

3446 - 30/5.01 - 5

000748

Herrn Professor Martin.

Betr.: Dienstanzweisung 4/42.

Aufgaben der Druckversuchsanlage.

1. Eisensynthese:

- a) Erprobung der verschiedenen Ofenkonstruktionen,
- b) Erforschung der Syntheseverfahren,
- c) Erprobung der verschiedenen Katalysatoren,
- d) Herstellung hochwertigster Primärprodukte als Ausgangsstoffe zur Weiterverarbeitung auf Schmieröl und Paraffin und Oxo-Produkte.

2. Olefinsynthese:

Wassergaskreislauf über Kobaltkontakt zur Erzeugung olefinreicher Ausgangsstoffe für die Schmieröl- u. Oxo-synthese.

- a) Erforschung der verschiedenen Syntheseverfahren,
- b) Erprobung der verschiedenen Katalysatoren.

3. Synthesegaszusammensetzung:

Studium der Aufarbeitung verschiedener Synthesegase in allen Stufen, insbesondere

- a) Inertgehalt,
- b) CO/H₂-Verhältnis.

4. Halbtechnische Erprobung der Syntheseeinrichtung:

- a) Ofen,
- b) nachgeschaltete Aggregate.

5. Wärmetechnik:

Erforschung verschiedener Kühlmedien zur Abführung der Wärme aus dem exothermen Syntheseprozess.

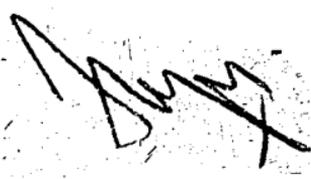
Ziel und Zweck aller in der DVA durchzuführenden halbertechnischen Synthese - Versuche ist die Steigerung der Ausbeute unter Gewinnung hochwertigster Primärprodukte (Olefine); sie sind im Hinblick auf die Rohstofflage Deutschlands (Kobaltknappheit) und auf die Weiterverarbeitung der Produkte (Schmieröl u. Oxypunkte) als kriegswichtig zu bezeichnen.

Gemäß den unter 1 - 5 angeführten Aufgaben der DVA sind folgende Arbeiten z. B. in der Durchführung begriffen:

- Zu 1: Paraffinbildende Eisensynthese in Ofen 14a (Lamellenofen).
Benzinbildende Eisensynthese in Ofen 11 (14 mm Röhrenofen).
Stillstandsversuche im Hinblick auf evtl. eintretende Schädigungen.
- Zu 2: Anfahrversuche mit Wassergas im Kreislauf über Kobalt-Mischkontakt in Doppelrohröfen 10 u. 15.
Wassergaskreislauf-Dauer Versuch über Kobalt-Mischkontakt (Festlegung der Lebensdauer) in Doppelrohröfen 10.
Wassergaskreislauf über konzent. Kobaltkontakt in Ofen 2.
Wassergaskreislauf über Rein-ThO₂-Kontakt in Ofen 2 (geplant).
- Zu 3: Das Studium der Synthesegaszusammensetzung wird im Zuge der unter 1 u. 2 aufgeführten Versuche vorgenommen.
Geplant sind Kreislaufversuche
unter Mitteldruck mit CO : H₂ = 1 : 1 und
" Normaldruck " CO : H₂ = 1 : 1,6
mit dem Ziel höherer Ausbeuten und olefinreicher Produkte.
- Zu 4 ist die Erprobung eines Lamellenofens (Ofen ist Anfang Juli 1942 fertig) geplant, bei dem das Gas in waagerechter Richtung den Ofen passiert. Ziel ist die Gewinnung bestimmter Produkte, z. B. größerer Mengen Heptan als Ausgangsstoff für die Toluol-Erzeugung.
Die technische Erprobung der gesamten Syntheseapparatur,

insbesondere der verschiedensten Aggregate zur Kondensation der Primärprodukte, wie Paraffingatsch, Kondensatöl, Bensen und Gasol wird im Zuge aller unter 1 - 3 angeführten Syntheseversuche durchgeführt.

