

3452-30/5.01 - 5

Liquid-phase (Nass-)
Synthesis

D. 4

Obh.-Holten, den 6. September 1941.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten
Druckversuchsanlage.

RCH.Abt.DVA. Hr./Wg.-

Herrn Direktor Dr. H a g e m a n n .

Betr.: 9. Bericht über die Versuche
der Bamag in der Naßsynthese.

Am 13.6.1941 begann die Bamag, nach vorangegangener Überholung der Anlage und Aufstellung eines Dampfkessels mit entsprechender Dampferzeugung über 15 atü und 200°C, einen neuen Versuch.

Eingefüllt waren 108 kg Kobalt-Mischkontakt, zerkleinert in der Kugelmühle, und

1100 kg Ölkondensat + Paraffingatsch folgender Siedelage:

120 - 320°C = 90 Gew.%, oberh. 320°C 10 Gew.%.

Veränderungen im Betrieb der RB bedingten Umschlu
beiten an der Frischgasleitung zur Bamag-Anlage, wodurch
das Anfahren um rd. 14 ^{Tage} verzögert wurde. Zuvor war die
Kolonne irrtümlicherweise etwa 3 Tage mit Konvertgas be-
schickt worden. Allerdings waren die Temperaturen sehr
niedrig, rd. 160°C, sodaß eine Schädigung des Kontaktes
wohl kaum aufgekommen ist.

Am 27.6.1941 konnte dann die Kolonne mit Drucksynthesegas angefahren werden und auch bis zum 4.7.1941 störungsfrei in Betrieb bleiben; dann wurde die Heizschlange im Dampfkessel defekt, wodurch der Betrieb für einige Tage ruhte. Am 8.7.1941 konnte der Versuch wieder aufgenommen werden und lief dann fast störungsfrei bis zum 6.8.1941.

Die in den ersten Tagen gefahrenen Temperaturen lagen bei 180 - 190°C. Die hierbei erzielten Umsätze befriedigten nicht, weshalb die Temperatur bald erhöht werden mußte. So wurde beispielweise am 14. Betr.-Tag (14.7.1941) folgende Aufarbeitung erzielt:

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Gas	Sygas	Endgas
CO ₂	11,7	28,4
C _m H _n	--	0,9
O ₂	0,1	0,1
CO	29,6	25,0
H ₂	50,0	24,6
CH ₄	0,3	5,5
N ₂	8,3	15,5
C-Z	--	1,42

CO + H₂-Umsatz 75 %

rein CH₄ bez. auf CO-Umsatz 10 %

Hierbei betrug die Belastung rd. 25 Nm³/Std.,

der Gasdruck 7 atü und der Ölumlauflauf 8 - 10 m³/Std.

Die Kontaktkonzentration im Öl - Kontaktschlamm war 10 Gew. %.

Ogleich hierbei die Temperatur schon bei 200°C lag, und diese stetig in den nachfolgenden Tagen bis zum Versuchsende auf 208°C erhöht wurde, fiel der Umsatz sehr bald ab und hielt sich dann im weiteren Verlauf des Versuches bei rd. 60 %.

In den letzten 12 Betriebstagen (24. - 35. Betr.-Tag) wurde bei 208°C folgender Umsatz erzielt:

Gas	Sygas	Endgas
CO ₂	11,5	19,5
C _m H _n	--	0,6
O ₂	0,1	0,1
CO	30,5	29,0
H ₂	51,0	34,5
CH ₄	0,4	4,4
N ₂	16,5	11,9
C-Z	--	1,30

CO + H₂-Umsatz 57 %

rein CH₄ bez. auf CO-Umsatz 14 % . .

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holtien

Wenn auch in den ersten Betriebstagen nur wenig Methan gebildet wurde, so ist diese Erscheinung, verglichen mit unserer normalen Trockensynthese, keineswegs etwas Besonderes. Der normale Betrieb zeigt jedenfalls bei einem $\text{CO} + \text{H}_2$ -Umsatz von 57 % und einer Methanbildung von 14 %, bezogen auf CO -Umsatz, verglichen mit den Ergebnissen in unserer MD-Synthese, keinerlei Vorteile.

Es kam der Damag aber auch darauf an, zu zeigen, daß mechanisch der Betrieb der Naßsynthese über immerhin rd. 30 Tage möglich ist, ohne daß größere Störungen in der Gas- u. Ölkontaktschlammführung aufkommen.



Ddr.: A.

3 Ddr. DVA.

Druckversuchsanlage.

Herrn Direktor Dr. H a g e m a n n .

Betr.: 8. Bericht über die Versuche
der Bamag in der Naß-Synthese.

Die Bamag führte in den Monaten Dezember 1940 und Januar 1941 Naßsyntheseversuche durch, die hauptsächlich der Erprobung der Gesamtapparatur galten.

Die hierbei gemachten Beobachtungen über den Syntheseverlauf waren gegenüber den bereits mitgeteilten Versuchsergebnissen (Bericht 1 - 7) nicht verschieden:

Am 24.11.1940 wurde die Kolonne bei einer Temperatur von 165°C mit rd. 20 m³ Drucksygas belastet und in der Temperatur in den nachfolgenden Tagen mehr und mehr bis zum 27.11.1940 auf 186°C erhöht.

Die bei diesem Versuch eingefüllte Kontaktmenge betrug 215 kg, die verwendete Dieselölmenge 1315 kg mit rd. 25 Gew.-% oberhalb 320°C. Während der Ölumlauflauf am ersten Tage nur 5 m³ betrug, wurde er in den nachfolgenden auf 8, 12, 14 und schließlich auf 18 m³/Std. erhöht. Hierbei kam dann am 27.11.1940, d.h. am 4. Versuchstage eine Verstopfung auf, die die Weiterführung dieses Versuches unmöglich machte.

In einzelnen wurden folgende Ergebnisse erzielt:

Datum:	Kontraktion:	CO-Umsatz:	CH ₄ bez. auf CO-Umsatz
25.11.40	37 %	42 %	7 %
26.11.40	54 %	70 %	8 %
27.11.40	63 %	100 %	32 %

Hierbei war auch eine zusätzliche CO₂-Bildung von rd. 17 %, bezogen auf den CO-Umsatz, festzustellen.

Dieser Versuch wurde, nachdem Öl und Kontakt ergänzt waren, unter Belastung mit 20 m³ Sygas/Std, unter einem

Druck

Druck von 7 - 8 atü, einen Ölumlaufl von $10 \text{ m}^3/\text{Std.}$, in den Temperaturgrenzen von $185 - 195^\circ\text{C}$ vom 11.12.1940 bis zum 20.12.1940 störungsfrei durchgefahren; mußte aber dann wegen Pumpenschadens und zu geringen Dampfdruckes abgestellt werden.

Die in diesen 9 Tagen erzielten CO-Umsätze liegen bei 35 %, das neugebildete Methan, bezogen auf den CO-Umsatz, 4 - 5 %.

