

3441 - 30/5 07 - 26

000603

FORTNIGHTLY PROGRESS

REPORTS OF THE PLANT

1-9-37 to 1941

000004

1

Aktennotiz

über die Besprechung mit

Verfasser: Dr. Schuff

Durchdruck an: Anwesende
Herrn Dr. Hagemann

in Holten, am 27.4. 19 40

Anwesend:

Martin,
Alberts,
Dahm,
Feist,
Gehrke,
Krüger,
Neweling,
Schaack,
Schuff.

Zeichen:

Datum:

Schu/Mi.

22.5.40

Betrifft:

Synthese- und Kontaktfragen.

Es wurden folgende Punkte besprochen:

1.) Ausbeute der Synthese (Monatsmittelwerte). Es soll überlegt und dazu Unterlagen beschafft werden, wie man in Zukunft bei allen Lizenznehmern aus den analytischen Daten vergleichbare Ausbeuteziffern bzgl. der reinen Syntheseanlage erhalten kann, abgetrennt von dem durch die nachgeschalteten apparativen Einrichtungen wie Kondensation, ~~AK~~-Anlage, Stabilisation, Destillation und sonstiger Nachverarbeitungsanlagen bedingten Wirkungsgrad der Gesamtanlage. Zweckmässig wären dann 2 Ausbeutezahlen in die Monatsmittelwerte aufzunehmen. Die zur Zeit angegebene Idealgasausbeute gibt jedenfalls keine einwandfreien Vergleichsmöglichkeiten, weder über das Arbeiten der Synthese im engeren Sinne noch über das wirtschaftlich allein interessierende Verhältnis von Brennstoffeinsatz in die Vergasungsanlage zu Ausbringen an verkaufsfähigen Fertigprodukten. Feist und Schuff erhalten den Auftrag, die Angelegenheit bei den

- 2 -

Lizenznehmern vorzuklären.

RB war durch die Tatsache, daß eine getrennte Messung der Produkte von Normal- und Mitteldruck-Anlage nicht möglich ist, seit Inbetriebnahme der Mitteldruck-Anlage gezwungen, die gemessene Gesamtproduktion rechnerisch aufzuteilen, sodaß schon gewisse Unterlagen für das erwähnte Problem vorliegen. Feißt legt eine Zusammenstellung aus den Monatsmittelwerten vor, aus der hervorgeht, daß bei einzelnen Lizenznehmern überraschend große Differenzen vorhanden sind zwischen der aus analytischen Daten errechneten und der tatsächlich gemessenen Idealausbeute.^{x)} Bei der rechnerischen Auswertung unserer Zahlen ergeben sich u.A. Schwierigkeiten dadurch, daß das aus der Zwischenregenerierung der Kontakte anstretende Gas dem Sygas II zugesetzt wird und infolge seines N₂-Gehaltes die zur Kontraktionsermittlung benutzte N₂-Bestimmung im Endgas fälscht. Weiterhin werden Trockengase und Entspannungsgase der Mitteldruckanlage zur Normaldruckanlage geleitet. Es sind bereits Maßnahmen getroffen, um solche Störungsfaktoren auszuschalten.

Seit einiger Zeit wurde auch die Frage der Schaffung getrennter Messmöglichkeiten für die Produkte beider Anlagen wieder erörtert. Der Betrieb wird in Kürze eine Zusammenstellung geben, welche Einrichtungen und Mittel hierzu erforderlich sind bzw. benutzt werden können.

2.) Kontaktqualität. Von Essener-Steinkohlen und Rheinpreussen liegen Reklamationen vor. Gehrke und Schuff erhalten den Auftrag, die Angelegenheit bei den beiden Lizenznehmern zu klären. Ein Zusammenhang mit der Kieselgurqualität wird vermutet, da noch in jedem Jahr im Frühjahr Kontakte beanstandet wurden. Es steht das wahrscheinlich im Zusammenhang damit, daß die Kieselgur-Industrie über Winter aus Vorräten arbeitet und erst im Frühjahr aus den über Winter unter Wasser gestandenen Gruben ihre Förderung wieder aufnimmt. Hierbei sind Einschlammungen z.B. von Sand oder irgendwelche Sedimentierungen evtl. nachteilig auf die Qualität der ersten Neuförderung.

Die Prüfung der im Betrieb hergestellten Kontakte hat nach Ansicht von Roelen im Laufe des letzten halben Jahres derart gleichmässige Resultate ergeben, daß von ihm der Vorschlag gemacht wird, statt wie bisher die einzelnen Kübelproben nur

x) als Anlage beigelegt.

Tagesdurchschnittsproben der Produktion an reduziertem Kontakt zu untersuchen.

Wie weit Schädigungen des Kontaktes auf dem Wege von den Reduktionströgen bis zur Einfüllung in die Öfen eintreten, bleibt besonderen Untersuchungen vorbehalten. In der Katorfabrik hat sich ergeben, daß Reduktionswert und Aktivität praktisch noch dieselben Werte wie bei den Trögen aufweisen, wenn der gekühlte und getränkte Kontakt in die Kleinkübel abgefüllt wird.

Anschliessend wird das Reduktionsproblem näher besprochen. Es wird angestrebt, zur Erzielung der geforderten Reduktionswerte mit möglichst niederen Temperaturen auszukommen, da sich immer wieder gezeigt hat, daß so aktivere Kontakte erhalten werden. Die den Lizenznehmern mitgeteilte Reduktionstemperatur ist nicht die tatsächlich im Trog, sondern in der Gasverteilungsleitung über den Trögen gemessene Temperatur. Die tatsächliche Trogtemperatur liegt infolge der Abstrahlungsverluste in den Verbindungsleitungen zu den Trögen und in den Trögen selber wesentlich niedriger (30 - 40°). Registrierend gemessen wird im Betrieb die Temperatur unmittelbar ober- und unterhalb der Kontaktschicht. Unter den heutigen Bedingungen liegt die unterhalb der Kontaktschicht gemessene Temperatur niedriger und gleicht sich gegen Ende der Reduktionszeit der oberhalb gemessenen auf etwa 15-20° an.

~~Infolge des verzögernden Einflusses des CO₂-Gehaltes~~ im Reduktionsgas auf die Reduktionsgeschwindigkeit mußte früher zur Erzielung des gewünschten Reduktionswertes in der durch die Produktion vorgeschriebenen Zeit mit höheren Temperaturen in der Gasverteilungsleitung gefahren werden. Als weiterer Effekt kam die im Kontakt während der Reduktion stattfindende Methanisierung hinzu, welche bei einem CO₂-Gehalt von 3-4 g/m³ Umlaufgas eine derartige Temperaturerhöhung bewirkte, daß die unterhalb der Kontaktschicht gemessene Temperatur gegen Ende der Reduktion immer um 15-20° höher lag als die oberhalb gemessene. Beim Vergleich der Reduktions-

bedingungen der früher ohne und heute mit vollkommener Methanisierung hergestellten Kontakte kann man also feststellen, daß nicht nur die Temperatur in der Gasverteilungsleitung heute niedriger liegt, sondern daß auch früher ein Anstieg, heute dagegen ein Abfall der Temperatur in der Kontaktschicht stattfindet. Die tatsächliche mittlere Reduktionstemperatur liegt also heute wesentlich niedriger als früher. Zu erwarten ist noch, daß infolge der gleichmässigen und einwandfreien Arbeitsweise der Trocknungsanlage für das Umlaufgas die Wassergehalte gegen früher wesentlich konstanter geworden sind und so niedrig liegen, daß eine Schädigung des Kontaktes nicht mehr in Frage kommt.

Infolge verschiedenen Widerstandes in den Trögen können als Folge von Schwankungen in der Gasbeaufschlagung auch Temperaturschwankungen auftreten. Da die Reduktion nach einem Zeitprogramm gefahren wird, weisen die für eine Kübelfüllung benötigten Tröge in der Endtemperatur Differenzen von max. 10° auf. Diese Schwankungen könnten herausgebracht werden, wenn die Beendigung des Reduktionsprozesses nicht mehr durch die Zeit sondern durch die Temperatur bestimmt würde. Es wird vereinbart, daß nach Schaffung entsprechend geeigneter Messeinrichtungen versuchsweise Kontakte nach dieser Fahrweise hergestellt werden sollen. Es ist anzunehmen, daß dadurch die Kontakte auch in ihrem Reduktionswert und möglicherweise in ihrer Aktivität gleichmässiger werden.

Eine eingehende Prüfung des gesamten Arbeitsvorganges in der Reduktion hat ergeben, daß in den für die Aufnahme des reduzierten Kontaktes aus den Trögen dienenden Großkübeln ganz erhebliche Druckschwankungen auftreten, die sich aus der Temperatursteigerung im Kübel beim Abfüllen der heißen Masse und der anschliessenden Abkühlung bis zum Abfüllen des nächsten Troges ergeben. Teilweise trat dabei sogar Unterdruck auf. Bei nicht einwandfrei abgedichteten Kübeln besteht so die Gefahr einer Lufteinsaugung und einer Anoxydierung des Kontaktes. Diesem Übelstand könnte sehr einfach dadurch begegnet werden, daß die bisher im Großkübel durchgeführte Abkühlung und CO₂-Tränkung im Reduktionstrog selbst durchgeführt wird anschliessend an die Reduktion.

Es ergäbe sich dabei der weitere Vorteil, daß die Abfüllung in diesem Falle auch direkt in die kleinen Transportbehälter erfolgen könnte, wodurch sich wiederum eine nicht unwesentliche Herabsetzung der bei der heutigen mehrfachen Umfüllung unvermeidlichen Staubbildung ergeben würde.

3.) Synthesebetrieb RB. Über die Fahrweise in der Normaldruck-Anlage mit verteilter Aufarbeitung in den beiden Stufen und die Beurteilung der Kontakte soll bei nächster Gelegenheit gesprochen werden.

In der Mitteldruck-Anlage sind die seit 1.3. angefahrenen Blöcke 17/21 u. 27 in Stufe II und 29 u. 36 in Stufe I als gut zu bezeichnen. Die Gesamtsituation ist aber noch ungünstig, wozu folgendes ausgeführt werden soll. Mehrere Öfen (Bl.14/15/16), die in Stufe I angefahren waren, versagten nach einem Stillstand bzw. nach Umschaltung in der Anlage nach Laufzeiten von 7, 9 u. 25 Tagen. Dabei scheint als Ursache Speisewassermangel infolge Versagens der Regler festzustehen. Weiterhin häuft sich die Zahl der Öfen, bei denen Wasserschäden als Ursache des Versagens erkannt sind. Bei einem der ersten Fälle wurden sofort Laborversuche unternommen, die zeigten, daß ein Kontakt nach Imprägnierung mit eingedicktem Speisewasser, wie es bei der Abschlammung aus dem Öfen kommt, in kürzester Zeit seine Aktivität restlos einbüßt. Gleichzeitig bieten solche mit Soda verkrusteten Kontakte ausserordentliche Schwierigkeiten bei der Entleerung. Schliesslich hat die Schwierigkeit der Beschaffung von geeigneten Arbeitskräften zu größeren Verzögerungen in den letzten Monaten geführt.

Bezüglich der Ursache der Wasserschäden vermutet man, daß das heisse salzreiche alkalische Wasser allmählich Schlackeneinschlüsse aus den Schweißstellen herauslöst. Die Versorgung der Mitteldruck-Anlage mit Verdampferkondensat oder entsalztem Wasser (Kunsthärzaustauscher) ist daher eine dringende Angelegenheit, zu der bereits Schritte eingeleitet sind. Bei der Normaldruck-Synthese besteht keine Gefahr bei der Verwendung von Permutitspeisewasser, da die Rohre eingewalzt sind und Schweißstellen nur ausserhalb der Kontaktkammer liegen.

König

000000

Aktennotiz

über die Besprechung mit

Verfasser: Dr. Schuff

Durchdruck an: Anwesende
Herrn Dr. Hagemann
" Meier.

in Holten, am 5.1. 1940

Anwesend: Herr Prof. Martin
" Dir. Alberts
" Dr. Dahm
" Dr. Feißt
" Neweling
" Dr. Schuff.

Zeichen:
Schu/Mi

Datum:
15. Jan. 40

Betrifft: Synthesebesprechung am 5. Jan. 1940.

Es werden folgende Punkte erörtert:

1.) Frage der H₂-Beschaffung. Ursprünglich waren 1000 m³/h durch RCH zugesagt. Es wurden aber selten mehr als 400 m³/h meist weniger geliefert. Alle anderen Werke haben eigene H₂-Erzeugungsanlagen und verfügen über größere Mengen, die mit Vorteil für die Regenerierung der Kontakte voll ausgenutzt werden. Ob die Extraktion als Regenerierungsmittel die Hydrierung vollwertig ersetzen kann, wie es nach den Ergebnissen von Rheinpreussen aussieht, muß nach unseren Versuchen mit Extraktion und anschließender H₂-Behandlung zweifelhaft erscheinen, ebenso nach dem Vorgang bei Essener - Steinkohlen.

Alberts erwähnt, daß wir eine H₂-Anlage von Hoesch kaufen können. Martin will die Liefermöglichkeiten nochmals überprüfen lassen. Bei der bisherigen ungenügenden Belieferung wird vorgeschlagen, den vom Forschungslabor benutzten Gasometer (1000 m³) zur Vorratshaltung frei zu machen.

2.) Der Betrieb weist darauf hin, daß unsere Syntheseergebnisse darunter leiden, daß wir 2 verschiedene Syntheseanlagen haben und unsere Normaldruck-Synthese die geringste Ofenzahl von allen anderen Werken hat. Da nur 1 Block in Entleerung und im allgemeinen 1 Block in Regenerierung ist, so sind von 52 Öfen nur 44 in Betrieb entsprechend einer Ausnutzung von 85%. Bei anderen Werken mit 96 und mehr Öfen sind das 90% und mehr. Es soll geprüft werden, wie hoch der Kostenaufwand ist für die Umwandlung der Vierer- in Zweier-Blocks. Es bedarf nur der Beschaffung von 7 weiteren Siemensreglern. Die Oberkessel über je 2 Öfen sind bereits vorhanden. Es soll weiterhin die Umwandlung der Sechser- in Dreier-Blocks in Betracht gezogen werden. Hierzu sind 2 neue Oberkessel erforderlich.

3.) Die Entleerung der DS-Öfen ist im November und Dezember nicht genügend vorwärts gegangen. Ursache sind eine Reihe Öfen, die infolge C-Abscheidungen wieder erhöhte Schwierigkeiten bereiten (Block 35, 13 u. 34). Hierzu fehlten zunächst die erforderlichen Leute, da man nach den guten Erfolgen im September und Oktober die Entleerungskolonnen abgebaut hat. Es ist daher eine Überalterung der Kontakte eingetreten. Um vorzubeugen hat man nach Möglichkeit alle jüngeren Kontakte in Stufe I geschaltet, um hier eine möglichst gute Aufarbeitung zu erzielen. Die alten Kontakte laufen sämtlich bei relativ hohen Temperaturen in Stufe II. Hier hat man zur Aufbesserung das CO/H₂-Verhältnisses Konvertgas zum Sygas II gesetzt. Es kann nicht eindeutig festgestellt werden, ob sich diese Massnahme günstig ausgewirkt hat, da wir ~~die Gasaufarbeitung nur nach analytischen Daten ermitteln können,~~ nicht aber die Produktion erfassen, die von beiden Anlagen zusammenfließt. Wenn die weiteren Entleerungen glatt vorstattengehen, ist zu hoffen, daß bis Ende Januar 10 - 12 Neukontakte eingesetzt werden können.

4.) Bei der Frage der Vergasung wurde nochmals kurz an die in der Aktennotiz Nr. 55 vom 12.12.39 angedeutete gleichmäßigere Verteilung der Gasaufarbeitung auf die beiden Stufen und die hierbei zu erwartende Verbesserung der Verflüssigung eingegangen. Praktische Ergebnisse hat Essener-Steinkohlen aufzuweisen. Diese Fahrweise ist für beide Synthese-Anlagen unbedingt zu empfehlen.

Man kann hierzu folgende rechnerische Ergänzung machen. Um in beiden Anlagen eine monatliche Produktion von 5400 t flüssige Primärprodukte zu erhalten, muß man bei insgesamt 104 Öfen (60 DS/44 NS durchschnittlich in Betrieb) eine mittlere Ofenleistung von 1,7 t/Öfen erreichen. Da es bei geeigneter Verteilung der Aufarbeitung möglich sein muß, eine durchschnittliche Ausbeute von 130 gr/Ig. zu erzielen, so folgt je nach dem Inertgehalt des Synthesegases (18 - 20%) als Ofenbelastung beider Stufen zusammen 665 - 680 m³/h. Somit ist NS mit 29 - 30 000 m³/h und DS mit 40 - 41 000 m³/h belastet. Der Bedarf an Wassergas beträgt dann insgesamt 63 - 65 000 m³/h.

Verteilt man die Aufarbeitung des Gases so, daß in Stufe I 40% und in Stufe II 50% Kontraktion eingestellt werden, so ergeben sich als Belastungen der einzelnen Stufen:

NS	St. I	40% Ko.	24 Öfen	30 000 m ³ /h	= 1250 m ³ /h/Ofen
	" II	50% Ko.	20 "	18 000 "	= 900 "
DS	St. I	40% "	32 Öfen	41 000 m ³ /h	= 1280 m ³ /h/Ofen
	" II	50% "	28 "	24 600 "	= 880 "

Rechnerisch ergibt sich für ein Sygas Stufe I mit 27,5% CO und H₂/CO = 2,00 bei 40% Kontr. für Stufe II ein Gas mit noch 22% CO, das der Kontakt - zumal bei den relativ niedrigen Belastungen - ebenso wie in Stufe I bei verhältnismässig niedrigen, der Verflüssigung günstigen Temperaturen bequem mit der angenommenen Kontraktion aufzuarbeiten vermag. Die Temperaturführung gestaltet sich in diesem Sinne noch günstiger bei einem aktivenreicheren Gas, das bei dieser Fahrweise uns durch H₂-Einnahme der CO₂-Wäsche geschaffen werden kann. Ein weiterer Vorteil dürfte darin zu sehen sein, daß nun weit größere absolut S-freie Gasmengen als früher verarbeitet werden.

Es wurde erneut festgehalten, daß die Vergasung die Summe von C₁-, C₃₊₄-Kohlenwasserstoffen u. zusätzlicher CO₂ darstellt. Da in der Drucksynthese praktisch nur unwesentliche Mengen CO₂ gebildet werden, diese aber in der Normdruck-Synthese um 10% vom umgesetzten CO ausmachen - die wenig wahrscheinliche Annahme der an Fe-Kontakten verlaufenden Kohlenwasserstoffbildung unter gleichzeitiger CO₂-Bildung ausgenommen - und weiterhin die Bildung von C₃₊₄-Kohlenwasserstoffen wesentlich geringer ist als in NS, so ist selbst bei gleicher CH₄-Bildung eine um mindestens 12% höhere Verflüssigung zu erwarten d.h. 135 gr/Ig. in DS gegen 120 gr/Ig. in NS. Rechnet man mit der aus der DVA aufgrund niedrigerer Synthesegastemperatur geringeren CH₄-Bildung, dann kann die Verflüssigung bis zu 20% höher liegen als

bei der Normaldruck-Synthese d.h. die spez. Ausbeute ca. 145 gr/
lg. erreichen.

5.) Es werden kurz Fragen der Feinreinigung, insbesondere der Wirkungsweise des Nachreinigers bei Victor und Rheinpreussen besprochen. Der Betrieb regt nach den Erfahrungen der letzten Monate erneut die Erstellung einer Nachreinigung an. Sie bietet absoluten Schutz gegen alle durch Unregelmässigkeiten verschiedener Art auftretenden S-Durchbrüche und gestattet gleichzeitig eine höhere Aufladung der Masse in den Hauptreinigern. Feist und Schuff wurden beauftragt, die Verhältnisse bei den Lizenznehmern näher zu prüfen.

Schuff

032

000613

Holten, den 5.12.1941
BG, D/Bng.

Übersicht über die augenblickliche Situation der Normaldruck- und Mitteldruck-Anlage.

Mitteldruck-Anlage

72 Ofen

Normaldruck-Anlage

52 Ofen

1. Stufe	2. Stufe	3. Stufe	Entleerung	Ausser Betrieb durch Schäden	Reserve	Defekt	1. Stufe	2. Stufe	Res. f. Extr.	Entleerung	Reserve neu	Defekt
14-4	13-3	16-2	20-4	133	28-4	213	11/12	31/32-2	21/22-2	43/44-2	33/34	
21-3	15-4	31-4	30-4	353	32-4	161	13/14-2	74/76-3	121/122-2	91/92-2		
23-1	17-4		22-3	in vorigen Bericht schon abgeführt	Geführt	162	23/24-2	93/94-2		61/63-3		verl. Vorlifen
27-4	36-4				anfahr- bereit	Vorlifen Bericht	41/42-2	111/112-2		123/24-2		ferlicht
29-4							51/52-2			alte Ofen		
33-4							53/54-2			61/62-2		
34-4							64/66-3			101/02-2		
35-5							83/84-2			neu Gef.		
							103/04-2			71/73		
							113/114-2			entl. nicht gefüllt.		
Belastung	27	15	6	2	8	3	21	9	4	16		2
Belastung	35000	24000	17000				19000	8500				
Belastung	1300	1600	2800				900	950				

Gesamt-Ofenzahl in Betrieb 48 = 66,6% der Ges. Ofen
 Belastung 45 000 M³
 % Belastung/Ofen 940 M³

Gesamt-Ofenzahl in Betrieb 30 = 57,8% der Ges. Ofen
 Belastung 19000 M³
 % Belastung/Ofen 633

Zur Synthesebesprechung am 15.12. 1939.

1.) Laborergebnisse bei der Prüfung von Kontakten unter Normal- und Mitteldruck.

Vergleich von CO₂- und Ölgetränktem Kontakt Ofen 201/910 unter Normaldruck. Beide sehr gut, keine Unterschiede.

Der Ölgetränkte Kontakt wurde auch beim Mitteldruck geprüft. Das Anfahren geschah bei niedrigeren Temperaturen. Die Synthesetemperatur konnte ebenfalls niedrig gehalten werden.

In einem Laborofen mit 4 Druckhören wurden verschiedene Kontakte untersucht: CO₂-getränkter Kontakt Ofen 303/719, Ölgetränkter Kontakt Ofen 202/907, im Labor reduziertes Röstgur-Eirichkorn von 1-2 und 3-4 mm. Von letzteren verhält sich das 1-2 mm Korn günstiger. Ursache dürfte der höhere Reduktionswert sein, der unter gleichen Reduktionsbedingungen gegenüber dem 3-4 mm Korn erreicht wurden (56% gegen 26%). Bei den verhältnismäßig niedrigen Temperaturen bleiben aber die beiden anderen Kontakte in der Kontraktion zurück. In Übereinstimmung mit einem vorherigen Versuch, wo der Ölgetränkte Kontakt allein höhere Temperatur erforderte.

~~Von der Katorfabrik war 1 von uns als gut, 1 als schlecht~~ bezeichneter Kontakt an das Forschungslabor zur Prüfung unter Druck gegeben worden. Hier zeigen sich dieselben Unterschiede, während beide Kontakte unter Normaldruck in Ordnung waren.

Bezüglich der von der Katorfabrik gelieferten Qualität muß auf die Mitteilung der Lizenznehmer auf der letzten Austausch-sitzung hingewiesen werden, wonach die Aktivität stark schwankend ist, was sich besonders beim Betrieb von Viererblocks störend auswirkt. Insbesondere betrifft das die für das Anfahren wichtige Anfangsaktivität.

2.) Für die z.Zt in Betrieb befindlichen Öfen kann bzgl. der Leistung folgende Aufteilung gemacht werden:

Gut (Röstgur)	4)	= 53,4 %
Normal	27)	
Beanstandet	6	10,4 %
Überaltert	12	20,7 %
Gereinigte Gut	8	13,8 %
Wasserschädigung	1	1,7 %
	58	100,0 %

000615

3.) Die Röstgurkontakte in Block 33 (Kenn-Nr.1446/1470/1457/1458) laufen jetzt (12.12.39) 53 Tage, davon Anfangs 35 Tage in Stufe II. Die Temperatur liegt mit $181,5^{\circ}$ auffallend niedrig. Ein Vergleich mit anderen Kontakten nach derselben Laufzeit zeigt, daß selbst die auf gereinigter Gur gefüllten höhere Temperatur erforderten.

Gegenüber den Erfahrungen mit den normalen Kontaktlieferungen zeigen diese Kontakte bis jetzt ein so günstiges Verhalten, daß man entgegen der Verabredung bei der letzten Katorbesprechung am 22.11. die nun für Ende Dezember zugesagten 8 weiteren Kontakte ausschließlich in unserer Mitteldruck-Anlage einsetzen sollte.

Mittlerweile hat die Katorfabrik versuchsweise Eirichkorn auf Röstgur hergestellt (siehe I boreergebnisse). In Arbeit ist weiterhin ein Normalkorn auf Röstgur, das durch Trommeln abgerundet wurde und gute Abriebfestigkeiten zeigen soll. Nach Rücksprache mit Dr.Gehrke wird auch ein Eirichkorn mit dem Co/Gurverhältnis 1:3 hergestellt, was die Herabsetzung der Co-Dichte ermöglicht, was auf der letzten Katorbesprechung erneut angeregt wurde.

4.) Nach längeren Laufzeiten dürfte auch die Beurteilung ~~jetzt~~ auf gereinigter Gur gefüllten Kontakte zu einem gewissen Abschluß gelangt sein. In den bisherigen Besprechungen wurde der ~~Vergleich beider Gurarten in Block 14~~ herangezogen. Entsprechend der für Normale Gur erforderlichen höheren Blocktemperatur konnte nach Ausgleich der Kontraktionen die gereinigte Gur höher belastet werden, ohne daß sie nun höhere Vergasung gezeigt hätte. Bei der letzten Synthesebesprechung am 9.10.39 wurde schon nach dem Verhalten der gereinigten Gur vermutet, daß sich der niedrigere Reduktionswert d.h. die geringere Co-Reserve nachteilig auswirken, die Leistung der Kontakte schneller nachläßt. Nach nun 134 Tagen Laufzeit mußten die Belastungen ziemlich stark gesenkt werden, um die Kontraktion zu halten. Sie liegen heute unterhalb denen für die normale Gur.

Der mit 3 Kontakten auf gereinigter Gur laufende Block 16 zeigte mit Ausnahme von 1 Kontakt nach 160 Tagen Laufzeit, davon 72 Tage in Stufe II, bessere Kontraktionen als Block 14. Es ist anzunehmen, daß dieses im Zusammenhang mit dem geringeren Gasdurchsatz, also der geringeren Synthesebeanspruchung der Kontakte steht:

	<u>Stufe II</u>	<u>Stufe I</u>
Block 14	46 Tage/1,16 x 10 ⁶ m ³	75 Tage/2,00 x 10 ⁶ m ³
Block 16	75 Tage/1,75 x 10 ⁶ m ³	45 Tage/1,08 x 10 ⁶ m ³

Block 22 enthält ebenfalls Kontakte auf gereinigter Gur und hat aufgrund der geringeren Co-Reserve vorzeitig versagt. Er läuft heute 166 Tage und hat 200^o. Er ist mittlerweile zur Entleerung abgesetzt.

Ofen 154 soll von der Betrachtung ausgeschlossen werden, da ein Wasserrohrschaden zur Kontaktschädigung beigetragen haben kann.

5.) Beanstandet waren:

Block 27:	1287/89/91/90	Alter 99 Tage	Temperatur 195 ^o
• 35:	1370/74/71/75	• 44	• 197 ^o
• 29:	1286/1330/28/29	• 90	• 194 ^o
OFF 171:	1288	• 89	• 193 ^o

Die ganz offensichtlich schlechte Qualität der Serie 1286 bis 1291 hat sich von Seiten der Katorfabrik her nicht aufklären lassen. Die Laborprüfung zeigte normale Ergebnisse.

In Block 29 verhielt sich Anfangs Ofen 291/1286 am schlechtesten, erholte sich aber später bei höheren Temperaturen ebenso wie die Kontakte von Block 27, sodaß jetzt Ofen ~~292/1330~~ und 294/1329 schlechter liegen. ~~KONTAKTSCHÄDIGUNG DURCH WASSERSCHADEN.~~

Block 35, dessen Kontakte schon frühzeitig beanstandet wurden, da sie wahrscheinlich im Zusammenhang mit ihrem hohen Staubgehalt sehr schlechte Leistungen zeigten, wurde nach erfolgloser Zwischenextraktion nach 44 Tagen Laufzeit abgesetzt. Die Entleerung begegnet großen Schwierigkeiten infolge C-Abscheidungen.

6.) Zu den überalterten Kontakten zählen Block 34/22/21/16/15/14, darunter die 8 Kontakte auf gereinigter Gur und die 4 Firichkorn-Kontakte in Block 34.

Block 34/306	Tage/193 ^o	Block 16/178	Tage/199 ^o
Block 22/166	• /200 ^o	Block 15/188	• /195 ^o
Block 21/163	• /193 ^o	Block 14/134	• /196 ^o

Handwritten signature

Block 34 enthält 4 Eirichkontakte (Kenn-Nr.600/611/589/602)
Er wurde im Februar d.Je. in Stufe II angefahren, verblieb hierin
258 Tage und hat ohne nachteilige Folgen große Belastungsschwankun-
gen aufgenommen. Die höchste Temperatur betrug 195° . Bei Belastun-
gen um $1400 \text{ m}^3/\text{h}$ ergaben sich Kontraktionen von 41 - 47%. Bei der-
bis in den September hinein schlechten Aufarbeitung des Gases in
Stufe I ergaben sich durch das reiche Gas ähnliche Kontraktionen
auch bei den übrigen Kontakten der Stufe II, allerdings bei nie-
drigeren Belastungen. Mit zunehmender Verarmung des Synthesegases
II gingen die Kontraktionen zurück. Der Block wurde dann versuchs-
weise auf Stufe I umgeschaltet und ergab bisher mit Ausnahme von
1 Ofen Kontraktionen um 55 % und darüber bei etwa $1000 \text{ m}^3/\text{h}$ Belast-
ung. Nach 301 Tagen wurde eine Zwischenextraktion vorgenommen,
die keinen wesentlichen Erfolg hatte. Die Temperatur mußte rasch
wieder auf 195° gesteigert werden, die früheren Kontraktionen
konnten aber nicht ganz erreicht werden. Die Vergasung liegt we-
sentlich höher als bei Normal Korn. Die Entleerung des Blocks ist
vorgesehen.

Block 22 mit vorgereinigter Gur ist abgesetzt und wird ent-
leert. Nach den Erfahrungen mit solchen Kontakten in Block 29 u.
20 ist mit einer glatten Entleerung zu rechnen.

Die Entleerung der üblichen 4 Blöcke muß anschliessend
möglichst rasch erfolgen.

~~7.) Über den Einsatz von Neukontakten und den Altersaufbau~~
ist folgendes zu sagen.

In den Monaten September, Oktober und November wurden 15 ,
12 und 8 Kontakte eingesetzt. Entleert wurden 16, 8 und 8 Kontakte,
davon im September sämtlich Eirichkorn, im Oktober 4 Kontakte auf
gereinigter Gur und im November 4 Th-Kontakte.

Die Neukontakte sind nach dem Anfahren bisher verhältnis-
mäßig lange Zeit in Stufe II verblieben. Auf der letzten Katorbe-
sprechung am 22.11. wurde im Zusammenhang mit der Frage der Kon-
taktbeurteilung vereinbart, diese Kontakte nach Möglichkeit früher
in Stufe I umzuschalten. Das ist geschehen mit folgenden Blöcken:

Umschaltung von Stufe II nach Stufe I.

Block 36	am 10.11.	nach 41 Tagen	Temp. 190,5°/191,0°
" 33	" 24.11.	" 35 "	" 185,0°/181,5°
" 32	" 26.11.	" 49 "	" 190,5°/186,0°
" 31	" 27.11.	" 46 "	" 188,5°/187,0°
" 20	" 28.11.	" 17 "	" 184,0°/187,0°

Umschaltung von Stufe I nach Stufe II.

Block 15	am 25.11.	nach 140 Tagen	Temp. 193,0°/195,0°
" 16	" 25.11.	" 160 "	" 198,0°/199,0°
" 21	" 26.11.	" 147 "	" 193,0°/194,0°
" 22	" 27.11.	" 151 "	" 198,0°/200,0°
" 17	" 28.11.	" 75 "	" 191,0°/193,0°

Die Aufarbeitung des Gases ist damit sehr stark nach Stufe I verschoben worden. Neben der Verjüngung spielt die bei der Umschaltung erforderliche Temperatursenkung für die Verflüssigung sicher eine günstige Rolle. Dagegen dürfte sich die Überalterung und die hohe Temperatur der Kontakte in Stufe II sehr nachteilig auf die Verflüssigung auswirken. Hierzu kommt das schlechte H₂/CO-Verhältnis, das der weiteren Aufarbeitung des Gases Schwierigkeiten bereitet und bei noch genügend wirksamen jüngeren Kontakten sich schon nachteilig dadurch auswirkt, daß die Aufarbeitung durch höhere Temperatur erwirkt werden muß. Die Aufbesserung des Synthesegases II wird sich hierbei als günstig erweisen. Bei überalterten Kontakten und hohen Temperaturen braucht das nicht der Fall zu sein. Man kann sogar daran denken, daß die Vergasung weiter ansteigt.

000619

12. DEZ 1939

Aktennotiz

Über die Besprechung mit

Verfasser: Dr. Schuff

Durchdruck an: Anwesende.

n Holten, am 23.11. 19 39

Anwesend: Herr Prof. Dr. Martin
" Dir. Alberts
" Dir. Dr. Hagemann
" Dr. Dahm
" Dr. Feißt
" Neweling
" Dr. Schuff.

Zeichen: Schu/Mi. Datum: 12.12.39

Betrifft: Synthesebesprechung vom 23.11.1939.

Es wird allgemein die Frage der besseren Gasaufarbeitung und Verflüssigung erörtert. Hierzu sind in der letzten Zeit erneut Überlegungen angestellt und ihre betriebliche Durchführbarkeit besprochen worden.

Bei der Mitteldruck-Synthese hat die Erfahrung gezeigt, daß ein unverhältnismäßig starker H₂-Verbrauch schon in der Stufe I stattfindet und zur Folge hat, daß das H₂/CO-Verhältnis im Synthesegas II nur noch etwa 1,5 beträgt. Die weitere Aufarbeitung eines solchen H₂-armen Gases ist stark behindert und kann nur durch eine der Verflüssigung ungünstige höhere Temperatur erreicht werden. Die Aufbesserung des Synthesegases II mit H₂ ist daher eine vordringliche Aufgabe.

Die Vorbereitungen hierzu sind im Gange. Die praktische Durchführung ist in folgender Weise geplant. Ein Kompressor fördert reines Wassergas, ein zweiter Kompressor ein Gemisch aus dem gesamten für die Mitteldruck-Synthese erforderlichen Konvertgas und etwas Wassergas. Dieses Gemisch kann zusätzlich

über die CO_2 -Wäsche gegeben werden. Davon muß die größere Menge dem Wassergas zugesetzt werden um ein geeignetes Synthesegas I zu erhalten. Der Rest des Gemisches wird dem Synthesegas II zur Aufbesserung zugeführt. Es soll die von der Druckkondensation Stufe I durch das Ofenhaus und über die Oststraße zum Gasmaschinenhaus laufende Leitung zur Ansaugung von Endgas I benutzt, hinter dem Kompressor das komprimierte H_2 -reiche Konvertgas zugemischt und das so erhaltene Synthesegas II dem Ofenhaus über die Weststraße wieder zugeedrückt werden. Sollten sich Schwierigkeiten durch Kondensatbildung aus dem benzinhaltigen Endgas in der Leitung zum Kompressor ergeben, dann kann das zur Aufbesserung erforderliche Gemisch auch allein über die Weststraße zugeführt, muß aber aus Verteilungsgründen (Endgasleitung verteilt sich von der Mitte des Ofenhauses nach beiden Seiten) durch ein vom Westende nach der Mitte des Ofenhauses noch zu verlegende Leitung dem Synthesegas II zugemischt werden.

Es werden weiterhin Massnahmen erörtert, die eine Herabsetzung der Vergasung erwarten lassen. Sie betreffen die Verteilung der Aufarbeitung in den Stufen, das mehrstufige Arbeiten und den Kreislauf. Da günstige Erfahrungen hierüber aus den Normaldruck-Anlagen der Werke Essener-Steinkohlen und Schwarzheide vorliegen, sollen diese und die Betrachtungen hierzu vorweggenommen werden.

Essener-Steinkohlen hat von Anfang an das Prinzip verfolgt, die Aufarbeitung des Gases stärker in die Stufe II zu verlegen als es bisher üblich war bzw. sie gleichmäßig auf beide Stufen zu verteilen. Um eine gute Verflüssigung zu erzielen, hat man die Temperaturen der Öfen möglichst niedrig zu halten versucht mußte aber dazu eine gute Aufarbeitung mit einer der Projektierung gegenüber wesentlich niedrigeren Ofenbelastung erkaufen, sodaß die vorgesehene Ofenleistung nicht erreicht wird. Die Aufstellung weiterer Öfen wurde daher sofort ins Auge gefasst. Zu berücksichtigen ist, daß ein verhältnismäßig aktivenreiches Synthesegas zur Verfügung steht, das bei gedrosselter Aufarbeitung in Stufe I ein genügend aktivenreiches Synthesegas für Stufe II liefert, um die gleichen Vorteile zu erreichen, wie sie in den nachfolgenden Betrachtungen über den Kreislauf noch beschrieben werden sollen. Überdies wird der für die Zwischenregenerierung erforderliche H_2 laufend dem

000021

dem Endgas I zugesetzt, um das Synthesegas II aufzubessern.

Nach den Erfahrungen der letzten 3 Monate in Schwarzhöhe I (einstufig) ermöglicht ein geringer Kreislauf (Frischgas: Gesamtgas im Durchschnitt $770:1060 \text{ m}^3/\text{h} = 1:1,38$) eine Senkung des Temperaturniveaus, sodaß die zusätzliche CO_2 -Bildung stark herabgedrückt und eine beträchtliche Verbesserung der Ausbeute an flüssigen Kohlenwasserstoffen auf durchschnittlich $30 \text{ g}/\text{Nm}^3$ Idalgas erreicht wird. Der CO-Umsatz beträgt bez. auf das eingesetzte Frischgas und das nach Abzug der Kreislaufmenge verbleibende Restgas etwa 92 % und die entsprechende Kontraktion etwa 69 %.

Hierzu können nun folgende Überlegungen angestellt werden. Zweifellos bewirken Wärmestauungen eine gegenüber dem die Reaktionswärme abführenden Medium erhöhte Temperatur im Inneren der Kontaktkörner. Hierin dürfte die wesentliche Ursache für die Vergasungsreaktionen-zusätzliche CO_2 - und CH_4 -Bildung-und die Kontaktschädigung-Kohlenstoffabscheidung-zu suchen sein. Jede Maßnahme, die zu einer Verminderung dieses Temperaturgefälles beiträgt, muß zu einer besseren Verflüssigung und längeren Lebensdauer des Kontaktes führen. Hierzu zählt das Arbeiten mit verdünnten CO/H_2 -Gemischen. Infolge der verringerten Reaktionsgeschwindigkeit ist die absolut umgesetzte CO-Menge und damit die Überhitzung in den ersten Kontaktschichten geringer und die Umsetzung verteilt sich auf eine größere Schichtlänge als bei konzentrierten Gemischen. Die Alterung des Kontaktes wird dann langsamer fortschreiten.

Praktisch liegt dieser Fall bei dem üblichen Aufbau der Synthese-Anlagen in der Stufe II vor. Erfahrungsgemäß weiß man, daß zu den Kennzeichen dieser Stufe gehört, daß die Kontakte eine längere Lebensdauer aufweisen, langsamer und stetiger in der Temperatur gesteigert werden brauchen und daß Zwischenbelebungen praktisch keinen Erfolg bringen. Nachteilig wirken sich die übermäßige Verdünnung sowie die Verarmung des Gemisches an H_2 nach der Stufe I hierbei aus, da eine hinreichende Umsetzung höhere, der Verflüssigung ungünstigere Temperaturen erfordert. Dabei spielt der Inertgehalt des Synthesegases I eine wesentliche Rolle. Ist er gering und wählt man eine mäßige Aufarbeitung in Stufe I, dann resultiert für Stufe II ein verhältnismäßig

reiches Gas, das insbesondere nach Aufbesserung des H_2/CO -Verhältnisses mit guter Umsetzung und Verflüssigung verarbeitet werden kann, wie es bei Essener-Steinkohlen der Fall ist. Verlegt man die Aufarbeitung vorzugsweise in Stufe I, so wird wie eben ausgeführt die Verflüssigung in beiden Stufen schlechter liegen. Ist hierbei gleichzeitig der Inertgehalt in Stufe I höher, dann erfordert schon diese höhere Temperatur und die Gesamtverflüssigung verschlechtert sich nochmals.

Von den eben geschilderten Gesichtspunkten ausgehend erscheint das Arbeiten mit mehr als 2 Stufen keineswegs erstrebenswert, da weitere Stufen zur Aufarbeitung immer höhere Temperaturen erfordern. Infrage käme es bei sehr inertarmen Synthesegas, daß in den ersten Stufen nur sehr mäßig aufgearbeitet werden dürfte. Oder bei Verdünnung des Synthesegases I mit einem später kondensierbaren oder auswaschbaren Inertgas wie Wasserdampf oder CO_2 , wodurch auch in Stufe I die günstigsten Verflüssigungsverhältnisse und für weitere Stufen in etwa genügend reiche Gase erzielt werden.

