

3445 - 30/5.01 - 26

000887

Weekly and Fortnightly

Reports from DYA

25-4

7-9-38 to 26-3-39

B3-

Holtzen, den 13. Mai 1938.  
RB. EG. Heger/Htg.

Betriebslabor  
14. MAI 1938

Bensinversuchsanlage.

32 3441

Herrn Direktor Alberts!

000888

Bericht über die Drucksynthese vom 25.4. bis 9.5.1938.

Der Betrieb der Drucksynthese konnte mit wenigen vorübergehenden kurzen Stillständen zur Beseitigung geringer Undichtigkeiten und Überholung einiger Armaturen störungsfrei durchgeführt werden.

Turm A der AP.-Anlage II wurde mit einer neuen Kühlschlange versehen.

Am Kompressor II (Neumann u. Esser) war der Einbau eines neuen Gelabstreifers notwendig, um das weitere Herauslaufen des Oeles aus dem Kurbelgehäuse bis auf die Riemenscheibe zu verhindern.

Feinreiniger I wurde mit einem Durchsatz von  $40 - 50 \text{ m}^3$  Wassergas/Std. bis auf eine Temperatur von  $200-220^\circ\text{C}$  wieder angefahren, wobei eine Methanbildung nicht festgestellt und der Gesamtschwefel bis auf  $0,16 \text{ g}/100 \text{ m}^3$  aufgenommen wurde.

Ofen 1 wurde mit wechselnder Menge bei gleichbleibender Temperatur aber verschiedenem Kohlenoxydumsatz, sodann auf eine höhere Temperatur bei gleichem Kohlenoxydumsatz gefahren, um hierbei die  $\text{CH}_4$ -Bildung und damit den Verflüssigungsgrad festzustellen. Die Versuchsreihe ist z. Zt. noch nicht abgeschlossen und wird darum in einem besonderen Bericht mit allen Daten, insbesondere auch der Verschiebung der Siedelage des Gesamtproduktes festgelegt. Der Ofen hat 717 Betr.-Stunden.

Ofen 2 konnte am 28.4.1938 mit dem gleichen  $\text{Co-ThO}_2$ -Fadenkorn gefüllt werden, den auch Ofen 1 und 7 z. Zt. enthält.

Die Ofenfüllung enthält  $35,5 \text{ kg}$  Kobalt. Er wurde noch am gleichen Tage mit  $\text{N}_2$  im Kreislauf 1 : 12 bei einer Temperatur von  $200^\circ\text{C}$  unter Beimischung von  $10 \text{ m}^3$  Sygas/Std. angefahren und erreichte hierbei eine Kontraktion von  $78 - 79\%$  bei fast vollkommener Aufarbeitung des Kohlenoxyds. Sodann konnte die Belastung des Ofens bei abfallender Methanbildung bis auf  $36,0 \text{ Nm}^3$  Sygas/Std. erhöht und der Ofen ohne Beheizung durch Frischdampf mit einem Kreislauf von 1 : 3 bei einem Kohlen-

oxydumsatz von rd. 99% gefahren werden. Nach rd. 100 Betr.-Stunden wurde die Belastung auf 40 Nm<sup>3</sup> Sygas/Std. gesetzt, wobei der Kohlenoxydumsatz um 1% zurückging.

Aus den Analysendaten der letzten Tage ergibt sich folgende Gesamtaufarbeitung:

Temp. @ 200°C	CO <sub>2</sub> = 65,5
Belastung: = 40,4 Nm <sup>3</sup> /h (+14%)	C <sub>n</sub> H <sub>m</sub> = 0,5
Kontraktion: = 76,5 % (Menge)	O <sub>2</sub> = 0,1
	CO = 1,5
	H <sub>2</sub> = 3,7
	CH <sub>4</sub> = 15,3
	H <sub>2</sub> = 13,6
	C.-Z. = 1,14

CO - Umsatz: = 98,5%      CO - Verfl. = 79,5 %

Verfl.-Grad: = 80,7%

Zu CH<sub>4</sub> +      bez. auf CO - Einsatz: = 13,3%

                  bez. auf CO - Umsatz: = 13,4%

                  bez. auf CO - Verfl.: = 16,7%

Zu C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>      bez. auf CO - Einsatz: = 3,8%

                  bez. auf CO - Umsatz: = 3,84%

                  bez. auf CO - Verfl.: = 4,8%

Flüssige Produkte:

Spez. Gewicht bei 15°C: Paraffin = 0,786

                                  Celkond. = 0,756

                                  AK.-Benzine 0,658

Olefine: Celkond. = 19,2 % , AK.-Benzin: = 40,0 %

Siedeverlauf:

Beg.	= 29,0°C
Bis 100°	= 29,0 Vol.%
" 195°	= 57,0 " "
" 320°	= 86,0 " "

Infolge der geringen Bildung an hochsiedenden Produkten dauert die Aufmättigung des Kontaktes mit Paraffin längere Zeit, weshalb auch schon am zweiten Betriebstage 128 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas an flüssigen Produkten gemessen werden konnten.

Nach 230 Betr.-Stunden betrug die Ausbeute an flüssigen Produkten 155 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas + 10,0 g Gasol/Nm<sup>3</sup> Idealgas.

Durch die Zumischung von Wassergas zum Synthesegas, die in diesen Tagen erfolgt, soll durch den höheren Kohlenoxydgehalt die Olefine in den flüssigen Produkten angereichert

werden.

Ofen 3 musste in der Temperatur erhöht werden, konnte aber sonst störungsfrei durchgeführt werden:

Temp.: = 188,3 - 190,7 °C      Betr.-Std. = 2366

Belastung: 102 Nm<sup>3</sup> Sygas/Std. (+ 10%)

Kontraktion: 60,6 %

praktische Ausbeute: an flüss. Prod.: 117 g/Nm<sup>3</sup> Id.-Gas

berechnete Ausbeute: " " " " : 128 g/ " " "

CO<sub>2</sub> = 35,7%  
C<sub>n</sub>H<sub>m</sub> = 0,2%  
O<sub>2</sub> = 0,1%  
CO = 19,0%  
H<sub>2</sub> = 30,0%  
CH<sub>4</sub> = 6,7 %  
H<sub>2</sub> = 8,3%  
U.-Z. = 1,14

CO - Umsatz: = 73%

CO-Verfl. = 61,3%

Verfl.-Grad: = 84,0%

Zu CH<sub>4</sub> + bez. auf CO-Einsatz = 9,4%

" " CO-Umsatz: = 12,9%

" " CO-Verfl. = 15,3%

Aus der Anlage erkennt man die Bedingungen zum Anfahren eines Ofens in der Drucksynthese (vergl. letzt. Ber. Of. 1 u. 7.) d.h.: Belastung des Ofens mit voller oder Überlast bei einem Betriebsdruck von 7,0 atü unter vorsichtiger Steigerung der Temperatur in etwa 30 Stunden auf 170°C bis auf eine Kontraktion von rd. 50,0%, wobei der Ofen weitere 24 Stunden gefahren wird, um dann nach 24,65 Betr.-Std. auf eine 60%ige Kontraktion gebracht werden zu können. Nach dieser Anfahrmethode besteht keine Gefahr einer starken zusätzlichen Methanbildung.

Ofen 7 wurde gleich den anderen Ofen störungsfrei durchgeführt:

Temp. = 178/179°C

Betr.-Std. 722

Belastung: 11,9 Nm<sup>3</sup> Sygas/Std.

Kontraktion: 62,5 %

prakt. Ausb. an fl. Prod. = 131 g/Nm<sup>3</sup> Idgas

berechn. " " fl. Prod. = 139 " " "

CO<sub>2</sub> = 38,8  
C<sub>n</sub>H<sub>m</sub> = 0,1  
O<sub>2</sub> = 0,1  
CO = 18,6  
H<sub>2</sub> = 26,8

000891

Die hohen praktischen Ausbeuten sind auf Fehlanzeigen des Druckrohrkolbens bei einem Durchsatz unter  $15 \text{ m}^3/\text{h}$  zurückzuführen, d. h. der Drehkolben zeigt zu wenig an.

CO - Umsatz	= 75,0 %	CO - Verfl.	= 65,1 %
	Verfl.-Grad	= 86,5%	
Zu $\text{CH}_4$	bez. auf CO-Einsatz	= 8,1%	
"	" " Umsatz	= 10,8%	
"	" " Verfl.	= 12,5%	

Ofen 4 wird z. Zt. entleert und Ofen 5 hydriert, kann aber wegen seines geringen zuverlässigen Betriebsdruckes auf der Wasserseite (max. 7,0 atü) bei dieser niedrigen Temperatur nur unzulänglich entparafliniert werden.

*Wiedemann*

**Dir. Nagemann**  
**Feigt**  
**Bahr**  
**Betr.-Kontr.**  
**Akten Synthese**

*He. H. Faust*  
Holten, den 30. Juni 1938.  
RB. DG. Heger/Htg.

Benzin-Versuchs-Anlage.

C 32 344 1

000892

Bericht über die Drucksynthese vom 26.5. bis 28.6.38.

Sämtliche Kompressoren konnten in dieser Zeit störungsfrei durchgeführt werden.

Die Kondensatkühler von Ofen 2 und 3 wurden mit grösseren Vorlagen zum Abscheiden des Oelkondensats versehen (160 bis 100 Liter), um so über einen grösseren Zeitraum das anfallende Produkt aufzunehmen, wodurch die erheblich grösseren Gasedurchsätze in der Zeiteinheit beim stündlichen Ablassen der Produkte beseitigt sind.

Die Adsorber der AKohle — Systeme 1 und 2 — wurden mit neuen Kühlschlangen versehen und bei dieser Gelegenheit mit neuen Aktiv-Kohle gefüllt.

Die Schlange des Benzin-Destillatkühlers des AK.-Systems 2 musste ebenfalls erneuert werden. Der Oelkondensatkühler von Ofen 2 wurde abgedichtet.

Ofen 4 wurde durch Aufschlännen mit Schwerbenzin, durch Aufkochen mit 15%iger NaOH<sub>4</sub> und Ausblasen mit Wasserdampf entleert.

Vor den Ofen 3 und 5 wurden Oel-Filter zum Abscheiden der Oel-Nebel aus der Schmierung der Kompressoren eingebaut.

Ofen 7 musste beim Ausbau von Ofen 8 stillgesetzt, sodann die hinzugehörige AK.-Anlage und der Oelkondensatkühler für den Ofen 5 freigegeben werden.

Ofen 1 wurde mit rd. 39 Nm<sup>3</sup> Restgas/Std. von Ofen 3 gefahren. Aus der beiliegenden Zahlentafel erkennt man deutlich die Unterschiede der zwei Perioden (Verhältnis von CO : H<sub>2</sub> im Sygas von Ofen 3), wonach bei einer Fahrweise mit Wasserstoffüberschuss eine stärkere Vergasung und eine spezifisch leichterwerden der flüssigen Produkte gut zu erkennen ist.

Ofen 3 wurde mit Sygas normal belastet und konnte gleichmässig mit 45 - 46% Kontraktion gefahren werden, wobei der CO-Umsatz 52 - 57% betrug. Die praktischen und errechneten Ausbeuten haben in beiden Perioden die fast gleichen Werte, jedoch

ist die Methanbildung beim Wasserstoffüberschuss in Sygas weit stärker, vielleicht auf Kosten der Gasolbildung. Auch ist die Verschiebung der Siedelage nach unten um 2 - 3 Einheiten vom Gesamtprodukt zu erkennen.

Der Ofen ist 140 Tage alt.

Ofen 2 wurde mit Sygas im Kreislauf rd. 1:2,6 gefahren, wobei die Belastung rd.  $37 \text{ Nm}^3/\text{h}$  betrug.

A<sub>1</sub>) CO : H<sub>2</sub> in Sygas 1:1,91 ( v. 1.6. bis 3.6. 1938.)

Belastung:  $37,0 \text{ Nm}^3/\text{h}$  Temperatur:  $200^\circ\text{C}$

Kontraktion: 72,8% ( nach Ga-nenge)

CO-Umsatz: = 88,3% CO-Verfl. = 73,0% (Anal.)  
65,2% (Prod.)

Verfl.-Grad: 82,3% (Anal.)  
73,2% (Prod.)

CH<sub>4</sub> bez. auf CO-Einsatz: = 12,7%

" " " CO-Umsatz: = 14,4%

" " " CO-Verfl. = 17,4% (anal.)

CO<sub>2</sub>-Bildung bez. auf CO-Einsatz = rd. 2,0%

Flüssige Produkte:

praktische Ausbeute:  $144 \text{ g/Nm}^3$  Idealgas

errechnete Ausbeute: 159 " " "

B<sub>1</sub>) CO : H<sub>2</sub> in Sygas 1:2,04 ( v. 19.6. bis 22.6. 1938)

Belastung: =  $37,5 \text{ Nm}^3/\text{h}$  Temperatur:  $204 - 210^\circ\text{C}$

Kontraktion: = 69,8% (nach Ga-nenge)

CO - Umsatz: = 93,3% CO-Verfl. = 60,3% (Anal.)  
57,4% (Prod.)

Verfl.-Grad: = 64,7% (Anal.)  
61,5% (Prod.)

CH<sub>4</sub> bez. auf CO-Einsatz = 25,1%

" " " CO-Umsatz = 26,9%

" " " CO-Verfl. = 41,7%

CO<sub>2</sub>-Bildung bez. auf CO-Einsatz: 7,9%

Flüssige Produkte:

praktische Ausbeute:  $119 \text{ g/Nm}^3$  Id.-Gas

errechnete Ausbeute:  $126 \text{ g/Nm}^3$  Id. Gas.

Die unter B<sub>1</sub>) vorgenommene Temperaturerhöhung brachte nur einen höheren CO-Umsatz ( rd. 5,0%).

Nach diesen Daten erkennt man eindeutig die starke Vergasung bei einer Fahrweise mit Wasserstoffüberschuss.

Die unter A. und B. gefundenen Zahlen decken sich ihrer Tendenz mit den Werten von Ofen 1 und 3, wenn man sich die beiden Ofen als ein geschlossenes Zweistufensystem denkt.

Ofen 3 wurde am 14.6. mit einem Mg.-Th.-Kontakt von der Fadenkorngrösse 1,0 - 2,0 mm gefüllt und enthält der Analyse nach rd. 36,0 kg Kobalt.

Nach 24 Std. Fahrdauer erreichte der Ofen bei etwa 178°C eine Kontraktion von rd. 50%.

Wenn auch die Methanbildung im Anfang etwas stärker war, als man sie von den bisherigen Kobaltkontakten kennt, hatte sie doch nach etwa 75 Betriebs-Stunden einen normalen Wert angenommen.

Die Gasanfarbeitung in der bisherigen Laufzeit ist nach der Analyse:

Kontraktion: 56,3 %  
CO-Umsatz: = 72,8 %    CO-Verfl. = 60,2%  
Verfl.-Grad: = 82,7%  
CH<sub>4</sub> + bez. auf CO-Einsatz = 9,9 %  
" " " CO-Umsatz: = 13,6%  
" " " CO-Verfl. = 16,4%

Über die Ausbente an flüssigen Produkten können noch keine Angaben gemacht werden, da der Ofen in dieser Zeit in Aufstüftung war.

Der Ofen wird weiter mit rd. 75%iger CO-Anfarbeitung gefahren.

Ofen 4 wird in den nächsten Tagen mit Mg-Th.-Kontakt in Eirich-Form von der Korngrösse 0,5 - 1,0 mm gefüllt.

Dr. Alberts  
Bahr  
Feigst  
Hagemann  
Martin  
Akten Synthese  
Betriebskontrolle

*Handwritten signature*

*Handwritten signature*

1 Anlage.



CO-Aufarbeitung der Öfen 1 und 3 (v. 16. - 28. 6. 38)

Ofen	1		3		1		3		
Dat.	1.6. - 13.6.38		1.6. - 13.6.		15.6. - 28.6		15.6. - 28.6		
Belastg. t/h	39.7		96.5		38.8		93.0		
Temp. °C	197.5		194.2		197.5		194 - 197.5		
568000	CO <sub>2</sub>	25.4	56.6	73.8	25.4	27.3	62.2	14.9	27.3
	Luft	0.1	0.3	-	0.1	0.2	0.1	-	0.2
	O <sub>2</sub>	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	CO	24.6	10.9	28.3	24.6	21.4	2.7	26.9	21.4
	H <sub>2</sub>	39.3	5.6	53.9	39.3	39.4	4.3	54.3	39.4
	CH <sub>4</sub>	4.2	13.8	0.4	4.2	5.0	17.8	0.4	5.0
	N <sub>2</sub>	6.3	12.7	3.5	6.3	6.6	12.8	3.4	6.6
	C-Z	1.00	1.15	-	1.00	1.01	1.11	-	1.01
φ Kont. %	55.4		45.7		56.5		46.1		
% Feuch. i. Syg.	36.1		17.8		39.2		18.8		
CO: H <sub>2</sub> i. Sygas	1: 1.60		1: 1.91		1: 1.84		1: 2.02		
1000 t. Rind. g/1000 t. Feuch.	135		81.5		115 ?		82.8		
1000 t. Rind. g/1000 t. Feuch.	164		98.0		162		98.2		
% CO-Konz. <small>ausges. d. Feuch.</small>	80.5		52.5		94.4		56.8		
% CO-Konz.	68.0		44.5		76.7		46.8		
% Kohl.-Grad A	84.5		84.7		80.3		82.5		
% Kohl.-Grad P	69.5		71.5		55.0 ?		69.3		
% CH <sub>4</sub> <small>bez. auf CO-Konz.</small>	12.5		6.7		16.9		8.8		
% " <small>bez. auf CO-Konz.</small>	15.6		12.7		17.5		15.5		
% " <small>bez. auf CO-Konz.</small>	18.4		14.7		21.8		18.8		
φ Spg. <small>zur 15°C</small>	0.733		0.745		0.725		0.740		
Siede-Reg °C	47.0		47.0		39.0		42.0		
-100°C	17.0		19.5		22.9		20.9		
-195°C	45.2		49.2		57.5		51.8		
-320°C	75.8		78.0		82.7		81.5		

7/4

Oberhausen-Holten, den 20. Juli 1938.  
RB Abt. DVA Mager/Op.