Vom 20.12.1940 bis zum 9.1.1941 war die Anlage außer Betrieb. In dieser Zeit wurden die verschiedenen Maschinen überholt.

Am 9.1.1941 wurde mit der gleichen Füllung wie zuvor bei einer Belastung von $20 \text{ m}^3/\text{Std.}$ und einem Ölumlaufl von $10 \text{ m}^3/\text{Std.}$ der Versuch wieder aufgenommen. Die Kolonne wurde aber nur zur mechanischen Erprobung der Gesamtapparatur bis zum 6.2.1941, bei einer Temperatur von $185 - 195^\circ\text{C}$, d.h. rd. 28 Tage störungsfrei gefahren. Die hierbei erzielten Umsätze waren gering (20 - 30 %).

Am 16.2.1941 begann dann die Bamag mit ihrem 9. Versuch:
Normalkobalt-Mischkontakt 118 kg,
Dieselöl: 1200 Ltr. mit rd. 25 % oberh. 320°C siedend
Belastung: 10 m^3 Sygas/Std.,
Gasdruck: 7 - 8 atü,
Ölumlaufl: $10 \text{ m}^3/\text{Std.}$

Aufgrund der Tatsache, daß bei allen bisherigen Versuchen, bezüglich der Methanbildung, gegenüber unserer Drucksynthese keine Unterschiede gefunden wurden, sollte diesmal der Kontakt unter den mildesten Bedingungen angefahren werden:

Die Temperatur wurde äußerst vorsichtig gesteigert und lag am zweiten Tage erst bei 160°C , wurde aber dann laufend täglich erhöht und erreichte am 23.2.1941, d.h. am 8. Betriebstage 185°C .

Der CO-Umsatz war am 8. Betr.-Tage 60 %. Wenn auch der bei diesem Umsatz ermittelte Methangehalt nach den Analysen der Bamag gering war, so muß immerhin hierbei die außerordentlich niedrige Belastung der Kolonne zur Beurteilung berücksichtigt werden; denn diese betrug mit $10/\text{m}^3/\text{Std.}$, gemessen an der Belastung unserer Öfen, etwa $1/6$ unserer Normalbelastung.

Vom 24.2. - 27.2.1941 mußte der Versuch wegen Stromausfalls (Kabelbrand) unterbrochen werden.

Beim Wiederanfahren am 27.2.1941 waren die Bedingungen folgende:

Belastung:	rd. 15 m ³ /Std.,
Ölumlaufl:	10 m ³ /Std.,
Gasdruck:	7 - 8 atü,
Temperatur:	185 - 190 ^o C.

Das in den nachfolgenden 5 Betriebstagen erzielte Versuchsergebnis zeigte

vorübergehend bei einer Kontraktion von 64 %, einem CO-Umsatz von 77 %, eine nur schwache Methanbildung von rd. 2 %, bezogen auf das umgesetzte CO (nach den Analysen der Bamag).

Leider mußte der Versuch wegen falscher Bedienung der Öl - Kontaktschlammführung am 4.2.1941 abgebrochen werden.

Infolge der geringen Dampfspannung in den Wintermonaten war es der Bamag nicht möglich, die Versuchstemperatur über 195^oC hinaus zu erhöhen. Es soll nun durch die Erstellung eines eigenen Dampfkessels der Versuchsbetrieb vom Produktionsbetrieb, bezüglich der Dampferzeugung, unabhängig gemacht werden.

Diese Arbeiten werden erst in einigen Wochen fertiggestellt sein; während dieser Zeit wird die Gesamtanlage zur Durchführung weiterer Versuche überholt.

Druckversuchsanlage.

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n .

Betr.: 7. Bericht über die Versuche
der Bamag in der Naß-Synthese.

Beim 5. Naß-Syntheseversuch der Bamag wurden zunächst 85 kg Normal-Mischkontakt eingesetzt.

Die umlaufende Ölmenge betrug $6 \text{ m}^3/\text{Std.}$, die Belastung war $20 \text{ m}^3 \text{ Sygas}/\text{Std.}$ unter einem Gasdruck von 6 - 7 atü.

Unter vorsichtiger Steigerung der Temperatur bis auf etwa 190°C innerhalb von 2 Tagen, wurde dann folgende Aufarbeitung erzielt:

	Sygas	Endgas
CO ₂	11,7	26,0
C_nH_m	--	1,2
O ₂	0,0	0,0
CO	29,8	24,5
H ₂	52,2	34,3
CH ₄	0,5	2,5
N ₂	5,8	11,5
C-Z.	--	1,16

~~Hieraus errechnet sich folgende Aufarbeitung:-~~

Kontraktion:	50 %
CO + H ₂ - Umsatz:	64 %
CO ₂ bez. auf CO-Umsatz:	7 %
CH ₄ " " CO-Umsatz:	7 % .

Nach Ansicht der Bamag war die in der Kolonne auf den einzelnen Kolonnenböden lagernde Kontakt-Ölmenge zu gering, weil auch bei diesem, wie in den vorhergehenden Versuchen, die Temperatur ungewöhnlich stark erhöht werden mußte, um eine durchschnittliche Aufarbeitung von 60 - 70 % CO + H₂- Umsatz zu erzielen.

Abgesehen aber hiervon ist in allen Fällen CO_2 und CH_4 gebildet worden.

Zur Vergrößerung der vom Gas bestrichenen Oberfläche wurden die Kolonnenböden durch Rashig-Ringe ersetzt und gleichzeitig die eingefüllte Kontaktmenge verdoppelt, sodaß nun 169 kg Kobalt-Mischkontakt in der Kolonne waren.

Jetzt wurde die Kolonne wieder innerhalb von 2 Tagen vorsichtig in der Temperatur erhöht und zeigte bei etwa 180°C einer Belastung von $20 \text{ m}^3/\text{Std.}$ (dies ist $\frac{1}{3}$ der Normalbelastung, gemessen an unseren MD-Syntheseöfen), und einem Ölumlaufl von $7 \text{ m}^3/\text{Std.}$ folgende Aufarbeitung:

	Sygas	Endgas
CO_2	12,7	34,3
C_nH_m	--	1,2
O_2	0,2	0,1
CO	29,0	18,2
H_2	52,4	30,2
CH_4	0,4	4,0
N_2	5,3	12,0
C-Z.	--	--
Kontraktion:	56 %	
$\text{CO} + \text{H}_2$ - Umsatz:	74 %	
CO_2 bez. auf CO -Umsatz:	11 %	
CH_4 " " CO -Umsatz:	10 %	

Bei Steigerung der Temperatur auf 190°C stieg die Aufarbeitung außerordentlich stark an, wobei aber gleichzeitig eine starke CO_2 - und CH_4 - Bildung aufkam:

CO_2	50,5
C_nH_m	0,8
O_2	0,0
CO	1,2
H_2	10,0
CH_4	22,6
N_2	14,9
C-Z.	1,28

Kontraktion:	63 %
CO + H ₂ - Umsatz	95 %
CO ₂ bez. auf CO-Umsatz	22 %
CH ₄ " " CO-Umsatz	29 % .

