

3451-30/5.07-13 500

Mitteldruck-Synthese.

(Kurze Zusammenfassung des Beobachtungsmaterials der DVA.)

1. Füllen: Gleichmäßige Füllung der Einzelrohre, annähernd gleicher Widerstand Voraussetzung für gleichmäßigen Gasdurchgang. Die Gefahr einer an der Oberfläche nicht erkennbaren Brückenbildung, damit unvollständige Füllung des Einzelrohres. Zur Vermeidung hat sich als unerlässlich herausgestellt, das Einzelrohr bezw. den Ofen selbst durch Schläge oder dergleichen vibrieren zu lassen. (Gefahr, daß hierbei Schweißstellen undicht werden). Am günstigsten wäre es, Rohr für Rohr von Hand zu füllen und dabei den Inhalt zu kontrollieren. Da sich dies arbeitsmäßig nicht durchführen läßt, muß man beim Füllen wenigstens folgendes beachten: Die auf das Ofenkopfblech in Chargen aufgeschüttete Kontaktmasse muß jedesmal möglichst klein sein, d.h. sie darf nur so wenig Rohre wie möglich gleichzeitig bedecken. Es hat sich nämlich herausgestellt, daß die an der Peripherie der geböschten Charge liegenden Rohre dazu neigen, unvollständig gefüllt zu werden. Ein vollständiges Leerlaufen der Rohre wurde anfangs häufig beobachtet, wenn das Bodensieb nicht genau anlag, sei es infolge schlechter Passung oder Durchbiegung. Durch leerelaufene oder stark abgesunkene Rohre wird der Eindruck erweckt, es liege ein Kontakt geringerer Aktivität vor. Man muß in einem solchen Falle die Temperatur bereits im Anfang unverhältnismäßig steigern um die gewünschte Aufarbeitung zu erzielen und beobachtet dementsprechend eine zu hohe Methanbildung.

2. Inbetriebnahme eines neuen Kontaktes.

Mehrfach ist es in der Druckversuchsanlage möglich gewesen, einen neuen Kontakt innerhalb 24 Stunden bis auf eine 75 %ige CO-Aufarbeitung in Betrieb zu nehmen. Eine allgemeine Regel für die einzuhaltende Anfahrsgeschwindigkeit läßt sich nicht aufstellen. Das Tempo ist abhängig von der Kontaktaktivität u. dem Wärmeabführungsvermögen des Ofens. Als maßgeblich für die Anfahrsgeschwindigkeit wurde in der DVA stets die Anzeige des Mono-Kohlensäureschreibers angesehen. Eine erneute Temperatursteigerung

durfte

durfte nicht eher vorgenommen werden, ehe nicht, an dem CO<sub>2</sub>-Schreiber kenntlich, die vorhergehende Temperatur-Aktivitätswelle abgeklungen war. Bei Öfen schlechterer Wärmeleistung wurde vielfach zunächst nur auf 50 - 60 %igen CO-Umsatz hin gefahren und dieser, mindestens 48 Stunden eingehalten. Das Anfahren der Öfen wurde stets bei vollem Versuchsdruck und bei voller Belastung, beginnend mit einer Ausgangstemperatur von etwa 130° vorgenommen. Versuche, bei niedriger Druckstufe anzufahren und den Druck dann zu steigern, verliefen ungünstig. Ebenso unvorteilhaft war es, den Ofen mit stärkerer Unterlast in Betrieb zu nehmen. Eine Überlastung des Ofens beim Anfahren scheint nicht schädlich zu sein. Als äußerst wichtig ist anzusehen, daß beim Anfahren die Beaufschlagung des Ofens so gleichmäßig wie möglich gehalten wird.

Man muß sich die Verhältnisse so vorstellen, daß bei einem schlecht angefahrenen Ofen die Aufarbeitung des Gases in einer zu kurzen Reaktionszone erfolgt. Der Ofen unserer normalen Bauart ist dann nicht mehr in der Lage, diese zu konzentriert auftretenden Wärmemengen abzuführen. Es kommt zu Überhitzungen, zu einer erhöhten Methanbildung und gegebenenfalls auch zu Kohlenstoffabscheidungen. Diese letzteren bedingen dann zu einem wesentlichen Teil eine Verstopfung des Rohres. In den Öfen der DVA sind Kohlenstoffabscheidungen nur in ganz seltenen Fällen zu beobachten gewesen.

Daß man in einem Ofen mit besonders günstiger Wärmeableitung die Ansprüche hinsichtlich Anfahrsgeschwindigkeit und Aufarbeitungsgrad heraufschrauben kann, haben die Versuche in der DVA mit dem Engrohröfen 4 (Ø des Einzelrohres 10 mm) bewiesen.

### 3. Betrieb.

Auf die Wichtigkeit einer gleichmäßigen Beaufschlagung und ständigen Überwachung der Gasbelastung des Ofens sei nochmals hingewiesen.

Aufsättigung: Wie bekannt, sättigt sich der Ofen zunächst mit den höher siedenden Bestandteilen auf und liefert anfänglich ein verhältnismäßig leichtes und eigentümlicherweise olefinreiches Produkt. Gelegentlich wird etwa nach Erreichen des Absättigungspunktes des Kontaktes beobachtet, daß mit dem Paraffin zugleich Kontakt (Staub) aus dem Ofen ausgetragen wird. Diese Erscheinung geht nach einer gewissen Zeit zurück. Es handelt sich um aus dem Kontakt gespülten Kontaktstaub. Wird beobachtet, daß fortlaufend

Kontakt

Kontakt ausgetragen wird, so liegt offenbar ein schlecht geformtes zerfallendes Kontaktkorn vor. In der DVA ist eine solche Beobachtung bisher einmal gemacht worden mit einem Kobalt-Thorium-Kontakt.

Methanbildung: Eine andere bekannte Erscheinung ist, daß der Mitteldruckofen zunächst eine niedrige Vergasung zeigt, die  $\text{CH}_4$ -Bildung liegt anfänglich oft unter 10 % des umgesetzten CO. Später steigt sie dann auf einen Wert an, der bei dem Normalofen der DVA (Ofen 3.u.8) bei 75 %iger CO-Aufarbeitung etwa bei 15 - 18 % des umgesetzten CO liegt. Werden höhere Werte beobachtet, so kann entweder auf schlechte Wärmeableitung im Ofen geschlossen werden oder auf einen nicht ausreichend aktiven Kontakt, dessen Temperatur unverhältnismäßig hochgetrieben werden mußte.

