

Aktennotiz

über die Besprechung am 18.2.1943

betr.: Erweiterung und Verbesserung der Reduktion  
von Eisenschmelzkontakt für die Synolysynthese

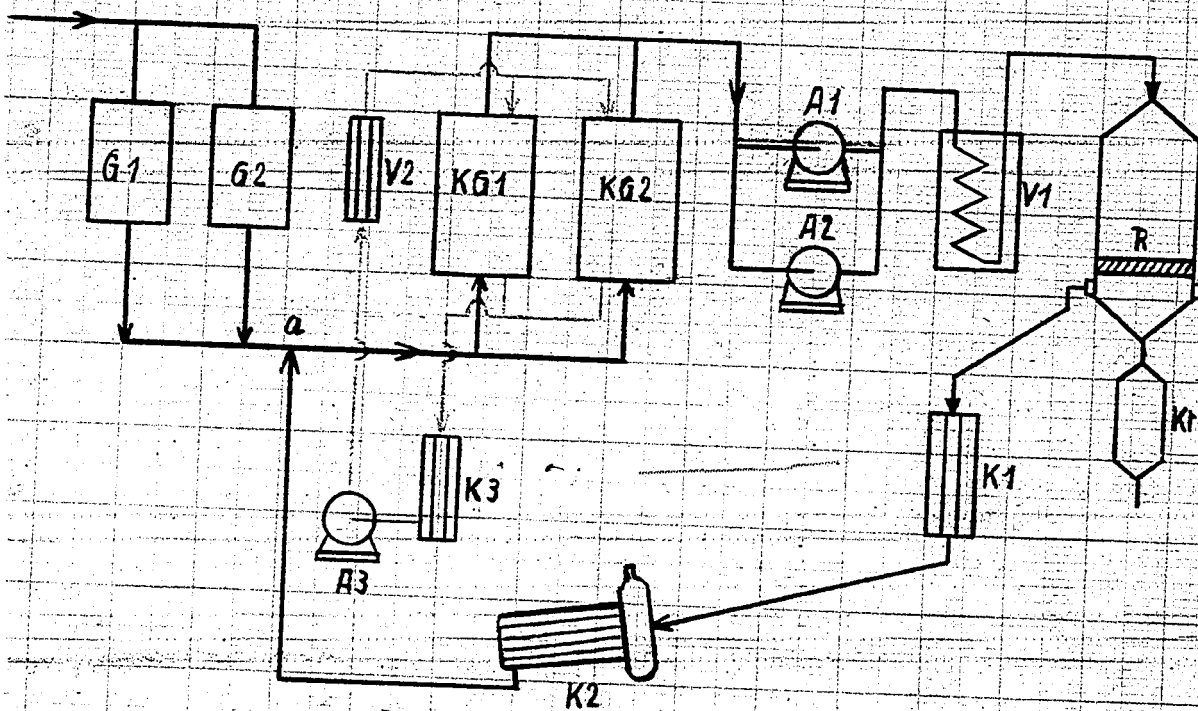
Anwesend die Herren: Dr. Wenzel, Dr. Gemasmer, Dr. Geiseler, Dr. Reisinger, Dr. Breywisch

Die Besprechung hatte den Zweck, den jetzigen Stand klarzulegen, eventuelle Verbesserungen zu diskutieren und die Kapazität der bestehenden, eventuell erweiterten Anlage auch für eine 10 000 tate-Anlage abzuschätzen.

1.) Zunächst gab Dr. Breywisch eine Beschreibung der Anlage in No 458 und den Stand der Erkenntnis.