Der Ofen wurde dann in der Temperatur um 10 °C erniedrigt, wobei der Umsatz zurück ging, die CO₂- und CH₄-Bildung jedoch aber nach wie vor groß war.

Nach 12-tägigem Betrieb unter Verwendung der neu eingesetzten Rashig-Ringe und der großen Kontaktmenge ging ein Schauglas zu Bruch, wodurch die Weiterführung dieses Versuches unmöglich war.

1005

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n .

Betr.: 6. Bericht über die Versuche
der Bamag in der Naß-Synthese.

Die Bamag arbeitete beim 4. Versuch mit 60 kg Kontakt und 700 Ltr. Öl. Der Ölumlaufl betrug $5 \text{ m}^3/\text{Std.}$, die Belastung war $20 \text{ m}^3 \text{ Sygas}/\text{Std.}$ unter einem Gasdruck von 6-7 atü. Im Laufe der 4. Versuchstage vom 9. - 13. 9. wurde selbst bei einer Temperatur von $180 - 190^\circ$ nur 10 - 15 % Kontraktion erreicht. Selbst eine Erhöhung der Temperatur über 190° hinaus brachte keinen höheren Umsatz. Der Versuch wurde abgebrochen und festgestellt, daß der Ölvorwärmer undicht war und so der Dampf in die Kolonne gelangen konnte, der dann eine Inaktivierung des Kontaktes herbeigeführt haben wird. Der Wärmeaustauscher wurde abgedichtet, die Kolonne entleert und für den nächsten Versuch wieder hergerichtet.

3 Ddr. D.V.

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n .

Betr.: 5. Bericht über die Versuche der Bamag in der Naß-Synthese.

Die Bamag führte in der letzten Woche des Monats August 1940 mit der 3. Füllung die Erprobung verschiedener Dichtungsmaterialien durch und konnte auch eine Grafitpackung ausfindig machen, die den durchgehenden Betrieb über mehr als 8 Tage sicherstellt. Bei diesem Versuch wurden Temperaturen bis zu 240°C gefahren, wobei die Kolonne unter Belastung von rd. $30\text{ m}^3/\text{Std.}$ bei einem Gasdruck von 7 atü nur schwach aufarbeitete:

Kontraktion :	33 %	
CO-Umsatz :	41 %	
rein- CH_4 :	24 %	bez. auf CO-Umsatz
CO_2 :	6,5 %	" " CO-Umsatz

~~Auffallend ist hierbei zur Erzielung eines verhältnismäßig geringen Umsatzes die hohe Temperatur von 240°C , die aber gefahren werden mußte, um überhaupt mit diesem Kontakt noch eine Umsetzung zu erzielen.~~

~~In allen bisherigen Versuchen begannen die Kontakte erst bei Temperaturen über 200°C aufzuarbeiten; sie mußte zur Beibehaltung eines bestimmten CO-Umsatzes fast täglich weiter erhöht werden, wodurch die Lebensdauer des Kontaktes nur wenige Tage war.~~

~~Die Bamag erhielt von uns vor einigen Tagen wieder frischen Kontakt und eine neue Ölfüllung und wird in diesen Tagen einen neuen Versuch aufnehmen.~~

3 Ddr. D.V.A.

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n .

Betr.: 4. Bericht über die Versuche der Bamag in der Naß-Synthese.

Am 8. 8. 1940 begann die Bamag mit der neugelieferten Öl- u. Kontaktmenge den 3. Versuch in der Naß-Synthese:

Kontaktmenge : 75 kg Norm.- Mischkontakt 2 - 3 mm
Belastung : 30 Nm³ Sygas/Std.
Gasdruck : 7 atü
Öl-Umlauf : 5 m³/Std.

Die Kolonne wurde am 8. 8. unter vorsichtigem Aufheizen in Betrieb genommen, wobei aber am ersten Tage nur eine schwache Aufarbeitung erzielt wurde. Erst am darauffolgenden Tag, am 9. 8. konnte durch Steigerung der Temperatur bis auf 210° C eine höhere aber auch noch geringe Aufarbeitung erzielt werden. Das Endgas hatte folgende Zusammensetzung:

CO ₂	24,0
C _n H _m	0,8
O ₂	0,0
CO	21,6
H ₂	39,6
CH ₄	3,5
N ₂	10,5
C.-Z.	1,43

Kontraktion 42 %
CO-Umsatz 55 %
rein CH₄ 10 % bez. auf CO-Umsatz .

Die in den darauffolgenden Tagen erzielte Aufarbeitung war keineswegs höher, im Gegenteil unter Beibehaltung der Temperatur auf etwa 210° fiel die Aufarbeitung noch stärker ab. sodaß beispielsweise am 11. 8. noch rd. 74 Betriebsstunden nur noch eine schwache Aufarbeitung festgestellt wurde:

CO ₂	18,7	
C _n H _m	0,6	
O ₂	0,1	
CO	25,4	
H ₂	45,0	
CH ₄	2,5	
N ₂	7,7	
C.-Z.	1,44	
Kontraktion	26 %	
CO-Umsatz	35 %	
rein CH ₄	13 %	bez. auf CO-Umsatz
CO ₂	8 %	" " CO-Umsatz

In der Nacht vom 11. zum 12. 8., d.h. nach rd. 84 Betriebsstunden mußte der Versuch wegen Undichtwerdens der Ölpumpen an den Stopfbüchsen abgestellt werden.

Nach den vorliegenden Analysen zeigte sich auch bei diesem Versuch das gleiche Bild wie beim ersten und zweiten Versuch der Bamag, d.h. die Temperaturen zur Erzielung selbst kleiner CO-Umsätze liegen hoch, die Methan- u. Kohlensäurebildung ist keineswegs geringer als in der Trockensynthese.

Da gerade das Undichtwerden der verschiedenen Armaturen für die Naß-Synthese stets Stillstand für mehrere Tage bedeuten kann, will die Bamag jetzt die für den Betrieb der Naß-Synthese notwendigen Dichtungsmaterialien erproben und erst dann wieder einen neuen Versuch mit neuer Öl- u. Kontaktfüllung aufnehmen.

3 Ddr. DVA .

Herrn-Direktor Dr. H a g e m a n n.

Betr.: 3. Bericht über die Versuche der Bamag in der NaB-Synthese.

In Fortführung der Versuche mit der 2. Füllung der Kolonne arbeitete die Bamag unter Beibehaltung gleichbleibender Kontaktmenge von 90 kg und Öl-Umlaufmenge von 5 m³/Std. mit verschiedener Belastung bei verschiedener Temperatur:

1. 24.7.1940.

