

13 Aug. 1940

Dr. Wtz./Ht.

Leuna Werke, den 7. August 1940

249

Aktennotiz.

Bag Target

3043 - 30/4.02

Betr.: Lebensdauer Versuch mit einem Paraffinspezialkontakt.

Der Paraffinonderkontakt Fi 755 (von Herrn Dr. Scheuermann/Oppau, zur Verfügung gestellt) wurde in einem 3 l Kontakt fassenden Röhrenofen auf Lebensdauer, Aktivität und insbesondere auch auf die Höhe der Paraffinproduktion geprüft.

Versuchsbedingungen.

Der Kontakt wurde in unreduziertem Zustand so auf die 19 Einzelrohre des Ofens verteilt, daß jedes Rohr praktisch die gleiche Kontaktmenge enthielt und den gleichen Gaswiderstand hatte. Die Füllhöhe betrug 90 cm. Die Reduktion erfolgte bei 350° 5 Stdn. mit einem praktisch schwefelfreien ( $S < 0,5 \text{ mg/m}^3$ ) Wasserstoff unter einer Belastung des Kontakts mit  $H_2 = 1:100/\text{h.}$

Nach dem Abkühlen auf 150° unter  $H_2$  wurde unmittelbar Synthesegas mit einem Druck von 12 atü übergeleitet. Das Gas hatte ein  $CO:H_2$  Verhältnis = 1:2,6 wa 0,5 %  $CH_4$  und ein Schwefelgehalt von ca 3-5 mg  $H_2S/\text{m}^3$ .

Zur Synthese wurde eine Kontaktbelastung = 1:100, bezogen auf Gas von 0° 760 mm Hg gewählt. Temperaturmessungen wurden registrierend im Kontakt und im Wassermantel vorgenommen. Dabei lag die Kontakttemperatur konstant ca 1-2° über der Temperatur des Wassermantels.

Ergebnis:

Eine neuere wertige Synthesearbeit begann bei ca 170°, dabei betrug die Ausbeute etwa 60 g/m<sup>3</sup>. Die spezifische Ausbeute stieg jedoch schon bei 175° auf ca 110 g/m<sup>3</sup> Idealgas. Unmittelbar beim Anfahren bei Temperaturen zwischen 150° und 170° zeigte der Kontakt Neigung zum Durchgehen, d.h. zur weitgehenden Methanbildung. Da der Methangehalt des Endgases laufend mittels eines Dichteschreibers kontrolliert wurde, konnte den Methananstieg jedoch stets rechtzeitig durch Zurücknehmen des Gases und der Temperatur begegnet werden. Während der ersten Hälfte des über 155 Tage durchgeführten Versuches mußte die Temperatur von 175° auf 190° gesteigert werden, um einen möglichst weitgehenden Umsatz in einer Stufe zu erzielen. Für die Erhaltung des Umsatzes genügte in den letzten 75 Tagen eine weitere Erhöhung auf 194°. Die Kontraktion betrug dabei von kurzzeitigen Störungen durch Undichtigkeiten und der-

gleichen abgesehen ca 75 %.

Inmitten der eigentlichen Laufzeit, etwa nach Ablauf der ersten 30 Tage, erwies sich der Kontakt als sehr beständig gegen unregelmäßige Gasbelastung. Eine etwa 2 Stdn. andauernde Belastung von 1:1000 also einer 10x größeren Gasmenge als vorgesehen, bewirkte nicht mehr ein "Durchgehen" des Kontaktes. In der Ausbeute des betreffenden Tages <sup>war</sup> auch gegenüber sonst kein Unterschied zu bemerken, d.h., das Überschussgas war praktisch unverbraucht über den Katalysator gegangen. Die Durchschnittsausbeute über die ganze Laufzeit betrug:

Spez. Ausb. = 133 g/m<sup>3</sup> Idealgas

Ums. Ausb. = 142 g/m<sup>3</sup> ungesetztes Idealgas

Die Methanbildung betrug durchschnittlich 18,5 % vom ungesetzten Gas.

Zu der Angabe der Umsatzausbeute muss gesagt werden, dass die Angabe mit 142 g/m<sup>3</sup> ungesetztes Gas sehr wahrscheinlich zu niedrig ist. Wie aus den Tagesbilanzen nachweisbar ist, war stets ein gewisser Gasverlust vorhanden, die Kontraktion zu hoch und daher zu wenig Endgas gemessen worden. Während einer 50 tägigen Fahrperiode in der der Ofen praktisch dicht war, ergab sich eine Umsatzausbeute von 162,4 g/m<sup>3</sup> ungesetztes Idealgas. Die spez. Ausbeute betrug während dieser Zeit 134 g/m<sup>3</sup> Idealgas, in CH<sub>4</sub> waren 21,2 % vom ungesetzten Gas verwandelt worden.