Die bisherigen Ausführungen lassen erkennen, daß der einstufige Betrieb mit verdünntem Synthesegas bei geeigneter Wahl der Bedingungen die günstigsten Verflüssigungsverhältnisse ergeben muß, da so Überhitzungen der Kontakte und damit übermäßige Vergasungen wirksam vermieden werden können. Die erforderliche Verdünnung erreicht man praktisch am zweckmäßigsten durch Rückführung des Restgases d.h. durch den Kreislauf. Sämtliche ~~Öfen erhalten dann das gleiche verdünnte Synthesegas, daß von der Frischgasseite her auf das günstigste H_2/CO -Verhältnis einreguliert werden kann. Es leuchtet auch ohne weiteres ein, daß optimale Verhältnisse nur bei Einschaltung eines verhältnismäßig geringen Kreislaufs erzielt werden, wie es in Schwarzheide der Fall ist. Er setzt den Aktivengehalt soweit herab, daß einerseits die Überhitzung des Kontakts genügend vermieden und andererseits eine genügend hohe Aufarbeitung erreicht wird. Es wird dabei gleichzeitig eine der Verflüssigung günstige niedrige Temperatur angewandt werden können. Jede Steigerung des Kreislaufs über einen erfahrungsmässig festzustellenden günstigsten Wert hinaus macht für dieselbe Umsetzung eine der~~

Verflüssigung ungünstigere höhere Temperatur erforderlich. Für eine weitere Aufarbeitung des Kreislaufrestgases in einer weiteren Stufe ist eine Anreicherung des Aktivengehaltes durch Zwischenschaltung einer CO₂-Wäsche erforderlich.

Vom Kreislauf in der Mitteldruck-Synthese soll zunächst noch abgesehen werden, da ein Rückgang der hartparaffinischen Anteile zu erwarten ist. In diesem Zusammenhang wird der Vorschlag gemacht, eine beschränkte Zahl Öfen mit einem Co-reichen Sonderkontakt zu betreiben, der bei niederen Temperaturen bis zu etwa 70% Anteile über 320° siedend liefert und so einen Ausgleich für den Hartparaffinverlust schafft. Diese Vorschaltstufe liefert voraussichtlich ein Gas, das zweckmäßiger in 2 weiteren Stufen ohne Kreislauf aufgearbeitet wird. Es soll zunächst die Auswirkung der Aufbesserung des Synthesegases II mit H₂ abgewartet werden.

Für die Mitteldruck-Synthese ist dagegen eine Verbesserung der Verflüssigung zu erwarten, wenn man die Aufarbeitung des Gases gleichmäßig über beide Stufen verteilt. Je nach dem Ausmaß der dabei möglichen Temperatursenkung kann gleichzeitig der Anteil an hochsiedenden Kohlenwasserstoffen noch vermehrt werden. Eine weitere Verbesserung könnte darin bestehen, daß Synthesegas I durch Vorschaltung der CO₂-Wäsche für Konvertgas auf höhere Konzentrationen an CO und H₂ zu bringen, das bei verhältnismäßig niedrigen Temperaturen in halbflüssiger Phase verarbeitet und für Stufe II ein genügend reiches Gas liefern würde, das nach Aufbesserung des H₂/CO-Verhältnisses in gleicher Weise mit günstiger Verflüssigung umsetzbar sein müßte.

Der Kreislauf soll zunächst nur in der Normaldruck-Synthese durchgeführt werden. Da ein vorhandenes Gebläse nicht die nötige Druckdifferenz zwischen Restgas und Synthesegas zu überwinden vermag, müssen erst ein geeignetes Gebläse beschafft und die entsprechenden Leitungen verlegt werden.

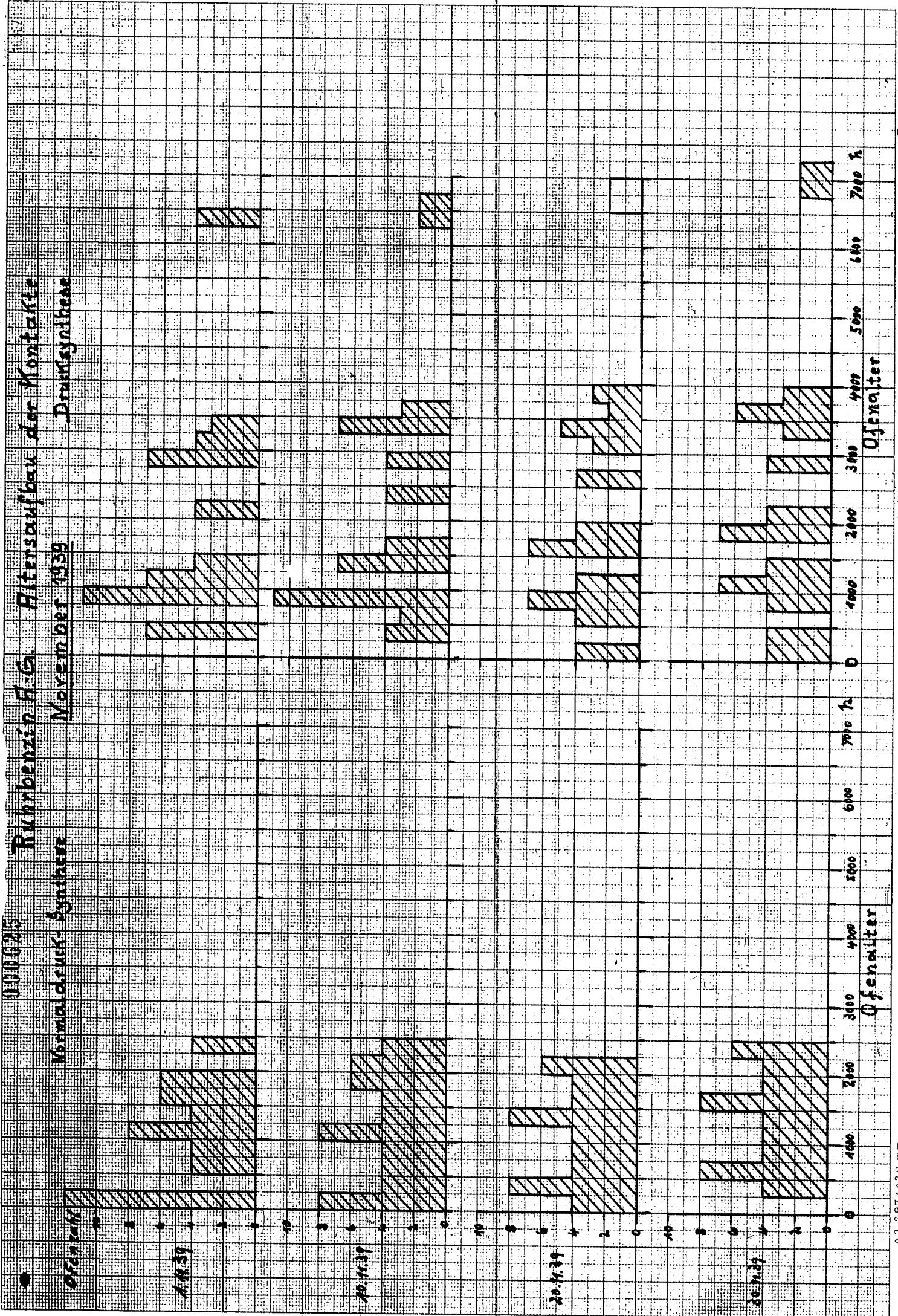
Inzwischen kann anstelle des Restgases der Normaldruck-Synthese das der Mitteldruck-Synthese benutzt werden, da hier jeder beliebige Druck bis zur zulässigen Grenze von 3000 mm für die AK-Anlage eingestellt werden kann. Da das Endgas der Mitteldruck-Synthese z.Zt. über die alte AK-Anlage I entspannt

wird, ist es gleichzeitig möglich, nach Herausnahme des Benzins das Restgas über einen zwischengeschalteten Adsorber durch vorhandene Leitungen vor die Normaldruck-Synthese zu leiten und dem Synthesegas zuzusetzen.

Diese Art Kreislauf wird zunächst in Gang gesetzt. Zu beachten ist dabei, daß infolge des besonders ungünstigen H_2/CO -Verhältnisses von etwa 1,00 im Restgas der Mitteldruck-Synthese das Frischgas höher als 2,00 gefahren werden muß, um das richtige Verhältnis für das Kreislaufgas zu erreichen. Das bedeutet einen Mehraufwand an Konvertgas. Das H_2/CO -Verhältnis im Restgas der Mitteldruck-Synthese wird aber wieder günstiger aussehen, wenn die Aufbesserung des Synthesegases II durchgeführt ist. Andererseits muß abgewartet werden, ob auch bei uns wie in Schwarzheide I bei Einhaltung eines Verhältnisses von 2,00 und wenig darüber ein Kreislauf-Restgas mit einem überhöhten H_2/CO -Verhältnis anfällt, was dann von Bedeutung wird, wenn ein Kreislaufgebläse für die des Restgases der Normaldruck-Synthese selbst vorhanden ist.

Bezüglich der Gasmengen, die in den Kreislauf zurückgeführt werden, sind wir an die aus der Mitteldruck-Synthese zur Verfügung stehende Restgasmenge gebunden, die sich z. Zt. auf etwa $11000 \text{ Nm}^3/\text{h}$ beläuft. Bei Verteilung auf 48 Öfen der Normaldruck-Synthese ergeben sich $230 \text{ Nm}^3/\text{h}/\text{Ofen}$, die der bisher eingesetzten Frischgasmenge von $720 \text{ Nm}^3/\text{h}/\text{Ofen}$ zugeführt werden können. ~~Das entspricht einem Verhältnis von Frischgas zu Gesamtgas von 1,32 gegen 1,38 in Schwarzheide, also sowohl einem geringeren Kreislauf als auch einem geringeren Frischgaseinsatz.~~ Nach den dort durchgeführten Variationen dürfte bei einer der unsrigen ähnlichen Frischgaszusammensetzung bei geeignetem Kreislaufverhältnis ein höherer als der projektierte Frischgaseinsatz möglich sein, sodaß im Verein mit der günstigen Verflüssigung eine starke Steigerung der Ofenleistung möglich wird.

M. H.



BK 15.12.39

A 3 5072 400 mm

Holten, den 11. Dez. 1939
BK.RB.

000626

Betr.: Synthese November 1939.

1.) Gesamtanlage.

Die Ausbeute in der I. Hexade gleicht sich wohl an den Mittelwert des Vormonats an, jedoch ist nicht einzusehen, warum bei gleicher CO-Umsetzung und geringerer CH_4 -Bildung nicht 119 - 120 gr, wie in der II., III. u. V. Hexade erreicht würden. Eine gewisse Unsicherheit lag zu diesem Zeitraum noch in der Paraffinmessung, darauf weist auch der geringe Prozentsatz an Paraffin hin

In der II. Hexade mußte ebenfalls die Tankbilanz zugrunde gelegt werden, da die Paraffinmessung einen Tag lang ausfiel. Bei der III. Hexade wurden die gemessenen Werte eingesetzt, sie stimmen mit der Tankmessung gut überein, die $+25,7 t = +2,7 \%$ ausweist. Die Ausbeute wurde hier mit 120,2 g bei 86,9 % CO-Umsatz in der gleichen Höhe gefunden wie bei Hexade II.

Die gleichen Werte ergeben sich auch bei der V. Hexade. Die IV. Hexade fällt aus dem Rahmen heraus. Leider konnte die Tankmessung wegen Umbau der Messeinrichtungen (schreibende Einrichtung für die Oberdrücke der Tanks) nicht einwandfrei durchgeführt werden. Die Messung ergibt 125 g Ausbeute, es ist jedoch nicht einzusehen, weshalb bei gleicher CO-Umsetzung trotz erhöhter CH_4 -Bildung diese Ausbeute erzielt worden sein sollte. Aus der prozentualen Aufteilung der Produkte ist nicht zu ersehen, daß bei irgend einem einzelnen Produkt grobe Messfehler vorliegen könnten.

2.) Gesamtansbeute.

Die Gesamtzusammenstellung ist aufgrund der vorliegenden Zahlen erfolgt, d.h. also teils aufgrund der gemessenen Produktmengen, teils aufgrund der Tankbilanzen.

Die Tankbilanz über den ganzen Monat ergibt einen Gesamtproduktenwert von 4 538 115 kg gegenüber 4 621 724 kg der vorliegenden Aufstellung. Berücksichtigt man, daß noch 20 000 kg Paraffin aus Witten, die im vergangenen Monat nicht rechtzeitig gemeldet waren, in die November-Verrechnung genommen werden mußten, so beträgt der Gesamtunterschied beider Mengen 4621 724 - 4558 115 = 63 609 kg oder 1,38 %. Die Übereinstimmung ist also

als gut zu bezeichnen, wenn man berücksichtigt, daß die Tankkontrolle über rd. 100 Tanke und Vorlagen sich erstreckt und das gesamte lagernde Produkt mit 5 363 773 kg 118% der Monatsproduktion darstellt.

3.) Normaldruck- und Drucksynthese.

Die Aufteilung der Produkte auf die beiden Anlagen erfolgte wiederum auf der Grundlage, daß die NH_3 -Synthese 400,3 g Produkt/1 Nm^3 umgesetztes CO erzeugen soll.

Damit übertragen sich allerdings die in der NH_3 auftretenden Schwankungen auf die DS und erhöhen dort die Ungleichmäßigkeiten der Ausbeute noch mehr.

Die Aufteilung der Produkte der beiden Anlagen kommt dann weiter so zustande, daß die Verteilung der Benzine auf Grund früherer Erfahrung, als noch eine getrennte Messung möglich war, geschätzt wurde. Die erhaltenen Werte haben zwar einen hohen Grad von Wahrscheinlichkeit, es wird jedoch vorge schlagen die Unterteilung in die einzelnen Produkte, sowie die Trennung in die beiden Anlagen in Zukunft fortfallen zu lassen und lediglich die analytischen Daten festzuhalten.

Die tägliche Kontrolle der gesamt anfallenden Produkte wird z.Zt. wie folgt durchgeführt:

Das Ofenparaffin läuft in die Tanke P 1 u. P 2, welche als Wechseltanke gefahren werden. Wenn auch in den meisten Fällen die Produktenmessung in den Tanken nachgewiesen werden konnte, so kommt doch durch die Extraktion, welche ihre Produkte in die gleichen Tanke gibt, oft eine erhebliche Unsicherheit in die Aufmessung, zumal der vorhandene Tankraum sehr knapp ist.

Das Ölkondensat der Gesamtanlage geht über einen Kolbenmesser in die Tanke 9 + 10, die als Wechseltanke gefahren werden, soweit es die betrieblichen Verhältnisse zulassen. Da die Tanke aber mit 1000 m^3 Inhalt zu groß sind um einwandfrei täglich zu messen, soll versucht werden, die Tanke 6 Tage mit der Hexade zusammen laufen zu lassen. Es bleibt jedoch fraglich, ob der Tankraum dann ausreicht, der Versuch wird jedoch ab 12.XII. begonnen. Eine zweite Möglichkeit der Kontrolle bietet die Ölkammer der Kondensation aus der abgepumpt wird. Die sich ergebenden Differenzen in Höhe von 2 - 3% decken sich annähernd mit der Temperaturdifferenz beider Messungen, sodaß hier eine gute Kontrolle gegeben scheint.

Die einzige Schwierigkeit bleibt nach wie vor die aus

Durchschrift

der Extraktion in die Produktion laufende Produktemenge, deren Berücksichtigung schwierig ist, da der Wiederanfall des hängengebliebenen Produktes nicht immer am gleichen Tage erfolgt wie der Einsatz. Die hieraus entstehenden, oft nicht unerheblichen Schwankungen werden sich nie ganz vermeiden lassen.

Die Schwerbenzin-Messung wurde aufgrund gemeinsamer Überlegungen vom Betrieb u. B.K. umgebaut, sodaß man heute in der Lage ist mit Hilfe eines Kolbenmessers in der Pumpendruckleitung das wasserfreie Benzin einwandfrei zu erfassen, eine Berücksichtigung des Wassergehaltes kommt somit jetzt in Fortfall.

Das Leichtbenzin wird nach wie vor aufgrund der Trommelzähler ermittelt und stimmt gut bei gelegentlichen Kontrollen mit der Vorlagenmessung überein. Das ruckbenzin ergibt sich als rein rechnerische Größe aus der Differenz zwischen Ein- und Ausbringen der Stabilisation.

Die im früheren Bericht aufgrund gemeinsamer Beobachtungen bei der täglichen Durchsprache der Produktionsergebnisse vorgenommenen Änderungen sind durchgeführt und haben sich bewährt.

Almayer

Dr. Alberts
Feist
Neweling
Schuff.

000029

D. - A n l a g e - - - - - N o v e m b e r 1 9 3 9 .

Datum	P r o d u k t e					K o n t r a k t i o n					A u s b e i t z					Bemerkungen			
	Spez. I. No.	Reinigt. No.	Paraffin kg.	Cal. kg.	Leuchtöl kg.	Schwefel. kg.	Druckst. kg.	Gesamt kg.	L. %	CO ₂ %	H ₂ %	g/m ³ CO ₂	CO ₂ -Gas	Umsetzung %	Verfl. %		Verfl. Grad %	Umsetzung nutzlos	Umsetzung zu O ₂
1/2	152000	42000	3050	5050	2220	520	350	11800	67,7	68,2	68,5	86,6	98,0	82,5	44,6	58,1	65,8	16,3	393,0
3/4	152000	58500	3654	7320	2250	460	14154	65,9	68,1	68,0	111,2	112,8	84,2	51,0	60,6	67,0	19,3	394,5	
5/6	157100	50500	4420	7080	2500	370	14980	68,1	68,9	70,1	118,7	118,8	86,6	56,1	65,2	66,0	17,3	414,3	
I.	468000	153000	11124	20150	7630	1570	41004	67,2	68,5	67,4	109,1	110,1	84,2	56,7	60,2	66,6	17,3	381,5	
			21,4	40,9	17,3	3,6	104												
7/8	157000	50210	5430	6070	2130	650	15210	68,1	68,7	67,9	121,0	121,0	86,0	58,3	67,8	65,9	18,5	430,0	
10.	158920	50000	5810	6090	2080	600	15020	68,5	68,3	62,5	117,8	118,2	85,1	55,4	65,0	66,0	18,6	413,0	
11./12.	165810	56000	4920	6080	2250	470	15170	65,9	66,4	61,3	125,3	125,3	83,1	54,2	65,2	63,1	20,1	413,2	
II.	482210	156810	16000	15680	6450	1720	45430	67,5	68,4	64,2	117,7	117,9	84,7	55,9	66,0	65,0	19,0	419,0	
			35,2	42,9	14,2	3,9	104												
13./14.	157000	53000	5370	6270	2680	310	14880	66,8	70,3	61,8	127,2	128,2	84,4	55,2	65,4	64,4	19,8	415,0	
15/16.	164020	55000	5200	6430	2380	500	15070	67,5	68,3	65,5	113,8	114,7	82,6	52,9	64,1	64,7	18,8	406,9	
17./18.	163000	53200	5820	7180	2500	500	16610	67,5	68,4	67,0	125,9	126,4	84,2	59,2	70,3	65,2	17,5	445,5	
III.	497650	161200	18400	19870	6970	1820	46650	67,0	69,0	65,0	119,5	120,3	83,7	55,9	66,8	65,3	18,6	422,6	
			35,2	42,9	15,4	3,9	104												
19./20.	170000	49000	5070	7050	1920	230	14650	64,5	68,5	68,1	130,8	137,7	83,6	64,1	76,8	64,9	21,8	406,0	
21./22.	160100	52000	6830	7700	2140	420	16010	67,6	69,2	69,6	138,7	139,1	84,3	65,1	77,2	65,2	18,3	400,0	
23./24.	168200	52600	8030	2700	1180	600	17200	68,8	70,9	69,4	128,3	128,3	87,6	66,7	59,3	67,8	19,9	439,0	
IV.	465000	153600	17880	28880	7260	1490	50280	67,1	69,9	69,3	134,4	134,7	86,4	63,2	74,0	66,0	19,9	470,0	
			35,2	45,9	14,9	3,4	104												
25./26.	166000	50200	4680	7910	2650	430	16250	68,0	70,2	70,1	120,2	120,7	85,5	56,5	66,1	66,6	17,4	418,1	
27./28.	163000	53900	6110	5900	2760	650	16700	67,1	68,4	69,7	117,8	118,4	84,6	55,3	65,4	65,7	17,2	414,1	
29./30.	157200	49200	6220	2820	3300	650	16150	68,1	69,8	69,7	127,1	127,6	85,8	59,6	69,5	66,9	15,6	440,9	
V.	497000	155200	17400	28200	8070	1870	46860	67,9	69,7	69,8	121,6	122,1	85,2	57,1	66,8	66,4	16,8	424,0	
			35,2	40,8	17,4	3,9	104												
Ges.	2301400	766800	76704	148860	36970	8250	231470	67,4	69,0	67,2	120,4	121,0	84,6	56,5	66,8	66,9	18,3	423,2	
			44,4	15,3	2,9	3,4													

% des Gesamtproduktes, Summe des Benzolanteils in %

% des Gesamtproduktes, Summe des Benzolanteils in %

% des Gesamtproduktes, Summe des Benzolanteils in %

% des Gesamtproduktes, Summe des Benzolanteils in %

dt.	System I M ³	Restgas M ³	P r o d u k t e :					K o n t r a k t i o n :					A u s b e u t e :					C o :				Bemerkungen
			Pareffin kg	DL kg	Leichtbl. kg	Schwerbl. kg	Drubi. kg	Gesamt- kg	H %	CO ₂ %	H ₂ %	g/m ³ CO ₂	g/m ³ CO ₂	Idealgas CO ₂	Umsatz- %	Verfl. %	Verfl.-Grad %	Umsatz- %	Umsatz zu CH ₄ %	g/m ³ ungetrzt Co		
	3.125.000	977.900	30.950	135.200	79.800	16.990	12.450	276.500	68,7	70,5	66,5	109,8	110,3	88,8	51,1	58,7	88,8	14,7	373,0			
	3.101.000	1.055.950	38.054	139.500	80.800	16.130	16.850	289.134	67,5	69,5	65,5	116,5	117,5	89,8	53,9	61,8	89,8	15,7	333,0			
	3.172.000	1.020.500	44.230	139.000	87.760	20.100	13.900	304.990	67,8	70,2	68,7	119,7	119,7	88,2	56,6	64,2	88,3	16,2	407,0			
I.	9.398.000	3.053.350	111.234	413.700	247.680	54.810	43.200	870.624	68,0	70,0	67,0	115,1	115,8	87,4	53,9	61,7	88,9	15,5	391,1			
			12,7	47,5	28,4	6,3	5,4	100,0														
7./10.	3.184.080	1.026.170	54.350	137.200	74.400	23.300	16.700	305.950	67,8	69,7	67,2	119,8	118,3	87,9	57,4	65,3	87,9	17,7	414,5			
9./10.	3.244.880	1.088.000	56.410	138.300	73.160	21.840	24.300	309.010	67,3	70,5	66	118,0	118,3	87,2	55,8	64,0	87,6	18,1	437,0			
11./12.	3.341.580	1.086.000	69.240	160.500	78.550	15.980	25.000	319.270	67,5	67,7	64,9	125,0	125,3	87,4	56,2	64,4	88,3	17,8	406,8			
II.	9.770.540	3.172.170	160.000	424.000	226.110	61.120	63.000	994.230	67,5	69,3	65,7	119,1	119,2	87,6	56,5	64,5	88,0	17,9	409,1			
			17,2	45,4	24,2	6,5	6,7	100,0														
13./14.	3.219.480	1.061.000	53.730	143.900	73.360	13.670	26.420	311.080	67,0	71,2	64,8	125,0	125,7	88,0	56,4	64,2	88,6	18,6	407,0			
15./16.	3.242.040	1.062.000	62.040	138.300	63.200	17.800	19.800	311.160	67,2	69,9	66,7	118,5	119,5	86,6	55,1	63,6	88,9	17,7	409,5			
17./18.	3.226.770	1.072.000	58.290	132.500	67.860	22.090	17.770	318.510	66,8	69,6	66,2	123,0	123,4	86,0	57,3	66,6	86,4	16,9	422,8			
III.	9.688.290	3.195.000	164.050	414.700	244.420	53.560	64.010	940.750	67,0	70,3	65,9	120,2	120,9	86,9	56,0	64,4	88,2	17,8	411,2			
			17,4	44,1	26,0	5,7	6,8	100,0														
19./20.	2.718.330	947.000	50.780	129.800	70.420	9.240	18.790	279.100	65,1	70,0	69,0	128,3	128,8	86,3	60,2	69,8	87,3	19,6	442,4			
21./22.	3.184.320	1.073.870	69.340	142.550	87.840	14.880	12.500	327.110	66,3	68,5	72,0	126,4	126,6	86,9	61,2	70,4	87,4	19,8	445,2			
23./24.	3.187.210	1.021.640	58.260	136.500	96.800	4.140	21.400	316.800	68,0	70,4	67,9	122,5	122,5	89,2	59,2	66,4	89,2	19,5	420,5			
IV.	9.080.960	3.042.510	178.330	408.950	255.000	28.230	52.390	923.010	66,5	70,3	69,6	125,6	125,9	87,4	60,0	68,7	88,0	19,3	435,9			
			19,3	44,3	27,6	3,1	5,7	100,0														
25./26.	3.300.610	1.074.000	46.690	149.800	91.660	15.010	19.600	322.450	67,5	70,3	67,8	119,7	120,2	87,1	56,3	64,6	88,2	16,1	409,0			
27./28.	3.264.590	1.058.490	61.130	128.550	94.800	7.920	23.300	315.600	67,6	69,3	69,4	118,3	119,3	86,7	55,6	64,2	87,6	15,5	407,0			
29./30.	3.156.430	992.040	66.210	115.600	96.600	11.550	22.800	314.760	68,6	70,7	66,0	122,9	123,5	87,2	57,6	66,1	88,2	15,0	420,0			
V.	9.721.820	3.124.530	174.030	391.950	286.950	34.480	65.700	993.110	67,9	70,0	67,4	120,3	120,8	86,9	56,4	64,9	88,0	15,5	412,1			
			18,2	41,2	30,1	3,6	6,9	100,0														
						40,6																
Gesamt:	47.669.610	15.539.560	787.704	2.053.300	1.260.220	234.200	288.300	4.621.724	67,4	69,9	67,1	120,0	120,5	87,2	56,7	65,0	88,2	17,5	411,5			
			17,1	44,4	27,3	5,0	6,2	100,0														
						38,5																

Hochwert durch Jodierung
nicht-gelagert / Lagerung
liegt wahrscheinlich zu hoch.

Gasreaktion 6 bezw. 8 Stunden

ab 25. Umschaltung der 10-Anl.
alte Ofen in Stufe II, junge
Ofen in Stufe I.
Säurefall an Pareffin wird er-
wartet.

wie oben.
% des Gesamtproduktes
Sa. des %-anteils in %

Tankfassung ergibt + 25,7 t

W. Meier

Holten, den 25.1.1940
RB.BG.Meier/Büch.

Benzingewinnung.

900632

Fahrprogramm Nr.12 für die N.D.-Synthese
ab 15.Januar 1940.

Das Programm unterscheidet sich von den vorhergehenden durch das Anfahren in Stufe I bzw. II ohne spätere Umschaltung und vermehrte Regenerierung.

1) Anfahren mit 500 m³/h, die bei 120° aufgegeben werden, in Stufe I. Steigerung 10°/h bis 150°, 5°/h bis 160° und weiter 1°/h, bis die Reaktion einsetzt. Nach Abklingen der starken CH₄ - Bildung in 24 bis 36 Stunden Steigerung auf 750, dann 1000 m³/h und 60% Ko.

2) In Stufe II wird mit 1000 m³/h angefahren und eine Ko. von 30 - 35% in rund 24 Stunden erreicht.

3) Für Stufe II werden möglichst 2er Blocks vorgesehen und zwar Bl. 5, 12, 3 und 8, zusammen 14 Öfen. Durch Umschaltung am 15.1. und kleine Änderung des Entleerungsprogramms wird ein gleichmäßiger Altersaufbau erzielt.

4) 4 Regenerierungen der Stufe I sind vorgesehen nach 30, 50, 70 und 90 Tagen nach Erreichen von 190°, 193°, 196°, 198°. Die Regenerierungen werden, soweit Extraktionsöl verfügbar, mit Extr. und anschließender Hydrierung vorgenommen, sonst nur Hydrierung, besonders bei Reg. 1 und 2.

Stufe II wird ebenfalls regeneriert. Wie oft und welche Temperatursteigerung nötig ist, muß noch im Betrieb ermittelt werden ebenso eine evtl. längere Laufzeit.

5) Bei 4 Regenerierungen in 2570 h = 107 Tagen Laufzeit von 47 Öfen (52 - 4 bzw. 6 in Entleerung) ergeben sich 1.76 Reg. pro Tag. Da ein 4er - Block rd. 2 Tage, ein 2er Block rd. 1 Tag einschließlich Anfahren benötigt, muß ein Block laufend zur Regenerierung abgestellt werden. Damit verbleiben knapp 44 Öfen durchschnittl. in Betrieb.

6) Bei 44 Öfen in Betrieb ergibt sich eine Anlagebelastung von 31000 m³/h Sygas I bei 710 m³/h und Ofen. In Stufe I werden 60% Ko., in Stufe II 30% Ko. angetreibt. Alle Öfen sind gleich belastet mit rd. 1000 m³/h.

Alberts

Schuff

Ddr. He. Dir. Alberts
" " Dr. Schuff
" " " Schaack.
Akten Synthese.

Holten, den 29.1.1940.
RB.BG.Meil./Htg.

Benzingewinnung.

Bemerkungen und Voraussetzungen zum ND.-Fahrprogramm
Nr. 1 2 .

I. Regenerierung. Um die Leistung der Anlage zu erhöhen, soll viermal statt bisher zweimal regeneriert werden. Die Voraussetzungen hierzu sind im Augenblick nicht gegeben und bestanden auch vor Eintritt der kalten Jahreszeit nur teilweise. Obwohl bekannt, sollen diese Voraussetzungen hier nochmals festgehalten werden.

a.) Heizdampf. Zur Hydrierung ist eine Ofentemperatur von 200 bis 210° erforderlich, entsprechend einem Heizdampfdruck von 19 atü. Unter günstigsten Umständen betrug der Heizdampfdruck im Ofenhaus im letzten Jahre 14 - 15 atü, augenblicklich 9 bis 11 atü. Seit Anfang Dezember konnten daher Extraktionen nur mit Mühe, vorübergehendem Abstellen und Wiederanheizen, und Hydrierungen, auch nach Extraktion, garnicht durchgeführt werden. Ebenso fehlte oft der Heizdampf, um Ofen der II. Stufe bei Frostwetter auf Temperatur zu halten. Zur Behebung dieses Mißstandes ist eine direkte Leitung vom La-Mont-Kessel zum Ofenhaus vorgesehen, die beim nächsten Stillstand angeschlossen wird und 17 - 18 atü Dampfdruck im Ofenhaus liefern soll. Ferner soll ein Dampfkompressor aufgestellt werden, der unabhängig von allen anderen Betrieben und vom Kessel 19 - 20 atü-Heizdampf liefert.

b.) Wasserstoff. Die Lieferung von Wasserstoffgemisch von der RCh. ist in den letzten Monaten auf immer grössere Komplikationen gestossen. Meist konnten nur 200 - 300 m³/h, die von der Katorfabrik zurückkommende Menge, schwankend bezogen werden. Nach der letzten Absprache mit Dr. Fischer stehen uns jetzt 500 m³/h Gemisch zur Verfügung, wobei ausser dem Katorwasserstoff Frischgemisch geliefert wird. Die Abnahme wird durch Rücksprache von Meister zu Meister und genaue Zeitangabe möglichst einfach geschaltet. Eine weitere Verbesserung ist aber bei der RCh.-Lieferung nicht möglich.

Zur gleichzeitigen Hydrierung von 4 Öfen ist aber nach wie vor eine Menge von 1000 m³/h Voraussetzung. Diese kann durch Erstellung einer eigenen Wasserstoffanlage ermöglicht werden. Bei anderen Werken ist diese Anlage vorhanden und dauernd in Betrieb.

c.) Abstellung eines Blocks für Regenerierung.

Bei 4 Regenerierungen ergibt es sich, dass immer 1 Block regeneriert wird und für die Produktion ausfällt. Es liegt in der Kleinheit der Anlage begründet, dass dann der Prozentsatz von 4 Öfen in Entleerung und 4 Öfen in Regenerierung gleich 15%, die nicht produzieren, höher wird als in anderen ND.-Anlagen mit rd. 100 Öfen. Schon bei 2 Regenerierungen ist das dauernde Verteilen der Gasmengen, besonders wenn 6-Ofen-Blocks regeneriert werden, sehr schwierig und störend. Um mehr zu regenerieren und damit zugunsten höherer spezifischer Ausbeute und Kontaktlebensdauer, muss also die Belastung der ND.-Anlage von 34000 auf 31000 m³/h Sygas gesenkt werden, bezogen auf 710 m³/h Durchschnitt pro Ofen.

II. Umbau der Anlage auf 2- bzw. 3-Ofenblocks.

In der vorhandenen Anlage mit 10 4-Ofen-Blocks und 2 6-Ofen-Blocks sind im Durchschnitt 52 - 4,5 in Entleerung - 4,5 in Hydrierung = 43 Öfen in Betrieb. Nach Umbau auf 20 2-Ofen-Blocks und 4 3-Ofen-Blocks sind 52 - 2,25 - 2,25 = 47,5 Öfen in Betrieb, also 4,5 Öfen mehr. Das bedeutet bei nur 1,6 tato/Ofen eine Produktionssteigerung der Anlage um rd. 7 tato.

Für diesen Umbau sind zu beschaffen:
9 Dampfregler (Bl. 3, 5 u. 12 sind bereits 2-Ofen, bzw. 1-Ofen-Blocks) und 2 Kesseltrommeln (für Bl. 6 und 7) einschl. Einbau. Die Kosten sind auf Mk. 30 bis 40 000 zu veranschlagen und dürften durch die Mehrerzeugung sehr rasch amortisiert sein.

Der Kostenanschlag für diesen Umbau befindet sich in Vorbereitung.

III. Extraktionsöl.

Der Extraktionsölbedarf im Dezember und Januar betrug 1200 - 1400 m³ im Monat. Dabei wurde nur teilweise zwischen-

regeneriert. Für die Zukunft sind für den Monat zu veranschlagen an Gasöl und Schwerbenzin :

Entleerung ND. :	13 Öfen x 30	=	390 m ³
do. MD. :	12 Öfen x 40	=	480 m ³

			370 m ³
ND.-Öfen zur Hälfte zwischenextrahiert (2mal)	1,76 x 15 x 20	= +	528 m ³
	Mindestbedarf :	=	1398 m ³
ND.-Öfen vollständig zwischenextrahiert. (4mal)		= +	528 m ³

			1926 m ³
MD.-Anlage, Öfen in 2 Monaten einmal zwischenextrahiert: 32 x 20		= +	640 m ³

	Reichstbedarf:	=	2566 m ³
			=====

Dem entspricht eine stündliche Leistung von $3,6 \text{ m}^3/\text{h}$. Bei 4 Regenerierungen müssen mindestens 2 mit Extraktionen gemacht werden, um Erfolg zu versprechen, so dass der augenblickliche Mindestbedarf 1398 m^3 oder $2 \text{ m}^3/\text{h}$ beträgt.

Bei der Lieferung des Extraktionsöles treten immer Stockungen auf. Es fehlt der ausreichend grosse Speicher, der die unvermeidlichen Bedarfsspitzen aufnehmen kann. Eine endgültige Lösung wäre auch hier nur eine besondere Destillationsanlage, die eine Fraktion von $180 - 200^\circ$ mit dem extrahierten Ofenparaffin nur für Extraktionszwecke destilliert. Dieses Extraktionsmittel würde immer wieder zum Ofenhaus zurückkehren. Was im Ofen hängenbleibt, wäre laufend zu ersetzen. Das extrahierte Paraffin könnte direkt zur Paraffin-fabrik gegeben werden.

Abschliessend sei bemerkt, dass die Kupplung unseres Betriebes mit fremden Abteilungen, die uns z.B. Wasserstoff oder Extraktionsöle liefern müssen, sich immer erschwerend auswirkt. Eine eigene Versorgung mit den nötigen Hilfsmitteln ist Voraussetzung für einen einwandfreien Betrieb der Synthese.

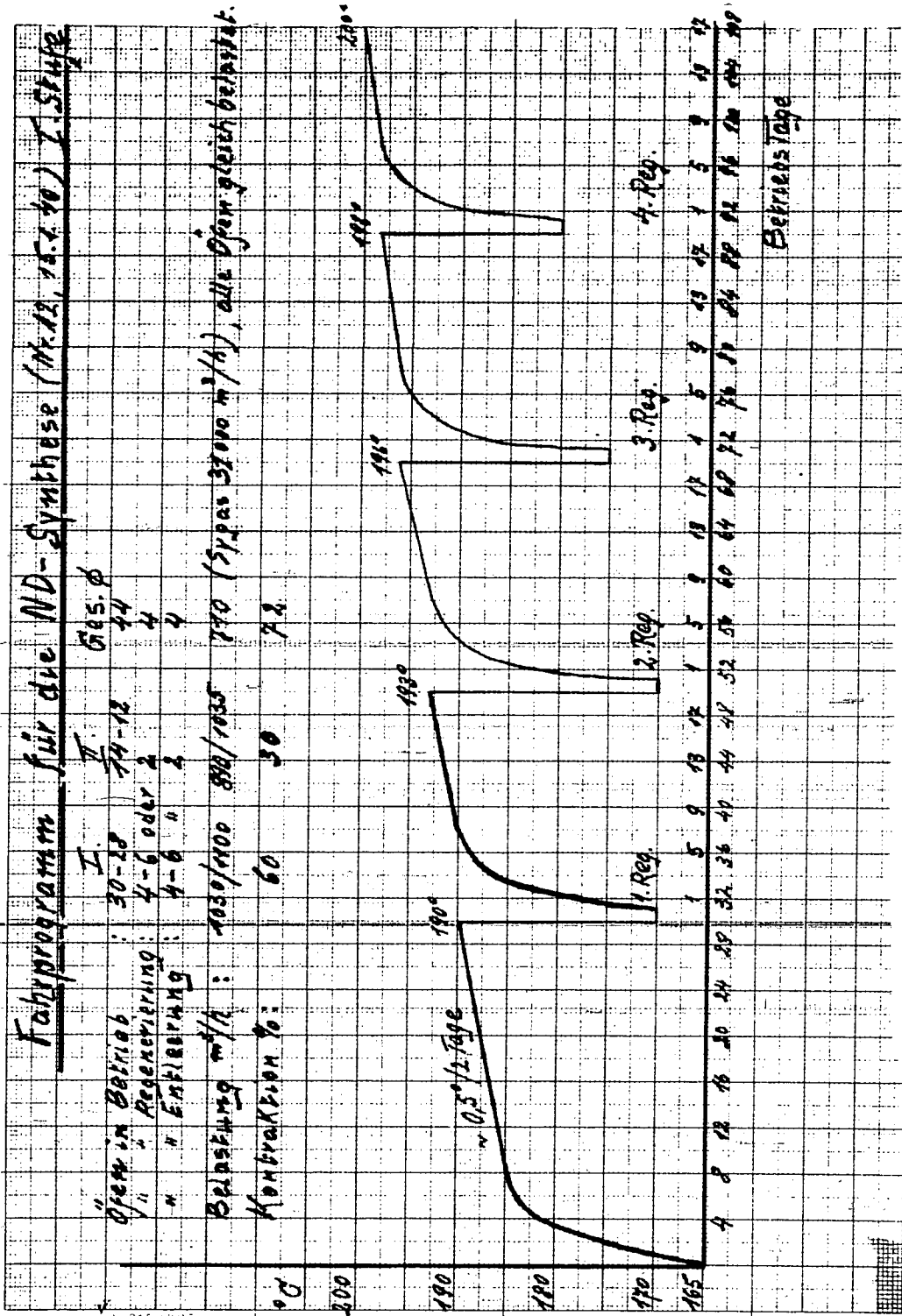
Handwritten signature

Handwritten signature

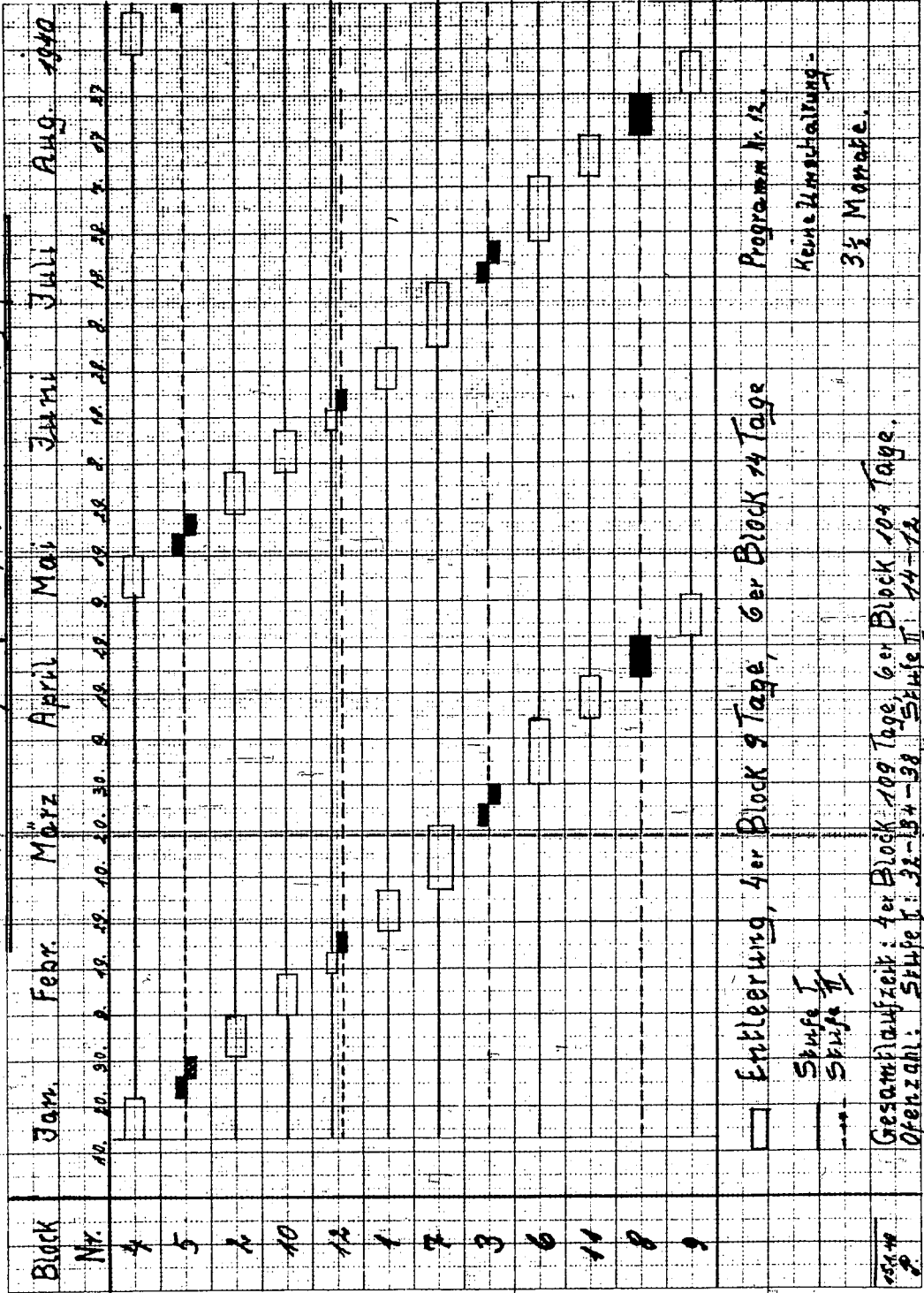
900637

Fahrprogramm für die ND-Synthese (Nr. 12, 18.1.40) I. Stufe

I. $\sigma_{05.0}$
 II. 74-12
 Öffnen in Betrieb: 30-12
 " " Regenerierung: 4-6 oder 2
 " " Entleerung: 4-6 " 2
 Belastung m/h: 1030/1100 890/1035 770 (Synas 3700 m/h), alle Öffn gleich belastet.
 Kontraktion %: 60 30 72



ND-Kontaktkonferenzen, Entleerungsplan Nr. 12



Holten, den 15. Januar 1940

33

Betr.: Fahrweise bei zweistufiger Synthese.