Belastung 30 Nm³ Sygas/Std.,
Gasdruck 7 atü,
Temperatur der Kolonne 180 - 200° C,
Kontraktion 33 % ,
CO-Umsatz 42 % ,
rein CH₄ 6 % bezogen auf CO-Umsatz.

2. 25.7.1940.

Belastung 35 Nm³/Std.,
Gasdruck 7 atü,
Temperatur der Kolonne 190 - 210° C,
Kontraktion 33 % ,
CO-Umsatz 49 % ,
rein CH₄ 10,7 % }
CO₂ 12,7 % ? } bezogen auf CO-Umsatz.

3. 26.7.1940.

Belastung 45 Nm³/Std.,
Gasdruck 7 atü,
Temperatur der Kolonne 200 - 220° C,
Kontraktion 30 % ,
CO-Umsatz 44 % ,
rein CH₄ 10 % }
CO₂ 9,3 % ? } bezogen auf CO-Umsatz.

4. 27.7.1940.

Belastung 50 Nm³/Std.,
Gasdruck 7 atü,
Temperatur der Kolonne rd. 210° C,
Kontraktion 42 % ,
CO-Umsatz 52 % ,
rein CH₄ 7 % ,
CO₂ -- } bezogen auf CO-Umsatz.

5. 30.7.1940.

Belastung 50 Nm³/Std.,
Gasdruck 7 atü,
Temperatur der Kolonne 205 - 225° C,
Kontraktion 39 % ,
CO-Umsatz 46 % ,
rein CH₄ 12 % ,
CO₂ -- } bezogen auf CO-Umsatz.

6. 31.7.1940.

Belastung 50 Nm³/Std.,
Gasdruck 7 atü,
Temperatur der Kolonne 220 - 240° C,
Kontraktion 58 % ,
CO-Umsatz 82 % ,
rein CH₄ 24 % ,
CO₂ 4 % , } bezogen auf CO-Umsatz.

Aus allen 6 Versuchsergebnissen, die sich zwar wesentlich nicht unterscheiden, kann man immerhin feststellen, daß man bei steigender Belastung unter Beibehaltung eines bestimmten CO-Umsatzes die Temperatur erhöhen muß, genau wie in unserer Trocken-Synthese. Die bisher gefundenen Methan- und Kohlensäurewerte sind keineswegs günstiger als in der Trocken-Synthese, eher noch größer. Die Ursache für diese immerhin hohe Vergasung und somit schlechten Verflüssigungsgrade vermutet die Bamag in der Verunreinigung des Ölkontaktschlammes durch Schmutz und Rost aus dem Versuchsaggregat der Kolonne.

3 Ddr. DVA.

Herrn Direktor Dr. H a g e m a n n .

Betr.: 2. Bericht über die Versuche der Bamag in der NaB-Synthese.

Nach Reinigung der Kolonne vom Kontaktschlamm des 1. Versuches begann die Bamag zu Beginn der vorigen Woche mit frischem Kontakt und Öl ihre Versuche in der NaB-Synthese wieder aufzunehmen.

Zunächst wurden 15 kg normaler Mischkontakt, mit rd. 800 l Öl aufgeschlemmt, in die Kolonne gepumpt und mit etwa 10 m³ Sygas je Stunde belastet, wobei bis 200° C keine Aufarbeitung festgestellt wurde. Erst bei weiterer Steigerung der Temperatur bis auf 230° C wurden unter einem Gasdruck von 6-7 atü etwa 35 % Kontraktion und 45 % CO-Umsatz erreicht. Auffallenderweise wurde selbst bei diesem geringen Umsatz schon sehr viel Methan gebildet, etwa 18 % bezogen auf das umgesetzte CO.

Die Bamag vermutet, daß die Ursache für die schlechte Aufarbeitung einmal durch eine Ansäuerung des Kontaktes, (hervorgerufen in der Kugelmühle beim Anmischen des Kontaktschlammes) oder auch ein zu hoher Eisengehalt, der aus dem Rost der Kolonnenböden und der Kolonne selbst stammt, sein kann.

Es wurde darum eine Neufüllung mit 90 kg Kontakt in die Kolonne gegeben und dann unter Belastung mit 60 m³ Sygas/Std. unter einem Gasdruck von 7 atü wieder angefahren. Die umlaufende Ölmenge betrug 5 m³/Std. Auch jetzt wieder trat erst bei hoher Temperatur von 200.-210° C eine Aufarbeitung ein:

Bei 208° C :

CO-Umsatz 41 %
CH₄ bez.auf CO-Ums. 16 %
CO-Verfl.-Grad ~~59 %~~

Bei 220° C :

CO-Umsatz 80 %
CH₄ bez.auf CO-Ums. 29 %
CO₂ " " " 12 %
CO-Verfl. - Grad 59 %

Durch eine Erniedrigung der Temperatur auf 210° C ging der CO-Umsatz auf 61 % zurück. Hierbei betrug das

CH ₄ bez. auf CO-Umsatz	16 %	, und somit der
CO ₂ " " "	11 %	
CO-Verfl. - Grad	73 %	

Bei Erhöhung der Belastung auf $12 \text{ m}^3/\text{Std.}$ unter Beibehaltung der Temperatur von 210° C ging der CO-Umsatz noch weiter zurück:

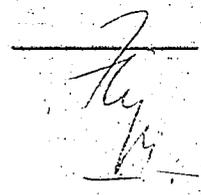
CO-Umsatz	31 %
CH ₄ bez. auf CO-Umsatz	13 %
CO-Verfl.-Grad	87 %

Diese Ergebnisse bei Temperaturerhöhung η bzw. -erniedrigung oder auch Erhöhung der Belastung sind ähnlich den Erscheinungen in unserer MD-Synthese.

Am 20.7.40 wurde dann mit einer Belastung von $60 \text{ m}^3/\text{Std.}$ bei 7 atü, und einer Temperatur von 200° C etwa über 10 Stunden gleichmäßig durchgeführt:

Kontraktion	35 %
CO-Umsatz	50 %
CH ₄ bez. auf CO-Umsatz	8 %
CO ₂ " " "	9 %

Zusammenfassend kann über die bisherigen Versuche gesagt werden, daß in allen Fällen die Temperatur sehr hoch war und selbst bei geringen Umsätzen schon bedeutende Mengen Methan gebildet wurden. Die Verflüssigungsgrade lagen bisher keineswegs günstiger, als bei uns in der MD-Synthese.



Druckversuchsanlage.

Herrn Direktor Dr. H a g e m a n n .

Betr.: 1. Bericht über Versuche der "Bamag" in der Naß-Synthese.

Nach Fertigstellung verschiedener Pumpen und der Sygasleitung konnte die Bamag am 29.6.40 mit dem 1. Versuch beginnen.

Die verwendeten 800 l = 620 kg Öl lagen im Siedebereich von 200 - 320° C. Die eingefüllte Kontaktmenge betrug 91,5 kg Normal-Mischkontakt 2 - 3 mm, mit rund 27,4 kg Kobalt; somit enthielt der Ölkontaktschlamm 4,2 % Kobalt. Dieser Kontaktschlamm wurde in der Stunde 10 Mal umgepumpt = 8 m³/Std.

