

005059

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten
Druckversuchsanlage.

Obh.-Holten, den 10. Juni 1941.
ROH.Abt. DVA. Hr./Wg.-

Sekretariat I/3.

Eingang: 14.6.1941

7a

Herrn Professor H a r t i n .

Betr.: Monatsbericht Mai 1941 der Druckversuchsanlage.

1.) Versuche zur Herstellung olefinreicher Produkte:

Die mit Wassergas im Kreislauf 1 + 3 durchgeführte Synthese über Kobalt-Mischkontakt - Ofen 10, 4 m Doppelrohröfen - ist nun 100 Betriebstage alt. Über die ersten 65 Betr.-Tage wurde in den letzten Monatsberichten März und April berichtet. Der weitere Verlauf dieses Ofens zeigte vom 66. - 100. Betr.-Tag ein konstantes Ergebnis:

Belastung	30 Nm ³ Wassergas/372 Ltr.Kontakt, Std
	= 0,80 Nm ³ /Norm.Vol.
Gasdruck	7 atü
Kreislauf	1 + 3
Temperatur	203,4°C
CO + H ₂ -Umsatz	71,7 %
Ausbeute an flüss.Prod.	107 g/Nm ³ Wassergas
	= 124,3 g/Nm ³ Nutgas (CO + H ₂)
CO + H ₂ -Verfl.-Grad	55 % (prakt.)

Siedelage des Gesamtproduktes:

Benzin	- 200°C = 48 Gew.%
Öl	200 - 320°C = 27 "
Paraffin	oberh. 320°C = 25 " .

Die Olefingehalte = 8 P L waren in

Benzin	- 200°C = 68 Vol.%
Öl	200 - 320°C = 46 "

Als besonderes Merkmal für diesen Versuchsabschnitt ist die gleichbleibende Temperatur von 203,4°C zu nennen, die nun schon seit dem 54. Betr.-Tag unverändert gefahren werden konnte, ohne daß hierbei der Umsatz an CO + H₂ abgefallen wäre. Nicht ohne Einfluß hierfür aber war die vor etwa 3 Wochen aufgekommene Verschiebung des H₂: CO-Verhältnisses

SUM

zum Wasserstoff in dem zur Druckversuchsanlage kommenden Wassergas, d.h. von 1,25 auf 1,33 (bedingt durch das Anfahren eines Konverters bei NB).

Wie schon in früheren Berichten mitgeteilt blieb naturgemäß hierbei das Ansteigen des Umsatzes und die stärkere Vergasung als Folge des höheren Wasserstoffgehaltes im Ausgangsgas nicht aus. So betrug beispielsweise der prakt. CO + H₂-Verflüssigungsgrad

- a.) 57,9 % bei H₂: CO = 1,25 ,
wobei der CO + H₂-Umsatz 70,2 % betrug und
b.) 51,9 % bei H₂: CO = 1,33 ,
wobei der CO + H₂-Umsatz 72,3 % war.

Die Produkte aus diesem Versuch wurden laufend an die einzelnen Laboratorien zur Untersuchung geschickt und besonders im Hinblick auf die Weiterverarbeitung zu Schmierölen, Oxidprodukten u.s.w. geprüft.

2.) Eisenkontakt-Synthese:

Der in Ofen 11 - 24 mm Röhrenofen - eingesetzte Eisenkontakt erreichte in diesen Tagen 100 Betriebstage. Über die Ergebnisse der ersten 73 Betr.-Tage wurde in den Monatsberichten März und April 1941 berichtet. Im Mittel wurden vom 74. - 100. Betr.-Tag folgende Daten erzielt:

Temperatur	247°G
Gasdruck	rd. 20 atü
Kreislauf	1 + 2,5
CO + H ₂ -Umsatz	74,8 %
CO + H ₂ -Verfl.-Grad	44,8 % (prakt.)
Ausbeute an flüss. Prod.	91 g/Rm ³ Wassergas = 106 g/Rm ³ Nutgas (CO+H ₂)

Verglichen mit den letzten Daten zwischen dem 35. und 73. Betr.-Tag (siehe Monatsbericht April 1941) ist die Ausbeute an flüssigen Produkten weiterhin stark abgefallen. Noch stärker kam eine Verschiebung in der Siedelage des Gesamtproduktes zum Benzol hin auf. Die Siedelage des Gesamtproduktes zwischen dem 74. u. 100. Betr.-Tag war wie folgt:

Benzin	- 200°C	= 51 Gew.%
Öl	200 - 320°C	= 22,5 "
Paraffin	oberh. 320°C	= 26,5 " .

Zusammenfassend können wir über die ersten

100 Betriebstage

dieses Eisenkontaktes (Ofen 11, 9. Füllung) folgende Ergebnisse mitteilen:

Temperatur	247°C	
Gasdruck	rd. 20 atü	
Kreislauf	1 + 2,5 bis 3	
CO + H ₂ -Umsatz	76,3 %	
CO + H ₂ -Verfl.-Grad	52 % (prakt.)	
H ₂ : CO-Verbr.-Verh.	rd. 1,3	
Ausbeute an flüss. Prod.	107,5 g/Hm ³	Wassergas
	= 125,0 g/Hm ³	Nutzgas (CO+H ₂)
+ Gasöl	= 10,0 g/Hm ³	" (")
<u>Gesamtausbeute</u>	<u>= 135,0 g/Hm³</u>	<u>Nutzgas (CO+H₂)</u>

Siedelage des Gesamtproduktes:

Benzin	- 200°C	= 37 Gew.%
Öl	200 - 320°C	= 19 "
Paraffin	320 - 460°C	= 19 "
"	oberh. 460°C	= 25 "
"Olefine"	= S P L	
in Benzin	- 200°C	= 75 Vol.%
" Öl	200 - 320°C	= 62 " .