(C. 32 344)

Herrn Direktor Alberts.

**Bericht über die Drucksynthese vom 29. Juni - 18. Juli 1938.**

Nach Beseitigung einiger Undichtigkeiten am Ofen 1 konnte dieser Ofen seit dem 10. Juli gleichmäßig gefahren werden:  
Vom 12.7. - 17.7.38

Ofen 1:

Belastung = 38,8 Nm<sup>3</sup> Sy gas/Std. : 1,20 Nm<sup>3</sup>/kg Co

Temperatur = 187,1/189,5° C

Kontraktion = 61,4%

Betr.-Tage = 91

prakt. Ausbeute an

flüssig. Prod. = 120,8 g/Nm<sup>3</sup> Igas

berechnete Ausbeute an

flüssig. Prod. = 129,2 g/Nm<sup>3</sup> Igas

Verlust = 6,5 Gew.-%

CO - Umsatz = 74,5

CO - Verflüssig. = 60,4 (analyt.)

CO - " - Grad = 31,8 (n. Prod. analyt.)  
(73,4 nach Prod.)

Kontamm:

CO <sub>2</sub>	37,7
CO	0,3
O <sub>2</sub>	0,1
CO	18,4
H <sub>2</sub>	25,4
CH <sub>4</sub>	8,9
H <sub>2</sub>	9,2
C-X	1,13

CH<sub>4</sub> bez. auf CO - Einsatz = 12,2

" " " CO - Umsatz = 16,9

" " " CO - Verfl. = 20,9

Nach diesen Daten ist die Ausbeute an flüssigen Produkten bei einem Co - Umsatz von 74,5% mit 120,8 g/Nm<sup>3</sup> Igas nicht unbedeutend, wobei die Methanbildung mit 16,9% bez. auf den Co-Umsatz relativ hoch ist.

Der Ofen wird ab 19.7. parallel zum Ofen 5 mit Unterlast bei rd. 87%igen Co-Umsatz unter Beibehaltung der letzten Ofentemperatur gefahren.

Ofen 2 wurde unter verschiedenen Bedingungen mit Kreislauf gefahren:

- A) Vom 29.5.-7.7.38 = (Restgas nach A.-Kohle umgeföhren)
- |                                       |   |                                  |                               |
|---------------------------------------|---|----------------------------------|-------------------------------|
| Belastung                             | = | 40,6 Nm <sup>3</sup> Sy-gas/Std. | : 1,14 Nm <sup>3</sup> /kg Ce |
| Temperatur                            | = | 210° C                           |                               |
| Kontraktion                           | = | 70,2%                            |                               |
| Kreislauf                             | = | 2,46 x Sy-gas-Einsatz            |                               |
| praktische Ausbeute an flüssig. Prod. | = | 133,0g/Nm <sup>3</sup> I-gas     |                               |
| berechnete Ausbeute an flüssig. Prod. | = | 141,0 g/Nm <sup>3</sup> I-gas    |                               |
| Verlust                               | = | 5,7 Gew.%                        |                               |
| CO-Umsatz                             | = | 89,0%                            |                               |
| CO-Verflüssigung                      | = | 65,8% (analyt.)                  |                               |
|                                       |   | 61,6% (nach Prod.)               |                               |
| CO-Verfl.-Grad                        | = | 74,0% (analyt.)                  |                               |
|                                       |   | 69,2% (nach Prod.)               |                               |
- B) Vom 5.7.-10.7.1938 (Restgas vor A.-Kohle mit Benzol umgeföhren).
- |                                       |   |                                  |                               |
|---------------------------------------|---|----------------------------------|-------------------------------|
| Belastung                             | = | 39,5 Nm <sup>3</sup> Sy-gas/Std. | : 1,11 Nm <sup>3</sup> /kg Ce |
| Temperatur                            | = | 210° C                           |                               |
| Kontraktion                           | = | 69,0%                            |                               |
| Kreislauf                             | = | 2,56 x Sy-gas-Einsatz            |                               |
| praktische Ausbeute an flüssig. Prod. | = | 118,5 g/Nm <sup>3</sup> I-gas    |                               |
| berechnete Ausbeute an flüssig. Prod. | = | 134,0 g/Nm <sup>3</sup> I-gas    |                               |
| Verlust                               | = | 11,6 Gew.%                       |                               |
| CO-Umsatz                             | = | 91,0%                            |                               |
| CO-Verflüssigung                      | = | 62,3% (analyt.)                  |                               |
|                                       |   | 59,0% (nach Prod.)               |                               |
| CO-Verfl.-Grad                        | = | 68,9% (analyt.)                  |                               |
|                                       |   | 60,4% (nach Prod.)               |                               |

Auf Grund dieser Daten erkennt man eindeutig die stärkere Vergasung unter B, d.h. beim Umföhren des Benzins im Kreislauf.

Obgleich die CO-Umsätze unter A u. B praktisch gleich waren, geht die analytisch berechnete Ausbeute an flüssigen Produkten von 141,0 auf 134,0 g / Nm<sup>3</sup> I-gas zurück, d.h. um rd. 5 %. Vom 12.7. - 14.4.38 wurde der Ofen mit stärkerer Belastung gefahren:

Belastung = 57,0 Nm<sup>3</sup> Sy-gas/Std. : 1,61 Nm<sup>3</sup>/kg Co  
 Temperatur = 210° C  
 Kontraktion = 68,0 %  
 Kreislauf = 1,40 x Sy-gas-Einsatz (maximale Kompressorleistung)  
 CO-Umsatz = 84,0 %

Auf Grund der praktischen Ausbeute an flüssigen Produkten mit rd. 110 g / Nm<sup>3</sup> I-gas musste eine stärkere Vergasung angenommen werden, die jedoch analytisch nicht eindeutig festgestellt werden konnte, bedingt durch die Kürze der Versuchszeit.

Ofen 3 wurde gleichmäßig gefahren:

Belastung = 98,8 Nm<sup>3</sup> Sy-gas/Std.: 1,07 Nm<sup>3</sup>/kg Co  
 Temperatur = 197,4° C  
 Kontraktion = 41,5 %  
 Betr.-Tage = 160  
 prakt. Ausbeute an  
 flüssig. Prod. = 74,5 g Nm<sup>3</sup> I-gas  
 + Gasol = 9,9 " " "  
 84,4 g / Nm<sup>3</sup> I-gas

Restgas	
CO <sub>2</sub>	24,5
Cu Hm	0,1
O <sub>2</sub>	0,1
CO	23,8
H <sub>2</sub>	41,8
CH <sub>4</sub>	4,1
N <sub>2</sub>	5,6
C-Z	1,05

Berechnete Ausbeute an

flüssig. Prod. incl. Gasol = 89,5 g / Nm<sup>3</sup> I-gas

Verlust = 5,7 Gew. % (CO<sub>2</sub> Gasol u. wasserlösliche Produkte)

CO-Umsatz = 50,0 %

CO-Verflüss. = 41,7 (analytisch)  
 35,0 (nach flüssig. Prod.)

CO-Verfl.-Grad = 83,5 (analytisch)  
 70,0 (nach flüssig. Prod.)

Hierbei wird zu CH<sub>4</sub> + nebildet

Bez. auf CO - Einsatz = 7,4 %  
 " " CO - Umsatz = 14,7 %  
 " " CO - Verfl. = 17,7 %

Der Ofen wird für den Dauerversuch unverändert weitergefahren.

000899

Ofen 9:

A) Vom 29.6. - 12.7.38.

Belastung	= 39,1 Nm <sup>3</sup> Sy-gas/Std.	: 1,085 Nm <sup>3</sup> /kg Co	
Temperatur	= 187 / 190 / 187,1° C		
Kontraktion	= 62,0 %		CO <sub>2</sub> 37,9
Betr.-Tage	= 28		CaH <sub>2</sub> 0,1
prakt. Ausbeute an flüss.			O <sub>2</sub> 0,1
Prod.	= 121 g / Nm <sup>3</sup> I-gas		CO 18,0
berechnete Ausbeute an			H <sub>2</sub> 27,5
flüssig. Prod.	= 142 g / Nm <sup>3</sup> I-gas		CH <sub>4</sub> 7,1
Verlust (Gasol, CO <sub>2</sub> u. wasserlösl. Prod.)	= 14,8 Gew. %		N <sub>2</sub> 9,5
CO-Umsatz	= 75,5		C 1,02
CO-Verflüssigung	= 65,5 (analytisch)		
	56,5 (nach Prod.)		
CO-Verfl.-Grad	= 88,0 (analytisch)		
	74,8 (nach Prod.)		

Zu CH<sub>4</sub> + wurden gebildet:

Bez. auf CO-Einsatz	= 8,4
" " CO-Umsatz	= 11,2
" " CO-Verfl.	= 12,7

B) Vom 13.7. - 17.7.38.

Belastung	= 28,6 Nm <sup>3</sup> Sy-gas/Std.	: 0,795 Nm <sup>3</sup> /kg Co	
Temperatur	= 187,1° C		
Kontraktion	= 66,7 %		<u>Restgas</u>
Betr.-Tage insges.	= 33		CO <sub>2</sub> 44,2
praktische Ausbeute an			CaH <sub>2</sub> 0,2
flüssig. Prod.	= 148,0 g / Nm <sup>3</sup> I-gas		O <sub>2</sub> 0,1
berechnete Ausbeute an			CO 15,2
flüssig. Prod.	= 156,5 g / Nm <sup>3</sup> I-gas		H <sub>2</sub> 22,7
Verlust (Gasol, CO <sub>2</sub> u. wasserlösl. Produkte)	= 5,4 Gew. %		CH <sub>4</sub> 7,9
CO-Umsatz	= 81,5 %		N <sub>2</sub> 9,7
CO-Verflüssig.	= 73,0 % (analytisch)		C 1,07
	68,5 % (nach Prod.)		
CO-Verfl.-Grad	= 89,5 % (analytisch)		
	84,1 % (nach Prod.)		

Zu CH<sub>4</sub> + wurde gebildet:

Bez. auf CO-Einsatz	= 8,1 %
" " CO-Umsatz	= 9,8 %
" " CO-Verfl.	= 11,0 %

Die mit dem Ofen 5 durchgeführten Versuche zur Feststellung der Vergasung bei verschiedener Belastung des Ofens mit Sy-gas/Std. lassen eindeutig für B (d.h. rd.  $0,8 \text{ Nm}^3/\text{kg Co}$ ) den höchsten Verflüssigungsgrad analytisch und praktisch erkennen. (Vergl. Bericht von Ofen 1 vom 1. Juni 1938). Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten =  $148 \text{ g} / \text{Nm}^3 \text{ I-gas}$  ist das Mittel von nur drei Tagen und kann darum nur als vorläufig bezeichnet werden.

Der Versuch wird noch einige Tage gefahren, um ein genaues Bild bezüglich der Vergasung und der Verschiebung der Siedelage der flüssigen Produkte mit allen Daten festlegen zu können.

Ddr.: Bahr  
Feist  
Hagemann  
Martin  
Betr.-Kontr.  
Arten Synthese  
Arten DVA

*Martin*

*Feist*

Ruhrlötin AG  
Oberhausen-Holten

~~Spandauanlage~~  
Druckversuchsanlage

Holten, den 5. August 1938  
Heg./Hil.

C 32 344

000901

Herrn Dir. Alberts

Bericht über die Drucksynthese vom 19. Juli - 29. Juli 1938

Ofen 1 wird seit dem 19. Juli 1938 mit einer Belastung von rd.  $0,9 \text{ Nm}^3 \text{ Sygas} / \text{kg Co, h}$  zur Feststellung der Vergasung, Verschiebung der Siedelage des Gesamtproduktes und der praktischen Ausbeute gefahren. Hierbei blieb die Temperatur bei  $180,5^\circ \text{C}$ . gegenüber der letzten Versuchsperiode bei Belastung des Ofens mit  $1,20 \text{ Nm}^3 \text{ Sygas} / \text{kg Co, h}$  unverändert, wodurch bei geringer Belastung der größere Co-Umsatz erreicht wurde:

Nach Analyse

Kontraktion: 67,8 %  
CO-Umsatz: 83,0 %      CO-Verflüssigung: 68,7 %  
CO - Verfl. - Grad: 82,8 %

Zu  $\text{CH}_{4+}$  wurde hierbei gebildet bes. auf den CO-Umsatz 15,3 %,

d.h. eine relativ hohe Vergasung gegenüber der uns aus früheren Versuchen bei der normalen Belastung der Ofen bekannten  $\text{CH}_{4+}$ -Bildung von 13 - 14% bezogen auf den CO-Umsatz.

Bemerkenswert erscheint jedoch die ohnehin starke Vergasung dieses Ofens in der letzten Fahrperiode bei Belastung mit  $40 \text{ Nm}^3$ :  $1,20 \text{ Nm}^3 / \text{kg Co, h}$  unter  $\text{CH}_{4+}$ -Bildung von 17 % bez. auf den CO-Umsatz.

Ofen 2 ist seit dem 15. Juli 1938 ohne Kreislauf mit  $39 \text{ Nm}^3 \text{ Sygas} / \text{h}$  gleich  $1,10 \text{ Nm}^3 / \text{kg Co, h}$  gefahren worden und zeigte in dieser Zeit folgende analytische Aufarbeitung:

000902

Temperatur: 197,4° C.

Kontraktion: 58,0 %

CO-Umsatz: 75,0 %

CO-Verflüssigung: 56,7 %

CO - Verfl. - Grad: 75,5 %

Hierbei wurde zu  $\text{CH}_4$  bes. auf den CO-Umsatz 16,2 % gebildet.  
Für einen 75 %igen CO-Umsatz ist diese  $\text{CH}_4$ -Bildung hoch.

Der Versuch am letzten Betriebstage durch Unter-Belastung eine  
höhere Aufarbeitung zu erzielen, war analytisch zu erkennen:

Temperatur: 197,4° C.

Belastung: 25  $\text{Nm}^3$  Syngas/ h = 0,704  $\text{Nm}^3$ / kg Co, h

Kontraktion: 66,0 %

CO-Umsatz: 86,5 %

$\text{CH}_4$  bes. auf CO-Umsatz: 15,5 %

Zur vollen Aufarbeitung wurde die Temperatur sodann bis auf 210° C.  
bei einer Belastung mit 40  $\text{Nm}^3$  Syngas/ h : 1,15  $\text{Nm}^3$  Syngas/kg Co, h  
erhöht, jedoch konnte hierbei nur eine Kontraktion von 64 % und  
ein CO-Umsatz von rd. 85 % erreicht werden.

Der Grund für den geringen Einfluß der erhöhten Temperatur auf  
den CO-Umsatz ist wohl in der Hauptsache, wie nach Öffnen des  
Ofens festgestellt werden konnte, auf das kontaktfreie Rohr zu-  
rückzuführen, durch das ein Teil des Syngases unaufgearbeitet  
seinen Weg ins Restgas nehmen konnte, sodann auch andererseits  
das gute Verhältnis von CO:  $\text{H}_2$  mit rd. 1:2 in den letzten Betriebs-  
tagen bei der Fahrperiode ohne Kreislauf bedingte.

Der Ofen wurde für die Entparaffinierung zum Zwecke der Ent-  
leerung am 26.- 27. 7. 1938 über 23 Std. mit rd. 805  $\text{Nm}^3$   $\text{H}_2$ - $\text{N}_2$   
bei einer Temperatur von rd. 205° C. behandelt und trug hierbei

58,15 kg flüssig. Produkte

und 15,72 kg  $\text{CH}_4$

und  
son.

Das Gesamt-Hydrierprodukt hatte demnach folgende Zusammensetzung:

$\text{CH}_4$ : fl. Produkt = 184 .

Der Ofen wurde darauf bei der Temperatur von 205° C. durch Klopfen  
mit einem Hammer in einer Stunde bis auf geringe Kontaktreste ent-  
leert.

Der Federnform - Kontakt war in seiner Struktur gut erhalten ge-  
blieben. (Siehe Produktionsbericht der B.K. vom 28.29. 7. 38  
vom Ofen 2)



Es wird festgestellt, daß der mit Kreislauf gefahrene Ofen 2 in -  
folge des guten Padenform - Kontaktes in so kurzer Zeit entleert  
werden konnte. Der Ofen wurde die letzten 9 Betr. - Tage (insgesamt  
79 Betr.-Tage) ohne Kreislauf bei normaler Belastung mit Sygas  
gefahren, die genügt haben müssen, um dem Kontakt den Sättigungs-  
grad eines normal gefahrenen Drucksynthesofens zu geben.

Die Untersuchungen der Proben des ausgeleerten Kontaktes auf den  
restlichen Paraffingehalt waren:

bes. auf eingefüllt. Kontakt = 85 %  
" " " " Kobalt = 284 %

Die Gesamt - Paraffinbeladung des Kontaktes war demnach:

	bes. auf Kobalt	bes. auf eingef. Kontakt
Durch Hydr. ausstragen	203 %	60,6 %
Nach Hydr. Katalysat.	284 %	85,0 %
Gesamt - Beladg.	487 %	145,6 %

Für die Neuuffüllung des Ofens mit verdünntem Kontakt (1:6) wurde  
für den Zweck eines höheren Kreislaufes als bisher, das Volumen  
des Ofens um 55,7 % durch Aufschneiden eines 4 mm Bleches auf das  
obere Rohr-Kopfblech des Ofens reduziert, sodaß nur noch ein Vol-  
umen von 228 Ltr. übrig bleibt.

Der Ofen wird in den nächsten Tagen gefüllt und mit Wassergas im  
Kreislauf gefahren.

Ofen 3 läuft als Dauerversuch zur Feststellung der Lebensdauer eines  
Kontaktes in der Drucksynthese.

Die Gasanfertigung vom 19.7. - 29.7. 38 war analytisch:

Kontraktion: 99,4 %  
CO-Umsatz: 48,2 % CO-Verflüssigung: 40,2 %  
CO - Verfl. - Grad: 83,5 %

Hierbei wurde zu  $CH_4$  bes. auf den CO-Umsatz gebildet: 14,9 % .

Der Ofen ist 172 Betr.-Tage alt und wird als Dauerversuch un-  
verändert weitergefahren.