Zu 5: Es sind Versuche bei der Eisenkontakt-Synthese geplant, wobei Dampf oder gegebenenfalls einzuspritzendes Wasser (Verdampfer) als Kühlmedium dient, um so die vorhandenen Syntheseröfen mit Fe-Kontakt bei geringerem Druck auf der Wasserseite fahren zu können.



Ddr.: Hg.,
Strü.

000751

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

Betr.: Versuchsprogramm der DVA.
Stand vom 20. Januar 1942.

A.) Zur Zeit laufen folgende Versuche:

- 1.) Dauerversuch über 4 Monate in Ofen 14a mit Eisenkontakt des F.I. (Paraffinkontakt) bei Eiz ats von Wassergas im Kreislauf 1 + 2,5.
Der Versuch wurde am 8.1.1942 aufgenommen.
- 2.) Einfluß des H₂/CO-Verhältnisses im Synthesegas bei der Mitteldruck-Synthese im geraden Durchgang über Kobalt-Mischkontakt, wobei das Verhältnis sechsstündlich zwischen 1,75 und 2,25 schwankt.
Der Versuch ist Anfang Februar 1942 beendet.

B.) Folgende Versuche sind demnächst durchzuführen:

- 1.) Dauerversuch über 6 Monate in Ofen 10 — Doppelrohrföfen — mit Kobalt-Mischkontakt bei Einsatz von Wassergas im Kreislauf 1 + 3, wobei die Belastung anfänglich hoch ist und dann im Laufe des Versuches so gesenkt wird, daß diese in Mittel
1.140 Nm³ Wassergas/Ofen RB, Stde.
beträgt. Es ist die Belastung, die sich demnächst bei RB mit Durchführung der Wassergaskreislaufsynthese einstellt:
75.000 Nm³ Wassergas/64 - 68 Ofen, Stde.
Der Umsatz wird durch entsprechende Temperatursteuerung bei 65 % gehalten.
Der Versuch wird von Beginn „ohne Bennis im Kreislauf“ durchgeführt.
Der Ofen kommt Ende Januar 1942 in Betrieb.

- 2.) Das Restgas aus dem Wassergaskreislauf (s.B. Ofen 10, 13. Füllg.; siehe Punkt B.1 dieses Programm) als 2. Stufe-Gas über Kobalt-Nickelkontakt im geraden Durchgang unter Mitteldruck, später unter Zusatz von Wasserdampf.

Dieser Versuch schließt das Anfahren mit kohlenoxyd-reichen Gas, wie dieses demnächst bei RB mit Aufnahme der Wassergaskreislaufsynthese durchzuführen ist, in sich. Der Versuch kann Ende Februar in Ofen 2 aufgenommen werden.

- 3.) Stillstandsversuche an Eisenkontakten in Ofen 11:

Überleiten von Stickstoff unter Druck im Kreislauf, plötzliche Temperatursenkung und Wiederanfahren wie bei einem frischen Kontakt, Behandlung mit Wasserstoff, Wiederanfahren mit hoher und niedriger Belastung, Wiederanfahren mit großem Kreislauf, Wiederanfahren im geraden Durchgang und Aufgeben von Wasserdampf zur Konvertierung des im Ofen vorhandenen restlichen Kohlenoxyds in der Zeit des Stillstandes.

- 4.) Eisenkontaktsynthese mit Wassergas im Kreislauf, wobei Dampf und gegebenenfalls einspritzendes Wasser als Kühlmedium dient.

Die Versuche werden unter verschiedener Belastung unter einem Gasdruck von 10 atü betrieben. Sinn und Zweck dieser Versuche ist, zu prüfen, ob die vorhandenen Syntheseeinrichtungen unter diesen Bedingungen mit Eisenkontakten betrieben werden können.

Die Versuche werden nach Durchführung von Punkt B.2 in Ofen 2 gemacht.

- 5.) Belastungsversuche an Eisenkontakt mit Wassergas im Kreislauf.

