

3450 - 30/5.01 - 46

Arezzo Iron Catalyst  
Project

Ruhrchemie Aktiengesellschaft

Oberhausen-Holten  
Betriebsbüro KW  
P/Gst

Oberhausen-Holten, den 26. Februar 1943  
Betrieb: Betriebslabor I

Herrn von A s b o c h t

Betrifft: Feinreinigung unter Druck

Für die Anlage Arezzo wurde ein Feinreinigungsversuch durchgeführt, bei dem unsere Reinigungsmasse und ein in Arezzo zu erwartendes synthese-gasähnliches Gemisch zur Anwendung gelangte. Der Versuch wurde über das Temperaturgebiet von 190 - 250° ausgedehnt und innerhalb der 14 Tage Versuchsdauer die Temperaturerhöhung gleichmäßig verteilt. Hierbei sollte festgestellt werden, ob vor allem bei höheren Temperaturen und solange die Schwefelung der Masse nicht weitgehend vorgeschritten ist, eine Veränderung der Gaszusammensetzung durch irgendwelche Nebenreaktion eintritt. Vorweg kann gesagt werden, dass dadurch weder ein Kohlenoxydverbrauch noch ein Ansteigen des Methanwertes zu beobachten ist. Wohl ist, wie aus den als Anlage 2 beigefügten Gasanalysen hervorgeht, in einigen Fällen eine Erhöhung des CO<sub>2</sub>-wertes um 0,3 - 0,5 % festzustellen, ohne dass aber erklärt werden kann, wodurch diese Zunahme des CO<sub>2</sub>-wertes verursacht wurde.

Der Reinigungseffekt ist, wie nicht anders nach den schon früher unter Druck durchgeführten Versuchen zu erwarten war, ein absolut zufriedenstellender. Für 200° wurden nur noch Gesamtschwefelwerte unter 0,1 g/100 m<sup>3</sup> im Reingas gefunden, wobei das Ausgangsgas mit einem Schwefelgehalt von 13 - 14 g/100 m<sup>3</sup> einen höheren Wert aufweist, wie er in Arezzo aufgrund der Vergasungsverfahren zu erwarten ist. Über den Verlauf des Versuches gibt die Anlage 1 Auskunft.

Die Endbeladung der Masse nach 14 Tagen betrug 4,2 %, also etwa die Hälfte  
b.w.

der von uns vorgesehenen Schwefelbeladung.

Zusammengefasst kann also gesagt werden, dass ein Synthesegas mit etwa 20 % CO<sub>2</sub> und 9 % Methan unter 25 Atm. Druck über unsere Feinreinigermasse unter den üblichen Belastungs- und Temperaturbedingungen bis auf unter 0,1 g org. Schwefel / 100 m<sup>3</sup> gereinigt werden kann, ohne dass irgendwelche unerwünschten Nebenreaktionen auftreten.

2 Anlagen

Dd. Alberts  
Benzin-Gewinnung







Erebnisse Gasanalysen bei Verwendung von Singsi - Druckgas

17. B - III. a Druck-Ofen 2

Sygas	3,0	4,0	3,0	3,0	4,0	1,0	2,0	2,5
CO	42,2	44,0	40,0	40,0	42,5	41,2	43,5	43,5
H <sub>2</sub>	49,2	51,0	46,0	52,0	47,5	53,0	50,0	50,0
CH <sub>4</sub>	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
N <sub>2</sub>	2,0	1,0	2,0	2,0	2,0	1,0	1,5	2,0
H <sub>2</sub> /CO	1,45	1,15	1,0	1,3	1,0	1,3	1,15	1,15
CO + H <sub>2</sub>	92,0	95,0	92,0	92,0	95,0	95,0	93,5	93,5
Endgas I.								
CO	24,0	24,8	25,1	20,7	24,0	18,7	23,0	23,8
H <sub>2</sub>	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
CO	22,0	22,0	21,2	25,3	22,2	25,2	21,4	21,2
H <sub>2</sub>	31,2	33,2	31,9	35,3	32,4	37,6	34,2	32,2
CH <sub>4</sub>	12,6	13,8	10,2	13,0	12,0	14,4	12,2	10,9
N <sub>2</sub>	3,7	2,2	4,0	4,2	3,1	3,2	3,3	4,3
Kondensat	53,0	55,5	50,5	52,2	53,7	55,5	54,3	54,0
CO + H <sub>2</sub> - Summe	70,8	71,0	68,0	68,0	70,0	70,0	70,5	70,0
Chemisch COH <sub>4</sub>	28,0	28,0	31,5	25,0	31,5	25,0	28,0	28,0
ungetrennt	40,0	40,0	2,0	12,0	2,0	12,0	10,0	10,0
Produkt ungetrennt	1,15	1,15	1,05	1,25	1,05	1,25	1,15	1,15
CO <sub>2</sub>								
N <sub>2</sub>	12,0	15,9	12,8	15,7	14,4	12,6	14,0	14,2
H <sub>2</sub>	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7
Paraffin	37,4	32,6	35,4	39,4	36,7	30,2	32,2	32,2
Oil	30,2	32,2	33,1	40,4	34,0	42,2	37,0	37,3
Benzin	9,9	10,7	8,6	10,2	9,4	11,4	10,3	8,4
Gasol	3,6	4,9	3,4	3,6	4,2	4,9	3,8	3,6
Sy-Gas	1,16	1,17	0,93	1,32	0,93	1,40	1,15	1,16
Sum Sy-Gas	22,8	20,8	22,5	29,2	20,7	22,4	22,2	22,5
Ideal-Gas								
g/m <sup>3</sup> Sy-Gas	42,6	43,6	43,7	36,6	45,0	36,2	42,8	44,5
Oil	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Paraffin	13,3	11,6	12,9	12,2	12,4	11,0	12,8	13,1
Oil	15,2	14,2	12,5	14,4	14,7	14,7	15,1	14,2
Benzin	21,2	25,0	17,7	22,2	20,2	26,2	22,9	19,5
Oil	6,2	3,5	5,7	6,1	3,2	3,4	4,0	6,6
Benzin	62,2	72,0	65,4	64,7	62,9	71,4	69,9	70,0
Paraffin	40,0	42,0	32,0	38,0	40,0	40,0	41,0	41,0
Oil	22,0	22,0	31,5	25,0	31,5	25,0	22,0	22,0
Benzin	10,0	10,0	2,0	12,0	2,0	12,0	10,0	10,0
R-H <sub>2</sub> O	1,15	1,15	1,05	1,25	1,05	1,25	1,15	1,15
Beginn								
100°	43,3	44,2	44,4	37,2	45,6	36,7	43,4	45,2
120°	13,5	11,2	12,1	12,4	12,4	11,2	13,0	13,3
140°	15,4	15,0	12,7	14,7	11,9	22,0	15,2	15,0
160°	24,5	32,4	22,5	22,5	20,5	26,6	23,3	19,2
195°	6,3	3,6	5,2	6,2	3,3	3,5	5,0	6,4
220°								
360°								
über 360°								
End								

— am Abzug n. S.H.H. am 6.9.43 System. — Aufguss der Apparatur die Luft im 20.1.43 ersetzt und am 23.3. am 20.1.43

## Petr.: Syntheseofen für Arezzo.

### 1. Kurzer oder langer Ofen?

Wir haben bei Versuchen in Öfen von 2,5 , 4 und 4,5 m, sowohl in der Aufarbeitung als auch im Charakter der flüssigen Produkte, sowohl bei Kobalt- als auch bei Eisenkontakten grundsätzliche Unterschiede nicht feststellen können. Ist es doch immer so, daß die Öfen jeweils nach dem Kontaktvolumen belastet werden. So beträgt beispielsweise die Gasgeschwindigkeit in einem Ofen von a m Länge = b cm/Sek., während sie in einem Ofen von 2 a m Länge = 2 b cm/Sek. d.h. die Gasgeschwindigkeit ist in jedem Falle der Länge des Ofens direkt proportional. Ebenso proportional verläuft der Grad der Aufarbeitung über die Länge des Ofens in Richtung des aufgegebenen Gases d.h. in den meisten Fällen von oben nach unten. Ebensowenig wie Unterschiede in der Aufarbeitung durch die verschiedenen Ofenlängen aufkommen können, sind auch die Konzentrationen an gebildeten Syntheseprodukten in jedem Falle gleich. Wenn auch bei einem langen Ofen das einmal oben im Ofen gebildete Produkt auf seinem Transport bis zur Kondensation längere Zeit am Kontakt vorbeistreicht, so geschieht dies unter einer erhöhten Geschwindigkeit und ist darum sowohl für die physikalische wie für die chemische Zusammensetzung des Produktes nicht von Bedeutung. Im Grunde genommen sollte es sowohl dem Kontakt als auch dem Gas gleichgültig sein, ob das Gas von oben nach unten horizontal oder von unten nach oben geschickt wird. Aufarbeitungsge-  
mäß dürfen sich keine Unterschiede ergeben:

Hier kann meines Erachtens nur eine Änderung in der Bildung der Produkte aufkommen. Wir wollen aber bei unseren weiteren Betrachtungen hier nur die Gasrichtung von oben nach unten näher untersuchen:

Bei genauer Betrachtung aller Versuche aus kurzen und ~~kurzen~~ langen  
Öfen sind bis heute auch bei Kreislaufführung keine Unterschiede festgestellt worden. Ich glaube aber mit Sicherheit sagen zu können, daß wir bei einer Ofenlänge von 2,5 m <sup>- 5,0 m</sup> (in optimalen Grenzen) liegen, und daß zwischen einem Ofen von 10 cm Länge und einem Ofen von 10 m Länge doch gewisse Unterschiede bestehen werden und zwar weniger bedingt durch die " Länge" des Ofens als vielmehr durch die damit verbundene Gasgeschwindigkeit. Solange man eben im Rahmen normaler Gasgeschwindigkeiten bleibt, scheinen verschiedene Richtungen in der Reaktion nicht aufzukommen.

Aus Betriebstechnischen Gründen ist ein kurzer Ofen stets zu begrüßen. Er bietet bestimmte Vorteile.

Zur Frage Doppelrohr- oder Lamellenofen wäre zu sagen: Wir haben beim Anfahren von Lamellenöfen stets die Beobachtung gemacht, daß hier eine größere Sorgfalt anzuwenden ist, als diese bei Rohröfen<sup>en</sup> im allgemeinen notwendig erscheint.



Es wurde auch immer unter Anwendung gleicher Kontakte ein größeres Temperaturgefälle beim Lamellenofen festgestellt, welches auf eine schlechtere Wärmeleitung des Ofens zurückzuführen ist. Wegen der sich bildenden Schatten bei der Füllung unter den Rohren und der ungleich schwierigeren Entleerung ist ein Lamellenofen nicht zu empfehlen. Besonders können diese bei einer Länge von 4,5 m starke Verzüge aufweisen, die dann weitere Schwierigkeiten sowohl für Füllung, als Entleerung bedeuten.

Über die Anwendung von Doppelrohren ist zu sagen, daß mehr Sorgfalt auf die Schweißverbindungen innerhalb des Rohrelementes zu verwenden ist. Auch sind zweckmäßig die Doppelrohre so zu setzen, daß die Verbindungsstutzen zwischen Außenrohr und Innenrohr zur Peripherie radial ausgerichtet werden. Über die Verwendung von engen Rohren z.B. 10 oder 14 mm Röhren ohne Einbauten soll hier wegen der besseren Wärmeleitfähigkeit bzw. größeren Wärmeleitfläche pro Kontakteinheit nicht näher eingegangen werden. Diese Tatsache dürfte hinlänglich bekannt sein.

Die engen Rohre erfordern aber auch ein Kontakt-Kleinkorn etwa von der Größe 0,8 - 1,5 mm. Da bei größerem Korn 2-3 mm das Füllen Schwierigkeiten macht.

*Linien für geschweißte Rohre  
im Doppelrohr von 4,5 m Länge  
bei Normalen Belastung*

*" Kontakt 1 = 2,5*

*" 20 St.*

*= 2,2 mm/sec*

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten

Obh.-Holten, den 21. Dezember 1942.  
Abt. DVA. Hr/Wg.

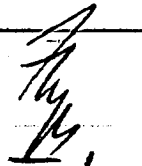
Herrn Direktor von A s b o t h .

Betr.: Arezzo - Schreiben der G.H.H. vom 12.11.42.

Die Mitteilung der G.H.H., wonach wir in einer Besprechung das ~~Trocknen des Kontaktes mit Wasserdampf abgelehnt haben sollen~~, entspricht nicht den Tatsachen. Bei der Aussprache im September ds. Js. über Extrahieren und Trocknen des Kontaktes wurde von uns ausdrücklich festgelegt, daß das Extrahieren des Kontaktes mit Wasserdampf nach unseren Versuchen nicht möglich ist. Über die Trocknung mit Wasserdampf wurde nicht gesprochen. Es muß daher angenommen werden, daß die G.H.H. die von uns als undurchführbar bezeichnete Extraktion des Kontaktes mit Wasserdampf im Laufe der Unterhaltung auch auf die Trocknung bezogen hat.

Sowohl die von der Großanlage durchgeführten Versuche zur Trocknung des Kontaktes mit Wasserdampf, als auch die seit langen bei uns geplanten und jetzt durchgeführten Trocknungsversuche mit ihren Ergebnissen dürften den Sachverhalt über diese Angelegenheit in eindeutiger Weise klarstellen.

2 Ddr.



Notiz

Betr.: Synthesegas Aresso.

Herr H e g e r nannte am 18.9.42 in der Sitzung mit den Herren der GHH und NÜB für die geänderte Frischgasszusammensetzung die nachfolgenden Restgas- und Kreislaufgasanalysen:

<u>Synthesegas A)</u>	Frischgas	Restgas I	Kreislaufgas	Restgas II
CO <sub>2</sub>	5,0	23,8	18,4	41,7
CO	38,0	23,2	27,4	9,1
H <sub>2</sub>	48,0	29,1	34,6	11,5
CH <sub>4</sub>	5,0	15,7	12,6	25,7
N <sub>2</sub>	<del>4,0</del> 4,8	8,2	7,0	12,0
Kontraktion	-	51,0 %	-	67,0 %

<u>Synthesegas B)</u>	Frischgas	Restgas I	Kreislaufgas	Restgas II
CO <sub>2</sub>	3,0	21,7	16,3	42,0
CO	40,0	26,0	30,0	11,0
H <sub>2</sub>	51,0	33,2	38,4	13,7
CH <sub>4</sub>	4,0	14,8	11,7	26,4
N <sub>2</sub>	2,0	4,3	3,6	6,9
Kontraktion	-	54,0 %	-	71,0 %

Ddr. Heger ✓

Durchschrift

B e s c h r e i b u n g

der nach dem RUHRCHEMIE-VERFAHREN arbeitenden  
Paraffin-Synthese-Anlage "Arezzo".

---

Obernassen-Holten, den 17. Juli 1942  
Verw. Nr/543

Beschreibung der nach dem Kuhrochemie-Verfahren arbeitenden  
Paraffinsynthese-Anlage "Arenso".

Die Anlage ist vorgesehen für eine garantierte Leistung von 25.000 tate Fertigprodukt. Bei einem zugrunde gelegten Wirkungsgrad der Weiterverarbeitung von 92 % müssten dementsprechend etwa 27.200 tate Primärprodukt einschliesslich Treibgas erzeugt werden.

Als Fertigprodukte sind anzusehen:

1. Treibgas
2. stabilisiertes Benzin, mit Natronlauge entsäuert, Siedepunkt 200°C
3. Dieselöl gelaugt, von 200 - 320°C siedend
4. Paraffin über 320°C siedend

Der Anfall von Paraffin wird 8.600 tate mit einem Paraffingehalt von 8.200 tate sein.

Durch eine Kürzung der Kontaktlaufzeiten lässt sich eine Erhöhung des Paraffinanteils erreichen.

Die Synthese arbeitet unter Verwendung eines speziellen Eisenkatalysators bei einem Betriebsdruck von etwa 20 Atm. Ein abgeweigter Endgasanteil nach der Kondensation I wird mit dem Synthesegas gemischt und wieder den Kontaktöfen zugeführt. ~~Verhältnis Synthesegas : Rücklaufgas ca. 1 : 2,5.~~

Die Anlage besteht aus folgenden Stationen:

1. Gaserzeugung
2. Kompression
3. CO<sub>2</sub>-Wäsche
4. Feinreinigung
5. Synthese
6. Kondensation und Abscheidung der Produkte
7. Destillation und Reinigung der Primärproduktion
8. Herstellung der Feinreinigermasse

Die beiliegende Zeichnung I gibt ein schematisches Bild des Fabrikationsganges. Die darin zwischen Rohgas-Gasometer und Turbokompressoren gestrichelt gezeichneten Apparaturen wie Niederdruck-Gebälse, Grobreinigung, Schlusskühler, Gaserhitzer und Entschwefungsanlage werden in Aresso nicht gebaut, da die vorgesehene unter Druck arbeitende Feinreinigung mit nachgeschalteter Druck-CO<sub>2</sub>-Wäsche die Erstellung dieser Anlagenteile erübrigt. Durch deren Einzeichnung wird hier nur ein Überblick über die in anderen Synthese-Anlagen übliche Arbeitsweise bei der Gasvorbehandlung gegeben.

Von der Gaserzeugung (1) geht das in der Kompression (2) auf 20 atü verdichtete Gas über die CO<sub>2</sub>-Druckwasserwäsche (3), wo gleichzeitig grösstenteils Entfernung von H<sub>2</sub>S erfolgt über einen Gaserhitzer zur Feinreinigung (4). Hier wird der org. gebundene Schwefel entfernt. Nach der Feinreinigung (4) wird das Gas erhitzt und den Kontaktöfen (5) zugeleitet. Die Synthese erfolgt in 2 Stufen. Das die Öfen der ersten Stufe (6) verlassende Gas geht zunächst durch einen Paraffinabscheider (7). Anschliessend wird in einem Wärmeaustauscher (8) das heisse Gas zum Aufheizen durch dem Endgas der Kondensation I (9) entnommenen Rücklaufgases benutzt und tritt dann in die Kondensation I (9) ein. Hinter der Kondensation wird ein Teilstrom des Gases durch ein Gebälse (10) über Wärmeaustauscher (8) und einen Gaserhitzer (11) wieder dem in die Kontaktöfen der 1. Stufe (6) eintretenden Synthesegas beigemischt. Der Rest des Endgases der 1. Stufe wird in einem dampfbeheizten Gaserhitzer (12) aufgeheizt und tritt in die Kontaktöfen der 2. Stufe (13) ein. Im Anschluss an die 2. Synthese-Stufe (13) folgt wieder eine Paraffinabscheidung (14), das Gas wird dann der Kondensation II (15) zugeführt, wo die Abscheidung der höher siedenden Produkte erfolgt. Die darauf folgende Druck-Wäsche nimmt dann die niedriger siedenden Benzinanteile aus dem Gas heraus, das verbleibende Restgas wird nach Entspannung in einem Gasometer (16) gesammelt und steht für Heizzwecke zur Verfügung. Die in den beiden Paraffin-Abscheidern (7,14) anfallenden Produkte werden über Filterpressen filtriert (17) und in Vorratatanks (18) gesammelt. In diese Vorratatanks fliessen gleichzeitig die in der Kondensation I und II (9,15) abgeschiedenen Produkte, sowie jene Auflösung von Paraffin in Schwerbenzin, die durch eine während der Laufzeit der Kon-

take in den Öfen durchgeführte Schwebensin-Extraktion (19) erhalten wurde. Die Vorratstanks (18) erhalten nunmehr das Einsatzprodukt für die Öldestillation (20), durch welche eine Aufteilung in Rohparaffin, Dieselöl und Benzin erfolgt. Das Rohparaffin wird in Lagertanks (22) gepumpt und ist fertig zur Verladung. Das Dieselöl macht vor der Verladung noch eine NaOH-Wäsche (21) durch, das als Kopfprodukt anfallende Benzin geht zum Einsatzstank (23) für die Stabilisierung (24).

In der Druckölwäsche (26) fällt Benzin, Gasol und Restgas an. Das Benzin wird in dem Einsatzstank (23) der Stabilisierung (24) gepumpt, das Gasol als Rohgasol in einem Gasbehälter (27) gesammelt, einer Wäsche mit Pottasche unterzogen, auf 35 atü komprimiert — anfallendes Kompressorbenzin gelangt ebenfalls in den Einsatzstank der Stabilisierung (23) — dann der Stabilisierung zugeführt.

Nach der Stabilisierung wird das abgezogene Benzin mit NaOH (28) gewaschen und gelangt in die Verladetanks (25). Das Gasol wird als Treibgas in Flaschen abgefüllt. Das Topgas der Stabilisierung geht zwecks Herausnahme noch vorhandener Gasolanteile nochmals in die Druckölwäsche (26) zurück.

### 1. Gaserzeugung

Es wird eine Gaserzeugungsanlage erstellt, die etwa 34.000 - 38.000 Nm<sup>3</sup>/Stunde Rohwassergas aus Braunkohle erzeugt, das in einen Rohgasbehälter gesammelt wird.

