

3042-156
30/4.02

FT	156002499
1899	<u>3042-156</u>
	<u>30/4.02</u>
	CC - Hervorhebung mit Kuhlmann-
	kontakt.
	3042-156
	30/4.02

Betreff: CO - Konvertierung mit Kuhlmann-Kontakt.

Klasse.....

156002500

Abteilung.....

Patent.....

Nr.....

Bericht des Herrn Dr. Friederici

vom 16. Januar 1939.

Handwritten signature and initials

Gesehen vom Abteilungsvorstand:.....

Gesehen von der Direktion:.....

Vertraulich

Zirkuliert in folgenden
Abteilungen:

Empfänger	Eingang	Weiter	Unterschrift
Sticht. Direktion (2 x)			
Ammon. Labor.			
Merseburg			
Hr. Dr. Gloth			
Hr. Dr. Henschke			
Hr. Dr. Friederici			
Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H. Haupt-Berichte-Sammlung Referats-Büro			
Me Nr. 1899 / I b			

Aufzubewahren im Archiv des:.....

Eingegangen beim Archivar:.....

laufende Nr. des Archivs:.....

Zurück an Referate-Büro

156002501

Es besteht Veranlassung, auf die **Rundschreiben der Werksleitung** vom 21. 5. 31 u. 13. 7. 31 betr. Spionageabwehr hinzuweisen und insbesondere darauf aufmerksam zu machen, daß

Berichte

1. nur gegen **persönliche Empfangsbescheinigung** ausgeliehen werden,
2. vom Entleiher ohne Wissen der HBS **nicht weitergegeben** werden dürfen mit Ausnahme der Berichte, welche an Betriebe zum Verbleib abgegeben wurden,
3. **streng vertraulichen Charakter** haben und daher **stets unter Verschuß** aufzubewahren sind,
4. nur im **verschlossenen Umschlag** befördert werden dürfen und
5. **nur durch die HBS vervielfältigt** werden, soweit es sich nicht um betriebs-eigene Berichte handelt.
Vervielfältigungen sind auf das unumgänglich notwendige Maß zu beschränken.

Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro Tel. 9461.

3287-3M-386

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft

Ludwigshafen am Rhein, den

16. Jan. 1939.

ie/Op. 324

Betreff:

Ammoniakwerk Merseburg
G.m.b.H.
Haupt-Berichts-Sammlung
Referat-Büro

Me Nr. 1899 / I B

CO - Konvertierungsversuche mit Kuhlmann-Kontakt.

=====

Die Firma Kuhlmann, Paris stellt für die CO - Konvertierung einen Katalysator auf der Basis Magnesiumoxyd, Eisenoxyd, Chromoxyd und Alkalikarbonat her. Eine Konvertierungs-Anlage, welche mit diesem Kontakt bei 8 atü arbeitet, wurde von der Bamag auf der Hydrierung Ruhland (Fischeranlage) aufgestellt. Von dem Kontakt dieser Anlage erhielten wir eine Probe von einigen kg, mit welchen wir Versuche unter Niederdruck und unter Hochdruck (16 atü) durchführen konnten.

Beschreibung des Kontakts :

Der Kontakt ist durch Tablettieren einer Mischung der einzelnen Bestandteile hergestellt und zeigt eine Druckfestigkeit, welche der unseres Braunoxydkontaktes etwa entspricht. Die Tabletten haben einen Durchmesser von ca. 9 mm bei 7 - 8 mm Dicke. Die Farbe ist hellbraun. Die Analyse ist folgende :

-/-

- 2 -

SiO ₂	=	6,60 %		
Al ₂ O ₃	=	0,95 %		
Fe ₂ O ₃	=	25,98 %		
CaO	=	1,71 %		
MgO	=	46,45 %		
S ₂ O ₃	=	0,25 %		
Ges. S	=	0,23 %		
Na ₂ O	=	0,06 %		
K ₂ O	=	2,21 %		
Cl	=	Spur		
Cr ₂ O ₃	=	3,38 %		
CO ₂	=	3,95 %		
H ₂ O	=	1,92 %		
Glühverl.	=	11,88 %		
			<u>Wasserlösli.</u>	
			MgO	= 0,06 %
			Na ₂ O	= 0,16 %
			K ₂ O	= 1,98 %
			S ₂ O ₃	= 0,15 %
			Cr ₂ O ₃	= 0,50 %
			Cl	= Spur

Der Kuhlmann-Kontakt enthält also, ebenso wie der Braunoxyd-kontakt eine gewisse Menge Schwefel in Form von Sulfat etc., so dass beim Anfahren mit einer Zunahme des H₂S-Gehalts im konvertierten Gase infolge Abbaus dieses Kontaktschwefels gerechnet werden muss.

Das Schüttgewicht des ungebrauchten Kontakts war 1,01 kg/l, das des gebrauchten 0,96 kg/l. Der Gewichtsverlust ist durch Abgabe von CO₂ und Hydratwasser verursacht.