Die Temperatur wurde in wenigen Stunden bis auf 200° C gebracht und die Kolonne hierbei mit 30 m³ Sygas I unter einem Druck von 8 atü in geradem Durchgang belastet. Bei weiterer schneller Steigerung stieg dann die Kontraktion plötzlich stark an und erreichte in kürzester Zeit nach Gasmengenmessung rund 70 %. Die Temperatur betrug hierbei 250° C. Es wurde dann festgestellt, daß der größte Teil des Öles aus der Kolonne mit einem Teil des Kontaktes durch die Kondensation ~~hin~~ in die Restgasleitung überdestillierte, vielleicht hervorgerufen durch zu schnelles Aufheizengoder durch das plötzliche Ingangkommen der Kolonne. Die Folge war eine Eindickung des Ölkontaktschlammes, die stellenweise bis zur Trockne führte.

Der Versuch wurde abgebrochen. Die Kolonne wird z.Zt. auseinandergelassen, die Schlitze der Kolonnenböden von 1 auf 2 mm erweitert und sämtliche Rohrleitungen und die Kolonne selbst vom eingetrockneten Kontaktschlamm befreit.

2 Dgr. DVA.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Höfen
Druckversuchsanlage.

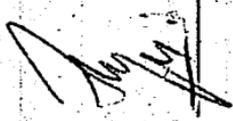
Obh.-Holten, den 7. August 1941.
RCH.Abt.DVA. Hr./Wg.-

Herrn Direktor A l b e r t s .

In der Anlage die Berichte über die Versuche der Bamag
in der Naßsynthese zur Kenntnisnahme.
Zeichnungen oder Pläne der Bamag-Versuchsanlage besitzen wir
nicht. Diese sind uns von Herrn Dr. B a y e r l zugesagt
worden, haben sie aber, trotz mehrfacher mündlicher Anmahnung,
bis heute noch nicht bekommen.

Anlage: 8 Berichte.

Wissenschaftliche
Abt. 3. 8. 41



Oberhausen-Holtfen, den 17. Mai 1940

Herrn Dr. B a h r

Betrifft: Versuchsanlage der Bamag.

Die Versuchsanlage der Bamag zur Durchführung der Synthese in flüssiger Phase ist nahezu fertiggestellt. Die Versuche werden in kurzer Zeit beginnen. Ich bitte Sie, die Arbeiten der Bamag zu betreiben. Vor allen Dingen bitte ich Sie dafür zu sorgen, daß alle betriebstechnischen Fragen, die sich während der Versuchsarbeiten ergeben, von Ihnen schnellstens geklärt werden. Weiterhin bitte ich Sie in Zusammenarbeit mit den Herren der Bamag die Auswertung der Versuche in der Weise vorzunehmen, daß diese Versuche jederzeit mit unseren übrigen Versuchen ~~und Betriebswerten~~ vergleichbar sind.

~~Vertragsgemäß haben wir drei~~ Betriebsarbeiter zu stellen. Ich bitte Sie, diese Arbeiter ~~zufürfordern~~ der Bamag zur Verfügung zu stellen und zwar aus Ihrer eingearbeiteten Belegschaft, während Sie selbst drei neue Betriebsarbeiter einstellen werden. In Bezug der analytischen Überwachung werden Sie, soweit es eben geht, der Bamag Hilfestellung leisten.

Ich mache jedoch darauf aufmerksam, daß die Bamag hier die Versuche selbstständig durchführt und wir lediglich unsere betriebstechnischen Erfahrungen zur Verfügung stellen. Bei den Bamag-Versuchen handelt es sich im wesentlichen um die Erprobung einer Apparatur zur Durchführung der Synthese in flüssiger Phase. Die grundsätzlichen Fragen der Synthese in flüssiger Phase werden von der Bamag nicht bearbeitet, sondern diese Arbeiten werden von uns selbstständig weitergeführt. Unsere Hilfestellung bezieht sich deshalb nur auf die Erprobung der von der Bamag vorgeschlagenen Apparatur. Fragen des zweckmäßigen Kontaktes, der Lebensdauer des Kontaktes, sowie Fragen der allgemeinen Synthesebedingungen für die Durchführung der Synthese in flüssiger Phase usw werden mit den Herren der Bamag nicht besprochen.

Sobald die Arbeiten begonnen haben, bitte ich um einen wöchentlichen schriftlichen Bericht über den Fortgang der Versuche. Dr. Tr. Poe.

Oberh.-Holten, den 9. Dezember 1939
RB Abt. BVA Roe/Kdm.-

Herrn von Asboth.

Betr.: Flüssigkeitsverteilung bei der Nass-Synthese.

Bei unseren Besprechungen über die technische Durchführung der Nass-Synthese ist immer wieder die Frage aufgetaucht, wie beim Arbeiten mit einfachen Flüssigkeitssäulen die Durchmischung und Verteilung in der Flüssigkeit vor-sich-geht. Bei den jetzt in Betrieb befindlichen Versuchsstufen habe ich zwar einen verstärkten Flüssigkeitsumlauf durch Anwendung eines besonderen Rücklaufes erzwungen, um bei dem sehr kleinen Durchmesser und der grossen Länge eine gute ^{Temperatur} Verteilung zu erzwingen. Ich habe aber immer betont, dass dies bei grossen Apparaten von genügendem Durchmesser keineswegs mehr erforderlich sein würde. Demgegenüber wurden Bedenken geäussert, dass ohne zwangsmässigen und geregelten Rücklauf eine Schichtenbildung eintreten würde, derart, dass Zusammensetzung und Temperatur oben im Kessel anders als unten im Kessel sein könnten.

Um diese Frage experimentell zu klären, haben wir einige einfache Versuche ausgeführt. Ein senkrechtstehendes Glasrohr von 3 m Länge und 8 cm Durchmesser wurde unten mit einem Gummistopfen verschlossen durch welchen mittels der Düse aus einem unserer beiden NS-Öfen Luft durch die Wassersäule in dem Glasrohr eingeblasen werden konnte. Wir haben dann das Glasrohr voll Wasser gefüllt, Luft durchgeblasen und einmal oben und ein anderes Mal unten in die Wassersäule schnell einen Farbstoff zugegeben. Dann wurde beobachtet, mit welcher Geschwindigkeit der Farbstoff durch die Wassersäule wandert. Es wurde ebensoviel Luft durchgeblasen als volumemässig bei unseren NS-Versuchen Gas durch die Ölsuspension streicht. Bei einem Durchsatz von 3 Norm Wassergas in der Stunde und 5 atü entspricht dies einer Luftmenge von 600 Liter/Stunde bei normalem Druck. Es wurde die Zeit gemessen, welche verstreicht, bis die ersten Anteile des Farbstoffes am anderen Ende der Wassersäule angekommen waren sowie bis zur vollständigen gleichmässigen

Verteilung des Farbstoffes innerhalb der ganzen Wassersäule.