Jetzige Schaltung der Reduktions-Apparatur in No 458

Zeichnung I



In No 458 wird zur Reduktion ein sehr reiner Wasserstoff verwendet ( $S < 0,02$  mg), der mit  $\sim 250$  atü angeliefert wird und somit nach der Entspannung praktisch wasserfrei ist. Der Wasserstoff tritt durch eine auf  $100^\circ$  geheizte Pattenhausgrade (G1, G2) bei a in den Reduktionskreislauf ein. Der Kreislauf wird durch die Kreiskolbengebläse A1 und A2 erzeugt (Leistung  $1\ 050$  m<sup>3</sup>/h gegen  $\sim 90$  mm Hg bei aufgeheiztem Vorheizser und  $1\ 200$  m<sup>3</sup>/h bei kaltem Vorheizser). Der Wasserstoff geht durch einen Vorheizser V1 (Sichromal 7) in den Reduktionsbehälter R (Durchmesser = 1 400; Geschwindigkeit des Wasserstoffs 20 cm/sec), wird durch den Kühler K1 auf  $20^\circ$  und durch den NH<sub>3</sub>-Kühler K2 auf  $4^\circ$  gekühlt und geht dann durch einen Kieselgelturm (Kg1, Kg2) (Inhalt

eines Turms  $\approx 800$  l, Körnung 2 - 6 mm, untere Hälfte KGB, obere Hälfte KGA) in die Gebläse zurück.

Die Kontaktschichthöhe betrug bei 500 - 600 l Inhalt  $\sim 35$  cm, die Belastung 1 : 2 000. Ein Kieselgelturm wird jeweils durch einen zweiten Wasserstoffkreislauf, bestehend aus Gebläse A3 ( $\sim 200$  m<sup>3</sup> Leistung), Vorheizern V2 (mit Hochdruckdampf geheizt) und Kühler K3 getrocknet.

Es wurden pro Stunde 50 später 30 m<sup>3</sup> Frischwasserstoff in den Kreislauf gegeben und 10- 25 m<sup>3</sup> umgesetzt, der Rest geht bisher über Dach. Die Reduktionstemperatur betrug 450°, die Reduktionszeit 56 Stunden. Beim Übergang von 1 - 2mm-Kontakt auf einen solchen von 0,3 - 1 mm läßt sich die Reduktionszeit noch etwas senken, sodaß 48 Stunden genügen dürften. Der Reduktionswasserstoff enthält 1 - 2 g H<sub>2</sub>/m<sup>3</sup>, nachdem er den Kieselgelturm passiert hat. - Für die Reduktion einer 500 l-Charge wurden mit allen Nebenarbeiten etwa 6 Tage benötigt. Außer der Reduktionszeit wurden je 10 Stunden zum Aufheizen und Abkühlen auf 50° benötigt, da auch jedesmal der Vorheizern aufgeheizt und abgekühlt werden muß. Die übrige Zeit wird zum Spülen der Apparatur mit Kohlenoxyd und Luft, Ausbessern des Gaze-Rostes und Ausbau und Einfüllen des Kontaktes verwandt und ist reichlich bemessen. Die Kapazität der Anlage ist ausgelastet, wenn man eine Belastung von 1 : 2 000 nicht unterschreiten will. Der Engpaß liegt einmal in der Leistung der Gebläse und zweitens im Vorheizern. Das Heizgasgebläse für den Brenner fördert seine maximale Menge (140/m<sup>3</sup>). Die Heizschlange darf nicht über 700° erhitzt werden und hat eine NW von 80 mm, sodaß der Wasserstoff darin bei einer Durchschnittstemperatur von 400° auf eine Geschwindigkeit von  $\sim 100$  m/sec. kommt. Die Schlange bietet daher auch den Hauptwiderstand im Kreislauf ( $\sim 100$  mm Hg), während die Kontaktschicht einen Widerstand von höchstens 2 - 3 cm Wassersäule ausmacht. - Durch Abkühlung des Kreislaufs auf 4° durch den NH<sub>3</sub>-Kühler wird der Wasserdampf gerade auf den Taupunkt gebracht (6 g/m<sup>3</sup>), sodaß das gesamte im Kontakt gebildete Wasser in das Kieselgel geht. Im Kieselgel findet dann allerdings eine Erhöhung der Temperatur auf etwa 20° statt, die durch die frei werdende Absorptionswärme bedingt ist, sodaß dem NH<sub>3</sub>-Kühler doch eine gewisse Bedeutung zukommt.

