

3451 - 30/5.01 - H.

534

Herrn Professor Hartig

Betrifft: Wirkung der Mitten der Gummis bei der Druck-  
Synthese.

In Ofen 3 (Drahtgeflecht) untersuchen wir, welche Wirkung erzielt wird, wenn das Reaktionsgas durch den Druckofen von unten nach oben, anstelle von oben nach unten geführt wird. In Anlage 21 Z. 41 sind die Ergebnisse dieses Versuches zusammengefasst (vgl. auch Monatsbericht Feb. 1933).

Rechten der Ofen 20 bis zu einem gewissen Grade betrieben worden war, wurde er bei sonst ungewandelten Bedingungen eingeschaltet. Zunächst trat folgendes ein: Die Kontraktion sank von 23 auf 13 % und die Reduktion erniedrigte sich entsprechend. Infolge der Umkehrung des Stromes lag der Grad nur um 4 Einheiten ab und die Reduktion stieg ebenfalls nicht sehr an, von 13 auf 27 % gegenüber 20 %. Abnehmlich der folgenden Reaktionen lag die angegebene Reduktion in Richtung der erwarteten Wirkung, die Kontraktion vermehrte sich von 5% auf 6 % und die Reduktion sank von 20 auf 10 % ab. Die Reduktion des Gases stieg etwas an.

Der Ofen liess sich abend des am folgenden Versuchsschritte ohne Schwierigkeiten, d. h. in fast keiner Verstopfung ein. Das gleiche Resultat wurde mit der Anlage am Kopf des Ofens erzielt.

Als der Ofen wieder in den normalen Betriebszustand geschaltet wurde (Anlage 22) ergab sich ein Resultat, das dem Resultat der 1. Anlagephase, sodass letztere die letzte Aufarbeitung sei.

Nach der ersten Anlagephase kam es durch die angegebene Verfahrensweise zur Bildung von Nebenprodukten in grosser Menge vor. Diese blieben in vorliegenden Versuch ein starker Rückgang der Umsatzleistung verbunden war, so dass ein

dies hauptsächlich darauf zurück, dass der verwendete Kontakt schon 70 Tage betrieben worden war. Es ist deshalb richtig, den Versuch mit einem neuen Kontakt zu wiederholen, der von vornherein nach der umgekehrten Fahrweise betrieben wird.

Baker

Dfr.: A.,  
Hg.,  
F.,  
H.,  
Sch.,  
Kontroll-Kontrolle

Drucksynthese DFA-Nr. 41	Ofen B (Mannsmann - Doppelrohr) Kontakt: 100 Ca, 1685 In, 129 Kgr 2mm Porenkern Synthesegas	Vergleichs-fahrweise von oben nach unten und von unten nach oben bei der Drucksynthese	
Datum	19.11. - 30.11.38	2.12. - 9.1.39	6/5 1.38
Fahrweise	von oben nach unten	von unten nach oben	von oben nach unten
Belastung $\text{Nm}^2/\text{Min. G.L./h}$	0,99	0,99	1,04
Druck	5 adu	5 adu	5 adu
Temperatur	194,0°	185,2 (194) - 188	198,9
Ofen-Alter	59 - 70 Tg	70 - 89 Tg	91 Tg
	Restgas	Restgas	Restgas
	CO <sub>2</sub> 13,2	CO <sub>2</sub> 13,0	CO <sub>2</sub> 12,6
	CO 28,2	CO 28,3	CO 29,1
	H <sub>2</sub> 56,2	H <sub>2</sub> 53,4	H <sub>2</sub> 53,2
	CH <sub>4</sub> 0,4	CH <sub>4</sub> 0,9	CH <sub>4</sub> 0,6
	N <sub>2</sub> -	N <sub>2</sub> -	N <sub>2</sub> -
	CO -	CO -	CO -
	CO <sub>2</sub> 13,2	CO <sub>2</sub> 13,0	CO <sub>2</sub> 12,6
	CO 28,2	CO 28,3	CO 29,1
	H <sub>2</sub> 56,2	H <sub>2</sub> 53,4	H <sub>2</sub> 53,2
	CH <sub>4</sub> 0,4	CH <sub>4</sub> 0,9	CH <sub>4</sub> 0,6
	N <sub>2</sub> -	N <sub>2</sub> -	N <sub>2</sub> -
	CO -	CO -	CO -
$\phi$ Kontraktion (Hangerok)	58,4 (H <sub>2</sub> )	42,8	41,3
CO-Umsatz (molekul)	23,5	22,2	20,5
CO-Verflüssigungszahl	58,9	42,2	33,2
CO-Verflüssigungsgrad (ausgütlich)	79,8	75,5	79,3
(praktisch) Gvw auf CO-Einsatz	73,0	66,4	76,0
CO-Umsatz	13,7	12,4	10,3
CO-Verflüssigt	13,0	12,2	10,9
CO <sub>2</sub> auf CO-Einsatz	22,5	20,9	20,0
CO <sub>2</sub> auf CO-Umsatz	1,7	1,2	0
CO-Verflüssigt	2,3	2,1	0
CO-Verflüssigt	2,9	2,8	0
$\text{g/Nm}^3$ Totgas	113,09	98,89	89,89
CO-H <sub>2</sub> -Verh. -Vorn	1:2,11	1:2,02	1:2,04
<b>flüss. Produkte</b>			
bis 100°	235	214	243
100°	-	51	31
200°	233	204	270
300°	42,1	51,8	46,0
380°	52,7	66,8	56,0
	80,8	89,7	76,5 (C)
Olefine			
Bezieh. 200°	18,0	19,5	-
0,1	8,6	9,8	-

