

Copy 1

FIAT FINAL REPORT NO. 513

UNCLASSIFIED

**HYDROGEN AND METHANE PRODUCTION
FROM COKE OVEN GAS I. G. FARBENINDUSTRIE**

A. G. HOCHST A/MAIN

Reed, Frank Jr

WARNING: Some products and processes described in this report may be the subject of U.S. patents. Accordingly, this publication cannot be held to give any protection against action for infringement.

UNCLASSIFIED

JOINT INTELLIGENCE OBJECTIVES AGENCY

WASHINGTON, D. C.

<i>JUL</i>	
REC'D.....	1946
TIIC L.F. & L. S-C.	

OFFICE OF MILITARY GOVERNMENT FOR GERMANY (U.S.)
Office of the Director of Intelligence

FIAT FINAL REPORT NO. 513

15 November 1945

STUDY OF
HYDROGEN AND METHANE PRODUCTION FROM COKE OVEN GAS
I.G. FARBENINDUSTRIE A.G.
HOCHST A/MAIN

BY

FRANK H. REED

JOINT INTELLIGENCE OBJECTIVES AGENCY

FIELD INFORMATION AGENCY, TECHNICAL

66 p. incl. Diagrams.

TABLE OF CONTENTS

<u>Subject</u>	<u>Page No.</u>
Object	1
Summary	1
Brief Description of Process	1
Yields	3
Power Requirements	3
Costs	3
Appendix A	4
Table of Contents of Appendix A (In German)	4
Description of Contents in Appendix A:	
A. Basis of the Method	6
B. Chemical and Physical Principles	7
1. Illuminating Gas	7
2. Returned Methane	8
3. Liquor Wash	9
4. Hydrogen	10
5. Methane	10
6. Residual Gas	13
7. Nitrogen	14
C. Description of Works	15
1. Raw Gas - Compressor and Pressure Water Wash	15
2. Liquor Wash	18
3. Countercurrent cooler and raw gas NH ₃ precooler	20
4. Separating Equipment	21
a) Equipment	21
b) Method of Working	23
I. Apparatus Parts 1-10	23
II. Nitrogen Evaporator	25
III. Methane Columns	26
IV. Nitrogen Part of the Separating Apparatus	28

<u>Subject</u>	<u>Page No.</u>
5. Nitrogen Refrigeration	29
6. NH ₃ - Refrigeration	31
7. Returned Methane Plant	32
8. Gas Distribution	34
a) Hydrogen	34
b) Methane	34
c) Residual Gas	34
d) Exhaust Flow and Exhaust Container	35
e) Nitrogen	35
f) Containers	36
9. Refrigerating	36
10. Warming of the Separating Apparatus	38
D. Plant Control	41
I. Molecular Weight Determination	41
II. Temperature Measurement	42
III. Pressure Measurement	44
IV. Liquid Level Indicator	45
V. Quantity Measurements	46
VI. Analytical	47
E. Practice Since Taken Into the Plant	48
Tracings:	
Sketch 1 - Works Plan - Linde Plant	60
Sketch 2 - Works Plan - Linde Plant	61
Sketch 3 - Plan of the Ammonia Refrigerating Plant	62
Sketch 4 - Works Plan of the Separation Equipment	63

PERSONNEL OF TEAM

L. D. Schmidt, Civ., JIOA
Frank H. Reed, Civ., JIOA.

HYDROGEN AND METHANE FROM COKE OVEN GAS

I. G. FARBENINDUSTRIE A. G.

HÖCHST A/MAIN.

Object: To obtain information in regard to the production of
~~chemicals from coke oven gas~~ ~~Ruhrgas from the Grid.~~

Summary: Pure hydrogen (98.2%) and pure methane (98.4%) are obtained by passing coke oven gas through a Linde separation plant. 52% of the raw gas from the grid is recovered as hydrogen and 16% as methane. The remaining 30%, including propane and butane fractions, is returned to the grid.

Complete operating directions for the equipment are given (in German) in the Appendix. These directions are accompanied by four figures showing flow diagrams of the layout of the plant.

Brief Description of Process

Dr. Friedrich Rothweiler was interviewed and the following information was obtained:

Coke oven gas produced in various parts of Germany is led into a grid which is a large pipe supply line through which gas is pumped for the larger industrial centers in Germany. The gas is maintained in this grid at a pressure of from 6 to 15 atmospheres.

In the I.G. Farbenindustrie plant at Höchst, Ruhrgas from the grid is expanded to a pressure of 1.5 atmospheres, led into a threestage piston compressor and compressed back to a pressure of 15 atmospheres. This round-about procedure was necessary because of lack of suitable equipment to transfer the Ruhrgas directly from the grid to the compressor at pressures higher than 1.5 atmospheres. The compressor was originally designed for an intake pressure at 1 atmosphere.

After the gas is compressed to 15 atmospheres, it is washed with water by a countercurrent process in a column packed with 35 mm. Raschig rings.

As taken from the grid the gas contains 2 to 3% of carbon dioxide by volume. The water washing process decreases the carbon dioxide content of the gas to about 0.2% by volume in the winter time and to from 0.3 to 0.4% in the summer.

The wash water under 15 atmospheres pressure is released through a turbine to pump water to the top of the column in the circulating system. This use of the wash water reduces by 40% the electricity necessary for the circulating system. After passing through the turbine the water is wasted. A small amount of gas dissolved in the water is wasted also.

After removal of the carbon dioxide the gas is then passed through two columns, each packed with similar raschig rings. In the first of these columns is circulated a caustic soda solution having a content of 3 to 5% sodium hydroxide while in the second column is circulated an 8 to 10% solution of sodium hydroxide. The small amount of carbon dioxide remaining in the gas gradually reduces the caustic soda content of the first column to 1.5% and in the second column to 3 to 5%. When the caustic soda content of the first column reaches 1.5%, the solution is pumped out as waste material. Then the solution in the second column is pumped into the first and a caustic soda solution of approximately 10% sodium hydroxide is placed in circulation in the second column. This caustic soda washing process removes practically all of the carbon dioxide left in the gas.