Anlässlich der Synthesebesprechung am 23.11.1939 wurden die Fragen der Gasaufarbeitung und Verflüssigung im Zusammenhang mit den Erfahrungen von Brabag-Schwarzheide mit Kreislauf und von Essener-Steinkohlen mit Verlagerung der Aufarbeitung in die Stufe II näher erörtert und die Überlegungen hierzu in der Aktennotiz Nr. 55 vom 12.12.39 niedergelegt. Im Folgenden sind diese Überlegungen etwas eingehender dargestellt.

Die bisher meist übliche Fahrweise verlegte die Aufarbeitung des Gases stärker in Stufe I. Das bringt überlegungs-gemäss zwei wesentliche Nachteile für die Verflüssigung mit sich:

1.) Dem hohen Aktivengehalt des Synthesegases I entspricht eine hohe Reaktionsgeschwindigkeit. Die Hauptumsetzung und Wärmeentwicklung findet daher vorwiegend in den oberen Kontaktschichten des Ofens statt. Die Wärmeabfuhr ist ungenügend, es tritt eine Überhitzung der Reaktionsschicht ein, welche Ursache für stärkere Vergasungsreaktionen - zusätzliche CO_2 - und CH_4 -Bildung - und Kontaktschädigungen - C-Abscheidungen - ist. Die Reaktionszone wandert in die unteren, mittlerweile mit Paraffin aufgesättigten Kontaktschichten, die nur bei gesteigerten Temperaturen bzw. verminderten Belastungen die gewünschte Aufarbeitung liefern. Wahrscheinlich sind es auch nur diese Kontaktpartien, die durch Zwischenregenerierung wieder aktiviert werden.

2.) Der Aktivengehalt ist durch die starke Aufarbeitung in Stufe I soweit abgesunken, daß die weitere Aufarbeitung in Stufe II höhere, der Verflüssigung ungünstigere Temperaturen erfordert.

Überlegungsgemäss muß eine stärkere Verlagerung der Aufarbeitung in die Stufe II zu einer besseren Verflüssigung und längeren Lebensdauer der Kontakte führen. Die Begründung hierfür geht aus folgenden Darlegungen hervor.

Um in Stufe II bei niedrigeren Temperaturen arbeiten zu können, muß die Reaktionsgeschwindigkeit durch die Erhöhung des Aktivengehaltes so weit erhöht werden, daß sich die Umsetzung über eine möglichst große Kontaktschicht und damit die Wärmeentwicklung möglichst gleichmässig über die gesamte zur Wärmeabfuhr zur Verfügung stehende Fläche verteilt. Es ist dann möglich, durch

geeignete Temperaturführung absolut mehr CO umzusetzen als in Stufe I, ohne nachteilige Überhitzung des Kontaktes und erhöhte Vergasung befürchten zu müssen. Im Verein mit der absoluten Reinheit des Gases ist bei Verlagerung der Aufarbeitung in die Stufe II eine Steigerung der Lebensdauer der Kontakte zu erwarten. Begünstigend auf eine weitgehende Aufarbeitung wirkt in diesem Falle auch die verhältnismäßig niedrige Ofenbelastung der Stufe II, die sich als Folge der Verteilung der Ofenzahl ergibt.

In Stufe I kann man durch gemessigte Temperaturführung und geeignete Belastung den absoluten CO-Umsatz herabmindern und über eine längere Kontaktschicht verteilen. Die Verflüssigung des umgesetzten Anteils muß dann ebenfalls günstig liegen.

Zu bemerken ist noch, daß man bei den angeführten Bedingungen in Stufe I und insbesondere in Stufe II das Verhältnis H_2/CO auf 2,00 einstellen kann, ohne daß Vergasungsvorgänge stärker in den Vordergrund treten, wie es am überhitzten Kontakt der Fall ist. Dadurch dürfte wiederum die Aufarbeitung günstig beeinflusst werden. Die Aufbesserung des Synthesegases II kann mittels Konvertgas erfolgen.

Bei der angegebenen Fahrweise spielt der Aktivenreichtum des Synthesegases I sicher eine Rolle bzgl. der erreichbaren Verflüssigung. Je aktivenreicher ein Synthesegas I ist, desto niedriger kann die Synthesetemperatur in Stufe I gehalten werden und desto höher wird der Aktivengehalt des Synthesegases für die Stufe II, die dann ebenfalls bei niedrigeren, der Verflüssigung günstigeren Temperaturen gefahren werden kann. Ein aktivenreicherer Synthesegas I für beide Syntheseanlagen kann durch Einschaltung der CO_2 -Wäsche für das Konvertgas geschaffen werden.

Für die Verteilung der Aufarbeitung in beiden Stufen können folgende Beispiele dienen. Vorausgesetzt ist ein Synthesegas I mit 80 % CO + $2H_2$ entsprechend 26,7 % CO. Für die Normaldruck-Synthese mit 48 Öfen und $710 m^3/h/Ofen$ ergeben sich folgende Zahlen

Stufe I:	40% Kontr./24	Öfen/34 000	$m^3/h =$	1 400	$m^3/h/Ofen$
" II:	50% " /24	"/20 400	" =	850	" "
Gesamt:	70% " /48	"/34 000	" =	710	" "

CO-Umsatz Stufe I (40%) 1400 x 26,7% = 374 m³/h CO
850 x 22,0% = 187 " "
187 " "

Stufe II (50%) 850 x 22,0% = 187 " "
425 x 10,5% = 45 " "
142 " "

Gesamt: Kontr. 70%/CO-Ums. 88%

Stufe I (30%) 1400 x 26,7% = 374 " "
900 x 23,7% = 232 " "
142 " "

Stufe II (60%) 980 x 23,7% = 232 " "
392 x 9,0% = 35 " "
197 " "

Gesamt: Kontr. 72%/CO-Ums. 90%

Bisher ergaben sich bei stärkerer Aufarbeitung in Stufe I:

Stufe I (50%) 1000 x 26,7% = 267 m³/h CO
400 x 16,7% = 67 " "
200 " "

~~Stufe II (30%) 970 x 16,7% = 162 " "~~
~~680 x 9,5% = 65 " "~~
~~97 " "~~

Gesamt: Kontr. 72%/CO-Ums. 90%

Durchsch

A b s c h r i f t

Ruhrbenzin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Oberh.-Holten, den 22. Febr. 40
Schu/Mi.

900049

Betr.: Vorläufige Notiz zu den Unterlagen für die Ermittlung und Aufteilung der Produktion in der Normaldruck- und Mitteldruck-Synthese.

(Zusammenfassung der Besprechungen im Januar zwischen Bahm, Feist, Schaeck und Schuff).

1.) Kritik der N_2 - und CO_2 -Bestimmungen. Schwankende Zusammensetzung des Wassergases. Gefahr bei der Probenahme durch eindringende Luft (1% = 0,8% N_2):

<u>Probe</u>	<u>1. Grün.</u>	<u>Luft 1. Syg.</u>	<u>Luft 1. Eg.</u>	<u>Luft 1. beiden</u>
N_2 Sygas/Endgas	5,00/15,00	5,80/15,00	5,00/15,80	5,80/15,80
N_2 -Kontraktion	66,7%	61,3%	68,4%	63,3%

Einfluss des N_2 -Gehaltes unseres Hydriergases. Beispiel:
10 000 m³/h Endgas ohne Hydrierung, Zusatz 500 m³/h H_2/N_2 -Gemisch ohne und mit Hydriereffekt:

Im Endgas	<u>CO</u>	<u>H₂-</u>	<u>H₂-</u>	<u>H₂/CO</u>	<u>Co_{N2}-</u>
ohne Hydrierung	7,00%	12,00%	16,70%	1,715	70,1%
10 000 m ³ /h	700m ³	1200 m ³	1670 m ³	-	-
500 " H_2/N_2	-	375 "	125 "	-	-
10 500 "	700"	1575 "	1795 "	-	-
ohne Hydriereffekt	6,67%	15,00 %	17,00%	2,360	70,6%
mit Hydriereffekt	6,67%	12,52 %	17,00%	1,893	70,6%

Die Verschiebung der N_2 -Kontraktion ist dahin unbedeutend.

Bekannt ist weiterhin der Einfluss der Probenahme auf die CO_2 -Bestimmung. Hier spielen in erster Linie die Diffusionsunterschiede von H_2 und CO_2 eine Rolle. Die Geschwindigkeit des Gas-teilstromes zur Probestelle muss möglichst goss gehalten werden und Stichproben bzw. Kurzzeitproben bieten deshalb die grösste Gewähr für Richtigkeit. Verschiedene Werke wie Krupp, Essener-Steinkohlen und Hoesch verwerfen daher Tagesproben. Schaffgotsch findet schon bei einer Kurzzeitprobe über 2 h wesentliche Abweichungen gegenüber der Stichprobe. Bei uns soll erneut ein Vergleich aufgestellt werden zwischen der Tagesprobe, dem Mittelwert von 3 Stichproben und entsprechenden Kurzzeitproben von 2 h über 3 Schichten. Es wird eine Verbesserung der Tagesprobe durch Einbauen von Ablaufreglern an den Aspiratoren erwartet. Unsere Aspiratorenproben zeigen auch bei Verwendung einer Ölsperrschicht über dem Wasser immer noch 0,5 % CO_2 weniger als Stichproben. Speziell die Probenahme in der DS-Anlage erfordert noch eine genauere Überprüfung (Probenahme unter Druck).

2.) Unterschied zwischen Mengen- und CO₂-Kontraktion.

Bei NS zeigen die Monatsmittelwerte der Werke Schwarz'erde, Rauxel und Rheinpreussen eine um 5% höhere CO₂-Bildung, das entspricht grössenordnungsmässig 11% bez. a. den CO-Umsatz. Bei anderen Werken z.B. Krupp und RB kreuzen sich die beiden Kontraktionen, zum Teil liegen ihre Werte sogar umgekehrt. Hieraus ist schon mit Sicherheit zu schliessen, daß analytische Fehler, verursacht durch Probenahme-fehler bzw. Mengemessfehler vorliegen müssen. Mit Stichproben haben wir auch bei uns stets eine um 2 - 3 % absolut größere CO₂-Kontraktion gefunden. Essener Steinkohlen hat keine einwandfreie Restgasmengenmessung, weist aber hohe CO₂-Kontraktionen auf, die korrigiert werden müßten, um als Mengenkonzentrationen für die Be-rechnung des CO-Umsatzes zu dienen. Rheinpreussen benutzt von jeher die N₂-Feinbestimmung zur Kontraktionsermittlung, da ursprünglich keine Einrichtung zur Restgasmengenmessung vorhanden war. Eine vor-längerer-Zeit-auf-unsere-Veranlassung-hin-eingerichtete-Messmöglich-keit hatte nach dortiger Erfahrung zu keinen brauchbaren Werten ge-führt. Es ist dringend erforderlich, dass in diesen Angelegenheiten Klarheit bei den Lizenznehmern geschafft wird, um einwandfreie rechnerische Unterlagen für Vergasung und Verflüssigung zu er-halten.

3.) Als Vergasung wird meistens nur die CH₄-Bildung erör-tert. Es muss immer wieder betont werden, dass die Vergasung die Summe von gebildetem CO₂, CH₄ und C₃₊₄ darstellt. Bei NS und DS liegen Werte für CH₄ um 18% vom CO-Umsatz und einschliesslich C₂ vielleicht max. bei 20%. Für C₃₊₄ setzen wir an bei NS 16% der flüssigen Produkte und bei DS 10%. Hieraus ergibt sich:

NS $120 \text{ gr/Ig} \cdot x 16\% = 19,2/82,5 \text{ Ig.} = 15,84 \text{ gr/Syg.} = 25 \text{ m}^3 \text{ CO}$
 für 1000 m³ Syg. Bez. a. 90% CO-Umsatz v. 275 m³ CO
 = 247,5 m³ umges. CO folgt 10,1% Umsatz für C₃ + 4.

DS $145 \text{ gr/Ig} \cdot x 10\% = 14,5/82,5 \text{ Ig.} = 12,0 \text{ gr/Syg.} = 19 \text{ m}^3 \text{ CO}$
 für 1000 m³ Syg. Bez. a. 90% CO-Umsatz = 247,5 m³ folgt
 7,7 % v. Umsatz für C₃₊₄.

Zusammenfassung:

	NS	DS
vom Umsatz für CO ₂	11%	2%
C ₁₊₂	20%	20%
C ₃₊₄	10%	8%
für Flüss.prod.	59%	70%

Fahr gibt an einer Zusammenstellung vom 7.9.39 über das Beobachtungsmaterial der DVA an: Anfängliche CH_4 -Bildung 10%, später bei 75% CO -Umsatz 15-18% und CO_2 -Bildung 3 - 5 %. Letztere werden nicht immer richtig erfasst, da Schwierigkeiten der Probenahme häufig beobachtet werden.

In diesem Zusammenhang ergibt sich die Frage nach den Grundlagen der rechnerischen Trennung der bei uns gemeinsam gemessenen Produktion von NS und DS. Hierbei wurde bis jetzt vorausgesetzt, dass NS bei 90% CO -Umsatz 120 g/lg. flüssige Produkte liefert entsprechend 63,2 % des vom ungesetzten CO verflüssigten Anteils d.i. 400 g/ Nm^3 ungesetztes CO . Aus dem analytischen Umsatz und der eingesetzten Synthesegasmenge errechnet sich dann die Produktion für NS und das Differenz zur gemessenen Gesamtproduktion die für DS. Diese Art der Rechnung wird seit August 1939 zur Abtrennung der NS für die Monatsmittelwerte benutzt.

Die obige Aufteilung der Vergasungsprodukte zeigt, dass die Verflüssigung mit 63,2% sehr wahrscheinlich zu hoch angesetzt ist. Bei der rechnerischen Auswertung von Monatsmittelwerten wird hierauf später nochmals eingegangen.

4.) Nach einem Vergleich zwischen der aus der Sygasmenge und N_2 -Feinbestimmung errechneten Endgasmenge liegt die gemessene Restgasmenge, im Mittel um 5% niedriger. Dieselbe Differenz macht das vom Benzol und Gasol im Endgas vor der AKA eingenommene Volumen gegenüber dem Restgas nach AKA aus. Beispiel:
Restgasmenge ca. 500 000 m^3/h Benzolanfall ca. 50 t, in Dampfform etwa 15 000 m^3 , bez. a. die Restgasmenge 3% Volumenanteil Benzol im Endgas. Anfall im Gasolgasometer ca. 15 000 m^3/h , ebenfalls 3% Volumenanteil für Gasolkohlenwasserstoffe und Inerte.

Da in der Endgasanalysenprobe diese Dämpfe volumenmässig mit abgemessen werden, muss die aus der N_2 -Feinbestimmung des Endgases ermittelte Kontraktion grundsätzlich niedriger gefunden werden als die nach Menge. Ist erstere 70,0%, dann führen 5% Volumendifferenz zwischen Endgas und Restgas zu einer Mengenkontraktion von 71,8%

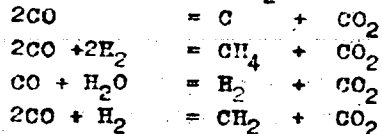
In diesem Zusammenhang ist die Größenordnung von Fehlern zu beachten, die bei der Gasmengenmessung möglich bzw. zulässig sind. Dabei kann dieser Fehler das Synthesegas allein oder das Restgas mit betreffen, unter Umständen mit entgegengesetzten Vorzeichen z.B.:

$$\begin{aligned} 1000 \text{ m}^3 / 300 \text{ m}^3 &= 70,0 \% \\ + 2\% \text{ 1020 " / 300 " } &= 70,6 \% \\ - 2\% \text{ 980 " / 300 " } &= 69,4\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 1020 \text{ " / 300 " } - 2\% &= 294 = 71,2\% \\ 980 \text{ " / 300 " } + 2\% &= 306 = 68,6\% \end{aligned}$$

In der DS-Anlage ergab sich eine wesentliche grössere Differenz zwischen der errechneten Indgasmenge und der gemessenen Restgasmenge, die auf Gasverluste durch Undichtigkeiten in der Druckkondensation zurückzuführen ist. Eine aus der Rückkühlwasserleitung zwischen Kondensation und AKA gezogene Gasprobe ergab Übereinstimmung mit der Analyse des Indgases der Stufe I der Druckanlage. Eine Benzinbestimmung darin ergab 110 cc/m^3 . Liegt der Gasverlust in der Grössenordnung von $500 \text{ m}^3/\text{h}$, dann ergibt sich ein Verlust an Benzin von etwa 1 t/d.

5.) Reaktionen zur CO_2 -Bildung.



In der Katorbesprechung vom 30.12.1938 wurden die Möglichkeiten zur CO_2 -Bildung nach Reaktion 2 u. 3 besprochen.

Reaktion 3 wurde daraufhin versucht, an Co-Kontakten mit reinem CO und Wasserdampf durchzuführen. Die Konvertierung ist verhältnismässig gering bei den üblichen Synthesetemperaturen bis 210° . Sie verringert sich weiterhin dadurch, dass die als Reaktionswasser zur Verfügung stehende Dampfmenge ungenügend ist (Monatsbericht Feist Februar 1939). Es ist nicht anzunehmen, dass der Wasserdampf im Entstehungszustand sich anders verhalten sollte. Zu beachten ist noch, dass sie als einzige der obigen Reaktion unabhängig vom Druck ist.

Die Reaktion 4 entspricht dem Vorgang an Fe-Katalysator. Sie sollte vorzugsweise bei der Mitteldruck-Synthese zu beobachten sein. Gerade hier entsteht aber weniger CO_2 als bei der Normaldruck-Synthese.

Der starke Unterschied im Verhältnis H_2/CO der beiden Synthesen besagt, dass bei NS eine H_2 -Bildung durch Konvertierung stattfindet bzw. eine Reaktion verläuft, die nur ein Verbrauchsverhältnis H_2/CO von z.B. 1:1 (Reaktion 2) oder 1:2 (Reaktion 4)

aufweist. Da beide Reaktionen aber unter Druck günstiger verlaufen, eine zusätzliche CO_2 -Bildung aber gerade dann am geringsten ist, bleibt immer wieder die Konvertierung als einzige Reaktion für die CO_2 -Bildung übrig. Die durch die verschiedenen Wärmeabfuhrverhältnisse der beiden Ofenkonstruktionen bedingten Kontakttemperaturen werden die eigentlichen Ursache für die zusätzliche CO_2 -Bildung sein.

Reaktion 1 ist ausgeschlossen. Reaktion 2 stößt weiterhin auf Widerspruch, da man glaubt, bisher keine parallele Bildung von CO_2 und CH_4 zu kennen. Hierzu liegt ein Bericht von Bahr vom 4.1.39 vor, der im Zusammenhang mit der erwähnten Katorbesprechung vom Dezember 1938 abgefasst wurde. Ein Druckofen wurde bei konstanter Temperatur durch Variieren der Belastung auf verschiedene CO -Umsätze gebracht. Während die CH_4 -Bildung etwa konstant blieb, begann eine CO_2 -Bildung erst bei 75% CO -Umsatz.

6.) Zur Errechnung der Ausbeuten aus analytischen Unterlagen ist folgendes zu sagen.

Hoesch gelaggt hierbei zu einer bemerkenswerten Übereinstimmung mit der tatsächlichen Produktionsmessung. Die Art der Berechnung wurde nach Inbetriebnahme der Anlage im vorigen Jahr mit uns vereinbart. Von der rechnerisch aus dem CO -Umsatz nach Abzug des gebildeten Methans ermittelten Summe der Kohlenwasserstoffe werden 10% für die Bildung weiterer gasförmiger Produkte, in erster Linie Gasol, abgezogen.

Bei uns wurde eine analoge Rechnung durchgeführt, wobei die Aufteilung nach NS und DS zu erfolgen hatte. Hierbei wurden nach Abzug des CH_4 und CO_2 bei NS 15%, bei DS 8% für gebildetes Gasol abgezogen. Die Summe der aus den durchgesetzten Synthesegasmengen errechneten Einzelproduktionen stimmt verhältnismässig gut überein mit der primär bemessenen Gesamtproduktion. Für den Zeitraum vom 19.12.39 - 13.1.40 ergeben sich durch Berechnung mit Mittel 147 tato durch Messung 142 tato entsprechend Ausbeuten von etwa 108 gr/Ig. in NS und 128 gr/Ig. in DS. (Bericht Dahm vom 17.1.40)

Zugrunde gelegt wurden Stichprobenwerte. Der CO -Umsatz wurde aus der N_2 -Feinbestimmung errechnet. Bei DS wurde praktisch Übereinstimmung zwischen der Kontraktion nach N_2 und CO_2 d.h. keine CO_2 -Bildung gefunden, Bei NS dagegen in der Grössenordnung von 3-7% bez.a.den Umsatz. Da die Belastung der NS zwar den von der

Betriebskontrolle ermittelten Tageswert darstellt, bei der DS dagegen nur die momentane Betriebsanzeige eingesetzt wurde, sind im Folgenden nochmals die Ausbeuten errechnet. Unter Zugrundelegung sämtlicher Gasmengenmessung der Betriebskontrolle. Zu bemerken ist hierbei, dass im Monat Dezember und bis 10.1.40 einschl. in der Stufe II der DS-Anlage zur Korrektur des H_2/CO -Verhältnisses Konvertgas zugesetzt wurde.

	<u>N</u>	<u>D</u>	<u>N+D</u>
Durchschnittl. Gasmenge/Tag	667 000	881 000	1 548 000
Analyt. err. Prod. i. d. tate	59,5 = 40%	88,5 = 60%	148,0
Ausbeute Sygas/Igas	89,2/111,5	100,5/125,6	95,6/119,5

Zu berücksichtigen sind nun noch die in der DS-Kondensation aufgetretenen, nicht unbedeutenden Produktionsverluste, die der DS-Produktion gutgeschrieben werden müssen, sodass die spez. Ausbeute über 125 g/Ig. liegen muss. Werden z. B. hierfür 5% zur DS-Produktion zugeschlagen, dann ergeben sich als Ausbeuten 111,5 g/Ig. in NS, 131,8 g/Ig. in DS und 123,0 g/Ig. insgesamt.

Diese Rechnungen sollen zeigen, dass entgegen der bisherigen Vermutung die DS-Anlage verhältnismässig gute, jedenfalls bessere Ausbeute liefert als NS.

Hierzu ist folgendes zu bemerken. Als Folge häufiger Störungen mechanischer Art in der Wassergasanlage und Stromausfälle ergab sich schon ab November und vermehrt durch die Frosteinwirkung im Dezember und Januar eine unregelmässige und ungenügende Belieferung der Synthese mit Gas. Mit Rücksicht auf ein möglichst gleichmässiges Fahren der DS übernahm die NS ab Dezember alle Gasausfälle, sodass nicht nur einige Blocks, sondern zeitweise auch die gesamte Anlage abgesetzt werden musste. Häufiges Abstellen und Wiederanfahen musste neben Produktionsausfall auch zu einer Verschlechterung der spez. Ausbeute führen. Im gleichen Sinne wirkte sich der Mangel an Hilfsmitteln für die Zwischenbelegung der Kontakte in NS - nämlich H_2 und hochgespannter Aufheizdampf - aus. Das Ergebnis der Ausbeuteberechnung für NS liegt daher durchaus im Rahmen des zu Erwartenden.

Aber auch die DS blieb von Gasmengendrosselung nicht ganz verschont. Dazu kamen Rückschläge in der Ofenentleerung, die zu einer gewissen Überalterung der Kontakte führte, die sich ebenfalls nachteilig auf die Verflüssigung auswirken muss. Schliesslich muss noch erwähnt werden, dass sich bei einer Reihe von Kontakten

Unregelmässigkeiten in der Aktivität und Mässeren Beschaffenheit gezeigt hatte, wodurch einerseits bei der Blockanordnung der Öfen mit Rücksicht auf die parallel laufenden Kontakte nachteilig in der Gasaufarbeitung in Kauf genommen, andererseits höhere der Verflüssigung nachteilige Fahrtemperaturen angewendet werden mussten und schliesslich, durch höhere Staubgehalte verursacht, grössere Schwierigkeiten bei vorzeitig erforderlicher Entleerung entstanden. Unter diesen Gesichtspunkten betrachtet, ist die errechnete Ausbeute als gut zu bezeichnen. Weiterhin dürfte sich der Konvertgaszusatz, der zu einer höheren Aufarbeitung des Gases geführt hat, entgegen der zeitweiligen Annahme nicht nachteilig auf die Verflüssigung ausgewirkt haben.

Es wurde weiterhin eine analoge Auswertung der Monatsmittelwerte von November, Dezember und Januar vorgenommen. Eine tabellarische Zusammenstellung befindet sich in der Anlage. Die Vergasung zu CO_2 und CH_4 wurde aus den analytischen Daten berechnet, die zu C_{3+4} nach der auf Seite 3 gegebenen Aufteilung angenommen. Im Einzelnen ist folgendes zu bemerken.

Im Dezember besteht bei DS ein Missverhältnis zwischen der Kontraktion nach Menge und N_2 und zwar ist der aus ersterer berechnete CO-Umsatz zu hoch. Es wurde daher unter Zugrundelegung der N_2 -Kontraktion eine Umrechnung vorgenommen. Berücksichtigt man den aus der Tankbilanz resultierenden Verlust von 249t als primär erzeugt - worüber nach der in ~~xxx~~ letzter Zeit durchgeführten Kontrolle der Primärproduktion durch Tankmessung kaum ein Zweifel bestehen dürfte - dann besteht praktisch Übereinstimmung zwischen berechneter und gemessener Produktion. Dabei ist nicht mit einem auch im Dezember sicher schon vorhandenen Produktionsverlust in der DS-Kondensation gerechnet worden, der je nicht in die Tankbilanz eingeht.

Im Januar liegt bei NS die N_2 -Kontraktion zu hoch. Es wurden daher die Mengenkontraktion der Rechnung zu Grunde gelaget. Bei DS liegt die Mengenkontraktion und damit auch der CO-Umsatz zu hoch. Da N_2 - und CO_2 -Kontraktion gleich sind, also keine CO_2 -Bildung vorzuliegen scheint, was aber fraglich ist, so wurden 2 Möglichkeiten durchgerechnet und zwar ohne CO_2 -Bildung sowie mit einer angenommenen CO_2 -Bildung von etwa 2%. In letzterem Falle wurde die N_2 -Kontraktion entsprechend vermindert. Gegenüber der rechnerisch ermittelten stellt sich dann die unabhängig von der Tankbilanz aufgemessene Produktion

um 7,8 bzw. 5,8% geringer. Berücksichtigt man den lt. Tankbilanz aufgetretenen Verlust von 420 t, der wie im Dezember der Nachverarbeitung zur Last gelegt werden muss - undichte Kühler in der Fraktionierung, - so ergeben sich sogar Differenzen von 17,2 bzw. 15,4 %. Vergleichsweise zu den im November und Dezember geringen Differenzen zwischen der errechneten und gemessenen Produktion erkannte man im Januar nicht nur die starken Verluste der Nachverarbeitung sondern auch die Auswirkung der Verluste in der DS-Kondensation.

Weiterhin enthält die Tabelle für jeden Monat eine Berechnung von Ausbeute und Produktion für NS unter der Voraussetzung dass die Verflüssigung nur 60% beträgt. Hierzu ist es erforderlich, die Kontraktion herabzusetzen, damit die Verflüssigungsanteile grösser werden und die aus den ursprünglichen Zahlen errechneten Verflüssigungswerte von 63 - 64% auf 60% absinken. Die dabei eintretende Änderung des CO-Umsatzes ist nur geringfügig. Dagegen bewegt sich die Ausbeute - bzw. Produktionsminderung in der Grössenordnung von 5 - 7%. Dadurch wird die Differenz zwischen gemessener und errechneter Produktion wesentlich geringer und verschwindet z.B. im November praktisch vollkommen. Legt man dagegen die direkt aufgemessene Primärproduktion zu Grunde, dann liegt letztere im November und Dezember um 1,5 bzw. 2,3% höher als die berechnete. Man ist daher berechtigt anzunehmen, dass die Verflüssigung in NS doch über 50% liegt. Im Januar ist natürlich auch in diesem Falle die aufgemessene Menge geringer als die berechnete entsprechend den Verlusten in der DS-Kondensation.

Es ist daher von Interesse, welche Verflüssigungswerte bei den NS-Anlagen der anderen Lizenznehmer erreicht werden. Hier liegt bereits eine Zusammenstellung aus den Monatsmittelnwerten vom September 1938 bis August 1939 vor, in der die Verflüssigungswerte ergänzt wurden (Bericht Feisst v.6.10.39 als Anlage beigelegt). Im Durchschnitt ergeben sich auch hier 60 - 63%, wenn man zunächst von Essener- teinkohlen und neuerdings Rheinpreussen absieht, die in der Verflüssigung wesentlich höher liegen.

Für die Ausbeuten in der DS-Anlage bietet auch die gemessene Paraffinproduktion einen Anhaltspunkt. Man weiss, dass etwa 30% der flüssigen Produkte als Gatsch einzusetzen sind.

In Grossbetrieb hat Hoesch Anfangs diese Zahl erfunden. Hat aber als Folge der Alterung der Kontakte d.h. der höheren Fahrtemperatur ein Absinken bis auf jetzt etwa 20% festgestellt. Man wird daher für uns 25% einsetzen können. Nun wurden z.B. vom 13. - 29.1.40 durchschnittlich 27 tato Ofenparaffin gemessen. Die Siedeanalysen beider Stufen zeigen, dass davon nur etwa 70% über 320° sieden entsprechend 19 tato Gatsch über 320°. Bei einer mittleren Synthesegasmenge von 725 000 Nm³/Tag und 80% CO + H₂ ergeben sich 32,7 g/Ig. Gatsch. Bei 25% Gatschanteil gehört demnach hierzu eine Ausbeute von 130,7 g/Ig.

Der Gatschanteil in DS kann auch indirekt ermittelt werden wenn man das Ausbringen der Fraktionierung aus der Mischung der Produkte von NS + DS hat, die Aufteilung rechnerisch aus analytischen Daten durchführt und dann für NS den Erfahrungswert anderer Werke für den Gatschanteil bzw. auch Öl und Benzin einsetzt. So ergab die Fraktionierung unserer Oktoberproduktion 1939 folgenden Zahlen.

	<u>Par.</u>	<u>Öl</u>	<u>Benzin</u>	<u>Summe</u>	<u>Idealgas</u>	<u>g/Ig.</u>
Gesamt	270	700	641	1 611 t	1 406 570 =	114,3
NS	51	375	427	853 t	708 300 =	120,9
DS	219	325	214	758 t	698 270 =	108,0
d.i.	29,0%	43,0%	28,0%			

Man kann auch folgende Rechnung anstellen. Vom 13. bis 29.1.1940 betrug der Anfall an Gatsch in DS durchschnittlich 19 tato d.h. 580 moto. Hierzu kommt aus ^{der} NS stammende Gatschanfall, der mit 6% der Flüssigprodukte einzusetzen ist. Letztere betragen für den Januar rechnungsmässig etwa 1800 t, es ergeben sich somit 108 t als Gatsch. Weiterhin wurden 3% d.i. 54 t als Extraktionsparaffin angenommen. Als Einsatz in die Paraffin-Anlage stehen somit 742 moto zur Verfügung. Erfahrungsgemäss fallen hiervon an 17,5% = 130 t Tafelparaffin und 38,5% = 285 t als Hartwachs. In guter bereinstimmung mit den Produktionszahlen vom Januar.

gez. Schuff

000051

Zeit	Schwanzhöhe			Schwanzlänge			Halslänge			Gesamtlänge			O.B. Gesamt-Schwanzlänge			
	a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l				
Sept. 1939	81,6	51,7/89,7	114,2	85,6	51,3/89,2	116,7	81,7	119,9	83,3/89,1	119,9	83,3/89,1	119,9	85,2	59,4/86,2	129,9	
Okt. 1939	81,9	51,4/82,6	126,8	87,7	49,3/85,2	140,9	83,4	119,5	55,4/88,5	119,5	83,4	55,4/89,9	116,4			
Nov. 1939	83,9	52,0/86,8	126,5	87,5	46,4/83,2	146,3	84,7	126,9	59,4/88,9	126,9	82,4	53,4/89,2	116,0			
Dez. 1939	82,8	53,4/86,1	127,8	85,5	50,3/88,6	111,4	82,8	118,0	63,2/87,4	118,0	80,3	49,7/85,3	147,6			
Jan. 1939	85,9	62,2/86,9	132,1	87,3	50,4/89,0	116,5	82,9	115,0	54,4/86,6	115,0	84,5	57,3/86,0	123,9			
Feb. 1939	86,3	64,4/87,2	139,8	89,4	54,4/88,1	119,5	84,6	121,0	55,4/88,9	121,0	83,7	58,4/89,9	124,9			
März 1939	86,1	64,2/87,8	139,0	89,1	56,2/88,9	123,2	82,5	126,4	55,4/86,0	126,4	84,4	59,7/86,1	119,6			
April 1939	81,7	53,5/83,9	122,8	87,2	51,4/83,1	128,4	81,9	126,2	59,7/88,2	126,2	83,9	59,2/89,9	119,2			
Mai 1939	81,8	53,9/86,2	123,4	83,3	49,7/89,0	145,9	81,5	129,8	59,3/88,6	129,8	84,1	58,2/88,8	122,4			
Juni 1939	84,9	59,1/82,3	129,0	84,5	46,7/86,4	149,5	82,3	119,2	59,4/86,7	119,2	83,3	55,4/89,0	117,2			
Juli 1939	85,6	59,9/83,2	123,3	81,2	48,8/89,9	146,2	83,3	122,3	60,4/82,6	122,3	83,9	54,4/89,2	117,5			
Aug. 1939	82,1	54,4/86,6	126,4	84,9	53,4/83,1	112,4	83,0	129,0	60,4/88,9	129,0	82,9	54,2/87,7	116,6			
Durchschnitt	83,6	59,4	125,9	85,6	51,9	111,6	82,6	119,6	59,4	119,6	83,2	58,6	117,4	87,7	64,1	129,5

a - % CO - Gehalt
 b - % Verflüchtigung und bez. a 100 % CO-Gehalt.
 c - $\frac{a}{b} \times CO + H_2$

Stulkeny'schen Institut
 Chemisches Institut

Holten, den 6.10.1939.
RB. BG. Mei./Htg.

900053

Benzingewinnung.

Programm Nr. 10 für die ND.-Synthese.

Seit dem 16.9. sind gegenüber den letzten Programmen Nr. 8 und 9 nach Besprechung mit Herrn Dir. Alberts, Dr. Schuff und Neweling folgende Änderungen getroffen:

1.) Anfahren mit $1000 \text{ m}^3/\text{h}$, die bei 140° aufgegeben werden, in Stufe 2. Umschalten auf 1. Stufe, wenn der nächste Block angefahren wird, d. h. nach $7\frac{1}{2}$ bzw. 12 Tagen.

2.) Zurückschalten auf Stufe 2 am Ende der Fahrzeit, 15 bis 22 $\frac{1}{2}$ Tage vor der Entleerung. Bei jedem Neuanfahren eines Blocks wird 1 oder $1\frac{1}{2}$ der ältesten Blocks der Stufe 1 auf Stufe 2 umgeschaltet. Bei den zurückgeschalteten Blocks wird am Ende der Fahrzeit die Temperatur über 200° hinaus bis 210° gesteigert.

3.) Regenerierung bei 193° nach etwa 48 Tagen. 2. Regenerierung bei 196° nach etwa 68 Tagen. Bei guten Öfen wird auf die 2. Regenerierung verzichtet, da ihr bald die Umschaltung auf Stufe 2 folgt.

4.) Die Regenerierung wird, bis die Extraktion möglich ist, paarweise mit $1000 \text{ m}^3/\text{h}$ und Ofen im Kreislauf mit 400 bis $600 \text{ m}^3/\text{h}$ H_2/N_2 -Zusatz bei höchstmöglicher Temperatur, 198° - 203° , die von Heizdampf abhängt, durchgeführt. Dauer 12 Std., für einen 4-Ofenblock also 24 Std. Als H_2/N_2 steht uns ab 11.9. nur das von der Katorfabrik zurückgegebene Gemisch zu, dessen Menge sich in den genannten Grenzen bewegt. Die Verteilung erfolgt vom Kompressorenhaus aus.

5.) Ofenzahl und Belastung bleiben wie bisher:

	<u>1. Stufe:</u>	<u>2. Stufe:</u>	<u>Gesamt:</u>
Ofenzahl:	34	12 - 14	46 - 48
Belastung:	1000	1130 - 970	740 - 710
Kontraktion:	60 %	30%	72%

Die Belastung eines Blocks soll 4000 bzw. 6000 m³/h betragen, ohne Rücksicht auf das Alter. Ausgleichen ist nur innerhalb des Blocks gestattet.

Die Laufzeit von im Mittel 2160 Stunden bleibt vorläufig bestehen.

Me

gez. Meier

Anlagen:

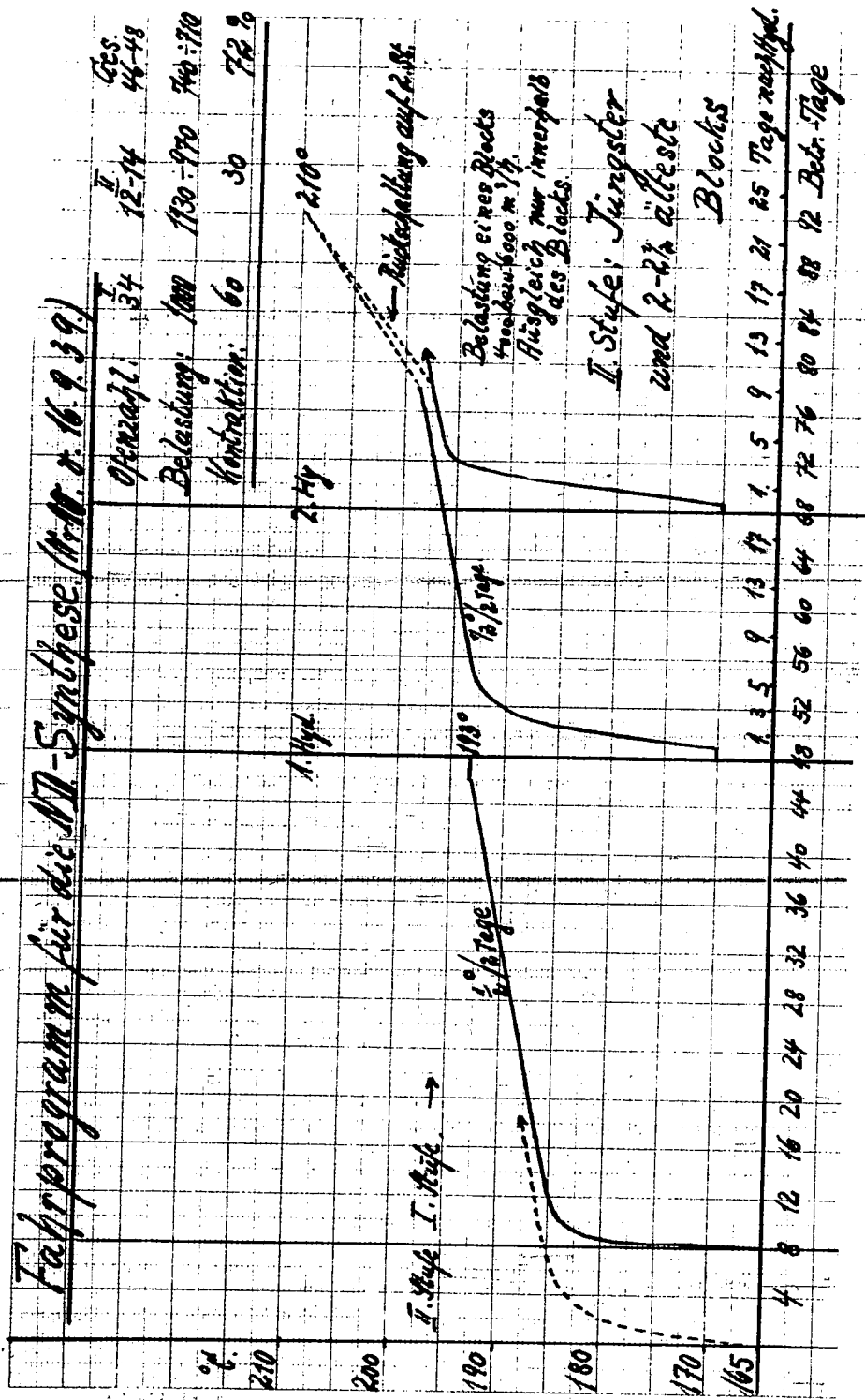
- 1 Entleerungsplan.
- 1 Temperaturprogramm.