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten  
Druckversuchsanlage,

Obh.,-Holten, den 11. März 1941.  
ROE, Abt. DVA. Hr./Hg.-

205

Herrn Professor M a r t i n.

Mit der Anlage überreichen wir die Ergebnisse der Versuche über den "Einfluß der Gasrichtung" bei Betrieb mit Wassergas im Kreislauf 1 + 1.

Die nach Abschluß des eigentlichen Vergleiches dieser beiden Fahrweisen von "oben nach unten" und von "unten nach oben" vorgenommene Gasdruckerhöhung von 7 atü auf 20 atü wurde nur zur Orientierung vorgenommen.

Wegen der Kürze der Laufzeit unter 20 atü können die hier erzielten Ergebnisse nur richtungsgebend bewertet werden.

D.V. : Hg.,  
A.,  
H.

Wassergaskreislauf an Kobalt-Kontakt  
von "unten nach oben" betrieben.

Im Anschluß an den Versuch: "Vergleich von Ofen II mit einem normalen Synthesofen (S. Füllung)", wurde der Gasweg in die umgekehrte Richtung verlegt, d.h., der Ofen von "unten nach oben" betrieben. Die Belastung blieb hier bei 1,20 Nm<sup>3</sup>/Norm.-Vol., Std. unverändert. Hierbei sollte festgestellt werden, ob einmal die S.St. mit Synthesegas-Kobaltkontakt in Ofen B gefundenen Ergebnisse in ähnlicher Weise bei dem Betrieb mit Wassergaskreislauf auch zu beobachten sind, zum anderen, da bekanntlich das Produkt bei dieser Fahrweise leichteren Charakter besitzt, hierdurch der Gehalt an für die Fettsäuresynthese geeigneten Paraffin gesteigert werden kann. Der bei normaler Fahrweise bereits 57 Tage betriebene Ofen zeigte, nach Umschalten auf die Fahrweise von "unten nach oben", wie aus dem Kurvenblatt DVA Nr. 82 ersichtlich, im Vergleich zu den letzten 6 Betriebstagen mit normalem Gasweg, einen starken Abfall des CO + H<sub>2</sub>-Umsatzes und Verflüssigungsgrades. Ebenso zeigt folgende Gegenüberstellung der Ergebnisse der normalen und umgekehrten Fahrweise aus Abschnitten gleichen Betriebsalters, daß bei der Fahrweise von "unten nach oben" Umsatz und Verflüssigungsgrad wesentlich schlechter lagen:

Fahrweise:	normal	von unten nach oben
Temperatur °C	211,4	211,4
Belastung	1,20	1,20
Kontraktion %	58,6	50,6
CO + H <sub>2</sub> -Umsatz	71,2 %	60,9 %
CO + H <sub>2</sub> -Verfl.-Grad anal.	61,8 %	57,5 %
CO-Verfl.-Grad prakt.	65,8 %	72,8 %
Ausbeute g/Km <sup>3</sup> Nutogas	110,5	95,3
Gasdruck atm	7	7

Wie die Tabelle zeigt, hätte es keinen Zweck gehabt, den durch Änderung der Fahrweise bedingten Abfall des Umsatzes durch Temperaturerhöhung auszugleichen, da die Vergasung schon unter Beibehalten der Temperatur stark angestiegen war.

Das Gesamtprodukt war durch die umgekehrte Fahrweise wesentlich leichter geworden, wobei allerdings nur eine Verschiebung im Anteil der leichten und schweren Bestandteile auftritt, während der Gehalt an Mittelöl und Weichparaffin vollkommen unverändert blieb. Der Tafelparaffin-gehalt war, bezogen auf das Gesamtprodukt, nicht wesentlich verändert; unter Berücksichtigung der Ausbeute jedoch, ergibt sich für die Fahrweise von "unten nach oben" nur etwa 50 % der bei normaler Fahrweise erreichten Ausbeute an Tafelparaffin. Hinsichtlich des Gehaltes an  $H_2SO_4$ - $P_2O_5$  löslichen Bestandteilen konnte bei der Fahrweise von "unten nach oben" ein Abfall festgestellt werden dessen Ursache wohl die, durch den Abfall der Aufarbeitung bedingte, Anreicherung des  $H_2$ -Gehaltes im Kreislaufgas sein dürfte:

