

P.V.A.-Arbeitsvorschrift Nr. 7.

Prüfung von Reduktoren
auf katalytische Wirksamkeit.

1.) Einfüllen in das Syntheserohr.

Aus dem Reduktionsrohr wird der Kontakt in das Syntheserohr von 14 - 15 mm lichter Weite und ca. 300 mm Länge ungefüllt. Es ist peinlichst darauf zu achten, daß der Kontakt nicht mit Luft in Berührung kommt. Zu diesem Zweck wird durch das Reduktionsrohr ein kräftiger Stickstoff-Wasserstoffstrom geschickt, der Glaswollepfropfen aus dem Reduktionsrohr entfernt, mit Hilfe eines Stückes Gummischlauch das Syntheserohr angeschlossen und mit Stickstoff-Wasserstoff ausgepült. Dann verschließt man das Syntheserohr, das ca. 10 cm vor Ende einen Glaswollepfropfen erhält, am Ende mit einem Gummistopfen und läßt den reduzierten Kontakt aus dem Reduktionsrohr in das Syntheserohr gleiten. Dann wird das Syntheserohr schnell mit einem Gummistopfen verschlossen.

Reduzierte Kontaktproben werden auf die gleiche Weise in das Syntheserohr gebracht. Hiervon werden z.Bt. einheitlich 31 cm Schicht eingefüllt.

Reduzierte und getränkte Kontakte werden in Kohlendioxid- oder Stickstoffstrom eingefüllt, da mit Wasserstoff Erwärmung eintritt.

2.) Einlegen und Temperaturführung.

Das verschlossene Syntheserohr wird in den z.Bt. einheitlich auf 125° erwärmten Ofen gelegt und sofort das Synthesegas (4 Liter/Std.) angeschlossen.

3.) Kontraktionsmessung.

Nach 4 - 6 Stunden kann die erste Kontraktionsmessung vorgenommen werden:

Man leitet zuerst das Endgas 1/2 Minute lang (nach Stoppuhr) in einen mit Wasser gefüllten Gasbehälter und mißt

das ausfließende Wasser mit einem genauen Messzylinder. Ist darauf zu achten, daß in dem Gasbehälter vor dem Einleiten des Gases weder ein Überdruck noch ein Unterdruck ist, d.h., daß das Gas in dem Einleitungsrohr bis zum Rohrende steht. Dann wird der Hahn am Strömungsmesser umgestellt und auf dieselbe Weise 1/2 Minute lang Synthesegas vor dem Durchleiten durch den Kontakt gemessen. Aus dem Verhältnis der Gas Mengen vor und nach der Synthese berechnet man die Kontraktion.

4.) Wasser- und Ölmes- sung.

Nach 4 - 6 Stunden wird das gebildete Wasser und Öl aus der Vorlage entfernt. Nach weiteren 12 - 24 Stunden kann dann die erste Wasser- und Ölmes- sung vorgenommen werden. Der Inhalt der Vorlage wird restlos in einen Messzylinder gegeben und solange gedreht und geschüttelt, bis die gebildeten Öltröpfchen nach oben gestiegen sind. Dann wird die gebildete Menge Wasser und Öl abgelassen und aus der übergeleiteten Gasmenge die Anzahl ccn Wasser und Öl je cbm Synthesegas berechnet.

5.) Benzinmes- sung.

Zur Benzinbestimmung wird ein mit Aktivkohle gefülltes Eisenrohr von 680 mm Länge und ca. 20 mm Ø in die Restgasleitung angeschlossen und während 48 Stunden das Restgas durchgeleitet. Dann wird das Aktivkohlerohr abgenommen und in geeigneter Weise auf ungefähr 200°C erhitzt. Gleich zeitig wird Vakuum angelegt. Die Dämpfe werden durch eine Vorlage geleitet, welche mit flüssiger Luft gekühlt wird. Während des Abblasens wird als Trägergas eine geringe Menge Gas (H_2 , N_2) durch die Kohle geschickt. Nach ca. 20 Minuten wird die Vorlage abgenommen und auf Raumtemperatur, bzw. in ein Wasserbad von 20° gebracht.

Das Volumen des Benzins wird bestimmt und auf cbm Synthesegas-Ausgangsgas umgerechnet.

- 6.) Zum Zwischenhydrieren wird 20 Stunden lang bei Betriebstemperatur Stickstoff-Wasserstoff (2 Liter/Std.) übergeleitet.
- 7.) Zum Entparaffinieren des ausgebrauchten Kontaktes wird 4 Stunden lang bei 400° Stickstoff-Wasserstoff (30 Liter pro Std.) durch das Kontaktröhr geschickt. Die Gewichts-differenz vor und nach dem Entparaffinieren ergibt die Paraffinmenge, die als Paraffinbeladung in Prozent auf Sobalt angegeben wird.

Oberhausen-Holten, den 5. Januar 1938. gez.: Koelen.