Ofen 4 - 10 mm Rohr-Ofen - wurde am 28. 7. mit einem  $MgO - ThO_2 - Co$  - Kon-  
takt von der Kirschferngröße 0,8 - 1,5 mm gefüllt.

000904

Die Füllung war gegenüber der ersten (Normalbohrn 2-3 mm, Dauer des Einfüllens 3-4 Std) in einer Stunde durchgeführt. Der Kontakt lief infolge seiner kleinen Korngröße glatt in die nur 10 mm weite Bohre. Jedoch nach dem Anfahren konnte selbst bei einer Temperatur von  $180^{\circ}\text{C}$ . keine Anfarbeitung erzielt werden. Diese Tatsache ließ den Durchgang unangearbeiteten Gases durch kontaktfreie Bohre vermuten, der sich dann auch beim Öffnen des Ofens bestätigte. Es konnten etwa 25 Bohre an der Peripherie des Bohrbodens als frei von Kontakt festgestellt werden, die dann durch Al.-Nisten verstopft und damit von der Reaktion ausgeschlossen wurden. Denn ein Nachfüllen mit Kontakt wäre infolge ungleichen Anliegens des Siebes am unteren Bohrboden gerade am Rande zwecklos gewesen. Es wird s. St. versucht durch vorsichtige Steigerung der Temperatur den Ofen nach dem Wiederanfahren bis auf einen 75 %igen CO-Umsatz zu fahren.

Ofen 5 wurde ebenso wie Ofen 1 mit Unterlast zur Feststellung der Vergasung, mit dem Ziele einer höheren praktischen Ausbeute an flüssigen Produkten und gleichzeitigen stärkerem Anfall an über  $320^{\circ}\text{C}$ . niederen Produkten gefahren:

Temperatur:  $187 - 192^{\circ}\text{C}$ .

Belastung: =  $25,7 \text{ Nm}^3/\text{h} = 0,715 \text{ Nm}^3/\text{kg Co, h}$

CO-Umsatz: =  $83,5\%$  CO - Verfl. =  $74,0\%$

CO - Verfl. - Grad =  $88,7\%$

Hierbei wurde zu  $\text{CH}_4$  gebildet bez. auf den CO-Umsatz =  $11,0\%$ . Durch Steigerung der Temperatur wird versucht, den Ofen bis auf einen 90 - 95 %igen CO-Umsatz zu fahren, wobei dieser Steigerung allerdings infolge des nur  $5,0 \text{ atü.}$  <sup>maximalen</sup> zulässigen normalen Differenzdruckes zwischen Gas und Wasserseite eine Grenze gesetzt ist.

Eine genaue Zusammenstellung der Versuchserien der Ofen 1 und 5 erfolgt mit allen Daten h nach Abschluß der Belastungsversuche.

Ddr. an Bohr

Feist

Hagemann

Martin

Nowling

Betr.-Kontr.

Akten D.V.A.

C 32 3441

000905

Wochenbericht über die Drucksynthese  
vom 30. Juli 1938 - 18. Aug. 1938.

Plan 1 wurde vom 26.7. - 5.8.1938 mit Unterlast zur Feststellung der Vergasung mit dem Ziele einer höheren praktischen Verflüssigung gefahren.

Temperatur = 191,5 - 190,7 °C

Belastung = 27,7 Nm<sup>3</sup> Syngas/std. : 0,86 Nm<sup>3</sup>/kg Co, h

Kontraktion nach:

Menge = 71,9 %

CO<sub>2</sub> = 72,4 %

H<sub>2</sub> = 69,9 %

Syngas: 28,2 % CO

Restgas

CO<sub>2</sub> 30,8

Ca Hm 0,4

O<sub>2</sub> 0,1

CO 10,8

H<sub>2</sub> 12,6

CH<sub>4</sub> 13,2

N<sub>2</sub> 12,1

C-S 1,19

Auswertung nach H<sub>2</sub>-Kontr.

Co-Umsatz = 88,7 %

Co-Verflüssigung = 67,5 %

Co-Verfl.-Grad = 76,2 %

Co-Verfl.-Grad-Prod. = 74,5 %

Hieraus ergibt sich eine monatliche CO<sub>2</sub>-Bildung:

XXXX bes. auf CO-Einsatz = 4,4 %

" " CO-Umsatz = 4,9 %

" " CO-Verfl. = 6,5 %

Zu CH<sub>4</sub> + Ca Hm wird gebildet:

bes. auf CO-Einsatz = 16,8 %

" " CO-Umsatz = 18,7 %

" " CO-Verfl. = 24,7 %

sodass die Gesamt-Vergasung bes. auf den CO-Umsatz analytisch 23,6 %

beträgt.

Der aus der praktischen Ausbeute errechnete Verfl.-Grad von 75,9% unterscheidet sich nur unwesentlich von analytischen Verfl.-Grad (1,7%), was sich durch die Auswertung nach der H<sub>2</sub>-Kontr. und durch die Berücksichtigung der monatlichen CO<sub>2</sub>-Bildung erklärt. Es liegt nahe anzunehmen, dass die in den bisherigen Bilanzen aufgekommene Differenz zwischen analytischer und

praktischen Verflüssigung im wesentlichen in der  $\text{CO}_2$ -Bildung zu suchen ist.

Die oben aufgeführte Versuchsperiode hatte eine praktische Ausbeute an flüssigen Produkten von

143,5 g / Nm<sup>3</sup> Gas.

Die errechnete Ausbeute beträgt

146,5 g / Nm<sup>3</sup> Gas.

000906

Zum Zwecke der Entleerung wurde der Ofen für die Entparaffinierung am 6./7.8.38 mit  $\text{H}_2$  bei rd.  $200^\circ \text{C}$  über 26 Std. ( $39,5 \text{ Nm}^3 \text{ H}_2/\text{Std.}$ ) behandelt, wobei 96,99 kg flüssige Produkte und 63,6 kg  $\text{CH}_4$ , d.h. insgesamt 160,99 kg, ausgetragen wurden:  $\text{CH}_4$ : fl. Prod. = 1 : 1,53.

Der maximale  $\text{CH}_4$ -Wert betrug in den ersten Stunden der Hydrierung 31,5 %. Die Paraffin-Lastbeladung nach der Hydrierung war:

26,2 Gew.%,

so dass die Gesamt-Paraffinbeladung bes. auf den eingef. Kontakt = 174,2 Gew.% und bes. auf das eingef. Kobalt = 385,0 Gew.% betrug.

Die Entleerung des Ofens konnte am 8.8.1938 bei  $200^\circ \text{C}$  in 15 Minuten durch Klopfen mit einem Hammer ohne Schwierigkeit bis auf geringe Kontaktreste durchgeführt werden. Der Fadenform-Kontakt war in seiner Struktur vollkommen erhalten geblieben.

Der Ofen hatte ein Alter von 127 Park.-Tagen erreicht.

Für den Umbau bei der Firma Krupp-Essen wurde der Ofen in den nachfolgenden Tage ausgebaut.

Ofen 2 wurde wasserseitig bis auf 35 atü auf Druckfestigkeit und Dichtigkeit geprüft; Die Kondensations-Einrichtung und die A.K.-Anlage überholt. Zur Zeit wird ein Blindversuch für die Eichung der Messinstrumente durchgeführt.

Der Ofen wird in den nächsten Tagen mit einem verdünnten  $\text{Co-ThO}_2\text{-MgO}$ -Kontakt (1 : 6) gefüllt und mit Wassergas im Kreislauf bei  $220^\circ \text{C}$  gefahren.

Ofen 3 wurde unverändert bei  $199^\circ \text{C}$  unter normaler Belastung als Dauerversuch zur Feststellung der Lebensdauer eines Kontaktes in der Drucksynthese ohne Zwischenbeladung gefahren.

Kontr. nach Analyse: 33,5 %

CO-Umsatz = 43,5      CO-Verflüssigung = 36,8  
CO-Verflüssigungs-Grad = 84,5

praktische Ausbeute = 38,0 g / Nm<sup>3</sup> Syngas

Der Ofen hat 191 Betr.-Tage.

Ofen 4 ist mit einem Co-ThO<sub>2</sub>-HgO-Kontakt in Erichform 0,6 bis 1,5 mm von Schüttgewicht 409 gefüllt und zeigte in den ersten Betriebstagen hinsichtlich der analytischen Verflüssigung eine geringe Methanbildung, die jedoch nach 6 Betr.-Tagen einen konstanten Wert von etwa 10% bez. auf den Co-Umsatz annahm.

Die Gasauferarbeitung vom 7.8.-17.8.38 war analytisch:

Temp.: 190,7 - 192,5° C

Belastung = 23,2 Nm<sup>3</sup> Syngas/Std.,

= 0,963 Nm<sup>3</sup>/kg Co, h.

Kontrakt. nach H<sub>2</sub> = 55,2 %

CO-Umsatz = 71,7 %      CO-Verfl. = 55,3

CO-Verfl.-Grad = 77,2%

CO<sub>2</sub>      33,2

CO Nm      0,2

O<sub>2</sub>      0,1

CO      17,8

H<sub>2</sub>      32,4

CH<sub>4</sub>      6,3

H<sub>2</sub>      8,0

C-2      1,11.

Aus der H<sub>2</sub>- Kontraktion errechnet man eine zusätzliche CO<sub>2</sub>- Bildung:

bez. auf CO - Umsatz = 5,6 %

" " CO - Umsatz = 7,9 %

" " CO - Verfl. = 10,1 %

Die CH<sub>4</sub> + CO Nm - Bildung betrug:

bez. auf CO - Umsatz = 10,6 %

" " CO - Umsatz = 14,9 %

" " CO - Verfl. = 19,2 %

Die Gesamt-Vergasung war demnach:

22,8 %

bez. auf den CO - Umsatz.

Ueber die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten können infolge Versagens der Syngas-Messung noch keine genauen Angaben gemacht werden.

Bemerkenswert erscheint die für einen 72 %igen CO-Umsatz notwendige Temperatur von 192,5 °C nach rd. 10 Betriebs-Tagen, die vielleicht durch ein geringes Temperatur-Interwall zwischen Gas- und Wasserseite begründet werden kann.

Ofen 5 wurde mit Unterlast zur Feststellung der Vergasung gefahren:

Temp: 191,5 - 192,7 °C.

Belastung: 24,6 Nm<sup>3</sup> Sygas / Std. : 0,683 Nm<sup>3</sup> / kg Co, h

Sygas: 28,2 % CO.

Restgas:	CO <sub>2</sub>	50,5	<u>Kontraktion:</u>
	CO	0,2	Menge = 70,2
	O <sub>2</sub>	0,1	CO <sub>2</sub> = 72,3
	CO	12,0	H <sub>2</sub> = 68,4
	H <sub>2</sub>	14,5	
	CH <sub>4</sub>	11,1	
	H <sub>2</sub>	11,6	
	C	8,09	

Anmerkung nach H<sub>2</sub> - Kontraktion:

analytisch:

CO - Umsatz = 96,5 %      CO - Verflüssigung = 66,7%  
 Verflüssigungs-Grad = 77,1 (analyt.)  
 " " = 75,7 (prkat.)

Zusätzliche CO<sub>2</sub> - Bildung:

bes. auf CO - Einsatz = 6,9 %  
 " " CO - Umsatz = 8,0 "  
 " " CO - Verfl. = 10,4 "

In CH<sub>4</sub> + C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> wird gebildet:

bes. auf CO - Einsatz = 12,6 %  
 " " CO - Umsatz = 14,8 "  
 " " CO - Verfl. = 19,2 "

Praktische Ausbeute an flüssigen Produkten:

142,3 g / Nm<sup>3</sup> Igas,

Berechnete Ausbeute an flüssigen Produkten:

145,0 g / Nm<sup>3</sup> Igas.

Aus diesen Daten erkennt man die starke Vergasung des vorliegenden MgO - Kontaktes (siehe Ofen 4) u besonders die starke CO<sub>2</sub> - Bildung.

Die Gesamt-Vergasung beträgt demnach

22,8 %

bes. auf Co-Umsatz

Durchschnitt

Aus den aufgeführten Bilanzen von Ofen 1, 4 und 5 ergibt sich ein praktischer Verflüssigungs-Grad von rd. 75 %, d.h. eine Verflüssigung, mit der man selbst bei CO<sub>2</sub>-Bildung für die Praxis rechnen kann und bei einem 95 %igen CO-Umsatz des Syngas ( mit 28,6 % CO) auf eine Ausbeute von rd. 154 g / Nm<sup>3</sup> Gas kommen sollte.

Balk.

*[Handwritten signature]*

Ddr. A

F

Hg

Ma

Ne

Akten Betr.-Kontrolle

• D.V.A. 2 x

Oberh.-Holtten, den 8. September 1938

C 32 3441

Bericht über die Drucksynthese  
vom 19.8. - 6.9. 1938.

000910

Ofen 2 wurde am 23.8. 38 mit einem verdünnten (1 : 6) -Co-  
Th<sub>2</sub> - Mg o - Kgr - Pödenkorn - Kontakt über 2,5 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup> gefüllt  
und enthält seiner Zusammensetzung nach rd. 6,8 kg Kobalt.  
Der Ofen ist mit N<sub>2</sub> im Kreislauf unter Zugabe von Wassergas  
bis auf eine Belastung von rd. 30 Nm<sup>3</sup> Wg/Std - 4,42 Nm<sup>3</sup>/l g  
Co - und Steigerung der Temperatur auf 212° C angefahren wor-  
den; der Kreislauf betrug hierbei rd. 1 : 5.  
Setzt man von dem im Wassergas enthaltenen Co die Hälfte des  
vorhandenen Wasserstoffu als nutzbar ein und addiert den Über-  
schuß zu den Inerten, so war bei einer Kontraktion von rd. 64%  
der Co - Umsatz 87% und die praktische Ausbeute an flüssigen  
Produkten

139 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas.

Die Siedelage des Gesamtproduktes war hierbei

- 200° C = 47 Vol %  
- 320° C = 79 Vol %

und der Olefinegehalt im Destillat aus dem Gesamtprodukt

- 200° C = 71 Vol %  
200 - 300° C = 55 Vol %.

Der Ofen wird unter Beibehaltung der festgelegten Versuchs-  
bedingungen gefahren.

Ofen 1 wurde über 113 Betr.-Std. bei rd. 200° C mit H<sub>2</sub> N<sub>2</sub>  
zum Zwecke der Entparaffinierung behandelt, wobei aber nur  
80 Gew.% an Hydrierprodukten bes. auf den eingef. Kontakt aus-  
getragen wurden.

Nach dem Wiedereinfahren mit Sygas bei normaler Belastung zeig-  
te der Kontakt anfänglich einen Co - Umsatz von 60 % ( vor der  
Hydrierung 45 % ) der jedoch bald wieder auf 50 % zurückging.  
Die Hydrierung hatte also nur eine beschränkte Regenerierung  
des Kontakts bewirkt.

Bei Verminderung der Belastung bis zur Hälfte der normalen,  
Durchschrift



stieg der Co - Umsatz bis auf nur rd. 60 %. Hieraus kann man schliessen, daß der Aktivitätsabfall des Ofens nach den ersten 107 Betr.-Tagen hauptsächlich durch den Wassereinbruch bedingt war. Hinzukommt natürlich das Altern des Kontaktes in den nachfolgenden 84 Betr.-Tagen.

Ofen 4 ist mit dem Eirichkorn, einen Co-Tho<sub>2</sub>-MgO - Kontakt von der Korngrösse 0,8 - 1,5 mm gefüllt.

Infolge Auslaufens von Kontakt aus verschiedenen Röhren über das nicht ganz anliegende Bodensieb mußte der Ofen zweimal abgesetzt werden; die kontaktfreien Röhren wurden durch Al-Nieten und Asbeststopfen verschlossen. Diese Massnahme ließ die Co-Aufarbeitung bei gleichbleibender Temperatur um rd. 3 % ( d.h. von 66 auf 69 % ) steigen. Das Verhältnis von Co : H<sub>2</sub> im Restgas ging hierbei von 1,97 auf rd. 1,70, da zuvor das Restgas eine Beimischung von unaufgearbeitetem Sygas über die kontaktfreien Röhren erfuhr, welche das Verhältnis von Co : H<sub>2</sub> dem des Sygases anpasste.

Trotz der steten Temperaturerhöhung - der Ofen hat heute eine Temperatur von 197,4° C - konnte er nur einen Co-Umsatz von rd. 68,0 % erreichen, wobei der Methangehalt etwa 14 % bez. auf den Co-Umsatz betrug, d.h. keineswegs geringer war als bei diesen Co-Umsätzen mit Grobkornkontakten.

Der Ofen ist 34 Betr.-Tage alt und wird zur weiteren Feststellung der Vergasung mit normaler Belastung gefahren.

Ofen 5 wurde mit verschiedener Belastung zur Feststellung der Vergasung gefahren, wobei die Temperatur unverändert blieb:

19.8. - 26.8. 38

Temperatur : 192,7° C  
Belastung : 19,4 Nm<sup>3</sup> Sygas/Std = 0,54 Nm<sup>3</sup>/kg Co, b  
Kontraktion: 69,6 % ( nach Menge + H<sub>2</sub> )

Nach Analyse:

Co-Umsatz	= 88,2 %	Restgas:	Co	53,0
Co-Verflg.	= 70,3 %		Cn Nm	0,2
			O <sub>2</sub>	0,1
Co-Verfl. Grad	= 79,6 %		Co <sub>2</sub>	10,7
			H <sub>2</sub>	13,2
<u>Nach Produkt:</u>			CH <sub>4</sub>	10,4
Co-Verfl. Grad	= 76,0		N <sub>2</sub>	12,4
			C	1,00

Durchschrift

Als  $CH_4 + C_n H_m$  wird hierbei gebildet:

Bez. auf Co-Einsatz 10,6 %  
 " " Co-Umsatz 12,0 %  
 " " Co-Verfl. 15,1 %

Nach der Mengen- und  $N_2$  - Kontraktion errechnet sich eine  $CO_2$ - Bildung:

Bez. auf Co-Einsatz = 7,4 %  
 " " Co-Umsatz = 8,4 %  
 " " Co-Verfl. = 10,5 %

Sodass die Gesamt-Vergasung nach der Analyse  
20,4 %

bez. auf den Co-Umsatz beträgt.

