

Rührchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Druckversuchsanlage.

Obh.-Holten, den 19. März 1940.
RCH.Abt.DVA. Ba/Wg.-

000018

3445 - 30/5.01 - 36

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

Betr.: Versuchsplan der D.V.A.

Anliegend habe ich einen Versuchsplan aufgestellt über die gegenwärtig laufenden und während der Zeit meines Urlaubes in unserer Anlage in Gang kommenden Versuche.

Versuchsplan.

1. Anfahrversuche mit kleiner Belastung.

Der gegenwärtig in Ofen 10 laufende Anfahrversuch wird unter entsprechender Erhöhung der Temperatur bei den gegenwärtigen Bedingungen (75 - 80 % CO-Aufarbeitung, 25 m³ Sygas/Std.) bis zum 27.3.1940 (insgesamt 10 Tage) fortgesetzt; dann wird auf 100 m³ geschaltet, auf 75 % CO-Aufarbeitung eingestellt und über eine ausreichende Zeit die Aktivität des Kontaktes geprüft.

2. Anfahren mit Aufpumpen von Öl.

Es wird die Leistung und die Arbeitsweise der 8-Loch - Düse modellmäßig erprobt, desgleichen werden die Vorversuche mit dem Schlick-Düsenkrans durchgeführt.

3. Anfahrversuche aus einer Inertatmosphäre heraus.

Sobald ein Ofen zur Verfügung steht, wird der damals unterbrochene Versuch wieder aufgenommen unmittelbar, bei 184° den Ofen aus einer Stickstoffatmosphäre heraus anzufahren.

4. Kreislaufversuche in Ofen 2.

Das gegenwärtige Versuchsstadium (Kreislauf mit benzinhaltigem Gas) wird bis etwa 25.3.1940 fortgesetzt, dann wird für eine ungefähr 2-wöchentliche Versuchsperiode auf die Fahrweise "Kreislauf mit Herausnahme des Benzins" zurückgeschaltet. Nach Erzielung übereinstimmender Ergebnisse wird der Versuch abgesetzt. Es stehen dann die geplanten Versuche über den Einfluß der Kreislaufhöhe bevor. Der Kreislauf soll zwischen den Grenzen 1 : 0,3 bis 1 : 3 variiert werden.

5. Versuche mit Öl als Kühlmittel.

Zunächst wird Gasöl (200 - 320°) verwendet und ein Aufheizversuch mit dem leeren Ofen gemacht. Am 26./27. März 1940 liefert die Katorfabrik den reduzierten verdünnten Kobalt - Kontakt (100 Co, 5 ThO₂, 8 MgO, 400 Kgr.). Es wird dann mit dem verdünnten Kontakt und Wassergas gefahren.

6. Versuche über die Verflüssigung bei geringer Aufarbeitung.

In Ofen 8 werden Versuche durchgeführt über den Verflüssigungsgrad bei 30, 50 und 70 % CO-Aufarbeitung. In der ersten Versuchsreihe wird die Aufarbeitung durch entsprechende Einstellung der Temperatur geregelt, während die Beaufschlagung die normale bleibt. In einer zweiten Versuchsreihe wird die Reaktionstemperatur auf 180 - 185° eingestellt und die Höhe der Aufarbeitung durch Variieren der Gasbelastung eingestellt. Man erhält dann Auskunft über die Vergasung

1. in Abhängigkeit von der Temperatur,
2. " " " " Belastung.

7. Aufarbeitung des Synthesegases 2. Stufe.

Für diese Versuche dient voraussichtlich Ofen 8 oder Ofen 3. Durch Mischen von Restgas zweiter Stufe der RB und Synthesegas werden "Synthesegase 2. Stufe" hergestellt, die den unter 6. genannten CO-Aufarbeitungsgraden entsprechen. Es wird der Verflüssigungsgrad festgestellt, der in 2. Stufe zu erzielen ist. In Verbindung mit Versuchspunkt 6 kann dann die optimale Verteilung der Aufarbeitung auf 1. und 2. Stufe ermittelt werden. Die Beaufschlagung in der 2. Stufe wird wie bei 6 variiert. Im Fall a wird die normale Beaufschlagung eingehalten und durch entsprechende Temperatursteigerung auf 92 - 95 % CO-Aufarbeitung gegangen. Im Fall b wird die Beaufschlagung der 1. Stufe entsprechend angepaßt, die Aufarbeitung wird ebenfalls auf 92 - 95 % des CO gehalten. Es bleibt festzustellen, ob durch eine günstige Verteilung der Aufarbeitung auf 1. und 2. Stufe nicht nur der Gesamtverflüssigungsgrad, sondern auch die Ofenleistung erhöht werden kann (von 0,7 auf 1,0 Nm³/Norm.-Vol.).