Der Paraffingehalt des Produktes wurde nach je 4 Tagen <sup>durch</sup> Engleranalyse kontrolliert, er betrug im Durchschnitt ca 60 % vom Gesamtprodukt (Par = >300° siedende Anteile). Dabei zeigte sich während der Laufzeit ein langsames Zurückgehen der Par-Ausbeute, ohne Fallen der Gesamtausbeute. Es handelt sich dabei lediglich um einen Temperatureffekt, je höher die Arbeitstemperatur des Kontaktes ist, desto mehr sinkt der Anteil an Hochsiedendem. In Kurve I ist der Gang <sup>des</sup> Paraffinanteils in Abhängigkeit von Laufzeit und Temperatur dargestellt. Besonders aus dem mit dem Leunaer Paraffinkontakt 2123 gefahrenen Parallelversuch geht hervor, dass es sich nicht um einen unmittelbar durch Alterung hervorgerufenen Vorgang handelt.

Qualitativ ist zu sagen, daß nach Ablauf des Versuches in der Gesamtproduktion noch kein Absinken zu bemerken war. Die mechanische Festigkeit des Kontaktes ist nicht sehr groß, jedoch deutlich besser als z.B. bei dem Benzinkontakt der Ruhrchemie, so daß ein Füllen auch größerer Aggregate ohne weiteres möglich sein wird. An den ersten Tagen brachte das Paraffin geringe Mengen Kontaktstaub. Nach dem Ausbau zeigte der Kontakt <sup>der durch Extraktion</sup> mit Xylol und Überleiten von H<sub>2</sub> bei 225° weitgehend entparaffiniert war, noch die körnige Struktur, die er in unreduziertem Zustand hatte

Über das Gesamtverhalten während der Laufzeit gibt Kurve 2 Auskunft.