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten war:

147 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas

Die errechnete Ausbeute an flüssigen Produkten beträgt:

151 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas

27.8. - 1.9. 38

Temperatur : 192,7° C  
 Belastung : 33,8 Nm<sup>3</sup> Syngas/Std = 0,94 Nm<sup>3</sup>/kg Co, h  
 Kontraktion : 52,3 ( Menge + N<sub>2</sub> )

Nach Analyse:

Co-Umsatz = 63,3 %  
 Co-Verfl. = 53,6 %  
 Co-Verfl. Grad 84,5 %

Restgas

CO<sub>2</sub> 30,9  
 Cn Hm 0,1  
 O<sub>2</sub> 0,1  
 Co 21,1  
 H<sub>2</sub> 35,3  
 CH<sub>4</sub> 5,2  
 N<sub>2</sub> 7,3  
 C<sup>2</sup> 1,01

Nach Produkt:

Co-Verfl. Grad 81,0 %

Zu  $CH_4 + C_n H_m$  wird hierbei gebildet:

Bez. auf Co-Einsatz = 8,1 %  
 " " Co-Umsatz = 12,9 %  
 " " Co-Verfl. = 15,2 %

Nach der Mengen- und  $N_2$  - Kontraktion errechnet sich eine  $CO_2$ - Bildung:

Bez. auf Co-Einsatz = 1,6 %  
 " " Co-Umsatz = 2,6 %  
 " " Co-Verfl. = 2,9 %

Durchschrift

Sodass die Gesamt-Vergasung nach der Analyse

15,5 %

bez. auf den Co-Umsatz beträgt. Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten war:

109 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas

Die errechnete Ausbeute an flüssigen Produkten beträgt:

114 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas .

Aus dieser Bilanz über die letzten Versuchsperioden von Ofen 5 erkennt man eindeutig eine geringere Vergasung bei normaler Belastung des Ofens und mittlerer Co-Aufarbeitung gegen über Unterbelastung und weitgehender Co-Aufarbeitung, die sich besonders in der zusätzlichen Co<sub>2</sub>-Bildung zeigt.

Der Ofen wird seit dem 2. Sept. 1938 bei gleichbleibender Temperatur von 192,7° C mit einer Belastung von 1,25 Nm<sup>3</sup> /kg Co, h gefahren und hat hierbei einen Co-Umsatz von 50,7 %.

Die Belastung wird weiter erhöht werden, um die Vergasung eines Ofens bei steigender Belastung und abnehmender Co-Aufarbeitung bei gleicher Temperatur festzustellen.

Ofen 3 ist mit Mannesmann - Doppelrohren versehen worden und wird a.Zt. aufgebaut.

Der Ofen wird mit einem Co- Tho<sub>2</sub>-Kontakt von der Packstörngröße 2,0 m/φ gefüllt und unter normalen Bedingungen mit Sygas angefahren.

Dir. von A.  
F.  
Hg.  
Ma.  
No.

Betr.-Kontr.  
Aktien D.V.A.

Durchschrift

Oberhausen-Holten, den 3.10.1938.

RB. Abt. D.V.A. Heger/Th.

Druckversuchsanlage.

C 32 3441

Bericht über die Drucksynthese vom 7.9.-28.9. 1938.

Ofen 2 wurde mit Wassergas im Kreislauf 1:4,62 bei einer Temperatur von 216°C gefahren:

Belastung = 29,7 Nm<sup>3</sup> Wassergas/Std : 4,33 Nm<sup>3</sup> kg Co, h  
= 1,46 Nm<sup>3</sup>/Normalvolumen.

Kontraktion = 56,0 % nach H<sub>2</sub>

Bes. auf nutzbares CO, berechnet sich für :

CO-Umsatz = 76,3 %.

CO-Verflüssigung = 66,0

Verfl.-Grad = 86,5 % (analyt).

Verfl.-Grad = 85,2 % (prod.).

(CO + H<sub>2</sub>)-Umsatz = 69,2 %.

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten war:

133,8 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas

113,0 g/Nm<sup>3</sup> Nutzgaz

Ofen 3 wurde entleert, wobei 70 % des Kontaktes durch leichtes Klopfen herausgebracht wurden.

Der Rest konnte durch Spülen mit heisser Natronlauge vollkommen entparaffiniert und dann durch Stochen leichter aus dem Ofen gebracht werden.

An verschiedenen Stellen ist der Ofen wasserseitig undicht; sie werden zur Zeit beseitigt.

Ofen 4 wurde am 7.9.38. stillgesetzt, mit H<sub>2</sub> N<sub>2</sub> zum Zwecke der Entparaffinierung behandelt, wobei 73,6 Gew. % Hydrierprodukt bes. auf den eingefüllten Kontakt ausgetragen wurden (CH<sub>4</sub>: fl. Prod. = 1:5); der Ofen wird zur Zeit entleert.

Ofen 5 wurde mit einer Überlast (1,25 Nm<sup>3</sup>/kg Co, h) gefahren, wobei die Temperatur gegenüber den letzten Versuchsperioden unverändert bei 192,8°C konstant gehalten wurde.

Bis zum 19.9. arbeitete der Ofen das wassergasähnliche Sygas (CO:N<sub>2</sub> = 1:1,61), bedingt durch die Betriebsverhältnisse der Konvertierung der Grossanlage, wie folgt auf:

19.9.-19.9.38.:

Belastung = 44,8 Nm<sup>3</sup> Sygas/Std = 1,25 Nm<sup>3</sup> Sygas/kg Co, h  
Temp. = 192,8°C

<u>Syngas :</u>		<u>Restgas :</u>	
CO <sub>2</sub>	11,0	CO <sub>2</sub>	17,5
CO	32,5	COHm	0,2
H <sub>2</sub>	52,5	O <sub>2</sub>	0,1
<u>CO + H<sub>2</sub> = 1:1,61</u>		CO	31,8
		H <sub>2</sub>	42,3
		CH <sub>4</sub>	2,3
		H <sub>2</sub>	5,8
		C	1,01

Kontraktion nach H<sub>2</sub> und Menge = 36,8 %  
Bsp. auf den nutzbaren CO-Gehalt im Syngas (d. h. H<sub>2</sub>/2), berechnet man:

CO-Umsatz = 47,5 %      CO-Verfl. = 42,2 %  
Verfl.-Grad = 88,6 (analyt.)  
"      " = 77,5 (prod.)

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten betrug:  
76,8 g/m<sup>3</sup> Idealgas

20.9.-28.9.18.

Belastung = 44,6 Nm<sup>3</sup> Syngas/Std = 1,24 Nm<sup>3</sup> Syngas/kg Co, h  
Temp. = 192,8 °C

<u>Syngas:</u>		<u>Restgas :</u>	
CO <sub>2</sub>	13,7	CO <sub>2</sub>	21,5
CO	28,7	COHm	0,3
H <sub>2</sub>	53,7	O <sub>2</sub>	0,1
<u>CO : H<sub>2</sub> = 1:1,87</u>		CO	25,7
		H <sub>2</sub>	44,5
		CH <sub>4</sub>	2,6
		H <sub>2</sub>	5,3
		C	1,00

Kontraktion nach H<sub>2</sub> und Menge = 36,1 %  
Bisogen auf den nutzbaren CO-Gehalt im Syngas (d. h. H<sub>2</sub>/2), berechnet man:

CO-Umsatz = 49,7 %      CO-Verfl. = 38,7 %  
Verfl.-Grad = 84,7 % (analyt.)  
"      " = 73,7 % (prod.)

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten betrug:  
70,5 g/m<sup>3</sup> Idealgas

Hieraus erkennt man eindeutig eine bessere praktische Verflüssigung bei einer Synthese mit CO > H<sub>2</sub>/2 im Syngas; dieser Versuch ist eine  
Durchschrif

Bestätigung für die Versuche vom Juni 1938 mit Ofen 1, 2 und 3.  
 Bemerkenswert erscheint auch hierbei wieder bei fast gleichbleibender  
 Siedelage des Gesamtproduktes die mit steigendem CO-Gehalt zunehmende  
 Olefinbildung.

A.-) CO : H<sub>2</sub> = 1:1,61

Siedelage :	Vol %	Olefine Vol %
-200°C =	41,0	37,0
200-320°C =	70,0	18,0

B.-) CO : H<sub>2</sub> = 1:1,87

Siedelage :	Vol %	Olefine Vol %
-200°C =	41,5	25,5
200-320°C =	73,5	12,6

Der Ofen wird vom 29.9. mit Unterlast (rd. 0,55 Nm<sup>3</sup> Sygas/kg Co,h) bei der gleichen Temperatur wie zuvor gefahren, um in der Reihe der Versuche verschiedener Belastung eines Ofens weitere Daten zu bekommen.

Ofen 8 ist mit Doppelrohr-Elementen entsprechend den Großsynthese-Ofen versehen, die eine Länge von 2400 mm haben; das Volumen beträgt 810 Liter.

Der Ofen wurde am 10.9. 38. mit einem Co-ThO<sub>2</sub>-Fadenform-Kontakt 2,0 mm φ, 1-3 mm Korn, aus der Produktion der Katerfabrik bei Formgebung durch das Forsch.-Labor, gefüllt und enthält der Analyse nach 60,2 kg Co. Das Schüttgewicht des Kontaktes beträgt 243. Dieser Kontakt wurde gleichzeitig in Ofen 132 der R.B. eingefüllt. Nach Widerstandsmessung des einzelnen Rohre (vergl. Bericht vom 26.9. 38.) konnte der Ofen unter vorsichtiger Steigerung der Temperatur parallel als Vergleich zum Ofen 132 der R.B. angefahren werden. Das beiliegende Kurvenblatt zeigt den Verlauf der beiden Ofen in den ersten 35 Betr.-Stdn.

Die Belastung des Ofens 8 war dem Volumen entsprechend normal; der Ofen 132 war um rd. 10 % höher belastet. Die Temperatur lag beim Ofen 8 zur gleichen Betriebsstunde um etwa 5°C niedriger, demzufolge war die Kontraktion auch um rd. 3 % geringer als bei Ofen 132. Die Gasanfarbeitung war bei beiden Ofen die gleiche, d.h. die Methanbildung war gering, wie man sie aus der Anfahrzeit eines ThO<sub>2</sub>-Kontaktes kennt. Nach 110 Betr.-Stdn. wurde der Ofen auf 184°C gebracht und erreichte hierbei eine Kontraktion von rd. 61 %. Seither hat der Ofen bei dieser Temperatur eine gleichbleibende CO-Anfarbeitung.

Drucksynthese

Inbetriebnahme

von Ofen 132 der R.B. aufgeführt am 14.9.1938  
von Ofen 8 der D.V.R. . . . 16.9.1938

Temperatursteigerung und Kontraktion

000917



Druckwert

atü

1 5 10 15 20 25 30 35 40

auf. Vom 20.9.-28.9.38.

Temperatur : 184°C

Belastung = 81,9 Nm<sup>3</sup> Sygas/Std = 1,01 Nm<sup>3</sup> Sygas/kg (Co,h)

Sygas :

CO<sub>2</sub> 13,7

CO 28,7

H<sub>2</sub> 53,7

Restgas :

CO<sub>2</sub> 37,2

CnHm 0,4

O<sub>2</sub> 0,1

CO 20,2

H<sub>2</sub> 26,4

CH<sub>4</sub> 7,3

N<sub>2</sub> 8,4

C 1,07

Kontraktion nach N<sub>2</sub> = 61,3 %

Besogen auf den nutzbaren CO-Gehalt (d.h. H<sub>2</sub>/2), berechnet man:

CO-Umsatz = 77,7 %

CO-Verfl. = 59,4 %

Verfl.-Grad = 76,5 % (analyt.)

" " = 73,7 % (prod.)

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten betrug

120 g/Nm<sup>3</sup> Gas.

Der Ofen wird zur genauen Prüfung des ThO<sub>2</sub>-Kontaktes bestügl.

Vergasung und prakt. Verflüssigung bei rd. 75 % CO-Umsatz als

Dauerversuch gefahren.

Ddr.: A.,

F.,

Hg.,

Ma.,

Ne.,

Betr. K.,

D.V.A.

Ba.



Bericht über die Drucksynthese vom 29. 9. - 17. 10. 38.

Ofen 1 wird durch Krupp-Essen mit neuen Rohr-Elementen versehen.  
Ofen 2 wurde wasserseitig an den Armaturen abgedichtet.

Die Endgasleitung vom Paraffinabschneider zum Kühler, sowie der Ölkondensatkühler wurden erneuert.  
Kompressor 2 von Neumann und Esser bekam einen neuen Kolben.

Nach Durchführung dieser Arbeiten konnte der Ofen am 13.10. zunächst mit Sygas im Kreislauf bis auf 209<sup>o</sup> gefahren werden, wurde dann auf Wassergas umgeschaltet und erreichte bei einer Temperatur von 216<sup>o</sup>, einen Kreislauf von 1:4,3 und einer Belastung von 31 Nm<sup>3</sup> Wassergas/Std - d.h. 1,51 Nm<sup>3</sup>/Normalvolumen, h - den CO-Umsatz von rd. 70% bez. auf den nutzbaren CO-Gehalt im Wassergas (CO = H<sub>2</sub>/2) ist wasserseitig abgedichtet und steht zur Füllung bereit.

Ofen 3 wird zur Zeit entleert.

Ofen 4 wird zur Zeit entleert.  
Ofen 5 wurde am 13. 10. 38. nach 116 Betr.-Tagen ausser Betrieb gesetzt.

Er wird zur Zeit mit H<sub>2</sub> H<sub>2</sub> zum Zwecke der Entparaffinierung behandelt und dann entleert.

Ofen 6 - CO-THO<sub>2</sub>-Fadenformkontakt  $\phi$  2,0 mm - zeigte eine gleichmässige Aufarbeitung :

Ofen-Alder : 31 Betr.-Tage

Temp. = 184,5 - 186,3<sup>o</sup>

Belastung = 83,8 Nm<sup>3</sup> Sygas/Std : 1,39 Nm<sup>3</sup>/kg Co, h.  
= 1,035 Nm<sup>3</sup>/Norm-Vol.

Kontraktion = 60,3% (nach H<sub>2</sub> und Menge).

Sygas:

CO <sub>2</sub>	13,8
CO	28,6
H <sub>2</sub>	54,0
N <sub>2</sub>	3,7
CH <sub>4</sub>	0,4
O <sub>2</sub>	0,1

Restgas:

CO <sub>2</sub>	36,5
CO	0,4
O <sub>2</sub>	0,1
CO	20,3
H <sub>2</sub>	27,5
CH <sub>4</sub>	7,4
H <sub>2</sub>	7,8
C	1,05

bez. auf Gesamt-CO-bes. auf nutzbar. CO

CO - Umsatz	=	71,7	75,9
CO - Verfl.	=	58,4	61,8
CO - Verfl.-Grad	=	81,5	81,5
CO - Verfl.-Grad nach Prod.	=	79,3	

Hierbei wurde zu  $\text{CH}_4 + \text{C}_2\text{H}_6$  gebildet :

bez. auf CO-Einsatz	=	11,6 %
" " CO-Umsatz	=	15,3 %
" " CO-Verfl.	=	18,8 %

Die zusätzliche  $\text{CO}_2$ -Bildung betrug hierbei :

bez. auf CO-Einsatz	=	2,5 %
" " CO-Umsatz	=	3,3 %
" " CO-Verfl.	=	4,0 %

Die Gesamt-Reaktion ging über das Verbrauchsverhältnis von  $\text{CO:H}_2 = 1 : 2,10$

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten war,

126,1 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas

die berechnete Ausbeute ist

110,0 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas.

sodass der Verlust 2,85 % beträgt.

Die Gasmenge betrug 14 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas.

Die Analysendaten des Gesamtproduktes sind :

Spez. Gew. bei 15°C	=	0,762
Siede Beg.	=	41,4°C
- 100°C	=	14,8 Vol %
- 120 " "	=	19,8 " "
- 200 " "	=	40,2 " "
- 320 " "	=	69,1 " "
- 360 " "	=	77,5 " "

Olefine im Destillat	- 100°C	=	13,8 Vol %
Durchschnitt	200-320 " "	=	7,6 " "

Es wird demnächst festgestellt, inwieweit die Aufarbeitung und die Siedelage des Gesamtproduktes bei der Synthese unter verschiedenen Drucken, besonders 5,0 atü, eine Verschiebung erfährt.

Ddr.: A.,  
F.,  
Hg.,  
M.,  
No.,  
Estr. K.,  
DVA.,

Druckversuchsanlage.

Bericht über die Drucksynthese vom 18. 10. - 4. 11. 38.

Vom 17. 10. 20<sup>ooh</sup> bis zum 21. 10. 12<sup>ooh</sup> blieben die Ofen 1 und 8 wegen des Stillstandes der Großanlage RB außer Betrieb.

Ofen 1

wird durch Krupp-Essen mit neuen Rohr-Elementen versehen und voraussichtlich Ende November geliefert.

Ofen 2

zeigte nach Wiederanfahren bei einer Temperatur von 216°C, einem Wassergas-Kreislauf 1 : 4 und einer Belastung von 1,62 Nm<sup>3</sup>/Normalvolumen zunächst einen Abfall von 10 % in der CO-Aufarbeitung; sodann konnte der Ofen wegen der immer stärker abfallenden Aufarbeitung bei der hohen Temperatur nicht mehr gehalten werden und wurde darum am 5. 11. bis zur Fertigstellung der Beheizung mit überhitztem Dampf außer Betrieb gesetzt.

Ofen 3

wurde mit einem Co-ThO<sub>2</sub>-MgO-Normalkontakt von der Korngröße 2-) am gefüllt.

Nach vorsichtigen Aufheizen (in 20 Stdn. bis auf 170° C) wurde der Ofen zunächst die ersten 10 Betriebstage als

Normalkontakt-Synthese-Ofen gefahren:

Hierbei zeigte sich, daß der Doppelrohr-Ofen auch ohne Druck ohne Schwierigkeiten gefahren werden konnte und temperaturmäßig einwandfrei lief. Die Methanbildung war in den ersten vier Tagen, bei einem CO-Umsatz von rd. 75 %, NR rd. 5 % bes. auf den CO-Umsatz. Es ist daraus auf eine hervorragende Wärmeleitung des Ofens zu schließen.