Die  $\text{CO}_2$ -Bildung liegt bei 75 % CO-Aufarbeitung normalerweise bei 3. - 5 % bezogen auf das umgesetzte CO. Gelegentlich sind auch Werte zwischen 10 und 15 % des umgesetzten CO erhalten worden. Eine derartige Erscheinung ist auf schlechte Kontaktqualität zurückzuführen, möglicherweise auf einen zu hohen Eisengehalt der eingesetzten Kieselgur. Eine direkte Beziehung zwischen  $\text{CH}_4$ - und  $\text{CO}_2$ -Bildung besteht nicht. Das  $\text{CO} : \text{H}_2$ -Verbrauchsverhältnis beträgt bei 75 % CO-Aufarbeitung etwa 1 : 210. Liegt das Verbrauchsverhältnis merklich unter diesem Wert, so deutet dies auf einen unverhältnismäßigen CO-Verbrauch hin. Dieser kann verursacht sein durch eine erhöhte  $\text{CO}_2$ -Bildung, sei es ohne (Konvertierung) oder mit gleichzeitiger Kohlenstoffabscheidung. Die genaue analytische Erfassung der  $\text{CO}_2$  ist bekanntlich nicht einfach und setzt bei der Probenahme und Analyse besondere Vorsichtsmaßnahmen voraus. Diese ist die Ursache, weswegen eine erhöhte  $\text{CO}_2$ -Bildung und Kohlenstoffabscheidung gasanalytisch bisweilen nicht erkannt wird.

Einen deutlichen Einfluß auf die Höhe der Vergasung hat das  $\text{CO} : \text{H}_2$ -Verhältnis im Synthesegas. Liegt es über 1 : 2, so wird die Vergasung dadurch schon nicht unbeträchtlich gesteigert. Umgekehrt drängt ein höherer CO-Gehalt im Synthesegas die Vergasung außerordentlich zurück. Mit Wassergas wurden z.B.  $\text{CH}_4$ -Werte erzielt, die 11 % des umgesetzten nutzbaren CO ausmachten. Nach den früheren Erfahrungen wird durch Wassergas allerdings die  $\text{CO}_2$ -Bildung begünstigt. Neuerdings wurde bei Verwendung eines auf gereinigter Kieselgur gefällten Kontaktes festgestellt, daß auch mit Wassergas die  $\text{CO}_2$ -Bildung niedrig gehalten werden kann.

4. Verhalten des Kontaktes bei Betriebsstillständen.

Das Verhalten des Kontaktes bei vorübergehender Abschaltung der Gaszufuhr war nicht ganz einheitlich. In den meisten Fällen wurde beobachtet, daß der Kontakt durch eine vorübergehende (auch viestündige) Stilllegung des Ofens (bei Aufrechterhaltung der Versuchstemperatur und Belassung des Gasdruckes) keine Aktivitäts-einbuße erlitt, sondern im Gegenteil sich noch etwas verbesserte, sodaß z.B. eine Temperatursenkung vorgenommen werden mußte. In zwei Fällen trat indessen durch einen Betriebsstillstand auch eine deutliche Kontaktverschlechterung ein. Mit einer Verschlechterung des Kontaktes durch Stillstand ist offenbar dann zu rechnen, wenn ein staubhaltiger oder nicht formbeständiger Kontakt vorliegt. Bei diesem kann der mit dem abtropfenden Paraffin herausgespülte Staub offenbar am Bodensieb Verstopfungen hervorrufen. Liegt dagegen ein normaler staubarmer Kontakt vor, so scheint durch das Abtropfen des Paraffins die aktive Oberfläche des Kontaktes wieder vergrößert zu werden. Besondere Maßnahmen wurden bei der planmäßigen oder unfreiwilligen vorübergehenden Stilllegung von Versuchsofen in der DVA nicht getroffen. Wird ein derart vorübergehend abgesetzter Ofen wieder angefahren, so ist es allerdings zweckmäßig, seine Temperatur zuvor zu senken, und zwar um so mehr, je jünger der Kontakt ist. Ein erst wenige Tage in Betrieb stehender Kontakt wird sicherheitshalber so behandelt, wie ein neuer Kontakt.

5. Beobachtungen über die Paraffinbeladung des Kontaktes und das Verhalten des Kontaktparaffins bei der Hydrierung.

Über diesen Punkt ist bisher noch kein einheitliches Beobachtungsmaterial gewonnen worden. Der Kontakt belädt sich bei ausreichender Versuchszeit zu 100 bis etwa 150 % seines Einsatzgewichtes mit Paraffin. Das Paraffin wird von dem Korn derart aufgenommen, daß das Aussehen des Kontaktes (im kalten Zustande) sich dadurch nicht verändert. Das spezifische Gewicht des Kontaktes steigt dagegen beträchtlich an. Bei der Behandlung mit  $H_2N_2$  zeigt das Kontaktparaffin ein sehr unterschiedliches Verhalten. In einigen Fällen wurde es überhaupt nicht angegriffen. In anderen Fällen wurde es vorwiegend zu öligen Produkten abgebaut. In weiteren Fällen entstanden neben den öligen Produkten auch beträchtlich Methankohlenwasserstoffe.

6. Entleerung des Kontaktofens.

Allgemein wurde festgestellt, daß der Kontakt umso besser entleert werden konnte, je günstiger er geformt war. Die besten Entleerungsergebnisse wurden mit dem Fadenkorn des Forschungslabors und dem Eirichkorn gewonnen. Der Ofen wurde bei der Entleerung bei möglichst hoher Temperatur gehalten ( $150 - 160^{\circ}$ ) und der zuvor hydrierte Kontakt durch Anschlagen des Ofens zum Ausrieseln gebracht. Ob eine vorherige Entparaffinierung des Kontaktes zwecks besserer Entleerung unbedingt erfolgen muß, steht noch nicht fest. Tatsache ist, daß auch Kontaktmassen mit Paraffingehalten bis zu 50 % ohne Schwierigkeiten entleert werden konnten. Der entscheidende Punkt für die Entleerung ist, ob bereits ein größerer oder kleinerer Teil der Rohre sich in verstopftem, gesundurchlässigem Zustande befinden. Ist dies der Fall, so nützt die Hydrierung nichts, da der Wasserstoff durch diese Rohre keinen Abgang findet. Man wird dann nur noch mit Hilfe der Extraktion die Möglichkeit haben, derartige Rohre gänglich zu machen. Andererseits wird durch die Extraktion der Kontakt im Rohr zusammengeschlemmt. Im Idealfall, d.h. bei Vorliegen eines gut geformten, staubfreien und ohne Kohlenstoffabscheidung betriebenen Kontaktes, müßte eine Entleerung unabhängig von der Höhe der Paraffinbildung ohne vorhergehende Entparaffinierung möglich sein.