- 6.) Eisenkontakt-Synthese mit Restgas aus Ofen 14a in Ofen 11 als 2.Stufe-Ofen oder mit dem Restgas aus dem Eisenkontaktsyntheseofen der RB in Ofen 14a als 2.Stufe-Ofen

- a) im geraden Durchgang mit und ohne CO₂-Wäsche,
b) " Kreislauf " " " " " " " " " " " "

- 7.) Normaldrucksynthese im Kreislauf 1 + 1 mit einem Frischgas.
Gas CO und H_2 im Verhältnis 1 : 1,65 enthält,
s.B. 1 Vol. Sygas + 1 Vol. Wassergas.
Dieser Versuch soll in einem typgerechten Ofen, s.B. in
Ofen 9, 2,5 = Lamellenofen, angeführt werden.
- 8.) Wassergaskreislaufversuche mit Co-reichen und
Rein- ThO_2 -Kontakten mit dem Ziele einer höheren Paraffin -
und Olefinbildung.

*1
Sty
13*

000754

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

Betr.: Versuchsprogramm der DVA, 21. Juli 1941.

A.) Zur Zeit laufen folgende Versuche:

- 1.) Ofen 10, Wassergaskreislauf 1 + 3 mit 80 % der Normalbelastung,
a.) ohne Benzin im Kreislauf,
b.) mit " " "

jeweils 1 Woche, zur Feststellung der Unterschiede dieser beiden Fahrweisen, besonders im Hinblick auf den Charakter der Produkte (wichtig für die Weiterverarbeitung).
Dieser Versuch wird Mitte August 1941 beendet sein.

- 2.) In Ofen 2 wird s.Zt der Einfluß des Inergehaltes im Sygas auf Umsatz und Verflüssigung weiter beobachtet,
a.) 50 % Inerte und Normalbelastung,
b.) 40 % " " 80 % Normalbelastung.

Die unter b. aufgeführte Versuchsperiode ist zu einem Teil durchgeführt. Der Gesamtversuch wird Ende August 1941 durchgeführt sein.

- 3.) Verwendung des Restgases aus der Fe-Synthese als Stadtgas. Richtungsgebende Versuchsperioden mit 3-facher Belastung mit und ohne Kreislauf werden s.Zt. in Ofen 11 durchgeführt. Beendigung der Versuche Mitte August 1941.
Diesen Versuchen sind nach oben in der Belastung und Temperatur durch die gegebene Versuchsapparatur Grenzen gesetzt

B.) Folgende Versuche sind demnächst durchzuführen, (siehe Versuchsprogramm vom 20.6.1941):

- 1.) Erprobung eines technischen Fe-Kontaktes in einem typgerechten Ofen, Drucklamellenofen Nr. 14a. Der Ofen kommt Anfang August 1941 in Betrieb.
Nach etwa 4-wöchigem Betrieb wird das Endgas dieses Ofens als Sygas II über Ofen 11 oder Ofen 15 geschickt, unter

Einschalten

Einschalten einer CO₂-Fläche zwischen I. und II. Stufe,
(vergl. Programmpunkt 2 von 20.6.1941).

2.) Nach Beendigung der unter A. 1. aufgeführten Versuchsserie (mit und ohne Bennis im Kreislauf) wird in Ofen 10 durch geeignete Maßnahmen,

- a.) weitere Belastungserniedrigung,
- b.) Temperaturerhöhung

eine Olefinsteigerung in den Produkten mit dem Ziel zu erreichen versucht, VPH und Ölansichten auf den anfänglich sehr guten Stand (erstes Produkt von Ofen 10, 11. Füllg.) zu bringen, gegebenenfalls noch zu steigern.

3.) Nach Beendigung der unter A. 2 aufgeführten Versuchsserie soll in Ofen 2 Anfang September 1941 der unter Punkt 1 im Programm vom 20.6.1941 vorgesehene Versuch aufgenommen werden: „Ermittlung von Syntheseverfahren zur Verhütung des Schwarlaufens von Paraffin bei Wassergaskreislauf, besonders in den ersten 4 - 5 Betriebswochen“:

- a.) durch Überleiten von Stickstoff oder anderen Inertgasen in der Zeit des Stillstandes unter Beibehalten von Gasmenge, Gasgeschwindigkeit, Gasdruck und Temperatur, wie beim Synthesebetrieb mit Wassergas im Kreislauf.