From the caustic soda washing process, the gas is led through a complex Linde Liquifying Plant for the purpose of separating pure hydrogen and pure methane. The gas is led first through a heat exchanger where it is cooled to 0°C. It is then led through a tower, cooled by liquid ammonia, in which column the vapor from the liquid ammonia cools the gas to a temperature of -40 to -45°C. This liquid ammonia cooling system has a capacity of 30,000 Kg. cal/hr and removes practically all of the water.

After removal of the water, the gas is passed into the separating apparatus. First it goes through the heat exchanger where the hydro carbons, propane and butane, are removed by liquifaction. These hydro carbons, after removal, are evaporated, expanded under pressure and returned to the residual gas and sent back to the grid. While these gases are in a suitable form for bottling as fuel the production in the Höchst Plant is considered too small to make it profitable for the sale of them as bottle gas. Production at the Höchst Plant runs from 1,000 to 1,200 Cu.M. per hour. If the production were ten times this amount, the management would consider it profitable to bottle and sell the propane butane mixture commercially.

After removal of the bottle gas the remaining gas is sampled and passed through another tower, cooled by liquid methane. First, the ethylene and ethane are liquified and removed. Then the gases are cooled further by liquid methane for the purpose of removing the carbon monoxide which carries with it some liquid methane. The gas is then passed through a column, cooled by liquid nitrogen which is allowed to boil under normal pressure. This is followed by a tower

in which the nitrogen is allowed to boil under vacuum and in which a temperature of -207°C is reached. In this equipment all of the gases, with the exception of hydrogen, are removed. The hydrogen taken at this stage has a purity of 98.2%. The other 1.8% is composed of carbon monoxide and nitrogen. The hydrogen is returned back through the heat exchanger. The methane liquified in the last column goes back through a heat exchanger and is separated as methane having a purity of 98.4%.

Yields

Approximately a thousand cubic meters of Ruhrgas per hour are put through the system. The Ruhrgas has a calorific value of 4000 Cal/M^3 . From this are obtained 520 cubic meters of pure hydrogen and 180 cubic meters of pure methane. The other 300 cubic meters are known as the Rest gas, which is returned to the grid.

Power Requirements

5 stage nitrogen compressor	110 Kw.
Nitrogen vacuum pump	25 Kw.
Raw gas compressor	280 Hp.
Nitrogen compressor	300 Hp.
Ammonia compressor	64 Hp.
Nitrogen vacuum	74 Hp.
Pump for the water cooler	140 Hp.
Pump for circulating caustic soda	2.5 Hp.
A fresh liquor caustic soda	10 Hp.

Note: The pump for the water cooler circulates from 170 to 190 cubic meters per hour.

Costs

100 cubic meters of Ruhrgas costs from 2.6 to 6.7 Rm.
 1,000 Cu.M. of water (Main River) 10 Rm. 100 Kwh - 1.9Rm.

The total cost of 100 Cu.M. of methane is about 16 Rm.

The hydrogen is considered as a by-product in the operation. It is credited at the rate of 2.20 Rm. per hundred Cu.M. hydrogen. The Rest gas is credited at the rate of 2.05 Rm. per hundred Cu.M.

APPENDIX A

I.G. HOCHST

ZW-Fabrik

Betriebsbeschreibung der Linde-Anlage-W-1-Methylbetrieb 556

	<u>Inhaltsangabe</u>	<u>Seite</u>
A	Grundzug des Verfahrens	6
B	Chemische und physikalische Grundlagen	7
	1. Leuchtgas	7
	2. Rückmethan	8
	3. Laugewäsche	9
	4. Wasserstoff	10
	5. Methan	10
	6. Restgas	13
	7. Stickstoff	14
C.	Betriebsbeschreibung	15
	1. Rohgas-Verdichter und Druckwasserwäsche	15
	2. Laugewäsche	18
	3. Gegenstromkühler- und Rohgas-NH ₃ -Vorkühler	20
	4. Trennapparat	21
	a) Apparatur	21
	b) Arbeitsweise	23
	I) Apparate-Teile 1-10	23
	II) Stickstoff-Verdampfer	25
	III) Methan-Säule	26
	IV) N ₂ -Teil des Trennapparates	28
	5. N ₂ -Kälte	29
	6. NH ₃ -Kälte	31
	7. Rückmethan-Anlage	32
	8. Gas - Verteilung	34
	a) Wasserstoff	34
	b) Methan	34
	c) Restgas	34
	d) Ausblas-Leitungen u. Ausblastopf	35
	e) Stickstoff	35
	f) Behälter	36

Inhaltsangabe

Seite

9. Das Kaltfahren	36
10. Das Anwärmen des Trennapparates	38
<hr/>	
D. Betriebskontrolle	41
I. Mol. Gewichtswaage	41
II. Temperatur-Messung	42
III. Druck - Messung	44
IV. Die Anzeige des Flüssigkeitsstandes	45
V. Mengen-Messung	46
VI. Analytisches	47
E. Erfahrungen seit Inbetriebnahme	48

A., Grundzug des Verfahrens

Leuchtgas wird auf 15 atü verdichtet und zur Reinigung unter diesem Druck mit Wasser und Natronlauge gewaschen. Das gereinigte feuchte Leuchtgas wird in einem Gegenstromkühler durch die zerlegten kalten Gase des Trennapparates und in einem Kühler mit verdampfendem Ammoniak vorgekühlt. Das durch Ausfrieren von Wasser befreite und vorgekühlte Leuchtgas tritt in den Trennapparat ein, in welchem es nach dem Verfahren der Gesellschaft für Linde's Eismaschinen A.G. mit Hilfe von flüssigem, teils unter Vakuum verdampfendem N_2 stufenweise verflüssigt und in reinen H_2 , reines CH_4 und ein Restgas zerlegt wird.