*Joh. A. N. 5.*  
*Abdruck aus Neuzeitung*  
*- Schrift*

*Bar.*

Oberhausen-Holten, den 1. März 1939  
RB Abt. FVA Hr/Hgd.

503

Herrn Professor Martini.

Betrifft: Einfluss des Druckes auf die Benzinsynthese.

Wir untersuchten in Ofen 3 (Mannesmann-Doppelrohröfen) welchen Einfluss der Druck auf die Benzinsynthese ausübt. Hierbei begannen wir bei Atmosphärendruck und erhöhten den Druck in angemessenem Zeitabstand von Atmosphäre zu Atmosphäre bis auf 7,0 atü. Für jeden Druckbereich wurde die  $\text{CH}_4$ - und  $\text{CO}_2$ -Bildung, Ausbeute an flüssigen Produkten und Verflüssigungsgrad usw. ermittelt. Der CO-Umsatz wurde soweit wie möglich gleich (beid. rd. 75 %) gehalten. Die Gasbeaufschlagung betrug etwa 1,10  $\text{Nm}^3/10$  Liter Kontakt. Der verwendete Kontakt war ein normaler Co-Nickelkontakt von der Korngröße 2 - 3 mm aus der Katorfabrik. Die gesamte Versuchsdauer betrug 93 Betriebs-Tage.

In den Anlagen 44 - 46 sind die Versuchsergebnisse zusammengefasst. Als wesentliche Punkte seien die folgenden hervorgehoben:

- 1.) Der Doppelrohröfen ließ sich bei Atmosphärendruck ohne Schwierigkeit in Betrieb nehmen, wobei die  $\text{CH}_4$ -Bildung in den ersten vier Betriebstagen sehr niedrig lag; sie betrug nur 9 % des umgesetzten CO, stieg dann aber bis auf 22 % vom CO-Umsatz an. Da der Kontakt sich noch in Aufsättigung befand, kann über die Höhe der Ausbeute im ersten Versuchsabschnitt nichts gesagt werden. Die flüssigen Produkte entsprechen ihrer Zusammensetzung nach den der Niederdrucksynthese. Sie waren eigentlicherweise stärker abgesättigt, als uns aus der Niederdrucksynthese bekannt ist.
- 2.) Die Erhöhung des Druckes auf 1 und 2 atü brachte hinsichtlich des Reaktionsverlaufs keine wesentlichen Verschiebungen; zur Aufrechterhaltung des gleichen CO-Umsatzes musste die Reaktions Temperatur sogar erhöht werden. Im grossen und ganzen bot sich ein ähnliches Bild wie bei der Niederdrucksynthese. Die Siedelage des Gesamtproduktes wurde indessen parallel der Drucksteigerung nach oben verschoben.

3.) Bei 3 atü trat ein charakteristischer Wendepunkt ein. Die Reaktionstemperatur konnte um etwa 5°C herabgesetzt werden, der praktische Verflüssigungsgrad stieg von 65 % bei 2,0 atü auf 75 % bei 3,0 atü. Die Methan- und CO<sub>2</sub>-Bildung lag in der Größenordnung, wie sie für die Drucksynthese bekannt ist. Die flüssigen Produkte wurden noch etwas schwerer als bei 2,0 atü.

4.) Würde der Druck nunmehr auf 4 und 5 atü erhöht, so traten hinsichtlich der Gasumsetzung, der Verflüssigung und des Charakters der Produkte keine wesentlichen Änderungen mehr ein. Dass die Druckerhöhung jedoch nicht ohne Wirkung blieb, zeigte sich in der Reaktionstemperatur. Diese konnte nämlich jeweils mit der Erhöhung des Druckes zunächst um einige Grade herabgesetzt werden, sodass sie im Mittel über 40 Betr.-Tage (3, 4 und 5 atü - Periode) konstant blieb. Somit lag die Wirkung des Druckes jetzt vornehmlich in der Verlängerung der Lebensdauer.

5.) Eine weitere Erhöhung des Druckes auf 6 und 7 atü brachte keine Vorteile mehr. Es war trotz der Druckerhöhung nunmehr erforderlich, die Reaktionstemperatur heraufzusetzen, dabei stieg dann die Methanbildung und die Ausbeute an flüssigen Produkten nahm ab. Nach unserer Meinung beträgt dieser Befund nicht, dass etwa oberhalb von 5 atü eine weitere Drucksteigerung ohne Einfluss bleibt. Im vorliegenden Fall war dieser Einfluss aber nicht mehr zu erkennen, wahrscheinlich deshalb, weil der Kontakt durch das Arbeiten bei Atmosphärendruck und im niederen Druckbereich schon einen grossen Teil seiner Aktivität verloren hatte. Die Alterung des Kontaktes wurde anscheinend durch die Druckerhöhung nicht mehr kompensiert.

Richtiger wäre es gewesen, die Versuche über den Einfluss des Druckes bei jeder Druckstufe nebeneinander in Ofen gleicher Bauart, mit gleichen Kontakten und unter sonst gleichen Betriebsbedingungen durchzuführen. Aus Mangel an Ofen mussten wir hiervon zunächst absehen.

#### Zusammenfassung:

Die Benzinsynthese behält hinsichtlich der Art der Gasumsetzung bei Drücken bis zu 2,0 atü im wesentlichen den Charakter der Niederdrucksynthese. Hinsichtlich der Produkte beginnt bereits bei 1 atü eine Verschiebung zur Mitteldrucksynthese.

Bei 3 atü nimmt die Synthese die charakteristischen Merkmale der Mitteldrucksynthese an ( schon beim Anfahren des Ofen 3 mit der ersten Füllung im Oktober 1937 wurde eine gleichlaufende Beobachtung gemacht). Ein Einfluß des Druckes auf die Olefinegehalte der flüssigen Produkte war in den einzelnen Versuchsabschnitten nicht festzustellen. Oberhalb 3 atü wirkte sich der Druck in dem vorliegenden Versuch nur noch in einer Verlängerung der Lebensdauer des Kontaktes aus. Wie wir aus den Versuchen mit Ofen 4 und Ofen 8 wissen, (vergl. Bericht vom 20. 12. 38: Ofen 8, "Vergleich der Drucksynthese bei 7 und 5 atü" und Monatsbericht vom Januar 1939) bestehen jedoch zwischen 5 und 7 atü noch deutlich erkennbare Unterschiede.

