

L.V.A.-Arbeitsvorschrift Nr. 4.

Reduktion des Kobalt-Katalysators.

1.) Allgemeines.

Die Reduktion wird außerhalb des Synthesofens in einem besonderen Reduktionsofen ausgeführt. Dies geschieht aus mehreren Gründen:

- a) Durch die getrennte Ausführung der Reduktion und der Synthese in je einem besonderen Ofen können die Ofentemperaturen und die Strömungsgeschwindigkeiten der Gase besser konstant gehalten werden. Die Reduktions- und Synthesebedingungen sind daher leicht reproduzierbar.
- b) Durch den größeren Durchmesser der Reduktionsrohre (21 mm) wird die Schichtlänge des zu reduzierenden Korns auf ungefähr  $1/3$  gegenüber der Schichtlänge im Synthesrohr vermindert. Dadurch ist der Abfall des Reduktionswertes in der Schichtlänge ein bedeutend geringerer. Man erhält also einen gleichmäßigeren Reduktionswert.
- c) Durch die Vergrößerung des Ofens auf 1 m Länge wird die Vorwärmezone des  $H_2/N_2$  verlängert. Dadurch ist es möglich, auch bei hohen Gasgeschwindigkeiten, die sich als günstig für die Reduktion erwiesen haben, konstante Gastemperaturen zu erhalten.
- d) ~~Die Zeit bis zur Inbetriebnahme einer Probe mit Synthesegas wird bedeutend abgekürzt.~~

2.) Apparatur.

- a) Ein Al.-Block-Ofen mit 1 m Blocklänge. Um gleichmäßige Temperaturen zu erhalten, sind auf beiden Seiten Temperaturregler angebracht.
- b) Supremaglasrohr von 21 mm lichte Durchmesser und ungefähr 1,5 m Länge.

3.) Ausführungen.

Von dem Katalysator wird die gewünschte Menge abgeteilt, z.B. soviel, wie 4 g Co entspricht (ungefähr 15 - 20 g), bzw. eine bestimmte Raummenge.

Diese Menge wird in das Kupferzylinderrohr so eingefüllt, daß die Schicht im letzten Teil des Ofens (in Richtung des Gases) zu liegen kommt. Auf beiden Seiten wird der Katalysator durch je einen möglichst ebenen Glaswollepfropfen festgehalten.

Nach dem Auspülen mit Wasserstoff wird das Glasrohr in den auf konstante Temperatur geheizten Reduktionsofen geschoben.

Wir unterscheiden z.Zt. zwei Arten der Reduktion,

1.) normale Reduktion:

3/4 Stunde bei 350° und 300 Liter H<sub>2</sub>/Std.

2.) verschärfte Reduktion:

2 Stunden bei 400° mit 300 Liter H<sub>2</sub>/Std.

Nach beendeter Reduktion wird das Glasrohr aus dem Ofen genommen und im H<sub>2</sub>-Strom erkalten lassen.

Die normale Reduktion führt zu einem Reduktionswert von ca. 75 %, die verschärfte Reduktion zu einem Reduktionswert von 100 %.

Die normale Reduktion wird bei normalen Labor.-Untersuchungen, die verschärfte Reduktion bei allen Betriebsuntersuchungen angewandt.

Bei verschärfter Reduktion zeigen Kontakte mit geringer katalytischer Wirksamkeit den Abfall bei der Kontraktionsmessung und Glasbeute früher, wodurch die Untersuchungszeit abgekürzt wird. Gute Kontakte zeigen bis zu etwa 500 Retr.-Stunden keinen Unterschied bei normaler und verschärfter Reduktion.

Oberh.-Holten, den 4. Januar 1938.

gez.: Soelen.