Der erzeugte H_2 fällt unter 15 atü Druck an und wird in einem druckfesten Kugelbehälter gespeichert, von wo aus er an die Verbraucher abgegeben wird.

Das unter Atü-Druck anfallende Methan wird in einen nassen Gasometer gespeichert.

Das gleichfalls unter Atü-Druck anfallende Restgas wird zur Erreichung eines bestimmten Heizwertes mit H_2 vermischt und zur weiteren Verteilung an die Verbraucher in das Gaswerk zurückgeleitet.

Kapazität der Anlage:

In der Anlage können maximal 1000 cbm/Std. Rohgas verarbeitet und daraus erzeugt werden:

Wasserstoff	500	cbm/Std.	mit einer Reinheit von 98,5%,
Methan	207	" " " "	" " " 98,5%
Restgas	243	" " "	einem mittleren Heizwert von 4800-5000 Kal/cbm.

50 cbm/Std. (= 5 Vol.%) gehen durch das Auswaschen von CO_2 und anderen wasserlöslichen Verbindungen und durch die unvermeidlichen geringen Verluste an Undichtigkeiten der Apparatur verloren.

Gleichzeitig können noch weitere 60 cbm/Std. Abgas aus der Methanchlorierung (das sogen. "Rückmethan") mit dem Leuchtgas zusammen zerlegt und daraus

40 cbm/Std. CH_4 und
20 cbm/Std. Restgas

gewonnen werden.

B.) Chemische und physikalische Grundlagen

1.) Durchschnittliche Zusammensetzung des Rohgases

	Vol. %	Mol. Gewicht	Mol. %	Liter Gewicht	Litergew. %
Wasserstoff	54,0	2,02	1,09	0,089987	0,0484
Methan	24,6	16,03	3,94	0,7168	0,1762
Kohlenoxyd	6,5	28,00	1,82	1,2502	0,0812
Kohlendioxyd	2,5	44,00	1,10	1,9768	0,0494
Aethan	1,3	30,05	0,39	1,3564	0,0176
Aethylen	2,4	28,02	0,67	1,2604	0,0311
Benzol	0,4	78,06	0,31	3,482	0,0139
Sauerstoff	0,5	32,00	0,16	1,4289	0,0071
Stickstoff	7,8	28,016	2,18	1,2505	0,0974
	100,0		11,66		0,5223
			= mittleres Mol. Gewicht		= mittleres Litergewicht oder 0,4030 be- zogen auf Luft = 1

Für ein einwandfreies Arbeiten des Trennapparates ist eine möglichst gleichmässige Zusammensetzung des Rohgases erforderlich, die von der aus obiger Tabelle hervorgehenden Dichte von etwa 0,4 nur in ganz engen Grenzen abweichen darf. Das Rohgas wird im Gaswerk auf das geforderte spez. Gewicht durch Dichteschreiber kontrolliert. Vor dem Eintritt in den Trennapparat, d.h. befreit von wasserlöslichen und alkalilöslichen Verbindungen (in der Hauptsache CO_2 , H_2S und schwere K.W.) und von Wasser, wird das Rohgas mit der Mol.-Gewichts- waage gemessen. Es hat dann folgende Zusammensetzung und mithin folgendes Mol.-Gewicht:

	<u>Vol.%</u>	<u>Mol.Gew.</u>	<u>Mol.%</u>
<u>Wasserstoff</u>	55,7	2,02	1,125
<u>Methan</u>	25,4	16,03	4,07
Kohlenoxyd	6,7	28,00	1,875
Aethan	1,3	30,05	0,39
Aethylen	2,5	28,02	0,70
Sauerstoff	0,5	32,00	0,16
Stickstoff	7,9	28,016	2,21
	<u>100,0</u>		<u>10,53</u> = mittleres Mol.-Ge- wicht

2.) Durchschnittliche Zusammensetzung des Rückmethans.

Methan	90,0 Vol.%
Stickstoff	5,0 "
Chlorierungs-K.W.	5,0 "

100,0 Vol.%

Die Chlorierungs-Produkte werden unter 16 ata Druck durch Ausfrieren und Auswaschen restlos entfernt. Von je 100 cbm Rückmethan gehen in das Rohgas (100-5) = 95 cbm mit folgender Zusammensetzung ein:

		Mol.Gew.	Mittl.Mol.-Gew.
Methan	94,72	16,03	15,21
Stickstoff	5,32	28,00	1,47
			16,68

Bei einer Ansaugleistung des Rückmethan-Verdichters von 38 cbm/Std. erhöht sich das Mol.-Gewicht des Rohgases vor dem Trennapparat je nach Ansaugleistung des Rohgasverdichters:

	cbm/Std.	Vol.%	Mol.-Mol.% Gew.	cbm/Std.	Vol.%	Mol. Gew.	
Rohgas	500	92,95	10,53	9,80	1000	96,34	10,53
Rückmethan	38	7,05	16,68	1,77	38	3,60	16,68
	538	100,00		1038	100,0		
		mittl.Mol.Gew.	10,97			mittl.Mol.Gew.	10,74

3.) Lauge-Wäsche:

Theoretischer Verbrauch an NaOH

100 cbm Rohgas, in der Druckwasserwäsche von CO₂ befreit bis

auf einen Rest von	0,1 Vol.%	0,2 Vol.%	0,3 Vol.%
			CO ₂
verbrauchen kg NaOH			
100%ig	0,358	0,715	1,075

Der praktische Lauge-Verbrauch ist von der Wirksamkeit der Druckwasser-Wäsche (Widerstand des Turmes, Verteilung und Grösse der Füllkörper) abhängig und beträgt im günstigen Falle, d.h. bei kaltem Wasser (+6°C) bei einem Durchsatz an Rohgas von 900 cbm/Std. rund 0,52 kg NaOH als 8%ige Lauge; das entspricht einer CO₂-Konzentration von 0,146% CO₂ im Rohgas hinter der Druckwasserwäsche. Die Lauge wird dabei zu 95 % ausgenutzt.