- b.) durch Wiederanfahren mit Restgas RB nach dem Anfahr-Temperaturprogramm.

Die im Versuchsprogramm vom 20.6.1941 aufgeführten Versuche mit den Nummern 4, 5 und 7 bleiben dem Programm der DVA erhalten und werden der Dringlichkeit entsprechend, unter Berücksichtigung der Betriebsverhältnisse in der DVA, durchgeführt.

000756

Herrn Direktor Dr. Nagemann.

Betr.: Versuchsprogramm der DVA, 21. Juli 1941.

A.) Zur Zeit laufen folgende Versuche:

1.) Ofen 10, Wassergaskreislauf 1 + 3 mit 80 % der Normalbelastung,

a.) ohne Bensen im Kreislauf,

b.) mit " " "

jeweils 1 Woche, zur Feststellung der Unterschiede dieser beiden Fahrweisen, besonders im Hinblick auf den Charakter der Produkte (wichtig für die Weiterverarbeitung).

Dieser Versuch wird Mitte August 1941 beendet sein.

2.) In Ofen 2 wird s.Zt der Einfluß des Iner^zgehaltes im Sygas auf Umsatz und Verflüssigung weiter beobachtet,

a.) 50 % Inerte und Normalbelastung,

b.) 40 % " " 80 % Normalbelastung.

Die unter b. aufgeführte Versuchsperiode ist zu einem Teil durchgeführt. Der Gesamtversuch wird Ende August 1941 durchgeführt sein.

3.) Verwendung des Restgases aus der Fe-Synthese als Stadtgas. Richtungsgebende Versuchsperioden mit 3-facher Belastung mit und ohne Kreislauf werden s.Zt. in Ofen 11 durchgeführt. Beendigung der Versuche Mitte August 1941.

Diesen Versuchen sind nach oben in der Belastung und Temperatur durch die gegebene Versuchsapparatur Grenzen gesetzt.

B.) Folgende Versuche sind demnächst durchzuführen, (siehe Versuchsprogramm vom 20.6.1941):

1.) Erprobung eines technischen Fe-Kontaktes in einem typgerechten Ofen, Drucklamellenofen Nr. 14a. Der Ofen kommt Anfang August 1941 in Betrieb.

Nach etwa 4-wöchigem Betrieb wird das Endgas dieses Ofens als Sygas II über Ofen 11 oder Ofen 15 geschickt, unter

Einschalten

Einschalten einer CO₂-Flasche zwischen I. und II. Stufe.
(vergl. Programmpunkt 2 vom 20.6.1941).

2.) Nach Beendigung der unter A. 1. aufgeführten Versuchsserie
(mit und ohne Benzol im Kreislauf) wird in Ofen 10 durch
geeignete Maßnahmen,

- a.) weitere Belastungserniedrigung,
- b.) Temperaturerhöhung

eine Olefinsteigerung in den Produkten mit dem Ziel zu
erreichen versucht, VPH und Ölausbeuten auf den anfänglich
sehr guten Stand (erstes Produkt von Ofen 10, 11. Füllg.)
zu bringen, gegebenenfalls noch zu steigern.

3.) Nach Beendigung der unter A. 2 aufgeführten Versuchsserie
soll in Ofen 2 Anfang September 1941 der unter Punkt 1
im Programm vom 20.6.1941 vorgesehene Versuch aufgenommen
werden: „Ermittlung von Syntheseverfahren zur Verhütung des
Schwarzlaufens von Paraffin bei Wassergaskreislauf, besonders
in den ersten 4 - 5 Betriebswochen“:

- a.) durch Überleiten von Stickstoff oder anderen
Inertgasen in der Zeit des Stillstandes unter
Beibehalten von Gasmenge, Gasgeschwindigkeit,
Gasdruck und Temperatur, wie beim Synthesebe-
trieb mit Wassergas im Kreislauf.
- b.) durch Wiederanfahren mit Restgas RB nach dem
Anfahr-Temperaturprogramm.

Die im Versuchsprogramm vom 20.6.1941 aufgeführten Versuche
mit den Nummern 4, 5 und 7 bleiben dem Programm der DVA
erhalten und werden der Dringlichkeit entsprechend, unter
Berücksichtigung der Betriebsverhältnisse in der DVA
durchgeführt.