Die Ergebnisse waren folgende:

Verteilung eines Farbstoffes in einer Wassersäule
von 3 m Länge und 8 cm \varnothing , während 600 Liter Luft
je Stunde durchströmen:

	Durchwandern der ersten Anteile nach	Vollständig gleich- mäßige Verteilung nach
Farbstoff zugefügt		
oben	50 - 55 sec.	2 1/2 - 3 Minuten
unten		

Hieraus geht also hervor, dass beim einfachen Durch-
wirbeln mittels Luft eine außerordentlich rasche Wanderung
innerhalb der Flüssigkeit von oben nach unten, wie auch von
unten nach oben vorsichgeht, derart, dass bei einer Flüssig-
keitssäule von 3 m Höhe jeweils nach 1 Minute mindestens
ein Teil von einem bis zum anderen Ende gewandert ist, wäh-
rend innerhalb 2 - 3 Minuten jeweils eine vollständige Durch-
mischung eintritt. Damit ist bewiesen, dass ein Rücklauf aus
Gründen der Flüssigkeitsverteilung nicht nötig ist.

Ich habe aus diesen Ergebnissen bereits die Folgerung
gezogen und die nächsten Ugen für die Naas-Synthese bereits
ohne Rücklauf in Auftrag gegeben.

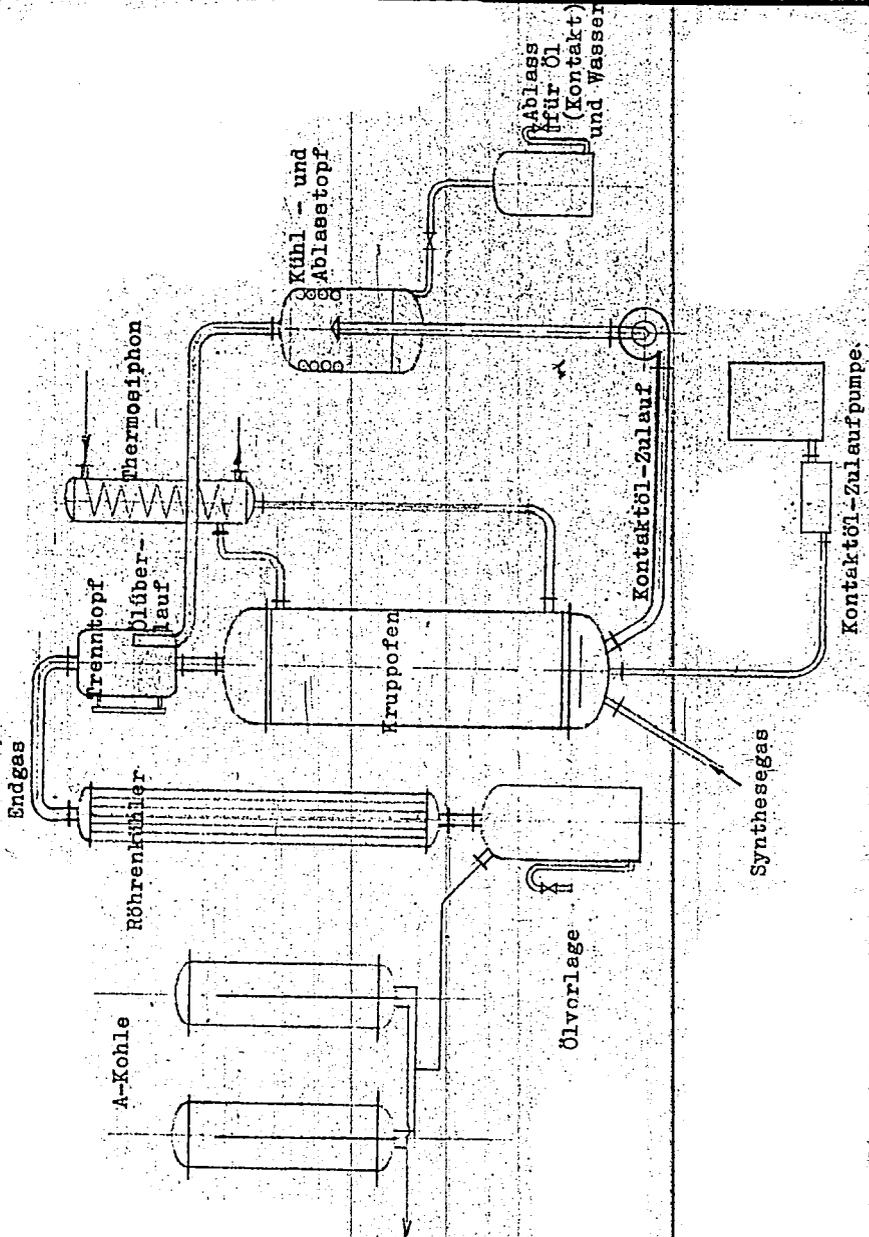
Ddr.: Ka,

Hg,

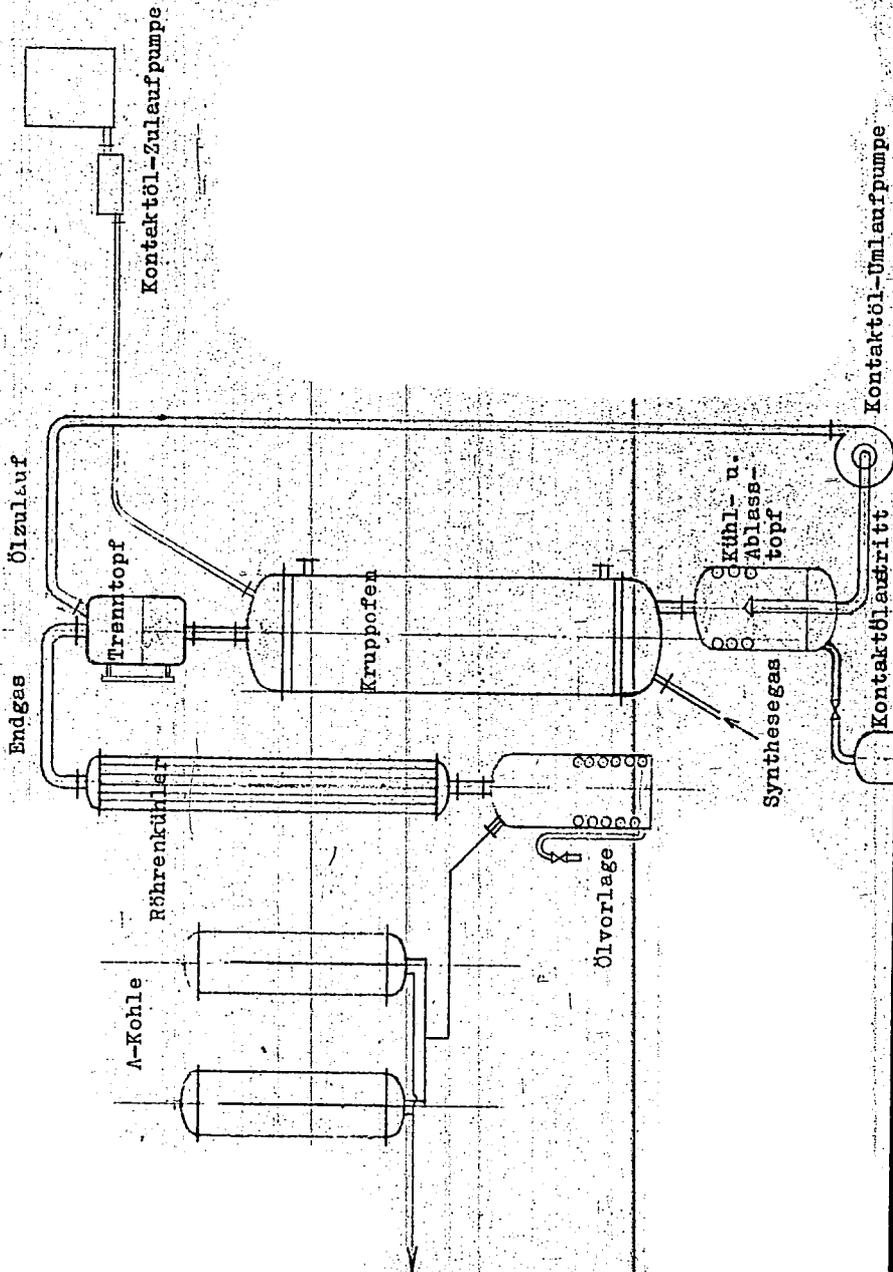
Ba.