Ddr. Akten Synthese
Hr. Dir. Alberts
Hr. Dr. Schnuff
Hr. Meier

000055

Fahrprogramm für die AD-Synthese (Nr. o. 16.9.39)

Opentahl.	I	II	Ges.
	34	12-14	46-48
Belastung:	1000	1130-970	740-710
Kontraktion:	60	30	72%

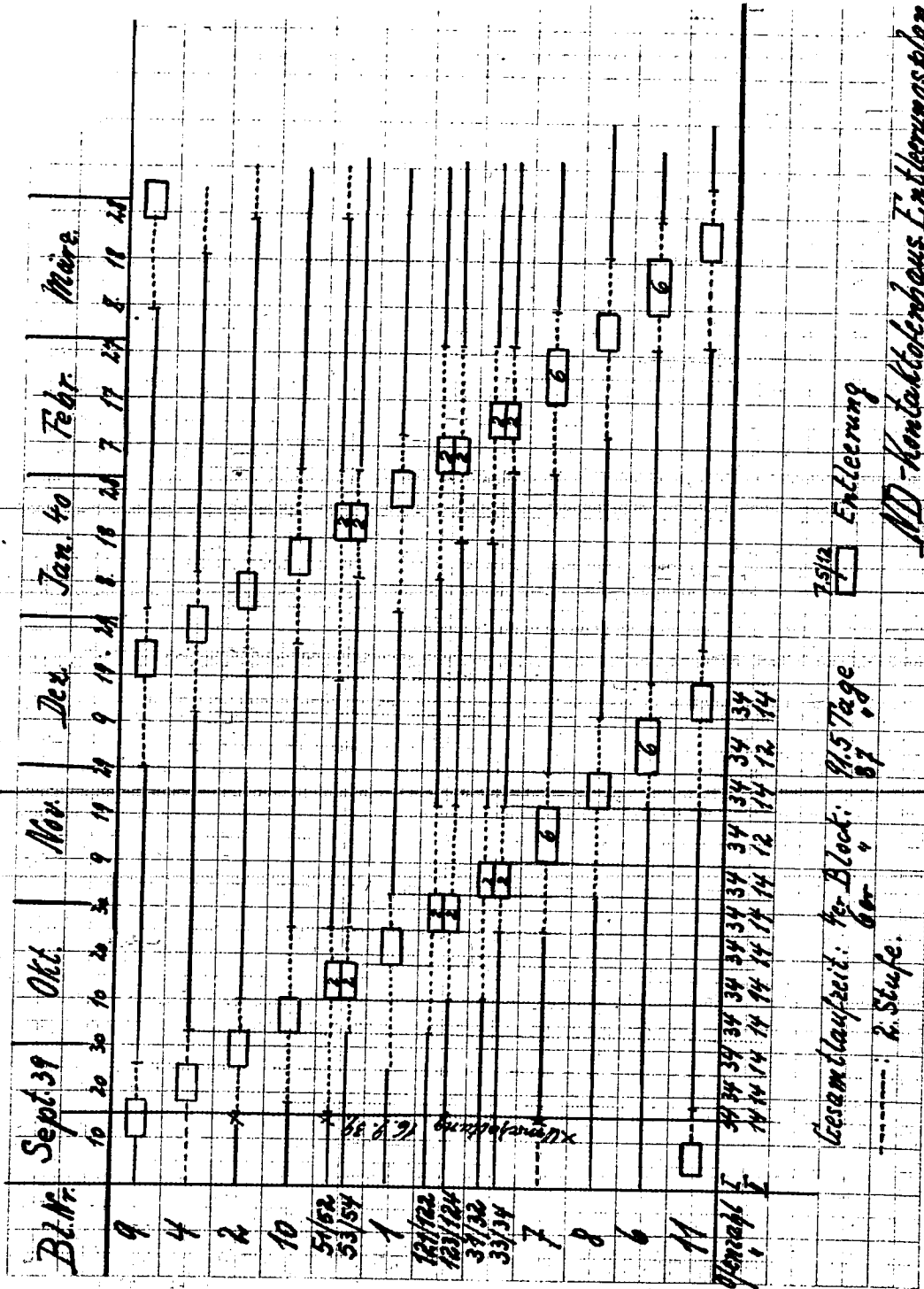


4 8 12 16 20 24 28 32 36 40 44 48 52 56 60 64 68 72 76 80 84 88 92

1 3 5 9 13 17 1 5 9 13 17 21 25

72 Tage notwendig.
12 Betr.-Tage

000 655 B



000656

DVA 53	MP-Systeme im Ofen gleicher Bauart (Kammernum - Defizite)	mit Bauartnummern	ausgegebenen	Seiten	Beurteilungen						
Defizite im Vergleich	Ofen Nr.	Versteckter Inhalt	geschätzte Ofen-Temp. in °C	% Kohlenstoffgehalt	% CO ₂ im Gas	Produktionsmenge in t/Tag	Produktionsmenge in t/Tag	Produktionsmenge in t/Tag			
Juni 1938	702, Normalkammer	107	148	70	1853	62.2	75	19.8	110.5	1.97	
Oktober 1938	702, Normalkammer	24-81	108	76	1885	57.0	78.8	16.6	85.6	116.6	2.11
April 1939	702, Normalkammer	42	0.99	71.4	1909	57.2	72.8	17.3	79.2	114.6	2.11

Das dem vorstehenden Vergleich ist festzustellen:

- 1) Bei gleichen CO-Brennstoffen von 75% werden die gleichen praktischen Resultate erzielt. 116.5 - 118.5 g/1000 g Fe.
- 2) Die im Vergleich analytischen Feststoffgehalte die fast die gleichen praktischen Resultate an feinsten Produkten lassen sich mit:
 - a) aus einem Ofen mit geschätzter Temp. 148°C und 70% Kohlenstoffgehalt, sowie Temperatur im Ofen 1853°C, sowie Kohlenstoffgehalt im Ofen 62.2%
 - b) aus einem Ofen mit geschätzter Temp. 108°C und 76% Kohlenstoffgehalt, sowie Temperatur im Ofen 1885°C, sowie Kohlenstoffgehalt im Ofen 57.0%
- 3) Auffallend erhebt sich die Leistung der Ofen 107 und 108 im Vergleich zu den anderen Ofen. Die Temperatur im Ofen ist fast gleich, die Kohlenstoffgehalte im Ofen sind aber unterschiedlich. Dies ist auf die geringere Temperatur im Ofen 107 zu beziehen, die bei der gleichen Ofen-Temperatur im Ofen 108 zu einer höheren Temperatur im Ofen führt. Die Kohlenstoffgehalte im Ofen sind ebenfalls unterschiedlich.
- 4) Die Werte dieser Feststoffgehalte sind in der Festlegung des Produktes nicht zu berücksichtigen, da sich nur mit einer bestimmten Kohlenstoffgehalt im Ofen die gleiche Kohlenstoffgehalt im Ofen erzielen lässt.

26.6.39. *[Signature]*

Ruhbenzin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten
Betriebslabor I
F/7cht.

000657

Holten, den 17. Mai 1939.

Herrn Direktor A l b e r t s . . .

Betr.: Spezifisches Gewicht des Gesamtproduktes der Drucksynthese

In der Anlage ist das spezifische Gewicht des Gesamtproduktes der Drucksynthese, entsprechend dem Anfall vom 6.-7. Mai 1939 kurvenmäßig wiedergegeben und zwar für das Temperaturgebiet von 60 bis 15°C.

In der Zweiten Kurve ist für das Temperaturgebiet von 70 bis 20°C das spezifische Gewicht für ein Paraffin-Öl-Gemisch im Verhältnis von rd. 4 : 6, d.h. dem Anfall entsprechend, wiedergegeben.

1 Kurvenblatt

Ddr. H. Neweling
H. Dr. Schuff
Betriebskontrolle

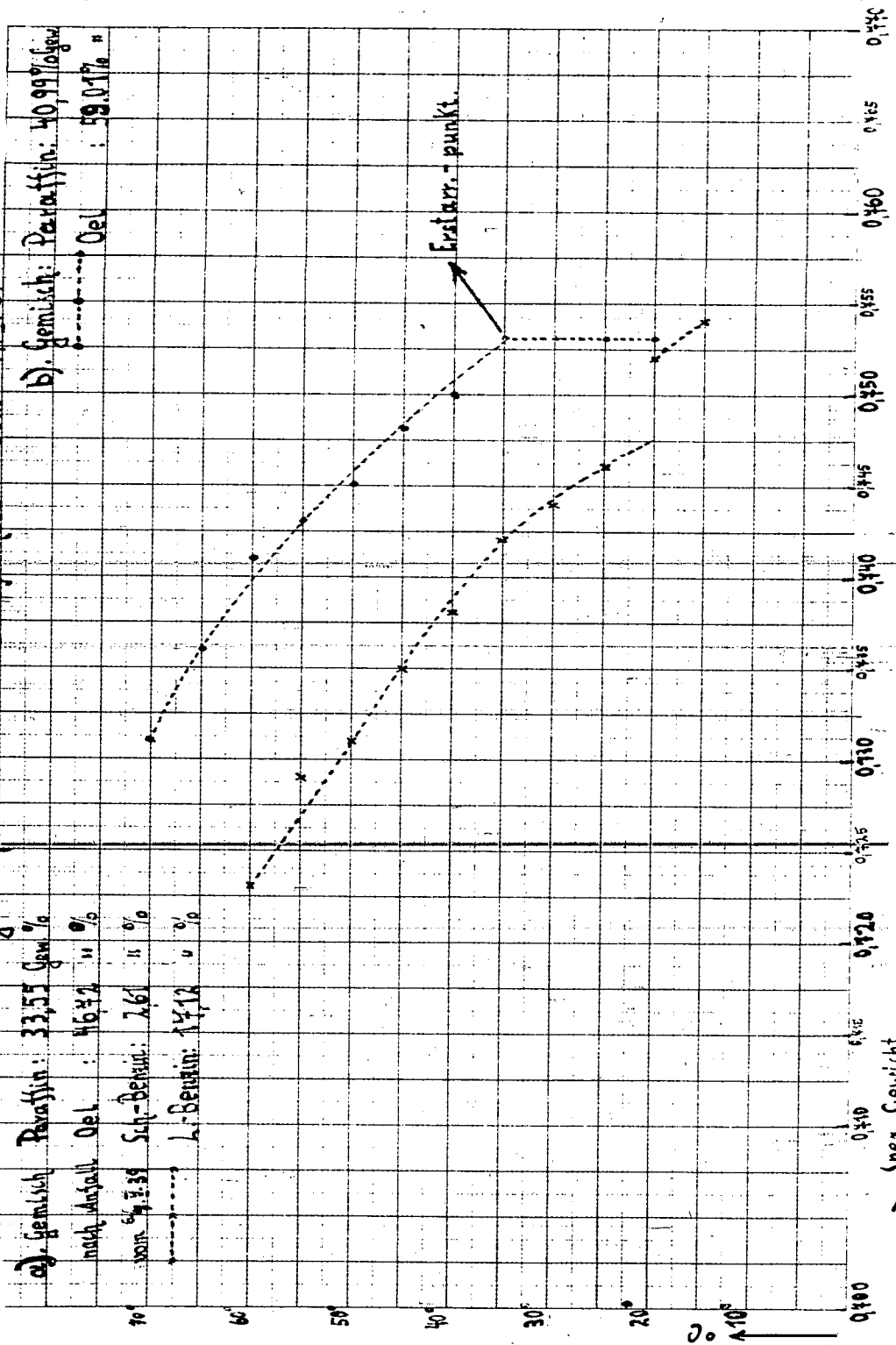


000658

Gesamtprodukt der D-Synthese vom 6/4 V 39

a) Gemisch Paraffin: 33,55 Gew. %
 nach Anfall Öl : 46,72 " %
 vom 6/4 V 39 Sch-Benol: 7,61 " %
 L-Benol: 17,12 " %

b) Gemisch: Paraffin: 40,99% Gew.
 Öl : 59,01% "



Erstarrpunkt

Spez. Gewicht

R.B. B-L-I

Holten, den 8. Mai 1939

000659

Betr.: Programm für die Normaldrucksynthese.

In der Besprechung vom 12.3. 39 (Alberts, Heweling, Schuff) wurde das Programm für die NS-Anlage vom Januar d. Js. (vgl. Aktennotiz 692 v. 13.1.39) teilweise abgeändert. Die einzelnen Punkte sind in der damaligen Reihenfolge aufgeführt und die Abänderungen zusätzlich vermerkt.

1.) Es bleibt bei einer Laufzeit der Kontakte von 3 Monaten.

2.) In Betrieb sind durchschnittlich 47 Öfen. Es müssen somit monatlich 16 Neukontakte eingesetzt werden.

3.) u. 4.) Das damals aufgestellte Entleerungs- und Füllprogramm hat sich als durchführbar erwiesen und bleibt bestehen. Für Entleerung, Reparaturen und Füllungen waren 7,5 Tage pro Block eingesetzt worden. Für einen Sechserblock muss mit 10 - 12 Tagen gerechnet werden.

5.) Die Ofenbelastung soll weiterhin 720 Nm³/h/Ofen betragen. Für 47 Öfen im Mittel ergibt sich ein Synthesegasinsatz von 34 000 Nm³/h.

Die Ofenbelastung soll in Abänderung des früheren Programms nunmehr für beide Stufen 1000 Nm³/h in jeder Fahrperiode des Kontaktes tragen. Früher stellte diese Belastung ein Mittel dar, das sich als 1 200, 1 000 und 800 Nm³/h in 3 Fahrperioden zusammensetzen sollte.

Es sollen in Stufe I 34 - 32 Öfen, in Stufe II stets 14 Öfen laufen.

In den beiden Stufen sind Kontraktionen nach CO₂ von 60 % bzw. 40 % anzustreben.

Es wird weiterhin vereinbart:

6.) Neukontakte werden getrennt in die Stufen eingesetzt, für die sie über die ganze Laufzeit vorgesehen sind d.h. die bisher übliche Umschaltung der Neukontakte aus Stufe II in Stufe I nach etwa 30 Tagen fällt weg. Praktisch werden die für Stufe I vorgesehenen Kontakte nach 24 h in Stufe II angefahren und die Temperatur so gehalten, daß eine mäßige Kontraktion von etwa 30 % nicht überschritten wird, damit keine Anfangskontraktionen beim Umschalten vermieden werden.

Mit dieser Art Kontakteinsatz soll erreicht werden, daß die Öfen beider Stufen das gesamte Temperaturgebiet von Anfang an durchlaufen, während das bisher nur bei der Stufe II der Fall war,

Stufe I aber erst oberhalb 193° arbeitete d.h. für die eine gewisse Laufzeit im Bereich günstiger Verflüssigung verloren ging.

Im Zusammenhang mit der gegen früher niedrigeren Belastung der Stufe I auch in der 1. Fahrperiode ergibt sich voraussichtlich die Möglichkeit, die Lage des Temperaturniveaus im bisherigen Fahrprogramm zu senken, also in Hinsicht auf die Verflüssigung günstiger zu liegen. Diese Möglichkeit soll im Ofenbetrieb praktisch festgestellt werden. Zum Anhalt wird ein entsprechendes Programm aufgestellt, nach dem versucht werden soll, auch durch öfteres Hydrieren die Temperaturlage zu senken.

Im Entleer- und Füllprogramm wird gleichzeitig festgelegt, welche Öfen jeweils in den beiden Stufen angefahren werden, damit der Einsatz von Neukontakten auf die beiden Stufen entsprechend verteilt ist.

7.) Bei einer Laufzeit der Kontakte von 30 Tagen wurde bisher nur 1 Hydrierung der Öfen von Stufe I vorgenommen und zwar nach etwa 60 Tagen (davon 30 Tage in Stufe II). Die dann erreichte Synthesetemperatur betrug laut Programm 202°. Die Hydrierung selbst erfolgte bei der maximal erlaubbaren Aufheiztemperatur von etwa 200°.

In Zukunft sollen die Kontakte der Stufe I, die nunmehr praktisch von Anfang an darin liegen, nach Erreichung von niedrigeren Synthesetemperaturen öfter hydriert werden. Als Anhaltstemperatur wird 193° für die 1. Hydrierung angesetzt. Grundsätzlich soll die Zahl der Hydrierungen nicht festgelegt werden, sondern jeder Kontakt zum 1. Mal nach Erreichung von 193° und deutlichem Abfall seiner Kontraktion z.B. unter 60 % unabhängig von der Fahrzeit hydriert werden. Weitere Hydrierungen schliessen sich nach Bedarf so an, daß z.B. die 2. Fahrperiode bis 196°, die 3. Fahrperiode bis 198° ausgedehnt wird. Die Hydriertemperatur soll weiterhin so hoch wie eben möglich liegen.

Meyer

Benzingewinnung.

Zeitaufwand für die ND.-Ofenentleerung.

(Durchschnitt Jan. bis April 1939).

Für 1 Ofen.

Vorbereitung der Düsenextraktion	8 Std.
Düsenextraktion	8 "
Trocknung	20 "
Entleerung mit Redler einschl. Vorbereitung	12 "
Nacharbeiten, Stochern, Ausblasen	50 "
Reparaturen und Kontrolle	26 "
Füllen und Verschrauben	10 "
Eigntl. Arbeitszeit f.d. einzelnen Ofen	134 "
Wartezeit bedingt durch Entleerung im Block	34 "
	168 "
Anheizen und Anfahren	12 "
Gesamtstillstand	180 Std.
	= 7 1/2 Tage.

Arbeitsstundenaufwand der Entl.-u. Füllkolonne.

Für 1 Ofen.

Vorbereitung der Düsenextraktion	40 Std.
Düsenextraktion, Feuerwache	10 "
Betrieb	8 Std.
Trocknung	do. 5 "
Entleerung mit Redler einschl. Vorbereitung	120 "
Nacharbeiten, Stochern u. Ausblasen	400 "
Reparaturen und Kontrolle	100 "
Betrieb	5 Std.
Schlosser	24 "
Füllen und Verschrauben	75 "
Entl.-u. Füllkolonne	745 Std.
Betrieb u. Schlosser	42 Std.
Gesamtarbeitsaufwand:	787 Std.

Rudolfsberg'sche Aktien-Gesellschaft
Oberhausen, Holten

Holten, den 3.5.39.
RB.BG.Meil./Htg.

Benzingewinnung.

900002

ND.-Ofenentleerungen 1.1.1939 bis 30.4.1939.

In dieser Zeit wurde zur Entleerungsvorbereitung ausschliesslich die Düsenextraktion mit durchschn. 25 m³/Ofen Schwerbenzin benutzt. Die Paraffingehalte im ausgebrauchten Kontakt sind noch stark wechselnd von 4 - 35 %. Es wird versucht, durch Veränderung der Durchlaufgeschwindigkeit, Temperatur, Vorextraktion mit Gasöl und evtl. andere Düsen diese Resultate zu verbessern. Für die Entleerung hat die Extraktion im allgemeinen genügt, wenn auch die Öfen, die schon seit längerer Zeit durch verbogene Lamellen in schlechtem Zustande sind, immer wieder dieselben Schwierigkeiten machen. Es sind dies insbesondere:

Ofen 13 u. 14, Bl. 3, 4, 5, Ofen 101 u. 102.

Die Durchschnittsstärke der Entleerungskolonnen betrug 42 Mann, die in 3 Schichten arbeiteten. Die durchschnittlichen Arbeitsstunden pro Monat betragen 11 200, die Zahl der entleerten Öfen war 15, und der Arbeitsaufwand pro Ofen 745 Stunden.

Meier

Meil. (Zusammenfassung der Aufstellungen Zeitverwand)

000663

Bericht über die Drucksynthese in der DVA
von 11.3. bis 26.3.1939.

Ofen 1 (Weitrohr von 75 mm \varnothing mit Blecheinbauten) wurde durch langwieriges Stoßern entleert (2 - 3 mm Normalkorn). Zur Erprobung dieser von Krupp-Essen ausgeführten Ofen-Kontraktion für die Mitteldruck-Synthese wurde der Ofen zum zweiten Mal mit Normal-Nischkontakt 2 - 3 mm gefüllt:
100 Co, 5,00 ThO₂, 7,86 MgO, 182 Kgr.
Schüttgewicht: 320 (nach Ofen-Vol.)
Reduktionswert: 62 %
Kobaltdichte: 96

Erst nach Absättigung des Kontaktes und einer längeren Fahrperiode bei einem CO-Umsatz von red. 75 % können über Vergasung, Verflüssigungsgrad und Lebensdauer des Ofens genauere Angaben gemacht werden

Ofen 2 wurde nach Beendigung des Versuchsprogramms am 17.3 nach 31 Tagen Laufzeit ausser Betrieb gesetzt. Bei der Entleerung wurde wasserseitig eine undichte Schweißnaht festgestellt.

Die über 16 Stunden mit H₂-N₂ bei einer Temperatur von 198 - 199°C durchgeführte Entparaffinierung war ohne Erfolg (nur 5 - 6 Gew.% an flüssig. Prod. + CH₄ bez. auf den eingesetzten Kontakt wurden hierbei herausgebracht).

Die Restbeladung des Kontaktes, an Paraffin betrug nach der Auswaage noch rund 128 Gew.% bez. auf den red. eingesetzten Kontakt. Hiernach scheint die Entparaffinierung eines verdünnten Kontaktes, der zur Erzielung grösserer Benzinausbeuten bei höherer Temperatur betrieben wurde (210 - 216°C), bei Behandlung mit H₂-N₂ unterhalb dieser Temperatur nicht möglich zu sein.

Ofen 3 war wasserseitig nicht mehr abzudichten. Der Ofen wird von Mannesmann Witten mit normalen Doppelrohr-Elementen versehen.

Ofen 4 -Engrohr-Ofen 10 mm \varnothing - ist wiederum zur Feststellung der Vergasung, Verflüssigungsgrades und Lebensdauer eines Ofens mit grosser 100 % wasserberührter Wärmeleitfläche (rd. 0,40 m²/Liter Kontakt) mit Kirschorn-Mischkontakt 0,8 - 1,5 mm gefüllt (in der Katorfabrik ohne Staubrückführung hergestellt):

100 Co, 5,55 ThO₂, 7,58 MgO, 170 Egr
Schüttgewicht: 374 (nach Ofen-Vol.)
Reduktionswert: 53 %
Kobaltdichte: 114

Der Ofen wurde wie gewöhnlich unter allmählicher Steigerung der Temperatur bis auf einen CO-Umsatz von 75 % gefahren, wobei die CH₄-Bildung bez. auf das umgesetzte IX CO, abgesehen von den ersten drei Betriebstagen, wo sie ohnehin geringer ist, rund 12 - 13 % betrug. Der Ofen ist am 26.3. erst 7 Betriebstage alt, weshalb über den bisherigen Versuchsverlauf nichts gesagt werden kann.

Ofen 8 ist mit dem gleichen Normal-Mischkontakt 2 - 3 mm wie Ofen 1 gefüllt und soll dem Versuch des „Einfluss der Richtung des Gasweges von unten nach oben dienen, wenn es nicht notwendig wird, diesen Ofen unter normalen Bedingungen als Parallel-Versuchs-Ofen 1 zu fahren.

Der in Ofen 1 und Ofen 8 eingesetzte Normal-Mischkontakt 2 - 3 mm ist aus KÜBEL RCH 13, Kenn Nr.780; er wurde gleichzeitig in Ofen 332 der RE eingefüllt

Ddr.: A,
F,
EG,
Ma,
Re,

Betr. Kontrolle

Holteln, den 16.3.1939.

Schu./Mo.

930085

Herrn Dipl.-Ing. W i l k e.

Bezn.: Belastungsversuche an Einzelöfen der HD-Anlage.

Belastungsversuche im Bereich 700 bis 1000 Nm³/h zu Sy-Gas I wurden im Sept./Okt. 1938 bei verschiedenen Öfen vorgenommen, die zwecks Ausbeutebestimmung auf die Versuchsanlage geschaltet waren. Es sollte festgestellt werden, wie sich Aufarbeitung und Ausbeute verschieben wenn im Sinne unseres Fahrprogramms und der auch bei anderen Werken durchgeführten Methode die Belastung mit fortwährendem Alter der Kontakte allmählich gesenkt wird. Nach dem Programm kam eine mittlere Belastung von 1000 Nm³/h Sy-Gas I über die gesamte Laufzeit von 4 Monaten dadurch zustande, dass in den 3 durch Hydrierungen markierten Fahrperioden die Belastungen 1200, 1000 und 800 Nm³/h betragen. Die Versuche ergaben, dass 100 g/Nm³ Id-Gas bei einem Alter von etwa 70 Tagen noch mit 1100 Nm³/h Sy-Gas I, bei einem Alter von etwa 130 Tagen nur noch mit 700 Nm³/h Sy-Gas I erreicht wurden. In letzterem Falle ergibt sich bei 1000 Nm³/h Belastung nur noch eine Ausbeute von etwa 50 g/Nm³ Id-Gas.

In den Besprechungen zwischen RCH, IG, IG- und amerikanisch und holländischen Firmen im November 1938 ergab sich unter anderem die Frage nach der Ofenleistung in Abhängigkeit von der Gasbelastung. Vorgelegt wurden Erfahrungen, welche sich wohl eine beachtliche Steigerung der Ofenleistung mit steigender Belastung bei Laufzeiten bis zu 500 h ergibt, mit dem Altern der Kontakte aber ein gewisses stärkeres Abfall eintritt, dass über die gesamte Laufzeit gesehen wahrscheinlich bei 1700 Nm³/t CO die optimale Ofenleistung liegt.

Der Synthesebetrieb hat inzwischen mehrere Öfen verschiedenen Alters im Belastungsbereich 800 bis 2500 Nm³/h Sy-Gas I auf ihre Gasaufarbeitung hin untersucht. Aus der rechnerisch ermittelten, absolut umgesetzten CO-Menge wurde auf die Ofenleistung geschlossen.

Die Belastungsversuche wurden an 4 Öfen durchgeführt. Zu bemerken ist hierzu, dass alle Öfen auf Stufe II angefahren und nach verschiedenen langen Zeiten auf Stufe I umgeschaltet waren. Die Versuche wurden nun in 2 Fällen (Of. 1 u. 103) 3 Tage nach dieser Umschaltung bei Gesamtlaufzeiten von 45 und 41 Tagen vorgenommen,

wobei gleichzeitig die Temperatur von 196° auf 191° gesenkt worden war und am Versuchstag 192° betrug. In 2 weiteren Fällen (Of. 114 u. 104) geschah die Umschaltung ohne Temperatursenkung und der Belastungsversuch wesentlich später bei Temperaturen von $201,5^{\circ}$ und 203° und Gesamtlauzeiten von 60 bzw. 120 Tagen.

Bei der Gegenüberstellung der absolut umgesetzten CO-Menge und der CH_4 -Bildung zeigt sich, dass Ofen 114 (Eirichkorn, etwa 1300 kg Co, 60 Tage Laufzeit, $201,5^{\circ}$) mit dem höchsten CO-Umsatz auch die größte CH_4 -Bildung aufweist, Ofen 12 d gegen (Normalkorn, etwa 950 kg Co, 45 Tage Laufzeit, Temperatursenkung bei Umschaltung von Stufe I auf II, 192°) bei wesentlich geringerem CO-Umsatz gleichzeitig eine sehr viel geringere CH_4 -Bildung zeigt. Es ist daher denkbar, dass in beiden Fällen die verflüssigten CO-Mengen d.h. die Ofenleistungen identisch sein können. Bei dem wesentlich älteren Ofen 104 (Normalkorn, etwa 950 kg Co, 120 Tage Laufzeit, 203°) ergibt sich naturgemäß ein geringerer CO-Umsatz bei gleichzeitig hoher CH_4 -Bildung, d.h. eine sehr viel niedrigere Ofenleistung.

Bei der Auswertung des Analysematerials sind folgende Punkte zu beachten:

- 1.) Für die Berechnung des CO-Umsatzes mußte die Kontraktion nach CO_2 benutzt werden. Mit Rücksicht auf die bei der Synthese gebildeten CO_2 ist also der tatsächliche CO-Umsatz niedriger.
- 2.) Eine rechnerisch einwandfreie Erfassung des Vergasungsgrades - CO_2 , CH_4 , Gasol-, der im wesentlichen eine Funktion der ~~Temperatur und des Kontaktalters ist~~, kann aus gasanalytischen Daten nicht erfolgen. Es wurde daher die Ofenleistung aus dem absolut umgesetzten CO unter der Annahme eines gleichmäßigen Verflüssigungsgrades von 60 % berechnet, wie im Durchschnitt aus den Monatsmittelnwerten bei zweistufigem Arbeiten hervorgeht. Im Bilanzschema der ED-Synthese wurde den anderen Firmen ein Verflüssigungsgrad von 69 % angegeben entsprechend einer um 15 % höheren Ofenleistung.
- 3.) Die Gegenüberstellung von CO-Umsatz und CH_4 -Bildung berechtigt zur Annahme, dass Fälle möglich sind, wo bei verschiedenen Temperaturen der Gesamtumsatz verschieden hoch ist, und gleichzeitig die Vergasung so liegt, dass die verflüssigte CO-Menge doch dieselbe und sogar kleiner sein kann bei höherem CO-Umsatz. Es ergeben sich dann gleiche Ofenleistungen, während unter der Annahme eines gleichmäßigen Verflüssigungsgrades verschiedene Ofenleistungen errechnet sind, die nur abhängig sind von der Höhe des Gesamtumsatzes.

Zusammenfassend kann mit Rücksicht auf die angeführten Punkte gesagt werden, dass abgesehen von einem überalterten Kontakt sehr wahrscheinlich die wahren Ofenleistungen gegenüber den errechneten untereinander nicht sehr verschieden und insgesamt niedriger sind. Bis zu 2500 Nm³/h Belastung dürfte ein durchgängig linearer Anstieg der Ofenleistung noch angenommen werden. Bei einem gleichmäßigen Verflüssigungsgrad von 60 % errechnet sich eine Ofenleistung von etwa 2,2 tato bei 1000 Nm³/h Sy-Gas I und 2,8 tato bei 2000 Nm³/h für Laufzeiten von 40 - 60 Tagen und Temperaturen von 192 - 200°. Bei einem Kontakt von 120 Tagen Laufzeit und einer Temperatur von 203° ergeben sich entsprechend 1,7 und 2,1 tato Ofenleistung.

Durchdruck
Alberts
Feist
Neveling
Schaack
Schuff

Zeit	Belastung kW/h	Endanalyse							Kontraktion nach O ₂	CO-Umsatz		Σ O ₂ aus CO-Umsatz
		O ₂	C ₂ H ₆	O ₂	CO	H ₂	O ₂	H ₂		Σ	kW/h	
12 12,5° 45 Tage	100	4,7	2,3	0,1	12,9	26,1	9,1	10,9	65,3	86	232	11
	100	28,9	2,0	0,2	26,5	35,8	4,7	7,9	91,8	86	232	10
	100	28,1	1,5	0,1	23,0	41,8	2,8	6,9	41,1	91	231	7,5
	250	21,5	0,8	0,2	24,5	46,1	2,0	5,9	33,9	41,5	230	4,4
12 12,5° 41 Tage	80	46,9	2,2	0,2	7,8	18,8	11,5	12,8	89,5	91,5	250	11,5
	100	38,3	2,1	0,1	15,8	27,5	8,3	12,1	80,8	78	318	8,7
	100	27,6	1,5	0,2	20,7	38,7	5,0	8,3	48,3	60	333	11,7
	200	26,1	1,3	0,3	22,9	41,1	3,3	7,0	41,2	32	337	9,4
12 24,5° 91 Tage	80	48,4	1,7	0,2	4,0	18,8	21,4	9,5	88,4	85,5	281	23,0
	100	34,2	2,2	0,1	10,9	28,7	13,7	8,2	38,8	73	318	23,4
	100	28,2	1,9	0,2	18,4	33,4	9,9	6,5	48,9	64	322	25,1
	200	26,1	1,8	0,1	21,6	37,9	7,8	6,1	42,7	55,5	322	20,4
12 24,5° 121 Tage	75	36,8	1,8	0,1	12,2	28,6	16,1	9,4	61,7	83	175	21,2
	80	34,2	1,5	0,1	17,0	32,7	9,7	8,8	52,6	70,5	188	20,9
	100	23,0	1,4	0,2	22,0	40,7	5,5	7,4	37,7	50,0	201	20,8
	100	21,2	1,2	0,1	22,9	46,9	3,8	4,9	32,0	44,0	237	18,2
	200	19,5	1,0	0,2	24,2	46,0	3,1	6,0	27,1	38,9	246	16,1

000669

Offen 103 N/3 / 41 Tage / 192.5° / gemittelt
Offen 104 N/3 / 45 Tage / 192.0° /
Offen 105 E/3 / 61 Tage / 191.5° / not gemittelt
Offen 104 N/3 / 41 Tage / 193.0° /

Temperatur
Umschaltzeit
Vom S.F.K.
auf S.F.K.

100 % vomfr.

90

80

70

60

50

40

30

20

10

10

20

30

40

50

60

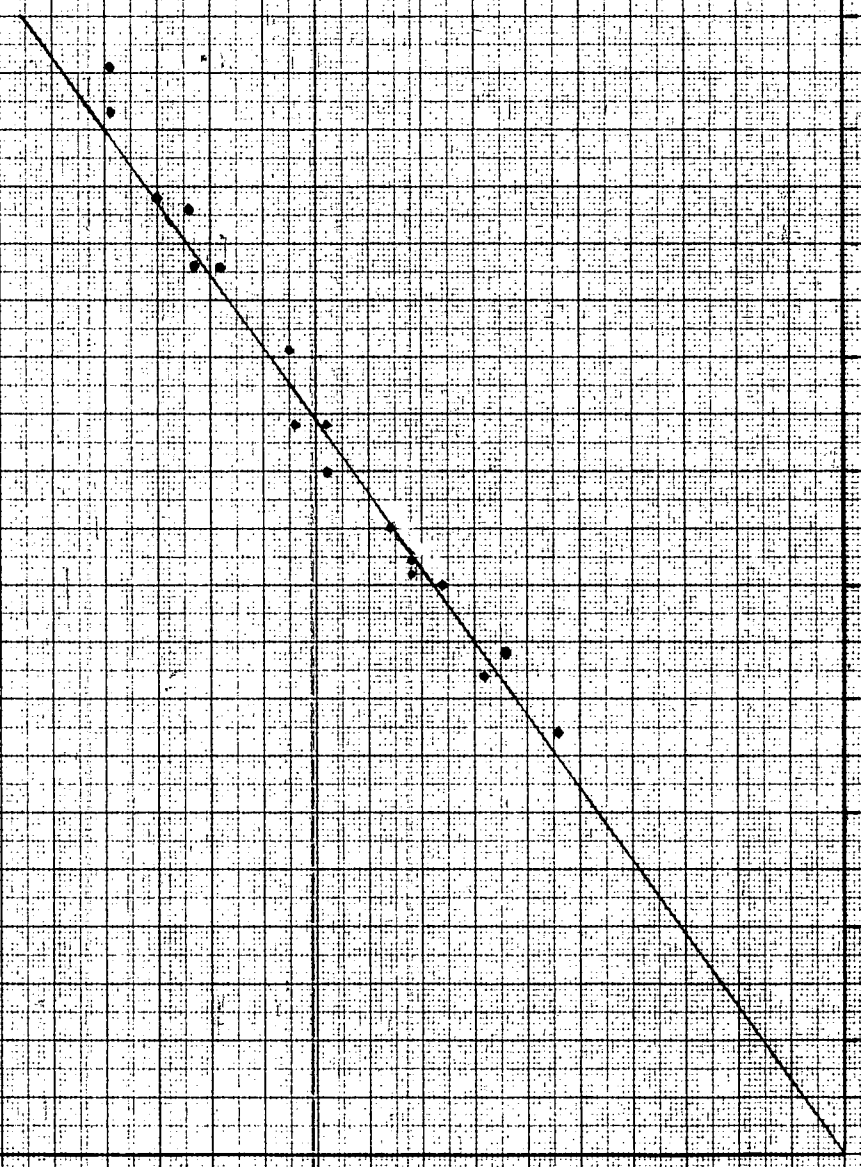
70

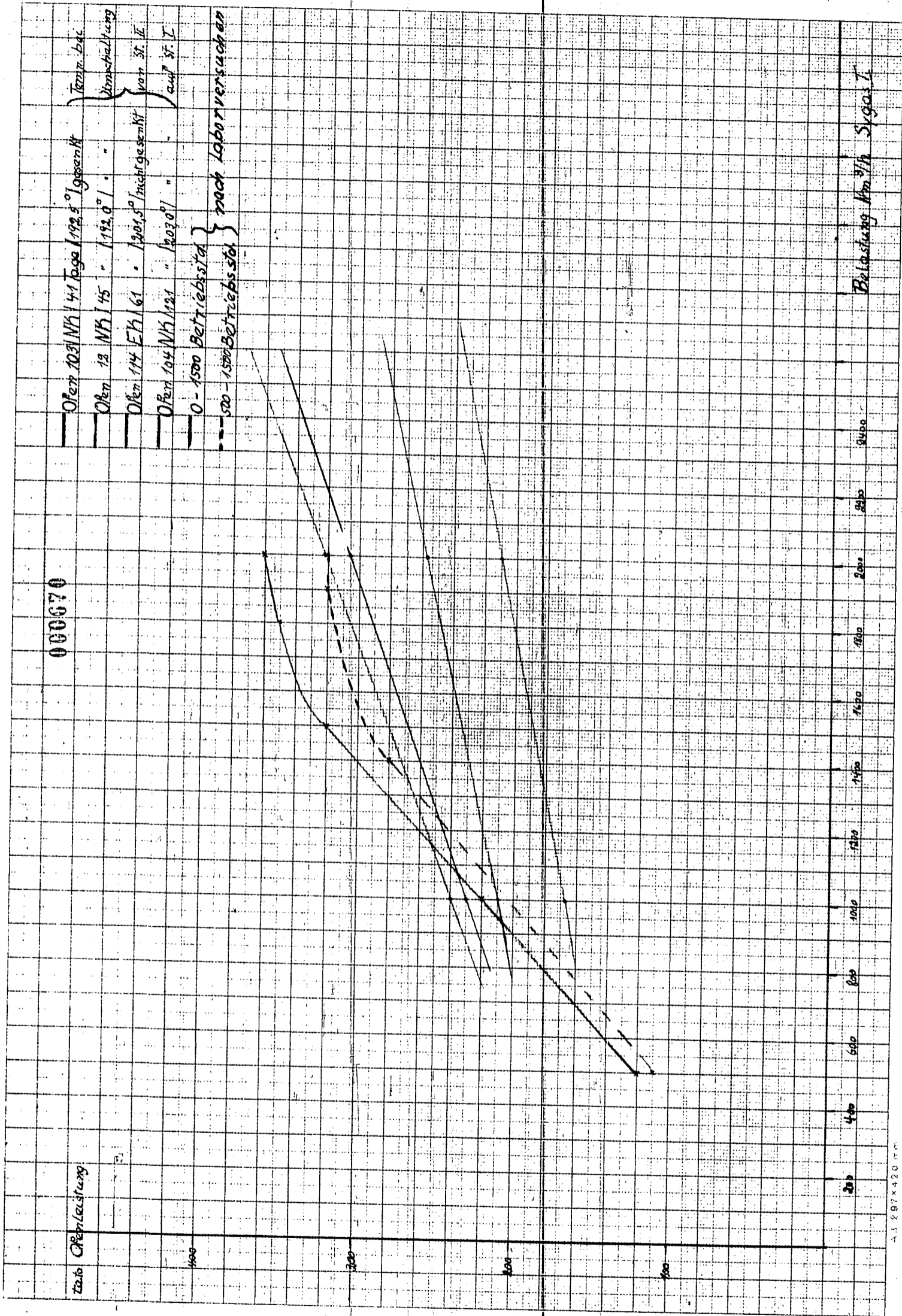
80

90

100

100 % 80-Umsatz.





000672

Aktennotiz

über die Besprechung ^{xx} der RB
mit

Verfasser: Dr. Velde

in Oberh.-Bolten am 30.12. 1938.