### 2. Turbokompressorenanlage

Die Turbokompressorenanlage dient zur Förderung des vom Rohgasbehälter kommenden Wassergases durch die Kohlensäurewäsche, Feinreinigung, Synthese (Stufe 1 und 2), Kondensation I und II und Druckölwäsche bis zum Synthesegasbehälter, bzw. bis zum Gebläse der Kreislaufanlage. Das Gas wird gleichzeitig durch Turbokompressoren (Bauart GHH) auf einen für die Synthese, sowie für die CO<sub>2</sub>-Wäsche nötigen Druck von 25 atü gebracht.

Die Anlage erhält 3 Turbokompressoren, jeder für eine Ansaugmenge von maximal 24.000 Nm<sup>3</sup>/Stunde ausgelegt, von denen einer als Reserve dient. Der Antrieb bei 2 Turbokompressoren erfolgt durch Gegendruck-Dampfturbinen; Antriebsdampf 38 atü und 400° Überhitzung. Der 3. Turbokompressor wird durch elektrischen Regelmotor angetrieben.

Das die Kompressoren verlassende Gas wird in nachgeschalteten Wasser-Einspritzkühlern abgekühlt. Als Kühlmittel dafür wird Frisch- und Rückkühlwasser verwendet. Die Kompressorstation ist mit einer Umgangsleitung ausgerüstet, wodurch das Anfahren der Synthesanlage mit einer geringeren Gasmenge möglich ist.

### 3. CO<sub>2</sub>-Wäsche

Im Anschluss an die Kompressorenanlage wird das Gas einer CO<sub>2</sub>-Druckwasserwäsche unterworfen, wodurch Kohlensäure und Schwefelverbindungen aus dem Gas grösserenteils ausgewaschen werden. Für das die Wäsche verlassende Gas wird etwa folgende Zusammensetzung gegeben:

CO <sub>2</sub>	3 - 5 %
CO	39 - 41 %
H <sub>2</sub>	50 - 52 %
CH <sub>4</sub>	2,5 %
N <sub>2</sub>	2,5 - 3,5 %
H <sub>2</sub> S	bis 20 g/100 Nm <sup>3</sup>
org. S	bis 4 g/100 Nm <sup>3</sup>

Die normale Gasmenge nach der Kohlensäure-Wäsche ist mit 26.300 Nm<sup>3</sup>/Stunde festgesetzt. Um für den Betrieb eine genügende Reserve zu haben, wird die Vergasungsanlage so ausgelegt werden, dass Spitzenleistungen bis zu 30.200 Nm<sup>3</sup>/Stunde während einiger Tage dauernd abgenommen werden können. Diese Reserve erscheint unerlässlich, um insbesondere in der Anfangszeit Mindererzeugungen durch mangelnde Erfahrung des Bedienungspersonals, Stromausfälle usw. möglichst ausgleichen zu können.

### 4. Feinreinigeranlage



In der Feinreinigung wird der noch im Synthesegas befindliche org. Schwefel zusammen mit den Resten  $H_2S$  entfernt, so dass für die Synthese ein Gas mit einem Gesamtschwefelgehalt von weniger als  $0,2 \text{ g}/100 \text{ Nm}^3$  zur Verfügung steht. Dies geschieht unter einem Druck von etwa 21 atü und einer mittleren Temperatur von etwa  $280^\circ\text{C}$ . Angewendet wird eine spezielle Absorptionsmasse, die aus alkalisiertem Eisenoxydhydrat besteht und deren Herstellung im Abschnitt "Herstellung der Feinreinigungsmasse" beschrieben wird. Die Wirkungsweise der Masse ist folgende:

Der org. gebundene Schwefel wird bei  $200 - 320^\circ\text{C}$  mit Eisenoxyd (und Eisen, da die Masse im Laufe des Betriebes langsam reduziert wird) zu  $FeS$  umgesetzt, das durch den  $O_2$ -Gehalt des Wassergases zu Eisensulfat oxydiert wird. Wenn das Gas nicht genügend  $O_2$  enthält, setzt man ihm vor der Gasreinigung soviel zu, dass es mit  $0,1$  bis  $0,2 \%$   $O_2$  in die Feinreinigung geht.

Es kann nach bestehenden Erfahrungen als sicher angenommen werden, dass im Gas nach der Kohlensäurewäsche keine Harzbildner, die sowohl die Feinreinigungsmasse wie die Synthesekontakte schädigen würden, vorhanden sind, und dass auch zyklisch gebundener Schwefel, der bei  $200 - 320^\circ\text{C}$  wenig angegriffen wird, fehlt.

Die Reinigungsmasse kann etwa  $9 - 10$  Gewichts-% Schwefel aufnehmen. Um diese Sättigung zu erreichen, muss erstens dauernd genügend Sauerstoff im Gas vorhanden sein und zweitens muss die Temperatur während des Betriebes nach und nach von  $200^\circ\text{C}$  auf  $320^\circ\text{C}$  gesteigert werden.

Die Feinreinigeranlage ist in drei Gruppen geteilt, von denen jede Gruppe aus zwei Reinigern und einem  $G_a$ serhitzer besteht. Die Reiniger stellen einen zylindrischen Turm dar, in welchem sich vier, die Reinigungsmasse enthaltende, Körbe befinden. Diese können zur Füllung und Entleerung mit einem Kran aus dem Turmmantel herausgenommen werden.

Das Rohgas tritt am Fusse des Turmes ein und verteilt sich im inneren Zylinderraum auf die 4 Einsätze. Die Verteilung des Rohgases erfolgt durch vier senkrechte Gaskanäle am Umfang des inneren Zylinders. Das Reingas gelangt durch Schlitze in

den inneren Ringraum des Feinreinigerturmes und von da zum Gasaustritt.

Jede Reinigergruppe ist im Stande, die Hälfte der Gasmenge von maximal 30.200 Nm<sup>3</sup>/Stunde zu verarbeiten, so dass die dritte Gruppe als Reserve dient, bzw. neu gepackt wird. Wenn der jeweils erste Turm eine Beladung von 10 % erreicht hat, wird der zweite Turm als erster geschaltet und der inzwischen neu gefüllte als zweiter.

Der Gasweg durch die Gruppe ist folgender:

Das Synthesegas kommt aus der CO<sub>2</sub>-Wäsche mit einem Druck von 21 bis 22 atü und 30 bis 35°C an und strömt in den Erhitzer, um dort auf die erforderliche Betriebstemperatur gebracht zu werden. Der Erhitzer wird mit Restgas aus der Synthese geheizt. Die Verbrennungsluft wird mit Ventilatoren zu den Erhitzern befördert. Ein Teil der Rauchgase wird wieder in den Feuerungsraum des Erhitzers rückgeführt mittels des Rauchgasumwälzgebläses. Nach dem Erhitzen gelangt das Gas in die Feinreiniger und von hier in die Sammelleitung zum Kontaktofenhaus.

Um ein schnelleres Abkühlen eines mit Schwefel gesättigten Feinreinigerturmes zu erreichen, ist ein Kühlkreislauf vorgesehen, der aus einem Umwälzgebläse und einem Kreislaufkühler mit Hordeneinbau und Wasserberieselung besteht.

Die Einsatzkörbe der Reinigertürme werden aus 2 Bunkern von je 23 m<sup>3</sup> Inhalt mit Frischmasse gefüllt und bis zum Gebrauch in drei Abstelltürmen gestapelt. Ist in einem Feinreiniger die Reinigungsmasse verbraucht, so werden diese Einsatzkörbe mittels des Krans herausgezogen und in einem besonderen Bunker für ausgebrauchte Masse entleert. Die Einsätze werden dann mit Frischmasse neu gefüllt.

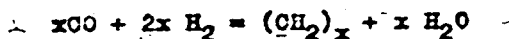
## 5. Synthese

### a) Reaktion, Synthesegas und Katalysator.

Die Synthese von Kohlenwasserstoffen aus CO und H<sub>2</sub> wird bei einem Druck von 20 - 22 atü in Gegenwart von Eisenkatalysatoren durchgeführt. Für die Reaktion gilt im wesentlichen die Gleichung:



und in geringem Umfang auch:



Es entsteht ein Gemisch von gesättigten und ungesättigten Kohlenwasserstoffen, und zwar vornehmlich hoch siedende Paraffine!

Der angewandte Katalysator hat ungefähr folgende Zusammensetzung:

100 Teile Fe  
5 Teile Cu  
10 Teile CaO  
150 Teile Kieselgur

(Einzelheiten über die Herstellung sind im Abschnitt "Katalysator-Herstellung" angegeben).

Das zur Verfügung stehende Synthesegas enthält nunmehr weniger als 0,2 g Gesamtschwefel/100 m<sup>3</sup> und besitzt einen Gehalt an Nutsgas (inertfreies CO/H<sub>2</sub>-Gemisch) von etwa 89 %

### b) Apparatur

Bei der Synthese entstehen 650 WE je Nm<sup>3</sup> umgesetztes Nutsgas. Um die für die sehr temperaturempfindliche Reaktion erforderlichen engen Temperaturgrenzen im Kontaktraum einhalten zu können, ist dieser sehr weitgehend unterteilt, und die Reaktionswärme wird indirekt durch unter Druck kochendes Wasser abgeführt.

Die Drucköfen haben eine kreisförmige Grundfläche von etwa 2,5 m Durchmesser und eine Höhe von 5 m. Im Inneren befinden sich 2.100 senkrechte Doppelrohre, von denen das äussere 44 mm lichte Weite und das innere 24 mm Aussendurchmesser hat. In den Ringräumen gibt es ca. 10 m<sup>3</sup> Katalysator Platz. Die Wärmeabfuhr erfolgt durch unter Druck siedendes Wasser, das die Innenrohre erfüllt und die Aussenrohre umgibt. Der Ofen ist so ausgebildet, dass die gasdurchströmten Teile einen Druck von 25 atü, die mit Druckwasser und Dampf durchflossenen Teile 50 atü aushalten. Gewisse Änderungen an der Ausführung der Betriebsöfen bis zur Inbetriebnahme der

Anlage bleiben vorbehalten.

Der Kontakt ruht auf Siebblechen, die durch Spindeln gehalten und zum Zwecke der Entleerung des Ofens heruntergeklappt werden.

Die Kontaktofenanlage enthält 42 Kontaktöfen, in denen die Umwandlung des Wasserstoff-Kohlenoxyd-Gemisches zu den Primärprodukten erfolgt. Alle 42 Öfen sind auf die erste Stufe der Synthese schaltbar, 14 Öfen davon auch auf die zweite Stufe der Synthese. Die Kontaktöfen werden in Gruppen von je 2 Stück zu beiden Seiten einer Mittelhalle angeordnet. Je 2 Öfen sind an einen Dampfsammler angeschlossen. Die gleichmäßige Belastung der Öfen wird zweckmässig durch in die Rohrleitungen eingebaute Stauscheiben <sup>und</sup> durch Differenzdruckmessung gasmengenmässig ermittelt. Die Gleichmässigkeit des Reaktionsverlaufes wird durch einen CO<sub>2</sub>-Schreiber des Endgases registrierend kontrolliert. Der eigentliche Syntheseverlauf wird gasanalytisch festgestellt.

Die Druckdifferenz in der Katalysatorschicht beträgt 150 - 200 mm Wassersäule und ist etwa über die ganze Kontaktlebensdauer unverändert. Der Strömungswiderstand der einzelnen mit Katalysator gefüllten Öfen schwankt bei den Drucköfen bis 10 %. Die Ofentemperaturen liegen zwischen 235 bis 265°C, sie werden bei den technischen Öfen nicht direkt gemessen, sondern durch den Druck des Wasserdampfes angegeben, der entsprechend 30 - 50 atü beträgt. Die Temperatur wird durch automatische Dampfdruckregler konstant gehalten und von einem für alle Öfen gemeinsamen Bedienungsstand durch Kontaktmanometer eingestellt, die über ein Relais einen Motor betätigen, der ein Dampfventil öffnet und schliesst. Der aus den Öfen austretende Dampf wird automatisch über den Dampfdruckregler je nach Bedarf den Sammelleitungen von 25 und 2,5 atü zugeführt. Die abgeführte Dampfmenge wird durch Kesselspeisewasser gleichfalls automatisch ergänzt und zwar über Wasserstandsregler in der bei Kesselbetrieben bekannten Weise.

### c) Arbeitsweise

Die Synthese wird in zwei Stufen durchgeführt unter Kreislaufführung eines Teilstromes vom Endgas der ersten Stufe

nach der Kondensation I. S. Schema. Das durch die Öfen strömende Frischgas verlässt diese als Endgas und geht über den Paraffinabscheider zur Ausscheidung des Paraffingatsches zu den Ölkondensatkühlern, wo durch direkte Berieselung mit  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -Lauge Ausscheidung des Ölkondensats und des Reaktionswassers erfolgt. Hinter dieser Kondensation I erfolgt die Entnahme des Rücklaufgases für den Kreislauf, das vor Eintritt in die 1. Stufe mit dem Frischgas gemischt wird. Die entsprechend der Kontraktion verbleibende Endgasmenge geht in die 2. Stufe, wird dann entspannt und verlässt als Restgas den Synthesebetrieb (siehe Schema "Synthesekreislauf"). Die Synthese wird mit einem Verhältnis von Frischgas zu Rücklaufgas von 1 : 2,5 betrieben. Die Belastung der Öfen beträgt in der ersten Stufe ca.  $1.000 \text{ m}^3/\text{Ofen}/\text{Stunde}$  (bzw. ca.  $3.500 \text{ m}^3$  einschliesslich Kreislaufgas). In der 2. Stufe werden die Öfen entsprechend der Kontraktion gleichfalls mit ca.  $1.000 \text{ m}^3/\text{Ofen}/\text{Stunde}$  belastet.

Die Anlage muss so gefahren werden, dass mindestens 90 % des vorhandenen  $\text{CO} + \text{H}_2$  in beiden Stufen zusammen umgesetzt werden. Von diesen 90 % Gesamtumsatz entfallen etwa 68 - 72 % auf die 1. und 18 - 22 % auf die 2. Stufe.

#### d) Syntheseprodukte

Nachfolgend ein Beispiel für die ungefähre Gaszusammensetzung vor der Synthese und nach der 1. und 2. Stufe. Gleichzeitig sind die Gasmengen bei einer Kreislaufführung von 1 + 2,5 angegeben.

##### 1.) Synthesegas (26.300 Nm<sup>3</sup>/Std.)

$\text{CO}_2$	4,5 %
$\text{CO}$	39 %
$\text{H}_2$	50 %
$\text{CH}_4$	3,5 %
$\text{N}_2$	3,0 %
	<hr/>
	100,0 %

$$\text{CO} : \text{H}_2 = 1 : 1,28$$

2.) Endgas I (12.300 Nm<sup>3</sup>/Std.)

CO <sub>2</sub>	23,8 %
CO	25,0 %
H <sub>2</sub>	32,0 %
CH <sub>4</sub>	12,6 %
N <sub>2</sub>	6,4 %
<hr/>	
	100,0 %

$$\text{CO} : \text{H}_2 = 1 : 1,28$$

Kontraktion : 53,2 %.

Endgas I einschliesslich Rücklaufgas: 78.000 Nm<sup>3</sup>/Std.

3.) Restgas II (8.300 Nm<sup>3</sup>/Std.)

CO <sub>2</sub>	41,0 %
CO	12,4 %
H <sub>2</sub>	15,9 %
CH <sub>4</sub>	21,2 %
N <sub>2</sub>	9,5 %
<hr/>	
	100,0 %

$$\text{CO} : \text{H}_2 = 1 : 1,28$$

Kontraktion : 32,5 %.

Gesamtkontraktion Synthesegas → Restgas 2 = 68,5 %

Spezifisches Gewicht des Restgases : 1,244 kg/Nm<sup>3</sup>

Oberer Heizwert : etwa 2880 WE/Nm<sup>3</sup>

Unterer Heizwert : etwa 2600 WE/Nm<sup>3</sup>.

Die Rücklaufgasmenge der Synthesestufe I beträgt 65.700 Nm<sup>3</sup>/Stunde, so dass die Ofenbeaufschlagung einschliesslich Frischgas 92.000 Nm<sup>3</sup>/Std. beträgt.

In beiden Stufen zusammen werden an Syntheseprodukten bei einem Umsatz von mindestens 90 % des im Synthesegas vorhandenen CO + H<sub>2</sub> bei guter Fahrweise technisch erhalten mindestens 150 g/Nm<sup>3</sup> Nutzgas. Um im Rahmen der Garantie zu bleiben, sind die nachfolgenden Zahlen für eine Ausbeute von 140 g/Nm<sup>3</sup> Nutzgas angegeben.

dennach fallen an rd. 15 g Gasol  
rd. 125 g flüssige Produkte

Ofentemperatur : 230 - 270°C

Durchschnittliche Ofenbelastung

- a) I. Stufe: 1.000 Nm<sup>3</sup>/Std.
- b) II. Stufe: 1.000 Nm<sup>3</sup>/Std.

Lebensdauer des Kontaktes: Etwa 4 Monate

Ausbeute je Nm<sup>3</sup> Nutzgas:

I. Stufe g flüssige Produkte	ca. 90
g Gasol	" 10
II. Stufe g flüssige Produkte	" 36
g Gasol	" 4

---

Insgesamt wurden gebildet:

g flüssige Produkte:	126
g Gasol	: 14
g CH <sub>4</sub>	: 23

---

Die Eigenschaften der Produkte sind etwa folgende:

Gesamtprodukt:

Gasol	10 Gew.-%
Siedebeginn verflüss.PP	35° C
- 200° siedend	31 Gew.-%
200 - 320° siedend	20 Gew.-%
über 320° siedend	39 Gew.-%
<hr/>	
	100 %

% Olefine im C <sub>3</sub>	ca. 50
% Olefine im C <sub>4</sub>	ca. 65
<u>Gew.-Verhältnis C<sub>3</sub> : C<sub>4</sub></u>	ca. <u>55 : 45</u>
% Olefine im Prod. bis 200°	65 - 70
% Olefine im Prod. 200 - 320°	50 - 55

Spez. Gew. des Prod. bis 200° : 0,695

Die in den beiden Tabellen angeführten Zahlen stellen Durchschnittswerte dar. Man erhält mit frischem Kontakt anfänglich mehr Paraffin und hochsiedendes Öl, bei längerem Betrieb mehr niedrigsiedende Kohlenwasserstoffe.

Füllen, Anfahren und Entleeren der Öfen.

Die Füllung der Öfen erfolgt mit reduziertem Katalysator in einer Inertgas-Atmosphäre. Das geschieht in der Weise, dass auf den Ofen ein etwa 80 cm hoher Rahmen aufgesetzt wird, der bis zum Rand mit Kohlensäure zu füllen ist. Der die Kontaktmasse enthaltende Spezialkübel wurde inzwischen hochgezogen, gekippt und sein Füllstutzen in diese CO<sub>2</sub>-Atmosphäre eingetaucht und geöffnet. Der herausfallende Katalysator wird noch gleichmässig auf dem ganzen Ofen verteilt. Nun folgt das Schliessen des Ofens und Spülen mit Stickstoff oder Kohlensäure, um die Luft aus dem aufgesetzten Deckel vollständig zu entfernen. Füllen und vollkommenes Schliessen erfordert ca. 5 Stunden.

Dann wird mit dem Anheizen des Wassers in den Öfen mit Dampf von 25 atü begonnen. In 2 - 3 Stunden sind 5 Atm.



erreicht ( $160^{\circ}\text{C}$ ); nun wird langsam mit Synthesegas angefahren, und zwar zunächst höchstens mit  $600\text{ m}^3/\text{Stunde}$ . Wenn der Katalysator anspringt, was hinter dem Ofen am  $\text{CO}_2$ -Schreiber erkennbar ist, wird der Ofen in der Temperatur und in der Gasbelastung soweit gesteigert, bis der gewünschte Umsatz erreicht ist. Dies ist bei neuen Katalysatoren bei höchstens  $200^{\circ}$  in der Regel der Fall. Wenn der Katalysator voll arbeitet, wird der Ofen über die ganze Kontaktlebensdauer nach einem vorher aufgestellten Programm gefahren.

Unter Zuhilfenahme einer besonderen Extraktionsanlage wird der ausgebrauchte Kontakt vor seiner Austragung aus dem Ofen mit Hilfe einer Schwerbenzinkraktion in der Siedelage von  $170^{\circ}$  bis  $200^{\circ}\text{C}$  extrahiert und anschliessend mit dem Gas aus der Synthesestufe 1 getrocknet. Das am Kontakt haftende Paraffin wird dabei unersetzt herausgelöst. Die Extraktionsanlage dient zur Gewinnung des am ausgebrauchten Eisenkontakt anhaftenden Paraffins. Die Anlage ist so gross bemessen, dass jeder Ofen nach einer Kontaktlaufzeit von frühestens 80 Tagen extrahiert werden kann. Für die Extraktion eines Ofens sind etwa  $50\text{ m}^3$  Schwerbenzin erforderlich. Die Extraktion soll drucklos im glatten Durchgang erfolgen.