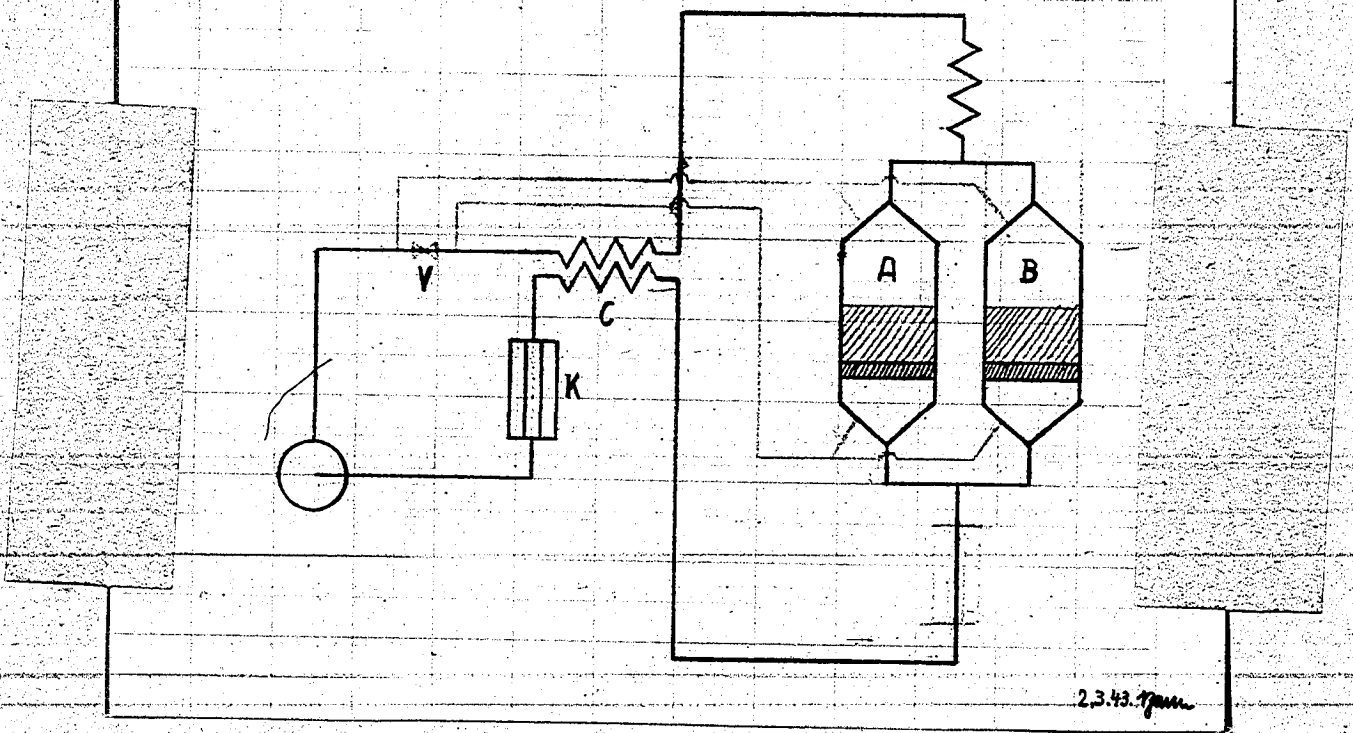
Während einer Reduktion bilden sich durch die Anwesenheit von Stickstoff im Wasserstoff etwa 2 - 3 kg NH<sub>3</sub>, die beim Trocknen des Kieselgels als  $\sim n/2$  NH<sub>3</sub>-Lösung mit dem Wasser zusammen austreten. Das NH<sub>3</sub> erweitert wahrscheinlich die Poren des Kieselgels und setzt dessen Aufnahmefähigkeit für Wasser allmählich herab.

2.) Im Verlaufe der folgenden Diskussion ergaben sich folgende Vorschläge zur Verbesserung und Erweiterung der Anlage und für eine eventuelle Neukonstruktion.

Zum Reduktionsbehälter: Da im Vergleich mit der Reduktionszeit die Vorbereitungs- und Nachbehandlungszeit verhältnismäßig lang ist, kann ein zweiter Behälter gleicher Größe dem vorhandenen parallel geschaltet werden, z.B. in folgender Schaltweise:

Schaltung der Reduktions-Apparatur in Me 458  
nach Zubau eines zweiten Reduktions-Gefässes.

