

Betreff: Betriebsversuche Op. 65

Klasse.....

"Verminderung der Wasserstoffverluste bei der
CO-Feinreinigung des Synthesegases"

Abteilung.....

Patent:.....

Nr.....

Bericht des Herrn Dr. Lederle, Op.

vom 10. Oktober 1938.

Gesehen vom Abteilungsvorstand:

Gesehen von der Direktion:.....

II 81

Zirkuliert in folgenden
Abteilungen:

Empfänger	Eingang	Weiter	Unterschrift
Stickstoffdirektion 2 x			
He. Dr. Göggel			
He. Dr. Günther / Dr. Hanschke			
He. Dr. Zschiesche)			
" Dr. Heinzel)			
" Dr. Steinheil)			
He. Obering. Hahn)			
" Dr. Wengler)			
" Dipl. Ing. Weber)			
" " " Kemmer)			
He. Dipl. Ing. Futterer)			
" Dr. Hailer)			
Ammoniaklaboratorium			
Merseburg 2 x			

Aufzubewahren im Archiv des:

Eingegangen beim Archivar:

Laufende Nr. des Archivs:

Betriebsversuche Op.65

"Verminderung der Wasserstoffverluste bei der CO-Feinreinigung des Synthesegases".

Bei der Auswaschung des Stickstoffsynthesegases mit Kupferlösung entstehen u. a. Verluste an Wasserstoff und Stickstoff dadurch, dass bei der Entspannung der verbrauchten Kupferlauge aus den Waschern mehr oder weniger grosse Gasmengen mechanisch mitgerissen werden. Im Laufe systematischer Untersuchungen der Betriebsverhältnisse der Wasserstoffreinigung konnte Dr. Steinheil ¹⁾ zeigen, dass der Gehalt des zur Konvertierung geführten Rückgases an Wasserstoff und Stickstoff etwa das 2/2-fache dessen beträgt, was auf Grund der physikalischen Löslichkeit dieser Gase zu erwarten sei. Durch Betriebsversuche, die sich über mehrere Monate erstreckten, konnte durch Dr. Steinheil auch gezeigt werden, dass der Wasserstoff- und Stickstoffgehalt der entspannten Lauge erheblich gesenkt werden kann, wenn man den Laugespiegel im Wascher über dem Gaseingang innerhalb der Maschigrollen hält. Wenn auch diese Versuche, die mit Wascher 6 (500 Ø) durchgeführt worden waren, sowohl zum gewünschten Ergebnis führten, als auch störungsfrei verliefen, so erschien die Übertragung dieser Arbeitsweise auf ein System von mehreren Waschern nicht ratsam, da starke Schwankungen der Gas- und damit auch der Laugeverteilung zu befürchten waren.

Durch Untersuchungen in Leuna ²⁾ war man ebenfalls zu der Feststellung gekommen, dass der Wasserstoffgehalt des Rückgases durch ein Höherhalten des Laugespiegels im Wascher erheblich vermindert werden kann. Als Ursache für das Mitreißen von Gas beim Entspannen der Lauge aus den Waschern wurde "das Einstürzen der Lauge

1) Dr. Steinheil, Bericht der Stickstoffabteilung Oppau v. 11.10.37.

2) Dr. van Heyden, Bericht Nr. 1 v. 19.10.37, Betriebsversuche Wasserstoffreinigung.

vom Rost oder den Wandungen in den Waschersumpf" angesehen. Im Verlauf weiterer Untersuchungen ³⁾ wurde in Leuna in einen Wascher 800 Ø eine als "Laugebremse" gedachte Lage Raschigrollen eingebaut ⁴⁾. Diese Laugebremse hat den Zweck die vom Rost herunterstürzende Lauge abzubremsen und so zu verhüten, dass grössere Mengen Gas in den Waschersumpf hineingeschlagen werden. Beim Betrieb dieses Versuchswaschers hat sich gezeigt, dass dann, wenn man den Laugestand innerhalb oder über dieser Laugebremse hält, nur noch wenig Wasserstoff mitgerissen wird, dass der Wasserstoffgehalt des aus der verbrauchten Kupferlauge entspannten Gases aber rapid ansteigt, wenn der Laugepiegel nur wenig unterhalb der Laugebremse liegt ⁵⁾.

Die in Oppau in der Zwischenzeit weiter geführten Versuche führten zu einer ähnlichen Lösung des Problems. Hierbei wurde darauf verzichtet einen besonderen Rost mit einer Schicht von Raschigrollen einzurichten um die herabstürzende Lauge abzubremsen, sondern der bisher über dem Gaseingang befindliche als Träger für die gesamte Raschigrollenfüllung bestimmte Rost wurde unter den Gaseingang gesetzt. Die Konstruktion des Waschers wurde somit vereinfacht, gleichzeitig darf abgenommen werden, dass so nicht nur die Wirkung des Herabstürzens der Lauge beseitigt, sondern dass auch die Lauge überhaupt gleichmässiger in den Waschersumpf abfließt, vorausgesetzt natürlich, dass der Laugepiegel innerhalb der Raschigrollenfüllung, aber unterhalb des Gaseingangs gehalten wird. Die Versuche wurden mit Wascher 6 (500 Ø) durchgeführt. Die Ausstattung des Versuchswaschers ist aus der Skizze der Anlage zu entnehmen; hierbei wurde, wie das bereits auch im Bericht Nr.3 von

³⁾ Dr. van Heyden Ber.Nr.3 v.12.11.37, Betriebsversuche Wasserstoffreinigung.