In der Extraktionsanlage wird das dem Ofen verlassene Schwerbenzin-Paraffin-Gemisch in einem Röhrenkühler durch Kühlwasser kondensiert, in Vorlagen gesammelt und zunächst durch Filtration in Filterpressen von Kontaktresten befreit. Das gefilterte Schwerbenzin-Paraffin-Gemisch wird in einer Fraktionieranlage in Schwerbenzin und Paraffin getrennt. Das zurückgewonnene Schwerbenzin wird nach Abscheidung von Wasser in Vorlagen gesammelt und steht dann nach Ergänzung etwaiger Verluste für eine neue Extraktion zur Verfügung. Vor der Anwendung im Synthesefen wird es jeweils in einem Ölerhitzer mittels Dampf aufgeheizt. Das gewonnene Paraffin wird dem in den Paraffinabscheidern anfallenden Paraffin-gatsch zugeleitet. Es werden 2-3 Tonnen Hartparaffin/Ofenfüllung gewonnen.

Im Anschluss an die Extraktion wird der Ofen gekühlt. Dies geschieht indem der Dampfdruck im Kessel möglichst

schnell vollständig entspannt wird. Dann wird die Isolierung abgenommen, der Ofen mit Stickstoff oder Kohlensäure gespült und der untere Deckel entfernt. Der Rädler-Förderer wird eingeschoben und fest verschraubt. Die Siebklappen unter den Kontaktöfen werden von aussen geöffnet und derherausfallende Kontakt mit dem Kessel in den dafür bereitgestellten Kübel geschleust.

Während des Entleerens ist es zweckmässig, mit Kohlensäure zu spülen, ebenso beim Befördern des verbrauchten Katalysators im Becherwerk zum Transportkübel, der auch mit Kohlensäure gefüllt sein muss. Es ist wichtig, dass die Öfen sauber sind, sie können evtl. mit Luft ausgeblasen werden.

Als Beispiel für eine Betriebsperiode sei folgende Arbeitsweise angegeben:

Zuerst wird konstant mit  $1000 \text{ m}^3/\text{Stunde}$  Synthesegas/Ofen und konstant mit Umsatz von 70 % in der ersten Stufe gefahren. Die Temperatur wird dabei in kurzer Zeit auf  $230 - 240^\circ$  gebracht und wenig später auf  $240 - 260^\circ$  gesteigert. Bei dieser Temperatur wird im wesentlichen die gesamte Laufzeit weiter gefahren. Ein Syntheseofen kommt in etwa 4-5 Tagen auf die volle Produktion, da der Kontakt erst richtig arbeitet, wenn er sich mit einer gewissen Menge Paraffin beladen hat.

Im allgemeinen wird technisch mit ~~abnehmender Gasbelastung und langsam steigender Temperatur~~ gefahren. Man erreicht dadurch während der gesamten Katalysatorlebensdauer in der ersten Stufe einen konstanten Nutzgasumsatz von 70 %. Dieser Umsatz gibt normalerweise noch keine allzuhöhe  $\text{CH}_4$ -Bildung.

In der zweiten Stufe werden Kohlenoxyd und Wasserstoff bis auf einen Rest von etwa 10 % verbraucht.

Kreislaufführung und Kondensation.

Das die Syntheseöfen verlassende Gas der ersten Stufe gelangt durch eine mit Gefälle versehene Leitung zunächst zu einem als Vorabscheider wirkenden Ofenparaffinabscheider, in welchem bereits aus den Öfen bzw. den Rohrleitungen

15

kondensierendes Paraffin anfüllt. Das heisse Endgas wird im Gegenstrom in einem Wärmeaustauscher durch Rücklaufgas wieder gekühlt und gelangt dann in die Kondensation 1. Der Wärmeaustauscher besteht aus einem liegenden Röhrenapparat. In der Kondensation 1 werden durch direkte Beriesung mit Lauge alle etwa oberhalb 150° C siedenden Produkte herausgenommen.

Ein Teilstrom des Endgases der Kondensation 1 wird vor dem Eintritt in die zweite Stufe abgezweigt und von zwei Kreislaufturbogebläsen mit direkter Kupplung für Elektro-Antrieb dem Synthesegas wieder zugeführt.

Das Gas geht vor der Mischung mit dem Synthesegas noch durch den erwärmten Wärmeaustauscher, durch welchen eine Anwärmung durch das den Paraffinabscheider verlassende Gas erfolgt und anschliessend durch einen Gaserhitzer, in welchem durch Dampf das Rücklaufgas auf die erforderliche Temperatur gebracht wird.

Nach der zweiten Synthesestufe sind die gleichen Paraffinabscheider und Kondensations-Apparaturen eingebaut.

Kondensation 1

Die Einzelnen arbeitet die Kondensation 1 wie folgt:

Das den Wärmetauscher verlassende Gas tritt in 2 hintereinander geschaltete Waschkühler ein, in welchen eine Abkühlung des Gases durch umlaufendes alkalisches Waschwasser erfolgt. Letzteres wird durch Lösung von Soda hergestellt, und dauernd auf einer bestimmten Konzentration gehalten. Die Kühler enthalten 3 schichten Raschig-Ringe als Waschflächen, gleichfalls ist die Berieselung dreistufig vorgesehen. Das Waschwasser wird aus den Waschtürmen durch einen pneumatischen Schwimmerstandregler wieder abreguliert und bei hassen Fahren des Turmes durch zwei indirekte Röhrenkühler abgekühlt. Die Entspannung, der im Sumpf der Türme abgezogenen Flüssigkeit erfolgt über ein Reglerventil. Das Entspannungs gas wird dem Restgasbehälter zugeführt, das entspannte Wasser geht zu einer Scheidegrube, wo die Trennung zwischen Wasser und Öl erfolgt. Das Waschwasser wird in einem besonderen Kühlwerk rückgekühlt und nach Zusatz von Frischlauge dem Waschkühler wieder zugeführt. Scheidegrube, Pumpen und Kühlwerk sowie die Einrichtungen zur Herstellung der Sodälauge dienen gemeinsam der Kondensation 1 und 2.

Hinter dem zweiten Waschkühler werden dem Gasstrom etwa 65.000 Nm<sup>3</sup>/Stunde entnommen und über die Kreislaufgebläse der Synthesestufe 1 wieder zugeführt. Die restliche Menge von etwa 11.000 Nm<sup>3</sup>/Stunde geht über einen Mengenregler, der von dem Mengemesser für Kreislauf hinter dem Kreislaufgebläse beeinflusst wird, zur Kondensation 2.

Kondensation 2

Die Betriebsweise der Kondensation 2 ist die gleiche wie die von Kondensation 1. Es wird hier jedoch nur mit einem Waschkühler gearbeitet. Zur scheidung von Öl und Wasser werden die gleichen Einrichtungen benutzt wie bei Kondensation 1. Nach dem Verlassen der Kondensation 2 tritt das Gas in die Ölwäsche ein, wo besonders die schweren kondensierten Bestandteile herausgenommen werden. Da Ölwäsche und auch Stabilisierung zu den in der Industrie besonders in der Erdölindustrie bekannten Verfahren gehören, ist auf eine nähere Beschreibung in diesem Bericht verzichtet worden.

Als Material für sämtliche Einrichtungen der Kondensation vom Waschkühler an, kann normaler Siemens-Martin-Stahl in Kesselblechqualität angewendet werden. Für die Teile, die vor Eintritt in die Waschkühler liegen, ist ein säurebeständiges Material erforderlich.

## 7. Herstellung der Feinreinigungsmasse (Abbildung III)

Angangsprodukt für die Herstellung der Feinreinigungsmasse bilden Luxmasse und Soda.

An Stelle der Luxmasse kann auch Rasen-Eisenerz oder irgendein lockeres bzw. fein verteiltes Eisenhydroxyd verwendet werden. Beide Materialien werden unter Beigabe von dem bei der Fabrikation anfallenden Staub und gegebenenfalls mit etwas Wasser zu einer breiigen Masse zusammengemischt. Der Wassergehalt der verwendeten Luxmasse kann in weiten Grenzen schwanken, er beträgt normalerweise etwa 50 %.

Die Mischung erfolgt in Gegenstrommischern von 500 l Inhalt, wobei die Masse sich erwärmt und sählflüssig wird. Durch Eintragung von Staub wird sie dann in einen dickbreiigen Zustand gebracht und kann durch eine elektrisch getriebene Aufgabevorrichtung verformt und auf die oberste Scheibe des Turbinentrockners aufgegeben werden.

Die Aufgabevorrichtung (Strangpresse) besteht aus winfachen schräg stehenden Blechen, die über Lochplatten von 900 - 1.300 mm gleiten. Eine Charge eines Mischers besteht etwa aus:

250 kg Luxmasse (feucht)

40 kg salzinierter Soda

90 - 100 kg zurückgeführten Staub.

Aus der Strangpresse wird die Masse in einen Turbinentrockner gedrückt, den sie mit 5 - 10 % Wasser verlässt. Der Turbinentrockner ist als Stagentrockner mit geschnittenen Blechen gebaut. Die Heizung erfolgt durch Dampf. Für die Trockenluft ist eine dauernde Zirkulation vorgesehen. Das aus dem Trockner ausgetragene, verformte und getrocknete Gut wird durch ein Pendelbecherwerk auf hochliegende Vibrationssiebe befördert, die in einem staubdichten Gehäuse zusammengebaut sind. Auf diesen Sieben wird das Material nach Korngrößen getrennt, der abgezogene Staub wird zum Mischer zurückbefördert, die abgezogene Korngröße 10 - 20 mm stellt die zum Gebrauch fertige Reinigermasse dar. Das Überkorn vom obersten Sieb wird einem Walzenbecherwerk zugeführt und das zerkleinerte Korn auf einem 2. Vibrationssieb wiederum getrennt in Staub, Fertikorn und Überkorn. Das Überkorn geht wieder zum Becherwerk, der Staub gelangt in die Fabrikation zurück. Das Fertikorn wird vom Fertikornbunker mittels eines fahrbaren Transportkübels unter den Kran der Feinreinigungsanlage gebracht, der es in den Vorratsbunker befördert.

Die gesamte Anlage wird mit Hilfe eines Staubfilters entstaubt, alle Apparate, Transportelemente und Bunker werden an die Entstaubungsanlage angeschlossen. Der anfallende Staub gelangt mittels Staubschnecken zum Staubbunker.

Der zum Trocknen benötigte 10-atm-Dampf wird dem Dampfnetz der Anlage unter Einschaltung eines Reduzierventils entnommen.

Die Anlage ist so ausgelegt, dass bei einem Maximalbetrieb von 8 Stunden je Tag, die von der Feinreinigungsanlage benötigte Feinreinigermasse ohne Schwierigkeiten hergestellt werden kann.

Die ausgebrauchte Masse wird nicht regeneriert.

Wichtigste Eigenschaften der Feinreinigungsmasse:

Wassergehalt: 5 - 10 %

Korngrösse: 10 - 20 mm

Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Gehalt: Etwa 32 - 34 %, bezogen auf Trockenmasse

Porosität: 48 - 50 %, d.h. 48 - 50 % vom Eigenvolumen der

Masse bestehen aus Poren und freiem Raum.

Herstellung des Synthesekatalysators.

1. Übersicht

Der Eisenkontakt wird hergestellt durch Fällung von Metallösungen mittels Kalilauge bei Gegenwart von als Trägermaterial wirkender Kieselgur; durch anschliessende Reduktion mit Wasserstoff werden die Metallverbindungen reduziert.

Die beiliegende Abbildung (4) gibt eine schematische Darstellung für den Gang der Kontaktherstellung in einer Katalysatorfabrik wieder. Auf eine Regenerierung der ausgebrauchten Kontaktmasse wird hierbei verzichtet, obwohl es grundsätzlich möglich ist, besonders das im Kontakt enthaltene Kupfer grösstenteils wieder zu gewinnen. Es wird aber empfohlen, den alten Kontakt an eine Kupferhütte zu verkaufen. Der fertige Kontakt enthält:

100 kg Fe

5 kg Cu

10 kg CaO

150 kg Kieselgur

Die gesamte Katalysatorherstellung muss ständig in der Anlage genau überwacht werden, ausserdem werden dauernd mit den verschiedenen in der Katalysatorfabrik anfallenden Lösungen im Laboratorium Kontakte hergestellt und geprüft.

## 2. Gefäßmaterial.

Bei allen Lösungen, die neutral oder in der Kälte alkalisch sind, wird euer Eisen als Material verwendet. Heiße alkalische Lösungen werden in gummierten oder mit einer Kunststoff-Ankleidung versehenen eisernen Behältern und Leitungen gehandhabt.

Salpetersäure-Lösungen werden entweder in säurefest ausge-  
mauerten Eisengefäßen oder in Chromnickelstahl- oder reinen  
Chromstahl-Gefäßen (Sichromal) gehandhabt und in  $V_2A$ -Leitungen  
gefördert. Sehr gut bewährt hat sich deuto 16 B der Vereinigten  
Stahlwerke und  $V_{17}$  Fe von Krupp. Diese Stähle können ohne nach-  
heriger Vergütung geschweißt werden.

Die Behälter der Metallauflösung werden also säurefest aus-  
gemauert betrieben. Die Zwischenbehälter nach der Filtration der  
Rohlösung sind eiserne Gefäße mit Gummi- oder Kunststoffausklei-  
dung, für die Stapeltanks der gereinigten Roh-Lösung wird Sichro-  
mal verwendet (vergütet). Fällbehälter bestehen am besten aus  
 $V_2A$ -Stahl oder Sichromal. Meßgefäße und Erhitzer für Kalilauge soll-  
ten aus Eisen mit Kunststoffauskleidung bestehen, Meßgefäße und  
Erhitzer für Eisenlösung aus  $V_2A$ . Die Eisenbehälter sind aus  
säurefest ausgemauertem Eisen.

### 3. Der Gang der Kontaktherstellung ist folgender:

Nach der Auflösung des Eisens in den zugehörigen Lösebehältern (1) wird über geeignete Filterpressen (2) filtriert und die reine Fe-Lösung in den Stapeltanks aus säurefestem Material für Fe-Lösung (3) gesammelt. Die benötigte Salpetersäure wird den liegenden Behältern (4) der  $\text{HNO}_3$ -Stapelung entnommen. Die Herstellung der Kupferlösung erfolgt im zugehörigen Lösebehälter (5). Die Filtration geht über eine Filterpresse (6) zum Stapelbehälter für Kupferlösung (7). Die Kalkauflösung arbeitet analog mit Behälter (8), Presse (9) und Stapelbehälter (10).

Die Rohlösungen werden anschliessend in den Einstellbehältern (11) in richtigen Verhältnissen gemischt, wobei nach entsprechender Verdünnung eine Einstelllösung entsteht, die 50 - 55 g Fe/l und auf 100 Teile Fe genau 5 Teile Cu und 10 Teile CaO enthält. Aus den Einstellbehältern wird die fertige Lösungsmischung in Vorratsbehälter (12), gepumpt und gelangt von hier in Messgefässe (13), wo sie abgemessen und aufgeheizt wird. Gleichzeitig wird KOH aus der KOH-Auflösung (14) als 10 %ige Lauge über einen Vorratsbehälter (15) dem KOH-Messgefäss (16) zugeführt. In die abgemessene Menge KOH wird im Fällbehälter (18) Kieselgur durch eine Rutsche (17) eingetragen und dann die heisse Nitratlösung zugefügt. Nach der Fällung wird sofort in eisernen Filterpressen (19) filtriert, mit heissem Kondensat aus dem Kondensatbehälter (20) ausgewaschen und der Filterkuchen in den unter den Pressen befindlichen Maischen (21) angemischt, so dass eine pumpfähige Suspension vorliegt. Die bei der Filtration anfallende Mutterlauge (22) kann mit dem ersten Waschwasser gesammelt und zur Eindampfung mit Kaliumnitrat geführt werden. Das praktisch sulfurefreie zweite Waschwasser (23) wird zur KOH-Auflösung benutzt. Die zur Fällung benötigte Kieselgur wird mit einem Senkelevator (23 A) zur Kieselgurbühne oberhalb der Fällbehälter geführt.

Die Kontaktsuspension wird in hölzernen Rührgefässen (24), die gleichzeitig zur Stapelung dienen, nochmals durchgemischt und dann über ein Wolff-Drehfilter (25) gegeben, wo ein Kontaktkuchen mit 70 - 75 % Wasser erhalten wird, der durch eine Strangpresse (26) mit Hilfe von 4 Stahlkörpern, die über ein gebogenes Lochblech streichen, durch Löcher von 6 - 8 mm gedrückt wird. Der nunmehr rüdförmige Kontakt fällt in einen Turbinentrockner (27) so dass beim Verlassen desselben der Wassergehalt 7 - 10 % beträgt. Aus den Brüden des Turbinentrockners werden Kontaktreste durch Wasserberieselung (28) niedergeschlagen und in einer be-



Sonderem Filterpresse (29) abfiltriert.

In der Formgebung wird das den Trockner verlassene Material zunächst durch Bandförderer und ein Becherwerk (30) auf die Vibrations sieve 1 (31) gebracht. Von den gewünschten Korngrößen fällt hier nur ein Teil ein. Das Überkorn geht zur Zerkleinerung durch ein Passiersieb (32), wo eine Zerkleinerung durch über Sieben rotierende Bleche bewirkt wird, und gelangt von da auf die Vibrations sieve 2 (33). Das Überkorn von diesen Sieben geht zum Becherwerk zurück, das Fertikorn von 1 - 3 mm wird nochmals über ein Vibratorsieb 3 (34) geschickt, wo letzte Reste von Staub und Unterkorn entfernt werden und gelangt dann in kleine Abfallbehälter (35), von wo es auf einer Hängebahn (37) zur automatischen Waage (36) und von hier durch einen Spezialaufzug (38) zur Reduktion befördert wird.

Der in den 3 Vibrations sieben sowie dem Passiersieb anfallende Staub einschließlich Unterkorn unter 1 mm wird in einem Staubbehälter (39) gesammelt und nach Anmischung in einem Rührgefäß (40) der Kontaktsuspension in den Mischen der Kontaktfilterpressen wieder zugeführt. Um stets die erforderliche Reserve zu haben, werden 2 Formgebungsaggregate aufgestellt.

Die gesamte Anlage wird mit Hilfe eines Staubfilters (41) entstaubt, alle Apparate, Transportelemente und Bunker werden an die Entstaubungsanlage angeschlossen, der anfallende Staub gelangt in den Staubbehälter (39).

#### 4.) Kontaktreduktion.

Der Kontakt wird in einer besonderen Reduktionsanlage in Chargen von 200 - 400 kg mit Wasserstoff bei etwa 300°C reduziert. Es wird mit grossem Wasserstoffüberschuss gearbeitet und der Wasserstoff im Kreislauf geführt. Etwa in diesem vorhandenen CO wird bei dem Reduktionsprozess grösstenteils zu  $\text{CH}_4 + \text{H}_2\text{O}$  umgesetzt. Aus dem Kreislauf wird ständig ein Gas mit 1 - 3 % Methan abgezogen und Methan-freies Gas in entsprechender Menge zugefügt. Ausserdem ist es nötig, das Wasser aus dem Kreislaufgas dauernd so weit wie möglich zu entfernen, da schon kleine Mengen  $\text{H}_2\text{O}$  das Reduktionsgleichgewicht so stark verschieben, dass keine befriedigenden Reduktionswerte des Kontaktes (die bei 50 - 60 % liegen müssen) mehr erreicht werden.

Im Gang der Fabrikation wird das in den Fertikorn-Abfüllbehältern (35) von der Formgebung über eine Hängebahn ankommende Material in Zwischenbunker (36a) entleert und von hier aus in die Reduktionströge (37a) eingefüllt, in welchen die eigentliche Reduktion mit Wasserstoff durchgeführt wird. Das die Reduktionströge verlassende Gas gelangt in den Wasserstoff-Kreislauf, der reduzierte Kontakt wird heiss unter Stickstoff in die Transportkübel (38a) umgefüllt, dort mit einem Stickstoffkreislauf (bestehend aus Kühler (39a), Gebläse (40a) und Gasometer (41a)) gekühlt und dann mit Kohlensäure (42) getränkt. Er kann so unter Luftabschluss versandt und in die Syntheseöfen umgefüllt werden.

Der Wasserstoffkreislauf der Kontaktreduktion wird wie folgt durchgeführt:

Das die Reduktionströge (37a) verlassende Gas geht zunächst durch einen Staubfänger (38b), wo mitgerissener Kontakt-Staub entfernt wird und dann durch einen Einspritzkühler (39b), wo das Gas gekühlt wird. Nach dem Abscheider (40b) enthält das Gas noch 30 - 40 g  $\text{H}_2\text{O}/\text{m}^3$ . Anschliessend wird in einem Röhrenkühler (41b) gekühlt und das etwa noch 15-20 g  $\text{H}_2\text{O}/\text{m}^3$  enthaltende Gas nunmehr dem Kreislaufgebläse (42b) zugeführt. Zur Sicherheit ist zwischen Röhrenkühler und Kreislaufgebläse im Nebenschluss ein Gasometer (43) eingeschaltet, aus dem ein Teilstrom des Gases abgezogen werden kann in einer Menge, die durch die Zuführung an Frischwasserstoff bedingt ist.

2/3.