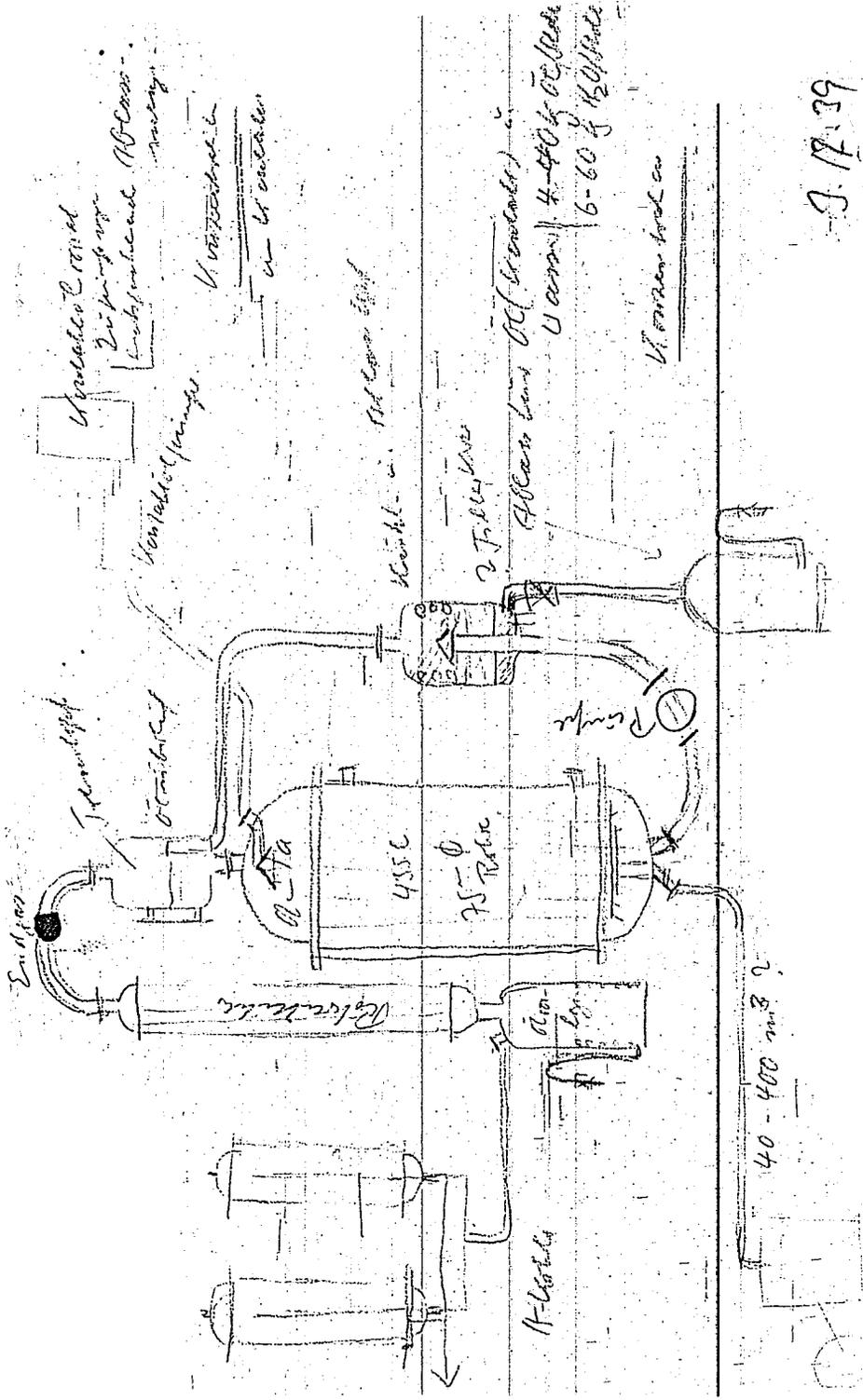
Rae

Bemerkung: Alternative 1.



Bemerkung: Alternative 2.





3. 17. 39
 Ta.



Telegramme: Seifenindustrie
 Fernruf: Sammelnummer: 1941
 Reichsbank-Giro-Konto Nr. 86
 Postcheck-Konto: Dorimund 10464
 Station: Witten-Ost für alle Sendungen
 Ladungen: Witten-Ost-Anschlußgleis