Fahrweise:	normal	von unten nach oben
Siedelage d. Ges.-Prod.:	(- 250° Widmer, oberh. 250° Widmer)	
- 200°	46,5	55,8 Gew. %
200 - 320°	25,5	26,4 "
320 - 460°	15,8	16,6 "
oberh. 460°	12,0	1,2 "
Tafelparaffin	1,5	1,1 "
Gehalt an $H_2SO_4$ - $P_2O_5$ löslich.		
- 200°	65	58 Vol. %
200 - 320°	45	35 "

Gegen Abschluß des Versuches wurde der Druck auf 20 atü erhöht, um hierdurch, evtl. ohne Analyse der Vergasung, die normalen Ergebnisse wieder zu erreichen. Wie das Kurvenblatt DVA Nr. 82 und die folgenden Zahlen zeigen,

konnte,

konnte, in allerdings nur wegen der in beschränktem Maße zur Verfügung stehenden Zeit von 3 Betriebstagen, ungefähr das alte Bild wieder erreicht werden:

CO + H <sub>2</sub> -Umsatz	68,2 %
CO + H <sub>2</sub> -Verfl.-Grad	62,1 %
CO-Verfl.-Grad prakt.	84,4 %
Ausbeute g/m <sup>3</sup> Reag.	127,9

Hinsichtlich der Siedelage des Gesamtproduktes zeigte sich, daß eine starke Verschiebung nach oben eingetreten war. So wurde z.B. bei der normalen Fahrweise erreichte Paraffingehalt oberhalb 320° weit überschritten, wobei jedoch zu berücksichtigen ist, daß hier nur der Hartparaffingehalt anstieg, während der Anteil an Weichparaffin unverändert blieb:

Siedelage d. Ges. Prod.:	- 230° Widmer, oberh. 230° Vakuum
- 200°	37,6 Gew. %
200 - 320°	21,6 "
320 - 460°	17,1 "
oberh. 460°	23,7 "

Der Gehalt an P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> - 10%l. war in Bensen (bis 200°) wieder auf 62, in Mittelöl (200 - 320°) auf 39 Vol. % angestiegen.

Die Versuchsdauer der Fahrweise in umgekehrter Richtung bei 20 atü war leider, da der Ofen für die Erprobung eines neuen Fe-Kontaktes freigemacht werden mußte, nur sehr gering. Die angegebenen Zahlen entstammen daher nur diesen kurzen Abschnitt und hätten sich im Laufe weiterer Betriebszeit evtl. noch verändert.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß auch der Wassergaskreislauf bei umgekehrter Fahrweise das gleiche Bild zeigt, wie es mit Synthesgas s.Zt. beobachtet werden konnte:

- 1.) Geringerer Umsatz bei gleichbleibender Temperatur.
- 2.) Geringerer praktischer Verflüssigungsgrad.
- 3.) Leichtere Produkte.

*[Handwritten signatures]*

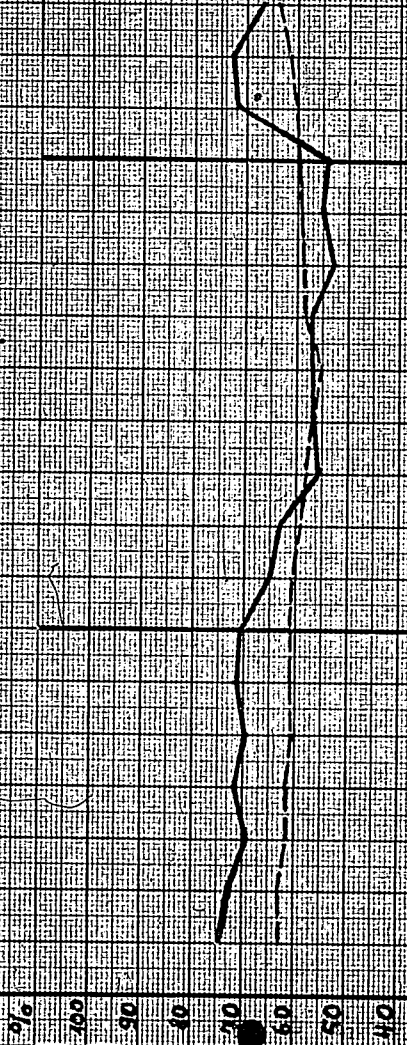
D.V.A. Nr. 82

Ofen II & Fällung

Umsatz und Verfl. grad. bei veränd. Fahrweise

— CO+H<sub>2</sub> - Umsatz

- - - CO+H<sub>2</sub> - Verfl. grad. anal.



Fahrweise von ober nach unten

Belastung 120

Temp. 2143°C Druck 7,2 at

Fahrweise von unten nach oben

Belastung 120

Temp. 2144°C Druck 7,2 at

Fahrweise von unten nach oben

Belastung 120

Temp. 2145°C Druck 20 at

51 52 53 54 55 56 57 58 59 60 61 62 63 64 65 66 67 68

min.

Belastung