

Dr. H. Schuff

K.-Benzolgewinnung

Obh.-Holtz, 25.1.44

Blatt Nr./BzZur Aktennotiz vom 3440 - 30/5 01 - 86

Regeneration der N - Synthese

Bei dem Versuch, die verschiedenen Regenerationsformen in ihrer Wirkung auf die N-Synthese im Laufe der letzten Jahre zu prüfen, wurde die beiliegende Zahlentafel aufgestellt.

Die Schwierigkeiten in den einzelnen Betriebsphasen, wie schwankende Belieferung der Anlage mit H_2N_2 , zu geringer Frischdampfdruck, unzulängliche Bereitstellung von Extraktionsgut, die Undichtigkeiten an den Ofen und die hiernit verbundene Brandgefahr, haben eine programmäßige Regeneration in allen Jahren außerordentlich erschwert, weshalb direkte Vergleiche über die Wirkung der verschiedenen Regeneration nicht gut möglich sind. Auch der Versuch um die Jahreswende 1942/43 über die Wirkung der "Nur-Extraktion" im Vergleich zur "Extraktion + Hydrierung" läßt klare Unterschiede nicht erkennen.

Es ist aus diesen Grunde beabsichtigt, bei den neu in Betriebzusetzenden Ofen 33/34 auf der Grundlage eines vorher festgelegten Versuchsprogramms die Unterschiede der verschiedenen Regenerationsformen festzulegen. Es soll hier gezeigt werden, ob zweckmäßiger nur extrahiert oder extrahiert + nachfolgend hydriert wird.

Aus den aufgeführten Daten in der Zahlentafel ist in eindeutiger Weise der immer stärker werdende Leistungsabfall der Ofen zu erkennen. Wenn auch der Gesamtumsatz pro Ofenlaufzeit schlechthin konstant blieb, so ist die Umsatzleistung pro Ofenstunde mehr und mehr abgefallen. Naturgemäß ist der effektive Umsatz durch die Belastung gegeben, jedoch erkennt man aus den Zahlen des Umsetzungsgrades, der in den letzten 3 Phasenart 89,5 % konstant blieb, ganz eindeutig, daß für den Leistungsabfall der N-Synthese neben der oft erfolglosen Zwischenbelieferung mit H_2N_2 infolge zu geringen Frischdampfdruckes - für die N-Synthese ist die Regeneration unbedingt notwendig - andere Gründe maßgebend sein müssen. Aufgrund der in den letzten Monaten gemachten Beobachtungen kann man eine Ursache dieses Leistungsabfalls mit Sicherheit auf den Zustand der Ofen zurückführen. Verklemmte Lamellen und nicht herauszubringender Restkontakt verhindern die einwandfreie Füllung und mindern die Wärmeabfuhr stark herab. Darum wird man bei den neuen Ofen-33/34 gleichzeitig neben der Wirkung verschiedener Regenerationsformen zeigen müssen, daß der gute bauliche Zustand des Ofens zu besserer Leistung imstande ist, als der Durchschnitt unserer Ofen in der heutigen N-Synthese.

Maßgebend für die unzureichende Aufarbeitung in der N-Synthese sind vor allen Dingen auch die häufigen Schwankungen in der Gasbelieferung, die fast immer von der N-Synthese aufgenommen werden müssen.

Ddr.: Schuff,
Feist,
Benzingew.

Regeneration der N-Synthese

	A	B	C	D	E
Periode					
Betrieb					
Wasser in Monaten	nur Hydr.	Hydr. + E	nur E	Hydr. + (E)	E + Hydr. nur Hydr.
Belastg. m ³ Sggs pro Sten + Stoe I + II	10	17	14	6	1
Belastg. m ³ Sggs pro Sten in I	124	656	574	558	510
" " in II	1072	1145	905	995	773
Zahl der Hydr.	1125	810	810	812	787
" " " "	27	30	0	23	21
Zahl der Zw. E.	0	18	0	6	7
" " " "	0	12	24	6	6
Mittl. Reakt-Strom pro Sten	1133	1154	1130	1313	1452
Temperatur °C	194.2	191.5	193.0	192.0	192.0
CO-Umsatz %	85.9	87.6	89.5	89.6	89.5
Effekt. CO-Ums. m ³ pro Sten + Stoe	146	153	140	134	124
Z-CO-Ums. pro Sten-Luft m ³	376 000	384 000	378 000	368 000	365 000
Zeit	1.11.39 - 31.10.39	1.11.39 - 31.3.41	1.4.41 - 31.5.42	1.6.42 - 30.11.42	1.12.42 - 30.3.43

Versuchsbericht
an Eingelassen mit
nachfolgender
Subtraktion

Holten, den 26.4.1938.
RB.BG.Schu./Htg.