8. Eignung des Druck-Lamellenofens (Ofen 9).

Der in Ofen 9 begonnene Versuch wird unter gasanalytischer und Glanalytischer Überwachung über längere Zeit durchgeführt, bis ein ausreichendes Bild über die Eigenart des Ofens gewonnen worden ist.

9. Versuch mit dem Eisenkontakt.

In Ofen 11 wird der vom Forschungslabor hergestellte Eisenkontakt nach den festgelegten Bedingungen angefahren und je nach Ergebnis kurz- oder langfristig betrieben. Ein zweiter Versuch schließt sich an. Der Ofen wird mit einer elektrischen Heizung versehen.

Ddr.: Hr.
Pf.

000021

Aktennotiz

über die Besprechung mit ~~XXX~~

Verfasser: **B a h r .**

Durchdruck an:

**Prof. Martin
und Anwesende.**

in **Holten** am **25. 10. 39**

Anwesend:

**Alberts,
Bahr,
Feist,
Hagemann,
Neweling,
Schuff.**

Zeichen: **EB.Abt.DVA.Ea/WG.-** Datum: **26.10.1939**

Betrifft: Versuchsprogramm der Druckversuchsanlage.

Es wird folgendes Versuchsprogramm festgelegt:

Ofen 1 wird entleert und stillgesetzt.

Ofen 3a wird versuchsweise mit Wassergas neu angefahren. Hat der Kontakt durch den 2 1/2 monatigen Stillstand gelitten, so wird der Versuch mit einem neuen Kontakt (allerdings auf ungereinigter Kieselgur) fortgesetzt.

Ofen 8 wird entleert und zunächst nicht wieder gefüllt.

Ofen 9 (Lamellenofen) wird mit normalem Kobalt-Kontakt ausgeprobt. Die Lurgi nimmt an diesem Versuch nicht teil.

Ofen 10 (4 m-Ofen) wird mit normalem Kobalt-Kontakt gefüllt und dient für folgende Versuche:

- a.) Anfahren nach der Anfahrkurve des Ofenhauses Ruhrbenzin mit Synthesegas als erste Stufe unter Beobachtung aller möglichen Erscheinungen, wie Erstauftreten der verschiedenen Produkte, Untersuchung ihres Charakters, Kobaltausschleimung, (im Einvernehmen mit dem von Dr. F e i s t bereits gesammelten Beobachtungsmaterial.)
- b.) Wiederholung des obigen Anfahrversuches unter Einschaltung der an dem Ofen befindlichen Wasserpumpe. Jeder Versuch wird kurzfristig mit einer Dauer von etwa

14 Tagen durchgeführt. Ein Parallelversuch in einem der Kurzrohrrufen unserer Anlage ist nicht erforderlich.

Die obigen Versuche werden durch Kontaktuntersuchungen ergänzt.

Baker

Paulsen & Co. Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holteln

Druckversuchsanlage.

Oberh.-Holteln, den 18. Oktober 1939
RB.Abt.DVA. Ba/Wg.-

000023

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

Betr.: Versuchsprogramm der Druckversuchsanlage.

Nach Wiederinbetriebnahme der Anlage schlage ich folgende Versuche für die nächste Zeit vor:

1. Alte Anlage.

Ofen 1 (Krupp-Weitrohröfen).

Es steht fest, daß der Krupp-Weitrohröfen unserem Doppelrohröfen gegenüber keine Vorteile besitzt. Der Ofen sollte deshalb endgültig entleert und jedenfalls ohne neuen Anlaß nicht mehr in Betrieb genommen werden .

Ofen 3a (Mannesmann-Doppelrohröfen).

ist z.Zt. noch mit dem auf gereinigter Kieselgur gefüllten Kobalt-Mischkontakt gefüllt und hat 42 Tage im Wassergasbetrieb gelaufen. Ich möchte empfehlen, zu versuchen, den Ofen weiter zu fahren. Sollte allerdings der Kontakt durch den Stillstand gelitten haben, so müßte ein neuer Kontakt eingefüllt werden.

Ofen 8 (Mannesmann-Doppelrohröfen).

Dieser Ofen ist z.Zt. noch mit dem gleichen Kontakt wie Ofen 1 gefüllt. Er wurde von "unten nach oben" gefahren. Da die eingefüllte Kontaktqualität nicht befriedigend ist, sollte der Ofen entleert werden. Die Fahrweise von "unten nach oben" bietet einige interessante Gesichtspunkte, sodaß auf sie noch zurückgekommen werden sollte.