In Mittel war die Aufarbeitung:

Betr.-Stdn. = 250

Belastung = 105 Nm<sup>3</sup>/Std = 1,05 Nm<sup>3</sup>/Normalvol.

Druck = 0,16 atm

Temperatur = 181-191° C

Ertrag:

CO <sub>2</sub>	14,0
CO	20,3
H <sub>2</sub>	34,1

Restgas:

CO <sub>2</sub>	35,5
CO	0,9
O <sub>2</sub>	0,1
CO	19,4
H <sub>2</sub>	30,2

Restgas:

CH <sub>4</sub>	6,6
H <sub>2</sub>	7,3
C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	1,07

Kontraktion nach Menge und H<sub>2</sub>

= 60 %

CO-Umsatz = 72,5 (76,0)<sup>+</sup>

CO-Verfl. = 60,1 (63,0)<sup>+</sup>

CO-Verfl.-Grad = 82,7

( + bez. auf nutzbares CO = H<sub>2</sub>/2 )

Verbrauchsverhältnis von CO : H<sub>2</sub> = 1 : 2,05

Die CH<sub>2</sub>-Bildung betrug hierbei:

bes. auf CO-Einsatz = 9,0 %

" auf CO-Umsatz = 12,0 %

" auf CO-Verfl. = 14,4 %

Wegen einer Undichtigkeit in der A.K.-Anlage war eine genaue Auswertung der Produktion an flüssigen Produkten in den ersten Tagen nicht möglich, jedoch konnte man zuletzt bei einem CO-Umsatz von 72 % etwa 110 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas feststellen.

Besonders bemerkenswert erscheint der starke Wasserstoffverbrauch, den man sonst nur aus der Drucksynthese kennt, und mit diesem parallel der stark gesättigte Charakter des Gesamtproduktes, d.h. im Destillat - 200°C = 22 %  
200°C - 320°C = 4,5%

Olefine.

Die Gesamtaufarbeitung ging über das Verbrauchsverhältnis von CO:H<sub>2</sub> = 1:2,05. Der Ofen wird gaseitig stufenweise auf einen höheren Druck gebracht, um so die optimale Wirkung des Druckes für eine bestimmte Aufarbeitung bei geringer Vergasung und niedriger Temperatur festzustellen. wurde bei Wiederanfahren nach dem Stillstand (88 Std.) zunächst wieder einige Tage bei einem Gasdruck von rd. 7,0 atü gefahren, um dann bei verminderten Druck, rd. 5,0 atü, in der Aufarbeitung und Verschiebung der Siedelage des Gesamtproduktes beobachtet zu werden.

a.) 21. 10. - 26. 10. 38.

Ofen-Alter = 36 Betr.-Tage

Belastung = 83,0 Nm<sup>3</sup> Sygas/Std. : 1,02 Nm<sup>3</sup>/Normal-Vol.

Druck = 0,7-0,8 atü

Ofen 6

000924

Temperatur = 706,3

Spezial:

CO<sub>2</sub> 13,7  
CO 20,9  
H<sub>2</sub> 53,8

Restgas:

CO<sub>2</sub> 36,7  
CnHm 0,4  
O<sub>2</sub> 0,1  
CO 20,0  
H<sub>2</sub> 26,6  
CH<sub>4</sub> 7,5  
N<sub>2</sub> 8,7  
C=Z 1,06

Kontraktion nach Menge und H<sub>2</sub> = 63 %.

CO-Umsatz = 74,0 (78,5)\*  
CO-Verflüssigung = 63,5 (67,2)\*  
CO-Verfl.-Grad = 85,7 (nach Analyse)  
CO-Verfl.-Grad = 77,6 (nach Produkt)

(+ bez. auf nutzbares CO = H<sub>2</sub>/2)

Verbrauchsverhältnis von CO : H<sub>2</sub> = 1 : 2,05

Zu CH<sub>4</sub> wurde hierbei gebildet:

bez. auf CO-Zinsatz = 9,5  
" " CO-Umsatz = 12,1  
" " CO-Verfl. = 14,1

Praktische Ausbeute an flüssig. Prod. = 126 g/Km<sup>3</sup> Ideales

Analyse des Gesamtproduktes über die bisherige Laufzeit  
bei 7,0 atü:

Spez. Gew. = 0,761/15°C  
Siede. Peg. = 40,7 °C  
- 100°C = 15,3 Vol %  
- 120 " = 27,4 "  
- 200 " = 41,1 "  
- 320 " = 69,5 "  
- 360 " = 78,0 "  
Olefine :- 200 " = 14,8 "  
200 - 320 " = 8,2 "

Beim Übergang von 7,0 auf 5,0 atü war bei gleichbleibender  
Temperatur ein Rückgang der Kontraktion und des CO-Umsatzes  
festzustellen:

Kontraktion : 54 %  
CO-Umsatz : 64 %

000925

b.) 20. 12. - 4. 11. 18.

Ofen-Alder = 45 Betr.-Tage

Belastung :  $77,5 \text{ Nm}^3 \text{ Sygas/Std} = 0,956 \text{ Nm}^3/\text{Norm-Vol.}$

Druck :  $5,0 \text{ atm}$

Temperatur:  $189,5^\circ\text{C}$

Sygas:

CO <sub>2</sub>	14,0
CO	20,2
H <sub>2</sub>	54,3

Kontroll:

CO <sub>2</sub>	16,7
CmHm	0,2
O <sub>2</sub>	0,1
CO	19,3
H <sub>2</sub>	27,0
CH <sub>4</sub>	0,5
N <sub>2</sub>	7,4
C-S	1,00

Kontraktion nach Menge und N<sub>2</sub> = 61 %

CO-Umsatz = 73,5 (76,2)\*

CO-Verflüssigung = 61,0 (63,3)\*

CO-Verfl.-Grad = 83,0 (nach Analyse)

CO-Verfl.-Grad = 77,6 (nach Produkt)

(+ bezog. auf nutzbares CO = H<sub>2</sub>/2)

Verbrauchsverhältnis von CO : H<sub>2</sub> = 1 : 2,10

Zu CH<sub>4</sub> wurde hierbei gebildet:

bes. auf CO-Einsatz = 10,4

" " CO-Umsatz = 14,1

" " CO-Verfl. = 17,0

Praktische Ausbeute an flüssigen Produkten:

124 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas

Analyse des Gesamtproduktes:

Spez. Gew. = 0,744/15<sup>00</sup>

Siede.Pog. = 36,3<sup>00</sup>

- 100<sup>00</sup> = 21,7 Vol %

- 120 " = 27,8 "

- 200 " = 50,8 "

- 320 " = 78,4 "

- 360 " = 85,8 "

Olefine-200 " = 15,0 "

" 200-120 " = 6,5 "

Zusammenfassend kann man über die beiden Versuche mit verschiedenen Drücken (7,0 und 5,0 atm) vorläufig sagen:

1. Bei gleichen CO-Umsätzen ist die praktische Ausbeute

Durchschrift

an flüssigen Produkten hinreichend gleich.

2. Die Siedelage des Gesamtproduktes erfährt als gleichzeitige Wirkung von Druck und Temperatur eine Verschiebung wie folgt:

Gas-Druck	: 7,0	5,0 atü
- 320°C	: 69,5	78,4 %

3. Der Gehalt an Olefinen im Destillat des Gesamtproduktes bis 320°C beträgt in beiden Phasen rd. 10,8 Vol %.
4. Der  $\text{CH}_4$ -Gehalt bez. auf den  $\text{CO}$ -Umsatz war bei der Synthese unter 5,0 atü um 2 % höher.
5. Die Temperatur musste bei der Synthese unter 5,0 atü gegenüber 7,0 atü zur Erzielung hinreichend gleichem  $\text{CO}$ -Umsatz um rd. 3°C höher gefahren werden.

Die Auswirkung des Gasdruckes auf Umsatz, Vergasung und Verschiebung der Siedelage der flüssigen Produkte wird weiter verfolgt.

Ddr.: A.,  
F.,  
Hg.,  
H.,  
K.,  
Betr. K.,  
DVA.,



Druckversuchsanlage

000927

Bericht über die Druckversuche in der DVA  
VOM 5. 11. - 18. 11. 18.

- Ofen 1 ist zum Aufbau bei Krupp - Essen.  
Ofen 2 wird mit einer Vorrichtung zur Beheizung mit überhitztem Dampf ausgestattet. Dann wird der unterbrochene Wassergas-Kreislaufversuch bei 216° fortgesetzt.  
Ofen 3 wurde zur Feststellung der Vergasung bzw. des optimalen Druckes für die Synthese zunächst bei 1,0 und dann bei 2,0 atü gefahren:

5. 11. - 7. 11. 18.

Belastung: 111 Nm<sup>3</sup> Sygas/Std.  
1,44 Nm<sup>3</sup>/kg Co/h  
1,11 Nm<sup>3</sup>/Norm.-Vol.  
Druck : 1,0 atü  
Temp. : 189 - 191°C  
Ofen - Alter: 13 Betriebe - Tage

<u>SYNGAS:</u>		<u>KALORIS:</u>	
CO <sub>2</sub>	33,6	CO <sub>2</sub>	31,0
CO	27,9	COHm	1,1
H <sub>2</sub>	54,4	O <sub>2</sub>	20,3
		H <sub>2</sub>	32,2
		CH <sub>4</sub>	3,5
		N <sub>2</sub>	6,0
		C-S	1,07

β Kontraktion (aus Menge und H<sub>2</sub>) : 58,5 %  
Eisogen auf nutzbares CO ergibt sich analytisch:

CO-Umsatz : 69,2 %      CO-Verflüssigung : 50,7 %

CO-Verfl.-Grad : 73,3

prakt. " " " : 59,3

Verbrauchsverhältnis CO : H<sub>2</sub> = 1 : 2,13

Hierbei entsteht CH<sub>4</sub> + Co Hm :

bes. auf CO - Umsatz = 18,6

" " CO - Umsatz = 27,2

" " CO - Verfl. = 37,1

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten betrug :

87,1 g / Nm<sup>3</sup> Idealgas

Die Abkühlung des Kontakts mit Paraffin war offenbar noch nicht abgeschlossen.

Am 11. - 12. 11. 18.

Belastung : 113 Nm<sup>3</sup> Syngas/Std.  
1,47 Nm<sup>3</sup>/kg Co/b  
1,13 Nm<sup>3</sup>/Norm.-Vol.  
Druck : 2,2 atü  
Temp. : 191 - 192,5°C  
Ofen - Alter : 24 Betriebs - Tage.

000928

Syngas:		Restgas:	
CO <sub>2</sub>	13,9	CO <sub>2</sub>	34,2
CO	28,0	CmHm	0,7
H <sub>2</sub>	54,0	O <sub>2</sub>	0,1
		CO	19,2
		H <sub>2</sub>	27,3
		CH <sub>4</sub>	10,3
		N <sub>2</sub>	8,3
		C-Z	1,00

β Kontraktion (aus Menge und H<sub>2</sub>) : 58,6 %  
Reagen auf nutzbares CO ergibt sich analytisch:

CO-Umsatz : 74,4 %      CO-Verflüssigung : 56,3 %

CO-Verfl.-Grad : 75,6

prakt. " " : 64,7

Verbrauchsverhältnis CO : H<sub>2</sub> = 1 : 2,12

Hierbei entstand CH<sub>4</sub> + CmHm :

bes. auf CO - Umsatz = 17,5

" " CO - Umsatz = 23,5

" " CO - Verfl. = 11,1

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten war :

101,5 g / Nm<sup>3</sup> Idealgas

Kohlensäure - Bildung konnte in beiden Druckbereichen nur in schwachem Umfang festgestellt werden.

Vergleicht man nun die beiden Versuchsperioden, so ergibt sich:

1. Vergasung

Druck : 1,0      2,0 atü  
CH<sub>4</sub> + CmHm : 27,2      23,5 %/bes. auf CO-Umsatz.

2. Praktische Verflüssigung

Druck : 1,0 2,0 atü  
 $\text{g/Nm}^3$  Idealgas: 126,0 136,0 bez. auf  
 100 %igen CO-Umsatz unter Zugrundelegung einer  
 gleichbleibenden praktischen Verflüssigung.

3. Siedelage des Gesamtprod.:

Druck : 1,0 2,0 atü  
 - 120°C : 91,3 84,1 Vol %

d.h. mit steigendem Druck erhöhte praktische Verflüssigung,  
 geringere Vergasung und Verschiebung der Siedelage des Gesamt-  
 produktes nach oben.

Der Ofen wird h. Lt. bei einem Gasdruck von 3,0 atü gefahren.

Ofen 4 wurde am 17. 11. 38. mit einem Co-FeO<sub>2</sub>-MgO-Kgr-Kontakt in  
 Kirschform 0,3 - 1,5 mm gefüllt (106,8 kg Kontakt mit 32,2 kg  
 Co) und am 18. 11. 38. bei einer Temperatur von 133°C, einem  
 Gasdruck von 5,0 atü, entsprechend seinem Volumen mit rd.  
 30 Nm<sup>3</sup> Syngas/std. angefahren und erreichte bei 177°C eine  
 Kontraktion von rd. 50 %.

Der Ofen wird bei einem CO-Umsatz von 75 % bezüglich der Ver-  
 gasung beobachtet.

Ofen 8 wurde mit normaler Belastung bei einem Gasdruck von 5,0 atü  
 unter Beibehaltung eines 75 %igen CO-Umsatzes gleichmäßig  
 gefahren:

5. 11. - 18. 11. 38.:

Belastung : 83,7 Nm<sup>3</sup>/Std : 1,39 Nm<sup>3</sup>/kg Co,h  
 1,03 Nm<sup>3</sup>/Norm.-Vol.

Druck : 5,0 atü

Temp. : 189,5 - 194,0°C

Ofen - Alter : 58 Betriebs - Tage

Syngas:

CO<sub>2</sub> 13,9  
 CO 28,0  
 H<sub>2</sub> 54,0

Gasanalyse:

CO<sub>2</sub> 39,1  
 CO 19,2  
 CH<sub>4</sub> 8,7  
 H<sub>2</sub> 28,5  
 H<sub>2</sub> 8,1  
 C-S 1,00

Kontraktion (aus Menge und H<sub>2</sub>) = 58,8 %

Besogen auf nutzbares CO ergibt sich analytisch:  
CO-Umsatz : 74,5 %      CO-Verflüssigung : 99,2 %

CO-Verfl.-Grad : 79,5 %  
prakt. " " " : 72,5 "

Verbrauchsverhältnis CO : H<sub>2</sub> = 1 : 2,16

Hierbei entstand :	CH <sub>4</sub> + C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> ,	CO <sub>2</sub>
bes. auf CO-Umsatz:	13,1 %	2,0
" " CO-Umsatz :	17,6 "	2,7
" " CO-Verfl. :	22,1 "	3,3

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten betrug:  
114 g / Nm<sup>3</sup> Idealgas

Der Ofen wird bei einem 75 %igen CO-Umsatz als Bauserversuch  
gefahren.

Ddr.: A.,  
F.,  
Hg.,  
K.,  
Rd.,  
Betr.-Kontr.,  
DVA.,

Balk

Druckversuchsanlage.

000931

Bericht über die Drucksynthese in der DVA  
vom 19. 11. - 19. 11. 38.

Ofen 2 wurde nach Aufstellung eines Dampfüberhitzers, der eine Wärmeübertragung auf die abfallende Kühlwasserleitung mittels red. Satteldampf (17-4 atü) und somit die Synthese bei 216°C möglich machte, am 24. 11. 38. mit Wassergas im Kreislauf wieder angefahren.

24. 11. 38. - 19. 11. 38.

Belastung: 31,8 Nm<sup>3</sup> Wassergas/Std : 1,60 Nm<sup>3</sup>/Norm-Vol.

Gasdruck: 7,0 atü

Temperatur: 216°C

Kreislauf: 1 : 4,3

CO + H<sub>2</sub> - Umsatz: 47 %

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten war entsprechend diesem geringen Umsatz nur

- 67 g/Nm<sup>3</sup> Wassergas
- = 74 g/Nm<sup>3</sup> Sutzgas
- = 88 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas

Ofen 3

Der Ofen wird als Dauerversuch unverändert weitergefahren. soll durch stufenweise Erhöhung des Gasdruckes das Optimum der Mitteldrucksynthese bei höchster spezifischer Ausbeute an flüssigen Produkten zeigen. Zu diesem Zwecke wurde der Ofen bei 3,0 atü gefahren:

19. 11. 38. - 19. 11. 38.

Belastung: 111,4 Nm<sup>3</sup> Syngas/Std  
 1,45 Nm<sup>3</sup> " /kg Co, h.  
 1,11 Nm<sup>3</sup> " /Norm-Vol.

Druck: 3,0 atü

Temperatur: 186 - 190°C

Ofen-Alder: 35 Tage

Syngas:

CO <sub>2</sub>	13,7
CO	28,2
H <sub>2</sub>	54,2

Restgas:

CO <sub>2</sub>	34,2
CO	0,3
O <sub>2</sub>	0,1
CO	20,5



10,9 Nm<sup>3</sup> Syngas/Std  
 0,96 " " /kg Co, Std  
 1,11 " " /Norm-Vol  
 Druck : 5,0 atü  
 Temperatur : 180°C  
 Ofen-Alter : 12 Betr.-Tage

**SYNGAS**

CO<sub>2</sub> 13,5  
 CO 28,5  
 H<sub>2</sub> 54,2

**Reaktion:**

CO<sub>2</sub> 18,2  
 CH<sub>4</sub> 0,2  
 O<sub>2</sub> 0,1  
 CO 19,2  
 H<sub>2</sub> 28,3  
 CH<sub>4</sub> 5,9  
 H<sub>2</sub> 8,1  
 C-X 1,00

β Kontraktion (aus Menge und H<sub>2</sub>): 63,7 %  
 Bezogen auf nutzbares CO ergibt sich analytisch:

CO-Umsatz : 79,3 % CO-Verflüssigung : 70,0 %  
 CO-Verfl.-Grad : 89,3  
 prakt. " " : 84,8

Verbrauchverhältnis CO : H<sub>2</sub> = 1 : 2,04

Hierbei entstand CH<sub>4</sub> + CnHm:

bes. auf CO-Umsatz	=	72%	CO <sub>2</sub> :
" " CO-Umsatz	=	9,1 %	1,3
" " CO-Verfl.	=	10,2 %	1,7
			1,9

Diese praktische Ausbeute an flüssigen Produkten war:

142 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas.