4.) Wasserstoff:

Die Reinheit des Wasserstoffes ist abhängig von der im N_2 -Vakuum-Verdampfer erreichten Temperatur, wie aus folgender Tabelle hervorgeht:

T abs.	t °C	N_2		CO	
		abs. Druck kg/cm ²	Teildruck in H ₂ v. 16 ata	abs. Druck kg/cm ²	Teildruck des H ₂ v. 16 ata
63°	-210	0,1	0,62	0,06	0,375
64°	-209	0,14	0,87	0,07	0,437
65°	-208	0,16	1,00	0,086	0,537
66°	-207	0,19	1,19	0,100	0,625

Der H₂ verlässt den N_2 -Vakuum-Verdampfer mit -209°C und mithin mit folgender Zusammensetzung:

	Vol. %	g/l	g/l/%
H ₂	98,5	0,08987	0,0885
N ₂	1,0	1,2501	0,0125
CO	0,5	1,2505	0,0063

0,1073 g/l

mithin spez. Gewicht 0,0831 bezogen
auf Luft = 1.

5.) Methan:

s.nächste Seite.

Formel	Mol.	Siedepunkt bei 760 mm		Siedepunkt bei ata		Schmelzpunkt		Verdampfungs- wärme	
		abs.	°C	°C	°C	abs.	°C	Kcal/kg	Kcal/cbm 1 ata
CH ₄	16,03	111,8	-161,4	-157°	-155,5°	90,2	-183°	124,5	81,6
C ₂ H ₄	28,03	169,3	-103,9	-100°	-96°	103,8	-169,4	118,0	135
C ₂ H ₆	30,05	184,9	-88,3	-95°	-81°	101,1	-172,1	125	154

Methan wird in der Methan-Säule unter Belutterung mit CO-N₂-haltiger Waschlüssigkeit rektifiziert. Aus obiger Tabelle ist zu ersehen, dass bei der durchschnittlichen Siedetemperatur von -155° das in den CH₄-Verdampferraum eingebrachte höher siedende C₂H₄ und C₂H₆ in Rückstand bleibt, d.h. in das produzierte Reinemethan mit abreguliert wird.

Methan fällt deshalb mit einer Reinheit von 98,4% und mit folgenden Verunreinigungen an:

Formel	Vol. %	Mol. Gew.	Mol. / %
CH ₄	98,4	16,03	15,80
C ₂ H ₄	0,6	28,00	0,168
C ₂ H ₆	0,4	30,00	0,084
CO	0,2	28,00	0,056
N ₂	0,4		0,112

16,22 = Mol. Gew. des
Methans beim Austritt aus dem Trenn-
apparat.

Die Verunreinigung mit leichtsiedendem CO-N₂ ist unerheblich und steigt nur bei gelegentlicher Störung des Rektifikations-Vorganges in der CH₄-Säule an.

Die Verunreinigung mit $C_2H_4 + C_2H_6$ ist zwangsläufig dadurch gegeben, dass aus der C_2H_4 -Säule kein C_2H_4 -freies CH_4 in die CH_4 -Säule eingebracht werden kann. Ausserdem gelangen noch geringe Mengen $C_2H_4 + C_2H_6$ aus der im Roh- CH_4 -Abscheider anfallenden Flüssigkeit in den CH_4 -Verdampfer. Wie aus der folgenden Tabelle zu entnehmen ist, sind im Rohgas hinter dem C_2H_4 -Abscheider noch rund 0,3% $C_2H_4 + 0,1\%$ C_2H_6 im Rohgas enthalten; diese Mengen können noch grösser werden, wenn die Temperatur 6 (Rohgas hinter C_2H_4 -Abscheider) vorübergehend wärmer wird.

Temperatur 6 °C	C_2H_4		C_2H_6	
	Dampfdruck abs. kg/cm ²	Teildruck im Rohgas 16 ata	Dampfdruck abs. kg/cm ²	Teildruck im Rohgas v. 16 ata
-130°	0,16	1,0	0,058	0,362
-135°	0,098	0,61	0,035	0,219
<u>-140°</u>	0,060	<u>0,375</u>	0,020	<u>0,125</u>
-145°	0,036	0,225	0,011	0,069
-150°	0,020	0,125	0,0054	0,034
-155°	0,011	0,0695	0,0027	0,017
-160°	0,0052	0,0325	-	-

Da auch ein geringer Gehalt an C_2H_4 im CH_4 in der Chlorierung störend wirkt, muss dieser Anteil nach Zumischen von H_2 durch Hydrieren über Ni-Kontakte in C_2H_6 überführt werden, wobei es möglich ist, dass das gebildete C_2H_6 sich weiterhin in 2 Mole CH_4 aufspaltet. Das in den Gasometer bzw. in die Chlorierung gelangende CH_4 hat von der Hydrierung her noch einen Gehalt von 0,5-1 Vol.% H_2 und folgende Zusammensetzung:

CH_4	98,4	Vol. %
C_2H_6	0,3	"
H_2	0,9	"
CO	0,1	"
N_2	0,3	"

100,0 "

Das CH_4 ist frei von Schwefel. Die Lebensdauer des Ni-Kontaktes wird stark herabgesetzt, wenn der C_2H_4 -Gehalt in CH_4 bei Störungen im Trennapparat über den Normalgehalt steigt, sodass der beigemischte H_2 zur Hydrierung nicht mehr ausreicht und C_2H_4 unter Abscheidung von Kohlenstoff thermisch gespalten wird. Dieser Kohlenstoff setzt sich auf der Oberfläche der Kontaktmasse ab und vermindert deren Wirksamkeit sehr stark. Durch Einbau eines CH_4 -Dichteschreibers, der laufend den C_2H_4 -Gehalt durch die Zunahme des Mol.Gew. über 16 anzeigt, ist es möglich, den Wasserstoff in der jeweils ausreichenden Menge beizumischen, sodass keine thermische Spaltung unter Kohlenstoffabscheidung mehr auftreten kann.