Ddr.: A,  
F,  
Hg,  
Ke,  
Betr.-K.  
DVA

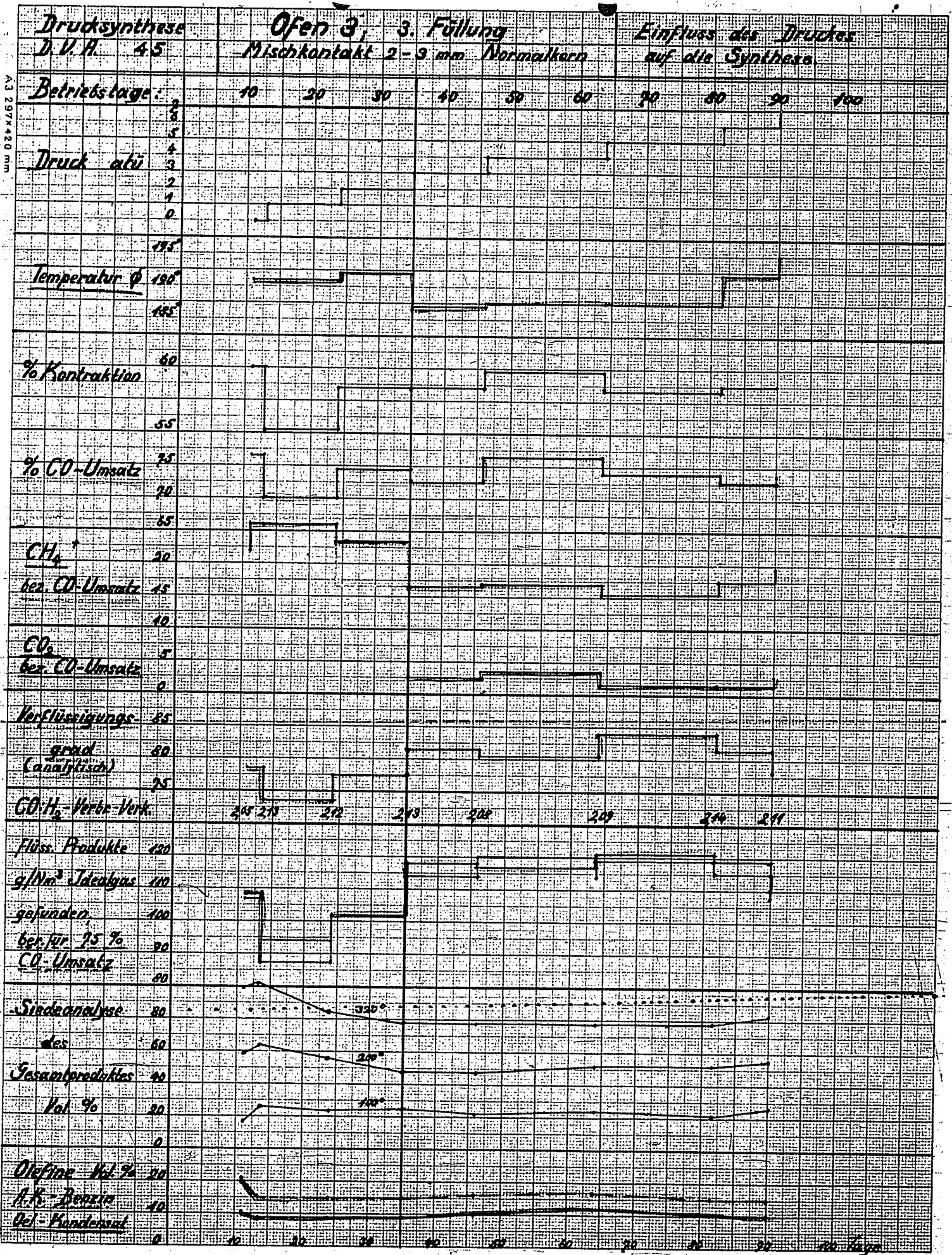
Bahr



DATE	TIME	WIND	TEMP	REL. HUM.	WIND DIR.	WIND S.P.	SEA STATE	WAVE DIR.	WAVE HGT.	WAVE PER.	WAVE S.P.	WAVE DIR.	WAVE HGT.	WAVE PER.	WAVE S.P.	WAVE DIR.	WAVE HGT.	WAVE PER.	WAVE S.P.
05.10	08.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0
05.10	09.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0
05.10	10.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0
05.10	11.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0
05.10	12.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0
05.10	13.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0
05.10	14.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0
05.10	15.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0
05.10	16.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0
05.10	17.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0
05.10	18.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0
05.10	19.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0
05.10	20.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0
05.10	21.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0
05.10	22.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0
05.10	23.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0
05.10	00.00	04	13.0	85	04	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0	04	1.0	1.0	1.0

22.2.39.