2. Neue Anlage.

In der neuen Anlage wird zunächst der 4 m-Ofen (Ofen 10) und der Lamellenofen (Ofen 9) betriebsfertig. Für den Langrohröfen hat Herr Direktor A l b e r t s bereits den Einsatz des Magnesium-Kontaktes vorgeschlagen. Wir wissen jedoch noch nicht, wie dieser Ofen im Vergleich zu unseren sonstigen Kurzrohröfen läuft und ob sich durch die große Rohrlänge Abweichungen ergeben.

Es

Normaler
Kontakt
Ofen 10

Es ist deshalb zu erwägen, diesen Ofen zunächst kurzfristig mit normalem Kobalt-Mischkontakt zu betreiben; im Vergleich zu einem bereits erprobten Ofen unserer alten Anlage, z.B. Ofen 8.

Auch der Lamellenofen (Ofen 9) sollte zunächst mit normalem Kobalt-Mischkontakt ausgeprobt werden. Ofen 8, 9 und 10 würden danach zunächst mit der gleichen Kontaktqualität gefüllt werden.

3. Weitere Versuche.

Noch ausstehend ist der Versuch mit dem kobaltreichen Kontakt in zweistufiger Betriebsweise. Für diesen Versuch kommt Ofen 8 als erste Stufe und etwa Ofen 2 als zweite Stufe in Frage. Der Kontakt muß jedoch von der Katorfabrik erst noch hergestellt werden. Wie bekannt, liegt eine für den Ofen 5 ausreichende Kontaktmenge von kobaltreichem Kontakt beim Forschungslabor für uns bereit. Sollte die Katorfabrik einstweilen noch nicht zur Bereitung der Hauptmenge kommen, so kann diese Menge einstufig zuvor schon gefahren werden.

Von den sonstigen geplanten Versuchen seien noch die Anfahrversuche und die Versuche mit verdünntem Kobalt-Mischkontakt genannt.

30

24.11.39

Ofen 10. 100% Kobalt-Mischkontakt
a) 100% Kobalt-Mischkontakt
b) 100% Kobalt-Mischkontakt
c) 100% Kobalt-Mischkontakt

Waldenberger
Chemischen Werke
Kobalt-Mischkontakt

000025

Ba.

Betr.: Ofenfüllungen in der DVA.

Nach Rücksprache mit Herrn Direktor Dr. Hagemann am 9. Juni 1939 wurden für die Neufüllung der Versuchsofen folgende Kontakte festgelegt:

- Ofen 2 : verdünnter Kontakt,
- Ofen 3 : Normalkontakt 2 - 3 mm auf gereinigter Gur für den Wassergasversuch,
- Ofen 4 : Eirichkorn ThO_2 - MgO 0,8 - 1,5 mm ohne Staubrückführung (Sonderfertigung der Katorfabrik),
- Ofen 5 : verdichteter Kontakt (rund 75 % Co) Sonderfertigung des Forschungslabors.

Zur Erprobung der Kontraktionen von Ofen 1 und Ofen 10 (4 m Ofen) werden zum Vergleich gegen Ofen 8 diese 3 Öfen mit Normal-Mischkontakt 2 - 3 mm auf gereinigter Kieselgur gefüllt.

Ofen 9 (Lamellenofen) bekommt einen Eisenkontakt, der vor Forschungslabor hergestellt wird.

Nach Rücksprache mit Herrn Dr. Roelen handelt es sich hierbei um einen Kontakt, der bis zu 80 g olefinreiches Gasol und etwa 40 g hocholefines Benzin, d.h. also insgesamt 120 g/m^3 Wassergas produziert.

gez. H e g e r .

Programm der Druckversuchsanlage.

I. Versuchsfolge.

1. Ofen 4 (Engrohröfen mit 0,8 bis 1,5 mm Eirichkorn) arbeitet gegenwärtig mit einem Kohlenoxydumsatz von 95 %. Besonderes Augenmerk ist auf die richtige Mengemessung des Synthesegases zu richten, um ein einwandfreies Bild von den bei einstufigen Arbeiten erzielbaren Maximalausbeuten zu erhalten. Der Ofen wird durch entsprechende Temperatursteigerung auf den maximalen Umsatz gehalten und die Frage der Lebensdauer geprüft. Nach Abschluß dieses Versuchs wird noch ein Belastungsversuch durchgeführt. Die Ofenbelastung wird soweit erhöht, bis die CO - Aufarbeitung auf 75 % abgesunken ist. Es wird die hierbei mögliche Überlast festgestellt.