MARKISCHE SEIFEN-INDUSTRIE WITTEN-R.
FEINSEIFEN- UND HAUSSEIFEN-FABRIK
CHEMISCHE-FABRIK GLYZERIN-FABRIK

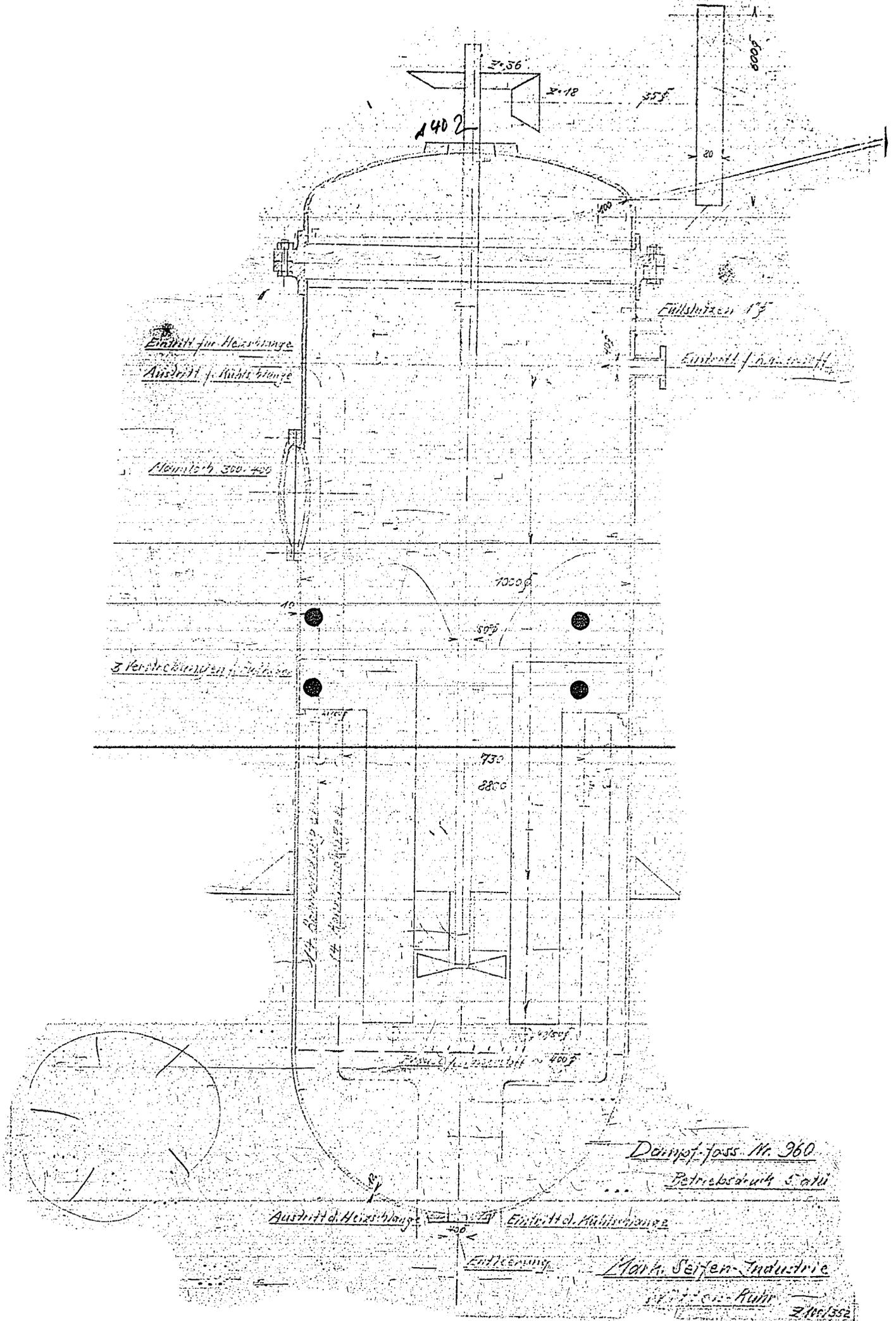
Herr
 Dr. B a h r,
 i. Fa. Ruhrbenzin,
 Oberhausen - Holten.

Dikt. v. Masch. Ihre Zeichen: Ihre Nachricht vom Unsere Nachricht vom Unsere Abteilung Tag:
 Sch/w BI 1.12.1939

Anliegend übersenden wir Ihnen die Zeichnung Z 100/0352 über
 den Hydriderautoklaven zu Ihrer gefl. Bedienung.

1 Anlage!

Heil Hitler!
 Märkische Seifen-Industrie



Eintritt für Heizölmenge
 Austritt für Kahlölmenge

Nennweite 300-400

3 Verstärkungen für Nennweite

Füllhöhe 17

Eintritt für Dampf

730
 680

Dampf-fass Nr. 360

Betriebsdruck 5 atü

Austritt d. Heizölmenge

Eintritt d. Kahlölsmenge

Entleerung

M. Seifen-Industrie

W. G. Müller

Z. Nr. 1552

Oberh.-Holten, den 30. November 1939

RB. Abt. DVA. Bā/Wg. -

Druckversuchsanlage

Notiz

über den Besuch bei der Märkischen Seifen-Industrie in Witten
am 29.11.1939 zwecks Besichtigung des dortigen Rührautoklaven.

Der in Witten befindliche Rührautoklav hat folgende Maße:

innerer ϕ 1000 mm,

Höhe von Oberflansch zu Unterflansch 2400 mm,

Mantelstärke 10 mm,

Gesamtinhalt 2340 Liter.

Der Autoklav ist mit einem gewölbten Boden und gewölbten Deckel versehen. Er hat einen 40er Ablaßstutzen, einen 40er Seitenstutzen und ein seitliches 350/450er Maßloch. Der obere Deckel trägt einen 140er Stutzen mit Stopfbüchse zur Durchführung des Flügelrührers.

Im Inneren des Autoklaven liegt eine Dampfschlange. Der Autoklav wird in Witten bei 5 atü und Temperaturen bis 250° betrieben. Der Betrieb ist diskontinuierlich, die angewandte Rührgeschwindigkeit mit 120 upm. gering.

Herr S c h a u f sagte zu, uns eine Zeichnung des Autoklaven umgehend übersenden zu wollen.

Balir

Notiz

über den Besuch bei der Märkischen Seifen-Industrie in Witten
am 29.11.1939 zwecks Besichtigung des dortigen Rührautoklaven.

Der in Witten befindliche Rührautoklav hat folgende Maße:

innerer ϕ 1000 mm,
Höhe von Oberflansch zu Unterflansch 2400 mm,
Mantelstärke 10 mm,
Gesamtinhalt 2340 Liter.

Der Autoklav ist mit einem gewölbten Boden und gewölbten Deckel versehen. Er hat einen 40er Ablassstutzen, einen 40er Seitenstutzen und ein seitliches 350/450er Manloch. Der obere Deckel trägt einen 140er Stutzen mit Stopfbüchse zur Durchführung des Flügelrührers.

Im Inneren des Autoklaven liegt eine Dampfchlange. Der Autoklav wird in Witten bei 5 atü und Temperaturen bis 250° betrieben. Der Betrieb ist diskontinuierlich, die angewandte Rührgeschwindigkeit mit 120 upm. gering.

Herr S c h a u f sagte zu, uns eine Zeichnung des Autoklaven umgehend übersenden zu wollen.

Ba

Questa

435 e ~~Konstante~~

Baum-Kolonne

12 m ³ Öl	} Seite.
500 m ³ Gas	

10 für 2. Konstante.

20 m Kolonnenhöhe

30 cm Durchmesser

Ergebnis 140°