A3 297x420 mm

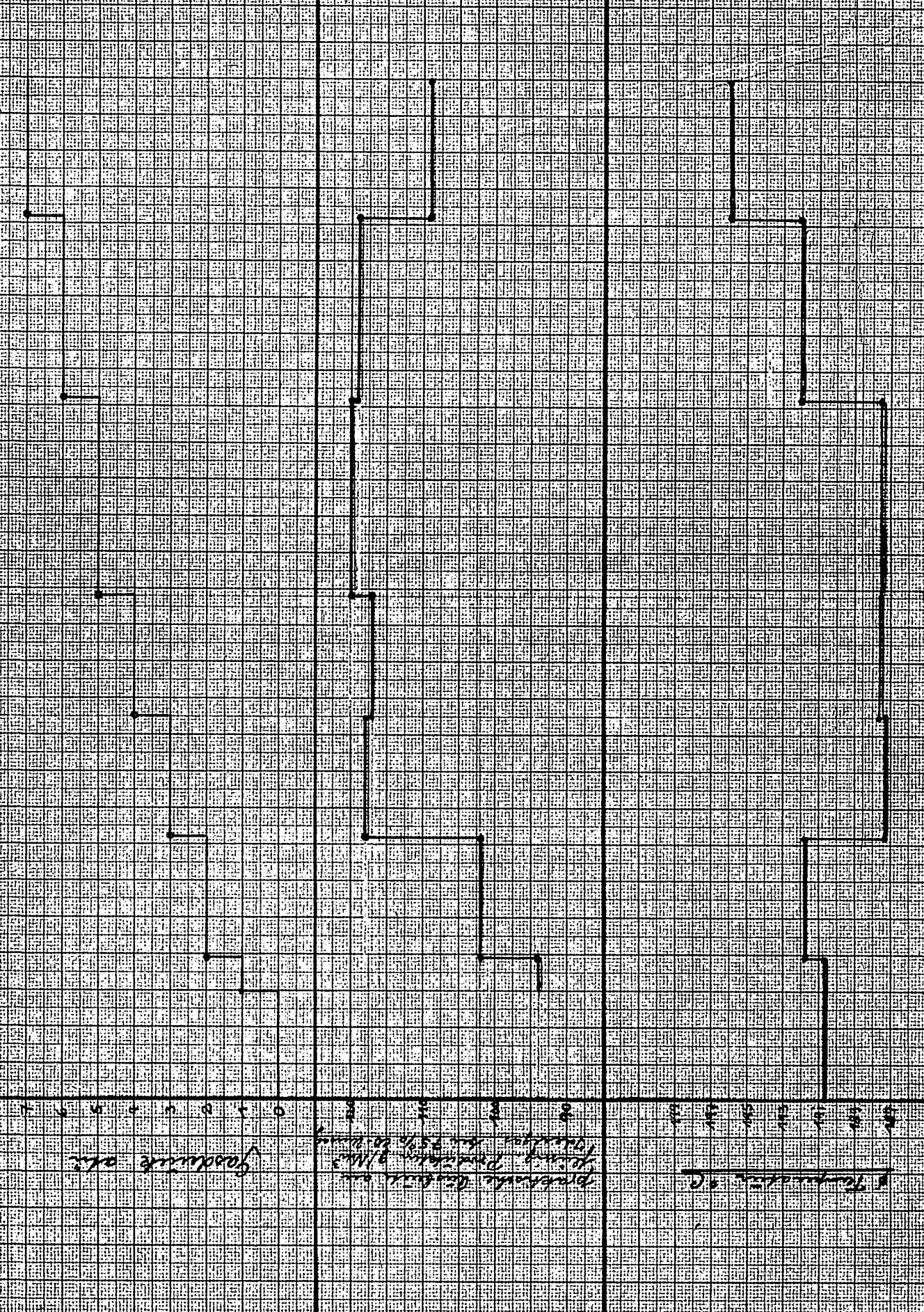




Offen 3  
 Mammesmann - Doppelreiter - Offen  
 Mammesmann - Doppelreiter - Offen  
 Mammesmann - Doppelreiter - Offen

Offen 3  
 Mammesmann - Doppelreiter - Offen  
 Mammesmann - Doppelreiter - Offen  
 Mammesmann - Doppelreiter - Offen

Offen 3  
 Mammesmann - Doppelreiter - Offen  
 Mammesmann - Doppelreiter - Offen  
 Mammesmann - Doppelreiter - Offen



25.8.37

Dreh-Tage

95

81

64

46

35

24

16 13

A3 297x420 mm

502

Herrn Professor H s r t i n .

betreffs Vergleich der Drucksynthese bei 7 und 5 atü.

Wie bereits im Monatsbericht November erwähnt wurde, führten wir in Ofen 8 (Mannesmann-Doppelrohröfen) mit einem  $\text{ThO}_2$ -Kontakt (2mm Fadenkorn) einen Vergleich der Drucksynthese bei 7 und 5 atü aus. Jeder Versuchsabschnitt umfasste rund 35 Tage. Es wurde zunächst bei 7 und anschließend bei 5 at gefahren. Richtiger wäre es natürlich gewesen, 2 Öfen gleicher Bauart parallel zu betreiben, doch standen uns hier für nicht ausreichend Öfen zur Verfügung.

In den Anlagen, DVA 35, 36, 37, sind die Ergebnisse des Vergleichsversuchs zusammenfassend zahlenmäßig und graphisch dargestellt. Als wesentliche Gesichtspunkte seien folgende hervorgehoben:

1.) Bei Erniedrigung des Drucks von 7 auf 5 atü, sank die Kontraktion um 8 bis 9 %, es war eine Temperaturerhöhung von  $3^\circ$  erforderlich um die Aufarbeitung aufrecht zu erhalten. Die durchschnittliche Versuchstemperatur betrug bei 7 atü  $184,4^\circ$ , bei 5 atü  $192,3^\circ$ .

2.) Der analytische Verflüssigungsgrad betrug bei 7 atü 82, bei 5 atü 80,0, die Gesamtvorgasung 18, bzw. 20 % bez. auf das ungesetzte Kohlenoxyd.

3.) Die praktische Ausbeute erreichte bei 7 atü 124,0 g, bei 5 atü 116,0 g.

4.) Das bei 5 atü erhaltene Gesamtprodukt enthielt 53,7 Vol. Benzol (bis  $200^\circ$  siedend) gegenüber 41,1 % bei 7 atü. Der Mittelöl-Anteil war in beiden Fällen praktisch gleich. Der Paraffin-Anteil ( $>320^\circ$ ) lag bei 5 atü um 10 % niedriger als bei 7 atü. Der Sättigungsgrad des Produktes war in den beiden Fällen etwa derselbe.

Die beobachteten Unterschiede zwischen 7 und 5 atü, scheinen in erster Linie temperaturbedingt zu sein. Wie oben angegeben, musste bei 5 atü die Reaktionstemperatur durchschnittlich um  $8^\circ$  höher gehalten werden und zwar nur zum Teil