Zeichnung II



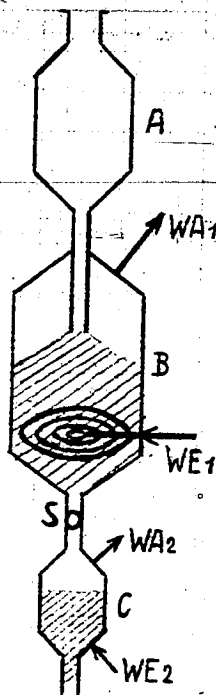
2.3.43. 17mm

Es ist dabei jeweils ein Behälter (A, B) in Betrieb. Das Abkühlen des Kontaktes kann mit Hilfe des Schiebers V durch denselben Kreislauf bewirkt werden (in die Zeichnung ist außerdem ein Regenerator C zur besseren Wärmeausnutzung eingezeichnet).

Es kann auch eine kontinuierliche Fahrweise eingerichtet werden, dafür kommen z.B. folgende zwei Anordnungen in Betracht.

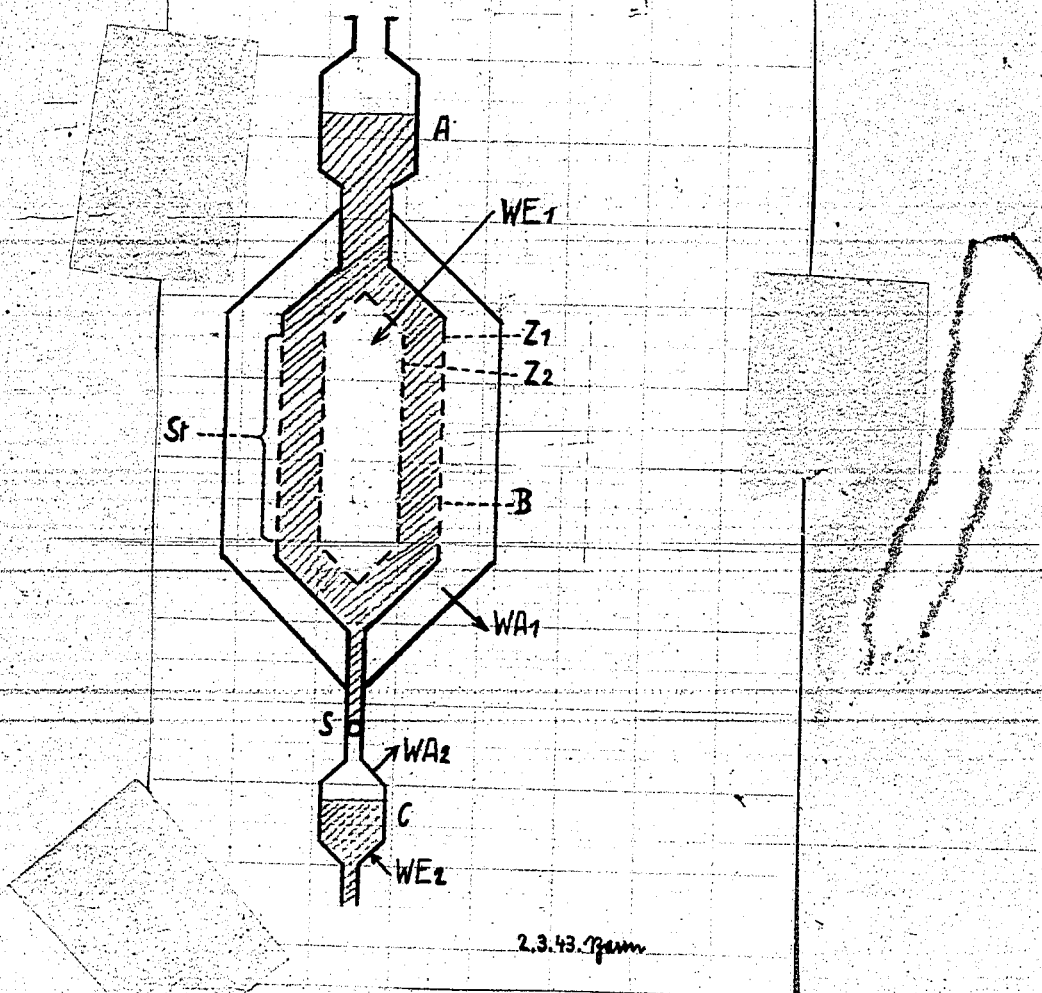
Vorschlag zur kontinuierlichen  
Kontaktreduktion