Es wurden nun mit diesem Kontakt Versuche mit den gleichen Apparaturen und unter den gleichen Bedingungen ausgeführt, welche wir zur Prüfung unseres Braunoxydkontaktes verwenden, bezw. verwendet hatten, sodaß einwandfreie Vergleichswerte vorliegen.

- 3 -

Es wurden ausgeführt :

- I. Versuche unter Niederdruck mit 1 Ofen ,
- II. " " " " 2 Ofen ,
- III. " " 16 Atm. Druck mit 1 Ofen .

Für sämtliche Versuche wurde Mischgas verwendet, welches frei von H_2S war und im Mittel die folgende Zusammensetzung hatte:

CO_2	5,4	%
CO	39,5	%
H_2	35,4	%
N_2	19,5	%
CH_4	0,2	%
H_2S	0,0	%
org.S.	0,2	g/m^3

I. Versuche unter Niederdruck mit 1 Ofen .

Für diese Versuche wurde eine Laboratoriumsapparatur mit elektrisch beheiztem Ofen von 50 mm lichter Weite verwendet, welche wir laufend für die Prüfung unserer Braunoxyd-Kontakte gebrauchen.

Angewandte Menge Kontakt : 1,8 l
 Raugeschwindigkeit bei einer Belastung
 mit 400 l Gas pro Stde: 222 m^3/m^3 Kontakt
 h .

Die Resultate sind in der folgenden Tabelle zusammenge-
 stellt :

Tabelle I.

G a s l/h	Dampf g/h	Verhältnis d. tats. z. theor. Dampfmenge	Temperaturen			Endgasanalyse	
			Eisen- Eingang	Konstantan- Mitte	El. Ausgang	Kuhl- mann- K o n t a k t CO	Braun- oxyd- K o n t a k t CO
400	240	2	30,5	28,0	20,0	6,1 %	4,4 %
"	360	3	30,5	27,5	20,0	2,8	2,2
"	"	"	30,5	27,5	21,0	3,0	2,4
"	"	"	30,0	28,0	22,0	3,2	2,5
"	"	"	30,0	28,5	23,0	3,6	2,6
"	"	"	30,0	29,0	24,0	4,0	3,2
"	"	"	30,0	29,0	25,0	4,2	3,6
"	480	4	30,0	28,0	20,0	2,4	1,6
"	600	5	30,0	28,0	20,0	1,9	1,4
"	720	6	30,0	28,0	20,0	1,6	1,1

Die Dampfmengen entsprechen dem 2-6-fachen der für die Umsetzung des vorhandenen CO notwendigen theoretischen Dampfmenge.

Die Gegenüberstellung der Analyse zeigt deutlich die Überlegenheit des Braunoxyd-Kontakts. Die Umsetzung ist bei Zugabe der 3 - 6-fachen theoretischen Dampfmenge um 0,5 - 1,0 %, bei der 2-fachen theoretischen Dampfmenge sogar um 1,7 % besser, als beim Kuhlmann-Kontakt.

II. Versuche unter Niederdruck mit 2 Öfen .

Diese Versuche wurden in 2 Stufen mit 2 sogenannten kg-Öfen durchgeführt, welche eine lichte Weite von 50 mm und eine Füllhöhe von 1300 mm hatten.

Angewandte Menge Kontakt pro Ofen : 2,55 l
 Raumeschwindigkeit für 1 Ofen bei einer Belastung mit 1 m³ Gas pro Stde. : 392 m³/m³ Kontakt-h.

Die folgende Tabelle enthält die Versuchsergebnisse :

Tabelle II .

Gas m ³ /h	Dampf kg/h	Verhältn. d. tats. z. theor. Dampfmenge	T e m p e r a t u r e n i n M. V.						CO - Analyse			
			Eisen-Konstantan-El.			Ofen II			Kuhlmann-Kontakt		Braunoxyd-Kontakt	
			Ofen I Eing.	Ofen I Mitte	Ofen I Ausg.	Ofen II Eing.	Ofen II Mitte	Ofen II Ausg.	Of. I	Of. II	Of. I	Of. II
1	0,6	2	29,5	30,0	22,6	23,7	25,0	15,6	9,2	7,4	7,5	5,3
1	0,9	3	29,0	30,0	22,8	21,4	23,0	15,0	5,4	3,8	4,4	3,2
1	1,2	4	28,6	30,0	23,0	21,5	23,0	15,4	4,8	3,4	3,7	2,8
1	1,5	5	27,7	30,0	23,4	21,6	23,1	15,9	3,9	2,5	2,7	1,9
1	1,8	6	27,7	30,1	23,2	23,5	25,2	17,1	3,8	2,2	2,0	1,5

Die angewandten Dampfmenen entsprechen dem 2-6-fachen der für die Umsetzung des gesamten CO notwendigen theoretischen Dampfmenge.

Auch bei dieser Konvertierung in 2 Stufen, bei denen in der 1. eine Temperatur von rd. 30 M V = 542°C, bei der 2. eine solche von rd. 23 - 25 M V = 424 - 458°C in der Mitte des Kontaktes angewandt wurden, war der Braunoxyd-Kontakt überlegen. Die angegebenen Temperaturen hatten sich als günstigste für die Umsetzung erwiesen.