Vor dem Kreislaufgebläse wird mit Frischwasserstoff gemischt, nochmals in einem weiteren Röhrenkühler (44) gekühlt und das Gas nunmehr durch die Tiefkühlanlage (Linde-Anlage) geschickt, in welcher ein Ammoniakkühler (45) eine Abkühlung auf  $-10$  bis  $-17^{\circ}\text{C}$  bewirkt. Der  $\text{H}_2\text{O}$ -Gehalt beträgt demnach etwa noch  $2 \text{ g/m}^3$ . Zwei dieser Ammoniakkühler (45) werden abwechselnd benutzt, während einer kühlt, wird der andere aufgetaut und dient dabei als Kühler für das komprimierte Ammoniak.

Um letzte Reste  $\text{H}_2\text{O}$  zu entfernen geht das Gas durch eine Silika-Gel-Anlage (46), in welcher 2 Türne verwendet werden, die mit mehreren Schichten Silikagel beschickt sind und wechselweise in den Wasserstoffkreislauf eingeschaltet werden können. Dabei wird das Wasser von  $2 \text{ g/m}^3$  bis auf  $0,4$  und  $0,5 \text{ g/m}^3$  entfernt.

Das Gas kann nunmehr nach Aufheizen in einem Röhren-Gaserhitzer (47) wieder den Reduktionströgen zugeführt werden.

#### 5.) Anforderung an das Ausgangsmaterial.

Über die Verunreinigungen, die in den Ausgangsmaterialien für den Kontakt zulässig sind, können nur allgemeine Richtlinien gegeben werden, da gewisse Schwankungen der Qualität der Handelsprodukte durch kleine Änderungen im Fabrikationsgang ausgeglichen werden können. Die nachstehend wiedergegebenen allgemeinen Richtlinien können daher auch nur als Hinweise gewertet werden, eine endgültige Entscheidung über die Eignung aller zur Herstellung des Kontaktes benutzten Materialien ist nur durch einen Kontaktversuch möglich.

#### Eisen

Das Eisen wird in Form von Eisenspänen (am besten Drehspänen) zur Anwendung gebracht. Grössere Anteile an Schwefel und Phosphor sollen nicht enthalten sein. Analytisch zu bestimmen sind Fe, S, P, As,  $\text{SiO}_2$ .

#### Kupfer

Kupfer kann in Form von Kupferspänen oder als  $\text{CuO}$  aufgelöst werden. Schwefel soll möglichst nicht enthalten sein.

## Kalk

Der Kalk wird als normaler Axtkalk der Kalkbrennereien aufgelöst.  $MgO$  in gewissen Anteilen stört kaum. Höherer Gehalt an  $SiO_2$  ist zu vermeiden.

## Kieselgur

Es ist eine möglichst lockere Gur erwünscht, von der mindestens 90 % als  $SiO_2$  vorliegen. Das Schüttgewicht soll 90 - 150 g/Liter betragen. Die Rohkieselgur enthält bis zu 20 % org. Bestandteile. Sie wird im allgemeinen auf der Grube in Röstöfen gebrannt und kalkziniert. Danach erhält sie nur noch 0,2 - 0,3  $H_2O$ . Über die Eignung zur Kontakttherstellung entscheidet immer der Kontaktversuch. Bei bekannten Sorten kann man mit Analyse und Mikroskop entscheiden, ob eine Lieferung den früheren entspricht.

## Kalilauge

Die angewendete Kalilauge soll möglichst karbonatfrei sein.

## 6.) Herstellung der Fällungslösungen.

Zur Auflösung von frischem Eisen legt man in einen 32 m<sup>3</sup> Lösebehälter etwa 20 m<sup>3</sup> verdünnter  $HNO_3$  (30%ig) vor und trägt unter Rührung und Kühlung etwa 2,8 t Eisenspäne ein. Um den Rest an Eisen in Lösung zu bringen und einen Überschuss an freier Säure zu haben, wird dann unter vorsichtigem Aufheizen weitere Säure zugesetzt. Mit der Zugabe von Säure muss man immer sehr vorsichtig sein, da man sonst eine zu starke Stickoxyd-Entwicklung hat. Die Auflösung dauert bei 70-80°C etwa 20 bis 24 Stunden. Die zum Schluss erhaltene Lösung enthält etwa 110 g Fe je Liter.

Kupfer wird unter ähnlichen Bedingungen in der Kälte gelöst, wobei ganz besonders auf Nitrose-Entwicklung geachtet werden muss. Die Lösung von Kalk geschieht erst nach dem Ablöschen mit Wasser gleichfalls in der Kälte.

Alle 3 Lösungen werden vor der Verwendung zur Einstellung über Holzfilterpressen filtriert.

## 7.) Kontaktfällung.

Die Einstellung der richtigen Konzentration in die Fällungslösung wird in 30-35 m<sup>3</sup> fassenden Behältern vorgenommen.

95.

Die Konzentration des Eisens für die Fällung muss genau bekannt und gleichmässig sein, sie beträgt etwa 50 g/l.

Die auf etwa 10 to eingestellte Kalilauge wird im Fällbehälter auf etwa 90° erhitzt, dann wird die abgewogene Kieselgur eingetragen und etwa eine Minute gerührt. Nunmehr erfolgt die Zugabe der heissen (100°C) Nitratlösung. Nachdem alle Lösung zugesetzt wurde, wird noch etwa 30 Sekunden weiter gerührt und sofort so schnell wie möglich abfiltriert.

Das schnelle Filtrieren ist erforderlich, da sonst das gebildete Kali-Nitrat schädlich auf die Kontakte einwirken würde. Die Dicke des Filterkuchens in der Presse beträgt 22 bis 25 mm. Die Auswaschung wird mit Kondensat von einer Temperatur auf etwa 80 - 90° durchgeführt. Ölhaltiges Kondenswasser ist unbrauchbar.

Die Konzentration des Kaliumnitrats im ausgewaschenen getrockneten Kontakt soll unter 1 % betragen.

#### 8.) Trocken und Formen des Kontaktes.

Der Filterkuchen mit 75 % Wasser wird mit einer Suspension von Kontaktstaub in Wasser angemischt, es entsteht ein pumpbarer Brei mit 83 % Wasser, der auf einem Vakuum- und Trommelfilter filtriert und nochmals kurz gewaschen wird, um die Verunreinigung, die durch etwaiges unregelmässiges Arbeiten der Filterpressen noch zurückbleibt, zu entfernen.

Der nach der Strangpresse nudelförmige Kontakt fällt in einen Turbinentrockner, wo bei einer Trockentemperatur von 105° eine Beseitigung des Wassergehaltes bis auf 7-10 % im Kontakt erfolgt.

#### 9.) Katalysatorreduktion.

Schon kleine Mengen Wasserdampf im Kreislaufgas verschieben das Reduktionsgleichgewicht des Eisenoxys so stark, dass kein befriedigender Reduktionswert des Kontaktes mehr erreicht werden kann. Man ist daher gezwungen, das Wasser aus dem Kreislaufgas so weit wie möglich zu entfernen. (Die Bestimmung des Reduktionswertes, die von jeder Charge vorgenommen wird, geschieht im Prinzip durch Behandlung mit 2%iger Essigsäure und Bestimmung des in Essigsäure gelösten Anteils an Eisen sowie

26.

der Fe-Gesamtmenge. Da nur metallisches Eisen in dieser Essigsäure löslich ist, kann direkt der Gehalt an reduziertem Eisen angegeben werden.)

Die Reduktionstemperatur beträgt etwa  $300^{\circ}$ . Es wird dabei 60 Minuten / Trog reduziert. Um diese kurzen Reduktionszeiten zu erzielen, muss mit sehr grossem Wasserstoffüberschuss, bzw. sehr grossen Strömungsgeschwindigkeiten gearbeitet werden. Aus dem Kreislauf muss ein Teil des  $H_2$  laufend abgezogen werden wegen des steigenden  $CH_4$ -Gehaltes und auch weil geringe Mengen anderer Verunreinigungen in das Gas gelangen.

Nach dem Umfüllen in die Transportkübel wird der Katalysator mit einem Stickstoffkreislauf auf  $40 - 45^{\circ}$  gekühlt und mit  $CO_2$  behandelt. Zum Transport des reduzierten Kontaktes zur Syntheseanlage werden eiserne Kübel mit  $3m^3$  Inhalt angewandt, von denen je 8 auf einem Eisenbahnwagen transportiert werden können. Für weitere Transporte werden Trockensisstücke in dem Behälter auf den Kontakt gelegt. Je 4 Kübel enthalten 1 Ofenfüllung.

Betr.: Eisensynthese.

Zur Beschreibung für "Arezzo" lt. Abmachung im Vertrag.

Nachstehende Zahlen wurden Herrn Dr. Meyer aufgrund der uns mitgeteilten Wassergasanalyse für die Restgaszusammensetzung fernmündlich durchgegeben:

Wassergas:

CO <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub>
4,5	39,0	56,0	3,5	3,0

H<sub>2</sub> : CO im Wassergas 1,28

Es wird für die Berechnung der Restgasanalysen zugrundegelegt:

Verbrauchsverhältnis H<sub>2</sub>/CO = 1,28

CH<sub>4</sub> bez.auf CO-Umsatz 9 %

CO<sub>2</sub> " " CO- " 24 %

CO + H<sub>2</sub>-Ums. f.d.I.Stufe 70 %

CO + H<sub>2</sub>-Ums. f.d.I.+ II.Stufe 90 %.

Hiernach errechnen sich folgende Restgasanalysen:

Restgas I.

CO <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub>
23,8	25,0	32,0	12,8	6,4

Kontraktion I. Stufe 53,2 %

Restgas II.

CO <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub>
41,0	12,4	15,9	21,2	9,5

Kontraktion I. + II. Stufe 68,5 %

Heizwert des Restgas II.

H<sub>o</sub> 2.880 koal.

H<sub>u</sub> 2.605 "

Die Zahlen sind aufgrund des 80-Tage-Ergebnisses von Ofen 14a. 3. Füllg. für das Wassergas berechnet.

gez. H e g e r .

Betr.: Eisensynthese.

Beschreibung für "Arezzo" laut Abmachung im Vertrag.

Nachstehende Zahlen wurden Herrn Dr. Meyer fernmündlich durchgegeben:

Siedelage des Gesamtproduktes:

Gasol		10 %
Benzin	- 200°C	35 %
Öl	200- 320°C	16 %
Paraffin		39 %
D <sub>20</sub> des Benzins	- 200°C	0,695

Olefine "SPL"

1. Benzin	- 200°C	65 Vol. %
1. Öl	200- 320°C	53 "

N-Z.

1. Benzin	- 200°C	0,7 - 1,0
1. Öl	200 - 320°C	0,2 - 0,4

Zusammensetzung des Gasols:

- C <sub>3</sub>	27 %	} 54	} 50
+ C <sub>3</sub>	27 %		
- C <sub>4</sub>	30 %	} 46	} 65
+ C <sub>4</sub>	16 %		

gez. H e g e r !

(2 Ddr.)

A/S 50900 2 42 23038 G/72E

Durchschrift



Osh.-Holten, den 26. Februar 1942.  
Abt. DVA. Hr./Wg.-

Herrn Professor K a r t i n .

Betr.: Garantie-Ausbeutebestimmung bei  
der Eisensynthese für "ARSECO".

Auf Ihre Anfrage möchte ich folgendes mitteilen:

- 1.) Die gasanalytische Ausbeutebestimmung durch die bekannten Methoden erlaubt hinreichend genau die Ermittlung der gebildeten KV in Summa durchzuführen, ohne aber über den Charakter der Produkte selbst (Siedelage) etwas sagen zu können, da eine stoffliche Erfassung der flüssigen oder gasförmigen festen KV hierbei nicht möglich ist.  
Es erhebt sich darum die Frage, ob der Italiener mit dieser analytischen Ausbeutebestimmung, bei der wegen der Kreislauf-führung außerdem viel errechnet werden muß, vom technologischen Standpunkt aus zufrieden ist.
- 2.) Eine Teilproben-Entnahme bei gleichzeitiger gasanalytischer Auswertung kann wegen der hochsiedenden Produkte - der Paraffingatsch läuft an der Rohrwandung entlang - nicht durchgeführt werden.
- 3.) Es erscheint und darum die gewünschte Garantie-Ausbeutebestimmung an einem Ofen zweckmäßiger wie folgt durchzuführen:  
Aus dem Primärgasstrom wird die für den zu untersuchenden Ofen bestimmte Frischgasmenge, z.B. 1000 Nm<sup>3</sup> W-gas/h über einen Druckdrehkolben (Gasmesser für 20 atü) entnommen, kurz vor dem Ofen mit dem Kreislaufgas dieses Ofens vereinigt und sodann als Endgas über eine Paraffinvorlage zur Aufnahme des Gases, daraufhin zur Abscheidung des Kondensatöls über einen Kondensatkühler geleitet und nach diesem das benzinhaltige Rücklaufgas mittels eines besonderen Gaskreislaufkompressors - arbeitend von 20 auf 22 atü - dem Ofen wieder zugeführt. Dem Endgasstrom, der dem Sygas II zugeführt wird, ist zur Bestimmung des Benzin- und Gasolanteils über A.Kohle eine kleine Gasmenge zu entnehmen. Die Benzinteilprobenentnahme ist

infolge dampfförmigen Zustandes der Bensinanteile (Siedende bei  $140^{\circ}\text{C}$ ) mit ausgezeichneter Genauigkeit ohne Schwierigkeit und besondere Kosten durchzuführen.

Die anfallmässige Mischung der einzelnen Primärprodukte gestattet dann über die Siedeanalyse den Charakter der Produkte festzulegen. Es muß aber besonders erwähnt werden, daß diese Methode nur einstufig an einem Ofen möglich, jedoch in der II. Stufe ebenso brauchbar durchgeführt werden kann.

An zusätzlichen Apparaturen wäre notwendig:

- a) Druckdrehkolben mit einer Leistung von rd.  $2000 \text{ m}^3/\text{h}$ , druckfest für 20 atü.
- b) Paraffinvorlage.
- c) Indirekt gekühlte Nkondensationsanlage.
- d) Kreislaufkompressor mit einer Leistung von rd.  $3000 \text{ m}^3$  Rücklaufgas/Std., arbeitend unter einem Druck von 20 auf 22 atü.
- e) A-Kohle-Apparatur mit rd. 10 kg Aktivkohle zur Aufnahme von rd.  $4 \text{ m}^3$  bensinhaltigen Endgas, dazu 1 Experimentiergasmesser mit einer Stundenleistung von rd.  $5 \text{ m}^3/\text{h}$ .

Die Kosten für die unter j a - e aufgeführten Apparate werden rd. RM 75.000,— sein, d.h. etwa 0,3 % der Gesamtbaukosten.

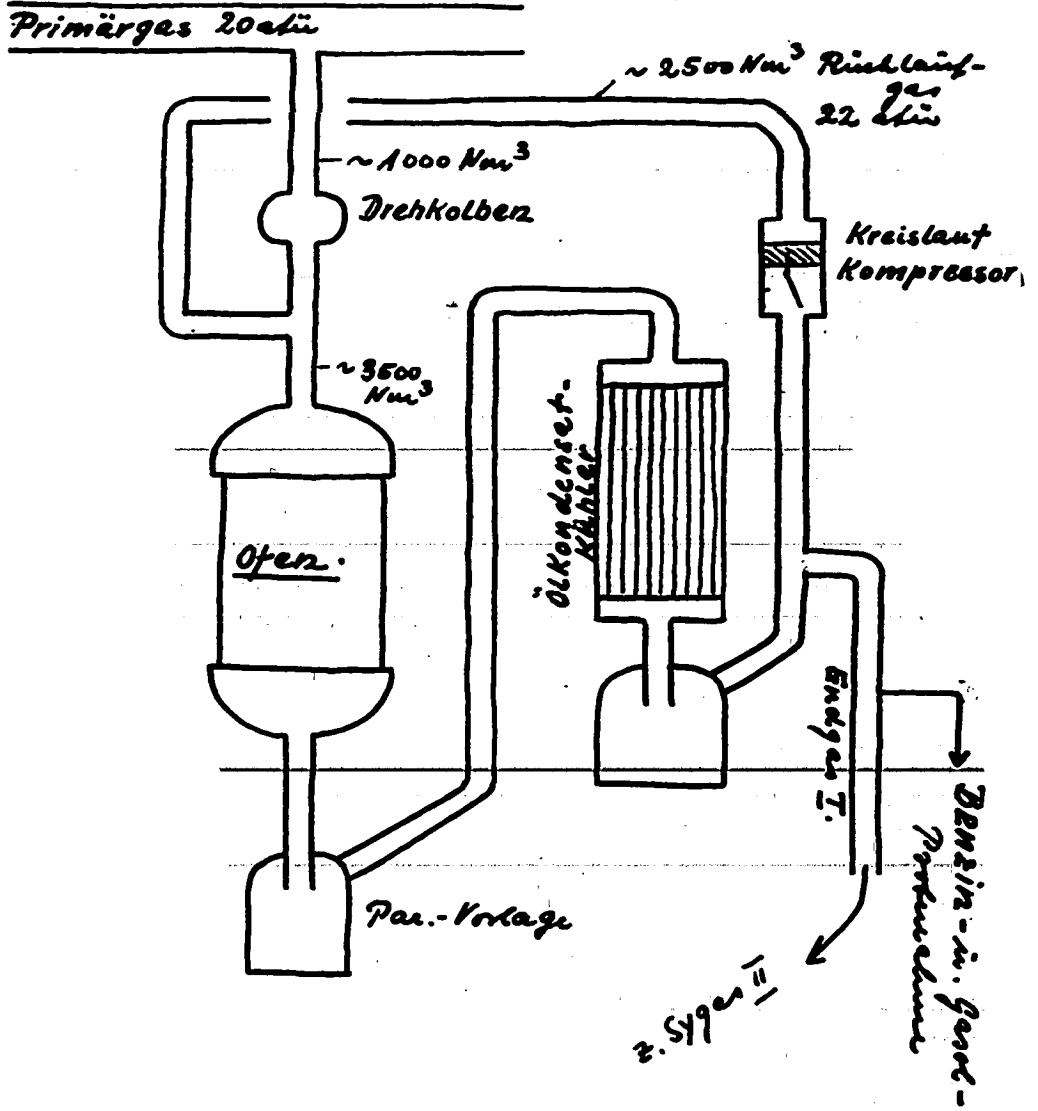
Diese Apparate dienen aber nicht nur allein der Ausbeutebestimmung, sie alle können in einer Syntheseanlage immer Verwendung finden; so z.B. die indirekt gekühlte Kondensationsanlage (RM 50.000,—) zur Aufnahme des Extraktionsöls beim Trocknen eines Ofens nach vorangegangener Extraktion zum Zwecke der Entleerung.

Anlage:  
Schaltbild.

Ddr.: Hg.,  
Asb.

Durchschrift

Zum Schreiben vom 26. 2. 1942 an Herrn  
Prof. Dr. Martin gehörend.



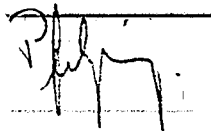
26. II. 42. Jg.

Notiz.

Herr Dir. von A s b o t h erhielt heute über  
Herrn S c h n u r telef. folgende Restgasanalysen aus der  
Fe-Synthese für die I. und II. Stufe bei Verwendung des  
angeführten Viag-Wassergases:

	<u>Wassergas</u>	<u>Restgas I</u>	<u>Restgas II</u>
CO <sub>2</sub>	4,0	22,4	38,4
C <sub>m</sub> H <sub>n</sub>	0,5	0,5	0,5
CO	39,0	24,7	12,1
H <sub>2</sub>	49,5	31,3	15,5
CH <sub>4</sub>	4,0	14,8	24,2
N <sub>2</sub>	3,0	6,3	9,3
Kontr. %		52,7	67,7
Verbr.-Verh.		1,27	1,27

Das Verbrauchsverhältnis wurde, entsprechend dem  
H<sub>2</sub>/CO-Verhältnis im Wassergas, mit 1,27 angenommen.



Herrn Direktor von Asbeth.

Betr.: "Arenso".

Auf Ihre Anfrage über die Restgasszusammensetzung bei der Eisen-Synthese unter Einsatz verschiedener Wassergase und einer Ausbeute von 140 g flüss. FP.  $\frac{1}{2}$  Gasol pro  $\text{m}^3$  Restgas ( $\text{CO} + \text{H}_2$ ) teile ich folgendes mit:

	<u>Einsatz von Viag-Wassergas:</u>			Reaktion m. d. I. Stufe	
	I	II	III	I.	II.
$\text{CO}_2$	5,0	2,0	4,0	27,0	20,4
$\text{CO}$	39,0	41,0	40,0	23,4	27,8
$\text{H}_2$	50,0	52,0	51,0	30,0	34,4
$\text{CH}_4$	2,5	2,5	2,5	11,2	11,8
$\text{H}_2$	3,5	2,5	2,5	7,2	5,6

<u>Restgasszusammensetzung:</u>			
$\text{CO}_2$	45,7	36,0	42,5
$\text{CO}$	9,8	16,3	13,1
$\text{H}_2$	13,1	19,9	16,2
$\text{CH}_4$	19,9	19,6	20,0
$\text{H}_2$	11,5	8,2	8,2
Kontraktion	69,4	69,4	69,4

Bei der Berechnung der vorstehenden Restgasszusammensetzung wurde jeweils das in Wassergas vorliegende  $\text{H}_2/\text{CO}$ -Verhältnis als Verbrauchsverhältnis zugrundegelegt. Bei Reaktionsschwankungen mit gegebenenfalls mehr oder weniger starker Vergasung können die angegebenen Werte um 1 - 2 % schwanken.