⁴⁾ Zeichnung W/220₁

⁵⁾ Zeichnung W/220₂

Leuna angedeutet ist, der Sumpfraum verringert, sodass die wirk-
same Rieselhöhe des Waschers von 9.40 m auf 10.30 m verlängert wer-
den konnte.

Die Versuche mit Wascher 6 führten zu folgenden Ergeb-
nissen:

- 1.) Das Halten des Laugespiegels innerhalb der Raschigrollen
bereitete keinerlei Schwierigkeiten, desgleichen arbeiteten
die Schaugläser einwandfrei. Allerdings kann erst nach
längerer Betriebszeit ein Urteil darüber abgegeben werden,
ob die tiefen Schauglasanschlüsse nicht leichter zu Ver-
stopfungen neigen als die bisher üblichen.
- 2.) Wasserstoff- und Stickstoffgehalt des aus der verbrauchten
Lauge entspannten Gases wurden analytisch ermittelt. Hier-
bei wurde folgendermassen verfahren: Eine der bei der CO-
Analyse des Reingases gebräuchlichen Bomben von 50 ccm Fas-
sungsvermögen wurde mit Stickstoff gepresst, entspannt und
an ein Analysenventil angeschlossen, das vor dem Handent-
spannungsventil des Waschers in der Entspannungsleitung an-
gebracht war. Nun wurde unter einem Druck von 210 - 220 atü
verbrauchte Lauge in die Analysenbombe gepresst. Die Bombe
wurde in einen kleinen Gasometer auf 1 ata entspannt; der
Wasserstoff- und Stickstoffgehalt des im Gasometer befind-
lichen Gases wurde volumetrisch bestimmt und unter Berück-
sichtigung des Stickstoffgehaltes der Bombe vor der Füllung
auf 1 ccm Kupferlauge umgerechnet. Die Messungen wurden
mehrmals wiederholt und stimmten unter sich recht gut überein.

Versuch Nr. 31⁶⁾

a) Wascher 6 (Tiefrost) Stand im oberen Schauglas:

Mittel aus 9 Messungen 1.61 ccm H₂+N₂/ccm

Stand unmittelbar unter dem Rost:

Mittel aus 9 Messungen 2.86 ccm H₂+N₂/ccm.

b) Wascher 7 (500 Ø) Stand 1.35 m:

Mittel aus 5 Messungen 3.21 ccm H₂+N₂/ccm.

Die Löslichkeit von H₂ und N₂ in Kupferlauge bei 25°
beträgt nach Steinheil 1)

H₂ = 1.23 ccm/ccm

N₂ = 0.25 ccm/ccm

1.48 ccm/ccm.

⁶⁾ Die Analysen wurden von Herrn Dr. Herre ausgeführt.

Durch den Einbau des Tiefrostes in Wascher 6 und Halten des Laugespiegels innerhalb der Raschigrollenschicht gelingt es demnach den Wasserstoff- und Stickstoffgehalt des Rückgases erheblich zu senken und bereits nahe an den durch die physikalische Löslichkeit der beiden Gase bedingten Wert heranzubringen.

Eine Überschlagsrechnung über den Monat September 1937 führt zu folgendem Ergebnis:

$$\begin{array}{rcl} \text{Rückgas} & 3\,266\,000 \text{ m}^3 & \\ \text{H}_2 + \text{N}_2 & 29\% & = \underline{947\,000 \text{ m}^3} \\ \text{Laugenumlauf} & 375 \text{ m}^3/\text{h} & = 270\,000 \text{ m}^3. \end{array}$$

Rechnet man mit dem bei Wascher 7 gefundenen Wert von 3.21 ccm $\text{H}_2 + \text{N}_2$ /ccm Kupferlösung, so erhält man

$$270\,000 \times 3.21 = \underline{866\,700 \text{ m}^3 \text{ H}_2 + \text{N}_2}.$$

Die Übereinstimmung ist in Anbetracht dessen, dass durch Schauglasentspannungen und Abstreifer gelegentlich geringe Mengen Gas zurückentspannt werden, die den H_2 - und Stickstoffanteil des Rückgases erhöhen, durchaus befriedigend und somit eine weitere Stütze für die Analyse.

