaumstein C20

Neuer Kontakt eingebaut organ. Schwefelreinigung eingebaut

Kühlschlange im Entgasungstopf entfernt. Stein C10

Handwritten notes and numbers in the center margin, including '1.4', '2.4', '3.4', '4.4', '5.4', '6.4', '7.4', '8.4', '9.4', '10.4', '11.4', '12.4', '13.4', '14.4', '15.4', '16.4', '17.4', '18.4', '19.4', '20.4', '21.4', '22.4', '23.4', '24.4', '25.4', '26.4', '27.4', '28.4', '29.4', '30.4', '31.4', '32.4', '33.4', '34.4', '35.4', '36.4', '37.4', '38.4', '39.4', '40.4', '41.4', '42.4', '43.4', '44.4', '45.4', '46.4', '47.4', '48.4', '49.4', '50.4', '51.4', '52.4', '53.4', '54.4', '55.4', '56.4', '57.4', '58.4', '59.4', '60.4', '61.4', '62.4', '63.4', '64.4', '65.4', '66.4', '67.4', '68.4', '69.4', '70.4', '71.4', '72.4', '73.4', '74.4', '75.4', '76.4', '77.4', '78.4', '79.4', '80.4', '81.4', '82.4', '83.4', '84.4', '85.4', '86.4', '87.4', '88.4', '89.4', '90.4', '91.4', '92.4', '93.4', '94.4', '95.4', '96.4', '97.4', '98.4', '99.4', '100.4'.

Leistung und Ausbeuten der Schaumfahrmweise auf Grund des Versuchs mit einem 1,5-cbm-Ofen.

Während der Fahrperiode des 1,5-cbm-Schaumplattenofens wurde unter verschiedenen Bedingungen gefahren. Vartiert wurden Schaumplatte, Durchsatz, Fahrtemperatur und bis zu einem gewissen Grade auch Gaszusammensetzung. Zur Vornahme einer Ofenblanz wurde eine Fahrperiode ausgewählt, während der alle Bedingungen unbedingt konstant blieben. Dies war während der Zeit vom 2.6.-1.7. einschl. der Fall. Die Fahrbedingungen waren folgende:

- Temperatur: 253°
- Druck: 20 at.
- Gasdurchgang: 117 cbm/cim Ofenraum
- CO:H<sub>2</sub> = 5:4
- Gerader Durchgang ohne Rückführung.

Eingefüllt wurde in den Ofen, teils um herausgewanderten Kontakt zu ersetzen, teils um die Kontaktkonzentration noch zu verstärken:

307 kg Sumpf mit 50% Kontakt  
 Ausgebracht wurden an Produkt:

5 690 kg ölliger Anfall
248 " Alkohole aus dem
-Produktwasser
5 938 "

Hievon werden subtrahiert:

die obigen 307 kg  
 außerdem in den Sumpf gelangtes Sperröl

190 kg
997 kg
ab 997 kg

verbleiben 4 936 kg als Neubildung

12% Gasol, das in obigen Anfall nicht vorhanden ist, aber analytisch bestimmt wurde, ist entsprechend 600kg zu der letzten Zahl noch hinzu zu rechnen, womit man als Gesamtproduktanfall in 10 Tagen 5 536 kg erhält.

Dies entspricht einer Kontaktraumleistung von 0,36 kg/l und Tag.

Um die gesamte Neubildung zu erhalten, ist hierzu noch die Vergasung in Höhe von 5% zu rechnen, wodurch die Produktzahl auf

5 830 kg steigt.

Während der 10 Tage gingen in den Ofen  $175 \times 24 \times 10 = 42 000 \text{ cbm}$  Gas mit 2 % Inerten. Sie entsprechen

37 600 cbm Reingas.

Bei einem O-Gehalt des Produkts von 2,5% ergäben sich hieraus bei völligen Umsatz 8 010 kg Gesamtprodukt. Somit entspricht die erhaltene Produktzahl einem Umsatz von

73 %.

Während in den Ofen 175 cbm stündlich eintraten, gingen 97 " wieder heraus.

Gasanalyse des Eingangs- und Ausgangsgases

CO <sub>2</sub>	0,8	30,4
C <sub>m</sub> H <sub>n</sub> Zn	0,0	3,0
H <sub>2</sub>	40,8	28,4
CO	50,6	27,8
N <sub>2</sub>	2,0	4,0
Zunahme	1,6	2,0
N <sub>2</sub>	2,8	6,4

Die völlige Aufarbeitung des Gases wurde nur in kleinen Ofen versucht. Ein Ofen, der in der ersten Stufe einen Umsatz von 75% hatte, wurde vor einen zweiten Ofen geschaltet. Zwischen den beiden wurde das Produkt abgestreift und die Kohlensäure herausgenommen. Im 2. Ofen wurde ein Umsatz von 63% erreicht, was einem Gesamtumsatz von reichlich 90% entspricht. Es kann keinem Zweifel unterliegen, daß sich das gleiche Ergebnis mit einem Ofen durch Gasrückführung erreichen läßt.

Lu, 3.6.1942.

*Handwritten signature*