Ddr.: Ma.,  
 Hg.

Durchschrift



Druckversuchsanlage.

Herrn von A s b o t h .

Betr. I. ARESSO.

Nachstehend finden Sie die gewünschten Daten für das Aresso-Projekt.

- A.) Aufgrund der bei uns gemachten Versuche über Eisenkontakt werden voraussichtlich im Großbetrieb in der I. Stufe mit Wassergas im Kreislauf 1 + 2,5

120 g/Rm<sup>3</sup> Nutzasgas (CO + H<sub>2</sub>)

(einschl. Gasol) erzielt.

Bei Verwendung des Viag-Wassergases

CO <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>
4	45	47	2,2	1,8

würde nach einem 75 %igen CO + H<sub>2</sub>-Umsatz bei einer Kontraktion von 58 % in der I. Stufe das Endgas I wie folgt zusammengesetzt sein:

CO <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>
28,0	34,3	20,7	12,7	4,3 .

~~Bei der Berechnung dieser Analyse wurde ein mittleres Verbrauchsverhältnis von CO u. H<sub>2</sub> von 1 : 1,25 zugrunde gelegt.~~

Zur Frage der Weiterverarbeitung dieses Endgas I in einer II. Stufe im geraden Durchgang kann man schätzungsweise folgendes angeben:

Aufgrund des CO - H<sub>2</sub>-Verhältnisses im Wassergas mit 1 : 1,05 wird man einen Gesamtumsatz in zwei Stufen von nur 87,5 % maximal erreichen können, wobei der H<sub>2</sub>-Umsatz 95 % beträgt.

Die rechnerisch zu erzielende Ausbeute beträgt unter der Voraussetzung gleichbleibenden Verflüssigungsgrades wie in der I. Stufe 20 g/Rm<sup>3</sup> Nutzasgas (CO + H<sub>2</sub>).

Gerade aber wegen des geringen  $H_2$ -Partialdruckes im Endgas I = Sygas II wird es schwer sein, 95 %igen  $H_2$ -Umsatz zu erreichen, weshalb zweckmäßigerweise auch nur mit einer Ausbeute von

$$14 \text{ g/Rm}^3 \text{ Nutgas (CO + H}_2\text{)}$$

gerechnet wird.

Die Gesamtausbeute in zwei Stufen beträgt somit, bei Verwendung des oben angegebenen Wassergases

$$134 \text{ g/Rm}^3 \text{ Nutgas (CO + H}_2\text{)}$$

die aus  $124 \text{ g flüss. Prod./Rm}^3 \text{ Nutgas}$   
und  $10 \text{ g Gasol / Rm}^3$  " bestehen.

Das Restgas nach der II. Stufe würde nach dem vorbeschriebenen Fall folgende Zusammensetzung haben, wobei vorausgesetzt wird, daß der maximale Umsatz von 87,5 %  $CO + H_2$  überhaupt erreicht wird:

$CO_2$	CO	$H_2$	$CH_4$	$H_2$
40,2	28,6	7,4	18,2	5,6 .

Außerdem wurde bei der Berechnung angenommen, daß keine wesentliche Verschiebung des  $CO - H_2$ -Verbrauchsverhältnisses in der II. Stufe durch den Betrieb in geraden Durchgang aufkommt.

- B.) Unter der Voraussetzung, daß die Summe der aktiven Bestandteile in Viag-Wassergas mit 92 % konstant bleibt und nur das Verhältnis von  $CO$  u.  $H_2$  sich entsprechend dem Verbrauchsverhältnis ändert, würde folgende Wassergas-Zusammensetzung zustande kommen:

$CO_2$	CO	$H_2$	$CH_4$	$H_2$
4	41	51	2,2	1,8 .

Die zu erzielende Ausbeute mit diesem Wassergas im Kreislauf 1 + 2,5 bei einem  $CO + H_2$ -Umsatz von 75 % und einer Kontraktion von 58 % soll wieder in der I. Stufe

$$120 \text{ g/Rm}^3 \text{ Nutgas (CO + H}_2\text{)}$$

(einschl. Gasol) betragen.

Das



Das Endgas I würde dann wie folgt aussehen:

CO <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub>
28,0	24,7	30,3	12,7	4,3 .

Bei der Weiterverarbeitung dieses Endgas I = Sygas II in einer II. Stufe bei Betrieb im geraden Durchgang wäre dann unter der Voraussetzung gleichbleibenden CO - H<sub>2</sub> - Verbrauchsverhältnisses wie in der I. Stufe ein maximaler Gesamtumsatz an CO + H<sub>2</sub> von 95 % (in zwei Stufen) denkbar.

Die zu erzielende Ausbeute in der II. Stufe wird entsprechend dem Verflüssigungsgrad in I. Stufe

32 g/m<sup>3</sup> Nutgas (CO + H<sub>2</sub>)

betragen.

Da aber nun bei einem Betrieb im geraden Durchgang in der II. Stufe 20 % vom Gesamtumsatz (95 - 75) schwer zu erreichen sein werden, sondern vielleicht nur 15 %, wird ~~die Ausbeute zweifelsiger nur mit~~

24 g/m<sup>3</sup> Nutgas (CO + H<sub>2</sub>)

angenommen, sodaß die Gesamtausbeute in zwei Stufen bei dem unter B beschriebenen Fall

144 g/m<sup>3</sup> Nutgas (CO + H<sub>2</sub>)

betragen wird.

(133 g flüss. Prod. + 11 g Gasol).

Die Zusammensetzung des Restgases nach der II. Stufe würde wie folgt sein:

CO <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub>
52,2	8,0	9,9	23,1	6,8 .

C.) Bei einem Einstufen-Betrieb mit Wassergas im Kreislauf 1 + 2,5 würde man unter Verwendung des Viag-Wassergases

CO <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub>
4	41	51	2,2	1,8

unter Ausnutzung der geringeren Belastung der einzelnen Öfen einen Gesamtumsatz an CO + H<sub>2</sub> von 80 % erreichen.

Die zu erwartende Ausbeute würde

128 g/Km<sup>3</sup> Nutzas (CO + H<sub>2</sub>)  
(118 g flüss. Prod. + 10 g Gasol)

betragen.

Die Zusammensetzung des Restgases aus diesem Einstufen-Betrieb würde bei einer Kontraktion von 62 % und einem CO + H<sub>2</sub>-Umsatz von 80 % folgende sein:

CO <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub>
32,2	21,6	26,9	14,5	4,8 .

Das Verbrauchsverhältnis CO : H<sub>2</sub> liegt in diesem Falle wie das Verhältnis von CO u. H<sub>2</sub> in Wassergas bei 1 + 1,25.

Vergleich zwischen A, B und C.

- 1.) Bei B ist aufgrund des günstigen CO - H<sub>2</sub>-Verhältnisses im Wassergas entsprechend dem mittleren CO - H<sub>2</sub>-Verbrauchsverhältnis eine weitgehende Umsetzung bis vielleicht zu 95 % möglich.
- 2.) Aufgrund des möglichen höheren Umsatzes unter B ist die Ausbeute um 10 g höher gegenüber A.
- 3.) Punkt A kommt wegen des stark zum CO hin verschobenen Verhältnisses im Wassergas aufgrund der heute arbeitenden Kontakte nicht infrage, da maximal nur 87,5 % Gesamtumsatz an CO + H<sub>2</sub>, selbst in zwei Stufen, erreicht werden.
- 4.) Die Viag wird ein Gas liefern müssen, welches CO u. H<sub>2</sub> im Verhältnis 1 : 1,2 bis 1 : 1,3 enthält, da gerade die weitere Entwicklung der Kontakte die Möglichkeit der Aufarbeitung in diesen Grenzen gestattet, ohne CO oder H<sub>2</sub> in weiteren Stufen zur vollen Aufarbeitung beizumischen zu müssen.

Schlussbemerkung:

Die Daten für die I. Stufe können aufgrund der bei uns gemachten Versuche in I. Stufe bei Kreislaufbetrieb angegeben werden. Die Zahlenergebnisse der II. Stufe sind rein rechnerisch ermittelt und müssen erst durch spätere Versuche belegt werden.

Ma.  
Bdr.: Hg.,

Zitr. Anzger - RCH

Ofen 11, 7. Füllung (70 Tage)

flüssige Prod. 107 g /  $Nm^3$   $CO + H_2$   
 Gase 16 g / " "  
 Σ-Prod. 123 g / " "  
 $CO + H_2$  - Umsatz : 76 %  
 $CO : H_2$  - Verhältnis : 1.16

Ofen 11, 9. Füllung (ca. 30 Tage)

flüssige Prod. 140 g /  $Nm^3$   $CO + H_2$   
 Gase 4 g / " "  
 Σ-Prod. 144 g / " "  
 $CO + H_2$  - Umsatz : 76 %  
 $CO : H_2$  - Verhältnis : 1.33

Aufgrund vorstehender Ergebnisse kann man als Mittelwert folgende angeben:

Bei einem Wärmegas mit rel. 13% Feuchte sind  $CO : H_2 = 1 : 1.26$

und ein  $\phi$   $CO + H_2$  - Umsatz v. 76% ergibt.

Quäntität	107	16
+ 140		4
∅	123.5	10

133.5 g Σ-Prod /  $Nm^3$   $CO + H_2$

Bei der Übertragung auf den Großbetrieb sind Zurechnung 10% abzüglich Verlust 120 g /  $Nm^3$   $CO + H_2$  verbleibend

A.) Bei der Zusammensetzung des Kraf-Wärmegases

$CO_2$	$CO$	$H_2$	$CH_4$	$N_2$
4	45	47	2.2	1.8

und bei einem mittl.  $CO, H_2$  - Aufarbeitungswertverhältnis von  $CO : H_2 = 1 : 1.25$  sind ein mittl. Regenerat von 25%  $CO_2$  und 10%  $CH_4$  auf  $CO$  - Umsatz, folgendes Resultat zu ermitteln:

$CO_2$	$CO$	$H_2$	$CH_4$	$N_2$	
28.0	34.3	20.7	12.7	4.3	wobei der $CO + H_2$ - Umsatz rel. 75% sind die Kraf. 58% beträgt.

Kraf 2:1 37.3 28.3 9.7 3.6  
 65.6  $CO : H_2 = 1 : 0.76$

3.) 24. III. 41!

Hierbei wird aber vorausgesetzt, dass die Aufarbeitung unabhängig vom angestrichenen CO-H-Verhältnis über 1:1.25 geht.

In dem im Kreislauf der 1. Stufe  
 $CO : H_2 = 1 : 0.76$  verhält  
 sind im Sygn II für die 2. Stufe  
 $CO : H_2 = 1 : 0.60$  verhält,  
 wird es aufgrund des geringen  $H_2$ -Tatsächl drückes  
 höher sein, 95%  $H_2$ -E-bund zu ergibt,  
 verhält die Antriebe in der 2. Stufe mit 18.3 g /  $Nm^3$  Wgen  
 sind zu hoch sein dürfen.  
 Füllhöhe wird geringfügig auf 12-14 g /  $Nm^3$  Wgen erreicht,  
 sodass die E-Antriebe in 2. Stufe, wobei  
 die 1. Stufe im Kreislauf 1+2.5 behält  
 = die 2. Stufe im gesch. Durchgang betrieb sind

$$\text{rd. } 122.5 - 124.5 \text{ g / Nm}^3 \text{ Wgen}$$

$$= 134 \text{ g / Nm}^3 \text{ Nützgen betragen}$$

sind.  
 Hierin sind etwa 7.5% Gas

$$124 \text{ g flüss. Prod. / Nm}^3 \text{ Nützgen (CO+H}_2)$$

$$10 \text{ g Gas / " " " "}$$

$\Sigma$ -Gehalte  $\sim 27$  bzw  $Nm^3$  Wgen für 1. Stufe 28 OF  
 11 bzw " Sygn II " 2. " 6 "

Belastung in 1. Stufe  $\sim 1000 Nm^3 / OF$ , d  
 = 2. Stufe  $\sim 2000$  " / " , d

In Zusammenhang des Restgases, würde man  
 den vorbeschriebenen Fall aber folgendermaßen:

$CO_2$	CO	$H_2$	$C/H_2$	$N_2$
40.2	28.6	7.4	18.2	5.6

$\Sigma$ -bunnd:	450	470
	92	24
E-Kontr. 1.8/5.6	358	446
= 67.8%	79.5	95.0
	87.5 CO+H <sub>2</sub> -bunnd	

$C/H_2$  bzw. auf CO-bunnd.  $\sim 10$  %  
 $CO_2$  " " CO-bunnd.  $\sim 25$  %

B) Umkehr der Korrosionsgleichung, 24. III. 41. (2)  
 das die Summe an Sauerstoff  
 Bestandteil im Kieg-Wärmen mit 92 %  
 Bestandteil sind von der Verhältnis  $CO : H_2$  viel  
 ändert, sind folgende Wägs.-Zusammensetzung  
 Zustände:

Kieg-Wärmen:  $CO_2$  4,  $CO$  41,  $H_2$  57,  $CH_4$  2.2,  $N_2$  4.8

$CO : H_2 = 1 : 1.25$

Reaktion:

$CO_2$  28.0,  $CO$  24.7,  $H_2$  30.3,  $CH_4$  12.7,  $N_2$  4.3

wobei  $CO + H_2$  - Gemisch  $\sim 75\%$   
 = Reaktion  $\sim 58\%$  betragen.

Thermiten:  $21.1$ ,  $29.4$ ,  $36.2$ ,  $9.7$ ,  $3.6$   
 $65.6\%$   $CO : H_2 = 1 : 1.25$

Zu F.)

450 470  
 144 1.25 87  
 306 383

$0.689 \text{ Nm}^3 CO + H_2 \rightarrow 110.5 \text{ g } \epsilon\text{-Prod.} / \text{Nm}^3 \text{ Wägs.}$

Rest an  
 akt. Bestand.

144 87 für die 2. Stufe

69 1.25 87

$0.156 \text{ Nm}^3 CO + H_2 \rightarrow 25.0 \text{ g } \epsilon\text{-Prod.} / \text{Nm}^3 \text{ Wägs.}$

~~Je abnormer mit 95 %  $H_2$  Gemisch gearbeitet  
 wird kann, ergibt viel:~~

446  
 57 1.25 383  
 63

$0.114 \text{ Nm}^3 CO + H_2 \rightarrow 18.3 \text{ g } \epsilon\text{-Prod.}$

d.h. in der 2. Stufe sind bei einem  $\epsilon$ -Gemisch an  
 $H_2$  in 1.+2. Stufe von 95 %  
 $18.3 \text{ g} / \text{Nm}^3$  Wärmen zu erwarten

wodas die  $\epsilon$ -Menge in 1. Stufe = 110.5  
 + 2. " = 18.3  
 = 128.8 g /  $\text{Nm}^3$  Wärmen  
 betragen wird.

4.) 24. III. 41.

Zu B.)

$$\begin{array}{r} 410 \\ 104 \\ \hline 306 \end{array} \begin{array}{l} / \\ 125 \\ \backslash \end{array} \begin{array}{r} 510 \\ 127 \\ \hline 383 \end{array}$$

$0,689 \text{ Nm}^3 \text{ CO} + \text{H}_2 \rightarrow 110,5 \text{ g } \epsilon\text{-Prod} / \text{Nm}^3 \text{ Wagn}$

Rest an  
akt. Bestandteil

$$\begin{array}{r} 104 \\ 21 \\ \hline 83 \end{array} \begin{array}{l} / \\ 1,22 \\ \backslash \end{array} \begin{array}{r} 127 \\ 26 \\ \hline 101 \end{array}$$

für die 2. Stufe

$0,184 \text{ Nm}^3 \text{ CO} + \text{H}_2 \rightarrow 29,4 \text{ g } \epsilon\text{-Prod} / \text{Nm}^3 \text{ Wagn}$

d.h. bei einem  $\epsilon$ -Ansatz an  $\text{CO} + \text{H}_2$  von  $\sim 95\%$  ist die Ausbeute

in 1. Stufe	110,5 g / Nm <sup>3</sup> Wagn	(92%)
+ " 2. "	29,4 g	"
$\Sigma$	<u>139,9 g</u>	"

wobei die 1. Stufe im Kreislauf 1 + 2,5  
" 2. " in gesch. Düngung betrieb  
sind.

Da aber nun kein gesch. Düngung in der 2. Stufe  
mehr 20% -Ansatz ergibt sind (95-75)  
werden vielleicht nur 15% sind die Ausbeute  
zweckmäßiger mit  $(29,4 : 4) \times 3 = 22,0 \text{ g} / \text{Nm}^3 \text{ Wagn}$   
angenommen, wobei die 2. Ausbeute

1. St.	110,5
2. St.	<u>22,0</u>
	132,5 g / Nm <sup>3</sup> Wagn

beträgt sind

=  $144,0 \text{ g} / \text{Nm}^3 \text{ Nützgen (CO} + \text{H}_2)$

Im Vorlauf unter B gezeigt # liegt

a.) im günstigsten  $\text{CO} : \text{H}_2$ -Verhältnis in Wagn  
so in dem Verhältnis verhalten  
1 : 1,25

b.) in. damit in der Möglichkeit möglichst  
auf zu erhalten.

Die Zusammensetzung des Reaktionsmischens sind:

$\text{CO}_2$	$\text{CO}$	$\text{H}_2$	$\text{CH}_4$	$\text{N}_2$
52,2	8,0	9,9	23,1	6,8

$\epsilon$ -Ansatz  
 $\epsilon$ -Kont. 1,8/6,8  
73,5

$$\begin{array}{r} 410 \\ 389 \\ 95 \\ \hline 95 \end{array} \begin{array}{l} / \\ 1,25 \\ \backslash \end{array} \begin{array}{r} 510 \\ 127 \\ 484 \\ 95 \\ \hline 95 \end{array}$$

95%  $\text{CO} + \text{H}_2$ -Ansatz

c) In der Fall, dass ein Einfeld betrieb  
 pflanzlich und voll, Wärmegrenze-Konstant 1+2  
 wird man unter Voraussetzung  
 des Kreis-Wärmegrenze

CO <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub>
4	41	51	2,2	1,8

unter Ausnutzung der möglichen geringeren  
 Belastung der einzelnen Öfen einen  
 Gesamtumsatz an CO + H<sub>2</sub> von 80% werden  
 die zu erwartende Anteile sind dann

$$128 \text{ g / Nm}^3 \text{ Mischgas (CO + H}_2\text{)}$$

$$(118 \text{ g pro.} + 10 \text{ g gasol)}$$

betragt

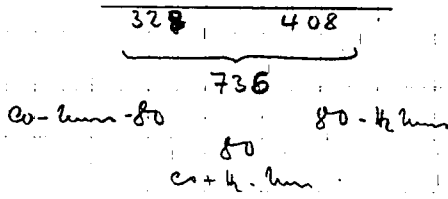
Zusammenfassung der Redoxen

CO <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub>
32,2	21,6	26,5	14,5	4,8

Redoxanteile umhellen 1: 1,25

(Berechnung der Redoxanalyse)

Bedingung 80% CO + H<sub>2</sub> - Umsatz,  
 Volr.-Verh. 1: 1,25, CO<sub>2</sub> = 25% bez. CO + H<sub>2</sub>  
 $\frac{410}{920} \quad \frac{510}{920}$  CH<sub>4</sub> = 10% "



CO <sub>2</sub> 32,2%	40	CO <sub>2</sub> aus Wagn
	82	CO <sub>2</sub> Mischbildg
CO 21,6%	82	CO - Rest
H <sub>2</sub> 26,5%	102	H <sub>2</sub> - Rest
CH <sub>4</sub> 14,5%	22	CH <sub>4</sub> aus Wagn
	32,8	CH <sub>4</sub> Mischbildg.
N <sub>2</sub> 4,8%	18,0	N <sub>2</sub> aus Wagn
	378,8	N <sub>2</sub> aus 1000 Nm <sup>3</sup> Wagn

Kontr. = 62%

Falunium mit Eisenverbindungen oder Eisenverbindungen (Bsp. Schwefelwasserstoff) 14. I. 41. v. A. - Rev.)  
 oder + Kupfer. Die Störungen sind 40; 14. v. A. - Rev.)