000758

Herrn Dr. Hagemann.

Betr.: Versuchsprogramm der Druckversuchsanlage.

Nachstehend eine Aufstellung über vorgesehene Versuche der DVA :

- 1.) Ermittlung von Syntheseverfahren zur Verhütung des Schwarzlaufens von Paraffin bei Wassergaskreislauf, besonders in den ersten 4 - 5 Betriebswochen.
- 2.) Zweistufenversuch mit Fe-Kontakt ,
Ofen 14 I. Stufe,
" 11 oder 15 II. " "
unter Einschalten einer CO₂-Wäsche zwischen I. und II. Stufe.
- 3.) Einfluß des Inertgehaltes im Sygas auf Umsatz und Verflüssigung; Fortsetzung der Versuche in Ofen 2,
a.) 50 % Inerte und Normalbelastung und dann
b.) 40 % " " 80 % Normalbelastung.
- 4.) Normal-Drucksynthese im Kreislauf 1 + 3 mit einem Frischgas, das CO, H₂ im Verhältnis 1 : 1,65 enthält, s.B. 1 Vol. Sygas + 1 Vol. Wassergas.
Dieser Versuch soll in Ofen 9, 2,5 m Lamellenofen ausgeführt werden.
- 5.) Versuche zur Feststellung der Gründe für das Schlechterwerden eines Fe-Synthesofens bei Wiederanfahren nach einem Stillstand.
- 6.) Versuche über Fe-Kontakt mit dem Ziel der Verwendung von Restgas als Stadtgas, s.B. hohe Belastung, Produktionssteigerung, erhöhte Methanbildung, geringere Kontraktion, geringerer Umsatz und damit nicht allzustarke Anreicherung der in Frischgas vorhandenen Inertgasbestandteile.
Dieser Versuch soll demnächst in Ofen 11 durchgeführt werden, wenn der s.Zt. gefahrene Kontakt ein Alter von 4 Monaten erreicht hat.

7.) Einfluss des wechselnden Verhältnisses von $\text{CO} : \text{H}_2$ in Sygas und Wassergas auf Lebensdauer der Kontakte und Anstrichen der zinnigen Produkte.

In Beantwortung Ihres Schreibens vom 11.6.1941 möchten wir zu diesem Versuch unter 7. folgende Vorschläge machen:

Ein Wechsel des H_2/CO -Verhältnisses in den Grenzen zwischen 1,25 und 1,35 ist wegen der geringen beizumischenden Menge an Wasserstoff und wegen der dauernd schwankenden Zusammensetzung des Wassergases überhaupt, mit Exaktheit nicht durchzuführen. Denn gerade die Maßgenauigkeit der Gasuhren, die für technische Versuche geeignet sind, ist in den unteren Meßbereichen bis 10 m^3 Stundenleistung höchst unzulänglich.

a.) Nach unseren Überlegungen müßten diese Versuche extremer betrieben werden, d.h. man wählt die Grenze etwas weiter, schaltet von Sygas auf Wassergas und umgekehrt und läßt den Ofen jeweils 1 Woche mit Sygas, $\text{H}_2 : \text{CO} = 2,0$ und dann 1 " " W-gas, $\text{H}_2 : \text{CO} = 1,25$ arbeiten.

b.) Hierzu parallel läuft dann ein weiterer Ofen mit einem konstanten H_2/CO -Verhältnis von 1,62, das sich aus der Mischung von 1 Vol. Sygas + 1 Vol. Wassergas ergibt.

Nach etwa 100 Tagen werden beide Öfen unter gleichen Bedingungen, d.h. mit einem $\text{H}_2 : \text{CO}$ -Verhältnis von 1,62 20 Tage lang betrieben und in ihren Ergebnissen verglichen.

Diese Versuche müssen in typgerechten Öfen, z.B. Ofen 10, Doppelrohröfen und Ofen, ⁽⁵⁾x) Doppelrohröfen, zunächst unter Mitteldruck in geradem Durchgang und später im Kreislauf durchgeführt werden.

x) Wird bis zum 15.7.1941 fertiggestellt sein und Mitte August 1941 in Betrieb kommen.