Aus diesen Daten erkennt man vorläufig bei niedriger Temperatur und hohem CO-Umsatz eine hohe praktische Verflüssigung.

Der Versuch-Ofen 4- soll neben der Vergasung eines Birich-kontakttes die Vorzüge einer grossen Wärmeleitfläche - 0,40 m<sup>2</sup>/Liter Kontakt bei 10 mm Rohrdurchmesser - zeigen.

konnte bei gleichbleibender Temperatur, normaler Belastung und einem Druck von 5,0 atü konstant gefahren werden:

Belastung: 79,6 Nm<sup>3</sup>  
 1,32 " /kg Co, h  
 0,99 " /Norm-Vol  
 Druck : 5,0 atü

Ofen 6

Temperatur : 194°C  
Ofen-Alter : 70 Betr.-Tage

**Einzel**

CO<sub>2</sub> 13,7  
CO 28,2  
H<sub>2</sub> 34,2

**Restgas**

CO<sub>2</sub> 34,1  
CmHm 0,3  
O<sub>2</sub> 0,1  
CO 19,9  
H<sub>2</sub> 29,5  
CH<sub>4</sub> 8,7  
H<sub>2</sub> 7,4  
C 1,00

β Kontraktion (aus Menge und H<sub>2</sub>): 58,4 %

Bezogen auf nutzbares CO ergibt sich analytisch:

CO-Umsatz : 73,5 %      CO-Verflüssigung : 58,7 %

CO-Verfl.-Grad : 79,8 %

prakt. " " " : 73,0 %

Verbrauchsverhältnis CO : H<sub>2</sub> = 1 : 2,11

Hierbei entstand CH<sub>4</sub> + CmHm :

		CO <sub>2</sub>
bezogen auf CO-Umsatz	12,7	1,7
" " CO-Umsatz	18,0	2,3
" " CO-Verfl.	22,5	2,9

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten war:

113 g/Bm<sup>3</sup> Idealgas

Der Ofen wird s. St. mit Sygas in umgekehrter Richtung, d.h. von unten nach oben gefahren.

Dir.: A.,  
E.,  
Hg.,  
H.,  
K.,  
Betr.-Kontr.,  
DVA.,



000935

Bericht über die Drucksynthese in der DVA  
vom 1. 12. - 24. 12. 38.

Ofen 2

wurde mit Wassergas im Kreislauf 1 : 4 bei einer Temperatur von 216,3°C gefahren, wobei der Ofen jedoch <sup>mit</sup> einen CO-Umsatz von rd. 52 % erreichte und immer mehr in seiner Aufarbeitung abfiel. Im Mittel betrug die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten 73,5 g/Km<sup>3</sup> Idealgas (CO-H<sub>2</sub>/2) und 62,0 g/Km<sup>3</sup> Nutgas (CO+H<sub>2</sub>).

Im Einvernehmen mit der Lurgi wurde der Ofen am 16. 12. süsser Betrieb gesetzt. An dem abgesetzten Ofen wurden die Widerstände in der bekannten Weise gemessen und hierbei nur geringe Unterschiede bis zu rd. 5 % gegen den mittl. Widerstand festgestellt.

Zum Zwecke der Entparaffinierung erfolgte dann eine 48 stündige Behandlung mit H<sub>2</sub>N<sub>2</sub> bei 190-194°, wobei aber weder eine Aufspaltung zu Methan noch ein Austrag an flüssigen Produkten festzustellen war.

Der Ofen wurde daraufhin am 21. 12. durch Köpfen bis auf einige Rohre in etwa 30 Minuten entleert, wobei man sehen konnte, dass das Fadenkorn  $\varnothing$  2,5 mm in seiner Form fest und unverändert über die Zeit des Versuches geblieben ist. Durch Abheben des aufgeschweissten Bleches wird der Ofen wieder auf das alte Volumen gebracht.

Ofen 3

soll die Synthese bei verschiedenen Drucken zeigen und wurde darum in der Versuchsfolge mit einem Gasdruck von 4,0 atü gefahren:

1. 12. - 11. 12. 38.

Belastung :

108 Nm<sup>3</sup> Sygas/Std

1,40 " /kg Co, A

1,08 " /Norm-Vol.

Druck :

4,0 atü

Temperatur:

186 - 188°C

Ofen-Alder:

46 Tage

Ertrag:

CO <sub>2</sub>	13,7
CO	28,5
H <sub>2</sub>	53,2

Kontrast:

CO <sub>2</sub>	34,9
CO	0,6
O <sub>2</sub>	0,1
H <sub>2</sub>	20,0
CH <sub>4</sub>	27,0
CH <sub>4</sub>	7,8
H <sub>2</sub>	9,6
C=2	1,00

$\beta$  Kontraktion (aus Menge und H<sub>2</sub>) : 59,6 %  
 Besogen auf nutzbares CO ergibt sich analytisch:  
 CO-Übersatz : 76,4      CO-Verflüssigung : 61,4

CO-Verfl-Grad : 60,4

prakt. " " " : 75,2

Hierbei entstand CH <sub>4</sub> +CnHm		CO <sub>2</sub> :
bes. auf CO-Übersatz	= 13,0	2,0
" " CO-Übersatz	= 17,0	2,6
" " CO-Verfl.	= 21,2	3,2

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten betrug:  
119,4 g/Rm<sup>3</sup> Idealgas

Seit dem 12. Dezember wird der Ofen bei 5,0 atü gefahren, jedoch kann über diesen Versuchsabschnitt in Folge verschiedener Störungen und wegen Einfrierens der Syngasleitung (20.12.) noch nicht berichtet werden.  
 10 mm Rohr-Ofen - ist mit einem Nirkirkern-Mischkontakt 0,8 - 1,5 mm gefüllt. Dieser Ofen soll einerseits die Vergasung bei Nirkirkernkontakten und andererseits die Verträge einer grossen direkten (d. h. wasserberührten) Wärmeleitfläche - 0,40 m<sup>2</sup>/Liter Kontakt - zeigen:  
1. 12. - 11. 12. 38.

Ofen 4

Belastung : 32,1 Rm<sup>3</sup> Syngas/Std  
 1,00 " " /kg Co,h  
 1,05 " " /Norm-Vol  
 Druck : 5,0 atü  
 Temperatur : 180 - 182,4 °C  
 Ofen-Alter : 23 Tage

Ertrag:

CO <sub>2</sub>	13,7
CO	28,5
H <sub>2</sub>	53,2

Durchschnitt

000937

Reaktion:

CO <sub>2</sub>	36,2
CO <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	0,2
O <sub>2</sub>	0,1
CO	20,3
H <sub>2</sub>	27,4
CH <sub>4</sub>	5,8
H <sub>2</sub>	10,0
C-Z	1,00

β Kontraktion (aus Menge und H<sub>2</sub>) = 61,2 %

Besogen auf nutzbares CO ergibt sich analytisch:

CO-Umsatz : 77,5 %      CO-Verflüssigung : 68,4 %

CO-Verfl.-Grad == 68,1 %

prakt. " " " = 64,4 %

Hierbei entstand CH<sub>4</sub>+CO<sub>2</sub>H<sub>2</sub> :

bes. auf CO-Umsatz	7,9	CO <sub>2</sub>	1,3
" " CO-Umsatz	10,2		1,7
" " CO-Verfl.	11,8		2,0

Die Gesamt-Vergasung betrug demnach

analytisch : 11,9 %

praktisch : 15,6 %

von umgesetzten CO.

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten betrug:

116 g/m<sup>3</sup> Idealgas

Aus diesen Daten erkennt man eindeutig die geringe Vergasung und die damit verbundene hohe praktische Verflüssigung dieses Ofens.

Das Gasol wurde mit rd. 5,0 g/m<sup>3</sup> Idealgas bestimmt, sodass die Gesamtausbeute dieses Ofens 141 g/m<sup>3</sup> Idealgas betrug.

Die berechnete Ausbeute beträgt nach der Analyse:

142 g/m<sup>3</sup> Idealgas

Beginnend mit dem 12. Dezember zeigte sich ein unnormal hoher Anteil an „Reaktionswasser“ (3 - 4fache der flüssig. Prod.), auch ging die Aufarbeitung stark zurück. Der Grund hierfür waren zwei undicht gewordene Stellen auf der Wassereite, die durch elektr. Schweißen beseitigt werden konnten. Der Ofen soll nach Freiwerden der Syngasleitung (seit

Ofen 8

20. 12. eingefroren) zunächst unter den alten Bedingungen, sodann bis zur vollen CO-Aufarbeitung gefahren werden.

wurde mit Sygas VON UNTEN NACH OBEN gefahren, wobei verglichen mit der umgekehrten Fahrweise unter sonst gleichen Bedingungen die Kontraktion und damit die Aufarbeitung erheblich abfiel. Durch eine Temperaturerhöhung um 2°C (194,1 - 196,4) konnte die Kontraktion nicht gesteigert werden.

Die analytischen Mittelwerte vom 1. 12. - 17. 12. 35. waren:

Kontraktion : 42,5 %  
CO-Umsatz : 56,2 %

Die letzte Versuchsperiode bei 5,0 atü Gasdruck mit Sygas von OBEN NACH UNTEN hatte dagegen gebracht:

Kontraktion : 59,1 %  
CO-Umsatz : 76,8 %

Auch konnte bei diesem Versuch (Sygas von UNTEN NACH OBEN) eine Verschiebung der Siedelage des Gesamtproduktes nach unten festgestellt werden:

- 200°C = 64,8 Vol %  
- 320°C = 91,0 " "

Diese Verschiebung der Siedelage scheint für die umgekehrte Fahrweise charakteristisch zu sein. Bei der Beurteilung des Versuchs ist zu berücksichtigen, dass der Ofen nicht von vornherein von UNTEN NACH OBEN gefahren wurde, sondern zu Beginn dieser Fahrweise schon ein Lebensalter von 70 Tagen hatte.

Nach Freiwerden der Sygasleitung (seit 20. 12. eingefroren) werden die Ofen wieder in Betrieb genommen.

D&R.: A.,  
F.,  
Hg.,  
H.,  
K.,  
Betr.-Kontr.,  
DVA.,

Bak

D.V.F.

Druckversuchsanlage.

000939

Bericht über die Drucksynthese in der DVA  
vom 25.12.38. - 8.1. 39.

Nach Beseitigung der Probstörungen wurden die Öfen am 27. 12. 38. wieder in Betrieb genommen.

Ofen 2

wurde nach Abheben des aufgeschweißten Bleches wieder auf das alte Volumen gebracht und unter dem hydraulischen Druck von 40,0 atü wasserseitig auf seine Dichtigkeit geprüft. Der Ofen wurde sodann am 4. 1. 39. mit einem verdünnten Fadenform-Mischkontakt  $\lambda$  2,0 mm (als Grünkorn in der Katoranlage des Forsch.-Lab. hergestellt und in der Katorfabrik reuziert) von der Zusammensetzung  $CO : Kgr. = 1 : 6,7$  gefüllt und mit Sygas unter allmählicher Erhöhung der Belastung bis zur Normalbelastung ( $46,3 \text{ Nm}^3/\text{h}$ ) nach Volumen ( $46 \text{ Liter}$ ) nunmehr bis auf eine Temperatur von  $218,6^\circ\text{C}$  gefahren. Er erreichte hierbei eine Kontraktion von rd. 53 %. Bei einem  $CO$ -Umsatz von rd. 70 % bez. auf nutzbares  $CO$  betrug hierbei die  $CH_4$ -Bildung rd. 13 %. Der Ofen wird durch Erhöhung der Temperatur nunmehr bis auf einen  $CO$ -Umsatz von rd. 75 % gebracht.

Ofen 1

wurde in der Versuchsfolge zur Feststellung des optimalen Druckes für die  $CH_4$ -Drucksynthese bei 5,0 atü Gasdruck gefahren:

25. 12. 38. - 8. 1. 39.

Belastung:	109 $\text{Nm}^3$ Sygas/Std.
	1,42" " /kg $CO$ , h
	1,09" " /Norm-Vol.
Druck	5,0 atü
Temperatur:	184 - 191,5 $^\circ\text{C}$
" "	187,5 $^\circ\text{C}$
Ofen-Alter :	64 Betr.-Tage

System:

CO <sub>2</sub>	13,9
CO	28,3
H <sub>2</sub>	53,5

Restgas:

CO <sub>2</sub>	34,3
Cn Hm	0,4
O <sub>2</sub>	0,1
CO	20,4
H <sub>2</sub>	28,9
CH <sub>4</sub>	7,3
N <sub>2</sub>	8,6
C-Z	1,00

β Kontraktion (aus Menge u. H<sub>2</sub>) : 58,8 %  
 Bezogen auf nutzbares CO (= H<sub>2</sub>/2) ergibt sich analytisch:

CO-Umsatz : 74,2      CO-Verflüssigung : 61,8 %

CO-Verfl.-Grad : 83,3 %

prakt. " " " : 77,0 "

Verbrauchsverhältnis : CO : H<sub>2</sub> = 1 : 2,09

Hierbei entstand CH<sub>4</sub> + Cn Hm : CO<sub>2</sub> :

bez. auf CO-Einsatz : 11,5      0,9

" " CO-Umsatz : 15,5      1,2

" " CO-Verfl. : 18,6      1,5

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten beträgt:  
119 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas

Die Wirkung des Druckes auf die Synthese war bisher wie folgt:

1. Vergasung:

Druck	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0 atü
CH <sub>4</sub> + Cn Hm + CO <sub>2</sub> +					
Verlust	40,7	35,3	25,4	24,8	23,0 %

bez. auf CO-Umsatz. (Berechnet aus der praktischen Verflüssigung).

2. Praktische Verflüssigung:

Druck	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0 atü
flüssige Produkte:	126,0	136,0	157,0	156,0	160,0 g/Nm <sup>3</sup>

Idealgas, berechnet auf 100 % CO-Umsatz unter Zugrundelegung einer gleichbleibenden praktischen Verflüssigung.

3. Mischlage des Gesamtproduktes:

Druck	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0 atü
-200°C	63,0	56,0	49,8	49,9	51,4 Vol%
-320°C	91,3	84,3	78,8	77,6	78,4 "

Durchschnitt

*Ruhrlötin Aktiengesellschaft  
Eberhausen-Holten*

Aus dieser Zusammenstellung erkennt man vorläufig, dass die Erhöhung des Druckes bis zu 3,0 atü ganz besonders vorteilhaft für die Aufarbeitung ist. Jedoch scheint die weitere Druckerhöhung nur noch bedeutend für die Verlängerung der Lebensdauer eines Kontaktes zu sein. Denn die Temperatur des Ofens in den einzelnen Versuchsschnitten war:

Versuchsdauer : 3 11 11 11 18 Betr.-Tage  
Druck : 1,0 2,0 3,0 4,0 5,0 atü  
Temperatur : 190,7 191,8 187,3 187,6 187,5 °C

Ofen 4

- 10 mm Rohr - Ofen - ist mit einem Kirichkorn - Mischkontakt 0,8 - 1,5 mm gefüllt. Wie im letzten Wochenbericht mitgeteilt, ist der Ofen wassersseitig undicht geworden (die undichten Stellen sind beseitigt), wodurch die Aufarbeitung ganz erheblich zurückging.

Zur Erzielung des gleichen CO-Umsatzes (vor dem Wassereintrich 77,5 %) musste die Temperatur um 10°C erhöht werden:

29. 12. 38. - 8. 1. 39.

Belastung : 31,0 Nm<sup>3</sup> Syngas/Stg.  
0,96 " "/kg Co, h  
1,02 " " /Norm.-Vol.  
Druck : 5,0 atü  
Temperatur : 192,7°C  
Ofen - Alter : 40 Betr.-Tage

Syngas:

CO<sub>2</sub> 13,9  
CO 28,3  
H<sub>2</sub> 53,6

Restgas:

CO<sub>2</sub> 37,1  
Cn Hm 0,2  
O<sub>2</sub> 0,1  
CO 19,2  
H<sub>2</sub> 27,5  
CH<sub>4</sub> 7,2  
N<sub>2</sub> 8,7  
C-Z 1,00

\* Kontraktion (aus Menge u. H<sub>2</sub>) = 59,5 %

Bezogen auf nutzbares CO ergibt sich analytisch:

CO-Umsatz : 76,6 % CO-Verflüssigung: 62,3 %  
CO-Verfl.-Grad : 81,3 %

prakt. " " : 73,2 %

Verbrauchsverhältnis : CO : H<sub>2</sub> = 1 : 2,07

Durchschrift

Hierbei entstand $CH_4 + C_n H_m$	:	$CO_2$	:
bes. auf CO-Einsatz	:	10,3	4,1
" " CO-Umsatz	:	13,4	5,3
" " CO-Verfl.	:	16,5	6,5

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten betrug:

117 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas

Vor dem Wassereinbruch (d. h. vom 1. 12. - 11. 12. 38.) war die Ausbeute an flüssigen Produkten 136 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas bei einem CO-Umsatz von 77,5 % bes. auf nutzbares CO. Man sieht also auch hier wieder die schädigende Einwirkung des Wasserdampfes, ebenso wie seinerzeit bei Ofen 3 nach 167 Betr. - Tagen.

Ofen 8

wurde noch bis zum 2. 1. 39. mit Syngas von unten nach oben gefahren, wobei die Kontraktion rd. 42 % und der CO - Umsatz " 54 %, bes. auf nutzbares CO, betrug.

Die Beschickung des Ofens mit Syngas von oben nach unten, welche seit dem 3. 1. 39. einige Tage durchgeführt wurde, liess die Kontraktion u. CO-Aufarbeitung unverändert. Der Ofen wurde hierauf am 5. 1. 39. ausser Betrieb gesetzt und zum Zwecke der Entparaffinierung mit  $H_2$   $H_2$  behandelt. (Die Hydrierung ist s. Zt. noch nicht abgeschlossen.)

- Dar.: A.,
- F.,
- Hg.,
- M.,
- He.,
- Betr.-Kontr.,
- DVA.,

*Baku*



Bericht über die Drucksynthese in der DVA  
von 9.1. - 25.1.1939.