III. Versuche unter 16 atm. Druck mit 1 Ofen.

Diese Versuche wurden unter Verwendung der gleichen Apparatur mit 1 kg-Ofen durchgeführt, mit welcher wir unsere früheren CO-Konvertierungsversuche unter Druck mit Braunoxyd-Kontakt ausgeführt hatten (Siehe Bericht Stickstoff-Abtlg. Op. v. 8.4.36) .

Der Ofen hatte eine lichte Weite von 50 mm und eine Füllhöhe von 1300 mm.

Angewandte Menge Kontakt : 2,6 l

Der Versuch wurde mit 17 m³ Gasdurchgang pro Stde. gefahren, was einer Belastung von 6 540 m³ pro m³ Kontakt und Stunde entspricht.

Die Versuchsergebnisse, welche in der folgenden Tabelle zusammengestellt sind, zeigen eine besondere Überlegenheit des Braunoxyd-Kontakts beim Arbeiten unter Druck. Die Umsätze sind bei dem letzteren um 2-3,5 % CO besser als beim Kuhlmann-Kontakt.

Tabelle III .

Gas m ³ /h	Dampf kg/h	Verhältn. d. tats. z. theoret. Dampfmenge	T e m p e r a t u r e n i n M V						CO - Analyse			
			Eisen-Konstantan-El.			Braunoxyd-Kontakt			Kuhlmann-Kontakt	Braunoxyd-Kontakt		
			Ku - Kontakt	Braunoxyd-Kontakt		Braunoxyd-Kontakt		Kontakt				
Eing.	Mitte	Ausg.	Eing.	Mitte	Ausg.	Eing.	Mitte	Ausg.	Eing.	Mitte	Ausg.	
17	15	3	27,7	30,5	26,4	29,6	30,2	26,6	7,5 %	4,0 %		
17	19,5	4	28,0	30,4	27,2	26,8	30,3	27,2	7,0	3,6		
17	24,5	5	30,9	32,5	29,6	24,9	30,3	27,8	6,2	3,2		
17	29,5	6	28,6	30,4	27,6	25,3	30,2	29,1	4,8	2,8		

Die angewandten Dampfmenge entsprechen dem 3-6-fachen der für die Umsetzung des gesamten CO erforderlichen theoretischen Dampfmenge.

Die Versuche unter Druck liefen 29 Tage lang. Nach Beendigung derselben wurde ein starker Zerfall des Kuhlmann-Kontaktes festgestellt. Eine Siebung ergab folgenden Anteil an Körnungen :

<u>5 - 9 mm</u>	<u>2 - 5 mm</u>	<u>1 - 2 mm</u>	<u>0 - 1 mm</u>
35,5 %	18,5 %	12,8 %	33,2 %

Da die ursprüngliche Körnung 7 - 9 mm betragen hatte, sind mindestens 65 % der Tabletten zerfallen. Hierdurch war natürlich der Widerstand der Kontaktschicht stark angewachsen, sodaß am Ende des Versuchs bereits ein Absinken des Gasdurchgangs festzustellen war.

Bei der Nachprüfung des Kuhlmann-Kontakts in unserem normalen Laboratoriums-Prüfungssofen konnte festgestellt werden, daß ein Teil des Kontakts bereits stark an Aktivität eingebüßt hatte, und unter Zugabe der 3-fachen theoretischen Dampfmenge nur eine CO-Umsetzung bis auf 7,2 %, gegenüber 2,8 % beim neuen Kontakt, erzielt wurde. Demgegenüber geht die Umsetzung beim Braunoxyd-Kontakt erst nach monatelangen Fahren unter Druck auf ca. 3,6 % CO zurück und beginnt ein Zerfall sich erst nach ca. 6 Monaten bemerkbar zu machen. Dieser beträgt dann ca. 12,5 %, von denen der Anteil unter 1 mm Körnung nur 1,5 % ausmacht.

Zusammenfassung :

Mit dem von der Firma Kuhlmann, Paris hergestellten Katalysator, der im Wesentlichen aus MgO , Fe_2O_3 , Cr_2O_3 und K_2CO_3 besteht, wurden CO-Konvertierungsversuche unter Niederdruck und einem Druck von 16 atü parallel mit unserem Braunoxyd-Kontakt durchgeführt. Diese Versuche zeigten, daß der Kuhlmann-Kontakt in allen Fällen unserem Braunoxyd-Kontakt unterlegen ist. Besonders beim Arbeiten unter Druck sind die CO-Umsätze bei dem letzteren um mehrere Prozente besser. Ein

156002509

- 8 -

weiterer Nachteil ist der rasche Zerfall des Kuhlmann-Kontakts, der nach 30 Tagen beim Arbeiten unter Druck bereits 65 % betrug, und das schnelle Abnehmen der Aktivität, während der Braunoxyd-Kontakt nach dieser Zeit noch unverändert war. -

Hoth

Friderici