Ddr.: Ma.,

A.

000760

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

Betr.: Versuchsprogramm der Druckversuchsanlage.

Nachstehend eine Aufstellung über vorgesehene Versuche der DVA :

- 1.) Ermittlung von Syntheseverfahren zur Verhütung des Schwarzlaufens von Paraffin bei Wassergaskreislauf, besonders in den ersten 4 - 5 Betriebswochen.
- 2.) Zweistufenversuch mit Fe-Kontakt ,
Ofen 14 I. Stufe,
" 11 oder 15 II. " ,
unter Einschalten einer CO₂-Fälsche zwischen I. und II.Stufe.
- 3.) Einfluß des Inertgehaltes im Sygas auf Umsatz und Verflüssigung; Fortsetzung der Versuche in Ofen 2,
a.) 50 % Inerte und Normalbelastung und dann
b.) 40 % " " 80 % Normalbelastung.
- 4.) Normal-Drucksynthese im Kreislauf 1 + 3 mit einem Frischgas, das CO, H₂ im Verhältnis 1 : 1,65 enthält, s.B. 1 Vol. Sygas + 1 Vol. Wassergas.
Dieser Versuch soll in Ofen 9, 2,5 m Lamellenofen ausgeführt werden.
- 5.) Versuche zur Feststellung der Gründe für das Schlechterwerden eines Fe-Synthesefofens bei Wiederanfahren nach einem Stillstand.
- 6.) Versuche über Fe-Kontakt mit dem Ziel der Verwendung von Restgas als Stadtgas, s.B. hohe Belastung, Produktionssteigerung, erhöhte Methanbildung, geringere Kontraktion, geringerer Umsatz und damit nicht allzustarke Anreicherung der im Frischgas vorhandenen Inertgasbestandteile.
Dieser Versuch soll demnächst in Ofen 11 durchgeführt werden, wenn der s.Zt. gefahrene Kontakt ein Alter von 4 Monaten erreicht hat.

7.) Einfluß des wechselnden Verhältnisses von CO : H₂ in Sygas und Wassergas auf Lebensdauer der Kontakte und Anstragen der flüssigen Produkte.

In Beantwortung Ihres Schreibens vom 11.6.1941 möchten wir zu diesem Versuch unter 7. folgende Vorschläge machen:

Ein Wechsel des H₂/CO-Verhältnisses in den Grenzen zwischen 1,25 und 1,35 ist wegen der geringen beizumischenden Menge an Wasserstoff und wegen der dauernd schwankenden Zusammensetzung des Wassergases überhaupt, mit Praktikabilität nicht durchzuführen. Denn gerade die Maßgenauigkeit der Gasuhren, die für technische Versuche geeignet sind, ist in den unteren Meßbereichen bis 10 m³ Stundenleistung höchst unzulänglich.

a.) Nach unseren Überlegungen müßten diese Versuche extremer betrieben werden, d.h. man wühlt die Grenze etwas weiter, schaltet von Sygas auf Wassergas und umgekehrt und läßt den Ofen jeweils 1 Woche mit Sygas, H₂ : CO = 2,0
und dann 1 " " W-gas, H₂ : CO = 1,25
arbeiten.

b.) Hierzu parallel läuft dann ein weiterer Ofen mit einem konstanten H₂/CO-Verhältnis von 1,62, das sich aus der Mischung von 1 Vol. Sygas + 1 Vol. Wassergas ergibt.

Nach etwa 100 Tagen werden beide Öfen unter gleichen Bedingungen, d.h. mit einem H₂ : CO-Verhältnis von 1,62 20 Tage lang betrieben und in ihren Ergebnissen verglichen.

Diese Versuche müssen in typgerechten Öfen, z.B. Ofen 10, Doppelrohröfen und Ofen, x) Doppelrohröfen, zunächst unter Mitteldruck im geraden Durchgang und später im Kreislauf durchgeführt werden.

x) Wird bis zum 15.7.1941 fertiggestellt sein und Mitte August 1941 in Betrieb kommen.

Ddr.: Ma.,

A.