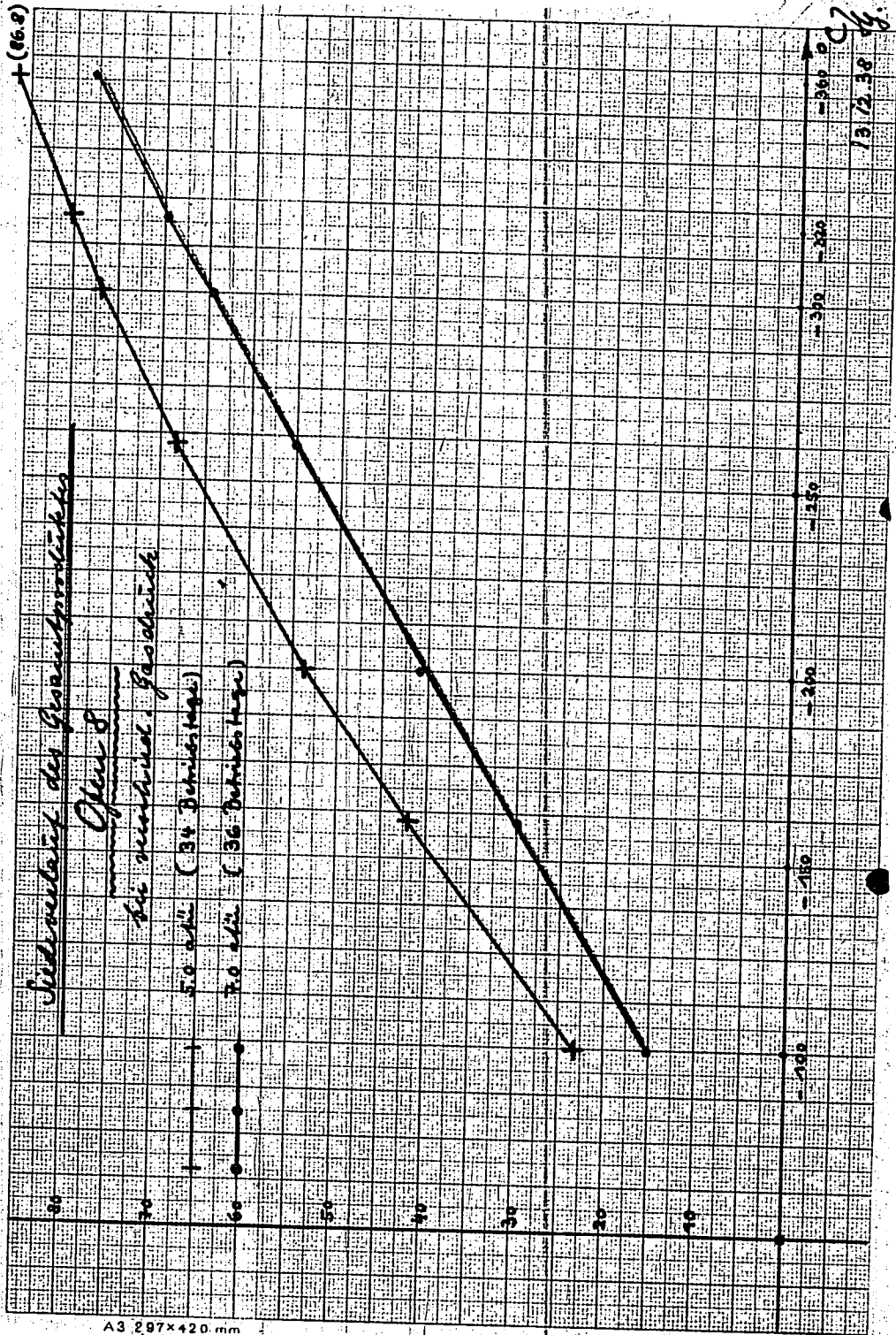
*Rubikon, in Aktien-Gesellschaft*  
*Eberhausen, Baden*

- 2 -

wegen des erniedrigten Verwuchsdrucks und zum anderen aber  
auch wegen der Alterung des Kontakts.

Ddr. : A.,  
F.,  
Hg.,  
H.,  
Hc.,  
Betr.-Kontr.,  
DVA.,

*B. A. K.*



# Open 8

DVA 35

v. 16.9. - 30.11.1938

Federkorn 2.0 mm Ø, Offen unter 60.2 kg Co

Kontakt - Zusammensetzung:  $Co$  100.00 Kgr: 179.0  
 $TiO_2$  14.85 Korr: 1-2.7m  
 Schlackgewicht: 243, Reduktionswert: 69  
 (Der Kontakt würde in Offen 132 der RB eingestrichelt)

Datum: 16.9. - 26.10.38 27.10. - 30.11.38  
 Betriebs-Tage: 36 34

Belastung  $Ni$ -Syngasstrom  $\left\{ \begin{array}{l} Co \\ Kobalt \end{array} \right.$  1.03 (83.0) 1.00 (80.6)  
 1.35 (112) 1.34 (112)  
 112.4 112.3

Temperatur  $^{\circ}C$ : 184 - 186.3 189.5 - 194

Gasdruck atm: (7) (5)

Reinigen	$CO_2$ Luft	13.7	36.7	13.8	35.2
	$O_2$	-	0.4	-	0.3
	$CO$	28.7	20.1	28.2	19.4
	$H_2$	53.8	26.9	57.1	28.6
	$CH_4$		7.4		8.2
	$N_2$		3.4		7.7
	$C_2H_2$		1.07		1.00

$\phi$  Kontraktion (aus Menge in  $H_2$ ) %: 61.0 59.1

$CO$ -Umsatz %: 72.5 77.3 + 72.2 76.8 +  
 $CO$ -Kupferringang %: 59.6 63.6 + 57.8 61.5 +

prakt.  $CO$ -Kupf.-Grad: 82.0 80.0  
 76.8 72.0

%  $CH_4$  + Luft bez. auf  $CO$ -Umsatz: 11.7 13.0  
 " " " "  $CO$ -Umsatz: 15.0 17.0  
 " " " "  $CO$ -Kupf.: 18.5 21.2

%  $CO_2$  bez. auf  $CO$ -Umsatz: 2.3 2.3  
 " " " "  $CO$ -Umsatz: 3.0 3.0  
 " " " "  $CO$ -Kupf.: 3.6 3.7

Kohlenstoffverhältnis  $CO$ - $H_2$ : 1.2.09 1.2.05

berechnete  $H_2$ -Verhältnis: 1.33 1.29

praktische  $H_2$ -Verhältnis: 1.24 1.16

Spez. Gew. der Gesamtprodukte: 0.763 0.735

Spez. Gew. $1.15^{\circ}C$			
- 100 $^{\circ}C$	15.3	23.3	
- 160 "	29.9	42.7	
- 200 "	41.1	53.7	
- 260 "	66.3	62.5	
- 300 "	64.6	76.8	
- 320 "	69.5	80.2	
- 380 "	78.0	86.8	
- 200 "	75.6	114.9	

200<sup>3</sup> 208 220 mm: 8.9 5.6

13.12.38







Betr.: Bisherige Ergebnisse in der MD - Synthese.

In der Anlage DVA-Nr. 54 sind die bisherigen Ergebnisse in der MD-Synthese bis April 1939 tabellarisch zusammengestellt.

Für die Gegenüberstellung der Versuchsdaten bezüglich Vergasung und Ausbeute wurde die Basis eines 75 %igen CO-Umsatzes gewählt. Wenn auch nicht immer dieser Vergleich in linearer Richtung exakt möglich ist, so lassen sich doch bestimmte Schlussfolgerungen aus diesen Ergebnissen ziehen:

- 1.) In der Druckversuchsanlage wurden mit den verschiedensten Öfen (der Bauart nach) in vielen kurz- und langfristigen Versuchen (bis 107 Tage) von Oktober 1937 bis Oktober 1938 folgende Daten erzielt:

CO-Umsatz	:	75 %
<del>CH<sub>4</sub> CnHm bez.</del>	:	<del>14 %</del>
<del>auf CO-Umsatz</del>		

CO <sub>2</sub> bez.	:	2,5 %
auf CO-Umsatz		

Gesamtvergasung bez.	:	16,5 %
auf CO-Umsatz		

praktische Ausbeute an flüss. Prod. bei 75 % CO-Umsatz g/Nm <sup>3</sup> Idealgas	:	121.
--	---	------

- 2.) Die Kontakte aus November 1938 bis Februar 1939 zeigen in den Öfen der RB und im Ofen 8 der DVA eine weit höhere Vergasung, als sie aus den Versuchen vor dieser Zeit in der DVA wie diese unter 1. festgestellt wurden, *bekannt ist.*  
Beispielsweise betrug die Methanbildung in vielen Fällen bei CO-Umsätzen von 60 - 65 % rd. 28 - 35 % vom umgesetzten CO.