6.) Restgas.

Durchschnittliche Zusammensetzung des Restgases.

		Vol.%	WE/cbm	WE/%
Methan	CH_4	18,5	8562	158 500
Aethylen	C_2H_4	9,0	13939	125 500
Aethan	C_2H_6	5,5	14350	79 000
Kohlenoxyd	CO	28,0	3034	85 000
Stickstoff	N_2	33,0	-	-
Sauerstoff	O_2	0,5	-	-
Wasserstoff	H_2	5,5	2570	14 130

462 130 WE
 = 4600 WE/cbm
 Restgas

Das Restgas wird in die Gasfabrik zurückgeleitet. Da es mit 4600-5000 WE/cbm einen unzulässig hohen Heizwert besitzt, muss es mit Wasserstoff verdünnt werden.

100 cbm Restgas	460 000 WE	
50 " Wasserstoff	127 500 WE	
<u>150-cbm-Mischgas</u>	<u>587 500 WE</u>	= 3920 WE/cbm

Als Mindestzusatz von H₂ zum Restgas-Gasfabrik sind 50% H₂ erforderlich, damit ein Heizwert von 4000 WE/cbm nicht überschritten wird.

7.) Stickstoff.

Als Kältemittel im Trennapparat dient Rein-Stickstoff, der in der Linde-Luftzerlegungsanlage in CH 78 erzeugt wird und praktisch wasserfrei ist.

Mol. Gew.	Schmelz- punkt	1,3 ata	S i e d e p u n k t °C		
			1,0 ata	0,14ata =654 mm QS	0,16ata =638 mm QS

Stickstoff	28,02	-209,9°	-193°	-195,8°	-209°	-208°	-207°
Sauerstoff	32,00	-218,4°	-180°	-182,9°	-198°	-197°	-196°

Der Betriebsdruck im N₂-1 ata - Verdampferraum beträgt im Durchschnitt 0,3 atü, entsprechend einer Siedetemperatur des Rein N₂ im N₂-1 ata-Verdampferraum von -193°C.

Die Temperatur im Vakuum-Verdampfer richtet sich nach der Höhe des im Verdampfer erreichten Vakuums. Wie aus obiger Tabelle zu ersehen ist, müsste man ein Vakuum von 654 mm QS erzeugen, um auf eine Temperatur von -209°C zu kommen, wenn der flüssige N₂ rein wäre. Der Siedepunkt wird aber durch Beimengung von O₂ stets etwas herabgedrückt, da in den Vakuum-Teil des N₂-Kreislaufes Luft von aussen eindringt. Bei einem O₂-Spiegel von 1,5-2,0% im N₂ muss ein Vakuum von

ca. 680 mm QS gehalten werden, um die Betriebstemperatur des N_2 -Vakuum-Verdampfers auf $-209^{\circ}C$ zu halten. Ausserdem muss der im Kreislauf befindliche N_2 nach Abblasen eines N_2 -Teilstromes hinter der Vakuum- N_2 -Pumpe ständig durch Zufuhr von reinem N_2 soweit erneuert werden, dass der O_2 -Spiegel auf 1,5-2% O_2 gehalten wird. Ein höheres Vakuum und damit eine tiefere Temperatur als $-209^{\circ}C$ im Vakuum- N_2 -Verdampfer muss vermieden werden, da der N_2 bereits bei $-210^{\circ}C$ gefriert.

C.) Betriebsbeschreibung.

1.) Rohgas-Verdichter und Druckwasserwäsche.

a) Apparatur. (Skizze No.1)

- (1) Rohgasleitung von Gasfabrik, 150-mm ϕ , Hauptabsperrschieber bei S 60. Druckregler (Bamag) für Reduktion des Druckes von 100 cm WS auf 60 cm WS.
- (2) Nassgasuhr für 600 cbm/Std. (Schirner, Richter & Co.) Rohgasleitung zwischen Uhr und Verdichter 200 mm ϕ mit Absperrschieber auf Bühne Ostseite S 55.
- (3) Rohgas-Zwischengasometer, 50 cbm, mit von Glockenhub gesteuertem Einlassschieber und elektrischem Relais bei Tiefstand der Glocke zum Ausschalten des Verdichtermotors bei Gasmangel.
- (4) 3-stufiger liegender Rohgasverdichter (Maschinenfabrik Sürth) für max. 1000 cbm/Std. Ansaugleistung bei 190 U/Min: 1. Stufe 2,5 atü, 2. Stufe 7,5 atü, 3. Stufe 15 atü. Regulierung der Ansaugleistung 1000 bis 700 cbm/Std. durch entsprechendes Abheben des Druckventils der ersten Stufe bzw. Regulierung der Verdichtung in der ersten Stufe zwischen 1,1 und 2,5 atü. Weitere Verringerung der Ansaugleistung unter 700 cbm/Std.

durch Umgangsregulierung zwischen Endstufe und Ansaugseite. Kühler: Hinter den beiden ersten Stufen Röhrenkühler; Endstufe Schlangenkühler im Wasserbad. Antrieb: Siemens Schuckert 3000 Volt W. Str.-Motor 35 Amp. $\cos \varphi = 0,83$; 740 U/Min.