2. Ofen 8 (Mannesmann-Doppelrohröfen) enthält Kobalt-Mischkontakt mit gereinigter Kieselgur, 1 bis 2 mm Normalkorn. Der Ofen dient zunächst als Vergleichsversuch zu Ofen 1, der mit dem gleichen Kontakt gefüllt wird, und wird zuerst mit 75 %iger Kohlenoxydaufarbeitung gefahren. Gleichzeitig wird dabei die Wirkungsweise der gereinigten Kieselgur festgestellt ~~mit~~ in Parallele zu den Ergebnissen der Grossöfen der Ruhrbenzin und bei Hoesch. Liegen in dieser Beziehung einwandfreie Ergebnisse vor, so wird der Ofen auf die Fahrweise von unten nach oben umgestellt. Hierbei ist im besonderen die Höhe der Vergasung und der Charakter der Produkte (Qualität des Paraffinanteils) festzustellen.

Der Ofen neigte anfänglich zu starkem Methanbildung. Diese ging allmählich zurück und liegt jetzt in der normalen Größenordnung.

3. Ofen 1 (Krupp-Weitrohröfen) ist mit dem gleichen Kontakt wie Ofen 8 gefüllt. Der Ofen ist auf seine wärmetechnischen Eigenschaften bei 75 %iger CO-Aufarbeitung zu prüfen. Das

Anfahren

000027

Anfahren des Ofens wurde sehr vorsichtig vorgenommen. Bei einwandfreiem Ergebnis ist es ausreichend, den Ofen etwa einen Monat in Betrieb zu halten und dann (nach vorausgegangener Hydrierung) die Entleerbarkeit dieses Ofenmodells festzustellen, da diese bisher grosse Schwierigkeiten gemacht hat. Es besteht unter anderem die Gefahr, dass die Wärmeleitbleche hierbei verbogen werden. Sollte der Ofen wärmetechnisch nicht ausreichend sein, so bleibt noch zu versuchen, ob durch Hexbasetzung der Aufarbeitung, eventuell unter Erhöhung der Beaufschlagung, bessere Ergebnisse erzielt werden können. Man wird jedenfalls feststellen müssen, bei welcher Kalorienleistung die wärmetechnische Grenze des Ofens liegt.

Nach Abschluss dieser Versuche bleibt zu entscheiden, ob mit dem Ofen unter Einsatz von Normalkontakt nochmals ein Anfahrversuch gemacht werden soll.

4. Ofen 5 (Imperialofen). Der in Ofen 5 eingefüllte Kontakt ist ein kobaltreicher Kontakt in 2,5 mm Fadenkorn (100 Co, 13,9 Th O₂, 9,7 ger.-Kgr.). Der Kontakt ist vom Forschungslaboratorium hergestellt und in der Katorfabrik reduziert. Der Versuch dient dazu, festzustellen, wie hoch die Paraffinausbeute mit diesem kobaltreichen Kontakt gesteigert werden kann. Der Ofen wird mit normaler Beaufschlagung bei möglichst niedriger Temperatur vorsichtig in Betrieb genommen. Die Produkte des Ofens sind fortlaufend zu untersuchen. Probemengen des Paraffins werden an das Betriebslaboratorium II (Dr. Velde) gegeben, um den Siedeverlauf des Paraffins u.s.w. ermitteln zu lassen. Der Ofen wird solange durchgefahren, bis seine obere Temperaturgrenze erreicht ist.

Wie sich herausgestellt hat, ist die eingefüllte Kontaktcharge in der Qualität minderwertig. Der Kontakt wird deshalb vom Forschungslaboratorium nochmals hergestellt.

5. Ofen 2 (Kruppofen mit Sterneinsatz). Für diesen Ofen wird vom Forschungslaboratorium erneut ein hochverdünnter Kobaltkontakt hergestellt, mit der Zusammensetzung 100 Kobalt, 5 Thoriumoxyd, 10 Magnesiumoxyd, 800 Kieselgur. Da die bisherigen Versuche mit hochverdünntem Kontakt offenbar durch

die

*Ruhrberg-AG Aktien-Gesellschaft
Eberhausen-Köthen*

000028

die ungünstige Kieselgurqualität beeinträchtigt worden sind, ist vor Beginn der Kontaktherstellung die Frage der gegenwärtigen Kieselgurqualität mit dem Forschungslabor zu klären. Gegebenenfalls muss für den Kontakt gereinigte Gur verwendet werden. Allerdings soll nach Forschungslabor die gereinigte Gur zu erhöhter Paraffinbildung neigen. Die Kornform des Kontakts ist 2,5 mm Fadenkorn.