Stufe	Neu 60g/10 alt 5. Menge	Zahl der Öffn	Neu Co + K Menge	Neu 30g Kupfer	1/2 Co + 1/2 Menge	1/2 Kupfer
I.	26 300 22 600 Co + K	10	6500	5500	29	21
	Belastung: Öfen, Stk. ~ 2630		22 600 6500 16100	26300 5500 30800		
	Länge 6.82					
II.	20 800 16 100 Co + K	10	6500	5500	40	26.5
	Belastung: Öfen, Stk. ~ 2080/1000 Länge 8.65		16 100 6500 9600	20 800 5500 15300		
III.	15 300 9 600 Co + K	10	6500	5500	68	64
	Belastung: Öfen, Stk. ~ 1530/1000 Länge 11.25		9600 6500 3100	15 300 5500 9800		
IV.	9800 3100 Co + K	3	1600	1400	52	14
	Belastung: Öfen, Stk. 3300/1000 Länge 5.46		3100 1600 1500	9800 1400 8400		
	26 300 ~ 8000 Neu 30g/1000 Stk., Öfen	33	22 600 1500 21100	26 300 8400 17900	93.5	68



Blatt 2

VI.	12550 Sylv. VII/L Pulverh. 4180 Nur 1/2	3	650 x 3 1950 6350 1950 4400	550 x 3 1650 12550 1650 10900	20.7	13.2
VII.	10900 Sylv. VII/L Pulverh. 3640 Nur 3/4	3	670 x 3 1950 4400 1950 2450	550 x 3 1650 10900 1650 9250	44.3	15.1
VIII.	9250 Sylv. VII/L Pulverh. 4620	2	650 x 2 1300 2450 1300 1150	550 x 2 1100 9250 1100 8150	47	11.9
I. - Analyse	26300 Nur Korn 1/2 Pulverh. 2000 Nur 1/2 pro 600	33	670 x 33 21400 22600 21400 1200	550 x 33 18150 26300 18150 8150	94.7	69

Fahrweise mit Eisenkornletzt, ohne Kornletzt  
 über 8 Stufen; die Wertungen  
 (Pabr. Schritte = 14 II. v. ha → Pabr.)

14 II. v. ha → Pabr.

Stufe	Neu's Wgr./h auf E-Plan 26300 Neu's Wertungen/Std 22600 Neu's G+K Pulverlung 43800 Neu's/h	Zahl der Stufen	Neu's COTK Stammgröße 670 x 6 = 3900 22600 3900 18700	Neu's für Kornletzt 550 x 6 3300 26700 3300 23000	% COTK- Munng	020 Kornletzt
I.		6			17.2	12.5
II.	23000 Neu's Syst II / Std Pulverlung 38800 Neu's/h	6	670 x 6 = 3900 18700 3900 14800	550 x 6 3300 23000 3200 19200	20.8	14.3
III.	19700 Syst III / h Pulverlung 39400 Neu's/h	5	670 x 5 3250 14800 3250 11550	550 x 5 2750 19700 2750 16950	21.9	14
IV.	16950 Neu's Syst IV. / h Pulverlung 42700 Neu's/h	4	670 x 4 2600 11550 2600 8950	550 x 4 2200 16950 2200 14750	22.5	13
V.	14750 Syst V. / h Pulverlung 36900 Neu's/h	4	670 x 4 2600 8950 2600 6350	550 x 4 2200 14750 2200 12550	29.0	14.9

Herrn von A s b o t h .

Betr.: Araso - Ruhrchemie.

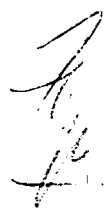
Für den mit unserem Schreiben vom 14. Oktober 1940 mitgeteiltem Vorschlag über den Betrieb mit Wassergas u. Eisenkontakt geben wir Ihnen das Schaltschema mit den dazugehörigen Richtzahlen der Gasszusammensetzung nach beiden Stufen (ausgewertet auf Grundlage "Viag-Wassergas").

Zur Kostenersparnis wird man gegebenenfalls das Gasol im Kreislaufgas der I. Stufe und das Bensin + Gasol im Kreislaufgas der II. Stufe belassen können.

Nach der Ölkondensation der II. Stufe soll dann die Entspannung erfolgen, wodurch die nachgeschaltete A.K.-Anlage zur Aufnahme des Bensin + Gasol als Normaldruck-Anlage ausgebildet werden kann.

Die CO<sub>2</sub>-Wäsche ist so anzulegen, daß die CO<sub>2</sub> des Restgases der I. Stufe unter einem Wascheffekt von 90 % soweit herausgenommen wird, das noch 4 - 5 Vol. % im Synthesegas II enthalten sind.

Die prozentuale Anreicherung der aktiven Bestandteile durch die CO<sub>2</sub>-Wäsche geht von 50 % im Restgas I auf 70 % im Synthesegas II, wodurch ein höherer Umsatz erzielt wird und die Zahl der Öfen in der II. Stufe kleiner zu sein braucht.



Ddr.: Ma.,  
Hg.

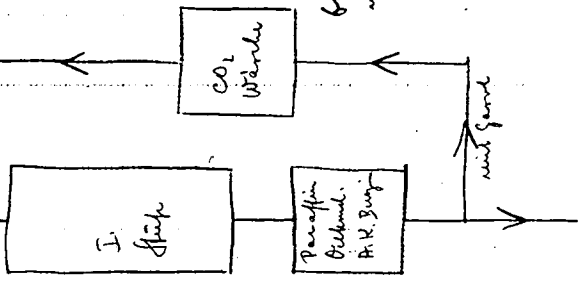


F2  
10

Früh-Wagen 24 700 m<sup>3</sup>/h

86 400 m<sup>3</sup>

Wagen	Reaktor
16.0	21.9
40.0	22.3
49.0	27.3
0.9	9.0
4.1	9.5



Formel bei #4  
am 29.10.40  
ausgeben  
am 29.10.40  
ausgeben

Wandluft der i. der  
Wärmer 90%

61 700 m<sup>3</sup> Reaktor / h  
mit 19 700 m<sup>3</sup> CO<sub>2</sub>  
- 17 700 m<sup>3</sup> CO<sub>2</sub>  
2000 m<sup>3</sup> m<sup>3</sup> CO<sub>2</sub>  
i. Tank  
Reaktor

*	CO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub>
	4.6 %	31.3 "	38.3 "	12.5 "
	5.1	34.5	42.1	8.3
	19.0			

Im Falle	A <sub>2</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>2</sub>	abs. 0
"	"	"	"	60.8 %
"	"	"	"	77.6 %
"	"	"	"	70.5 %
				2.5
				1.78
				2.5

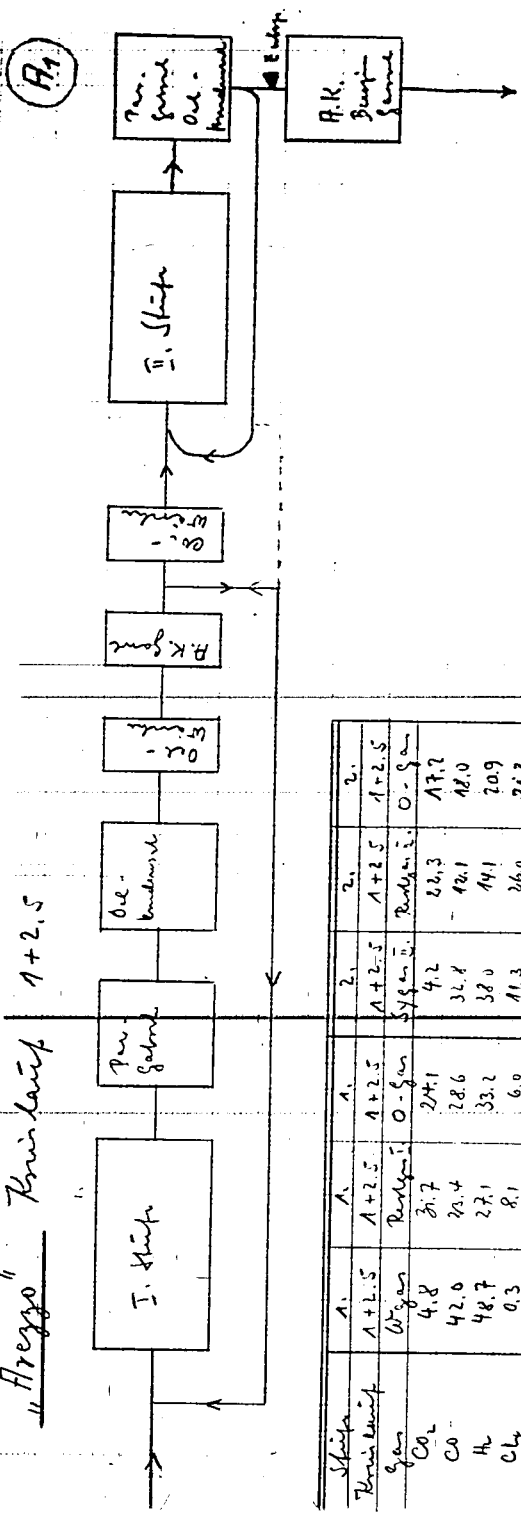
Man auf die gleiche für geschwindigkeit  
keil in im Falle A<sub>2</sub> zu kommen  
mit der Punkte ist in den CO<sub>2</sub>-  
Wärmer = 79 400 m<sup>3</sup> Reaktor / h min

79 400 m <sup>3</sup> Reaktor	enthalten	25 300 m <sup>3</sup> CO <sub>2</sub>
17 000		- 17 000
62 400		8300 m <sup>3</sup> CO <sub>2</sub>

*	CO <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub>
	13.3 %	28.4 "	34.8 "	11.5 "	12.0 "
	11.2	31.7	38.6	9.7	

bleiben im Tank.

Arzegg "Kleinläuf" 1+2.5

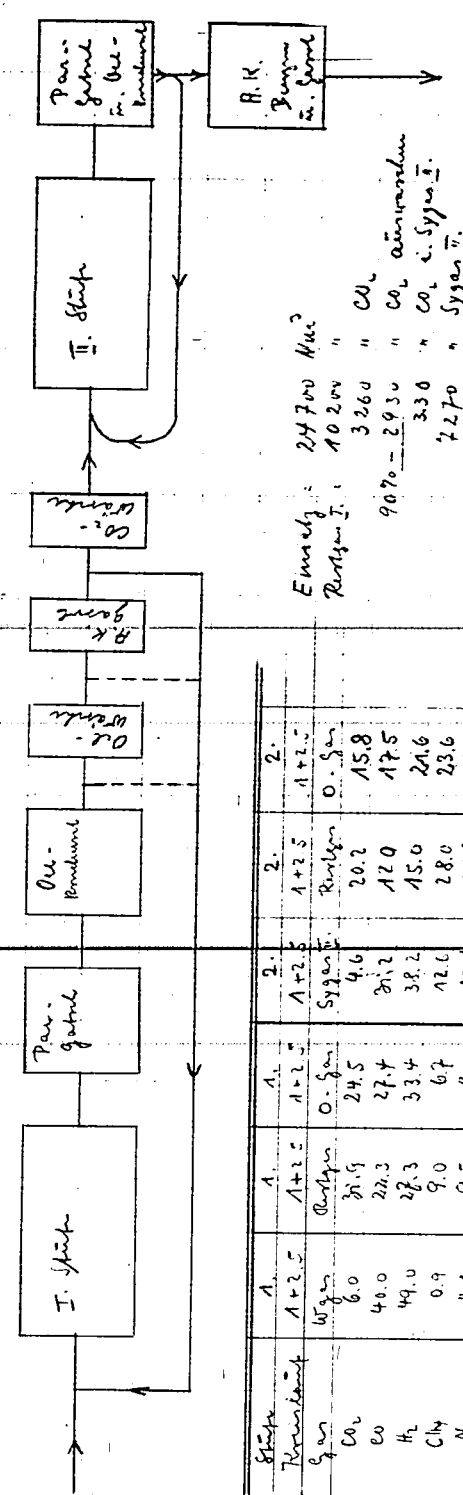


Stoffe	1.		2.		2.	
	1+2.5	Wegen	1+2.5	Wegen	1+2.5	Wegen
Kleinläuf	42.0	4.8	27.7	3.7	24.1	2.1
Gas	42.0	4.8	27.7	3.7	24.1	2.1
CO <sub>2</sub>	42.0	4.8	27.7	3.7	24.1	2.1
H <sub>2</sub>	48.7	0.3	27.1	8.1	33.2	6.0
Cl <sub>4</sub>	0.3	4.2	8.1	9.2	6.0	8.1
N <sub>2</sub>	4.2	4.2	9.2	9.2	8.1	8.1
Wasser	56.8		56.8			
CO-Brennstoff	76.0		76.0			
H <sub>2</sub> -Brennstoff	76.0		76.0			
CO + H <sub>2</sub> -Brennstoff	76.0		76.0			
CO-Verlust	64.0		64.0			
H <sub>2</sub> -Verlust	47.3		47.3			
CO + H <sub>2</sub> -Verlust	54.1		54.1			
CO <sub>2</sub> dng. CO <sub>2</sub>	28.0		28.0			
Cl <sub>4</sub> "	10.0		10.0			
CO : H <sub>2</sub> wasser	1.16		1.16			
g H <sub>2</sub> O / m <sup>3</sup> Gas	38.9		38.9			

29

Prozess Brennkamp 1 + 2.5

A<sub>2</sub>



Erwärmung: 24700 kcal  
 Reaktions I: 10200 " CO<sub>2</sub>  
 9070 - 2930 " CO<sub>2</sub> abkühlend  
 330 " CO<sub>2</sub> u. Sygas I.  
 7270 " Sygas II.

Stoffe	1		2		1 + 2.5	
	A	A + 2.5	A	A + 2.5	A + 2.5	2
Reaktion	1 + 2.5	1 + 2.5	1 + 2.5	1 + 2.5	1 + 2.5	2
g an	6.0	24.5	24.5	24.5	24.5	15.8
CO <sub>2</sub>	49.0	27.7	27.7	27.7	27.7	17.5
H <sub>2</sub>	49.0	33.4	33.4	33.4	33.4	24.6
CH <sub>4</sub>	0.9	6.7	6.7	6.7	6.7	23.6
N <sub>2</sub>	4.1	8.0	8.0	8.0	8.0	24.5
Reaktion	56.8	76.0	76.0	76.0	76.0	46.0
CO - Brennstoff	76.0	76.0	76.0	76.0	76.0	79.0
H <sub>2</sub> - Brennstoff	76.0	76.0	76.0	76.0	76.0	79.0
CO + H <sub>2</sub> Brennstoff	64.5	64.5	64.5	64.5	64.5	64.7
CO - Verlust	44.0	44.0	44.0	44.0	44.0	44.0
H <sub>2</sub> - Verlust	53.5	53.5	53.5	53.5	53.5	53.5
CO + H <sub>2</sub> - Verlust	25.5	25.5	25.5	25.5	25.5	25.5
CO <sub>2</sub> abg. CO <sub>2</sub> k.	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
CH <sub>4</sub> abg. CO <sub>2</sub> k.	1.225	1.225	1.225	1.225	1.225	1.225
CO : H <sub>2</sub> - verbr.						
g H <sub>2</sub> / m <sup>3</sup> gas		35.7				32





(B)

A Prozeß

Einheits

CO <sub>2</sub>	6
CO	40
H <sub>2</sub>	49
CH <sub>4</sub>	0,9
N <sub>2</sub>	4,1

Rohmaterial 1 + 2,5

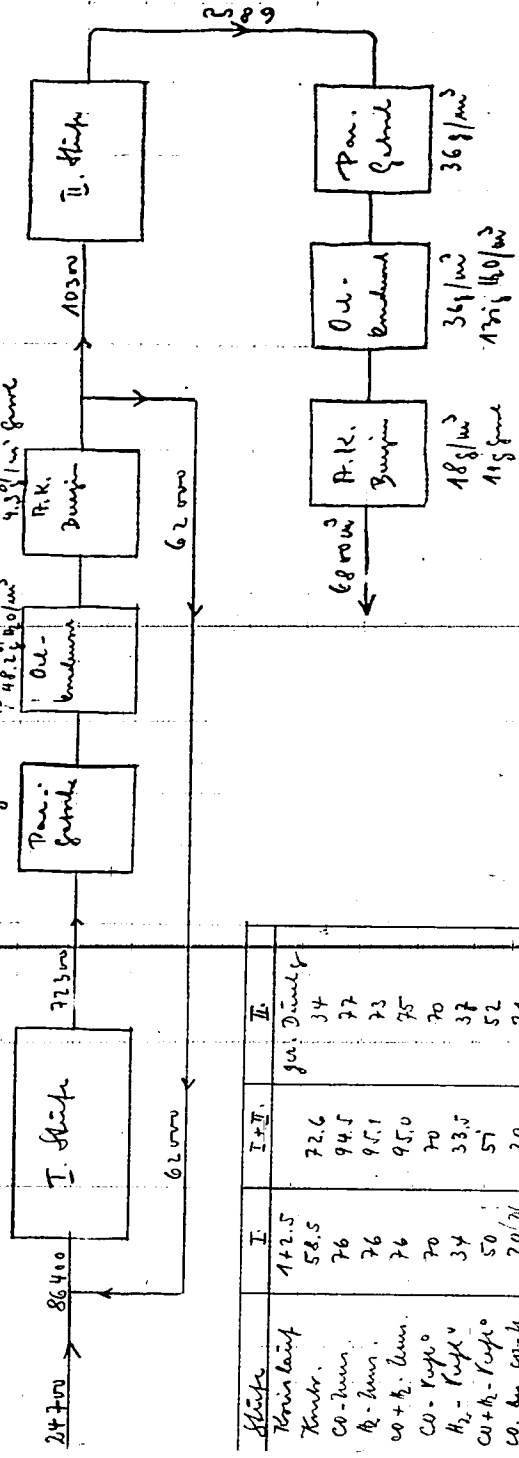
24700 Nm<sup>3</sup> Wasserdampf

Rohgas I:

10300 m <sup>3</sup>
29,2
23,2
28,3
9,4
9,9

Rohgas II:

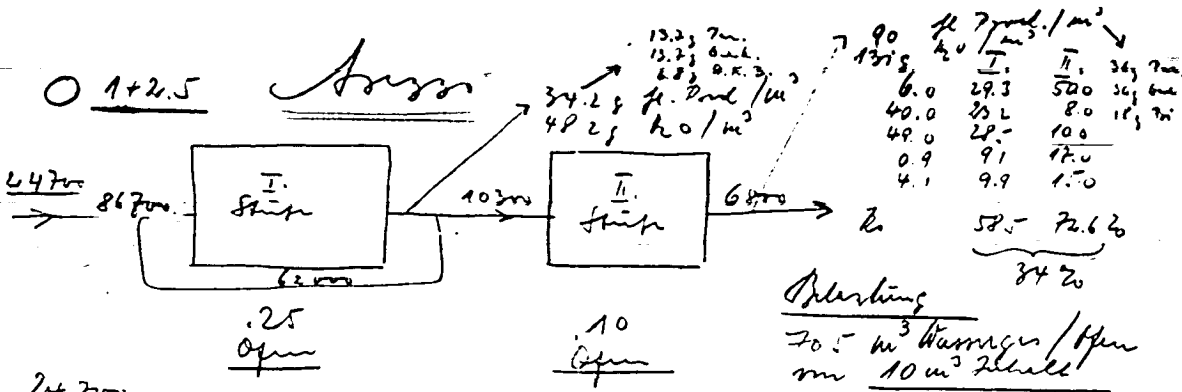
6800 m <sup>3</sup>
50
8
10
17
15



Stufe	I	I+II	II
Rohmaterial	172,5		100
Wasser	58,5	72,6	34
CO-Wasser	76	94,5	77
H <sub>2</sub> -Wasser	76	95,1	73
CO + H <sub>2</sub> Wasser	76	95,0	75
CO - Propan	70	70	70
H <sub>2</sub> - Propan	34	33,5	37
CO + H <sub>2</sub> - Propan	50	57	52
CO <sub>2</sub> abg. CO-W.	20/26	20	21
CH <sub>4</sub> abg. CO-W.	70	70	9
Abgas			
g/1000 Wasserdampf	109	124	24
Prozessgas	40	49,5	9,6
Abgas	40	49,5	9,6
A.K. - Bunker	20	25,0	4,8
CO + H <sub>2</sub> Wasser			17,6

Die in Korndesig erhalten 944 mm TB für "Prozess"

16.10.40. F



I. Strip 100 ; 1 Nm<sup>3</sup> Wasser  
 II. Strip 24 g ; 1 Nm<sup>3</sup> Wasser  
 34.2 g / m<sup>3</sup> Konzentration 1. Strip  
 70.5 m<sup>3</sup> Wasser / 10 m<sup>3</sup> Stahl  
 124 g / m<sup>3</sup> Wasser

24700 m<sup>3</sup> → Σ 3060000 g

I. Strip - 2470000 g  
 II. Strip - 610000 g  
 Stickstoff in d. 2. Strip 59 g / 1 m<sup>3</sup> System II.  
 ~ 90 g / m<sup>3</sup> Restgas

I. 11% Feuchte - 100 g 29% abh  
 II. 423% Feuchte - 59 g 57.7% abh

400	29.3
96	14.4
223	56.4
179	64.2
Feuchte = 1.144	

Re-h<sub>2</sub>O

$h_2O = 1.141$   
 400 29.3 400  
 96 14.4 224  
 29.4 159.2 176  
 29.8  
 23.2  
 54.0  
 142 g m<sup>3</sup> Wasser  
 3420000 g / 1 m<sup>3</sup>

~ 48.2 g h<sub>2</sub>O / m<sup>3</sup> Konzentration 1. Strip

$\frac{50.0}{47.5} = 1.052$   
 $\frac{11}{8} = 1.375$   
 $\frac{19}{107} = 0.1776$   
 77.4% CO-Konzentration in d. 2. Strip

86.2 g h<sub>2</sub>O / m<sup>3</sup> System II.  
 131 g h<sub>2</sub>O / m<sup>3</sup> Restgas  
 Feuchte = 1.146

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten

Druckversuchsanlage.