(H-15,5 mm)

- (5) ~~Druckwasser-Wäsche; Druck-Kolonnen aus Schmiedeeisen; Füllung: 35er Porzellanringe, Rückschlagventil im Gaseingang. (6, 7, 8) Pumpenaggregat auf gemeinsamer Welle.~~
- (6) S.S.-Motor 3000 Volt, 13,3 Amp. 1480 U/Min. $\cos \varphi = 0,83$.
- (7) 6-stufige Kreiselpumpe (Sulzer), Leistung: 16,6 l/Sek. bei manometrischer Förderhöhe von 170 m WS, 1450 U/Min.
- (8) Abwasser-Turbine (Voith, Heidenheim) zur Rückgewinnung der im Druckwasser vorhandenen Energie.
- (9) Entgasungskessel (ca. 1200 l Inh.)
- (10) Entgasergasleitung 70 \emptyset mit Wasserverschluss (20 cm WS) und Nassgasuhr. Rückleitung \emptyset 70 mm in das Rohgas vor Rohgasverdichter.

b) Arbeitsweise.

Gasförderung von der Gasfabrik durch Gebläse. Der Druck am Gebläse im Gaswerk ist ca. 150 cm WS, der Druck am Ende der Leitung: in S 56 (Gasuhrenhaus) ist 100 cm WS, der durch den Bamag-Regler-(1) auf 70 cm WS herabgesetzt wird, bevor das Gas in die Gasuhr eintritt. Von dieser wird das Rohgas in einer 150er-Leitung über den Rohgaszwischenzähler zur Saugseite des Rohgasverdichters geführt. Die Glocke des Zwischenzählers ist mit dem Eingangsschieber mechanisch so gekuppelt, dass beim höchsten Glockenstand der Schieber schliesst und damit die weitere Gaszufuhr sperrt. Umgekehrt öffnet der Schieber umso mehr, je mehr die Glocke absinkt, bis sich während des Betriebes ein stationärer Zustand eingestellt hat. Bei etwa entretendem Gasmangel (z.B. Ausfall des

Gebüses im Gaswerk) sinkt die Glocke unter den Normalstand und betätigt dadurch ein Relais, welches den Motor des Rohgas-Verdichters auswirft.

Im Rohgas-Verdichter wird das Rohgas in 3 Stufen auf 15 atü verdichtet. In 3 Kühlern wird die Verdichtungswärme jeder Stufe abgeführt; das in den Abscheidern dieser Kühler anfallende Kondensat (Wasser, Benzolhomologe, Naphtalinöl) wird stündlich abgelassen und im ehemaligen Benzollagergefäß gesammelt.

Das verdichtete Rohgas tritt dann über ein Rückschlagventil von unten in die Druckwasser-Wäsche ein, in der es mit Wasser gleichen Druckes berieselt und in der hauptsache von CO_2 und H_2S befreit wird. Dabei werden gleichzeitig die in untergeordneter Menge noch im Rohgas vorhandenen schwefel- und stickstoffhaltigen Körper (z.B. CS_2 , Rhodan, Mercaptan, Thiophen, Naphtalin u.ä.) entfernt. Das Rohgas verlässt die Druckwasser-Wäsche mit einem Gehalt von 0,1 bis 0,2 Vol.-% CO_2 und einem S-Gehalt von 16/mg/cbm.

Das Waschwasser wird über eine Wasseruhr der Mainwasserleitung entnommen, in der 7-stufigen Sulzer-Pumpe von 2,5 atü auf 17 atü (2 Manometer) verdichtet, über ein Rückschlagventil auf den Waschturm gedrückt und aus dem Sumpf der Druckwasser-Wäsche so abreguliert, dass der in einem druckfesten Schauglas (Phoenix) sichtbare Stand des Sumpfes konstant bleibt. Für die Menge des erforderlichen Waschwassers ist massgebend der Durchsatz an Rohgas einerseits und die Temperatur des Wassers andererseits; die Menge wird bemessen nach dem CO_2 -Gehalt des Rohgases hinter der Druckwasser-Wäsche, das 0,3% CO_2 nicht überschreiten soll.

Für 100 cbm/Std. Rohgas werden gebraucht:

z.B. bei 5°C Wassertemperatur	7,0 cbm/Std.
bei 21°C " " "	10,0 " "

Um die dem Druckwasser innewohnende Energie zurückzuge-

winnen, wird das Regulierventil, welches das Wasser passiert, auf eine Voith-Turbine aufgegeben, die mit Pumpe und Motor auf einer gemeinsamen Welle sitzt und den Motor der Druckwasserpumpe durch die in ihr zurückgewonnene Energie (ca. 40% der aufgewendeten Energie) entsprechend entlastet.

Das entspannte Wasser läuft in den Entgasungskessel (9) und von hier in den Entgasungsschacht, der über Dach entlüftet und dessen Deckel gasdicht verschlossen ist. Das weitgehend entgaste Wasser läuft über einen Wasserverschluss in den Abwasserkanal. Turbine und Entgasungskessel sind mit der Entgasergasleitung verbunden, welche die beim Entspannen des Druckwassers teilweise frei werdende Gasmenge über einen Wasserverschluss und eine Nassgasuhr im Uhrenhaus S 56 wieder in die Rohgasleitung vor dem Rohgasverdichter zurückführt.

2.) Lauge-Wäsche.

a) Apparatur.

- (11) Laugewäsche 1: Unterteil $\varnothing = 1000$, $H=2400$, Oberteil $\varnothing=400$, $H=5000$, 25er Eisenringe.
- (12) Lauge-Umlaufpumpe: einstufig (Sulzer) Leistung: 5,6 l/Sek. bei manometrischer Förderhöhe v. 10 m WS, direkt gekuppelt, mit 220 Volt-Motor, 8 Amp. 1450 U/Min.
- (13) Laugewäsche 2: wie (11).
- (14) Pumpe: wie (12).
- (15) 7-stufige Laugefüllpumpe (Sulzer) Leistung: 1,4 l/Sek. bei manometrischer Förderhöhe von 180 m WS, Antrieb: 320 Volt-Motor 31 Amp. 2900 U/Min.
- (16) Laugevorratsbehälter, Inhalt 3 cbm.

b) Arbeitsweise.