In Einzelfällen wurde zudem, wo dieses überhaupt aus analytischen Gründen festzustellen möglich war, eine starke

starke zusätzliche CO-Bildung gefunden.

- 3.) Die geringere Vergasung der Kontakte aus der Zeit von März 1939 bis April 1939 zeigt sich in den Daten der Gesamtanlage RB, wo die teils hohe Vergasung durch bessere Öfen kompensiert wird, aber immerhin noch hoch erscheint. So wurde hier bei einem CO-Umsatz von 80 % etwa 17 % CH<sub>4</sub> vom umgesetzten CO gebildet.

~~Anlage: Beispiel zur Auswertung einer Restgasanalyse.~~





*Ruhelosen Aktiengesellschaft*  
*Oberhausen-Holtan*

D. 7  
Oberhausen-Holtan, den 25. November 1938.  
RB. Abt. DVA. Ea/Zk.

Druckversuchsanlage.

509

Zusammenstellung der Drucksynthese - Versuche.

In der Anlage sind die bisherigen in der Druckversuchsanlage durchgeführten Versuche abschließend mit Ende Oktober d.J. zusammengestellt.

Ddr.: A.,

F.,

Hg.,

H.,

Hc.,

Estr.-Kontr.-RB.,

DVA.: ✓

Bahr



DVA-Drucksynthese  
Nr. 19

Drucksynthese-Ofen DVA  
Stand vom 25. 10. 1938

Ofen	Bauart	Füllung	Kontakt	Fahrzeit Betriebsstage	
1		1	Co 100 ThO <sub>2</sub> 15 Kgr 500	Normal Korn 1-3mm	63
		2	Co 100 ThO <sub>2</sub> 15 Kgr 200	Normal Korn 1-3mm	41
		3	Co 100 ThO <sub>2</sub> 15 Kgr 500	Faden Korn 2,5mm	107
2 Kreislauf		1	Co 100 ThO <sub>2</sub> 15 Kgr 200	Normal Korn 1-3mm	177
		2	Co 100 ThO <sub>2</sub> 15 Kgr 300	Faden Korn 2,5mm	79
		3	Co 100 ThO <sub>2</sub> MgO 5 10 Kgr 200	Faden Korn 2,5mm	47
3		1	Co 100 ThO <sub>2</sub> 15 Kgr 200	Normal Korn 1-3mm	60
		2	Co 100 ThO <sub>2</sub> 15 Kgr 200	Normal Korn 1-3mm	190
		3	Co 100 ThO <sub>2</sub> MgO 5 10 Kgr 200	Korn 2-3mm	1
4		1	Co 100 ThO <sub>2</sub> 15 Kgr 200	Normal Korn 1-3mm	6
		2	Co 100 ThO <sub>2</sub> MgO 5 10 Kgr 200	Einick Korn 0,8-1,3mm	34
5		1	Co 100 ThO <sub>2</sub> 15 Kgr 200	Normal Korn 1-3mm	64
		2	Co 100 ThO <sub>2</sub> MgO 5 10 Kgr 200	Faden Korn 1,5mm	107
6		1	Co 100 ThO <sub>2</sub> 15 Kgr 200	Normal Korn 1-3mm	8
7		1	Co 100 ThO <sub>2</sub> 15 Kgr 200	Normal Korn 1-3mm	7
		2	Co 100 ThO <sub>2</sub> 15 Kgr 200	Normal Korn 1-3mm	18
		3	Co 100 ThO <sub>2</sub> 15 Kgr 200	Faden Korn 2,5mm	59
8		1	Co 100 ThO <sub>2</sub> 14,95 Kgr 179	Faden Korn 2mm	31

97  
D V F  
Holten, den 15.11.1938.  
RB. EG. Heger/Htg.

Benzingewinnung.

504

**Einwirkung des Druckes auf die Synthese  
bei Ofen 132.**

Zur Feststellung der Ursache für den allmählichen Abfall der Aufarbeitung bei einem Druckofen, der sich besonders bei einem Stillstand zeigte, wurde der Ofen 132 vorübergehend bei einem Druck von 5,0 atü gefahren, wobei die Temperatur und die Gasbelastung unverändert blieben.

In der Anlage sind die Daten aus den beiden Versuchsperioden numerisch und graphisch zusammengestellt.

Zum direkten Vergleich können nur die beiden Abschnitte vom 22.10. bis 26.10. und 27.10. bis 1.11.1938 gegenübergestellt werden.

Hierbei ist festzustellen:

Die vorgenommene Druckminderung bedingte

1. Geringere Aufarbeitung

<u>Druck:</u>	5	10	atü
<u>Kontr.:</u>	39	51	g

2. Stärkere Vergasung

<u>Druck:</u>	5	10	atü
CH <sub>4</sub> :	22	18	g bez. auf CO-Umsatz.

3. Verschiebung der Siedelage des Gesamtproduktes nach unten, (wurde bei Ofen 8 der DVA. und Ofen 131 im Bericht 15.11.1938 gezeigt).

4. Stärkerer Widerstand infolge grösserer Gasgeschwindigkeit

<u>Druck:</u>	5	10	atü
<u>Diff.-</u>			
<u>Druck:</u>	185	100	mm WS.

EDr.A.

Ea.

F.

Hg.

H.

Hg.

Betr.-Kontr.

Akt. Synth.