Die Ofen der Druckversuchsanlage konnten ohne wesentliche Störung gefahren werden:

Ofen 1 wurde durch Krupp - Essen mit neuen Rohrelementen versehen. Der Ofen wird u.Zt. aufgestellt.

Ofen 2 ist mit verdünntem Fadenform-Mischkontakt  $\phi$  2,0 mm Co : Agr. = 1 : 6,7 gefüllt.

Der Versuch wurde im Hinblick auf eine Erhöhung der Reaktionsbeute durchgeführt.

Der Ofen wurde hierbei nach dem Volumen belastet.

9.1. - 25.1.39.

Belastung: 44,9 Nm<sup>3</sup> Sygas/Std.  
3,3 " " /kg Co, h.  
0,98 " " /Norm-Vol.

Druck: 7,0 atü

Temperatur: 223,0° C

Ofen-Alter: 19 Betr.-Tage

Sygas: Restgas:

CO <sub>2</sub>	14,3	CO <sub>2</sub>	34,4
Co	27,7	CH <sub>4</sub>	0,3
H <sub>2</sub>	55,0	O <sub>2</sub>	0,1
		Co	17,2
		H <sub>2</sub>	32,1
		OH <sub>4</sub>	0,4
		H <sub>2</sub>	7,5
		C-Z	1,19

$\phi$  Kontraktion (aus Menge n.H<sub>2</sub>) : 55,3%

Besser n aufzubereites CO (= H<sub>2</sub>/2) ergibt sich analytisch:

CO-Umsatz = 74,1% CO-Verflüssigung: 58,7%

CO-Verfl.-Grad = 72,5%

prakt. " " = 57,9%

Verbrauchsverhältnis: CO : H<sub>2</sub> = 1 : 1,97

Hierbei entstand $CH_4 + C_2H_6$ :	$CO_2$ :
bes. auf $CO$ - Einsatz : 16,4 %	4,0 %
" " $CO$ - Umsatz : 22,1 "	5,4 "
" " $CO$ - Verfl. : 25,2 "	7,4 "

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten war

90 g / Nm<sup>3</sup> Idealgas.

Die Gesamt-Vergasung einschliesslich des Verlustes ergibt sich der praktischen Verflüssigung zu 42,2 % vom umgesetzten  $CO$ .

Das Verbrauchsverhältnis von  $CO : H_2 = 1 : 1,97$  deutet auf die verhältnismässig starke zusätzliche  $CO_2$ -Bildung hin.

Die Siedelage des Gesamtproduktes war stark nach der Benzinsseite verschoben. Es wurde ( ohne Kreislauf ) ein Produkt mit einem Benzanteil ( -  $200^\circ C$  ) von 70 Vol. % erreicht.

Das Paraffin ( über  $320^\circ C$  ) betrug nur noch 7,3 Vol. % vom Gesamtprodukt.

Auf die Ursachen der verhältnismässig starken Vergasung und geringen Ausbeute an flüssigen Produkten wird nach Abschluss des Versuches noch näher eingegangen.

Zu einem grossen Teil scheint für das ungünstige Ergebnis die Verwendung der in dieser Verbindung noch nicht geprüften Sur 3 II schuld zu sein.

Der Versuch wird in den nächsten Tagen mit einem anderen aktiven Kontakt wiederholt.

Ofen 3

wurde in seiner Versuchsfolge bei einem Gasdruck von 6,0 atü gefahren:

9.1. - 25.1.32

Belastung:	106 Nm <sup>3</sup> Gas / Std.
	1,36 " " / kg $CO$ , h.
	1,06 " " / Norm.-Vol.
<u>Druck:</u>	<u>6,0 atü</u>
Temperatur:	190 - 193,2 °C
" "	192 °C
Ofen-Alter:	81 Betr.Tage

Synesi:

CO <sub>2</sub>	14,3
CO	27,7
H <sub>2</sub>	53,8

Kontakte:

CO <sub>2</sub>	35,1
CO	0,3
O <sub>2</sub>	0,1
CO	19,6
H <sub>2</sub>	29,0
CH <sub>4</sub>	7,8
N <sub>2</sub>	8,1
C-Z	1,08

Kontraktion ( aus Menge und H<sub>2</sub> ) = 58,6 %  
 Reagen auf nutzbares CO (= H<sub>2</sub>/2) ergibt sich analytisch:

CO - Umsatz : 72,6 %      CO - Verflüssigung : 58,8 %  
 CO - Verfl.Grad : 81,1 %  
 prakt. " " " : 75,4 %

Verbrauchsverhältnis : CO : H<sub>2</sub> = 1 : 2,14

Hierbei entstand CH<sub>4</sub> + C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> :

bes. auf CO - Einsatz	: 12,7 %	CO <sub>2</sub>	0,9 %
" " CO - Umsatz	: 17,6 %	"	1,3 %
" " CO - Verfl.	: 21,6 %	"	1,6 %

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten betrug  
115 g / Nm<sup>3</sup> Idealgas.

Eine Gegenüberstellung der Daten aus den letzten drei Ver-  
 suchsabschnitten zur Feststellung der Einwirkung des  
 Druckes auf die Synthese zeigt folgendes:

1. Praktische Verflüssigung:

Druck	4,0	5,0	6,0	atü
flüssig. Produkte:	156,0	160,0	158,0	g/Nm <sup>3</sup>

Idealgas, berechnet auf 100 % CO-Umsatz unter Zuzunde-  
 legung einer gleichbleibenden praktischen Verflüssigung.

2. Siedelage des Gesamtproduktes:

Druck	4,0	5,0	6,0	atü
= 200°G	49,9	51,4	50,7	Vol. %
= 120°G	77,6	78,4	77,8	"

Unterschiede in der Gasanfertigung lassen sich also nicht  
 erkennen, jedoch hat die Erhöhung des Druckes für die  
 Verlängerung der Lebensdauer, wie aus der Temperaturlage  
 erkannt werden kann, einen Einfluss.

Ofen 4 sollte einstufig unter Beibehaltung der Belastung durch Erhöhung der Temperatur auf volle CO - Aufarbeitung gefahren werden; diese konnte jedoch nicht erreicht werden:

9.1. - 11.1.39.

Belastung: 30,6 Nm<sup>3</sup> Syngas /Std.  
0,95 " " / kg Co.h.  
1,00 " " / Norm.-Vol.  
5,0 atü.

Druck:

Temperatur: 192,7 - 200,4 ° C.

" β:

198°C

Ofen-Alter:

45 Betr. Tage.

SYNGAS:

CO<sub>2</sub> 14,0  
CO 28,0  
H<sub>2</sub> 53,8

Restgas:

CO<sub>2</sub> 44,8  
CnHm 0,4  
O<sub>2</sub> 0,1  
CO 13,5  
H<sub>2</sub> 20,4  
CH<sub>4</sub> 11,2  
N<sub>2</sub> 9,6  
C-Z 1,00

β-Kontraktion (aus Menge und H<sub>2</sub>) = 64,7 %  
Beregen auf nutzbares CO (= H<sub>2</sub>/2) ergibt sich analytisch:  
CO-Umsatz : 86,3 % CO-Verflüssigung: 64,7 %  
CO -Verfl. Grad : 75,0 %  
prakt. " " : 69,4 %

Verbrauchsverhältnis : CO : H<sub>2</sub> = 1 : 2,01.

Hierbei entstand CH<sub>4</sub> + CnHm : CO<sub>2</sub> :  
bez. auf CO-Einsatz : 14,8 % 6,8 %  
" " CO-Umsatz : 17,2 % 7,9 %  
" " CO-Verfl. : 22,9 % 10,5 %

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten betrug nur  
125,5 g / Nm<sup>3</sup> Idealgas.

Die Gesamtvergasung einschliesslich des Verlustes war prakt.  
30,6 %

von umgesetzten CO, wobei die unerwünschte CO<sub>2</sub>-Bildung mit  
9,8 % beteiligt ist. Diese Tatsache, d.h. mit steigenden  
CO-Umsatz stärkere CO<sub>2</sub>-Bildung, konnte seinerzeit bereits  
bei Ofen 5 (Versuche zur Feststellung der Vergasung bei

hohen CO-Umsatz. Bericht von Dr. Fahr vom 4.1.1939) festgestellt werden.

Gegenüber den ersten 23 Betriebs-Tagen kann man allgemein feststellen, dass der Ofen durch den Wassereintrich eine erhebliche Mchädigung erfahren hat, der

- a) nicht nur den CO-Umsatz abfallen liess, sondern
- b) auch die viel stärkere Gesamt-Verflüchtigung bedingte.

Bei der Erhöhung des Gasdruckes ~~von~~ von 5 auf 7 atü konnte dann sofort eine bessere praktische Verflüchtigung erzielt werden.

17.1. - 25.1.39.

Belastung:

33,5 Nm<sup>3</sup> Syngas/ Std.  
1,04 " " / kg Co,h.  
1,10 " " / Norm.Vol.

Druck:

7,0 atü.

Temperatur:

192,5 - 194,1 °C

" #1

193,7 °C

Ofen-Alder:

54 Betr.-Tage.

Syngas:

CO<sub>2</sub> 14,2  
CO 27,7  
H<sub>2</sub> 54,0

Restgas:

CO<sub>2</sub> 37,8  
CnHm 0,2  
O<sub>2</sub> 0,1  
CO 18,1  
H<sub>2</sub> 29,0  
CH<sub>4</sub> 6,4  
N<sub>2</sub> 8,4  
O 1,0

Kontraktion (aus Menge und H<sub>2</sub>) = 61,0%  
Benoten auf nutzbares CO ergibt sich analytisch

CO-Umsatz: 76,4% CO-Verflüchtigung: 65,7%

CO-Verfl.-Grad: 86,0%

prakt. " " i 79,2%

Verbrauchsverhältnis: CO : H<sub>2</sub> = 1 : 2,07.

Hierbei entstand CH<sub>4</sub> + CnHm:

bes. auf CO-Einsatz = 6,7 % CO<sub>2</sub> 1  
" " CO-Umsatz = 11,3 " 2,0 %  
" " CO-Verfl. = 13,1 " 2,7 "  
" " " " " 3,1 "

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten war  
127,5 g / Nm<sup>3</sup> Idealgas.

Vergleicht man diese Daten mit den Ergebnissen aus der  
letzten Versuchsperiode unter 5,0 atü Gasdruck (Bericht  
über den 29.12.38. - S.1.39), so findet man, dass bei einem  
CO-Umsatz von 76,6 % nur 117 g / Nm<sup>3</sup> Idealgas an flüssigen  
Produkten gemessen wurden, d.h. 8,2 % weniger.

Auch bewirkt der Druck hier wieder eine sichtbare Verschie-  
bung der Siedelage des Gesamtproduktes:

<u>Druck:</u>	5,0	7,0	atü
<u>- 210°C</u>	51,0	46,5	Kat.
<u>- 320°C</u>	79,0	75,3	"

Der Ofen wird zunächst bei diesem CO-Umsatz (rd. 75%)  
weitergefahren; sodann soll unter dem Druck von 7,0 atü  
noch einmal die volle CO-Aufarbeitung zu erreichen ver-  
sucht werden.

Ddr.: A,  
F,  
H(g.),  
Mh,  
Now.  
Betr.-Büro.

Balks

Oberhausen-Holten, den 15. Februar 1939.  
RB Abt. EVA Hr/Op.

000949

Bericht über die Drucksynthese in der EVA  
vom 26.1. - 10.2.1939.

Ofen 2 wurde nach 462 Petr.-Stunden am 26.1.39 wegen der hohen Vergessung ausser Betrieb gesetzt, zum Zwecke der Entparaffinierung mit  $H_2$  behandelt und darin in etwa 20 Minuten (rd. 450 Liter Kontakt) ohne Schwierigkeit durch leichtes Klopfen entleert. Der Versuch zur Erhöhung der Benzinausbeute wird noch einmal mit einem frischen Kontakt wiederholt. Der Ofen ist darum am 10.2.39 erneut mit einem verdünnten Fedenkern-Mischkontakt ( $\varnothing$  2,5 mm), der im Forschungslabor hergestellt und in der Motorfabrik reduziert wurde, gefüllt worden.

Ofen 1 lief nach dem Stillstand der RB (26./27.1.39) noch einige Tage in seiner Versuchsfolge zur Feststellung der optimalen Wirkung des Druckes auf die Synthese unter 6,0 atü. Seit dem 1.2.39 arbeitet der Ofen bei 7,0 atü und zeigte in den ersten acht Tagen eine hinreichende, gleichmäßige CO-Aufarbeitung, die jedoch dann durch die Verschiebung des CO -  $H_2$ -Verhältnisses in Sygas, bedingt durch Störungen in der Konvertierung, verschoben wurde.

1.2. - 8.2.39.

Belastung:	110 Nm <sup>3</sup> Sygas/atü.
	1,40 " " /kg Co. h
	1,10 " " /Norm-Vol.
Druck:	7,0 atü
Temperatur:	194,1 - 195,7° C
" "	195,1° C
Ofen-Alter:	93 Betriebstage.

000950

Einsatz:		Leistung:	
CO <sub>2</sub>	14,3	CO <sub>2</sub>	35,4
CO	27,7	CO <sub>2</sub> m	0,2
H <sub>2</sub>	53,9	O <sub>2</sub>	0,1
		CO	18,9
		H <sub>2</sub>	28,6
		CH <sub>4</sub>	8,7
		N <sub>2</sub>	8,1
		C-Z	1,11

Kontraktion (aus Menge u. H<sub>2</sub>) = 58,7%  
 bezogen auf nutzbares CO (= H<sub>2</sub>/2) ergibt sich analytisch:

CO-Umsatz: 73,7      CO-Verflüssigung: 57,8  
 CO-Verfl.-Grad: 78,0

prakt. " " " 69,8

Verbrauchsverhältnis: CO : H<sub>2</sub> = 1 : 2,11

Hierbei entsteht CH<sub>4</sub> + CO<sub>2</sub>m:

bez. auf CO-Umsatz:	14,2	CO <sub>2</sub>	1,8
" " CO-Umsatz:	19,4		2,6
" " CO-Verfl.:	24,8		3,2

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten betrug nur 10,7 g/m<sup>3</sup> Idealgas.

Aus diesen Daten erkennt man eindeutig eine starke Vergasung, die auf das umgesetzte CO bezogen, analytisch 22 Vol% beträgt. Aus der praktischen Verflüssigung jedoch ergibt sich eine Restvergassung (einschl. Verlust) von 11,2 Vol% vom umgesetzten CO. Diese starke Vergasung war schon in den letzten Versuchstagen unter 6,0 atü zu beobachten, so dass diese Erscheinung nicht etwa in der Zuckerhöhung sondern vielmehr in der Alterung des Kontaktes und der damit verbundenen Temperaturerhöhung zur Erzielung gleichen CO-Umsatzes, wie in den vorhergehenden Versuchsabschnitten (d.h. rd. 75%) zu suchen ist.

Auch die Siedelage des Gesamtproduktes passt sich diesen Tatsachen sehr gut an:



Spez. Gew. bei 15° C	=	0,734
Niedebeginn	=	35,4 °C
- 100° C	=	24,9 Vol. %
- 200 "	=	55,4 "
- 320 "	=	81,8 "
- 360 "	=	90,0 "

Während der Anteil an Paraffin (über 320° C) bei der Synthese unter 5 und 6 atü noch rd. 22 Vol. % betrug, ist er jetzt nur noch 18 Vol. % vom Gesamtprodukt.

Diese Versuchsreihe wird ~~dabei~~ <sup>weiter</sup> in den nächsten Tagen abgeschlossen. Die ~~Auswertung~~ <sup>Auswertung</sup> sämtlicher Daten folgt demnächst in einem Sonderbericht.

Ofen 4 ~~Betrachtet~~ durch die Erhöhung des Gasdruckes von 5 auf 7 atü wie schon im Bericht vom 9.1.-25.1.39 mitgeteilt, eine bedeutende Steigerung des praktischen Verfahrensungsgrades:  
29.1. - 8.2.39

Belastung:	35,1 Nm <sup>3</sup> Sygas/atü.
	1,99 " " /kg Co. h.
	1,15 " " /Norm.-Vol.
Druck:	7,0 atü
Temperatur:	194,1 - 195,7° C
" "	195,1 ° C
Ofenalter:	66 Betriebstage.

<u>Sygas</u>		<u>Restgas</u>	
CO <sub>2</sub>	14,4	CO <sub>2</sub>	35,6
CO	27,7	CO <sub>2</sub>	0,2
H <sub>2</sub>	54,0	O <sub>2</sub>	0,1
		CO	18,8
		H <sub>2</sub>	30,0
		CH <sub>4</sub>	7,1
		N <sub>2</sub>	8,2
		C-2	1,13

Durchschn. Kontraktion (aus Menge und H<sub>2</sub>) = 59%  
Monogen auf nutzbares CO (≠H<sub>2</sub>/2) ergibt sich analytisch:

CO-Umsatz: 75,2% CO-Verflüssigung: 62,9%

CO-Verfl.-Grad: 83,7%

prakt. " " " : 78,8%

Verbrauchsverhältnis: CO : H<sub>2</sub> = 1 : 2,05

Durchschnitt

Hierbei entstand $\text{CH}_4 + \text{CO}_2$ :		$\text{CO}_2$ :
bes. auf $\text{CO}$ -Einsatz:	11,5%	0,8%
" " $\text{CO}$ -Umsatz:	15,3%	1,0%
" " $\text{CO}$ -Verfl.:	18,3%	1,2%

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten betrug  
125 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas.

Nach diesen Daten, d.h. bei einem  $\text{CO}$ -Umsatz von 75,2% :  
125 g/Nm<sup>3</sup> Idealgas und 78,8% praktischem Verflüssigungs-  
grad, erkennt man eindeutig die gute Wirkung einer Wärme-  
leitfläche von 0,40 m<sup>2</sup>/Liter Kontakt, wobei erwähnt werden  
muss, dass gerade dieser Ofen nach seinen ersten 23 Betr.-  
Tagen durch Einbruch des Wassers eine Schädigung erfahren  
hat. Inwieweit der Zirkorkorn-Mischkontakt (0,8 - 1,5 mm),  
mit dem dieser Ofen gefüllt ist, an dieser geringen Vergasung  
(nur 21,2% vom  $\text{CO}$ -Umsatz, aus der praktischen Verflüssi-  
gung berechnet) beteiligt ist, kann man nicht sagen.  
Jedenfalls ist für die Füllung dieses Inrohr-Ofens nur  
ein Korn von dieser Größe geeignet, da sonst die Gefahr  
der Bildung von Fraktionen und ungefüllten Zwischenräumen  
bei einem größeren Korn eher möglich ist.