Zeichn. III



2.3.43. 17mm

2. Vorschlag zur kontinuierlichen Kontaktreduktion Zeichnung IV



2.3.43. 72mm

Im Falle III tritt der Wasserstoff durch ein mit einem entsprechenden Profil ausgeführten System von konzentrischen Ringen durch Öffnungen nach unten ein (WE<sub>1</sub>) und durchstreift von unten nach oben den Schüttkegel in B. Die Schleuse bei S trägt den Kontakt kontinuierlich aus. Eine solche Vorrichtung würde wegen der ausgezeichneten Fließeigenschaften des Kontaktes und seiner großen Härte kaum prinzipielle Schwierigkeiten bieten. Etwaige Unregelmäßigkeiten in der Schichtdicke des Kontaktes könnten durch Anbringung von Leitblechen und entsprechende Formung des H<sub>2</sub>-Eintrittstrostes ausgeglichen werden.

Der Vorschlag IV trägt dem Umstand Rechnung, daß die Schichtdicke möglichst gering gehalten werden soll. 2 konzentrische Zylinder (Z<sub>1</sub>, Z<sub>2</sub>) sind über die Strecke St durchlocht zugeführt. Der Wasserstoff geht entweder von innen (WE<sub>1</sub>) nach außen (WA<sub>1</sub>) oder, vielleicht mit gleichmäßiger Verteilung, umgekehrt.

Die Behälter C in III und IV können mit dem in den Kreislauf eintretenden Frischwasserstoff gekühlt werden (WE<sub>2</sub> - WA<sub>2</sub>), da die H<sub>2</sub>-Menge zum Kühlen der kleinen Kontaktmenge/Zeiteinheit ausreicht. Die Verwendung von Frischwasserstoff hat den Vorteil, daß der Kontakt nach der Reduktion nur mit sehr trockenem Wasserstoff in Berührung kommt.

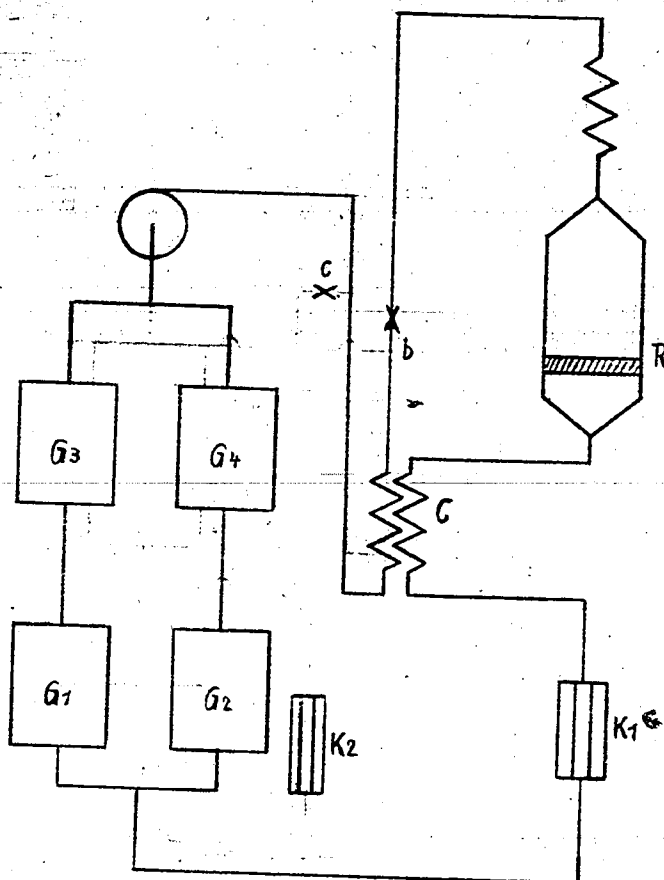
Der  $\text{NH}_3$ -Kühler im Kreislauf hat in der vorhandenen Anordnung nur die Aufgabe, das Gas zu kühlen, da bei  $4^\circ\text{C}$  noch kein Wasser abgeschieden wird. Man kann ohne ihn auskommen, wenn man bei einer größeren Reduktionsanlage die Kieselgelbehälter mit Kühleinbauten versieht. Zum Kühlen könnte man dann zweckmäßig das Wasser verwenden, das in den Wasserkühler des Kreislaufs ( $\text{K}_1$  in I) geht.