Das aus Druckwasser-Wäsche austretende Rohgas passiert nacheinander die beiden Laugewaschtürme, in denen es durch Berieseln mit verdünnter Natronlauge von den letzten Resten CO_2 und sauren Bestandteilen befreit wird. Dabei nimmt der erste Wäscher die Hauptmenge CO_2 auf, während der zweite Wäscher nur noch Spuren CO_2 neutralisiert und in der Hauptsache als Sicherheitswaschturm dient, wenn beim Ablassen der verbrauchten Lauge des 1. Wäschers die Berieselung nicht mehr genügend ist. Der Gehalt an freier Natronlauge wird laufend geprüft; ist er durch Soda-bildung im ersten Wäscher auf weniger als 0,5% NaOH herabgesunken, dann wird die Sodalauge durch den Ablasschieber in den Kanal gelassen und danach durch entsprechende Schieberstellung mit der Laugepumpe II (12) die Natronlauge aus dem zweiten Wäscher in den ersten hindbergepumpt. Sobald wieder frische Lauge im ersten umgepumpt wird, kann der zweite Wäscher aus dem Laugevorratsgefäß mit frischer Lauge nachgefüllt werden. Das geschieht mit Hilfe der 7-stufigen Laugefüllpumpe (15), welche gegen den Rohgasdruck arbeitet. Hat die frische Lauge im Schauglas des 2. Wäschers den normalen Stand erreicht, so wird die Laugefüllpumpe gestellt und auch im 2. Wäscher die Lauge wieder umgepumpt.

Die Schieber in der Druckleitung hinter den Pumpen dürfen nur 2 1/2 bis 3 Umdrehungen geöffnet werden, weil bei zu starker Laugeförderung Stauung in der Füllkörpersäule und Ueberreißen von Lauge eintreten kann. Die aus dem zweiten Wäscher übergerissene Lauge würde den Rohgasgegenströmer verlegen; um dies gegebenenfalls zu verhüten, ist hinter dem zweiten Wäscher ein zyklon-artig arbeitender Lauge-scheider eingebaut, welcher so hoch liegt, dass etwa übergerissene Lauge über ein Schauglas in den Sumpf des Wäschers zurückfließen muss, bevor sie in der Rohgasleitung mit fortgerissen werden kann.

Die Lauge wird in S 55 angesetzt und im Sommerhalbjahr auf ca. 12% NaOH, in der kalten Jahreszeit auf nur 8% NaOH eingestellt.

3) Gegenstromkühler- und Rohgas-NH₃-Vorkühler.

a) Apparatur

- (17) 2 wechselseitig betriebene Gegenstromkühler (Linde); stehende Röhrenbündelkühler; Rohgas im Aussenraum; Zerlegungsprodukte in 3 getrennten Röhrenbündeln. Rohgas-Umschaltventil; 3 Umschaltventile für H₂, CH₄ und Restgas, Wasserabscheider mit Wasserablass; Ausblasventile zur Ausblaseleitung in den Ausblasetopf.
- (18) 2 wechselseitig betriebene Gegenstromkühler (Linde). Stehende Röhrenkühler mit unter Vakuum bei ca. -40° verdampfendem NH₃ betrieben. Rohgas-Wechselventile, Ausblasventile in die Ausblasleitung.

b) Arbeitsweise.

Das aus dem zweiten Laugewäscher austretende feuchte Rohgas wird im Gegenstrom zu den kalten, getrennten Gasen im Aussenraum auf -30°C abgekühlt, wobei das Wasser ausgefroren wird. Sobald die Druckdifferenz zwischen Rohgas-Eingang und Ausgang 0,6-0,8 atm überschreitet, muss der betr. Ast des Gegenströmers gewechselt werden. Rohgas sowohl wie die getrennten Gase werden auf den zweiten Ast des Gegenströmers umgeschaltet, sodass das Gas dann in umgekehrter Richtung den vereisten Gegenströmer-Ast aurtaut und dann erst in den frischen Gegenströmer-Ast eintritt, in welchem es seine Wärme an die getrennten Gase abgibt. Aus dem tauenden Ast des Gegenströmers muss das abgeschmolzene Wasser stündlich sowohl über den Wasserabscheider als auch über die Ausblasventile am Boden abgelassen werden, bis Gas austritt. Das Schmelzwasser aus den Ausblasventilen sammelt sich im Ausblastopf, aus dem es von Zeit zu Zeit ins Freie abgelassen wird. Ein Gegenstromkühler ist im Durchschnitt 12 - 15 Std. in Betrieb.

Das im Gegenstromkühler vorgekühlte Rohgas tritt mit -30° in einen der gleichfalls wechselseitig betriebenen NH₃-Vorkühler ein, in dem das Wasser durch Ausfrieren bei -45° praktisch fast vollständig entfernt wird. Die Betriebsdauer dieser Vorkühler richtet sich nach dem Zustand der vorgeschalteten Gegenstromkühler und beträgt 2 - 4 Wochen. Das Abtauen der im Vorkühler angefrorenen Eismenge

geschieht mit warmen NH_3 aus der NH_3 -Kältemaschine; das Schmelzwasser wird durch die Ausblasventile in den Ausblastopf geblasen.

4.) Trennapparat.

a) Apparatur. (Skizze No.4)

- (1) Warmer Ast) des Rohgasgegenströmers. Rohgas im
- (2) Kalter Ast) Aussenraum.,

Zerlegungsprodukte in den Röhrenbündeln. Flüssigkeitsabscheider am unteren Ende des warmen Astes mit Ablassventil (Kondensat vom warmen Ast) ins Restgas; Flüssigkeitsabscheider am kalten Ast (Propylen-Tasse) mit Regulierventil (Propylenventil) ins Restgas; Ausblasventil. Laugefülleitung mit Eingangsventil in warmen Ast, Lauge-Ueberlauf mit Absperrventil; Laugeablassventil aus warmen Ast, zwischen Mantel und Hemd, aus Kernrohr.