Ofen 1: Krupp-Ofen mit Nischen-Ofen - ist zur Erprobung der neuen  
Fauart mit normalem Mischkontakt gefüllt und wird in den  
nächsten Tagen angefahren.

Ofen 8 soll noch einmal die Wirkung des Gasweges von unten nach  
oben zeigen und ist darum mit frischem Kontakt (Zirkorkorn  
Mischkontakt 2-3 mm  $\phi$ ) gefüllt. Der Ofen wird ebenfalls  
bald in Betrieb genommen.

Ddr.: A,  
F,  
Hg,  
Ha,  
Kew,  
L.-Entr.

*Bah*

*[Handwritten signature]*

000953

Bericht über die Drucksynthese vom 11.2. - 26.2. 1939.

Ofen 1 ist von Krupp - Essen mit neuen Röhren versehen, die einen Durchmesser von 75 mm haben und durch Blech- Inbauten mit einer Stärke von 1 - 2 mm in acht Kamern aufgeteilt sind.

Der Ofen ist mit einem normalen Blechkontakt 2 - 3 mm ( 100 Co - 200 Agr) gefüllt und wird z. Zt. unter Belastung nach Volumen ( 435 l) mit Sygas auf einen CO-Umsatz von 75 % gefahren, um hierbei die praktische Verflüchtigung, Vergasung und Lebensdauer festzustellen.

Über die Aufarbeitung kann heute noch nichts gesagt werden, da der Ofen erst seit dem 22. 2. 39 in Betrieb und der Kontakt noch nicht abgestimmt ist.

Ofen 2 läuft als Versuch zur Erzielung höherer Benzolausbeuten mit einem verdünnten Fadenkorn-Blechkontakt  $\phi$  2,5 mm (Co-Gehalt: 10,8 %) und zeigte bisher unter Belastung des Ofens nach Volumen bei einem Gasdruck von 7,0 atü folgende Aufarbeitung:

15.2. - 26.2.39

Belastung: 48 Nm<sup>3</sup> Sygas / Std.  
3,78 " " / kg Co, h.  
1,10 " " / Norm.-Vol.

Druck: 7 atü,  
Temperatur: 209 - 212 °C,  
" -  $\phi$  : 211,4 °C.

Ofen-Alder: 13 Betriebstage.

Sygas:		Reintrag:	
CO <sub>2</sub>	14,4	CO <sub>2</sub>	34,1
CO	27,5	Calhm	0,4
H <sub>2</sub>	53,6	O <sub>2</sub>	0,1
		CO	16,3
		H <sub>2</sub>	35,9
		CH <sub>4</sub>	5,1
		N <sub>2</sub>	8,2
		O.S.	1,04

Kontraktion ( aus Menge und H<sub>2</sub> ) = 53,6.  
Benzol auf nutzbares CO ( = H<sub>2</sub>/2 ) ergibt sich analytisch:  
CO-Umsatz: 74,7 % CO-Verflüchtigung: 59,3 %.

CO-Verfl.-Grad: 79,5 %  
 prakt. " : 63,6 %

Hierbei entstand $CH_4 + C_2H_6$ :		$CO_2$ :
bez. auf CO-Einsatz: 9,4		5,2
" " CO-Umsatz: 12,9		7,2
" " CO-Verfl.: 16,2		9,0.

Wegen der hohen Gesamtvergasung (20,5 %) und dem verhältnismäßig hohen Verlust (15,9 %) ist besonders die starke  $CO_2$ -Bildung auffallend. Parallel zu dieser Tatsache geht die Aufarbeitung des CO und  $H_2$ , die sich aus der Restgasanalyse zu einem Verbrauchsverhältnis von  $CO : H_2 = 1 : 1,86$  errechnet, d.h. es wurde mehr CO umgesetzt, als für die Bildung von KW ( $CO : H_2 = 1 : 2$ ) erforderlich ist.

Über den Charakter der flüssigen Produkte liess sich noch kein einheitliches Bild gewinnen. Anfanglich wurde ein Produkt mit 55 - 58 Vol.-% Benzin erhalten, das 35 - 40 Vol.-% Olefine aufwies. Später stieg der Benzineanteil bis auf 65 Vol.-% an, doch sank dabei der Sefingehalt auf 17 - 20 Vol.-%.

Ofen 3 wurde ~~mit~~ <sup>zum</sup> Zwecke der Entparaffinierung mit  $H_2$  bei 197,4 °C über 46 Stunden (rd. 100 m<sup>3</sup>  $H_2$ /Std.) behandelt, wodurch 130,17 kg an flüssigen Produkten +  $CH_4$  ausgezogen wurden = 51,2 % bezogen auf die eingefüllte Kontaktmenge. Der Ofen wurde sodann durch Klopfen und Stechern in einen Tage entleert.

Er wird in den nächsten Tagen mit frischem Normal-Mischkontakt gefüllt und dient dann den Versuchen mit Sauer gas.

Ofen 4 - mit 10 mm Bohren - war mit Zirkon-Blauskontakt (0,8-1,5 mm) gefüllt und sollte die Vergasung eines Ofens mit grosser Wärmeleitfläche - 0,4 m<sup>2</sup>/Liter Kontakt - zeigen. Nachdem der Ofen aber seinerzeit nach den ersten 25 Betriebstagen durch den Sauer einbruch die Schädigung erfahren hatte, wurde die damals erzielte Verflüssigung bei einem Gasdruck von 5,0 atü (78,8 % CO-Umsatz = 138,5 g flüssige Produkte/ Nm<sup>3</sup> Idealgas) selbst durch Erhöhung des Gasdruckes von 5 auf 7 atü nicht wieder erreicht. In den letzten Tagen arbeitete er wie folgt:

11.2. - 14. 2. 39

Gasdruck:	7,0 atü.
Belastung:	34,6 Nm <sup>3</sup> Sygas/Std
	: 1,07 " /kg Co, h : 1,14 Nm <sup>3</sup> /Norm.Vol.
-Temperatur:	195,5 °C.

Durchschrift

Kontraktion: 59,3 %

CO-Umsatz: 73,9 %

Ausbeute an flüss. Produkten = 122,6 g / 5m Idealgas.

Der Ofen wurde am 15. 2. 39 nach 72 Betriebsstunden ausser Betrieb gesetzt, über 63 Stunden zum Zwecke der Entparaffinierung mit  $H_2$  behandelt (30 m<sup>3</sup>  $H_2$  Std. bei 196 °), wobei an flüssigen Produkten einschl. Methan ( $CH_4$ : fl. Prod. = 1:3) 53,4 Gew. % bezogen auf die eingefüllte Kontaktmenge ausgetragen wurden.

Die Entleerung des Ofens (Kirchkorn - Nischkontakt 0,8 - 1,5 mm) war praktisch in einer Stunde durchgeführt. Der Kontakt war in seiner Form vollkommen erhalten geblieben.

Der Ofen wird in den nächsten Tagen wieder mit Kirchkorn  $\phi$  0,8 - 1,5 mm gefüllt.

Ofen B - Kirchkorn - Nischkontakt 2 - 3 mm - sollte noch einmal den Einfluss der Richtung des Gasweges von unten nach oben in der Drucksynthese zeigen. Der Ofen wurde in der bekannten Weise bei normaler Belastung unter allmählicher Steigerung der Temperatur in 48 Stunden - 193 °C - auf einen CO-Umsatz von 70% gefahren, wobei rd.

38 %  $CH_4$

12 %  $CO_2$

von umgesetzten CO gebildet werden.

Soweit nach Abheben des oberen Beckels erkannt werden konnte, war eine Kohlenstoffabscheidung nicht eingetreten. Der Ofen wurde darauf von "oben nach unten" gefahren, jedoch war die Aufarbeitung keineswegs anders, Methan + Kohlensäure wurden wieder bis zu

rd. 50 %

von CO-Umsatz gebildet.

Diese starke Vergasung war durch mehrfaches Ausspülen mit  $H_2$ , durch Temperaturerniedrigung und flüchtigsten Wiederanfahren nicht zu mindern.

Der Ofen wird in den nächsten Tagen ausser Betrieb gesetzt, entleert und mit Normalkontakt 2 - 3 mm zur Durchführung des Versuches über die Richtung des Gasweges gefüllt.

Ddr.: A. Ka,

F. Ka,

Hg. Betr.K.

Bach

000956

Bericht über die Drucksynthese in der DVA  
von 27.2.39 bis 10.3.39.

Ofen 1 (Weitrohr von 75 mm  $\phi$  mit Blecheinbauten) wurde mit Normal-Mischkontakt 2-3 mm gefüllt. Es sollte die Mignung dieser von Krupp ausgeführten Konstruktion in der Drucksynthese geprüft werden. Dieser erste Versuch wurde nach 12 Tagen abgebrochen, da eine zu starke Vergasung eintrat. Es besteht der Verdacht, dass der eingesetzte Kontakt nicht einwandfrei war. Über die Ofenkonstruktion kann deshalb noch kein Urteil abgegeben werden. Der Ofen wird n.kt. entleert und mit einem frischen Normal-Mischkontakt 2-3 mm, der ebenfalls in Ofen 8 (Mannesmann-Opelrohr) als Parallelversuch erprobt wird, gefüllt und sodann bei einem CO-Umsatz von rd. 75 % über eine längere Versuchsdauer gefahren. Das bisherige Ergebnis war:

27.2. - 7.3.1939:

Belastung:	42,9 Nm <sup>3</sup> Syngas / Std.
	1,16 " " / kg Co, h
	0,99 " " / Norm.Vol.
Druck:	7,0 atü
Temperatur:	186-187 °C
Ofen-Alter:	12 Tage.
Syngas:	Restgas:
CO <sub>2</sub> 14,6	CO <sub>2</sub> 29,5
CO 27,0	CnHm 0,2
H <sub>2</sub> 54,1	O <sub>2</sub> 0,1
	CO 18,2
	H <sub>2</sub> 35,2
	CH <sub>4</sub> 1,2
	N <sub>2</sub> 6,6
	CE 1,03

Kontraktion (aus Menge und H<sub>2</sub>) = 43,5 %  
 Bezogen auf nutzbares CO (= H<sub>2</sub>/2) ergibt sich analytisch:  
 CO-Umsatz: 61,8      CO-Verflüssigung: 33,0

CO-Verflüssigungsgrad: 53,4  
 prakt. " " " : 46,8  
 Hierbei entstand  $\text{CH}_4 + \text{CnHm}$ :  
 bez. auf CO-Einsatz: 21,3 %  
 " " CO-Umsatz: 34,6 %  
 bez. auf CO-Verfl.: 64,6 %

$\text{CO}_2$ :  
 7,5 %  
 12,2 %  
 22,5 %

Verbrauchsverhältnis:  $\text{CO} : \text{H}_2 = 1 : 2,05$   
 Gesamtvergasung: 46,6 % von ungenutzten CO.

Praktische Ausbeute an flüssigen Produkten:  
 60,7 g /  $\text{Nm}^3$  Idealgas.

Diese hohe Vergasung wurde einmal durch Temperaturerniedrigung ( $50^\circ\text{C}$ ) und Ausblasen mit  $\text{N}_2$  sodann unter vorsichtiger Steigerung der Temperatur bei Wiederaufahren, eine Methode, die sich bei früheren Versuchen zur Minderung der Vergasung oft bewährte, herabsudrücken versucht, jedoch ohne Erfolg. Bei der Entleerung des Ofens, die z.Zt. durchgeführt wird und Schwierigkeiten macht, war offenbar eine C-Abscheidung im Kontakt festzustellen.

Ofen 2 arbeitet mit einem verdünnten Patenkorn-Mischkontakt  $\varnothing 2,5$  mm (Co-Gehalt: 10,8 %) zur Erzielung höherer Benzinausbeuten.  
 27.2. - 10. 3. 39.

Belastung: 45,3  $\text{Nm}^3$  Syngas/tst.  
 3,57 " " /kg Co, h  
 0,98 " " /Norm.-Vol.  
 Druck: 7,0 atü  
 Temperatur: 212 - 214,5  $^\circ\text{C}$ .  
 Ofen-Alder: 25 Betriebs-Sage.

Syngas:		Restgas:	
$\text{CO}_2$	14,5	$\text{CO}_2$	32,8
CO	27,2	$\text{CnHm}$	0,3
$\text{H}_2$	54,0	$\text{O}_2$	0,1
		CO	15,8
		$\text{H}_2$	36,4
		$\text{CH}_4$	7,1
		$\text{N}_2$	7,5
		CS	1,07

Kontraktion (aus Menge und  $\text{N}_2$ ): 50,2 %  
 Bezogen auf nutzbares CO (=  $\text{H}_2/2$ ) ergibt sich analytisch:  
 CO-Umsatz: 71,5 %      CO-Verflüssigung: 50,7 %

	CO-Verflüssigungsgrad :	71,0 %	
prakt. "	"	"	57,5 %
Hierbei entstand $\text{CH}_4 + \text{CnHm}$ :			
bez. auf CO-Einsatz :	13,8 %	$\text{CO}_2$	6,8 %
" " CO-Umsatz :	19,4 "		9,6 "
bez. auf CO-Verfl. :	27,3 %		13,4 %

Das Verbrauchsverhältnis von  $\text{CO} : \text{H}_2 = 1 : 1,86$  liegt ganz in Richtung der hohen  $\text{CO}_2$ -Bildung, die mit 9,6 % vom umgesetzten CO festgestellt wurde.

Die praktische Ausbeute an flüssigen Produkten betrug nur  
 $96,6 \text{ g} / \text{Nm}^3 \text{ Idealgas}$ .

Das Gasol wurde hierbei mit  
 $12,0 \text{ g} / \text{Nm}^3 \text{ Idealgas}$

und die wasserlöslichen Produkte mit  
 $2,2 \text{ g} / \text{Nm}^3 \text{ Idealgas}$

festgestellt.

Der Ofen wird zum Abschluss dieses Versuches in den nächsten Tagen mit Wassergas gefahren.

Ofen 8 war mit Birichkorn 2-3 mm gefüllt und zeigte eine starke Vergasung, die ebenfalls wie bei Ofen 1 durch Ausblasen mit  $\text{H}_2$  herabzudrücken versucht wurde, jedoch auch hier ohne Erfolg. Nach kurzer vorsichtiger Wiederanföhren betrug die Gesamtvergasung

$\text{CH}_4 = 35 \%$

$\text{CO}_2 = 8 \%$

nach insgesamt 43 % vom umgesetzten CO. Hierauf wurde der Ofen am 2.3.39 ausser Betrieb gesetzt, durch Behandeln mit  $\text{H}_2$  entparaffiniert und dann entleert. Etwa 50 % des Kontaktes waren gut aus dem Ofen durch Klopfen, der Rest erst durch langwieriges Stochern herauszubringen.

Bei der Entleerung konnte eine gewisse C-Abscheidung zwischen den Kontaktkörnern festgestellt werden.

Adr.: A,  
 F.  
 Hg.  
 M.  
 No.  
 Betr.-t.

Bak



000959

Bericht über die Drucksynthese in der DVA  
von 11.3. bis 26.1.1939.

Ofen 1 (Seitrohr von 75 mm  $\varnothing$  mit (Leuchleinbauten) wurde durch langwieriges Stoßern entleert (2 - 3 mm Normalkorn). Zur Erprobung dieser von Krupp-Essen ausgeführten Ofen-Konstruktion für die Mitteldruck-Synthese wurde der Ofen zum zweiten Mal mit Normal-Nischkontakt 2 - 3 mm gefüllt:

100 Co, 5,00  $\text{TiO}_2$ , 7,86  $\text{AgO}$ , 182  $\text{Ag}$ .

Schüttgewicht: 320 (nach Ofen-Vol.)

Reduktionswert: 62 %

Kobaltdichte: 96

Erst nach Abstättigen des Kontaktes und einer längeren Fahrperiode bei einem  $\text{CO}$ -Einsatz von  $\text{rel. } 75\%$  können über Vergasung, Verflüchtigungsgrad 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  $\text{H}_2\text{-N}_2$  bei einer Temperatur von  $198 - 199^\circ\text{C}$  durchgeführte Entparaffinierung war ohne Erfolg (nur 5 - 6 Gew.-% an flüssig. Prod. +  $\text{CH}_4$  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 ( $210 - 216^\circ\text{C}$ ), bei Behandlung mit  $\text{H}_2\text{-N}_2$  unterhalb dieser Temperatur nicht möglich zu sein.

000960

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

Ofen 4 - Ringrohr-Ofen 10 mm  $\varnothing$  - ist wiederum zur Feststellung der Vergasung, Verflüchtigungsgrades und Lebensdauer einen Ofens mit grosser 100 % wasserberührter Wärmeleitfläche (rd. 0,40 m<sup>2</sup>/liter Kontakt) mit Kirschhorn-Mischkontakt 0,8 - 1,5 mm gefüllt (in der Katorfabrik ohne Staubrückführung hergestellt);

100 Co, 5,55 ThO<sub>2</sub>, 7,58 MgO, 170 Kgr  
Schüttgewicht: 374 (nach Ofen-vol.)  
Produktionswert: 53 %  
Kobaltdichte: 114

Der Ofen wurde wie gewöhnlich unter allmählicher Steigerung der Temperatur bis auf einen CO-Umsatz von 75 % gefahren, wobei die CH<sub>4</sub>-Bildung bez. auf das umgesetzte YZ 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-Versuch-Ofen 1 zu fahren.

Der in Ofen 1 und Ofen 8 eingesetzte Normal-Mischkontakt 2 - 3 mm ist aus MÜbel RCH 13, Kenn Nr. 780; er wurde gleichzeitig in Ofen 332 der R3 eingefüllt.

Rdr.: A,  
P,  
FG,  
Ha,  
No,

Balk

Detr. Kont. Handschrift