Benzingewinnung.

Herrn Direktor A l d e r t s !

Betr.: Behandlung des Ofens 124/3 vor der Entleerung am 15.4.38.

Es handelt sich um einen der ersten Th-Mg-Kontakte, Kenn-
Nummer 410 A., $\text{ThO}_2 : \text{MgO} = 1 : 0,45$, Normalkorn, alte Fällung
mit gemeinsamem Einlauf der Lösungen, Reduktion 410° und 60 Min.

Es war vorgesehen, diesen Kontakt ohne Extraktion nach
Trocknung mit H_2/N_2 zu entleeren. Unsere Erfahrung geht nun dahin,
dass solche Trocknung bei extrahierten oder nicht extrahierten
Kontakten auch bei höheren Temperaturen unvollständig sind.
Voraussetzung für einen guten Trocknungseffekt ist, dass der
 H_2 im Innern des Kontaktkornes das Paraffin nicht hydrierend
spaltet, was aber oft bei der 3. Hydrierung schon kaum mehr der
Fall ist. Erst kürzlich wurde bei der Entleerung von Fadenkon-
takt aus Ofen 32, der nicht extrahiert und nur mit H_2/N_2 bei etwa
 195° getrocknet war, die schmierige Beschaffenheit der nicht aus-
fallenden Reste beobachtet. Deshalb sind wir nach anfänglichen
Misserfolgen bei der Entleerung extrahierter und derart getrock-
neter Kontakte dazu übergegangen, nach der Extraktion eine kurz-
zeitige Behandlung mit Sygas St. I. anzuschließen. Die Eigenreak-
tion erlaubt es, die Trocknungstemperatur ohne Fremdbeheizung
beliebig zu erhöhen, z. B. bis auf 210° . (Endgasanalysen Anlage 1).

Aus Beobachtungen der Drucksynthese wurde auf die Mög-
lichkeit einer Zwischenbelegung mit CO-H_2 -Gemischen, deren $\text{CO} : \text{H}_2$ -
Verhältnis stark abweicht von dem der Synthesegase, geschlossen.
(Zusatz zur Aktennotiz der Betr.-Besprechung vom 5.1.38.). Mit
solchen Gasen sollte auch die Vorbehandlung von Kontakten vor
der Entleerung an Stelle der Extraktion versucht werden, wobei
die Temperatur durch die Eigenreaktion beliebig gesteigert und
gehalten werden kann. Es kann im direkten Durchgang und im Kreis-
lauf gefahren werden.

Wir haben nun Ofen 124 nach 90 Tagen Laufzeit (stets
 $1000 \text{ m}^3/\text{h}$ Sygas I., 3 Hydrierungen, zum Schluss 47% Kontraktion)
im Kreislauf mit Sygas 2 behandelt, $\text{CO} : \text{H}_2$ etwa $1 : 1,7$. Es wurden
 $1000 \text{ m}^3/\text{h}$ dieses Gases zugesetzt und die Kreislaufmenge so ein-
gestellt, dass die letzte Ofentemperatur von 197° (14,0 atü) eben

gehalten werden konnte. Nach 12-stündiger Behandlung wurde der Ofen auf Stufe I umgeschaltet und hatte bei 1000 m³/h wieder die ursprüngliche Kontraktion. Ein Regeneriereffekt war mithin nicht zu beobachten. Klare Ergebnisse in dieser Hinsicht können aber erst junge Kontakte liefern. Solche Behandlungen zum Zwecke der Zwischenregenerierung bei höheren Temperaturen vorzunehmen, wird man zunächst aus Gründen der Temperaturschädigung der Kontaktaktivität nicht vornehmen.