Anwesend: Hr. Prof. Dr. Martin,
" Dir. Alberts,
" " v. Asboth,
" Dr. Bahr,
" " Biermann,
" " Drehschmidt,
" " Feist,
" " Mehrke,
" " Neweling,
" " Noelen,
" " Schuff,
" " Tramp,
" " Wilke,
" " Velde.

Durchdruck an:

Hr. Prof. Martin
" Dir. Bagemann
" " Alberts
" " v. Asboth
" Dr. Bahr
" " Biermann
" " Drehschmidt
" " Feist
" " Mehrke
" " Neweling
" " Noelen
" " Schuff
" " Tramp
" " Wilke

Zeichen:

Datum:

Abtlig. B. II V/stg. 9.1.1939

Betrifft: Stand der Holzdruck- und Druck-Synthese.

Die Besprechung fand zur Vorbereitung auf die nächste Erfahrungsaustauschsitzung statt, um eine einheitliche Stellungnahme vorzubereiten.

Schuff berichtet zunächst anhand einer zusammenfassenden Darstellung über die Ergebnisse bei den einzelnen Werken. Ruhland, das z. Zt. am gleichmäßigsten führt, hat ein Durchschnittsofenalter von 1300 Stunden, entsprechend einer ebendauer von 10 - 11 Tagen bei einer mittleren Belastung von $917 \text{ m}^3/\text{fen.}$ Der Kohlenoxyd-Umsatz beträgt dabei 90 - 92 %. Die Ausbeute an flüssigen Produkten 118 g/m^3 1-Gas. Eine genaue Auswertung von Stufe I und II einzeln ergibt, daß Stufe I einen höheren Verflüssigungsgrad hat als Stufe II. Rechnet man auf 3 % Kohlenoxyd-Umsatz, so bringt die I. Stufe 122 g/m^3 gegen 106 - 108 g bei der zweiten Stufe. Nach den vorliegenden Unterlagen ist es z. Zt. möglich, die garantierte Ausbeute von 120 g/m^3 im Durchschnitt während 3 Monate zu erreichen, während man bisher bei viermonatlicher Laufzeit im Mittel mit 115 g/m^3 rechnen muß bei 90 %igem Kohlenoxydumsatz und $710 \text{ m}^3/\text{fen.}$, das entspricht einer

Leistung von 1,65 t. Es muß angestrebt werden, 120 g wenigstens für 4 Tage zu erreichen.

Bei der genaueren Untersuchung der Beziehung zwischen Ausbeute und Kombination hat sich ergeben, daß bei allen Versuchen außer bei Ruhrbenzin eine zusätzliche Kohlenwasserbildung zu beobachten war, die 12 - 16 % des Kohlenoxyd-Satzes ausmachte. In letzter Zeit ist durch genaue Beobachtungen der Stickstoff-Extraktion mittels Stickstoff-Einbestimmungen auch bei der Ruhrbenzin C_2 -Bildung festgestellt worden. Der Ausbeute-Verlust durch Kohlenwasserbildung beträgt etwa 7 - 8 g/m³. Da durch die Ethanbildung ein Verlust in etwa der gleichen Größe eintritt, ist es speziell für die Ruhrbenzin, infolge deren hoher Siedepreise, wichtig, zu untersuchen, welche Möglichkeiten zur Entdrückung der Kohlenwasser- und Ethanbildung vorhanden sind. Obwohl Kohlenwasser und Ethan in etwa der gleichen Menge bei der Synthese in roßetrieb auftreten, ist die Ursache eines evtl. Zusammenhanges bei den Reaktionen noch nicht restlos geklärt. Aus den Labor-Versuchen geht hervor, daß dort ein solcher Zusammenhang nicht besteht.

Die Ursache der Ethanbildung ist ebenfalls noch ungeklärt. Nach einer Auffassung läßt sie sich vollkommener unterdrücken, wenn es möglich wäre, durch Verbesserung des Wärmeüberganges jede Überhitzung im Kontakt zu vermeiden. Andererseits ist aber diese ideale Wärmeüberführung nicht von aussagen, aber der Bedeutung, wenn die flüssigen Produkte und z.T. auch Ethan durch Crack-Reaktionen aus den höher-molekularen Produkten gebildet werden. Durch Verbesserung der Reaktionsbedingungen bis auf 1 bar und damit wesentlich verbesserte Wärmeüberführung ist es möglich gewesen, die Ethanbildung bis auf etwa 1 % des Kohlenoxyd-Satzes herabzusetzen. Es sollten noch weitere Versuche nach dieser Richtung hin durchgeführt werden, wobei vor allem zur Eliminierung des Anzeigeflusses und der Umverteilung für jede Reaktionsbedingung verschiedene Parameter untersucht werden sollten.

Es wird bemerkt, auf welches Ziel es möglich ist, die Leistung an flüssigen Produkten zu erhöhen. Im Falle, daß sich die Ethanbildung nicht restlos unterdrücken läßt, muß die Ethanabspaltung des restlichen Ethans erfaßt werden. An kann dann auch

eine Fahrweise in Betracht ziehen, die zwar etwas mehr Methan bringt, dafür aber eine höhere Ofenleistung ergibt. Man würde in diesem Falle die Ofen mit höherer Belastung fahren und zur Steigerung des Umsatzes etwas schneller die Temperatur erhöhen. Die bereits erwähnte Spaltung des Gases wird bei der Ruhrbenzin bereits durchgerechnet; dabei soll neben dem Kasag-Verfahren auch die Methanspaltung nach dem Prozess der Gurgel in Betracht gezogen werden, der mit Sauerstoffzugabe und in Anwesenheit von Katalysatoren arbeitet und besonders wirtschaftlich sein soll.

Über die Mitteldrucksynthese soll bei der Erfahrungsaustauschsitzung möglichst wenig gesagt werden. Sollte die Sprache darauf kommen, so soll nur mitgeteilt werden, daß die Synthese jetzt annähernd 4 Wochen bei 5 atü in Betrieb ist und daß wir damit beschäftigt sind, die Gasverteilung noch weiter zu verbessern.

In Zusammenhang mit der Mitteldrucksynthese steht die Verarbeitung des anfallenden Paraffins. Da die Fettsäurefabriken festgestellt haben, daß nur die zwischen 320 u. 460° siedenden Anteile direkt oxydiert werden können, sind etwa 70 % des primär anfallenden Druckparaffins im Originalzustand zur Oxydation verwertbar. Infolge einer etwas starken Propaganda der Fettsäurewerke ist bei der Reichsstelle der Eindruck erweckt worden, als ob das Syntheseparaffin überhaupt nicht brauchbar wäre. Wir müssen also auch daran arbeiten, den Anteil höchst siedender Paraffine bei der Synthese herabzusetzen. Als erstes sollen Paraffine verschiedener Provenienz untersucht werden, u.a. Kreislaufparaffin und die in der Großsynthese bei 5 atü anfallenden Produkte, um Anhaltspunkte zu gewinnen, ob bei den verschiedenen Formen der Drucksynthese anders zusammengesetzte Paraffine entstehen.

Eine weitere Möglichkeit besteht darin, das primär anfallende hochschmelzende Paraffin auf einfachem Wege in niedrigschmelzendes überzuführen. Dazu sollen von uns einige Versuche ausgeführt werden, bei denen das flüssige Paraffin zusammen mit Wasserstoff bei höheren Temperaturen über Kontakt geleitet werden soll.

Über die Aufbesserung der Benzine mittels Bleicherdenbehandlung soll in einigen Wochen nochmals gesprochen werden, wenn weitere Unterlagen über die Bleierpfindlichkeit der mit Bleicherden behandelten Benzine beigebracht sind. Bisher ist beobachtet, daß

bei Mischungen von Spaltbenzin und Primärbenzine $0,4 \text{ cm}^3$ Blei/ltr. eine Erhöhung um 12 Punkte bewirken, $0,5 \text{ cm}^3$ eine Erhöhung von 14 Punkten und $0,6 \text{ cm}^3$ /ltr. eine solche von 16 Punkten.

Anschließend wird noch über einige Fragen der Kontaktfabrik gesprochen, insbesondere über die Inaktivierung des Kontaktes, die vor der Auflösung des ausgebrauchten Kontaktes erforderlich ist. Die Wasserdampfbehandlung hat in der Katalysatorfabrik recht unterschiedliche Ergebnisse gehabt. Behandelt man den ausgebrauchten Kontakt mit Wasserdampf von 8 atü und gibt dann heißes Wasser dazu, so wird er inaktiv; dagegen bleibt er aktiv, wenn er ohne vorherige Wasserdampfbehandlung nur unter Wasser gesetzt wird. Nach Beobachtungen von Feist wird ein Kontakt inaktiv, wenn Wasserdampf und Luft im Verhältnis 4 : 1 darüber geleitet werden; es entsteht dabei kein Wasserstoff. Nach Beobachtungen von Hoelen wird die Inaktivierung eines Kontaktes verbessert, wenn er vorher entgast worden ist. Es soll daher versucht werden, im Ofen selbst nach einer Wasserdampfbehandlung durch den Kontakt Kohlendioxid zu leiten, um ihn schon vor dem Ausfüllen zu inaktivieren. Auf der Erfahrungsaustauschsitzung soll möglichst über diese Inaktivierung nicht gesprochen werden und eine Erörterung darüber auf die nächste Sitzung verschoben werden.

Martin fragt nach den Erfahrungen über die Kontakte mit geringem Thorium-Oxyd-Gehalt (ThO_2 2,5 %). Bei der Ruhrbenzin läuft ein Kontakt mit gutem Erfolg, bei Rheinpreußen 3, die alle schlecht sind und Lauzel hat solche Kontakte nur in der zweiten Stufe. Da die Kontakte mit geringem Thorium-Gehalt besonders wichtig sind, weil ihre Regenerierung infolge Fortfalles der Thoriumstation besonders einfach wird, andererseits aber eine größere Sicherheit bieten als reine Manganoxid-Kontakte, deren einwandfreie Herstellung noch nicht restlos gesichert ist, sollen sie noch einmal genau untersucht werden, möglichst bei Ruhrbenzin, Rheinpreußen und Krupp.

Herrn Dr. Fritsch
Holten, den 21. Dezember 1938

Herrn Direktor A l b e r t s.

Betr: Inbetriebnahme der Drucksynthese und Übersicht v. 26.11.-17.12. 38

Die Inbetriebnahme der Anlage erfolgte am 26.11. mit den Blöcken 14, 15 und 16.

Die Füllung dieser und des Blockes 17 erfolgte mit Mischkontakten mit 5 % ThO₂. Einzelheiten ersieht man aus folgender Zusammenstellung.

Block 14 u. 15: Korngröße 2-3 mm. Normale Füllung.

Block 16 : Korngröße 2-3 mm. Ofen 163 u. 164 normale Füllung, Ofen 161 u. 162 Vorfüllung mit einer Kiesschicht von 50 mm Höhe.

Block 17 : Eirichkorn 2-3 mm. Vorfüllung mit einer Kiesschicht von 50 mm Höhe. Ofen 173 u. 174 sind so eingerichtet, daß die Gasführung von unten nach oben erfolgen kann. Um Kondensation und Herabtropfen von Produkten zu vermeiden, ist eine Art Glockenboden eingebaut. Inbetriebnahme infolge des Frostes verzögert.

Das Einfahren erfolgte bei zunächst niedrigerem Druck mit etwa 1000 m³/h Belastung ab 130° bei voll geöffnetem Entspannungsventil. Innerhalb 3-4 Stunden wurde während der weiteren Aufheizung der Druck gasseitig auf 5 atd gesteigert durch Drosselung des Entspannungsventils. Bei 168° waren die 12 Öfen nach insgesamt 8 Stunden vom Beginn der Gasaufgabe ab gerechnet in Reaktion. Bemerkenswert ist dabei, daß keinerlei plötzliches Ansteigen der Kontraktionen oder der CH₄-Werte beobachtet wurde.

Bei der weiteren Steigerung der Temperatur erreichten nach 24 h der Block 14 = 175°, Block 15 = 178° und Block 16 = 176°. In dieser Zeit wurden Kontraktionen um 50 % gemessen, wobei allerdings die Belastungen aus folgendem Grunde praktisch nicht bekannt waren. Für jeden Block ist nur 1 Mengemesser vorhanden, der mittels Umschaltvorrichtung auf die einzelnen Öfen gelegt werden kann. Diese hat versagt. Sofern die Belastungen zischendurch messbar waren, wurde festgestellt, daß bei ähnlichen Kontraktionen stark

unterschiedliche Belastungen zwischen 700 und 1200 m³/h eingestellt waren. Besonders auffallend war dieses bei Ofen 141, der bei hoher Belastung von 1300 m³/h etwa 60 % und bei Ofen 161, der bei sehr geringer Belastung nur 20 % Kontraktion zeigte. Mit Rücksicht auf die Gasverteilung in den Öfen war als untere Belastungsgrenze 300 m³/h angesetzt. Darüber musste die Kontraktion als Mass für die Belastung dienen. Die Schwierigkeiten bei der jetzigen Mengennmessung lassen es geraten erscheinen, eine sichtbare Mengennmessung für jeden Ofen zu schaffen.

Im Verlauf von 5 Fahrtagen wurde die Temperatur aller Öfen gleichmässig bis auf 185° gesteigert und weitere 5 Fahrtage bis zum 5.12. so gehalten. Von da ab vollzog sich die Temperatursteigerung etwa nach dem Programm der drucklosen Anlage.

Ab 4.12. kann die Mengennmessung nach Einbau von Einzelventilen anstelle der Umschaltblockventile als in Ordnung befindlich angesehen werden.

Im Folgenden ist eine Übersicht über die einzelnen Öfen nach dem Stand am 17.12. gegeben. Die Zahlen nach den Ofen-Nr. bedeuten nacheinander: Belastung/Kontraktion/CO im Endgas/CH₄ im Endgas.

<u>Block 14/22 Tage/190°:</u>	141	1300/65/18-16/12-14
	142	1100/63/ 17 / 13
	143	900/52/ 23 / 7-8
	144	1300/51/ 21 / 8-9
<u>Block 15/22-Tage/191,5°:</u>	151	1000/60/ 19 / 10-11
	152	1000/62/19-18/ 9-11
	153	900/52/23-22/ 8
	154	1300/61/ - / -
<u>Block 16/22 Tage/191,5°:</u>	161	800/37/ 24 / 3-5
	162	1000/60/ 20 / 10-11
	163	1000/59/ - / -
	164	1200/58/20-19/ 9

Für die gesamte Druckanlage bewegt sich seit dem 8.12. die Kontraktion nach CO₂ um 55 % und der CO-Umsatz um 65 %, während im Endgas der CO-Gehalt mit 21 % und der CH₄-Gehalt mit 8-9 % durchschnittlich angesetzt werden können.

Von besonderem Interesse ist die Tatsache, daß nach den 3 bisher erfolgten Stillständen keine nachteiligen Folgen für die Synthese beobachtet wurden. Nach den Erfahrungen bei den

Durchschrift

Versuchsöfen von Block 13 waren für den Anfahrbetrieb einige Massnahmen vorgesehen, die Überlegungsgemässe die damals beobachteten Störungen nach Stillständen verringern oder beseitigen sollten. Hiervu gehörten u.A. das Arbeiten bei 5 statt 10 atü und die Aufrechterhaltung einer kurzzeitigen Gasströmung nach eingetretenem Stillstand durch Entspannung der gesamten Anlage (Aktënnotiz Nr. 632 v. 10. 11. 38). Beides wurde bisher in der Grossanlage auch durchgeführt.

Die Stillstände selbst erfolgten:

1.) Am 29. 11. 16²⁰ Uhr bis 18⁵⁰ Uhr. Eine Schweisssnaht der im Boden verlegten Konvertgasleitung war gerissen. Die gesamte Anlage musste zur Reparatur dieser Stelle stillgesetzt werden, da kein Trenmorgan vorhanden ist für das zum feingereinigten Wassergas gehende Konvertgas.

2.) Am 7. 12. 16⁵⁰ - 17³⁰ Uhr. Es musste eine Entwässerungs-
vorrichtung am Zwischenkühler des Kompressors angebracht werden.

3.) Am 10. 12. 13⁰⁰ - 14⁰⁰ Uhr. Ausfallen des Dampfgebläses für die Wassergasförderung infolge Wasserschlages in der Dampfturbine. Verzögerung der Inbetriebnahme, da Strombeschaffung schwierig.

Während die Temperatur der Öfen von Block 15 und 16 nach dem Wiederanfahren dieselben blieben, wurde die Temperatur von Block 14 nach dem 3. Stillstand um 3° gesenkt, da ein starker Kontraktionsanstieg eingetreten war. Eine Beheizung der Öfen während des Stillstandes fand nur beim ersten Mal statt mit Rücksicht auf die allgemein noch niedere Temperatur.

Allgemein soll noch gesagt werden, daß sich bisher keine mechanischen Schwierigkeiten in der Druckanlage ergeben haben, wenn man von der Mengemessung absieht.

Die Abführung der Produkte geschieht bis zur Fertigstellung der Druckkondensationsanlage zunächst in folgender Weise.

Das Endgas der Druckanlage wird entspannt und wurde anfangs über den Gaskühler III und die neue AK-Anlage II in das Restgas geführt. Das Kondensatöl wurde gemeinsam mit dem der drucklosen Anlage gemessen. Der Ablauf des Paraffins erfolgt unter Druck über einen Kondensstopf zu einer Vorlage in der Druckkondensationsanlage

Später wurde die getrennte Messung der Produkte der Drucksynthese versucht und für das anfallende Öl so durchgeführt, daß sein Ablauf zur alten Scheideanlage der drucklosen Synthese erfolgte. Die getrennte Benzinmessung hingegen scheiterte

bis zum 8.12. daran, daß infolge Stauungen in den Abflussleitungen sich Fehlmessungen an den Benzinhren ergaben.

Seit dem 12.12. wird das entspannte Endgas der Druckanlage, nach Abscheidung des Öls in Gaskühler III, zur weiteren Aufarbeitung dem Synthesegas II der drucklosen Anlage zugegeben. Das Endgas II der drucklosen Anlage enthält somit das Benzin beider Syntheseanlagen und wird auf die beiden AK-Anlagen verteilt. Da auch das Öl aus dem Gaskühler III wieder zur Scheideanlage der drucklosen Synthese läuft, so werden jetzt Öl und Benzin beider Anlagen gemeinsam und nur das Druckparaffin getrennt gemessen.

Einige Zahlen sollen als Anhaltspunkte für die Produktion und Ausbeute der Drucksynthese angegeben werden. Die einigermaßen zuverlässigen Messungen vom 8. - 11.12. ergeben im Durchschnitt

Benzin	17,0m ³
Öl	5,7 "
Paraffin	10,2 "
Produktion	32,9 m ³ x 0,75 = 24 tate

Der Synthesegaseinsatz betrug 11 600Nm³/h. Somit ergeben sich als Ausbeuten 86 g/Nm³ Synthesegas bzw. 103 g/Nm³ Idealgas.

Auffallend ist hierbei, daß das Gewichtsverhältnis von Benzin zu Öl (+ Paraffin) mit 48 : 52 % etwa dem der drucklosen Anlage entspricht, während uns aus der Versuchsanlage bekannt ist, daß der Benzanteil wesentlich geringer ist.

Es soll noch bemerkt werden, daß die Dampfkolonne vor dem 26.11. nicht in Betrieb war, da bei Nichterausnahme des Benzins aus dem Endgas der Stufe I der Schnitt der Produkte in Gaskühler der Stufe II schon derart verbessert wird, daß praktisch kein Schwebbenzin mehr in der Kolonne anfällt. Nach Inbetriebnahme der neuen AK-Anlage wurde die dazugehörige Dampfkolonne eingeschaltet und der Temperaturregler der alten Kolonne hier benutzt.

Seit dem 12.12. passiert das Benzin der Drucksynthese und der drucklosen Synthese gemeinsam den Gaskühler II und fällt zu etwa 1/3 in der Stufe I der AK-Anlage I und zu 2/3 in der neuen AK-Anlage II an. Weiterhin arbeitet wieder die Dampfkolonne der AK-Anlage I, während die Inbetriebnahme der Kolonne der AK-Anlage II bisher Schwierigkeiten bereitet hat. Es ist also so, daß nur

der geringere Teil des anfallenden Benzins geschnitten wird. Wenn auch die Fraktionierwirkung des Gaskühlers II durch die höhere Konzentration an Produkten noch etwas besser sein muss als vorher, so fällt doch immer noch Schwerbenzin in der AK-Anlage I an, so daß der von der AK-Anlage II herrührende nicht entfernte Anteil Schwerbenzin die Siedekennziffer des Gesamtbenzins erhöht und damit die Oktanzahl etwas erniedrigt. Ausserdem trägt das Druckbenzin seinerseits zur Verschlechterung der Oktanzahl bei.

Ddr. Martin
Feist
Schack
Wilke
Synthesebetrieb 2 x.

3 Anlagen

000481

Indikatorium des Temperatur

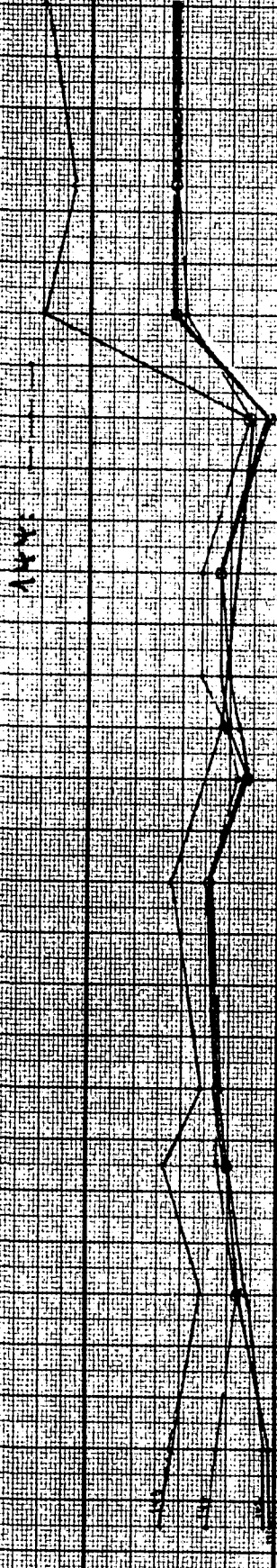
Open Air

26.11.1973

192

193

194



Temperatur

190

180

170

Temperatur

180

170

160

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

60

70

80

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

40

50

Wendepunkt

10

20

30

000182

Augulidatunnen des Anstaltspersonals

15.08.1952

15.08.1952

15.08.1952

15.08.1952

15.08.1952

Wassertemp. in m

100

1000

2000

Temperatur in °C

10

100

200

1000

50

50

Konduktivität in 10⁻⁶ W/cm²/K

40

50

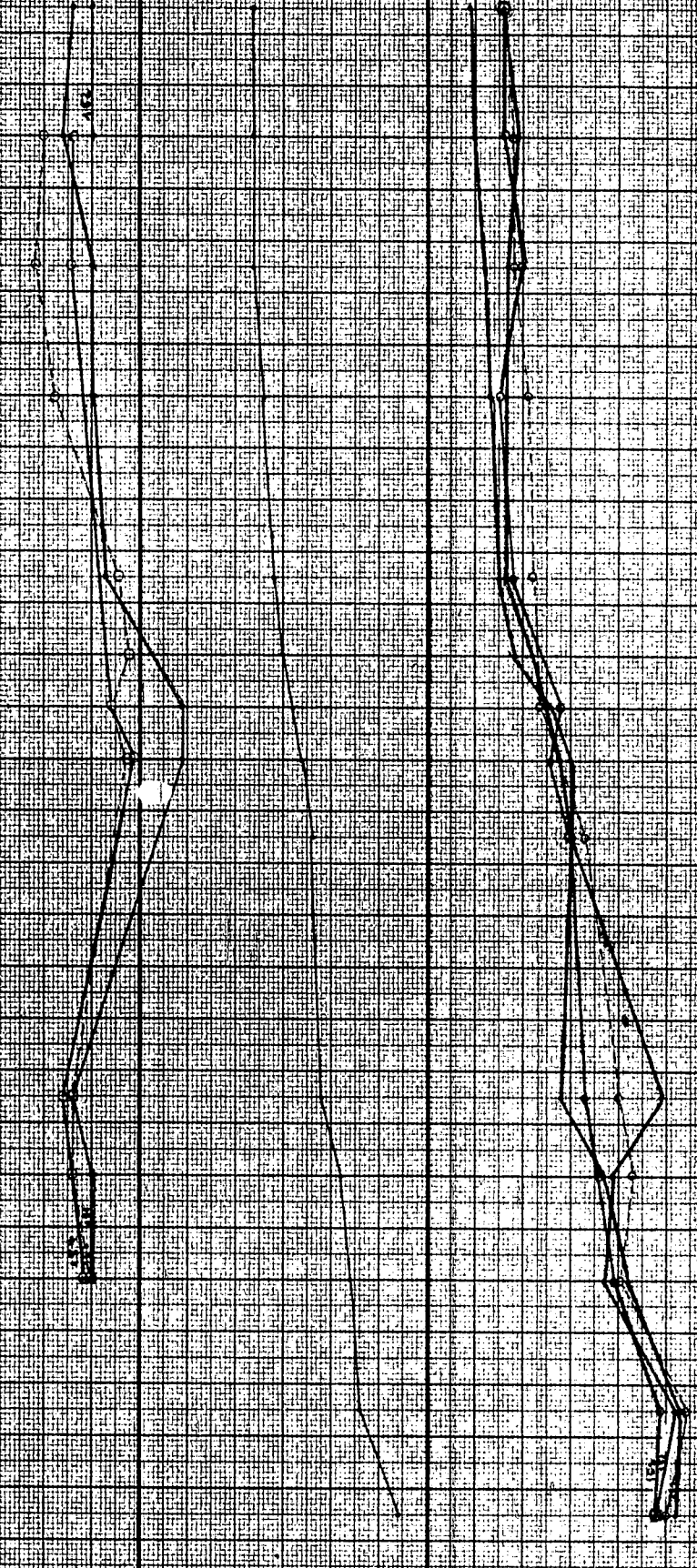
20

Abtiefung in m

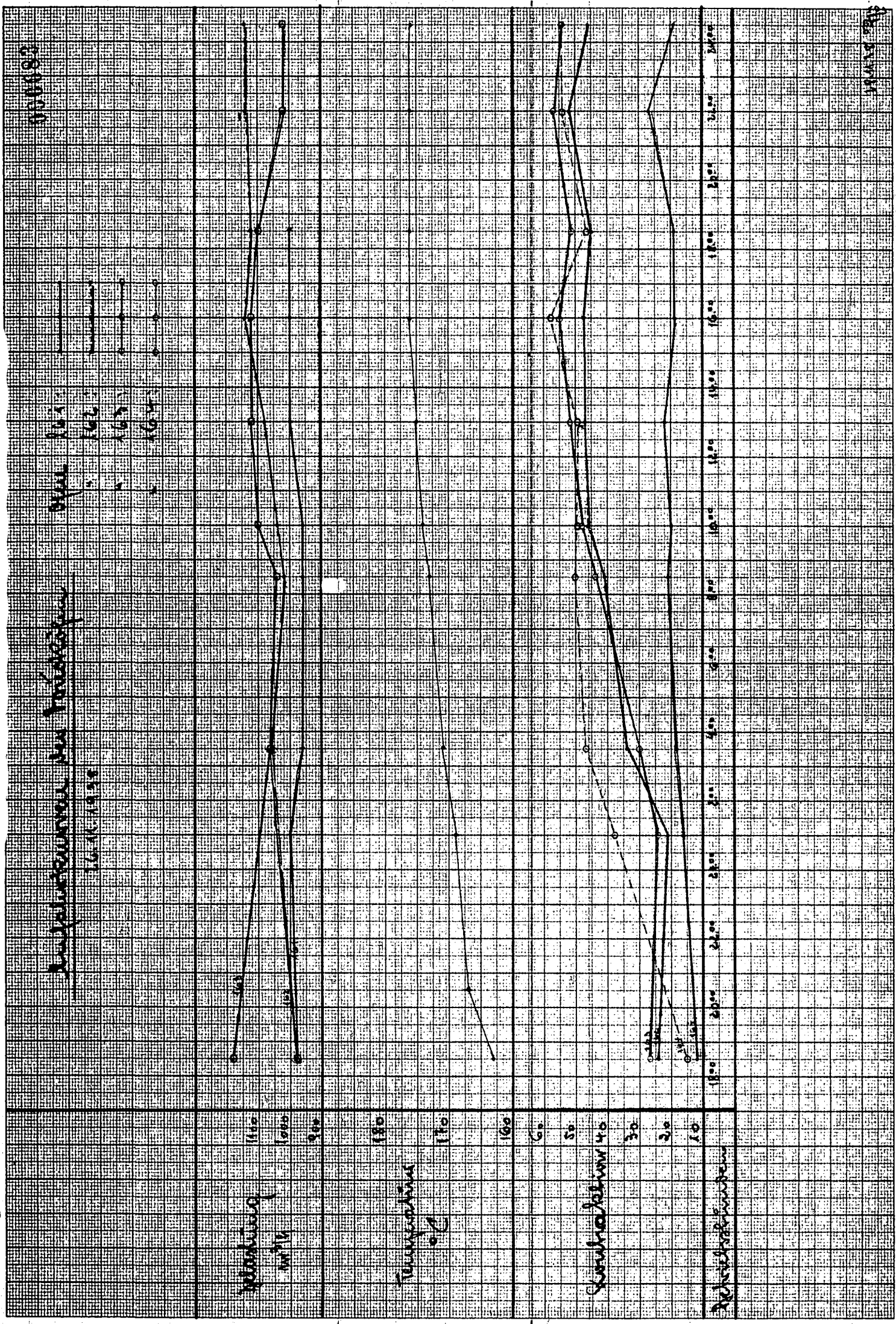
100

200

300



000182



000684

667 Aktennotiz

über die Besprechung mit

Verfasser:

Schaack

Durchdruck an:

Alberts
Hagemann
Anwesende.

in Holtèn, am 15.12. 19 38

Anwesend:

Martin
Wilke
Newoling
Feißt
Schuff
Schaack.

Zeichen:

Datum:

Schk/Mi.

20.12.38

Betrifft:

Derzeitiger Stand der Synthese.

Besprochen wurden die derzeitigen Verhältnisse in der Synthese. Um einen möglichst geschlossenen Überblick über die Gründe des in den letzten Wochen beobachteten Nachlassens in der Synthese zu erhalten, müssen diese Fragen von den Grundlagen her eingehend erörtert werden. Es wurde ein ~~Bericht vorgelegt und durchgesprochen, der von Feißt, Schaack und Schuff ausgearbeitet worden war und im Folgenden im Wesentlichen wiedergegeben ist.~~

Die Erfahrungen der verschiedenen Werke in den Monaten April bis Juni 1938 haben wir in der Erfahrungsaustauschsitzung in Holtèn am 18.7. 38 kurz dahin zusammengefaßt, daß gute Aktivität der Kontakte sich im Betrieb nur auswirkt bei guter Kornbeschaffenheit und nur in sauberen Öfen.

In Schwarzheide haben wir auf der Erfahrungsaustauschsitzung am 26.8. 38 u.A. die Gelegenheit dazu benutzt, die wesentlichsten Unterlagen ins Gedächtnis zurückzurufen, die der Projektierung der Anlagen von der Ruhrchemie zu Grunde gelegt worden sind. Die günstige Entwicklung der Zahlen für die spezifische Ausbeute und Ofenleistung im Zusammenhang mit der Gasaufarbeitung als Auswirkung der physikalischen

- 2 -

000085

2

20. Dezember 1938.

Kontaktbeschaffenheit und der verbesserten Ofensüberung ließen mit ziemlicher Sicherheit damit rechnen, daß bei einer Lebensdauer der Kontakte von 4 Monaten, d.h. einem mittleren Alter von 1460 h, jene der Projektierung zu Grunde gelegten Daten zu erreichen sind.

Wir haben daher vorgesehen, unsere Anlage zunächst auf diesen Stand zu bringen, um dann den Einfluss der Änderung der einzelnen Faktoren aufeinander zu studieren. Die Grundlagen sind hier nochmals zusammengestellt:

	<u>Grundlage</u>	<u>Ruhrbenzin</u>
CO/H ₂ - Verhältnis	1 : 2	1 : 2
Inerte	15 %	17 %
Stufen	2	2
Ofenzahl	1,4/1000 Nm ³ /h	48 (34 I + 14 II)
Belastung	714 Nm ³ /h/Ofen	720 (34500 Nm ³ /h SGI)
CO-Umsatz	90 %	90 %
Ideal-Ausbeute	120 g/Nm ³	120 g/Nm ³
Ofenleistung	175 tato	1,71 tato
Produktion	-	82 tato /30 000 jato

Es war vorgesehen, den Einfluss der Belastungssteigerung auf die spezifische Ausbeute und Ofenleistung zu verfolgen und weiterhin eine Klärung zu bringen über die zweckmäßigste Verteilung der Ofen in Stufe I und II. Selbstverständlich musste für solche Versuche nicht nur das mittlere Alter, sondern auch der Altersaufbau der Kontakte möglichst gleich gehalten werden.

Um die augenblickliche Lage zu kennzeichnen, wird eine vergleichende Übersicht der Monatsmittelwerte des Jahres 1938 vorausgeschickt. Hierbei wird der Zusammenhang von mittlerem Kontaktalter, Belastung, CO-Umsatz, spez. Ausbeute und Ofenleistung näher herausgestellt.

1.) CO-Umsatz. Es zeigt sich, daß im Laufe des Jahres 1938 der CO-Umsatz von etwa 80 auf über 90 % gestiegen ist. Dieser Fortschritt ist bedingt durch die Einführung physikalisch einwandfreier Kontakte in Form von Mischkontakten und im speziellen Fall der in Schwarzhilde hergestellten Thoriumkontakte.

20. Dezember 1938

Er hat zur Erhöhung der Ausbeuten und Ofenleistungen geführt, mit denen natürlich gleichzeitig auch die Vergasung gestiegen ist.

2.) Kontaktalter, Belastung, Ausbeute u. Ofenleistung. Bei einem mittleren Kontaktalter von 1300 h bei der Brabag hat die Erhöhung der Belastung bis auf $820 \text{ Nm}^3/\text{h}/\text{Ofen}$ im Verein mit der stetigen Entwicklung anderer Faktoren keine Nachteile für die Ergebnisse der Synthese gebracht.

Hingegen haben die öfters vorgenommenen Belastungsänderungen bei den anderen Werken im Zusammenhang mit den übrigen Faktoren sehr aufschlussreiche Erkenntnisse ergeben.

Von Juni bis September lag das Kontaktalter für Rauxel zwischen 1250 und 1400 h. In dieser Zeit wurde die Belastung gesteigert von 700 auf $750 \text{ m}^3/\text{h}$. Bei $700 \text{ m}^3/\text{h}$ wurde bei niedrigem Ofenalter eine hohe spez. Ausbeute von etwa 120 g/Ig. bei einem CO-Umsatz von 95% erreicht. Die Ofenleistung war auf Grund der niedrigen Belastung nur $1,73 \text{ t.}$ Die bis September eingetretene Erhöhung des Ofenalters und gleichzeitig der Ofenbelastung bis auf $750 \text{ m}^3/\text{h}$ haben bei einer etwas niedrigeren CO-Aufarbeitung nur auf Kosten der spez. Ausbeute zu einer weiteren Steigerung der Ofenleistung geführt. In den beiden folgenden Monaten ist bei stark ansteigendem Ofenalter bis auf 1600 h. etwa gleichbleibender Belastung und leichtabfallender CO-Umsetzung der Abfall sowohl der spez. Ausbeute als auch Ofenleistung nicht mehr aufzuhalten.

Bei der Ruhrbenzin brachte die steigende CO-Umsetzung von Mai bis August als Auswirkung des Einsatzes von Mischkontakten mit guter Aktivität eine starke Erhöhung der spezifischen Ausbeute, die selbst bei hoher Ofenbelastung eine Steigerung der Ofenleistung ermöglichte, die allerdings noch unter derjenigen von Schwarzheide und Rauxel lag. Das Kontaktalter bewegte sich dabei um 1200 h. Deutlich zeigt sich nun die Auswirkung der Steigerung des Ofenalters in der Zeit von August bis November von 1200 auf max. 1800 h. Während anfangs noch durch Absenken der Belastung die spezifische Ausbeute bei etwa 115 g/Ig. gehalten werden könnte, trat vom September ab bei etwa gleicher CO-Umsetzung als Folge der Alterserhöhung ein starker Abfall der

20. Dezember 1938.

spez. Ausbeute und folglich auch der Ofenleistung ein.

Rheinpreussen kann zur Betrachtung erst neuerdings herangezogen werden, nachdem die Schwierigkeiten bei der Gaserzeugung durch Einführung der Koksgasspaltung ausserhalb der Generatoren, behoben ist. Die im Oktober und November dort erhaltenen Werte ordnen sich in das aus obigen Ausführungen erhaltene Bild ein. Bei 1300 h gelang es hier, als Auswirkung der Steigerung der CO-Umsetzung die spez. Ausbeute auf etwa 120 g/Ig. zu steigern und im Verein mit einer Belastungssteigerung die Ofenleistung stark zu erhöhen.

Aus den kurzen Ausführungen kann gefolgert werden, daß auch nach Einführung der Mischkontakte die günstigsten Ergebnisse hinsichtlich CO-Umsatz, Ausbeute und Ofenleistung dann erhalten werden, wenn das mittlere Kontaktalter 1300 h nicht überschreitet.

Einer späteren Untersuchung bleibt es vorbehalten, andere Einflüsse auf die Synthesergebnisse - Altersaufbau der Kontakte, Verteilung der Kontakte in beiden Stufen, Fahrweise und anderes mehr - zu klären.

Wir glauben, daß hiermit in grossen Zügen die schlechtere Lage der Ruhrbenzin gegenüber den anderen Werken geklärt ist, haben aber trotzdem den Eindruck, daß eine Gegenüberstellung der Ergebnisse bei sonst ähnlichen Bedingungen Unterschiede aufweist, deren Ursache noch nicht erkannt ist. Zur Aufklärung wurde eine Reihe von Versuchen und Überlegungen angestellt.

Am 7. und 10.12. 1938 wurde die Kontraktionsmessung, die normaler Weise durch Mengenummessung erfolgt, durch CO₂- und N₂-Bestimmungen in stündlichen Stichproben überprüft. Die erhaltenen Mittelwerte sind im Folgenden zusammengestellt:

Datum	CO ₂	N ₂	Kontr. CO ₂	Kontr. N ₂	Kontr. M
7.12.	13,18/48,83%	3,72/12,31%	73,0%	69,8%	71,7%
10.12.	12,73/47,52%	3,99/12,82%	73,3%	68,9%	72,0%

Man ersieht hieraus, dass im Mittel ein Unterschied von 2-3% zwischen der Mengenkontraktion und der N₂-Kontraktion besteht. Damit treten auch Unterschiede bei der rechnerischen Ermittlung des CO-Umsatzes auf.

Im speziellen Falle wurde für die beiden obengenannten

Tage die CO_2 -Bildung nach der Gleichung: $2 \text{CO} + 2 \text{H}_2 = \text{CO}_2 + \text{CH}_4$ berechnet und dabei folgende Werte ermittelt:

	<u>7.12.</u>	<u>10.12.</u>
Kontr. n. $\text{N}_2/\text{M}/\text{CO}_2$	69,8/71,7/73,0%	68,9/72,0/73,3%
CO-Gehalt i. Sygas/Endgas	28,8/11,5%	28,7/13,0%
CO-Umsatz n. N_2/M	87,8/88,8%	86,1/87,5%

Für die Differenz von Kontr. n. Menge u. CO_2 :

CO_2 -Bildung bez. a. CO-Einsatz	4,44 %	3,28 %
" " " " CO-Umsatz	5,03 %	3,74 %

Für die Differenz von Kontr. n. H_2 u. CO_2 :

CO_2 -Bildung bez. a. CO-Einsatz	11,10 %	14,40 %
" " " " CO-Umsatz	12,65 %	16,8 %

Für die bilanzmässige Erfassung der Synthese bedeuten diese Zahlen ein Minderausbringen an flüssigen Produkten gegenüber dem rechnungsmässigen Ausbringen von 20 - 26 g/Ig. für die Differenz zwischen N_2 - und CO_2 -Kontraktion bzw. 6 - 8 g/Ig. für die Differenz zwischen Menge - und CO_2 -Kontraktion.

Die Monatsmittelwerte ergeben bei den anderen Werken eine CO_2 -Bildung, die 12 - 16 % des umgesetzten CO ausmacht, während sich aus diesen Werten für die Ruhrbenzin-praktisch in allen Fällen keine Neubildung, sondern ein Verbrauch von CO_2 in der Synthese ergibt. Für die Stichtage hingegen liegt die CO_2 -Bildung, ~~berechnet aus dem Unterschied der N_2 - und CO_2 -Kontraktion~~, mit 12 - 16 % in der gleichen Grössenordnung.

Es geht nicht an, die Mengkontraktion dauernd durch die N_2 -Kontraktion zu ersetzen, da während der Hydrierzeiten die N_2 -Werte im Restgas verfälscht werden. Es müssen daher die Grundlagen der Mengmessung von Synthesegas und Restgas eingehend überprüft werden, wobei uns folgende Gesichtspunkte wichtig erscheinen.

1.) Kontrolle der aus den Analysen berechneten Dichten von Synthesegas und Restgas durch Wägung.

2.) Kontrolle von Feuchtigkeit, Druck- und Temperaturverlauf in den Gasen, insbesondere beim Restgas.

20. Dezember 1938.

3.) Überprüfung der Restgasmessung durch genaue Erfassung der Einzelverbraucher.