Ammoniaklabor Oppau

Dr. Gissen

Herrn

Dr. Wenzel

Dr. Arno Scheuermann, Oppau

Dr. Wirth

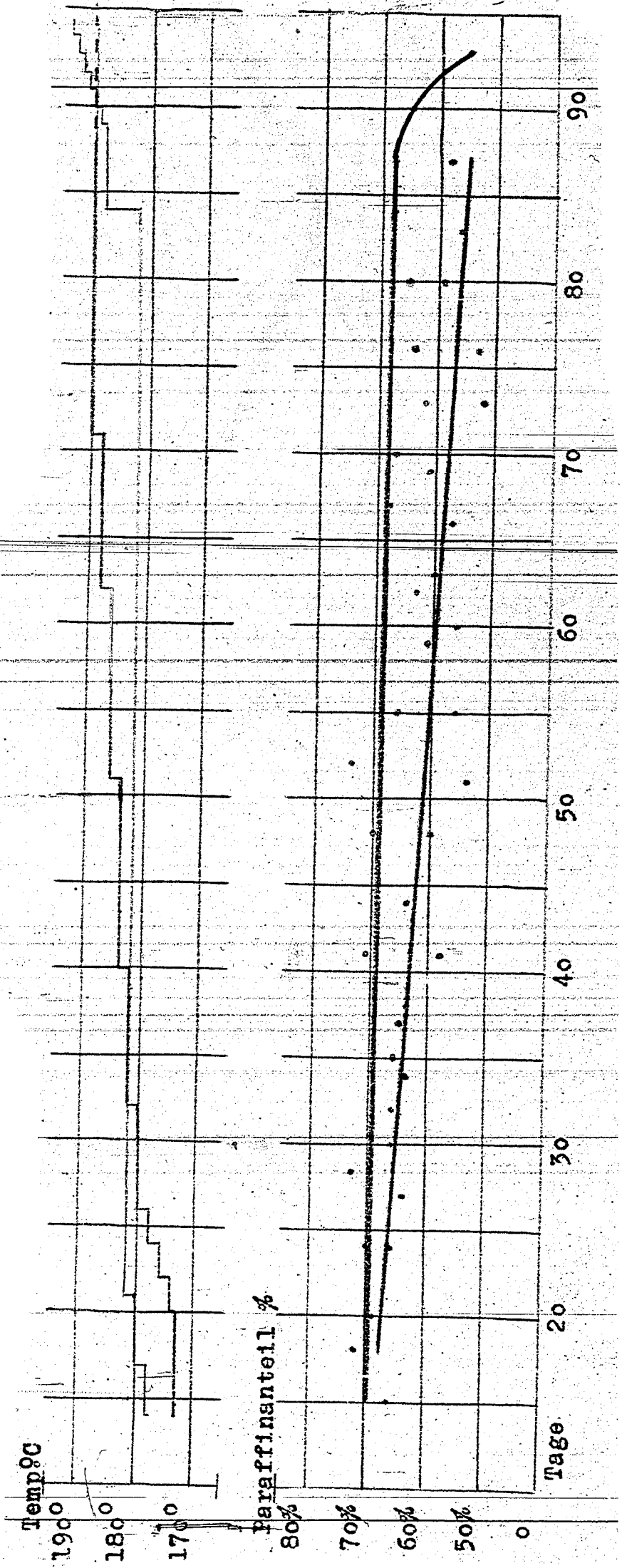
Ol. Sebel/Dr. Frau

Dr. Wintzer/Dr. Reisinger

K u r v e I

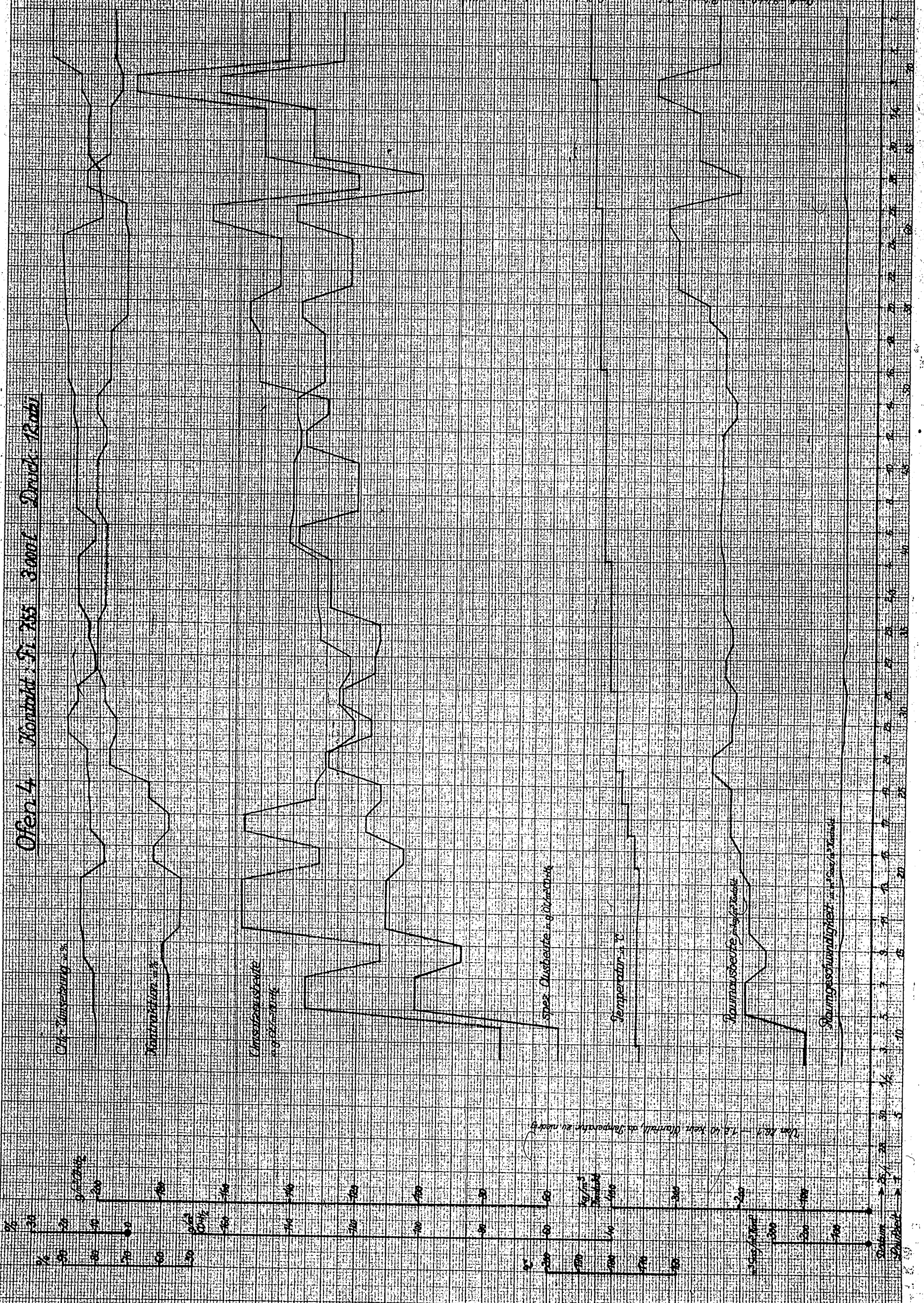
Violett = Kontakt 2123

Grün = " Ni.755





Ofen 4 Kontakt: Fi 255 3000 Druck 1200



Von Zeit = 15:40 kein Durchfall, da Temperatur zu niedrig

Bei 5:30 kein Durchfall, da Temperatur zu niedrig



1917-18

1917-18 keine Eisenbahn, Länge wegen Kürzung teilweise abgelehnt