Der Ofen wurde dann mit einem H₂-reicherem Gemisch aus Sygas I und H₂/N₂, CO : H₂ = 1 : 3, behandelt und durch Eigenreaktion auf 19,0 atü gebracht. Die Behandlung dauerte etwa 8 Stunden. Die Entleerung des Kontaktes ging glatt vonstatten. (Analysen und Produktmessung Anlage-2).

Dr. Feist
Akten Synthese.

2 Anlagen.

Anlage 1.

Endgasanalysen von extrahierten Öfen während der Trocknung
mit Synthesegas I bei 19,0 atü.

Dat.	Ofen atü.	CO ₂	C _n H _m	CO	H ₂	CH ₄	N ₂	C.-%	Kontr.	
1938										
27.1.	112	15,0	23,3	1,6	22,5	44,5	3,3	4,8	1,36	41,3
"	17,0	28,3	2,2	19,1	38,8	6,1	5,3	1,46	51,7	
"	19,0	35,0	3,1	13,9	31,5	9,7	6,7	1,49	60,9	
1.2.	93	15,0	25,6	2,1	21,1	41,0	3,6	6,4	1,55	46,8
"	18,0	36,0	3,2	14,6	30,0	8,1	8,0	1,48	62,2	
2.2.	94	18,0	44,9	3,5	7,4	24,2	12,7	7,1	1,53	70,2
3.2.	63	14,5	14,3	0,4	26,8	53,4	1,1	3,9	1,00	6,4
"	16,0	14,9	0,2	26,7	52,7	0,7	4,6	1,00	10,1	
"	19,0	17,6	0,4	24,7	47,5	2,4	7,3	1,42	23,9	
10.2.	64	19,0	36,3	3,2	12,3	28,2	10,1	9,8	1,41	62,8
11.2.	65	19,0	23,3	1,0	21,2	42,2	5,9	6,3	1,39	42,2
11.2.	122	19,0	36,0	2,7	12,7	31,1	9,3	8,1	1,57	42,5
6.1.	121	18,0	24,4	0,9	19,5	43,2	7,1	4,8	1,82	38,8
20.4.	72	19,0	47,3	3,2	5,1	18,2	15,2	10,8	1,58	69,6
21.4.	73	19,0	24,4	1,0	21,1	42,8	3,5	7,4	1,83	40,2

Anlage II.

Analysen und Produktemessung bei Ofen 124/3 bei der Vorbehandlung mit H₂-angereichertem Synthesegas I.

21.4.38.	atu.	m ³ /h	CO ₂	C _n H _m	CO	H ₂	CO : H ₂	CH ₄ + N ₂	Kontr.	
9 ⁴⁵	14,0	1000 SG.I.	26,5	1,7	20,5	34,7	1,69	8,4	8,1 47,0	
13 ⁰⁰	14,0	600 " "	28,0	0,6	17,9	38,0	2,13	7,7	7,7 50,0	
21 ⁵⁰	14,0	600 " ") 300 H ₂ /N ₂)	8,3	0,2	22,6	57,9	2,56	0,3	10,5	Eingg.
			17,4	0,4	10,3	41,9	4,08	9,8	20,0	52,4
22 ⁴⁵ bis 5 ⁰⁰	19,0	" " ")	8,0	0,1	22,8	56,4	2,42	1,0	11,6	Eingg.
			24,1	1,2	6,2	38,0	6,13	11,3	19,0	67,0

Produktemessung.

1.) 1000 m³/h Sygas I.

Benzin	27 kg/h)	
Oel	19 kg/h)	1 : 1,42
	46 kg/h	u. 94 kg/h H ₂ O	= 1 : 2,04

2.) 600 m³/h Sygas I.

Benzin	18 kg/h)	
Oel	9 kg/h)	1 : 2,00
	27 kg/h	(Wasser nicht gemessen).	

3.) 600 m³/h Sygas I u. 300 m³ H₂/N₂.

Benzin	16 kg/h)	
Oel	7 kg/h)	1 : 2,28
	23 kg/h	u. 81 kg/h H ₂ O	= 1 : 3,51