Beim Trocknen des Gases stört das gebildete  $\text{NH}_3$ , das, wie oben erwähnt, in Mengen von 2 - 4 kg pro Reduktion entsteht. Man könnte es durch eine Säurewäsche von dem Kieselgel in Form eines Rieselturmes, einer Tauchung oder über mit Säure getränktem Bimsstein entfernen. Dabei ist allerdings zu beachten, daß bis jetzt das  $\text{NH}_3$ -Lösungshaltige Kieselgel einmal eventuell vorhandene  $\text{CO}_2$ , das die Reduktion stören könnte, herausnimmt. Außerdem soll noch ein Versuch darüber angestellt werden, ob  $\text{NH}_3$  zur Verbesserung der Kontakteigenschaften beiträgt.

Für eine noch bessere Trocknung des Wasserstoffs könnte man hinter die Kieselgeltürme  $\text{G}_1$ ,  $\text{G}_2$  (V) zwei weitere  $\text{G}_3$  und  $\text{G}_4$  schalten. Diese könnten dann durch aus dem Hauptkreislauf, vielleicht hinter dem Regenerator C bei b abgezweigten trockenen Wasserstoff getrocknet werden. Dieser Trocknungswasserstoff würde nach Passieren eines Kühlers  $\text{K}_2$  dem Hauptkreislauf wieder zugegeben. Zum Kühlen würde in diesen Falle der Wasserstoff bei c abgezweigt werden können. Reduktionsversuche mit verschiedenem Trocknungsgrad im  $\text{H}_2$  werden in Me 458 noch angestellt werden.

Weitere Unterteilung der  $\text{SiO}_2$ -gel-Türme

Zeichnung V



2.3.43. Bann.

3.) Kapazitäten der bestehenden und eventuell erweiterten und verbesserten Anlagen

Im bestehenden, diskontinuierlichen Betrieb werden in 6 Tagen  $0,6 \text{ cm}^3$  Kontakt reduziert. Im Jahr würden demnach  $30 \text{ m}^3$  reduziert werden können. Eine 10 000 tate-Anlage würde bei einer Ausbeute von 540 kg Progen  $153 \text{ m}^3$  Kontakt und Tag bei einer Lebensdauer des Kontaktes von 120 Tagen  $153 \text{ m}^3$  Kontakt/Jahr erfordern. Durch Aufstellen eines zweiten Kontaktbehälters in Parallelschaltung nach Zeichnung II könnten ohne weitere Veränderungen  $80 \text{ m}^3$ /Jahr reduziert werden. Durch Aufstellung zweier Zusatzgebläse (Leistung etwa  $1000 \text{ cm}^3/\text{h}$ ), Einbau eines Regenerators und Erweiterung der Vorheizerschlange von  $90 \text{ mm}$  auf  $150 \text{ mm}$  könnte die Kontaktmenge (bei einer Kontaktschichthöhe von  $1 \text{ m}$ ) auf  $160 \text{ m}^3$ /Jahr erhöht werden.  $160 - 200 \text{ m}^3$ /Jahr würde auch die Aufstellung eines kontinuierlich arbeitenden Behälters bringen. Dazu kämen in diesem Falle eine wesentlich vereinfachte Bedienung und wahrscheinlich eine Verbesserung der Kontaktqualität.

*He. Jürgens*

- Ø Herrn Dir. Dr. Herold
- " Dr. Wenzel
- " Dr. Reisinger/Dr. Geiseler/Dr. Gemassmer
- " Dr. Breywisch