Obh.-Holten, den 14. Oktober 1940.  
RGH.Abt.DVA. Hr./Wg.-

Herrn von Asboth.

In der Anlage erhalten Sie die Angaben betr. "Aresso  
Ruhrchemie".

Den Richtzahlen wird ein Zweistufen-Betrieb zugrunde gelegt,  
wobei jede Stufe für sich in einem geschlossenen Kreislauf  
1 + 3 gefahren wird.

Zwischen beiden Stufen wird zur Anreicherung der  
aktiven Bestandteile im Synthesegas II eine CO<sub>2</sub>-Wäsche  
eingeschaltet.

Weiteren Versuchen bleibt vorbehalten, ob es zweck-  
~~mäßiger ist, die Gesamtanlage in einem geschlossenen Kreis-~~  
lauf, oder aber die erste Stufe nur im Kreislauf und die  
zweite im geraden Durchgang betrieben wird.

Ddr.: Ma.,  
Hg.

Durchschrift

Adresso Ruhrchemieangaben

VOM  
Frischgas - Einsatz:  
25.000 m<sup>3</sup> Wassergas/Std.

	Austritt I. Stufe Kreisl. 1 + 3	Austritt II. Stufe Kreisl. 1 + 3
a) Gas		
Nm <sup>3</sup> Gas/Std.	86.000	28.500
H <sub>2</sub> Vol.-%	30	18
CO	26	16
CO <sub>2</sub>	29	22
CH <sub>4</sub>	5	18
N <sub>2</sub>	10	26
Temp. °C	240 - 250	240 - 260
Druck atü	18 - 20	18 - 20

ANALYSE Ruhrchemieanlagen

VOM	Austritt I. Stufe Kreisl. 1 + 3	Austritt II. Stufe Kreisl. 1 + 3
b) Ofenkondensat g/Nm <sup>3</sup>	12	7,5
D 15	0,91	0,91
Ep.		
<u>Siedebeginn</u>	200 - 250	200 - 250
bis 200°	0	0
bis 250°	2	2
bis 320°	9	9
Kondensatöl g/Nm <sup>3</sup>	12	7,5
D 15	0,775	0,775
Ep.		
<u>Siedeanalyse</u>		
<u>Beginn</u>	75 - 80 °C	75 - 80 °C
5 %	100 °C	100 °C
10 %	120 "	120 "
20 %	150 "	150 "
30 %	168 "	168 "
40 %	187 "	187 "
50 %	212 "	212 "
60 %	238 "	238 "
70 %	265 "	265 "
80 %	293 "	293 "
90 %	325 "	325 "
95 %	332 "	332 "
Ep.		
1/2 über 200 °C	55	55
Säurezahl mg KOH/g	5	5
Reaktionswasser g/Nm <sup>3</sup>	31	18,5
Säurezahl mg KOH/g	8,0 - 10,5	8,0 - 10,5

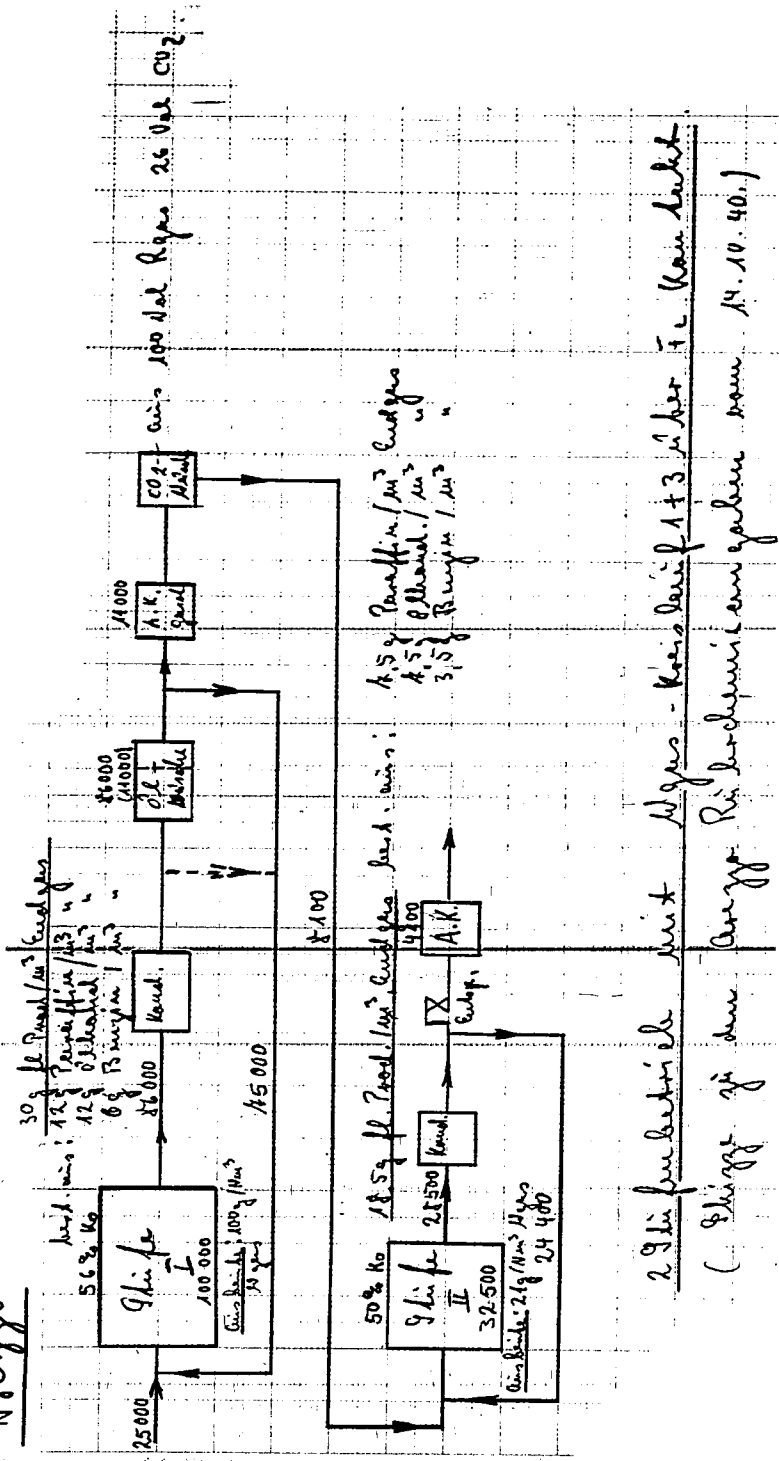
Arresto Ruhrchemieangaben

VOM

	Austritt I.Stufe Kreisl. 1 + 3	Austritt II.Stufe Kreisl. 1 + 3
c) <u>Benzin g/Nm<sup>3</sup></u>	6,0	3,5
D 15	0,665	0,665
<u>Beginn</u>	28 °C	28 °C
5 %	30 "	30 "
10 %	32 "	32 "
20 %	36 <del>34</del> "	36 "
30 %	41 "	41 "
40 %	47 "	47 "
50 %	50 "	50 "
60 %	64 "	64 "
70 %	77 "	77 "
80 %	100 "	100 "
90 %	140 "	140 "
95 %	180 "	180 "
<u>Ep.</u>		
Vol.% über 100 °C	20	20
<u>Säuresahl mg KOH/g</u>	0,1	0,1
<u>Gasole g/Nm<sup>3</sup></u>	3,6 (28,5) <sup>x</sup>	2,2 (15,3) <sup>x</sup>
<u>C<sub>3</sub> g/Nm<sup>3</sup></u>	2,5 (20,0) <sup>x</sup>	1,5 (10,7) <sup>x</sup>
<u>C<sub>4</sub> g/Nm<sup>3</sup></u>	1,1 (8,5) <sup>x</sup>	0,7 (4,6) <sup>x</sup>
<u>max. sulässiger Gehalt</u>		
an Benzin in g/Nm <sup>3</sup>		
vor Stufe II		
an Gasol in g/Nm <sup>3</sup>		
vor Stufe II		

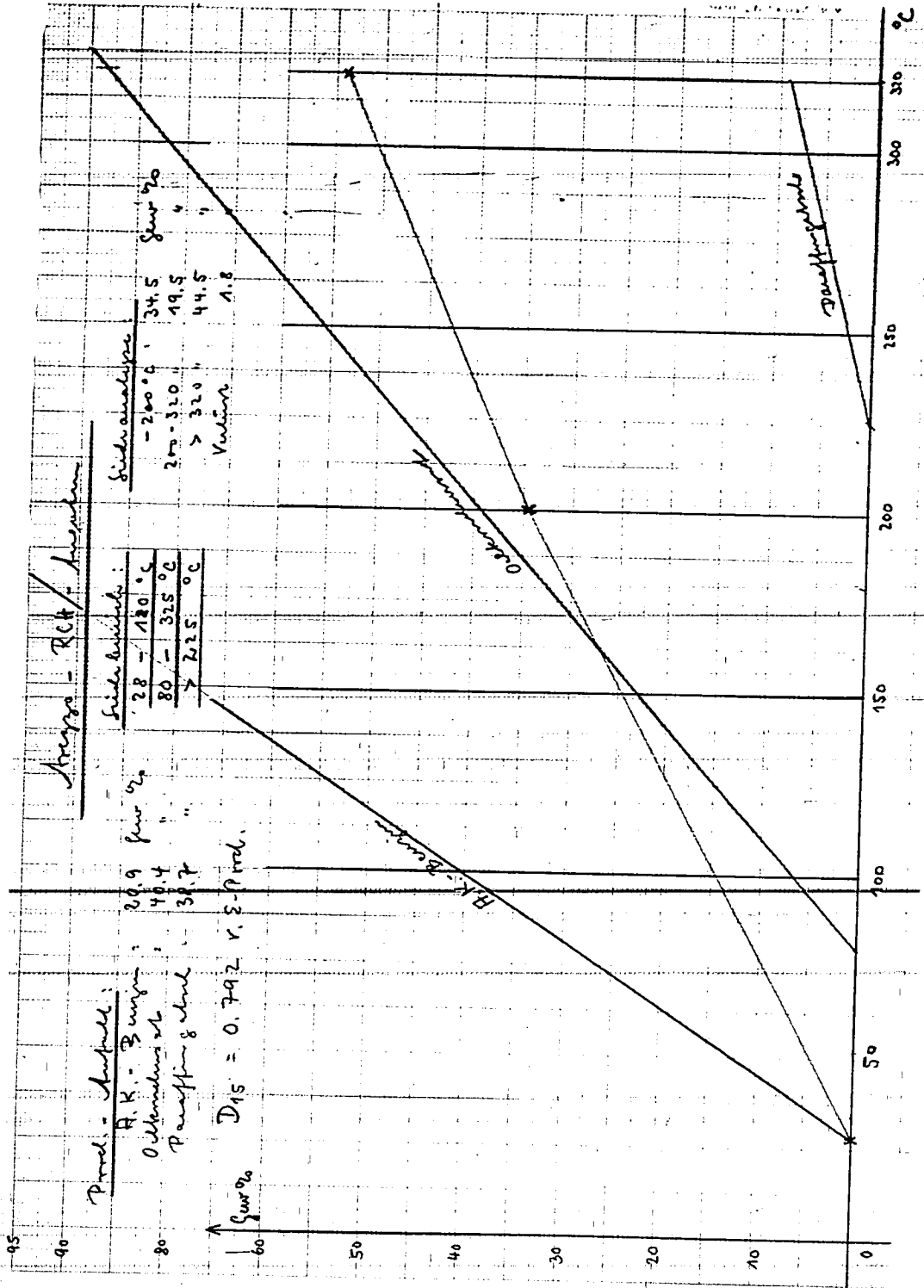
x) g Gasol in m<sup>3</sup> Endgas.

# Prozess



2. Infragestellung mit Wasser - Kreislauf 1+3 über Fe (Kohlensäure)  
 (Ertrag ist der Prozess für die Gewinnmaximierung vom 14.10.40.)

27.



Prod. - Aufhell:

A.K. - B.ung. : 20.9 fur %  
 0.4  
 Pauffen 8.4  
 38.7

$D_{15} = 0.792$  v. S. Prod.

Luft - Rct / Heizung

Siedebühne:  
 2.8 - 120 °C  
 80 - 325 °C  
 > 225 °C

Siedebühnen:

-200 °C, 34.5 gsw %  
 200-310, 19.5  
 > 320, 44.5  
 Vultur 1.8

BK-Behandlung

Außenluft

Dampfdruck

gsw %

°C



Arbeits - RSH - Aufgaben

Pumpenregel - Optimalpunkt

Beispiel

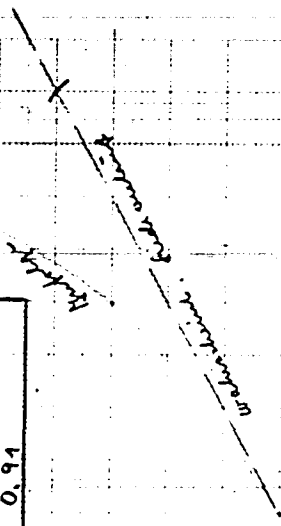
F.T. - Leistung

- 200 - 250 °C  
 - 240 °C  
 - 260 °C  
 - 280 °C  
 - 300 °C  
 - 320 °C  
 D<sub>AS</sub>

- 200 °C  
 - 250 °C  
 - 320 °C  
 D<sub>AS</sub>

200 - 250 °C  
 1 Vol %  
 3 " "  
 5 " "  
 8 " "  
 15 " "  
 0,91

0,91



90  
80  
70  
60  
50  
40  
30  
20  
10  
0

Open M,  
Average - Reik - System  
Deklamant

side - Beg.

- 80 °C  
- 100 "  
120 "  
140 "  
160 "  
180 "  
200 "  
200 "  
200 "  
40 "  
60 "  
80 "  
200 "  
20

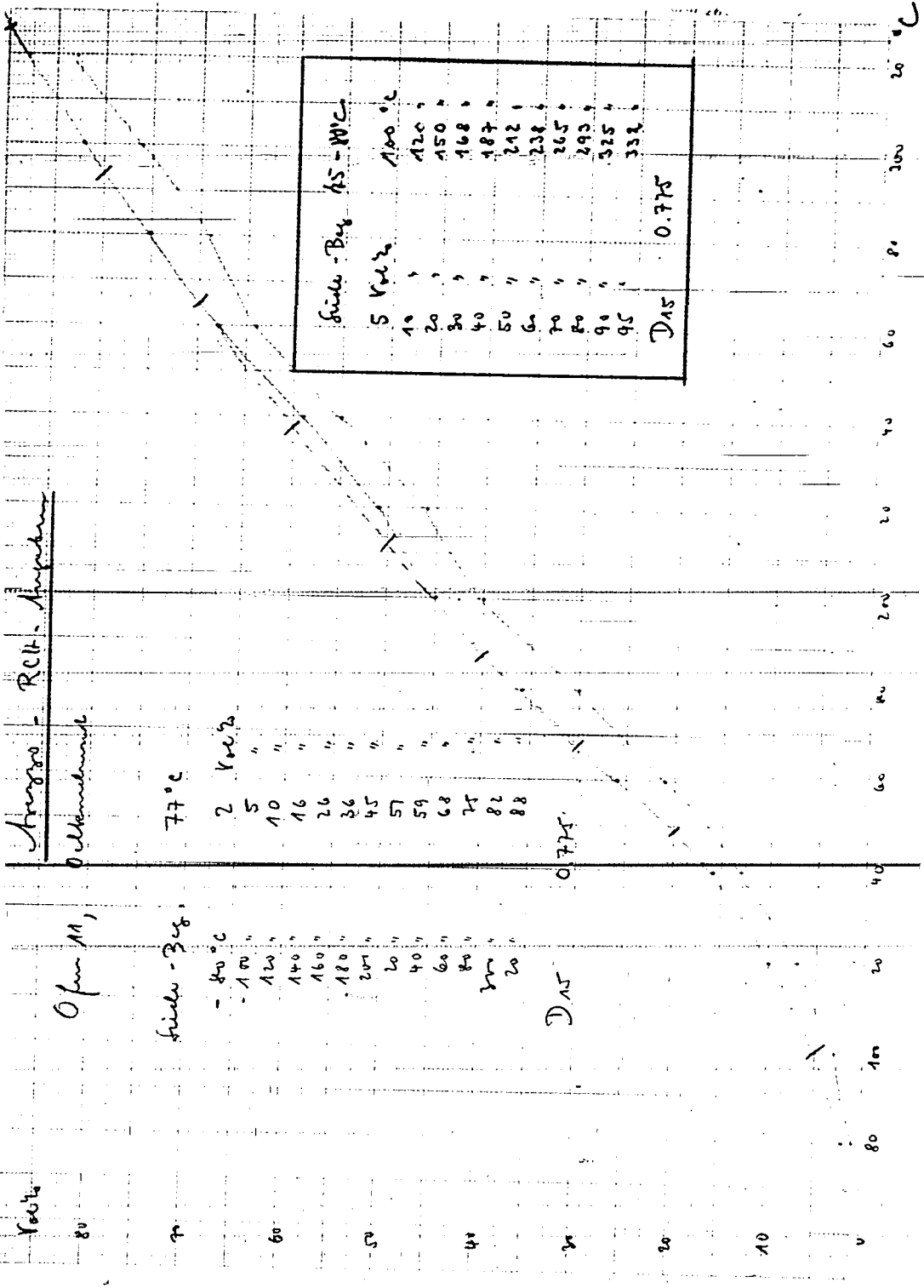
DAS

77 °C

2 kcal  
5 "  
10 "  
16 "  
26 "  
36 "  
45 "  
57 "  
59 "  
68 "  
75 "  
82 "  
88 "

0.775

Side - Beg AS - WVC	
5 kcal	100 °C
10 "	120 "
20 "	150 "
30 "	168 "
40 "	187 "
50 "	212 "
60 "	238 "
70 "	265 "
80 "	293 "
90 "	325 "
95 "	338 "
DAS	0.775