A/5  
Akt. DVA. ✓

*Heger*  
Durchschrift

# Erwartung des Drückers auf die Synthesen bei Opus 132

DVA 32

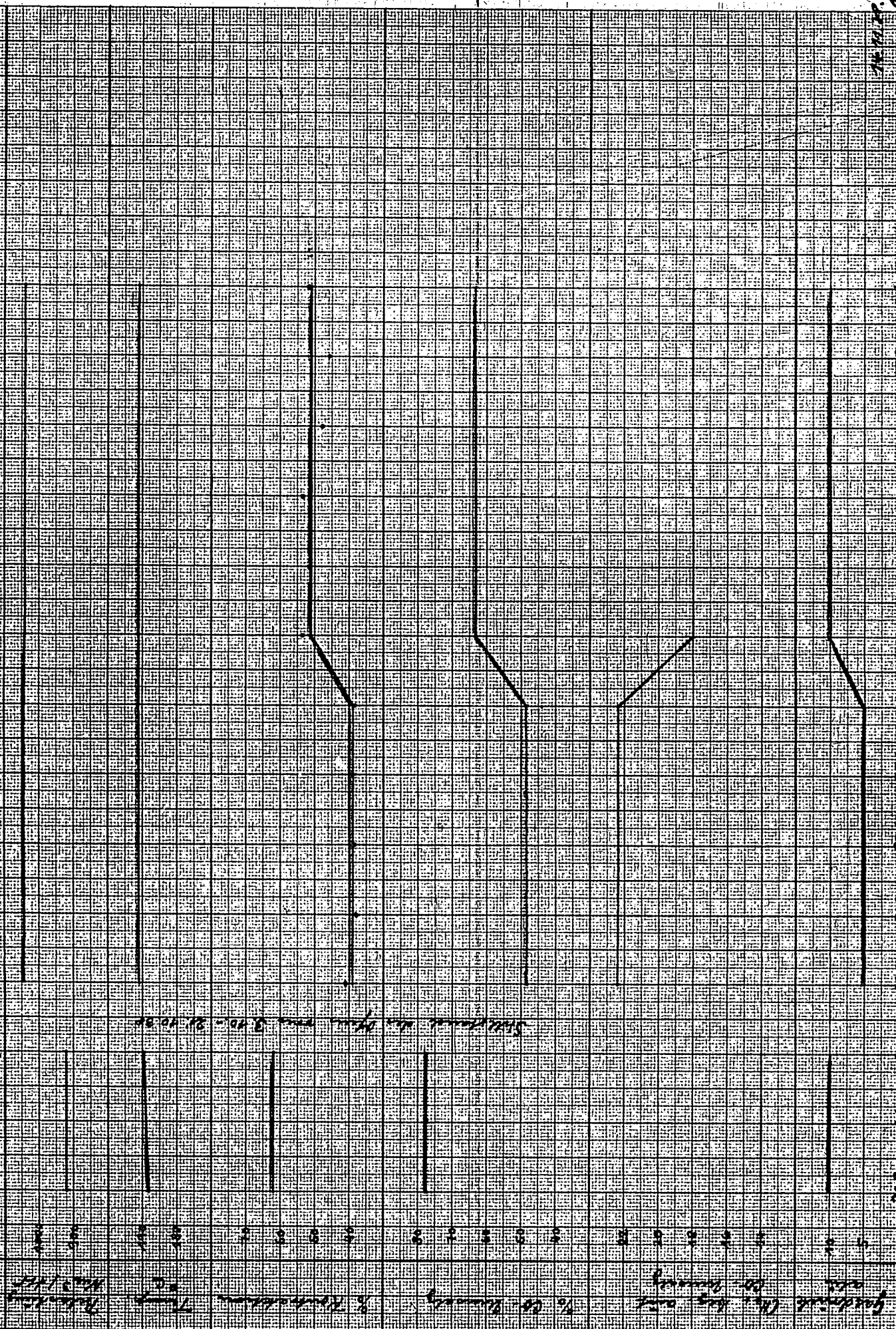
Datum	30.9. - 2.10.		22.10. - 26.10.		27.10. - 1.11.		
Belastung Kraft	923		1045		1040		
Kraft/Kom. - hce	0.923		1.045		1.040		
Geschwindigkeit	10		5.0		10		
Temperatur	188.5		191		191		
°C	189.5						
Druckkraft	-339		-466		-582		
	72		122		121		
Prozent	CO <sub>2</sub>	13.6	35.8	19.1	22.6	14.0	22.6
	CO	-	0.4	-	0.2	-	0.2
	O <sub>2</sub>	-	0.1	-	0.1	-	0.1
	CO	28.9	31.1	28.7	25.6	28.2	22.4
	H <sub>2</sub>	53.9	26.7	53.8	41.4	54.1	35.5
	CH <sub>4</sub>		7.8		5.0		6.6
	N <sub>2</sub>		8.1		9.1		6.0
	C-2		1.11		1.02		1.10
% Produktionen			62		39		51
CO - Mensch			72.3		25.6		61.0
CO - Kraftstoff			60.6		37.8		45.4
CO - Kraftstoff			83.7		76.4		74.5
CO - Mensch			72.4		42.3		63.6
CO - Kraftstoff			64.8		37.2		47.3
CO - Kraftstoff			83.7		26.5		74.5
CH <sub>4</sub>							
kg auf 1 CO - Mensch			10.8		10.9		11.4
" " " CO - Mensch			14.0		22.4		18.0
" " " CO - Kraftstoff			16.7		29.3		23.4
Kohlensäure des Drückers							
abwärts CO - Mensch			1		2		1
Druck Produktion							
g/Kraftstoff			179		80		-
OH - Mensch			95				100
OH - Mensch					185		

11.11.22.



27

27  
28  
29  
30  
31  
32  
33  
34  
35  
36  
37  
38  
39  
40  
41  
42  
43  
44  
45  
46  
47  
48  
49  
50  
51  
52  
53  
54  
55  
56  
57  
58  
59  
60  
61  
62  
63  
64  
65  
66  
67  
68  
69  
70  
71  
72  
73  
74  
75  
76  
77  
78  
79  
80  
81  
82  
83  
84  
85  
86  
87  
88  
89  
90  
91  
92  
93  
94  
95  
96  
97  
98  
99  
100



100  
 90  
 80  
 70  
 60  
 50  
 40  
 30  
 20  
 10  
 1

1.0 2.0 3.0 4.0 5.0 6.0 7.0 8.0 9.0 10.0

100  
 90  
 80  
 70  
 60  
 50  
 40  
 30  
 20  
 10  
 1

1.0 2.0 3.0 4.0 5.0 6.0 7.0 8.0 9.0 10.0

100  
 90  
 80  
 70  
 60  
 50  
 40  
 30  
 20  
 10  
 1

1.0 2.0 3.0 4.0 5.0 6.0 7.0 8.0 9.0 10.0

100  
 90  
 80  
 70  
 60  
 50  
 40  
 30  
 20  
 10  
 1

1.0 2.0 3.0 4.0 5.0 6.0 7.0 8.0 9.0 10.0

100  
 90  
 80  
 70  
 60  
 50  
 40  
 30  
 20  
 10  
 1

1.0 2.0 3.0 4.0 5.0 6.0 7.0 8.0 9.0 10.0

100  
 90  
 80  
 70  
 60  
 50  
 40  
 30  
 20  
 10  
 1

1.0 2.0 3.0 4.0 5.0 6.0 7.0 8.0 9.0 10.0