4.) Der Koksverbrauch der Wassergasanlage lässt zunächst nicht vermuten, daß die Synthesegasmessung wesentliche Fehler aufweist. Denn mit einer Verminderung der Synthesegasmenge wäre ein übermäßiges Ansteigen des spez. Koksverbrauchs verbunden. Es scheint sich mehr um eine Fehlmessung im Restgas zu handeln. Um hierüber eine Kontrolle zu haben, werden rückwärts und fortlaufend Koksverbrauch und Ausbeute gegenüber gestellt.

Zur Lage der Ruhrbenzin in den letzten Monaten sollen noch folgende Ausführungen gemacht werden.

Im September wurde noch eine gute spez. Ausbeute von 115 g/Ig. erreicht. Es tritt aber infolge der Alterserhöhungen auf über 1400 h trotz einer niedrigeren Belastung ein Abfall im CO-Umsatz und damit auch in der Ofenleistung ein.

Zur Beurteilung der Monate Oktober und November sollen folgende Punkte angeführt werden.

1.) Vor dem Stillstand vom 18.10. die rapide Erhöhung des Kontaktalters, da im September nur 7 und im Oktober nur 10 Kontakte eingesetzt wurden.

2.) Nach dem Stillstand die weitere Auswirkung des Ofenalters und die gleichzeitig erfolgte Umschaltung alter Ofen aus Stufe I in Stufe II.

3.) Im November wurden zwar 17 Neukontakte eingesetzt, davon 70 % erst in der zweiten Hälfte des Monats, ausserdem nur in Stufe II, sodaß die Stufe I überaltert blieb und eine Auswirkung des Neukontakteinsatzes vor Anfang Dezember nicht zu erwarten war, da hier erst wieder eine grössere Zahl Neukontakte aus Stufe II programmässig in Stufe I umgeschaltet werden. Hinzu kommt, daß die nach dem Stillstand am 21.10. in Stufe II geschalteten alten Kontakte ab 9.11. wieder in Stufe I zurückgeschaltet wurden, womit eine gewisse Unruhe in die Anlage kam.

4.) Am 19.11. wurde die neue AK-Anlage in Betrieb genommen. Die hierbei aufgetretenen Schwierigkeiten dürften sich ebenfalls auf die Erfassung der Ausbeute ausgewirkt haben,

20. Dezember 1938.

5.) Am 26.11. kamen 12 Öfen der Druckanlage in Betrieb. Die Benzinmessung bei der Anlage kann infolge verschiedener Umstände bis zum 8.12. als nicht in Ordnung befindlich angesehen werden.

6.) Eine weitere Unsicherheit war dadurch gegeben, daß die Kondensate beider Synthesen zunächst gemeinsam gemessen werden mussten.

Martin schneidet im Hinblick auf den bei uns durch Konvertgas eingebrachten Schwefel kurz die Frage der Kontaktschädigung durch Schwefelverbindungen an. Der Kontraktionsverlauf unserer Betriebskontakte gibt ebenso wie früher keinerlei Anhaltspunkte für eine solche Schädigung, die zu dem bei H_2S infolge mangelnder Tiefenwirkung auf die Kontakte auch kaum erwartet werden kann. Die oberste Kontaktschicht arbeitet erfahrungsgemäss als Filter für H_2S .

Es wird ferner die Frage des günstigsten CO/H_2 -Verhältnisses im Synthesegas erörtert. Nach Erfahrungen der Lizenznehmer liegt dieses zwischen 1,95 und 2,00. Es sollte auch deshalb schon in diesen Grenzen gehalten werden, damit das CO/H_2 -Verhältnis im Synthesegas für die Stufe II nicht zu sehr absinkt.

Ab 7.12. beobachtet man eine Ausbeutesteigerung, die einerseits bedingt ist durch die Auswirkung der Senkung des Kontaktalters, andererseits durch die programmässige Umschaltung einer Reihe junger Öfen aus der Stufe II in die Stufe I. Zur gleichen Zeit etwa ist der Betriebszustand der neuen AK-Anlage derart, daß Benzin messtechnisch richtig erfasst wird. Ab 12.12. wird das Endgas der Druckanlage nach dem Kondensations-turm III dem Synthesegas II für die drucklose Anlage zugesetzt, sodaß nunmehr die Messung aller Produkte gemeinsam erfolgt.

Wir kommen zum Ausgangspunkt zurück. Wie schon erwähnt sind zur Erreichung guter Synthesezahlen ein mittleres Kontaktalter von etwa 1300 h und ein gleichmässiger Altersaufbau der Kontakte erforderlich. Wenn nun auch dieses Alter bei uns mittlerweile auf 1200 h gesunken ist, so lässt doch sein Aufbau sehr zu wünschen übrig, da es sich aus 275 h der jungen Stufe II und 1550 h der überalterten Stufe I zusammensetzt.

Bisher sollten bei 48 laufenden Betriebsöfen 25 % davon monatlich d.h. 12 Kontakte neu eingesetzt werden; entsprechend einem mittleren Alter von 1460 h oder einer Lebensdauer von 4 Monaten.

Zur Erreichung eines mittleren Alters von 1300 h ist ein Kontakteinsatz in Höhe von 30 % der in Betrieb befindlichen Öfen monatlich nötig. Dieser Mehreinsatz von 3 Kontakten erfordert, bei einem Preis von RM. 6000.- pro Kontakt, zusätzliche Kosten von RM. 18 000.- monatlich. Bei einem Preis von RM. 250.- pro Tonne Produkt müssen mithin mindestens 72 t/Monat mehr erzeugt werden. Rechnet man bei einem Kontakteinsatz von 25 % mit einer spez. Ausbeute von 110 g/Ig. und bei 30 % mit 120 g/Ig., so ergibt sich zunächst bei einem Gasdurchsatz von ~~25-mill-Nm³/Monat eine Mehrproduktion von 250 t im Werte von~~ RM. 62 500.- .

Hiermit ist jedoch der Vorteil eines geringeren Kontaktalters nicht erschöpft, da gleichzeitig erfahrungsgemäss eine Erhöhung der Gasbelastung um etwa 10 % von 720 auf 800 Nm³/h/Ofen möglich wird. Dann ergibt sich sogar eine Mehrproduktion von 510 t/Monat mit einer Bewertung von RM. 127 500.-- gegenüber einem Mehraufwand an Kontaktkosten in Höhe von nur RM. 18 000.-. Die Jahresleistung der Anlage steigt gleichzeitig um etwa 20% von 27 500 auf 33 000 tato. In diesem Falle bleibt auch der Kostenaufwand an Kontakt pro Tonne Produkt derselbe.

Diese Gegenüberstellung zeigt, daß man zunächst durch Verzicht auf Lebensdauer der Kontakte nur gewinnen kann und bis zur Erreichung der Grenzleistungen der Synthese die wertmässige Höhe des Neukontakteinsatzes von untergeordneter Bedeutung ist.

Zusammenfassend ergeben sich zur Ausnutzung der Produktionsmöglichkeiten für die Syntheseführung folgende massgebenden Punkte.

1.) Einhaltung eines mittleren Kontaktalters von etwa 1200 h, das sich aus einem gleichmässigen Altersaufbau der Kontakte ergeben muss. Hierzu ist der Einsatz von etwa 15 Frischkontakten monatlich erforderlich, die weiterhin in Stufe II angefahren werden und entsprechende Zeit darin verbleiben sollen, ehe sie in Stufe I umgeschaltet werden. Die Gesamtlaufzeit

20. Dezember 1938

eines Kontaktes beträgt alsdann 100 Tage.

2.) Belastung 720 Nm³/h/Ofen, um bei oben angegebenen Kontakteinsatz möglichst hohe Gasaufarbeitung und spezifische Ausbeute zu erreichen.

3.) Dann soll durch Steigerung der Belastung die Ofenleistung bis zu der Grenze getrieben, bei 120 g/Nm³/lg. an spez. Ausbeute gehalten werden können.

Martin betont am Schluss der Besprechung, daß es gelingen müsse, zu einer möglichst hohen Aufarbeitung des Gases zu kommen, um die Aufwendungen für die Gasherstellung restlos für die Gewinnung von Produkten nutzbar zu machen. Es wird vereinbart, daß ~~Schuff und Schaack~~ einen Bericht über die Möglichkeiten hierzu ausarbeiten.

Ruhrbenzin-Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Oberhausen-Holten, den 15. November 1938.
RB. Abt. DVA. Ba/Tk.

Druckversuchsanlage.

000692

Zusammenstellung der Drucksynthese - Versuche.

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

Ddr.: A.,

F.,

Hg.,

H.,

He.,


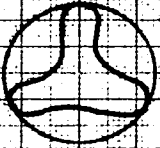

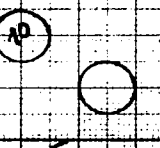
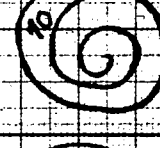

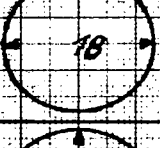

Betr.-Kontr.-RB.,

DVA.,

D.V.A. Drucksynthese
Nr. 19

Drucksynthese-Ofen D.V.A.
Stand vom 25. 10. 1938.

060094

Ofen	Bauart	Füllung	Kontakt	Fahrzeit Betriebstage
1		1	Co 100 ThO ₂ 15 Kgr 200 Normalkorn 1-3mm	63
		2	Co 100 ThO ₂ 15 Kgr 200 Normalkorn 1-3mm	41
		3	Co 100 ThO ₂ 15 Kgr 200 Fadern Korn 2,5mm	107
2 Kreislauf		1	Co 100 ThO ₂ 15 Kgr 200 Normalkorn 1-3mm	177
		2	Co 100 ThO ₂ 15 Kgr 200 Fadern Korn 2,5mm	79
		3	Co 100 ThO ₂ 5 MgO 10 Kgr 200 Fadern Korn 2,5mm	- 41
3		1	Co 100 ThO ₂ 15 Kgr 200 Normalkorn 1-3mm	60
		2	Co 100 ThO ₂ 15 Kgr 200 Normalkorn 1-3mm	190
		3	Co 100 ThO ₂ 5 MgO 10 Kgr 200 Kern 2-3mm	- 1
4		1	Co 100 ThO ₂ 15 Kgr 200 Normalkorn 1-3mm	6
		2	Co 100 ThO ₂ 5 MgO 10 Kgr 200 Eirickorn 0,3-1,5mm	34
5		1	Co 100 ThO ₂ 15 Kgr 200 Normalkorn 1-3mm	64
		2	Co 100 ThO ₂ 5 MgO 10 Kgr 200 Fadern Korn 1,5mm	107
6		1	Co 100 ThO ₂ 15 Kgr 200 Normalkorn 1-3mm	8
7		1	Co 100 ThO ₂ 15 Kgr 200 Normalkorn 1-3mm	7
		2	Co 100 ThO ₂ 15 Kgr 200 Normalkorn 1-3mm	18
		3	Co 100 ThO ₂ 15 Kgr 200 Fadern Korn 2,5mm	59
8		1	Co 100 ThO ₂ 14,85 Kgr 179 Fadern Korn 2mm	- 31

Benzingewinnung.

000695

Fahrprogramm der Kontaktöfen,
drucklose Synthese Holtten.

1.) Öfen in Betrieb:

Stufe	I :	32 - 34	Öfen
"	II :	14	"
Gesamt	:	46 - 48	Öfen

2.) Gasmengen:

Gaseinsatz 34.000 Nm³/h, konstant gehalten. Dies entspricht einer Durchschnittsbelastung von 710 - 740 Nm³/Ofen h. Die Durchschnittsbelastungen der beiden Stufen betragen 1000 Nm³/h bei 60 % Kontr. in Stufe I.

3.) Kontakterneuerung und Fahrweise:

Angenommen werden 4 Monate Fahrzeit, entsprechend einem mittleren Ofenalter von 1440 h. Dementsprechend beträgt der monatliche Einsatz 12 Kontakte.

Sämtliche Neukontakte werden in Stufe II angefahren und nach 35 Tagen auf Stufe I umgeschaltet, d.h. immer beim Anfahren eines weiteren Neukontaktes in Stufe II.

Die Fahrzeit der I. Stufe gliedert sich in 3 Abschnitte mit 2 Hydrierungen nach 60 und 100 Fahrtagen. Die Belastungen betragen 1200, 1000 und 800 Nm³/h in den 3 Abschnitten. Die Temperaturen werden in 4 Tagen auf 185°, dann auf 200° (15 atü), 203° (16 atü), 203° am Ende der Fahrzeit gesteigert

Erfahrungsgemäß muß nach den beiden Hydrierungen in 4 bzw. 2 Tagen auf 195° bzw. 198° gesteigert werden.

Zur Vermeidung von starker CH₄-Bildung und C.-Abscheidung gelten 70 % Ko. als oberste zulässige Grenze beim Anfahren.

4.) Hydrierungen:

Öfen der Viererblocks werden paarweise hiedriert.

Vor der Hydrierung mit H₂/N₂ durchspülen, um CO restlos zu entfernen. Kreislauf mit 1000 m³/h/Ofen und 350 m³/h

H₂/N₂ - Zugabe bei paarweiser Hydrierung (durch H₂/N₂ - Lieferung bedingt). Höchstmögliche Temperatur bedingt durch

Anheißdampfdruck von 18 atü, entsprechend 209°. Die Hydrierung kann auch bei höheren Temperaturen und 300° durchgeführt.

werden, soweit Dampfdruck und Kessel dies zulassen. Dauer der Hydrierung: 12 Std. Auf besondere Anweisung werden CH_4 - Bestimmungen im Kreislaufgas nach der 1., 3., 5. und 12 Stunde gemacht.

5.) Anfahren nach Exdrierungen:

Senkung auf 185 bzw. 190°. Die beiden zuerst hydrierten Öfen sind während der Hydrierung der beiden anderen in Betrieb, werden aber erst gesteigert, wenn alle 4 Öfen fertig hydriert sind.

Bei Sechserblocks werden je 3 Öfen zusammen hydriert und stehen still, bis die zweiten 3 Öfen fertig sind. Beim Anfahren sind wiederum 70 % Kontraktion die oberste Grenze.

900697

Betr: Übersicht über die bisherigen Druckversuche in der
Grossanlage.

1.) Ofen 133.

Füllung: Mischkontakt 100:5:8, Padenkorn 1,5 mm, Kenn-Nr: 862.
Eingefüllte Kontaktmenge 2676 kg mit 838 kg Co.

Angefahren am: 8.9.38. Die Gasaufgabe erfolgte nach Erreichen von 150° sofort unter Druck mit 500 m³/h. Bei 154° kam der Kontakt in Eigenreaktion und erreichte bei 179° mit 1000 m³/h Belastung 47 % Kontraktion.

Am 9. und 11.7. waren 2 Stillstände. Nach dem ersten Stillstand kam der Ofen bei 179° wieder in Eigenreaktion und erreichte bei 1000 m³/h Belastung 49 % Kontraktion als max. Wert. Trotz Temperaturerhöhung bis auf 91° fiel die Kontraktion bis auf 40 % ab.

Der Ofen wurde zwecks Untersuchung am 13.7. stillgesetzt. 14 Randrohre waren nicht mehr von den Siebklappen überdeckt, die sich beim Warmwerden des Ofens offenbar verzogen hatten, und daher leergelaufen. Beim Öffnen des Ofens fand sich die ausgelaufene Kontaktmenge unten vor. Diese Rohre wurden zugesweisst und bei der weiteren Fabrikation der Ofen von Anfang an weggelassen.

Der Ofen wurde im Anschluss an die Fahrzeit von Ofen 131 am 27.8. 38 nochmals angefahren. Bei 115° wurden 500 m³/h Gas aufgegeben und bis 170° aufgeheizt, wobei er in Eigenreaktion kam und 40 % Kontraktion aufwies. Durch weitere Temperatursteigerung bis auf 185° konnten bei 1000 m³/h Belastung 60 % Kontraktion erreicht werden. 100 h später konnten 60 % Kontraktion nur noch durch raschere Temperatursteigerung gehalten werden, und zwar nach 113 h auf 187° und nach 161 h auf 189°. Von da ab sank die Kontraktion unter 60 % und betrug nach 264 h bei 191° nur noch 44 %. Der Ofen wurde am 6.9. stillgesetzt. Die 1. Betriebszeit hatte nur 78 h betragen.

- 2 -

Durchschrift

Eine Maximale Ausbeute von 80 gr/m³ J-Gas wurden bei einer Kontraktion von 57 % und einem CO-Umsatz von 75 % mit einer Belastung von 1100 m³/h bei 189° erreicht. Die Endgas-Analysen weisen eine beträchtliche CH₄-Bildung auf.

Sucht man nach einer Erklärung für das Versagen des Ofens, so kann man folgende Punkte heranziehen:

- 1.) Noch unbekannte Vorgänge im Gefolge von Stillständen.
- 2.) Mangelhafter Wasserumlauf, der die beobachtete hohe CH₄-Bildung erklärlich machen könnte. Dagegen spricht die Feststellung im Betrieb, daß zwischen den Wassertemperaturen in der Fall- und Steigeleitung nur 1° Differenz gemessen wurden.
- 3.) Mangelhafte Gasverteilung. Durch Widerstandsmessungen von Rohrelementen weiterer Öfen direkt nach der Füllung ist eine solche von vornherein nicht anzunehmen und mißte sich erst im Verlauf des Betriebes durch Verstopfungen entwickeln z.B. nach Stillständen, obwohl die Öfen dauernd warm gehalten werden. Diese Erscheinung könnte sich bevorzugt bei den langen Rohren der Grossöfen einstellen. Dafür kann man anführen, daß Ofen VIII in der D.V.A. bisher einwandfrei arbeitet, dagegen wiederum die Tatsache, daß im KWI erfolgreiche Versuche mit Rohren von 5 m Länge durchgeführt wurden.

2.) Ofen 131.

Füllung: Mischkontakt 100:5:8, Kammkorn 1-2mm, Kenn-Nr. 924
Co-Menge 968 kg.

Angefahren am: 21.7. 38. Die Gasaufgabe erfolgte bei 151° sofort unter Druck mit 500 m³/h. Der Kontakt kam mit 1000 m³/h Belastung erst bei 174,5° in Eigenreaktion und erreichte bei 176° eine Kontraktion von 60 %. Nach 40 h Laufzeit stieg die Kontraktion bei 179° vorübergehend auf 68 %, wurde dann aber durch langsamere Steigerung der Temperatur auf den Normalwert von etwa 62 % eingestellt.

Durch Kompressoraußfälle waren folgende Stillstände bedingt am 3.8. nach 310 h etwa 2 Stunden; am 4.8. nach 350 h etwa 4 Std.; am 7.8. nach 420 h insgesamt 28 Std. In der Zeit vom 8. bis 14.8. folgten kurze Stillstände durch Stromausfall. Am 16.8. war wiederum ein längerer Stillstand von 14 Stunden.

Bis zu 400h und dann 185° konnte die Kontraktion auf 62 % gehalten werden. Nach dem langen Stillstand am 7.8. und dann 500 h Laufzeit ergaben sich bei 190,5°, also erst nach ziemlich rascher Temperaturesteigerung, bei 1000 m³/h Belastung 60 % Kontraktion. Hiernach begann der Abfall der Kontraktion, die nach 550 h bei 192° noch 57 % betrug. Nach dem 2. längeren Stillstand am 16.8. wurden bei 192,5° nur noch 45 % Kontraktion erreicht. Der Ofen wurde nach 612 h am 19.8. 38 stillgesetzt.

Die Ausbeute betrug über 14 Tage Laufzeit 140 - 130 gr/Nm³ I-Gas bei einem CO-Umsatz von 75-70 % und im Mittel 62 % Kontraktion bei 1000 m³/h Belastung. Die Temperatur wurde in dieser Zeit von etwa 179° bis auf 185° gesteigert. In diese Zeit fielen die 3 ersten Stillstände. Nach dem 3. längsten Stillstand am 7.8. begann dann der rasche Kontraktionsabfall.

Auch für das Versagen von Ofen 131 gelten die für Ofen 133 angestellten Betrachtungen. Ergänzend zu dem dort angeführten Punkt 3) ist zu bemerken, daß der Ofen 131 14 Tage lang gut gearbeitet hat und erst nach den sich häufenden Stillständen versagte.

3.) Ofen 132.

Füllung: ThO₂-Kontakt 100 Co:15 ThO₂:200 Kgr, Fadenkorn 2 mm, Kenn-Nr. 103. Eingefüllte Kontaktmenge 2262 kg mit 728 kg Co

Der Versuch mit ThO₂-Kontakt geht auf folgende Überlegung zurück. Das Versagen der mit Mischkontakt gefüllten Ofen 131 und 133 hat uns veranlasst, nochmals die ab Juli 1937 mit ThO₂-Kontakten durchgeführte Drucksynthese in der Versuchsanlage zu dia-
outieren. Ein wesentliches Kennzeichen der unter Druck arbeitenden ThO₂-Kontakte war damals die überraschend niedrige Temperatur, bei der die Ofen lange Zeit betrieben werden konnten, ohne in Kontraktion und Ausbeute nachzulassen. Abgesehen von dieser hinsichtlich der Verflüssigung an sich günstigen Bedingung war gegenüber der drucklosen Synthese ein weiterer Vorteil darin zu sehen, daß sich der grösste Teil der Produkte im flüssigen Zustand im Ofen befand und so eine Schonung des Kontaktes vor Überhitzung gegeben ist. Mit Einführung der Mischkontakte zeigte sich dann parallel zur drucklosen Synthese, daß man die nötige Gasumsetzung erst bei einer höheren Temperaturlage erreicht, sich also eines wesentlichen Vorteils der Drucksynthese begeben muss. Es erschien

daher zweckmässig, nochmals einen Versuch mit ThO_2 -Kontakt im Grossofen vorzunehmen, wobei die vorjährigen Herstellungsbedingungen genau eingehalten werden sollten, da sie in manchen Punkten als günstige gegenüber den heutigen angesehen werden können. Um ein einwandfreies Korn zu haben, wurde die Verformung zu Padenkorn 2 mm vorgenommen.

Angefahren am 14.9. 38. Die Gasaufgabe erzeugte bei 120° sofort unter Druck mit $500 \text{ m}^3/\text{h}$. Bei 168° kam der Kontakt mit nun $1000 \text{ m}^3/\text{h}$ in Eigenreaktion. Bei einer Steigerung der Temperatur innerhalb 70 h auf 183° wurden 54 % Kontraktion erreicht. Bei Konstanthaltung dieser Temperatur fiel die Kontraktion bei 120 h Laufzeit auf 50 % ab. Nach einem durch Kompressoraustritt bedingten Stillstand am 19.9. 38 wurde der Ofen wieder angefahren und ergab bei 187° nach 140 h eine Kontraktion von 56 %.

Um den Einfluss des Gasdruckes zu studieren wurde dieser innerhalb von 7 Std. von 10 auf 7 atü gesenkt. Bei gleicher Belastung fand ein Kontraktionsabfall von 56 auf 46 % statt. Nun wurde innerhalb 3 Std. der Gasdruck wieder auf 10 atü erhöht und 59 % Kontraktion gemessen. Infolge eines längeren Kompressoraustrittes musste der Versuch unterbrochen werden. Nach dem Wiederanfahren sollten die Verhältnisse bei 13 atü Gasdruck festgestellt werden. Bei den Zwischenwerten von 10 atü Gasdruck wurden 54 %, bei 12 atü Gasdruck 58 % Kontraktion gemessen, stets bei 187° . Bei 13 atü Gasdruck riss der Paraffinabschalter auf, sodass der Ofen für Reperaturzwecke 4 Tage stillgesetzt werden musste.

~~Am 27.9. wurde der Ofen wieder angefahren. Bei 187° , $1050 \text{ m}^3/\text{h}$ Belastung und 10 atü Gasdruck ergaben sich 47 % Kontraktion. Dann wurde die Temperatur innerhalb von 12 Std. von 187° auf 190° gesteigert, womit 62 % Kontraktion erreicht wurden. Nach einem kurzen Stromausfall wurde nach einer Laufzeit von 255 h am 28.9. beim Wiederanfahren die Temperatur etwas gesenkt und gleichzeitig die Belastung auf etwa $900 \text{ m}^3/\text{h}$ herabgesetzt. Der Ofen ergab bis zum Stillsetzen am 10.10.38 entsprechend 364 h Betriebszeit bei dieser Belastung und stets 189° eine Kontraktion von dauernd 62 % im Mittel. In den letzten 100 h betrug die Ausbeute 110 - 120 gr/ Nm^3 I-Gas mit einem bis auf 75 % steigendem CO-Umsatz und abfallender CH_4 -Bildung. Der Ofen wurde stillgesetzt um den in Zukunft für die Füllung der Drucköfen zunächst vorgesehenen Mischkontakt 2 - 3 mm in einem weiteren Ofen 134 zu prüfen.~~

Abchliessend muss festgestellt werden, daß eine günstige Aufarbeitung und Ausbeute bei dem ThO_2 -Kontakt doch erst bei der erhöhten Temperatur von 189° erreicht wurde. Vergleichsweise gab der Mischkontakt in Ofen 131 nach der gleichen Laufzeit von 350 h bei nur 185° höhere Ausbeuten.

Ferner war bemerkenswert, daß nach etwa 150 h ohne Grund eine starke Schwärzung des Paraffins auftrat, die durch geringe Mengen Kontaktstaub verursacht war. Die analytische Prüfung ergab darin lediglich Co, aber keinen Kohlenstoff. Nach dem längeren Stillstand von 4 Tagen trat diese Erscheinung wieder auf, verschwand aber nach wenigen Stunden. Nach einem weiteren Stillstand wurde das Gleiche beobachtet. Die Schwärzung verschwand nach 12 St. In den letzten 4 Betriebstagen war das Produkt weiss.

Die Erscheinung ist auf das verhältnismässig weiche und wenig abriebfeste Fadenkorn zurückzuführen. Dieses steht im Gegensatz zu der früher bei dieser Verformungsart erhaltenen besonderen Festigkeit.

Holten, den 13. Oktober 1938.

Benzingewinnung./Htg.

Entleerung Block 6.

Ofen 62 in Kübel V. 30l entleert

" 63 "	"	RCH.9	"	
" 64 "	"	RCH.14	"	
" 65 "	"	RCH.4	"	
" 66 "	"	Rpr.204	"	} 13.10.38. zur Katorfabrik
" 61 "	"	V.301	"	

Füllung Block 6.

Ofen 62 aus Kübel RCH.1 gefüllt	Rest ca.1 m ³	zrück.am: _____
" 63 " " RCH.16 "	" ca.500 Ltr.	" " _____
" 65 " " Rpr.202 "	" ca.250 "	" " _____
" 64 " " RCH.5 "	" ca.500 "	" " _____
" 66 " " RCH.10 "	" ca.1 m ³	" " _____
" 61 " " Rpr.201 "	" ca.500 Ltr.	" " _____

Stand der Kübel im Ofenhaus am 13.10.1938. um 8 Uhr.

Flan 3 Kübel RCH.10

Inhalt: Rest von ca.1 m³ (Füllung Ofen 66).

Kübel RCH.16

Inhalt: Rest von 500 Ltr. (Füllung Ofen 63).

Kübel Rpr.202

Inhalt: Rest von ca.500 Ltr. (Füllung Ofen65).

Kübel Rpr.204.

Inhalt: Alte Masse aus Ofen 66 *8700 g*

Kübel V.301.

Inhalt: Alte Masse aus Ofen 61 *2650 g*

NB. Kübel V.30l wurde am 2.10.38. mit alte Masse aus Ofen 62 gefüllt, am 3.10.38. zur Katorfabrik zum Entleeren und kam am 5.10.38. als leerer Kübel wieder zurück.

Kübel RCH.5

Inhalt: Rest von ca. 500 Ltr. (Füllung Ofen 64).

Kübel RCH.16

Inhalt: Rest von ca.500 ltr. (Füllung Ofen 63).

Kübel Rpr. 201.

Inhalt: Rest von ca. 500 ltr. (Füllung Ofen 6l).

Gleis 4.

Kübel RCH.3

Inhalt : Frische Masse für Drucköfen.

Kübel RCH.15

Inhalt : Frische Masse für Drucköfen.

Ruhrbenzin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Stolton

000704

Oberhausen-Holten, den 24. September 1938
RB Abt. DVA Ba/Tk.

Herrn Neweling.

Daten des Kontakts in Ofen 8 (Ofen 132 der Ruhrbenzin).

2m/m Fadenkorn.-1-3 m/m Korn.

30,80 % Co

4,57 " Th O₂

55,00 " Kg γ

90,37

100 Co, 14,85 % Th O₂, 179 Agr.

Reduktionswert: 69 (Katorfabrik) 72 (B.V.A.)

Staub und Abrieb.

<u>Staub</u> % +)	als Gränkorn-	reduziert
	0,24	4,15
<u>Abrieb</u> % +)	4,6	55,9

+) = <1mm.

Schüttgewicht: 243

Ba.

Benzingewinnung.

Betr.: Ofenhaus.

In Betrieb sind : 48 Öfen
Still liegen: 2 "
In Entleerung: 2 "
Grundbelastung : 36 000 : 48 = 750 m³/h/Ofen ab 5.9.38.

Wenn Block 6 abgesetzt wird, sind 46 Öfen in Betrieb,
d.h.max. 46 x 750 = 34 500 m³/h Sygas
min. 46 x 720 = 33 000 " "

Für Block 6 kommt Block 10 in Stufe I. Dann laufen in St. II.
Ofen 33/34/53/54/71-76 = 10 Öfen. Es müssen mindestens 12 Öfen
in St. II, um die Überbelastung zu vermeiden, wie sie Block 10
in letzter Zeit hatte. Deshalb Umschaltung von Ofen 31/32 auf
St. II. Dann sind in Betrieb:

Stufe I. 34 Öfen
Stufe II. 12 Öfen

Da gleichzeitig ausser Block 2 auch die ältesten Ofen-
blöcke 8, 9 u. 11 im September programmgemäss in der Belastung
von 1000 auf 800 m³/h reduziert werden, ist es zweckmässig, auch
im Hinblick auf den Abfall des CO-Umsatzes in den letzten Tagen
von 93 auf 87% und mit Rücksicht auf die Konvertierung in Of. II
schon jetzt die Gasmenge wieder zu senken auf 34 000 m³/h, wie
ursprünglich vereinbart. Die Steigerung der Grundbelastung kann
nach Verjüngung des Ofenalters vorgenommen werden.

Hydrierungen:

- 1.) Block 2 am 9.9.1938. Zweckmässig Ofen 21 u. 24 nochmals
auf Versuchsanlage schalten. Einfahren wie nach 2. Hydrierung lt.
Programm, wenn möglich mit 1000 m³/h.
- 2.) Block 8 anschliessend, nach 100 Tagen und Erreichung von 16,0 at
Einfahren wie nach 2. Hydrierung lt. Programm.
- 3.) Block 9 ab 10.9. etwa Menge reduzieren auf 800 m³/h und
Ausfahren auf 16,0 at. Dann 2. Hydrierung.
- 4.) Block 11 ab 14.9. etwa Menge reduzieren auf 800 m³/h und
Ausfahren auf 16,0 at. Dann 2. Hydrierung.

W. H.

000706

Ruhbenzin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Holten, den 29.8.1938.
RB.BG.Pam./Htg.

Benzingewinnung.

Entleerung von Block 7.

Abgestellt am 9.8.38. 8 Uhr
 Angefahren am 28.8.38. 11 Uhr (15 Uhr in Reaktion).
 Verfahrenre Schichten 19 Tage pro Tag 45 Mann = 855 Schichten

Ofen 71: Entleert ohne Extraktion, bei 120°C. Kontakt zu 80% gelaufen, Reste gestocht bzw. durchgeschlagen, anschliessend mit Pressluft (5 atü) geblasen, Anfall rd. 800 Liter.

Gefüllt mit Kontakt aus Kbl. RCH.5 und rd. 500 Ltr. aus W.7.

Ofen 72: Versucht zu entleeren ohne Extraktion, Kontakt lief nicht. Entleert nach Extraktion mit 2 mal Gasoel u. 3 mal Schwerbenzin bei rd. 200°C. Kontakt zu 60% gelaufen, Reste gestocht bzw. durchgeschlagen, mit Pressluft behandelt wie Ofen 71, Anfall 3300 Liter.

Gefüllt aus Kübel BBa.111 (Rest keiner).

Ofen 73: Entleert wie Ofen 71, Kontakt zu 80% gelaufen. Reste gestocht bzw. durchgeschlagen, mit Pressluft behandelt wie Ofen 71. Anfall 900 Liter.

Gefüllt aus Kübel Rpr.204, (Rest keiner).

Ofen 74: Entleert wie Ofen 71. Kontakt zu 90% gelaufen. Reste gestocht bzw. durchgeschlagen, mit Pressluft behandelt wie Ofen 71. Anfall 800 Liter.

Gefüllt aus Kübel Rpr.205 u. rd. 500 Ltr. aus Kübel W.7.

Ofen 75: Entleert wie Ofen 71. Kontakt sehr schlecht gelaufen. 3 Felder (Feld 2, 3 u. 4.) garnicht gelaufen. Ofen gestocht und durchgeschlagen, anschliessend 2 mal mit Pressluft geblasen, Anfall rd. 1200 Ltr.

Gefüllt aus Kübel W.7. (abzgl. 1500 Ltr., die zum Nachfüllen von Ofen 71, 74 u. 76 verwandt wurden). und 300 Ltr. aus Kübel Rpr.206.

Ofen 76: Entleert wie Ofen 71, Kontakt zu 95% gelaufen, Ofen
1 mal zur Kontrolle gestocht, anschliessend mit Pressluft
geblasen, Anfall 650 Ltr.
Gefüllt aus Kübel RCH.6 und 500 Ltr. aus W.7.

Ausgeblasen wurden an ausgebrauchter Masse insge-
amt rund 7,650 m³.

Eingefüllt wurden 6 volle Kübel und 1 m³.

Bei der vorletzten Füllung von Block 7 wurden
4 vollen Kübel und rd. 6 m³ eingefüllt.

h

Darius

000708

Aktennotiz

über die Besprechung mit

in **Holten** am **19.8.** 19 **38.**Anwesend:A
Ba
P
Heger
Ne
SchkVerfasser: Dr. BahrDurchdruck an: Ma,
Hg
und AnwesendeZeichen:Datum: 27.8.1938

RB Abt. BVA Ba/Op. 27.8.1938.

Betrifft: Versuchsplan der Drucksynthese.

Für die Versuchsanlage wird folgendes vereinbart:

Ofen 3. Der Dauerversuch ist als beendet anzusehen. Der Ofen soll regeneriert und dann erneut angefahren werden. Als Regenerationsmethode werden angewandt:

1. Entparaffinierung durch Hydrierung.
2. Extraktion.

3. Langfristige Hydrierung (bis zu 6 Tagen), um eine evtl. Reduktion herbeizuführen. Der abgeschlossene Dauerversuch in Ofen 3 wird in einem Bericht zusammengestellt.

Ofen 4. Das plötzliche Nachlassen der Konvektion lässt eine mechanische Störung vermuten. Der Ofen soll deshalb geöffnet und auf seinen Füllzustand untersucht werden.

Ofen 5. Die gegenwärtigen Belastungsversuche werden noch fortgesetzt, bis ausreichendes Zahlenmaterial über den Einfluss des Umsetzes auf die Verflüssigung vorliegt.

Ofen 8 befindet sich gegenwärtig bei Krupp im Umbau. Es werden die Rohrelemente wie beim Ofen 3 eingebaut. Sobald die Ofen dafür zur Verfügung stehen, wird ein Vergleichsversuch zwischen Thorium- und Mischkontakt durchgeführt und zwar in Ofen 3 und Ofen 8. Zur Verwendung kommt das Korn der Katorfabrik 1-2 mm

900709

Blatt

zur Aktennotiz vom

2

27.9.1953

(auf Grund einer späteren Besprechung soll nicht das weiche 1 - 2 mm-Korn bei Thorium-Kontakt angewandt werden, sondern 2 mm-Padokörn).

In der Probenanlage sollen an Ofen 131 Druckmessungen vorgenommen werden, um den Widerstand in den einzelnen Rohren festzustellen.

Anschließend wird nochmals die Frage erörtert, ob ^{durch} die Verwendung von kleinen Bohrdurchmessern und geringen Korngrößen die Methanbildung unter dem gegebenen Durchschnittswert gedrückt werden kann. In der Druckversuchsanlage weist weder Ofen 5 noch Ofen 4, die beide ein feines Korn enthalten, eine geringere Methanbildung auf. Feist hat dagegen bei der Verwendung von Feinkorn wesentlich weniger Methan erhalten.

000710

Gesamtprodukte vom Druckofen 131
vom 1. u. 2.8.1938,
dem Anfall entsprechend gemischt aus den Einzel-
produkten.

	Produkt	Vol.%	spez. Gew.	Olefine %	Säurezahl	Stockpunkt
	Gesamtprodukte	100	0,751	nicht abzules.	--	--
	Fraktion bis 100°C	10,0	0,665	30	0,018	--
1.8.	" 100 - 200°C	23,5	0,724	19	0,136	--
	" 200 - 320°C	27,8	0,777	nicht abzules.	0,127	--
	Rückstand > 320°C	38,7	--	--	--	90°
	Gesamtprodukte	100	0,765	nicht abzules.	--	--
	Fraktion bis 100°C	10,3	0,665	44	0,018	--
2.8.	" 100 - 200°C	21,2	0,723	22	0,143	--
	" 200 - 320°C	26,5	0,773	10	0,097	--
	Rückstand > 320°C	42,0	--	--	--	87°

Benzingewinnung.

000711

Betr.: Verschiedene Fragen der Niederdrucksynthese.
(Besprechung 18.8.38.: Bahr, Feisst, Heger, Neweling, Schuff).

1.) Vergasung bei Th- und Th/Mg-Kontakten.

CH₄-Bildung bei beiden Kontaktarten etwa gleich 13% vom CO-Umsatz, dagegen mit ziemlicher Sicherheit zusätzliche CO₂-Bildung bei Mischkontakten im Gegensatz zu Th-Kontakten. Gesamte Vergasung 20 - 23% vom CO-Umsatz. Beispiel Ofen 5, Mischkontakt, Fadenkorn 1,5 mm, Siebklasse 1-2 mm.

2.) Th-Kontakte vor und nach Januar 1938, neue Reduktionsanlage.

General Verflüssigung bei Th-Kontakten seit Januar 1938 schlechter. Verschiebung der Produkte nach leichter siedender. Früher wurde gerechnet mit max. 40% Paraffin, heute noch 30% Paraffin im Gesamtprodukt, siedend über 320°. Sicher Folge der gegen früher notwendigen höheren Temperaturlage, die in gleicher Weise seit Januar bei den Kontakten in der Normaldrucksynthese beobachtet wird.

Ofen 3, Th-Kontakt vom Januar, höhere Vergasung, ohne dass dabei einwandfrei zusätzliche CO₂-Bildung festgestellt wurde. Die Verflüssigung war aber bestimmt niedriger.

Zur zusätzlichen CO₂-Bildung bei Mischkontakten kann im Falle von Ofen 4 u. 5 noch der Einwand gemacht werden, dass es sich um Sonderkonstruktionen der Öfen handelt.

3.) Einfluss der Ofenkonstruktion.

Ein Einfluss der Ofenkonstruktion, insbesondere der Vervollkommnung der Wärmeabfuhrmöglichkeiten, hat sich nach den vorhandenen Unterlagen auf die CH₄-Bildung, bzw. Vergasung bisher nicht ausgewirkt und war selbst bei Ofen 7 mit glatten Röhren von 18 mm Durchmesser nicht zu erkennen. Auch ergaben sich in allen Fällen keine Anfahrtschwierigkeiten.

4.) Physikalische Beschaffenheit der Kontakte.

Die Erfahrung mit dem normal gekörnten d.h. nicht gesondert verformten Th-Kontakt hat gezeigt, dass insbesondere bei Betriebsunterbrechungen die nicht unbeträchtlichen Staubmengen dieser Th-Kontakte durch abfließendes Paraffin beim Abkühlen zu einer Verstopfung von Röhren führten. Der Kontaktinhalt dieser Röhre ist dann für die Aufarbeitung des Cases verloren.

Eine Konstruktion mit Lamellen wie unsere Normaldruck-Durchschrift

Öfen oder wie Ofen 5 ist nicht so gefährlich für Verstopfung wie die Doppelrohrkonstruktion. Immerhin ergaben sich in dieser Hinsicht bei Ofen 3 keine Schwierigkeiten, was aber auch mit einem zufällig staubfreieren Kontakt zusammenhängen kann, wie es beim Ofen 2, 1. Füllung der Fall war.

Th.-Kontakte können einwandfrei staubfrei nur durch Sonderverformung erhalten werden, Fadenkorn oder Kugelnkorn.

Th-Fadenkorn, Lieferungen aus April 1938 (Normalkorn aus dieser Zeit bekanntlich durchweg schlecht) war in den Öfen 1, 2 und 7 :

Ofen 1 = 2,5 mm Fadenkorn. Laufzeit 107 Tage)	
" 2 = 2,5 mm " " 79 ")	gleicher Kontakt
" 7 = 2,5 mm " " ")	

Gleichmässige Aufarbeitung bzw. äusserst regelmässiger Kontraktionsverlauf waren charakteristisch. Ofen 7 wurde dabei ohne Umlaufpumpe gefahren.

Laborversuche Feisst im 10 mm-Rohr zeigten bei Druckversuchen mit Th-Kontakten von 0,5 mm weniger CH_4 als von 2-3 mm. Denselben Eindruck machen dort analoge Versuche mit klassiertem Mischkontaktkorn. In der Druckversuchsanlage konnte derartige bisher nicht direkt beobachtet werden. Es laufen Ofen 5 mit Mischkontakt 1,5 mm Fadenkorn und Ofen 4 mit Mischkontakt 0,8-1,5 mm Kugelnkorn.