Zu dieser guten Ausbeute muß gesagt werden, daß diese hauptsächlich auf die für die Synthese so günstig wirkende große Wärmeleitfläche dieses Ofens (β 14 mm Rohre) mit 0,266 m² Kühlfläche/Liter Kontakt zurückgeführt werden muß. In einem großtechnischen Ofen, so z.B. im Doppelrohrföfen, werden nach unseren Versuchen rd. 10 % geringere Ausbeuten zu erwarten sein.

Ein besonderes Merkmal für diesen Kontakt gegenüber früheren Kontakten ist

a.) die über 100 Betriebstage gleichbleibende

Temperatur

Temperatur von 247°C , ohne daß in dieser Zeit der Umsatz an $\text{CO} + \text{H}_2$ wesentlich gefallen wäre (von 76 % auf 74 %);

- b.) der vollkommen weiße Paraffingatsch,
- c.) das für die vollkommene Aufarbeitung von Wassergas so günstig liegende H_2 : CO -Verbrauchsverhältnis von rd. 1,3 .

Erwähnenswert ist die Tatsache, daß die H_2 - und OH -Zahlen, d.h. somit die in den Produkten vorhandenen Säuren, Alkohole und die übrigen O_2 -Produkte gegenüber früheren Eisenkontakten um ein Vielfaches geringer sind, was im Hinblick auf die Weiterverarbeitung der Primärprodukte, besonders wegen der Vorbehandlung für die Schmierölsynthese, von großer Bedeutung ist.

3.) Erprobung neuer Ofenkonstruktionen:

Der Wasserrohrföfen Nr. 12a wurde mit Restgas RB in Kreislauf 1 + 3 angefahren und dann in der Temperatur vorsichtig erhöht, sodaß nach 21 Betr.-Stunden 199°C erreicht war. Nach weiteren 24 Betr.-Std., d.h. nach insgesamt 45 Betr.-Std., lag die Temperatur bei 162°C , bei der der Ofen dann weitere 47 Betr.-Std., bis zur Umstellung auf Drucksynthesegas im Kreislauf, verblieb. Die Temperatur wurde dann laufend erhöht und lag am 10. Betr.-Tag bei 190°C , wobei der $\text{CO} + \text{H}_2$ -Umsatz rd. 70 % und der analytische $\text{CO} + \text{H}_2$ -Verflüssigungsgrad 47 % betrug. Trotz weiterer Erhöhung der Temperatur bis auf $197,5^{\circ}\text{C}$ in den nachfolgenden 10 Betriebstagen, lag der Umsatz an $\text{CO} + \text{H}_2$ am 20. Betr.-Tag bei nur 60 %, jedoch der analytische $\text{CO} + \text{H}_2$ -Verfl.-Grad bei 55 %.

Vergleicht man die bisher mit diesem Ofen erhaltenen Ergebnisse mit den eines Doppelrohrföfen, so sind sie in jeder Hinsicht ungünstiger.

Immerhin kann man aber mit Sicherheit sagen, daß durch die Vergrößerung der Wärmeleitfläche (durch den Einbau größerer, runder Rohre, statt der bisherigen 6-kantigen Profilrohre) von

$0,139 \text{ m}^2/\text{Liter Kontakt}$ auf nunmehr
 $0,217 \text{ m}^2/\text{Liter Kontakt}$

weit

weit bessere Ergebnisse erzielt werden, als damals vor etwa einem Jahr. Ein „Durchgehen“ bis zur 100 %igen Methan- + Kohlensäurebildung, wie dieses mit dem Ofen alter Konstruktion (nur $0,135 \text{ m}^2$ wasserberührte Kühlfläche/Ltr. Kontakt immer wieder beobachtet werden konnte, kam diesmal nicht wieder auf.

Hier bestätigt sich wieder einmal die Notwendigkeit einer bestimmten und die gute Wirkung einer großen Kühlfläche, wie schon in früheren Versuchen, z.B. Ofen 4 (10 mm Röhrenofen) oder auch Ofen 11 (14 mm Röhrenofen) gezeigt werden konnte. Gerade die Ofen Nr. 4 und 11 sind wegen ihrer großen Kühlfläche $0,4$ u. $0,286 \text{ m}^2/\text{Liter}$ Kontakt in ihren Leistungen, besonders in Hinblick auf die Verflüssigung, sehr gut gewesen.

Als unablässig für diesen Ofen bleibt die Notwendigkeit einer Wasserpumpe, denn ohne diese Pumpe kann aus thermodynamischen Gründen ein selbständiger Thermosiphonstrom nicht stattfinden.

Der Ofen ist z.Zt. noch in Betrieb, und es werden weitere Beobachtungen, besonders auch über die Fahrweise im geraden Durchgang, angestellt, um so weitere Erkenntnisse zu sammeln.

Allgemeines:

Der $4,5 \text{ m}$ lange Drucklamellenofen ist nach Abänderung der Wasserführung im Innern des Ofens wieder aufgestellt worden und wird seit einigen Tagen mit Restgas RB im Kreislauf 1 + 3 angefahren. Irgendwelche besonderen Merkmale aus der bisherigen 5-tägigen Laufzeit sind noch nicht zu erkennen.

Ddr.: Hg. ✓
A.