Ku3  
1/1

07.11.11, A.K. Bueygen

7. Fällung frucht-Buz

-40°C  
60  
80  
100  
20  
40  
60  
80

D15

Average - RCF - Angulm

28°C

27 Vol %  
56  
72  
86  
97  
95  
95

0.665

5 Vol %	30 °C
10	32
20	36
30	41
40	47
50	55
60	64
70	77
80	100
90	140
95	180
D15	0.665

Vol %

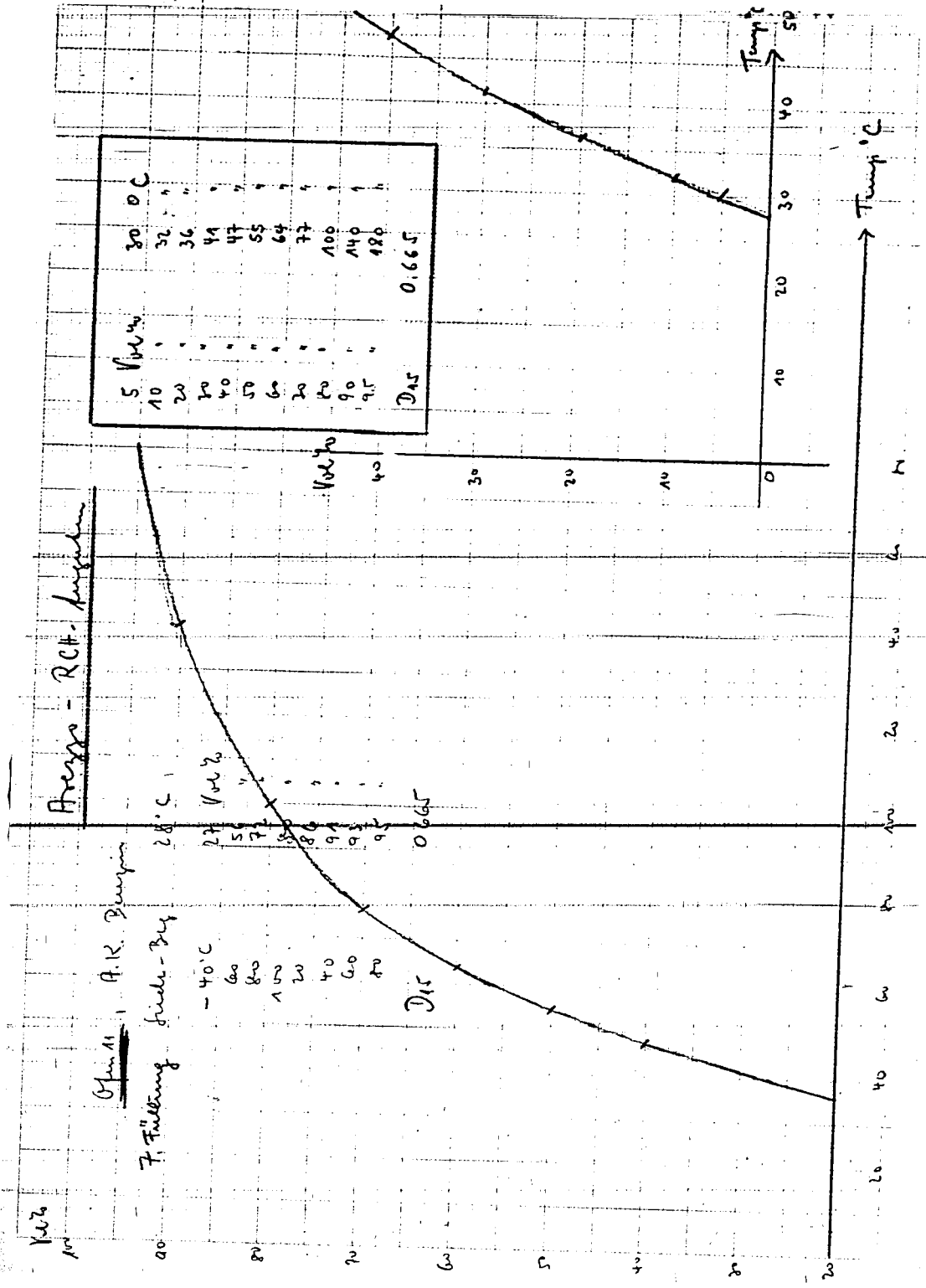
40  
30  
20  
10  
0

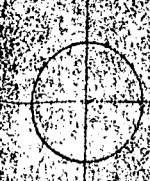
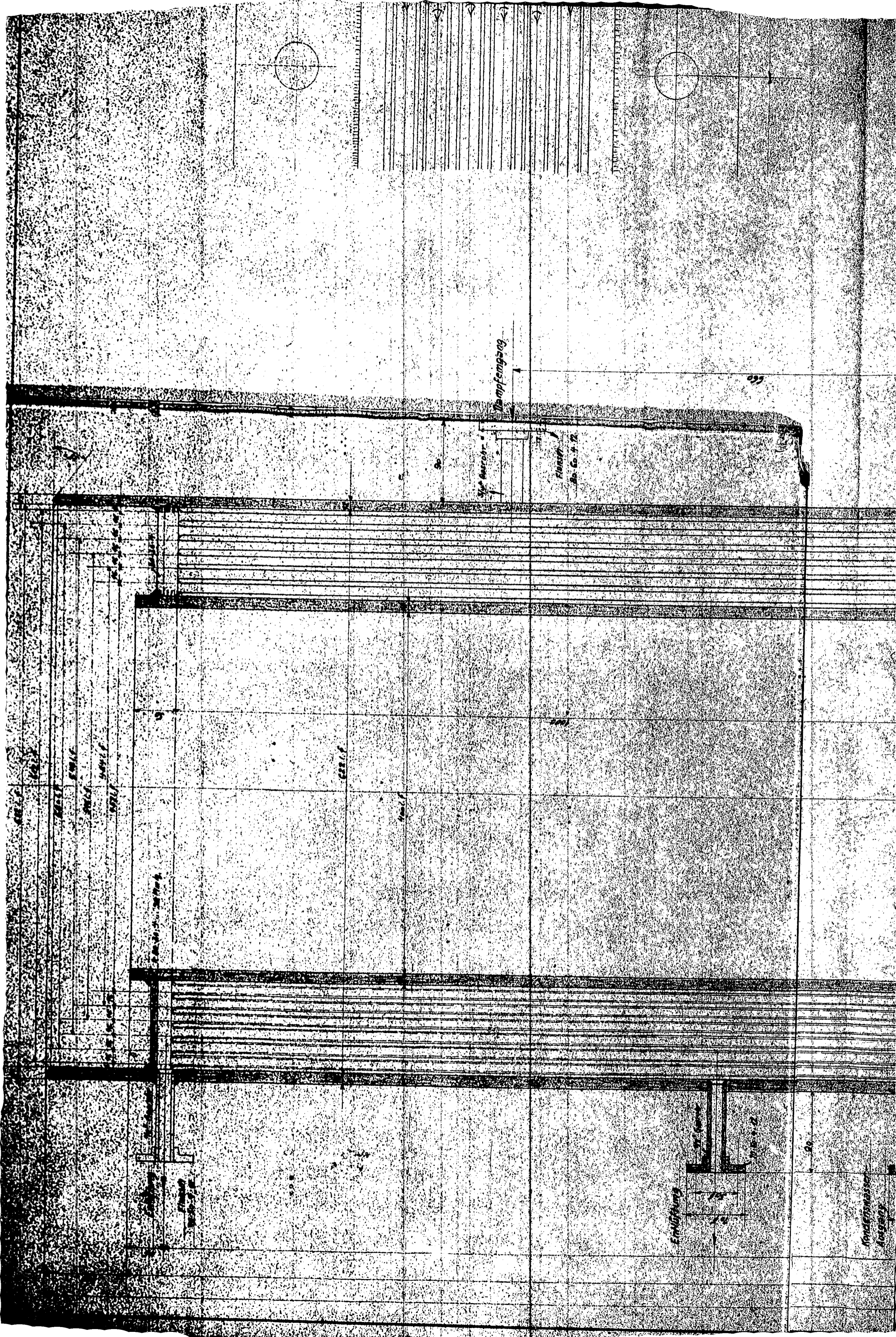
Temp °C

50  
40  
30  
20  
10  
0

Temp °C

50  
40  
30  
20  
10  
0





Empfangsraum

Wand

Fluss

Abt. G. 17

Wand

Wand

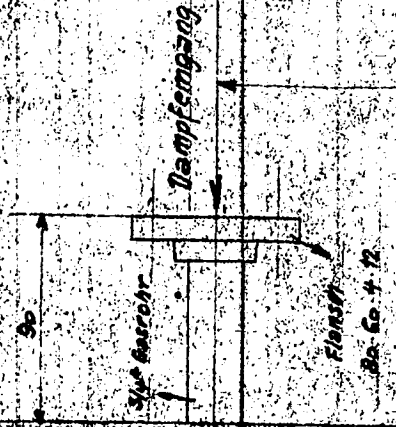
Wand

Empfangsraum

Wand

Wand





Dr. G. + Z.  
Dr. G. + Z.  
Dr. G. + Z.  
Dr. G. + Z.

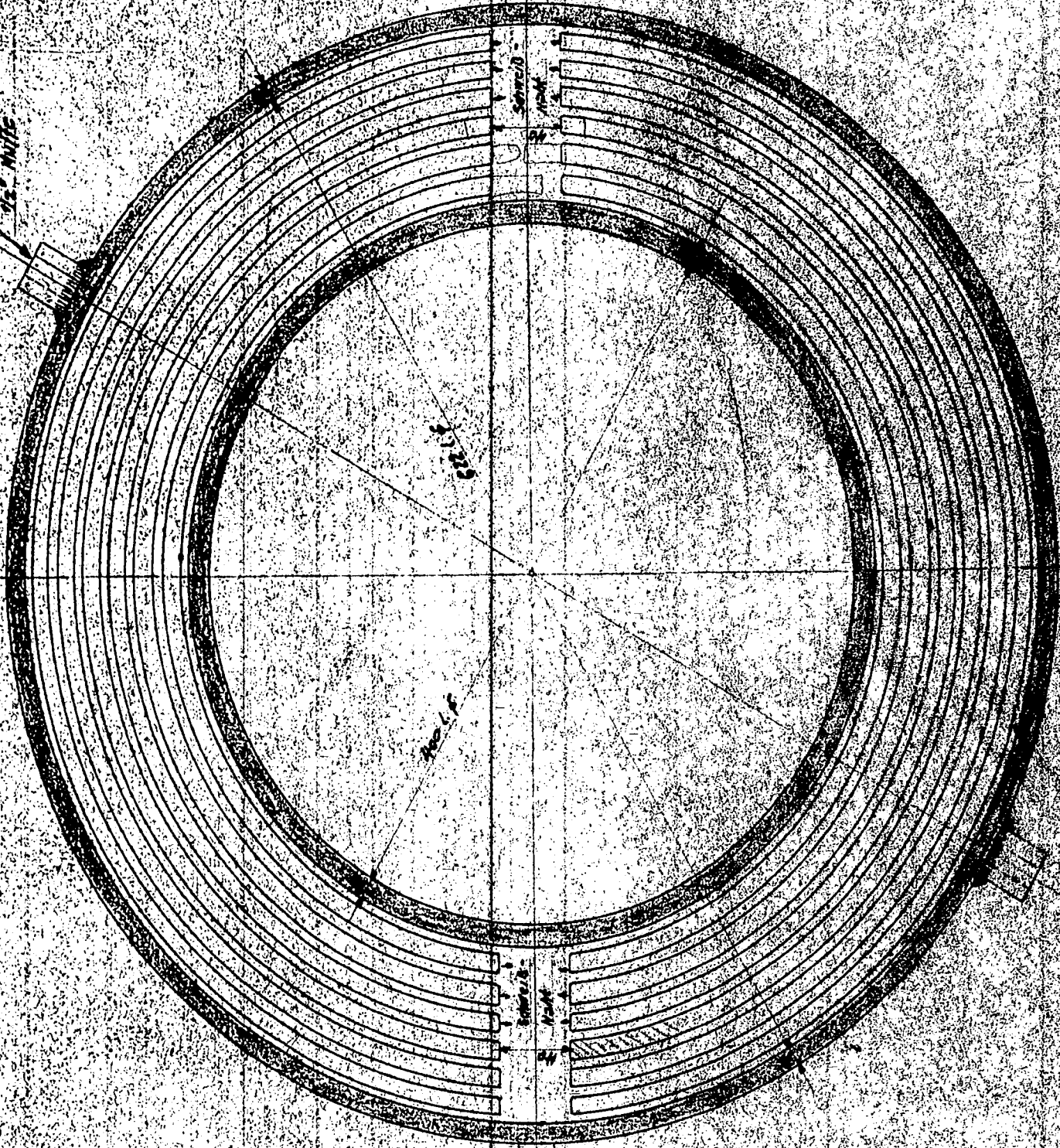
Dr. G. + Z.

Dr. G. + Z.

Dr. G. + Z.

Dr. G. + Z.





Zwei Pralinen  
1/2 P. Nüsse

Sonne

Mutter

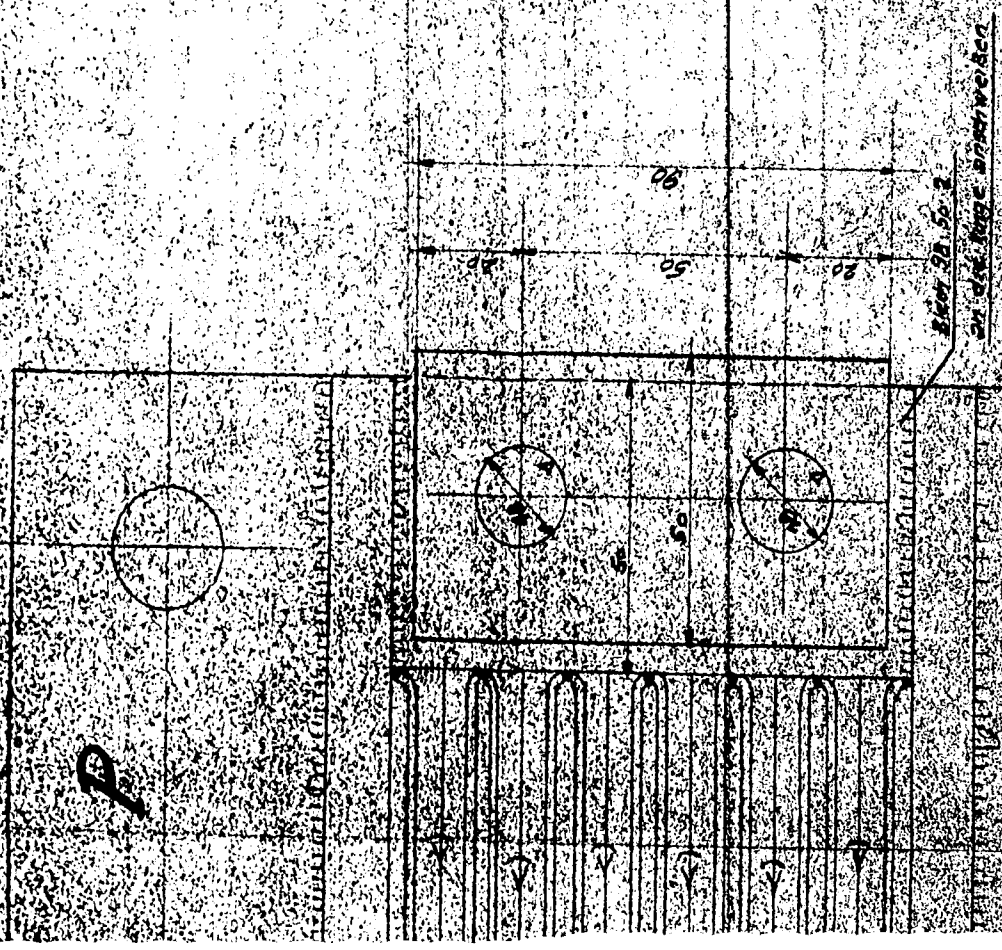
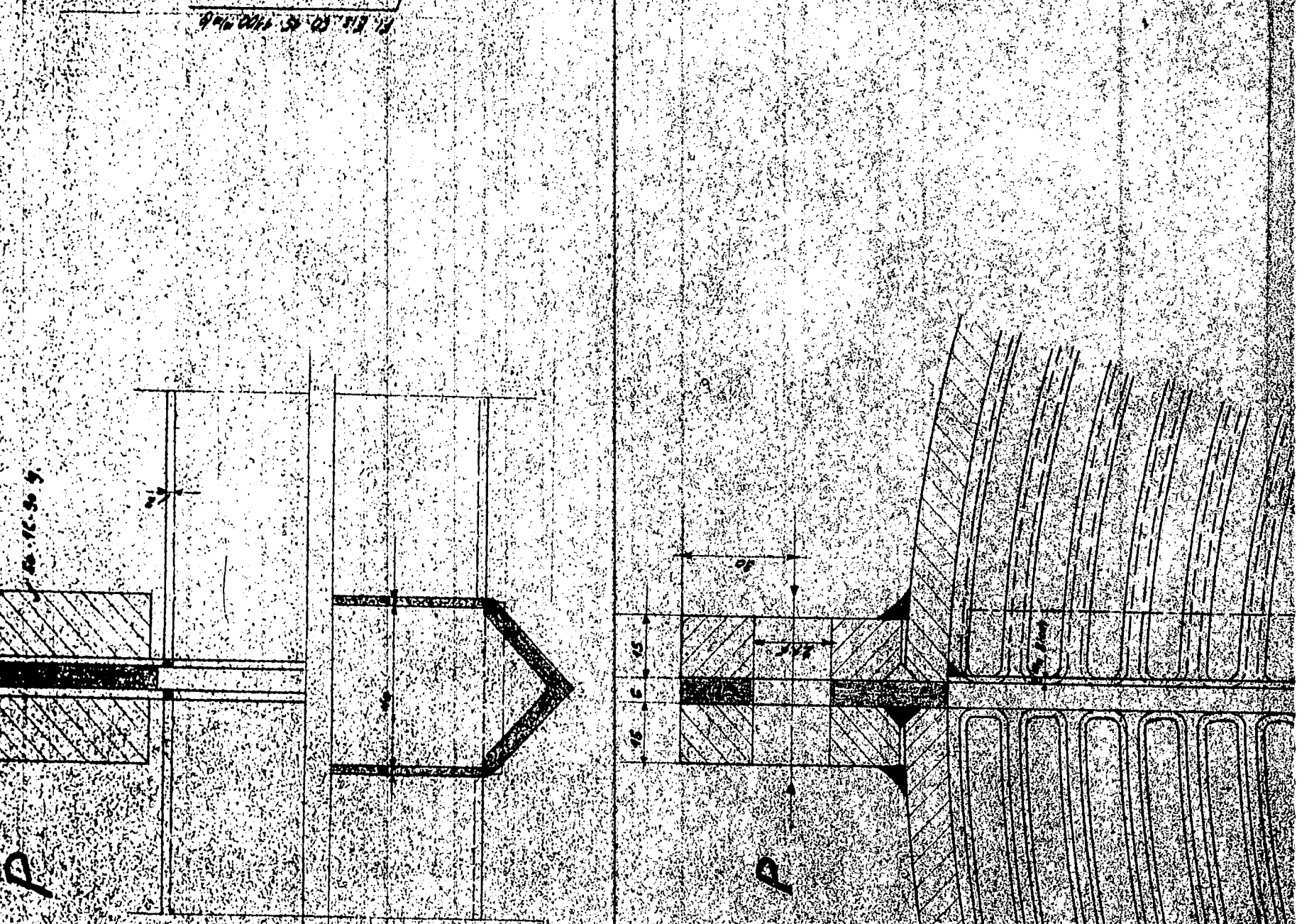
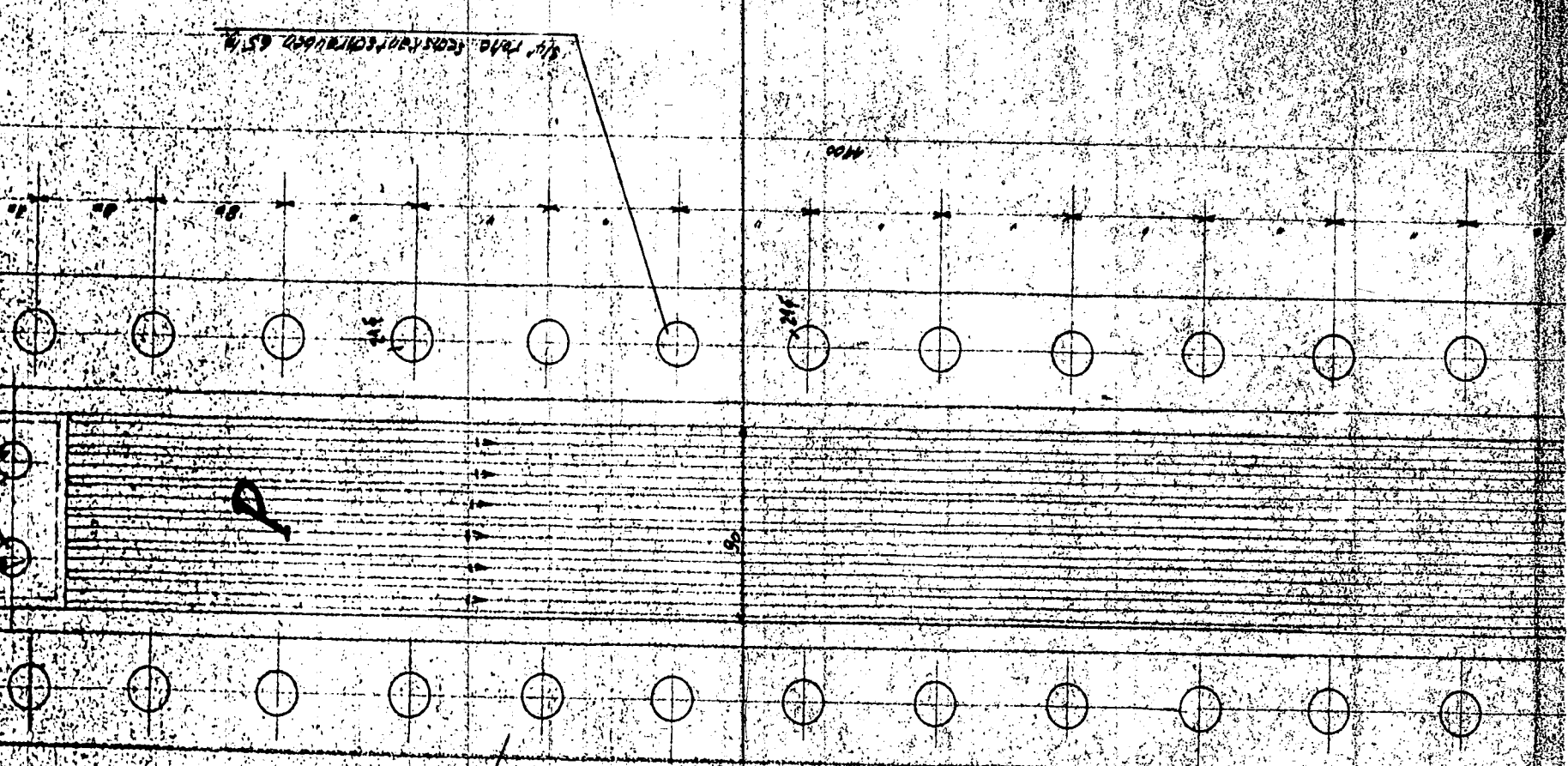
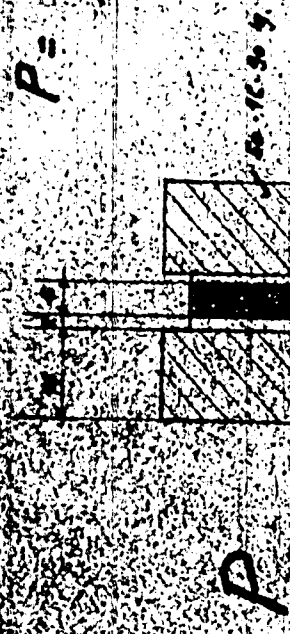
Mutter

Sonne

Mutter



P = Heizkammer zum  
1. Probedruck hergestellt.  
Dreh. 20.50



Einzel 20.50.2  
an die Lage anzuwenden