Der Druckofen 131 mit Mischkontakt Normalkorn 1-2 mm verhält sich bezgl. der CH_4 -Bildung nicht anders als die Kontakte der Druckversuchsanlage.

5.) Allgemeine Gesichtspunkte für weitere Versuche.

Vergleich von Th- und Th/Mg-Kontakten. Erstere als Fadenkorn, letztere können klassiert 1-2 mm benutzt werden. Evtl. Druckversuchsanlage Ofen 3 (nach Entleerung) und neuer Ofen von Mannesmann.

Bedeutung der Gasdiffusion im Kontakt für die Synthese. Bei den geringen Gasgeschwindigkeiten (7-10 cm/sec.). Wichtiger vielleicht als Gasverteilung. Deshalb ein aufgelockertes Kontaktkorn Hauptsache, Verkleinerung des Kornes weniger wichtig. Zweckmässig dann auch im Hinblick auf die Verstopfungsgefahr bei kleinerem Korn z.B. Fadenkorn 2,5 mm für Th-Kontakte. Nach heutiger Kenntnis Kugelnkorn nicht so geeignet.

000713

Reubenzin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Betriebslabor
F/Wcht.

Holten, den 3. August 1938.


Herrn Direktor A l b e r t s !

Betr.: Gesamtprodukt des Druckofens 131.

Als Anlage übersende ich Ihnen die Siedeanalyse
des Gesamtproduktes des Druckofens 131.

Die Mischung setzt sich zusammen aus proportionalen
Anteilen der im Betrieb zwangsläufig anfallenden Produkte.
Das waren am 2. August für 24 Stunden:

A.K.-Benzin	896 kg
Öl aus Versuchs-A.K.	118 kg
Ölgatsch	998 kg
und Paraffin	878 kg



Anlage: 1 Siedeanalyse.

000714

Datum 2. 1938

Erzeugnis: Gesamtprodukt vom Druckofen 131 Anlage: Vers.
Wag.Nr. _____

	Siedeverhalten		(A. S. T. M.)	
			(Engl.-Ubbel.)	
Farbe: _____	Beginn: 50 °C	— 200° 31,5 %	5%	°C
Geruch: _____	— 30° _____ %	— 210° 33,25 %	15%	°C
Spez. Gew.: <u>0,765/15°</u>	— 40° _____ %	— 220° 35,25 %	25%	°C
H ₂ SO ₄ Reakt: _____	— 50° _____ %	— 230° 37,0 %	35%	°C
Dimethylsulfatzahl: _____	— 60° 1,25 %	— 240° 39,25 %	45%	°C
Jefine: _____	— 70° 3,5 %	— 250° 41,0 %	55%	°C
Anilinpunkt (Orig.): _____	— 80° 5,5 %	— 260° 42,25 %	65%	°C
" (entaram.): _____	— 90° 7,5 %	— 270° 45,0 %	75%	°C
Jodzahl: _____	— 100° 10,25 %	— 280° 48,5 %	85%	°C
Abblasetest: _____	— 110° 12,0 %	— 290° 50,25 %	95%	°C
Stockpunkt vom Rückstand bei 87° C	— 120° 14,25 %	— 300° 52,25 %	K.Z. =	
Säurezahl: <u>0,709 mg KOH/g</u>	— 130° 16,0 %	— 310° 55,0 %		
Trübungspunkt: _____	— 140° 18,5 %	— 320° 58,0 %		
Kältebeständigkeit: _____	— 150° 20,5 %	— 330° _____ %		
Dampfdruck: _____	— 160° 22,7 %	— 340° _____ %		
Oktanzahl: _____	— 170° 25,0 %	— 350° _____ %		
Bemerkungen: _____	— 180° 27,25 %	— 360° _____ %		
	— 190° 29,0 %			
			°C	%
	Nachlauf %		°C	%
	Rückstand 42,0 %		°C	%
	Dest. Verlust %		°C	%

Betriebslaboratorium, den 3. August 19 38

Ruhbenzin-Aktionsgesellschaft
Oberhausen-Holten

Holten, den 15. Juli 1938.
RB.BG.Heger/Htg.

Benzin-Versuchs-Anlage.

000715

Herrn Direktor A l b e r t s !

Die Daten aus dem Drucksynthese-Versuch mit der
2.Füllung des Ofen 3 (Hannemann-Doppelrohröfen) in der
Zeit vom 21.1. bis 19.5.1938 = 107 Betriebstage sind in der
Anlage 1 und 2 zusammengestellt.

Hannemann

Htg.

Ddr. Bahr
Feist
Hagemann
Martin
Betr.-Kontr.
Akten Synthese

000717

Ofen 3

Drucksynthese bei 7.0 at

Datum		21.1.-8.2	9.2.-25.3	26.3.-25.4	26.4.-19.5	
Belastung Nm ³ /h		110	110	104	102	
Temperatur °C		180-183	183-185.3	185.3-187	187-191.5	
Betriebs-Tage		18	58	85	107	
Sygas	14.5	CO ₂	36.5	37.1	36.2	36.3
	-	Luft	0.3	0.2	0.3	0.3
	0.1	O ₂	0.1	0.1	0.1	0.1
	27.6	CO	18.0	18.3	18.9	18.6
	54.4	H ₂	29.0	28.4	28.2	29.1
	0.4	CH ₄	7.3	7.0	6.7	7.5
3.0	N ₂	8.8	8.9	8.5	8.1	
	C-Z	1.22	1.13	1.11	1.16	
φ Kontraktion		62.8	62.9	61.9	61.2	
Anzahl	CO-Umsatz	76.0	75.2	73.7	74.0	
	CO-Verflüchtigung	63.0	63.9	61.6	61.7	
	CO-Verf.-Grad	83.0	85.2	83.5	83.4	
	CO-Verf.-Grad n. Prod.	68.0	74.2	74.5	74.0	
Anzahl	CH ₄ bez. auf CO-Umsatz	9.7	8.8	9.3	10.4	
	" " " " Umsatz	12.7	11.7	12.7	14.0	
	" " " " Verf.	15.3	13.8	15.2	16.8	
Flüchtige Prod.	praktische Ausbeute g/Nm ³ Idealgas	110.0	118.5	117.0	116.5	
	berechnete Ausbeute g/Nm ³ Idealgas	134.0	134.7	133.0	129.0	
% Verlust (Benzol) CO ₂		17.9	12.0	12.0	9.7	
Flüchtige Prod.						
Spez. gew. bei 15°C		0.766	0.769	0.769	0.767	
Siede-Bez °C		38.1	38.0	40.7	38.9	
- 100°C		16.2	15.6	15.2	17.2	
- 120°C		21.6	20.8	20.7	22.7	
- 195°C		41.1	40.2	41.3	43.1	
- 320°C		71.6	69.3	71.2	72.5	
- 360°C		80.7	78.0	79.8	80.8	
> 320°C		28.4	30.7	28.8	22.5	
> 360°C		19.3	22.0	20.2	19.2	
Olefine: P.K.-Benz.		18.8	19.4	20.5	20.0	
Vol% Oelkondensat		11.1	10.8	11.9	12.1	
Säurezahlen:						
mg KOH/g Oelkond.		3.38	3.27	3.11	2.29	
Paraffin		1.76	1.17	1.10	0.91	
Reakt.-Wasser		2.26	1.91	2.03	1.89	

74.

He

Benzingewinnung.

Holten, den 13.7.1938.
RB. BG. Pau./Htg.

25.

000718

Entleerung von Ofen 13 (Gewerkschaft Viktor-Rauxel).

Laufzeit:	1. Reise	853 Std.
	2. "	650 "
	3. "	724 "
	4. "	56 "
		<hr/>
		2283 Stdn. = ca 95 Tage.

Letzte Temperatur: 15 atü
Gasbelastung: 500 m³/h
Kontraktion: 56% nach N₂-Bestimmung

Ofen wurde vor der Entleerung 1 mal extrahiert und zwar wie folgt:

16 m³ Schwerbenzin (Fraktion 180 - 200°) wurden in einem Erhitzer vergast, dieselben durch zwei 100 Ø Stutzen, welche auf dem Deckel angeschweisst sind, eingeführt. Während der Extraktion stand der Ofen unter Endgas II. Die Extraktion dauerte ca. 15 Stdn. Temperatur des Ofens ca. 5 atü = 150°C. Nach der Extraktion wurde der Ofen auf 19 atü gefahren und mit 1000 m³ Sygas St. I. belastet. Trocknung ca 24 Stdn. Anschliessend Ofen kaltgefahren auf ca. 30°C und entleert.

~~N.B. Während der Extraktion liefen beide Umwälzpumpen.~~

Entleerung:

Beginn : 7 Uhr.

1. Grundplatte abbauen
2. Entleerungskasten unterbauen
3. Siebklappen aufdrehen
4. Deckel abnehmen.

He

Während dem Losdrehen der Siebklappen fiel nur ein Teil der Masse von selbst, der restliche Teil wurde durch Schlagen (ca. 10 min) mit Holzhämmern (Gewicht eines Holzhammers ca 3 - 4 kg) entleert.

Nach der Entleerung wurde der Ofen von oben mit 5 at Pressluft durchgeblasen, wobei nochmals 400 ltr Staub anfielen. Der Ofen ist meines Erachtens nach 100%ig sauber.

Beim vorletzten Ofen mit gleicher Behandlung wurde,
nach Angabe von He. Dr. von Holt, nur noch ca. 0,2 % Paraffin
festgestellt.

Darius

25
in der 25. oder 24. Tagen
von T. & Tage.

der Kosten unterhalb Betrag
145 - 135 = 10 ~~10~~ pro ff.

u. Zahlung, bei demnach
1000 ff in der Hand,
u. 4 monatigen Kasse
der Teilzahl der eine für die
das eine Summe

Sum: 3240 000 ff.

der Kosten sind unterhalb
die mit demnach haben so
von T. & Tage, unterhalb

-030720-

000721

Worm Worms

in der Gegend von Worms
 die Entfernung der beiden
 Olychanten von Worms
 um 14 84-84 Jahren und
 nochmal dreyen d. auf
 die wörmischen Wälder
 hinweisen, die uns bei
 der Entfernung von Worms
 am 10. d. d. Worms
 besucht worden sind.
 Man ist sehr interessiert.

In der Gegend von Worms
 von der Höhe sind die beiden
 Gärten auffällig, die beiden
 Typen der beiden Gärten
 jedoch nicht.

Bei 4 Reife Wägen in
 14 Jahren, bei 14 d. d.
 14 15 Bodenbau Lage werden.

28.5.1938

Benzingewinnung, Mei./Htg.

000722

Vergleich der Entleerung von CO₂- und benzin-
getränkten Kontakten.

Aus Block 8 wurden am 28.5. - 1.6.1938 je 2 CO₂- und
2 benzingetränkte Kontakte entleert. Die wichtigsten Betriebs-
daten der Öfen sind folgende:

	Of. 81	82	83	84
Kenn-Nr.	476A	475A	461A	445A
Zusammensetzung	Co-ThO₂	Co-ThO₂	Co-ThO₂	Co-ThO₂
kg-Verhältnis	1 : 2		1 : 2	
Tränkung		CO ₂	Versuchstränkung mit 30% Dieselöl u. 70% stab. AK.-Benzin.	
Betr.-Zeit	2140 h St. I.	519 h St. II.	1480 h St. I. +) 247 h St. II. +)	
Kontraktion	60 -- 44% St. I.	ca. 30% St. II.	47/52 -- 45/49 St. I. ca. 30% St. II.	
Letzte Betr.-Periode	Temp.	200°	200°	

*) verkürzte Betriebszeit bedingt durch
Kesseltrommelreparatur.

Öfen 81 und 82 wurden nach 5 maliger Extraktion entleert. Der
Kontakt fiel dann zum grössten Teil heraus, Reste wurden durch
Stochern entfernt. Bei Öfen 83 u. 84 wurden lediglich während
der letzten 12 Betriebsstunden die Temperatur auf 211° gesteigert.
Die Entleerung erfolgte anschliessend. Der Kontakt fiel
vollständig heraus, sämtliche Lamellen wurden zur Kontrolle
einmal durchgestochert. Für beide Fälle kann das Ergebnis der
Entleerungsart entsprechend als das bestmögliche bezeichnet
werden.

Die Vorbereitungs- und Entleerungszeiten und - Kosten für einen Ofen waren folgende:

Ofen 81/82 (für 1 Of.)					83/84 (für 1. Of.)				
Arbeitsgang	Zeit h	Verbrauch	Preis einh. RM.	Kosten RM.	Arbeitsgang	Zeit h	Verbr.	Preis einh. RM.	Kosten RM.
Extraktion 3 x Gasoel 2. x S.-Benz.	36 48	50 t. Ex- trakt-öl.	5.00 pro t. Frakt. kosten +)	250.-	-	-	-	-	-
Trockng. (ca. 6 h ohne Reakt.)	14	5000 m ³ Sygas I	0,02/m ³	100.-	Trocknung mit Reakt.				
Entleerung u-Stochern	36	500 Ar- beits- std.	0,90/h	450.-	Entleerung und Stochern	7-98- Ar- beits- std.	0,90/h	88.-	
<i>Wasserreinigung?</i>	4	50	4	45		4		45	
Summe:	98			800.-	Summe:	7		88.-	
	90			845		11		135	

Es sind die vollen Fraktionierkosten eingesetzt, ohne Rücksicht darauf, dass der B.-G.-Betrieb nur mit einem Teil dieser Kosten belastet wird.

Zeit und Kosten für Reinigen der Siebklappen und allgemeine Überholung sind dabei nicht eingeschlossen. Sie betragen in beiden Fällen pro Ofen 4 h, ca 50 Arbeitsstunden = 45.- RM.

Die Überlegenheit der benzingetränkten Kontakte ist hier sehr klar erwiesen. Mit wenigen Ausnahmen haben sich benzingetränkte, ohne Einschlämmoel eingefüllte Kontakte stets ohne Vorbereitung anschliessend an den Betrieb gut entleeren lassen. Sogar nach Extraktion (Öfen 74/76) fiel der Kontakt vollständig heraus.

Die vollständige Entleerung eines mit CO₂ getränkten Co-ThO₂-Kontaktes ohne Extraktion ist bisher in Holten trotz vieler Versuche nie gelungen.

Am...

Holten, den 3. Juni 1938.
RB. DG. Heger/Htg.

Benzin-Versuchsanlage.

Herrn Direktor A l b e r t s !

Bericht über die Drucksynthese vom 10. Mai bis 27. Mai 1938.

Ofen 1 wurde zur Feststellung eines günstigen Verflüssigungsgrades und der Vergasung mit wechselnder Belastung in der Zeiteinheit auf rd. 75% CO - Umsatz gefahren (siehe Sonderbericht Ofen 1).

Seit dem 23. Mai ist die Belastung wieder auf 40 Nm³/h festgesetzt; der Ofen arbeitet bei einer Temperatur von rd. 185°C.

Nach Analyse:

Kontraktion = 60,5 CO - Verflüssigung 59,0%

CO - Umsatz = 73,5 Verfl.-Grad = 80,0%

errechnete Ausbeute an flüssigen Produkten = 126 g/Nm³ Id.C.

praktische Ausbeute an flüssigen Produkten = 118 g/Nm³ " "

Der Ofen ist 44 Tage alt.

(Borsig-Kompressor konnte die letzten 5 Wochen störungsfrei durchgeföhren werden. Mit dem Auflegen eines neuen Riemens und Einbau eines Gelabstreifers läuft die Maschine seit einigen Tagen einwandfrei).

Ofen 2 wurde bei einer Temperatur von 200°C mit Sygas unter Wassergaszusatz zur Erhöhung des CO-Gehaltes im Ausgangsgas

-CO : H₂ = 1 : 1,87) im Kreislauf 1 : 2,22 gefahren:

Belastung = 40,2 Nm³/h (+ 13,2%)

Kontraktion nach Menge: 74,2%

Nach Analyse:

CO - Umsatz = 94,2% CO - Verflüssigung = 82,3%

Verfl.- Grad = 87,0%

errechnete Ausbeute an flüssigen Produkten: = 175,0 g/Nm³ I.C.

praktische Ausbeute an flüssigen Produkten: = 151,0 " " "

Der Siedeverlauf des Gesamtproduktes ist gegenüber der normalen Drucksynthese (ohne Freislauf) wesentlich nach unten verschoben und bringt bis 320°C rd. 85 Vol.-%.

Ofen 3 zeigte bis zum Stillstand am 16.5. einen gleichmäßigen Reaktionsverlauf:

Belastung = 102,5 Nm³/h (+ 10,8%) Temp. = 191,5°C

Nach Analyse :

Kontraktion = 62,2%

CO - Umsatz = 75,5% CO-Verfl. = 62,7%

Verfl.-Grad = 83,0%

errechnete Ausbeute : 131 g/Km³ Id.-Gas fl. Prod.

praktische Ausbeute + 121 " " " "

Infolge einer Undichtigkeit in der Endgasleitung nach dem Paraffinabscheider (Ursache : Korrosion; das Rohrstück war erst seit 3 Monaten in Betrieb), mußte der Ofen für 2½ Stunden ausser Betrieb gesetzt werden; die Temperatur des Ofens wurde durch Frischdampf auf 131,5°C gehalten, der Gasdruck betrug 6,0 bis 7,0 atü (Restgas). Nach Wiederauffahren war der Ofen in seiner Aufarbeitung sofort zurückgegangen, konnte aber trotzdem noch bis zum 19.5.38. gleichmäßig durchgeführt werden:

Belastung: = 105,0 Km³/h Temperatur = 191,5

Nach Analyse:

Kontraktion: = 59,5 %

CO - Umsatz: = 72,4 % CO - Verfl. : = 60,0 %

Verfl.-Grad: = 83,0%

errechnete Ausbeute: = 125 g/Km³ Id.-Gas

praktische Ausbeute: = 109 " " "

Hier hatte der Ofen 107 Betr.-Tage.

Am 19.5.38. wurde der Ofen wiederum zur Beseitigung einiger Undichtigkeiten an der Paraffinvorlage- und wasserseitig an verschiedenen Ventilen stillgesetzt. Hier mußte die Temperatur für 2 Stunden bis auf 167°C heruntergefahren werden.

Nach einem Stillstand von rd. 29 Stunden wurde der Ofen am 20.5.38. wieder bis auf 191,5°C gefahren, wobei die Kontraktion nur 49% betrug.

Nach den Erfahrungen aus früheren Stillständen (bessere Aufarbeitung beim Wiederauffahren) blieb der Ofen unter N₂ bei rd. 200°C zur Auflockerung des nach unten abgelaufenen Kontaktparaffins stehen.

(In dieser Zeit wurden am Dewag - Kompressor neue Wollenlager eingebaut).

Nur 6 - 7 kg Paraffin liefen hierbei bis in die Paraffinvorlage; wohl aber wurden rd. 50 Liter Sasser festgestellt.

Am 23.5.38. wurde der Ofen wieder in Betrieb gesetzt und erreichte bei 191,5°C nur 37% Kontraktion, wobei er dann einige Stunden gleichmässig durchgeföhren werden konnte, ohne in der Aufarbeitung weiter abzufallen.

Nach Abheben des Deckels (oben) am 24.5.38. wurden sodann zwei undichte Schweiss-Stellen festgestellt, durch die erhebliche Mengen Wasser herausspritzten; die Undichtigkeiten wurden beseitigt.

In den nachfolgenden 24 Stunden ging die Kontraktion bei einer Temperatur von 191,5°C — anfangs auf 50% — um weitere 10% zurück, um dann gleichmässig bei 40% stehen zu bleiben.

Die Ursache für diesen plötzlichen Kontraktions-Abfall wurde in der Verstopfung verschiedener Röhre durch Staub und Paraffin vermutet, die wohl hauptsächlich in der unteren Zone des Ofens zu suchen waren.

Der Ofen wurde darum am 25.5.38. mit 600 Liter Schwerbenzin (120 - 230°C) über 4 Stunden bei einer Temperatur von 145°C extrahiert, so dass die untere Zone (etwa $\frac{1}{2}$ des Kontakt-raumes) durch das Benzin direkt und der übrige Raum durch die aufsteigenden Benzindämpfe erfasst wurde.

Bei dieser Extraktion wurden 62,5 kg Paraffin vom Kontakt gelöst.

Sodann wurde der Ofen bei voller Belastung bis auf 192,5°C geföhren und läuft seit dieser Zeit gleichmässig mit einer Kontraktion von 43 - 44%.

Der Widerstand des Ofens beträgt 20 - 25 mm Hg (im Monat März wurden 20-25 mm Hg festgestellt), sodass hiernach die Verstopfung einiger Röhre nicht die Ursache des Kontraktionsabfalls, sondern vielmehr die durch die undichten Schweisstellen hereingespritzten Wassermengen (Oxydation des reduzierten Kontaktes) die plötzlich auftretende schlechtere Gas-aufarbeitung bedingten.

Seit dem 27.5.38. wird das Restgas dieses Ofens über den Ofen 1 als 2. Stufe geföhren.

Ofen 7 konnte mit Ausnahme von 48 Stunden — Berholung vom Kompressor 3 — gleichmässig geföhren werden:

Belastung: 13,3 Nm³/h (+ 3,0%) Temp. = 183-185°C

Nach Analyse:

Kontraktion: 64,0 %

CO - Umsatz: = 76,0 CO-Verfl.: = 66,5

Verfl.-Grad: = 87,5

errechnete Ausbeute an flüss. Prod.: = 138,0 g/Nm³ I.G.

Seiner geringen Gasbeaufschlagung wegen können keine genauen Daten über die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten gemacht werden, da eine Gasvolumenmessung in dieser Größenordnung zu ungenau ist; der Ofen hat 47 Betr.-Tage; er muss durch Beheizen mit Frischdampf auf seiner Temperatur gehalten werden.

Ofen 4 wird durch fortwährendes Ausschäumen entleert und dann mit einem normalen Kobalt-Thorium-(Birich-Form)-Kontakt von 0,5 - 1,0 mm gefüllt und unter normalen Bedingungen gefahren.

Ofen 5 wurde mit H₂/N₂ bei 164°C hydriert, wobei rd. 45 kg an flüssigen Produkten ausgetragen und eine Aufspaltung zu Methan nicht stattfand (max. Druck wasserseitig = 7,0 atü).

Der Ofen wird durch Extraktion entparaffiniert und dann entleert.

~~Er wird mit einem Magnesium-Thorium-Kontakt von der Korngröße 0,5 - 1,0 mm gefüllt-~~

Ddr. Bahr
Feisat
Hagemann
Kartin
Akten Synthese
Betriebskontrolle

Holten, den 2. Juni 1938.
RB. BG. Mei./Htg.

Benzingewinnung.

Fahrprogramm für die Kontaktöfen.

Öfen in Betrieb:

1. Stufe.: 34, II. Stufe: 12, insgesamt: 46
Verhältnis Ofenzahl I : Ofenzahl II = 2,8
" " I+II.: " I. = 1,35

Belastung:

Mit dem vorhandenen Zwischengebläse und 2stufiger AK.-
Schaltung können maximal 34 000 m³/h eingesetzt werden.

Durchschnittsbelastung I. Stufe: 1000 m³/Ofen h

II. Stufe: 1130 "

~~bei 60% Kontr. in der II. Stufe und 13-600 m³/h Sygas II.~~

Gesamtdurchschnittsbelastung : 740 m³/Ofen h.

Kontakterneuerung:

Bei Lieferung von 14 Kontakten pro Monat ergibt sich eine
Fahrzeit von rd. 100 Wagen = 2400 h. Durchschnittlich 5 Kontakte
pro Monat werden in Stufe II. eingesetzt. Umschaltungen von
Stufe I auf Stufe II werden mit Rücksicht auf Paraffinnebel mög-
lichst vermieden.

Betrieb I. Stufe.

Anfahren: Mit 1200 m³/h-Sygas II.

1. Fahrzeit: In 24 h auf 175° = 8 atü. Umschalten auf I. Stufe.

60% Kontraktion maximal 70%. Dann Steigerung, um 0,8° = 0,2 atü
alle 4 h (2 mal auf jeder Schicht), bis 185° = 10,5 atü, die also
nach 72 Std. erreicht werden. Anschliessend lineare Steigerung
um 0,7° = 0,2 atü alle 2 Tage (Frühschicht) bis 194° = 13,0 atü.
Dauer der 1. Fahrzeit ca. 30 Tage. 1. Hydrierung.

2. Fahrzeit: Steigerung bis 196° = 13,5 atü nach Kontr. 60% halten.
2. Hydrierung.

3. Fahrzeit: Steigerung bis 197,5° = 14,0 atü. Kontr. wie 2. Fahr-
zeit, 3. Hydrierung.

4. Fahrzeit: Steigerung bis 199° = 14,5 atü. 4. Hydrierung.

5. Fahrzeit: Steigerung bis 200,5° = 15,0 atü als Endtemperatur.

Belastung: 1200 m³/h werden mindestens in der 1. Fahrzeit gehalten. Anschliessend Senkung der Belastung, um 60% Kontraktion auch weiter zu halten.

Betrieb 2. Stufe.

Anfahren: wie Stufe I. 40% Kontraktion.

Fahrzeit: Steigerung wie Stufe I bis 185° = 10,5-atü in 72 h. Dann lineare Steigerung um 0,7° = 0,2 atü alle 3 Tage bis 200,5° = 15,0 atü, anschliessend alle 2 Tage um 0,5° = 0,2 at bis 206° = 17,0 atü, die nach 90 Tagen erreicht werden. 40% Kontraktion werden angestrebt, keine Hydrierung.

Belastung: Im Anfang 1200 - 1500 m³/h, dann nach Kontraktion gesenkt.

Hydrierungen:

Öfen der Viererblocks werden paarweise hydriert. Vorher mit H₂/N₂ durchspülen. Kreislauf mit 1500 m³/h und 350 m³/h H₂/N₂-Zugabe. Temperatur durch Eigenreaktion bis 19,0 atü steigen lassen; wenn Anheizen nötig, die höchstmögliche Temperatur halten. Dauer der Hydrierung 16 Stunden. Gasproben 1, 3, 5, und 16. Stunde.

Anfahren nach Hydrierung:

Drucksenkung bis 10,5 atü und Steigerung nach Kontr. Belastung 1200 m³/h. Die beiden zuerst hydrierten Öfen sind während der Hydrierung der beiden anderen in Betrieb, müssen aber zum Anfahren der zweiten noch einmal im Druck gesenkt werden.

Begründung des Fahrprogramms.

- 1.) Die Aufarbeitung des Sygases ist möglichst in die I. Stufe verlegt, da die II. Stufe nur bei stärkerer Temperatursteigerung weitgehend aufarbeitet.
- 2.) 185° Temperatur werden rasch i. 3 Tagen angestrebt, was besonders für die Mg/Th-Kontakte erforderlich ist.
- 3.) Belastungen über 1200 m³/h in der I. Stufe werden vermieden, um die Öfen zu schonen, da sich bei höheren Belastungen ungenügende Wärmeabfuhr und Verbiegen der Lamellen in der obersten Schicht gezeigt haben.
- 4.) Hydrierungen bei möglichst hoher Temperatur, von der 1. Hydrierung an, haben mehr Erfolg gezeigt als die bei der letzten Fahrtemperatur.

gez. Meier.

Zusammenfassende Ergebnisse der Drucksynthese

I. Bedingungen:

Ohne Ausnahme wurde Kontakt aus der laufenden Herstellung der Katorfabrik, d.h. Co-Th-Kontakt mit einem Verhältnis von Co:K-gur = 1:2 und der normalen Körnung 0,5 - 3 mm, benutzt. Eine Sichtung oder Klassierung fand nicht statt.

Zur Verarbeitung gelangte das normale Synthesegas der Ruhrbenzin mit folgender, durchschnittlicher Zusammensetzung:

CO ₂	CO	H ₂	CH ₄	N ₂	Inerte
14.5	27.5	54.5	0,5	3,0	18,5 %

Eine zusätzliche Schwefelreinigung wurde nicht vorgenommen, sodass mit 0,3 - 0,5 g-Gesamtschwefel/100-m³-Synthesegas gearbeitet wurde.

Der Betriebsdruck betrug gaseitig 7 atü. Das Temperaturgebiet betrug 175-195°.

Die Belastung lag um 15-20 % höher als die normale Belastung eines Kontaktes, d.h. 1 m³ Sy-Gas/kg Co.

900731

II. Ergebnisse

In der folgenden Tabelle sind die Idealausbeuten für 2-stufigen Betrieb berechnet aus den Ergebnissen der 1. Stufe unter der Voraussetzung einer gleichbleibenden Verflüssigung in der 2. Stufe:

Ofen No.	Laufzeit Tage	A u s b e u t e n ohne Gasol				
		in Durchschn. der Laufzeit	am Ende der Laufzeit	Umgerechn. a/2 Stufenb		
		g/m ³ I-0 CO-Ums.	g/m ³ I-0 CO-Ums.	g/m ³ I-		
I/2 +)	40	126	78%	126	78 %	161
II/1	175	115	74%	122	77 %	160
III/1	40	131	77%	122	73 %	167
III/2	98	117	73%	117	73 %	160
V/1	64	115	76%	117	81 %	144

+) I/2 usw. bedeutet: Ofen I 2. Füllung

Zur Herbeischaffung von möglichst reichhaltigen Versuchsunterlagen, d.h. um Anfahrbedingungen kennen zu lernen und Entleerungsmöglichkeiten zu prüfen, wurden die Ofen ohne Rücksicht auf ihren noch guten Aktivitätszustand außer Betrieb genommen. Man sieht aus den obigen Ausbeuten am Ende der Laufzeiten, dass diese fast die gleichen sind wie im Durchschnitt der Laufzeit, teilweise sogar höher liegen als im Durchschnitt der Laufzeit.

Abweichungen innerhalb der Ergebnisse, wie sie die obige Tabelle zeigt, sind außer von der Konstruktion des Ofens hauptsächlich von der physikalischen Beschaffenheit der Kontakten bedingt. Es sind Versuche im Gang, die sich mit Sicherheit schon soweit übersehen lassen, dass mit engen Siebfractionen eine bessere Anfarbeitung erzielt wird, die auf die bessere Gasverteilung und damit bessere Wärmeableitung zurückzuführen ist.

Umstehende Ergebnisse wurden ohne Zwischenbelegung des Kontaktes durch Hydrierung oder Extraktion erzielt, sodass innerhalb der genannten Laufzeiten ein zusätzlicher Wasserstoffbedarf nicht erforderlich war.

Bei keinem der angeführten Öfen wurde der Endpunkt der Laufzeit erreicht. Die Ergebnisse an Ofen II weisen darauf hin, dass eine Lebensdauer des Kontaktes erreicht wird, die mindestens das Doppelte der bei der drucklosen Synthese bekannten Laufzeit beträgt.

III. Produkte

Das Gesamtprodukt der Drucksynthese hat folgende durchschnittliche Zusammensetzung:

spez. Gewicht	0.790				
S.B.	-100°	-195°	-300°	-320°	1.320°
35°	15 %	59 %	63 %	67 %	33 % (Vol.)

Diese Siedeanalyse wird sich durch die zusätzliche Produktion aus der 2. Stufe etwas nach der Seite der leichtsiedenden Kohlenwasserstoffe verschieben.

Ausser den flüssigen Produkten werden in 2 Stufen noch 10 g pro mm³ Idealgas an Gasol erhalten.

gez. Alberts

Holten, den 10. Mai 1938.
RB. DG. Schn./Htg.

Benzingewinnung.

Herrn Direktor A l b e r t s !

Betr.: Behandlung von Ofen 121/5 vor der Entleerung.

Der Kontakt 446 A mit dem Verhältnis Co: Ksgr.=1:1,2 wurde im Januar 1938 eingefüllt und war etwa 77 Tage bei 1000 m³/h Belastung auf Stufe I in Betrieb.

Es wurden 2 Hydrierungen durchgeführt und die Produkte in der Versuchs-Anlage bestimmt. Es ergaben sich bei der 1. Hydrierung 1000 kg, bei der 2. Hydrierung nur noch 460 kg flüss. Produkte. Die beiliegende Fahrkurve zeigt, dass die Erwartungen, die man auf den Co-reicheren Kontakt gesetzt hat, nicht in Erfüllung gegangen sind. Es muss aber dabei beachtet werden, dass ein weiterer Kontakt dieser Art 634 A, der seit 13.4.38 in Ofen 32 in Betrieb ist, mit einer Belastung von 1500 m³/h im Kontraktionsbereich 55 - 60% arbeitet. In den Herstellungsbedingungen unterscheiden sich beide nur in der Reduktionstemperatur- und Zeit, deren Bedeutung für die Qualität der Th.-Kontakte schon immer ausser Frage stand (Laboreergebnisse und Red.-Versuche der RB, Bericht v.5.4.37.). 446 A wurde bei 410°/45', 634 A bei 360°/90' reduziert.

~~Im Bericht vom 26.4. wurde ausführlich über die Vor-~~
behandlung von Ofen 124/3 vor der Entleerung berichtet. Wir benutzten dort ein Gemisch von Sygas I und H₂/N₂ mit CO:H₂ = 1:3 u. zwar 1000 m³/h im direkten Durchgang bei 19,0 atü. Die Entleerung ging glatt vonstatten. Ofen 121/5 wurde zunächst mit Restgas bei 19,0 atü etwa 80 Std. behandelt. Ein Entleerungsversuch misslang. Dann wurde mit H₂/N₂ im Kreislauf (2000 m³/h) gearbeitet und in der Saugleitung des Gebläses Sygas I zugesetzt in einer Menge, die es aber erlaubte, den Ofen auf 19,0 atü zu bringen und zu halten. Das war möglich mit einem CO-Gehalt von etwa 7%. Die Entleerung ging nach 48stündiger Behandlung mit obigem Gas glatt vonstatten.

Das negative Ergebnis mit CO-reichem Gas und das

-2-

positive mit CO-armen, aber H₂-reichem Gas am gleichen Ofen hat unsere Idee zur Entleerung (Febr. 1938) bestätigt, dass man Gaszusammensetzung und Temperatur so wählen muss, dass man so weit wie möglich auf gasförmige Produkte hin arbeitet, die im Korninnern entstehen und dadurch für restlose Entfernung der Oelbestandteile sorgen, welche infolge Verklebung der Körner unter sich und mit den Lamellenwänden das Entleeren verhindern.

Ddr. Akten Synthese

Ruhrbenzin-Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holtan

900735

Holtan, den 3.5.1938.
RB. EG. Schm./Htg.

Benzingewinnung.

Herrn Dr. K o e l e n !

In der Anlage überreichen wir Ihnen die Fahrbilder der Kontakte 634 A (Co : Kgr. = 1 : 1; Red.-Temp. 360°) und 650 A (Mg.-Th.-Normalkorn), die in einem Block seit etwa 3 Wochen laufen. Der Co-reiche Ph.-Kontakt in Ofen 32 konnte bisher mit 1500 m³/h Sygas I im Bereich 55 - 60% Kontraktion gehalten werden, während der Mg-Th-Kontakt nur mit 1000 m³/h belastet werden konnte.

~~Der Betriebsleiter:~~

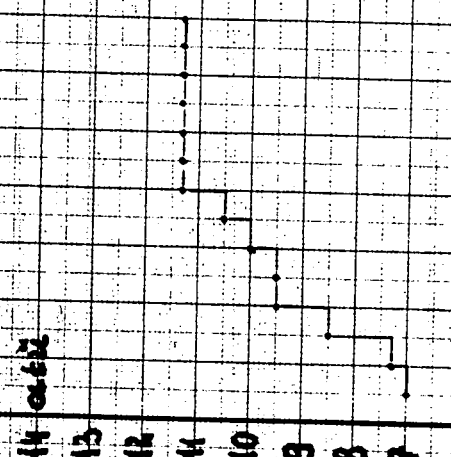
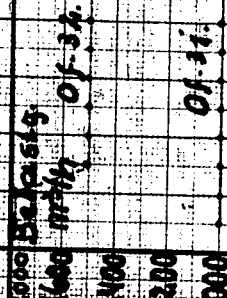
Ddr. Alberts
Feisst
Fischer
Gehrke
Akten Synthese

Open 31 u. 32 (4. Fällung) Stufe I.

— Open 31: 650 A. MgO - Typ. - Normal Korn.

- - - Open 32: 634 A. MgO - Typ. - Normal Korn
(Gef. Hsg. = 1:1. Red-Temp 360°)

10 % Konts.



angef. 14.4.36

26.4.36

20

30

40

50

60

70 Tage

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

Benzingewinnung.

900737

Herrn Direktor A l b e r t s i

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

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

Es war vorgesehen, diesen Kontakt ohne Extraktion nach Trocknung mit H_2/N_2 zu entleeren. Unsere Erfahrung geht nun dahin, dass solche Trocknung bei extrahierten oder nicht extrahierten Kontakten auch bei höheren Temperaturen unvollständig sind.

Voraussetzung für einen guten Trocknungseffekt ist, dass der ~~H_2 im Innern des Kontaktkornes das Paraffin nicht hydrierend spaltet~~, was aber oft bei der 3. Hydrierung schon kaum mehr der Fall ist. Erst kürzlich wurde bei der Entleerung von Fadenkontakt aus Ofen 32, der nicht extrahiert und nur mit H_2/N_2 bei etwa 195° getrocknet war, die schmierige Beschaffenheit der nicht ausfallenden Reste beobachtet. Deshalb sind wir nach anfänglichen

Misserfolgen bei der Entleerung extrahierter und derart getrockneter Kontakte dazu übergegangen, nach der Extraktion eine kurzzeitige Behandlung mit Sygas St. I. anzuschliessen. Die Eigenreaktion erlaubt es, die Trocknungstemperatur ohne Fremdbeheizung beliebig zu erhöhen, z. B. bis auf 210° . (Endgasanalysen Anlage I).

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

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

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

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

Ddr. Feist
Aktien Synthese.

2 Anlagen.

Anlage 1.

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

Dat.	Ofen atü.	CO ₂	C _n H _m	CO	H ₂	CH ₄ ⁺	N ₂	C.-%	Vontr.
<u>1938</u>									
27.1.	112 15,0	23,3	1,6	22,5	44,5	3,3	4,8	1,36	41,3
"	17,0	28,3	2,2	19,1	38,8	6,1	5,3	1,46	51,7
"	19,0	35,0	3,1	13,9	31,5	9,7	6,7	1,49	60,9
1.2.	93 15,0	25,6	2,1	21,1	41,0	3,6	6,4	1,55	46,8
"	18,0	36,0	3,2	14,6	30,0	8,1	8,0	1,48	62,2
2.2.	94 18,0	44,9	3,5	7,4	24,2	12,7	7,1	1,53	70,2
8.2.	63 14,5	14,3	0,4	26,8	53,4	1,1	3,9	1,00	6,4
"	16,0	14,9	0,2	26,7	52,7	0,7	4,6	1,00	10,1
"	19,0	17,6	0,4	24,7	47,5	2,4	7,3	1,42	23,9
10.2.	64 19,0	36,3	3,2	12,3	28,2	10,1	9,8	1,41	62,8
11.2.	65 19,0	23,3	1,0	21,2	42,2	5,9	6,3	1,39	42,2
11.2.	122 19,0	36,0	2,7	12,7	31,1	9,3	8,1	1,57	42,5
6.1.	121 18,0	24,4	0,9	19,5	43,2	7,1	4,8	1,82	38,8
20.4.	72 19,0	47,3	3,2	5,1	18,2	15,2	10,8	1,58	69,6
21.4.	73 19,0	24,8	1,0	21,1	42,8	3,5	7,4	1,83	40,2

Anlage II.

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

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

Produktemessung.

1.) 1000 m³/h Sygas I.

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

2.) 600 m³/h Sygas I.

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

3.) 600 m³/h Sygas I u. 300 m³ H₂/N₂.

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

000741

Rudolf-Stein
Abteilung
Eberhausen-Holten

Holten, den 19.4.1938.
 RB. BG. Heger/Htg.

Benzin-Versuchs-Anlage.

Bericht über die Druck - Synthese (Ofen 7).

Der Ofen hat die Form eines Röhrenkühlers, besitzt 150 Rohre mit einem inneren Durchmesser von 18 mm und einer Länge von 2500 mm. Gaseintritt- und Austritt sind zentral durch einen 50 mm Rohrstutzen am oberen und unteren Deckel angebracht. Für den Kühlwasserkreislauf sitzen an einer Seite oben und unten Rohrstutzen mit einem Durchmesser von 50 mm (ursprünglich 25 mm), zudem kann für den besseren Kreislauf des Wassers eine Pumpe eingebaut werden.

Vor jeder Füllung des Ofens mit Kontakt, wurden die Rohre mit ca. 30 cm³ Grünkorn gefüllt --- etwa eine Schicht von 12 cm --- die als Filter für den mit dem Paraffin ablaufenden Staub dienen und die Überhitzung des Kontaktes am unteren Kopfblech der Rohre, infolge schlechter Wärmeabführung, verhindern sollte. Ausserdem wurde bei der Füllung darauf geachtet, dass die Rohre etwa 5 cm von oben ungefüllt blieben. Dem Volumen entsprechend fasst der Ofen etwa 12 kg Kobalt. In seiner bisherigen Laufzeit wurde der Ofen dreimal gefüllt. Infolge ungleicher und geringer Austrags an flüssigen Produkten konnte der Ofen bisher in den drei Fahrperioden nur nach der Gasanalyse beurteilt werden.

1. Füllung:

Fahrzeit vom 6.2. bis 13.2.1938. (ohne Kreislaufpumpe).