Eine kurze Wirtschaftlichkeitsberechnung zeigt, dass der Einbau eines Tiefrostes in sämtliche Wascher der Wasserstoffreinigung empfohlen werden kann, sobald durch längere Betriebsdauer von Wascher 6 die Betriebssicherheit völlig erwiesen ist:

Bei einem Kupferlaugenumlauf von $375 \text{ m}^3/\text{h}$ werden z.Zt. mitgerissen

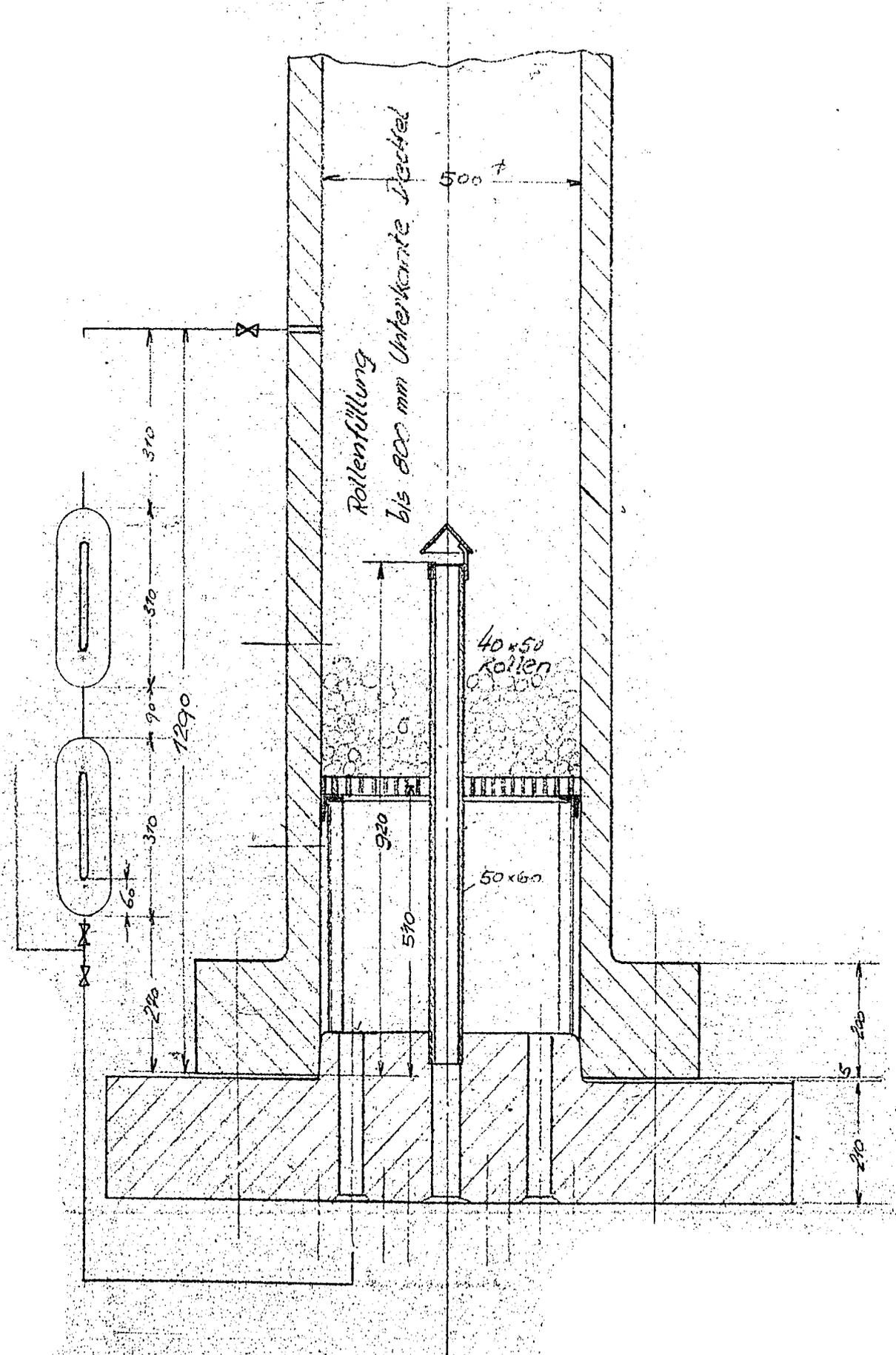
$$375 \times 3.21 = 1\,200 \text{ m}^3 \text{ H}_2 + \text{N}_2/\text{h};$$

diese Menge vermindert sich bei Einbau des Tiefrostes auf

$$375 \times 1.61 = 600 \text{ m}^3 \text{ H}_2 + \text{N}_2/\text{h}.$$

Es stehen demnach stündlich 600 m^3 Gas für die Ammoniaksynthese mehr zur Verfügung, die bis jetzt im Kreislauf geführt werden und die Kapazität von Kompressoren und Reinigungsanlagen verkleinern,

Wascher mit Tiefrost.



Maßstab 1:10		Unterteil z. Wascher 6 (500 mm x 1200 mm)		AFsch 496
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rhein.		Op. 65		
DIN-Format A4 (210 x 297)		20.10.32		