6. Ofen 3 (Mannesmann-Doppelrohröfen) befindet sich gegenwärtig zum Einbau normaler Rohrelemente in Witten und wird Ende April spätestens zurück erwartet. Der Ofen wird dann mit normalem Kobalt-Mischkontakt gefüllt und mit Wassergas im Dauer-versuch bei 75 %iger Aufarbeitung des nutzbaren Kohlenoxyds gefahren. Besonders zu prüfen ist die Kohlensäurebildung und die Lebensdauer.

7. Kobalt-Nickelkontakt. Das Forschungslaboratorium stellt für uns einen Kobalt-Nickelkontakt mit 30 Tl. Kobalt auf 70 Tl. Nickel her. Wegen der erforderlichen Entkupferung und Enteisung der Lösung ist mit der Fertigstellung des Kontakts erst in einiger Zeit zu rechnen. Die Kieselgurmenge soll 200 Tl. auf 100 Tl. Metall betragen. Auch hier bleibt noch zu erörtern, ob unbeschadet normale Gur oder besser gereinigte Gur verwendet wird.

Bahr

Oberhausen-Holtten, den 4. November 1938.
RB. Abt. DVA. Ba/Tk.

000029

Herrn Direktor Dr. Hagemann!

Betr.: Versuchsplan für die Druckversuchsanlage.

Auf Grund der Besprechung am 3. 11. 38. schlage ich nunmehr folgenden Versuchsplan für die Druckanlage vor.

Nr.	Art des Versuchs	Ofen	voraussichtl. Dauer
1.	Ermittlung des optimalen Drucks, Druckeinfluss auf Reaktionstemperatur, Vergasung, Art der Produkte.	3	Nov. - Januar
2.	Vergleich der Drucksynthese bei 7 und 5 atü.	8	bis etwa Mitte Nov.
3.	Drucksynthese mit Gasführung von unten nach oben und gegebenenfalls bei erhöhter Belastung.	8	Mitte Nov.-Januar
4.	Drucksynthese mit Wassergas.	8 bzw. 1	Januar bis März
5.	Erprobung von Nickel-Kobalt-Kontakten, Nickel-Kontakten unter dem Gesichtspunkt der Benzinvermehrung.	5 + 1	Nov.-März
6.	Verhalten von Feinkorn im Engrohröfen (loma)	4	November, nach Maßgabe der zu Verfügung stehenden Aktivkohleanlage.
7.	Konstruktionsversuch.	1	Dezember
8.	Verdünnter Kobalt-Kontakt.	3 bzw. 1	ab Januar
9.	Kreislaufversuche.	2	bis auf Weiteres.

Bemerkungen.

Ofen 1 befindet sich noch bei Krupp im Umbau. Der Ofen ist als

Sonderkonstruktion anzusehen und ist nicht allgemein verwendbar.

Ofen 2 (Kruppofen mit Sterneinsatz) ist durch die Lurgi-Versuche bis auf weiteres besetzt.

Ofen 3 ist ein normaler Doppelrohrföfen.

Ofen 4 ist ein Röhrenföfen mit 10 cm Rohrdurchmesser. Seine Anwendung ist auf Füllung mit Feinkorn beschränkt.

Ofen 5 (Imperial Spiralofen) kann nur bis 193° verwendet werden. Der Ofen ist zu kurz um umgebaut zu werden.

Ofen 8 ist ein normaler Doppelrohrföfen.

Öfen x + y sind die benötigten normalen Doppelrohrföfen (für etwa 100 Nm³ Durchsatz), deren Beschaffung in der Besprechung festgelegt wurde.

Kontakte: Soweit nicht besondere Kontaktversuche vorgesehen sind, wird der normale Mischkontakt (2-3 mm Korn) verwendet. Für die Versuche mit Nickel-Kobaltkontakten ist auf Grund der Arbeiten des Forschungslaboratoriums, zuerst folgender Kontakt vorgesehen:
25 Co, 75 Ni, 15 ThO₂, 200 Kgr, 2,5 mm Fadenkorn. Die Entwicklung der Nickelkontakte ist einstweilen nicht abgeschlossen.

Als verdünnter Kobaltkontakt wird vom Forschungslaboratorium hergestellt: 100 Co, 5 ThO₂, 10 MgO, 400 gereinigte Kgr. Falls die Beschaffung der gereinigten Kgr. in absehbarer Zeit nicht möglich ist, wird an ihrer Stelle die Gur S 11 verwendet und eine entsprechende Kobaltdichte eingestellt. Der verdünnte Kontakt wird als 2,5 mm Fadenkorn angewandt.

Ddr.: A.,

Ba.