Betr.-Stunden: = 176

Temperatur: 143 - 189°C

Gasdruck: 6,93 atü

Belastung: 12,35 Nm³/h

Analyse des Restgases:

Dat.	Temp.	CO ₂	C _n H _m	O ₂	CO	H ₂	CH ₄	N ₂	C, -Z.	% Kontr.
6.2.	-169	29,2	0,6	0,1	21,2	39,1	2,1	7,7	1,27	54,5
7.2.	-173	33,4	0,3	0,1	16,4	28,8	8,9	12,4	1,15	59,6
8.2.	-176	27,7	0,4	0,1	21,4	37,8	5,2	7,4	1,25	51,6
9.2.	-180	36,7	0,7	0,1	13,1	—	—	—	—	63,8
10.2.	-184	33,8	0,4	0,1	18,1	30,6	8,0	9,0	1,26	60,0
11.2.	-189	38,4	0,2	0,1	17,2	33,7	15,7	7,8	1,14	51,14
12.2.	-189	18,8	0,1	0,1	24,2	46,8	5,2	4,8	1,00	25,6
13.2.	-189	17,2	0,1	0,1	25,5	49,5	2,9	4,7	—	18,6

Am 9.2. erreichte der Ofen, eine für die Verflüssigung ungünstige Gasaufarbeitung — bis zu 38% CH₄ im Restgas — und am 11.2. ist der Kontakt aus zwei Röhren herausgeblasen worden (konnte nach Öffnen des Ofens festgestellt werden), durch die dann das Gas unaufgearbeitet seinen Weg nahm. Aus diesem Grunde lässt sich über die Verflüssigung und die CH₄-Bildung eindeutig nichts sagen. Der Ofen wurde am 14.2. durch Ausschlämmen und Stochern mit Stahldrahtbürsten entleert.

2. Füllung:

Fahrzeit vom 23.2. bis 20.3.1938 (mit Kreislaufpumpe).

Betr.-Stunden: 428

Temperatur: = 166 - 184°C

Gasdruck: = 6,92 atü

Belastung: = 13,2 Nm²/h

Für die Beurteilung des Ofens mit der 2.Füllung wird die Fahrzeit vom 23.2. bis 6.3.1938 gewählt.

Betr. Stunden: = 277

Temperatur: = 166 - 178,5°C

Gasdruck: = 6,98

Belastung: = 13,2 Nm³/h

Analyse des Restgases:

Datum:	Temp.	CO ₂	CnHm	O ₂	CO	H ₂	CH ₄	N ₂	G.-Z.	Kontr.
										%
23.2.	166	34,1	0,2	0,1	20,0	31,5	5,7	8,4	1,10	58
- 6.3.	178,5									
Am 6.3. von 20 ⁵⁰ bis 22 ³⁰										Stillstand wegen Stromstörung.
7.3.	178,5	30,3	0,2	0,1	20,7	34,2	6,7	7,7	1,06	54,9
8,3,	"	25,7	0,2	0,1	22,2	39,6	4,8	7,4	1,25	44,8
9,3,	183	29,3	0,2	0,1	23,3	37,8	5,6	6,7	1,07	50,0
10,3,	183	29,3	1,2	0,1	20,2	35,2	7,5	6,5	1,28	47,6 x)
11,3	187	32,2	1,7	0,1	18,0	31,9	8,9	7,2	1,13	55,3 x)
Stillstand des Ofens wegen Defektes an Kompressor 3.										
18.3.	184	39,3	1,6	0,1	15,7	25,6	9,2	8,5	1,56	61,4 x)
19,3,	184	38,3	1,5	0,1	16,7	26,0	8,0	8,4	1,48	62,1 x)
20,3,	ab 18 Uhr									Stillstand wegen Defekts an Kompressor 3

x). ohne Kondensation und AK.-Anlage.

Analyse des Restgases:

<u>Dat.</u>	<u>Temp.</u>	<u>CO₂</u>	<u>CnHn</u>	<u>O₂</u>	<u>CO</u>	<u>H₂</u>	<u>CH₄</u>	<u>N₂</u>	<u>C - Z</u>	<u>% Kontr.</u>
9.4.	164									
16.4.	178	30,9	0,4	0,1	21,0	35,7	4,0	7,9	1,15	54,0

Aus dieser Restgasanalyse folgt:

CO - Umsatz = 64,7 % CO - Verflüssigung = 55,3 %
Verflüssigungsgrad = 85,5 %

Zu CH₄ + wird hierbei gebildet:

Bezogen auf CO - Einsatz = 6,3 %
" " CO - Umsatz = 9,7 %
" " CO - Verflüssg. = 11,3 %

Der Ofen wird unverändert durchgeführt.

Ddr.: Alberts
Hagemann
Bahr
Betr.-Kontr.
Akten-Synthese

Holten, den 14. April 1938.
RB. HC. Schu./Hig.

Brenzingergebnisse.

900745

Herrn Dr. H o e l e r

In der Anlage überreichen wir Ihnen den Kontraktionsverlauf des in Ofen 52 eingesetzten Co.-Fe-Radkornkontaktes (342, Dezember 1937). Er lief in Zweierblock zusammen mit einem Co-Fe-Radkornkontakt (302 ...). Die Widerstände betragen in der 1. 2-stufigen Periode bei $1000 \text{ m}^3/\text{h}$ Synthesegas Stufe I und etwa gleichen Kontraktionen bei Radkorn etwa 2 ... mm ... , beim Koralkorn 400 bis 500 Der Kontraktionsabfall des Koralkorns in der 2. 2-stufigen Periode wurde im Zusammenhang mit ... aus der ... rücksynthese auf der Austauschsitze am 25.3.1938 in ... mit dem hohen ... Gehalt in Zusammenhang gebracht und evtl. Folgerungen über die ... Bedingungen ... gezogen.

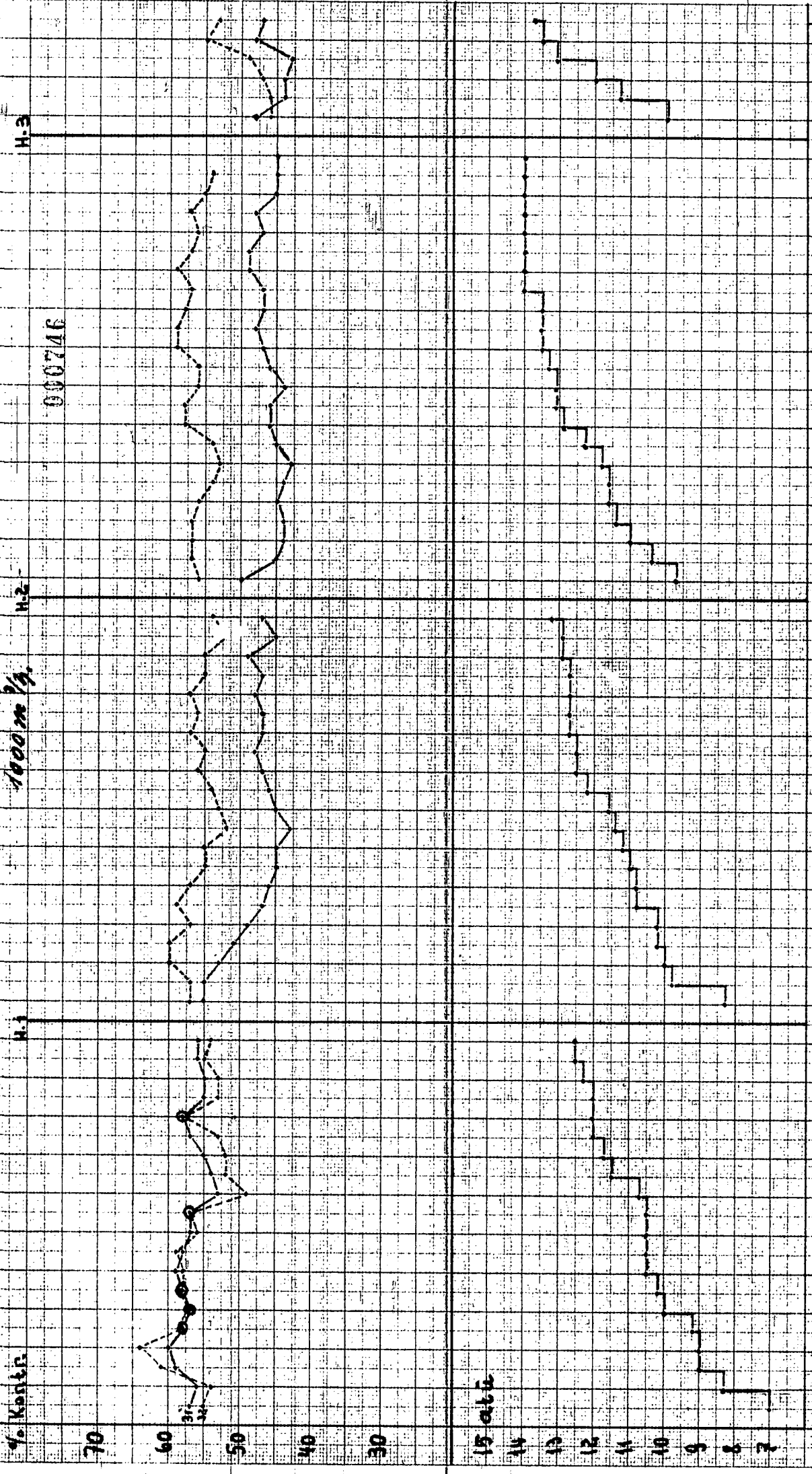
Nach 7 ... (3 ... Perioden) ... der 3. ... konnte bei Radkorn ... Kontraktion nicht ... erreicht werden. Vergleichsweise lief das Koralkorn von der 2. ... ab etwa 1 ... Punkte tiefer.

Nach 91 ... Laufzeit wurde der Ofen nach eintägiger ... mit H_2/N_2 -Gemisch, also ohne vorherige ... , ohne Schwierigkeit entleert, so Radkorn war vollständig erhalten.

Herrn Dr. H o e l e r
Leipzig
Tele. ...

Blatt 1.
3. Füllung (Stufe 7).

382 A Co - 7b - Normal Korn, Co: 14g = 100:200
 342 A Co - 7b - Fein Korn, u: 4 = 100:204



1000m³/q.
 000746
 H.1 H.2 H.3
 2 4 6 8 10
 Stufe
 20 30 40 50 60
 70 Page
 16.5.58

Blatt 2

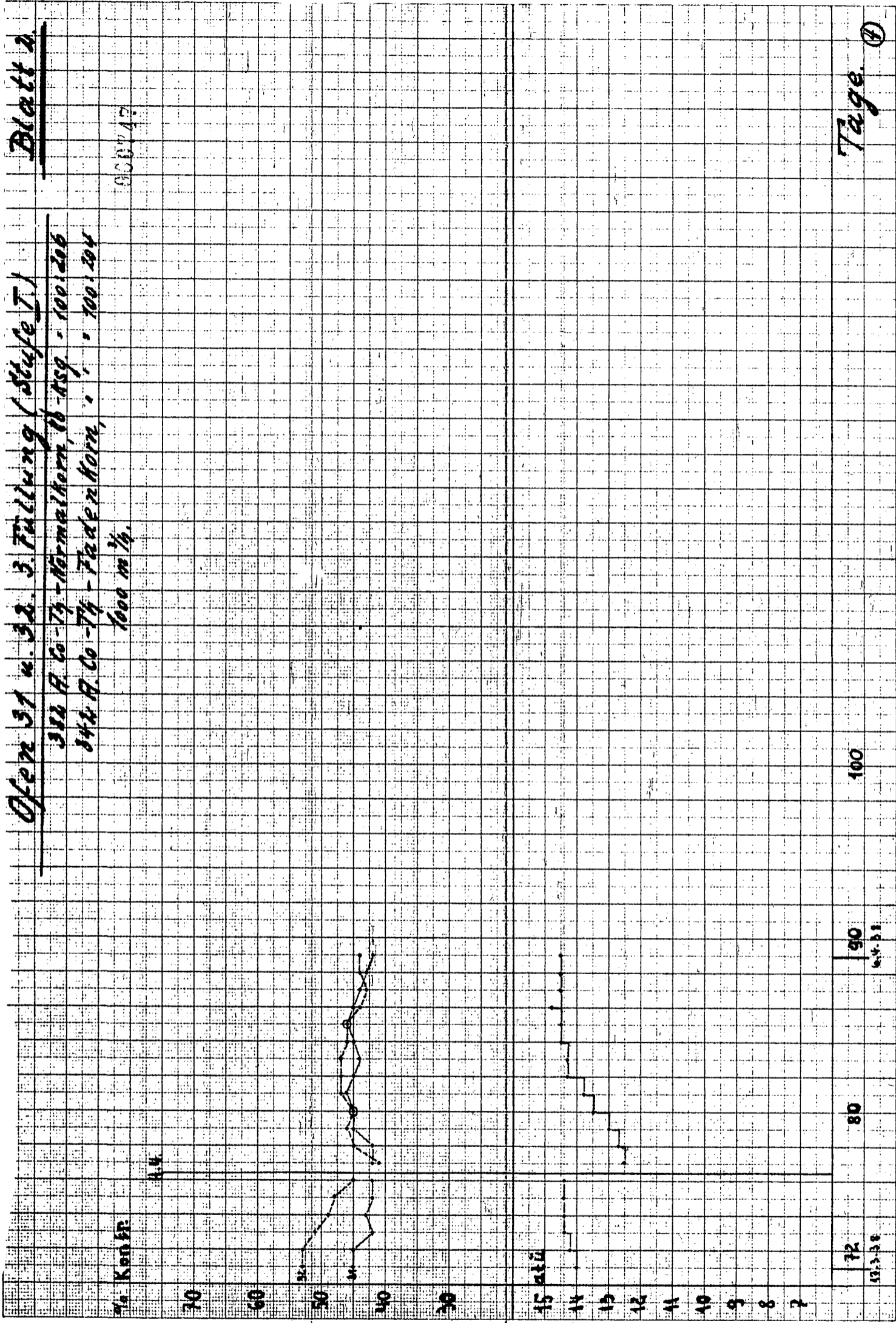
Ofen 31 u. 32. 3. Fällung (Stufe 7)

312 A. Co - 74 - Normalhorn, 16 - Asg. - 100:206

314 A. Co - 74 - Fädenhorn, , , - 100:204

1000 m³/h.

900747



72 ge. ④

Oberh.-Holten, den 5.4.1938.
RB.BG.Schn./Htg.

Benzingerinnung.

000742

Fahrweise der Synthesöfen.

Laut Besprechung mit Herrn Dir. Alberts am 4.4.1938. wurde für die nächste Zeit folgende Fahrweise festgelegt.

1.) 1. Fahrperiode der Kontakte - Stufe I. mit Belastungen von $1300 \text{ m}^3/\text{h}$ Sygas I. Die Temperatursteigerung erfolgt wie bisher, um eine Kontraktion von ca. 55 % zu halten, die Schlusstemperatur für die 1. Fahrperiode bleibt $12,5 \text{ atü}$ entsprechend. Die 1. Fahrperiode wird zeitlich kürzer sein als bisher.

2.) Die 1. Hydrierung erfolgt bei $13,0 \text{ atü}$.

3.) Die 2. Fahrperiode wird bei $13,0 \text{ atü}$ mit hoher Belastung, z. B. $1500 \text{ m}^3/\text{h}$ eingeleitet. Die Kontraktion wird durch Senkung der Gasbelastung gesteuert bis zur Grenze von $1000 \text{ m}^3/\text{h}$. Dann bleiben Belastung und Temperatur konstant bis Kontraktionsabfall erfolgt.

4.) Die 2. Hydrierung erfolgt bei $13,5 \text{ atü}$ und in der 3. Fahrperiode wiederholt sich das unter 3.) Gesagte.

5.) Die bisher entsprechend der Kontaktlieferungsquote nötige Gesamtfahrzeit wird unabhängig vom Ergebnis der neuen Fahrweise beibehalten.

~~Es wird weiterhin festgelegt, anstelle der Hydrierung~~
einige Öfen mit CO-haltigem Freislaufgas zu behandeln. Es ist zunächst Öfen 124 vorgesehen. Als Gas kommen in Frage: Restgas, Sygas II, Sygas I, Überlegungsgemäss wird ausserdem ein H_2 -reiches Gas versucht werden. Die Umwälzmenge wird allmählich gesteigert max. so bemessen, dass der Ofen durch Eigenproduktion an Dampf eben noch auf Temperatur bleibt. Die Vorgänge werden zunächst durch Gasanalysen verfolgt.

Ddr. Alberts
Feisst
Meier
Neweling
Temme

Benzingewinnung.

Belastung der Synthese.

000749

Mitte bis Ende Januar 1938

----- neugefüllte Öfen.

<u>Ab ca. 17. 1. 1938.</u>	<u>I.</u>		<u>II.</u>
Block 1 (25/46 Tg)	4000 m ³ /h	Bl. 5 (75 Tg)	4000 m ³ /h
" 3 (15 Tg)	2000 "	" 9 (116 Tg)	3500 "
" 4 (82 Tg)	3000 "	" 10 (31 Tg)	4000 "
" 6 (149 Tg)	4800 "		
" 7 (1 Tg)	6000 "		
" 122 (52 Tg)	1000 "		
" 123 (90 Tg)	1000 "		
" 124 (11 Tg)	1000 "		
24 Öfen	22800 m ³ /h	12 Öfen	rd.11500 m ³ /h

Entleerung: Block 2, Ofen 121, 33, 34; Block 11, 8.

Ab ca. 20.1.1938.

	<u>I.</u>		<u>II.</u>
Block 1.	4000 m ³ /h	Block 2.	4000 m ³ /h
" 3	2000 "	" 5.	2000 "
" 4.	3000 "	" 9	3500 "
" 6.	4800 "	" 10.	3500 "
" 7.	7200 "		
" 12 (121)	4000 "		
25 Öfen	25000 "	15 Öfen	rd.13000 "

Entleerung: Bl. 11, 8. Ofen 33, 34.

Ende Januar 1938:

Bl. 1.	4000 m ³ /h	Block 2.	5000 m ³ /h
" 3 (33, 34)	4000 "	" 5	3000 "
" 4	3000 "	" 10.	4000 "
" 7	6000 "		
" 11	4000 "		
" 12	4000 "		
25 Öfen	25000 "	11 Öfen	rd. 12000 "

Entleerung: Block 5, 8, 9.

Der Betriebskontrolle.

000750

Ergänzung zur
Artennotiz

über die Besprechung mit
XXXXXXXXXXXX
Betriebsbesprechung

Verfasser:

Dr. Schuff

Durchdruck an:

Martin
Hagemann
Anwesende.

in Bolten am 5. Jan. 19 38

Anwesend:

Die Herren Alberts
 Wilke
 Bahr
 Neweling
 Schuff
 Velde
 Schmack

Zeichen:

Datum:

Scha/Rtg. 13.1.38.

Betrifft:

Weitere Versuche in der Drucksynthese.

Diskussion betr. Ofen II.

Übergang von Normal zu Mitteldrucksynthese bedeutet Verschiebung der Produkte nach den Grenzen: Paraffin u. CH_4 , also Verminderung der Leicht- und Mittelbenzine. Es entstehen nur geringe Gasolmengen und es muss mittels der Desorptionsanalyse nach Peters untersucht werden, ob jetzt der Anteil CH_4 z.B. wesentlich aus $CH_4 + C_2H_6$ besteht und das Verhältnis $CH_4 : C_2H_6$ vergleichsweise zur Normaldrucksynthese ein anderes ist.

Es wurde nochmals festgestellt, dass die Lebensdauer des Kontaktes eine beachtliche ist, wenn man berücksichtigt, dass Ofen II in der 1. Fahrzeit bei Normaldruck gefahren wurde bis etwa 191° . Eine Temperaturschädigung zumindest ist nicht eingetreten. Desgleichen hat er alle Störungen z.B. durch Einlegen des Kreislaufes überstanden. Eine Regenerierung durch H_2 ist bis heute nicht durchgeführt worden. Es erhebt sich die Frage, ob nicht grundsätzlich die Regenerierung eines Kontaktes durch vollkommene Änderung der nach einer gewissen Fahrzeit vorhandenen Paraffinart möglich ist z.B. durch Kreislaufgas. Damit entfielen die H_2 -Regenerierung. Zweckmässig wählt man das Kreislaufverhältnis so, dass eine

900751

Blatt 2. zur Aktennotiz vom 13. Januar 1938

weitgehende CO-Aufarbeitung erfolgt und die Kontakttemperatur eben gehalten werden kann. Diesbezgl. Versuche sollen in der Grossanlage bei Normaldruck ausgeführt werden, sobald die Regeneriereinrichtung für 4000 m³/h Umlaufgas fertig gestellt ist (16.10.1937).

Es muss klargestellt werden, dass schon kurz nach Beginn der Versuche bei Mitteldruck im August unsererseits die Vorstellung bestand, dass dem vermehrten Kondensationszustand der Produkte gegenüber der Normaldrucksynthese eine kontaktschonende Wirkung zukommt. Der Kontakt ist in hochsiedende Kohlenwasserstoffe eingebettet, die einer Überhitzung des Kontaktes entgegenwirken, die Reaktionswärme gleichmässig verteilen und an die Wandungen übertragen. Das unter Druck in die Flüssigkeitsphase eingepresste Gas gelangt zu dem dauernd getränkten Kontaktkorn, befindet sich also in höherer Konzentration am Kontakt als bei der Normaldrucksynthese, ohne ihn hingegen durch Wärrestauungen zu schädigen. Es wurde daher schon damals die Bedeutung der Mitteldrucksynthese darin gesehen, dass sie bei dem jetzigen Stand unserer Katalysatorkenntnis, dass sie berufen ist, zunächst die Frage der Lebensdauer des Co-Kontaktes u.U. ein grosses Stück vorwärts zu bringen.

Aktennotiz

über die Besprechung mit

Herrn Dr. Herbert von der Lurgi

in Holten am 12.10. 19 37
die Herren

Anwesend:

Dr. Herbert
Alberts

000752

H. Dipl. Ing. Neweling

Bitte die Aktennotiz Herrn
Dr. Feißt und Herrn Dr. Schuff
zur Kenntnis zuzuleiten.

12.10.37.

Verfasser: Alberts

Durchdruck an:

Herrn Prof. Dr. Martin
Herrn Dipl. Ing. Neweling
Herrn Dr. Roelen

Zeichen:

Datum:

A/M.

12.10.37.

Betrifft: Drucksynthese

Um die Möglichkeiten der Drucksynthese nach allen Seiten schnell zu erschöpfen, ist es zweckmässig, Versuche durchzuführen sowohl im grösseren Labor-Maßstabe, wie es in der Versuchsanlage der Lurgi in Frankfurt möglich ist, als auch im technischen Maßstabe in unserer Benzinversuchsanlage. Für die nächste Zeit sind folgende Versuche vorgesehen:

A. Ruhrbenzin-Versuchsanlage.

- 1) Nach Aufstellung des neuen Kompressors mit einer Leistung von rd. 200 m³ wird der Versuchsofen II mit 40 m³ Synthesegas belastet mit einem Druck von 7-8 atm. Zusätzlich wird stufenweise das Restgas als Kreislauf zugegeben in Mengen von 1:1, :2, :3, :4, :5. Da die Reaktionswärme gegebenenfalls zur Aufheizung dieser Kreislaufgasmenge nicht mehr ausreichen wird, muss sofort ein Gaserhitzer hinter dem Kompressor vorgesehen werden.
Weiterhin ist ein Versuch so durchzuführen, dass man das Restgas einmal vor der A-Kohle, also mit seinem Gehalt an Leichtbenzin, zum Kreislauf führt, zum anderen nach der A-Kohle um festzustellen, ob im ersteren Falle gegebenenfalls Produkte

900752

Blatt 2

zur Aktennotiz vom

12. Oktober über die Besprechung
mit Herrn Dr. Herbert

verlorengehen oder aber ob sich diese in ihrem chemischen Aufbau stark verändern.

- 2) Für den Versuchsofen I ist ein Kontakt herzustellen, der 14 % Co und 18 % ThO₂ enthält. Mit diesem Kontakt hat die Lurgi, um weitgehendst auf niedrigsiedendes Benzin zu arbeiten, im Kreislauf mit einer hohen Oefinzahl gearbeitet, sodass es zweckmässig ist, den Kontakt in dieser Zusammensetzung auch noch einmal bei uns in Ofen I einzusetzen. Mit diesem Ofen wären dann die gleichen Versuche zu machen wie unter 1).
- 3) Sobald der Versuchsofen III seine Brauchbarkeit in konstruktiver Hinsicht nachgewiesen hat, wird dieser mit reinem Wassergas gefahren und zwar bei einem Druck von 4-5 atü mit zwischenzeitlicher Druckerhöhung auf 10 atü, um die Auswirkung dieser beiden Drücke auf die Umsetzung der Produkte festzustellen.
- 4) Weiterhin sollte sobald wie möglich einer dieser Öfen mit dem Magnesium-Kontakt gefüllt werden, um dessen Brauchbarkeit für die Drucksynthese festzustellen.

B. Lurgi-Versuchsanlage

- 1) Die augenblicklichen Versuche der Lurgi bei verschiedenen Drücken laufen z.T. weiter.
- 2) Ein Ofen ist als 1. Stufe mit reinem Wassergas zu fahren und dem Endgas der 1. Stufe soviel Wasserstoff zuzusetzen, um auf Synthesegas zu kommen, das in der 2. Stufe weitgehendst aufzuarbeiten ist. Hierbei ist sind die Ausbeuten bezw. das Verhältnis der Verflüssigung zur Kohlenoxydumsetzung festzustellen, da zu erwarten ist, dass dasselbe besser ist als bei normaler Durchführung der Synthese.

996754

Blatt 3 zur Aktennotiz vom 12. Oktober über die Besprechung mit
Herrn Dr. Herbert

3) Der gleiche Versuch wird durchgeführt mit Magnesium-Kontakt.

Die Versuche der Lurgi werden mit einem Gas durchgeführt, das etwa 10 % Inerte hat. Es ist jedoch beabsichtigt, von uns laufend in Stahlflaschen fertiges Synthesegas bzw. Wassergas zu beziehen, da sich dies erheblich billiger stellen wird als der heutige Kauf von reinen Gasen. Wir bemühen uns, zu diesem Zwecke für die Lurgi entsprechend grosse Stahlflaschen zu kaufen, bzw. einen Hochdruckkesselwagen anzumieten, ^{oder zu kaufen} ~~oder zu kaufen~~ Wasserstoff- und Sauerstoffversand benutzt wird. Die Kompression der Gase ist auf unserem Werk möglich.

Es dürfte zweckmässig sein, die Verbindung zwischen der Lurgi und uns dergestalt aufrechtzuhalten, dass ein Herr der Lurgi an unseren Versuchen teilnimmt und umgekehrt ein Herr von uns bei der Durchführung der Versuche in Frankfurt zugegen ist, sodass ein rascher Erfahrungsaustausch über die notwendigen Schlussfolgerungen, die hieraus zu ziehen sind, gewährleistet ist.

990755

Analytisch - Chemische Kontrolle der Drucksynthese.

- 1.) CO₂-Schreiber für Sy.-Gas
- 2.) Dauerprobe vom Sy.-Gas I - 24 Std. - wird von der Grossanlage übernommen.
- 3.) CO₂-Schreiber für Endgas - Ofen I und Ofen II. (Vor A.-Kohle).
- 4.) Dauerproben vom Restgas - Ofen I und Ofen II mit Aspiratoren (Nach A.-Kohle) - Bestimmung des Litergewichtes.
- 5.) Untersuchung des Gasolgasgemisches - Durchschnittsproben vom Gasolgasometer.
- 6.) Bestimmung der spezifischen Gewichte der flüssigen Produkte.
- 7.) Siedeanalysen der flüssigen Produkte ,dazu Säurezahl- und Olefinbestimmung, Eisengehalt im R.-Wasser. (Wöchentlich einmal).
- 8.) Stichproben vom Endgas beider Ofen nach Bedarf.

Messtechnische Kontrolle der Druck-Synthese.

- 1.) Sy.-Gasmenge für beide Ofen durch Drehkolbengasmesser.
Stündliche Ablesung der Uhrstände, Bestimmung der Gastemperatur und des Druckes zur Korrektur der Gasmenge auf Nm³.
Uhrstand in der Ansaugleitung vor dem Demag-Kompressor.
- 2.) Sy.-Gasmessung für Ofen I. durch Staurand; registrierender Vordruck- und Differenzdruckschreiber. Stündliche Temperaturmessung.
- 3.) Sy.-Gasmenge für Ofen II. ergibt sich aus der Differenz zwischen Gesamtmenge und der vom Ofen I.
- 4.) Restgasmengen beider Ofen werden durch Drehkolbengasmesser bestimmt. Stündliche Ablesung der Uhrstände, der Temperatur und des Druckes zur Korrektur der Gasmengen auf Nm³. Uhrstand in der Restgasleitung nach A.Kohle.
- 5.) Überwachung des Gasdruckes im Ofen I u. II. durch Beobachtung der Manometer. Registrierende Kontrolle des Gasdruckes vor dem Ofen I.
- 6.) Bestimmung der Ofentemperaturen durch geeignete Dampf-Druckmanometer am Kühlwasserbehälter. Ständige Beobachtung durch die Fahrer.
- 7.) Thermo-Elemente am Kühlwasser-Eintritt und Austritt, zudem an drei

verschiedenen Stellen des Ofens zur registrierenden Temperaturmessung. Jedoch nur Relativwerte.

8.) Bestimmung der anfallenden Produkte durch Wägung.

9.) Alle Asuwertungen erstrecken sich über 24 Stunden, d.h. v.o.-24 Uhr.

Ruhbenzin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holtm 137

000758

Holtm, den 1.9.1937
RB.B.G.Schu./Htg.

Benzingewinnung.

Herrn Direktor A l b e r t s !

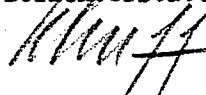
Betr.: Belastungsversuche Synthesestufe I.

Die Versuche sollten Auskunft geben über die Bildung von CH_4 bei sinkender Belastung und damit steigender Kontraktion bei konstanter Synthesetemperatur. Die Ergebnisse sind in einer Tabelle und einem Kurvenblatt zusammengestellt für den jüngeren Ofen 63 (Kenn - Nr. 141 A., 1. Laufzeit Stufe I.: 14 Tage bei 10,7 atü) und den älteren Ofen 121 (Kenn - Nr. 57A 3. Laufzeit Stufe I. 81 Tage bei 14,5 atü). Bei praktisch gleichbleibenden Kontraktionen ist die Bildung von CH_4 bei dem jüngeren Ofen wesentlich höher als bei dem älteren.

Entsprechende Versuche für Stufe II. liegen vor von Ofen 103 (Bericht vom 27.10.1936).

Abtlg. Synthese-Betrieb:

Der Berichterstatter:



Dr. He. Dipl. Ing. Neweling
" Dr. Feisst

2 Anlagen:

Tabelle.

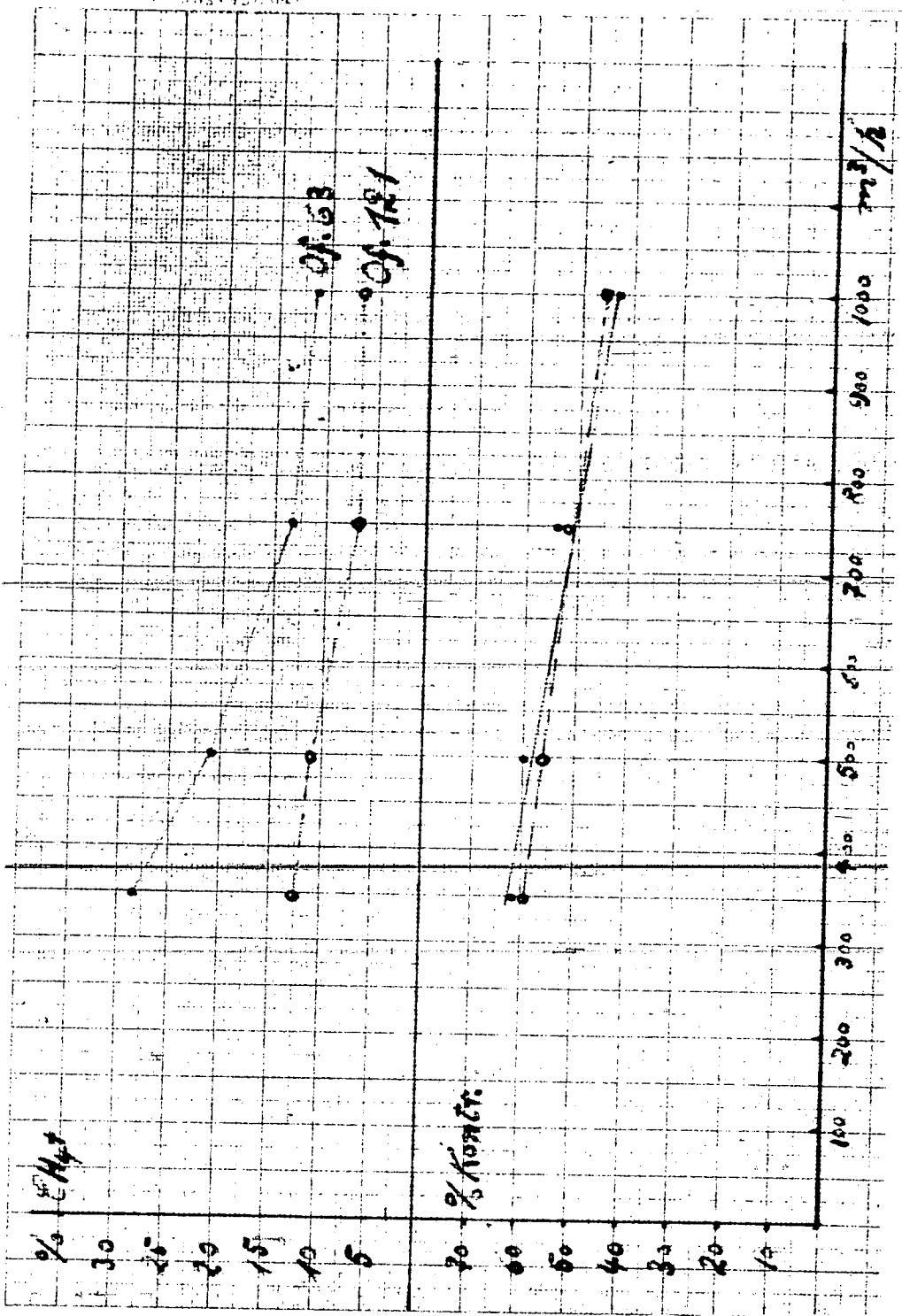
Belastungsversuche an Of. 63 u. 121 am 28.8.1937.

Beurztg: 3.19.37

re/h

		<u>O f e n 63.</u>						
Belastung:		350	500	500	750	750	1000	m ³ /h <small>1000</small>
CO ₂		37,7	36,5	31,4	31,4	31,7	25,9	28,5
C _n H _m		0,9	1,0	2,7	0,8	1,3	1,0	1,5
O ₂		0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
CO		7,8	10,5	4,5	15,3	15,2	18,6	18,7
H ₂		18,8	23,1	24,0	30,9	31,7	32,1	35,6
CH ₄		28,3	20,9	22,4	13,3	13,4	11,0	9,6
N ₂		<u>6,3</u>	<u>7,8</u>	5,8	<u>8,1</u>	6,5	<u>11,2</u>	5,9
C. - Zahl:		1,48	1,60	1,79	1,69	1,72	1,52	1,64
Ko.		↓		52,2		55,0		49,8
ahi		14,5 ab		11,7		11,7		11,7
		<u>O f e n 121.</u>						
Belastung:		350	500	500	750	750	1000	m ³ /h
CO ₂		36,4	33,3	28,6	30,8	19,8	26,5	19,0
C _n H _m		1,4	1,7	1,7	2,1	1,4	1,7	1,3
O ₂		0,3	0,3	0,2	0,3	0,2	0,3	0,2
CO		12,9	14,0	19,0	16,2	23,5	18,7	22,7
H ₂		30,4	33,6	32,6	37,9	45,8	40,0	47,1
CH ₄		12,6	11,0	7,0	6,7	3,9	6,8	3,7
N ₂		6,0	6,1	5,9	6,0	5,4	6,0	5,6
C. - Zahl:		1,61	1,60	1,84	2,08	1,86	1,63	1,79
Ko.				50,0		27,8		24,7
ahi		11		12,5		12,5		12,5

000760



900761

*Sulbonzin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Stolten*

Holtten, den 7. 10. 1936
RB. Schu./Btg.

Fahrprogramm für die Syntheseöfen.

Das Aufheizen der Öfen bis zum Anspringen bei 164 - 172° (6,0 = 7,5 atü) erfolgt in 10 Stunden entspr. ca. 15°/Std. und unter Durchgang von wenig Synthesegas (Schrägmanometer 1 mm Diff-Druck = ca 130 m³/Std.)

Nach dem Anspringen lässt man den Betriebsdruck bei einer Gasbelastung von z.B. 500 m³/Std. (15 mm Diff.-Druck) durch die Reaktionswärme ansteigen auf zunächst 10 atü = 183°. Um bei der hohen Anfangsaktivität der Kontakte Überhitzungen infolge extremer Aufarbeitung des CO vorzubeugen und die damit verbundene Entwicklung grosser Dampfmen gen, die insbesondere bei Blocke durch die zu gering bemessene Leitung ohne Massnahmen anderer Art (Einspeisen von Wasser, Abblasen durch Sicherheitsventil) nicht in das 2,5 atü Netz abgeführt werden können, zu verhindern, ist es zweckmässig, die ~~ganzen~~ Öfen mit grösseren Gasmengen zu belasten. Eine Schonung der Kontakte ist auch gewährleistet, wenn sie mit dem inertreicheren Synthesegas 2. Stufe angefahren werden.

Der Grundbetriebsdruck von 10 atü soll möglichst rasch z.B. innerhalb 1 Std. erreicht sein, um die Öfen in kürzester Zeit auf das Nutzdampfnetz (9 atü) arbeiten zu lassen.

Vom Anfahren abgesehen, muss sich das eigentliche Fahrprogramm der Öfen nach folgenden Gesichtspunkten gestalten:

1.) in Hinblick auf eine gleichmässige, möglichst hohe Aufarbeitung des CO und damit hoher Ausbeute und Anfall gleichmässiger Mengen von Synthesegas für die 2. te Stufe alle Öfen auf eine konstante Kontraktion fahren. Bei der zunächst noch unzureichenden Erfahrung über das Dauerverhalten der Kontakte sollten 60% nicht wesentlich überschritten werden.

2.) eine möglichst lange Fahrdauer herausholen, um möglichst selten Regenerierungen durchführen zu müssen. Unzureichende Erfahrung über das Verhalten der ~~weiterhergestellten~~ Kontakte und gewisse Erfahrungen über das Verhalten der früher benutzten Presskontakte schreiben vor, zunächst nicht über Betriebsdrucke von 14 atü hinauszugehen. Somit stehen einer Fahrperiode etwa 4 atü zur Verfügung.

3.) die Geschwindigkeit der Steigerung der Synthesetemperatur so vorzunehmen, dass ohne wesentliche Belastungsänderun-

gen 60% Kontraktion gehalten werden können. Die Fahrdauer selbst kann nicht festgelegt werden. Es ist zweckmäßig, z. B. 2, 3, u. 4 Wochen für das Intervall 10 - 14 atü auszuprobieren. 2

Erfahrungen am Versuchsofen Rauxel haben gezeigt, dass eine anfänglich rasche Steigerung der Temperatur erforderlich ist, um schon zu Beginn hohe Ausbeuten zu erhalten und dass weiterhin dem stetigen Ausbeuteabfall in der Fahrperiode durch ein Zuwirken mit der Temperatursteigerung begegnet werden muss. Die Möglichkeit einer linearen Steigerung der Temperatur mit der Fahrzeit, gerechnet von einem bestimmten Grundbetriebsdruck aus, besteht durchaus.

4.) Die Gasbelastungen der Ofen eines Blockes entsprechen mehr oder weniger vorhandenen Aktivitätsunterschiede so ausgerichtet, dass die Kontraktion des Blocks 60% beträgt. Bei längerer Fahrdauer, sowohl zwischen Regenerierungen wie auch insgesamt und insbesondere bei höherem Betriebsdruck kann die zur Aufrechterhaltung von konstanter Kontraktion nötige Gasbelastung etwas aussagen über die Alterung der Kontakte. Vorausgesetzt wird dabei ein gleichmäßiges Einfüllen der Kontakte, sodass grössere Gaskanäle in der Masse ausgeschlossen sind.

5.) Senkung der Gasbelastung und Steigerung des Betriebsdruckes sind die Mittel, die Kontakte auf konstante Kontraktion zu fahren. Um nach dem Ausrichten der Belastungen ~~keine wesentlichen Gasmengeänderungen vornehmen zu müssen,~~ ist die Kontraktion in erster Linie durch Betriebsdruckerhöhung zu halten.

Erfahrungen bezgl. der Fahrweise werden gesammelt an den Ofen 21 - 24, 81 - 84, 91 - 94, nach erfolgter Regenerierung an 31 - 34 und nach Füllung von 44 an 41 - 44.

Bei mittleren Kontraktionen von 60% in der 1. und 30% in der 2. ten Stufe wird eine Gesamtkontraktion von 72% erreicht.

Versuche über den Einfluss des Verhältnisses von $\text{CO} : \text{H}_2$ im Synthesegas auf die Ausbeute und Art der anfallenden Produkte, sowie seine Verschiebung nach der Synthese im Ausgangsgas für die 2. te Stufe stehen noch aus. Sie haben insofern erhöhtes Interesse als die zunächst bestehende Er-

fahrung, dass die Synthese verhältnismässig mehr H_2 verbraucht als im Synthesegas bezogen auf CO vorhanden ist, d.h. dass für die 2. te Stufe ein Synthesegas mit weniger H_2 zur Verfügung steht, dahingehend erweitert werden muss, welches CO : H_2 im Synthesegas gewählt werden muss, um für beide Stufen günstigste Verhältnisse zu haben.