- (3) Drillings-Gegenströmer.
- (4) CH_4 -Verdampfungs-Gegenströmer.
- (5) C_2H_4 -Abscheider, Hampsonmeter, Flüssigkeitsregulierventil (C_2H_4 -Abscheider). Ausblasventil.
- (6) Aethylen-Säule. Hampsonmeter, Widerstandsanzeiger mit Oelfüllung; Manometer, Flüssigkeitsregulierventil, (C_2H_4 -Verdampfer), Sicherheitsventil
Füllung: 15er Cu-Ringe;
Heizung: HD- N_2 -Spirale.
- (7) Methan-Säule; Hampsonmeter für Flüssigkeitsanzeiger im Verdampferraum; Widerstandsanzeiger mit Quecksilberfüllung; Manometer, Messgefäß am Kopf mit Hampsonmeter für Lutter-Flüssigkeit (CO-N_2); Sicherheitsventil; Regulierventil für CH_4 -flüssig aus Verdampfer; Regulierventil für CH_4 -gasförmig aus dem Gasraum unter

der Säule. Ausblasventil. 30 Siebböden aus Kupfer.
Heizung: HD-N₂-Spirale gemeinsam mit Rohgas-Spirale.

- (8) CH₄-Abscheider mit Hampsonmeter, Fl.-Reguliertventil, (CH₄-unrein) zum Abregulieren der Flüssigkeit in die CH₄-Säule; Ausblasventil.
- (9) CO-CH₄-Verdampfungsgegenströmer für Wärme-Austausch zwischen Rohgas vor CO-N₂-Abscheider (10) einerseits und H₂ und CO-CH₄-Flüssigkeit aus Abscheider (10) andererseits.
- (10) CO-CH₄-Abscheider mit Hampsonmeter, Fl. Reguliertventil (CO-CH₄-flüssig) zum Abregulieren der Flüssigkeit auf den Kopf der CH₄-Säule; Fl.-Reguliertventil (CO-CH₄-gasförmig) zum Abregulieren der Flüssigkeit über den CO-CH₄-Verdampfungsgegenströmer in die CH₄-Säule; Ausblasventil.
- (11) N₂-Verdampfer:
 - a) N₂-1 ata-Verdampfererraum (außen) mit Hampsonmeter für fl.-N₂; Manometer 0 - 1,5 atü. HD-N₂-Reguliertventil, (Entspannungsventil) Ausblasventil (Sicherheitsventil).
 - b) Vak.-N₂-Verdampfererraum (innen) mit Hampsonmeter für fl.-N₂; Vak.-Manometer; Reguliertventil für fl.-N₂ über Steigrohr in Vak.-Verdampfer.
 - c) CO-N₂-Sumpf mit Hampsonmeter; Fl.-Reguliertventil (CO-N₂-Sumpf) zum Abregulieren der Flüssigkeit auf den Kopf der CH₄-Säule; Ausblasventil.
- (12) Vakuum-N₂-Gegenströmer für Wärmeaustausch zwischen Teilstrom (Heizstickstoff) des HD-N₂ gegen den austretenden Vakuum-N₂. Sicherheitsventil.
- (13) N₂-Gegenströmer für Wärmeaustausch zwischen Teilstrom des HD-N₂ gegen den austretenden N₂-1 ata.

Sämtliche Apparate-Teile sind in einen zylindrischen, eisernen Blechmantel (\varnothing 2700 mm, Höhe 8250 mm) untergebracht und durch Ausstopfen mit Wolle untereinander und gegen Einstrahlung isoliert. Die Leitungen sind so geführt, dass die

Regulierventile mit verlängerten Spindeln und aussen liegenden Stopfbüchsen in zwei übereinander liegenden Reihen in Bedienungshöhe übersichtlich angebracht sind. Die Ausblasventile sind ebenso auf der Rückseite des Trennapparates in zwei Reihen untergeordnet.

b) Arbeitsweise

I. Apparate-Teile 1-10

Das auf 15 atü verdichtete Rohgas tritt mit -45°C (Temp.1) in den Rohgasgegenströmer ein und gibt seine Wärme an die dort austretenden Zerlegungsprodukte CH_4 , H_2 und Restgase ab. Im warmen Ast (1) wird es auf ca. -80°C abgekühlt, während es den kalten Ast (2) mit -115°C verlässt. Diejenige Bestandteile des Rohgases, deren Taupunkt entsprechend ihrem Teildruck bei der fortschreitenden Abkühlung erreicht wird, fallen jeweils flüssig an und müssen als Flüssigkeit laufend abreguliert werden, damit der Wärmeaustausch der gegenströmenden Gase nicht beeinträchtigt wird. Am unteren Teil des warmen Astes fallen vorzugsweise Butane, Butylene, höhere Homologe und Rest von aromatischen Kohlenwasserstoffen an, welche über das Ventil für "Kondensat vom warmen Ast" ohne Wärmeaustausch (Kälteverlust) direkt in das Restgas abreguliert werden.

In der sogenannten "Propylen-Tasse" am unteren Ende des kalten Astes sammelt sich eine Flüssigkeit, die vornehmlich aus Propylen und Aethylen besteht und über das "Propylen-Ventil" in das Restgas vor seinem Eintritt in den Rohgasgegenströmer - also unter Wiedergewinnung ihrer Kälte - abreguliert wird. Das Rohgas durchströmt dann in 3 parallelen Zweigen den Drillingsgegenströmer (3), in dem es sich unter Wärmeabgabe an die 3 Zerlegungs-Gase weiter abkühlt und anschliessend den CH_4 -Verdampfungsgegenströmer (4), in welchem die Verdampfungskälte des flüssig aus dem Sumpf der Methansküle (7) abregulierten Methans auf das Rohgas übertragen wird. Dabei erreicht das Rohgas eine Temperatur von -140° , sodass neben Methan alles Aethylen und Aethan im

nachgeschalteten " Aethylenabscheider " kondensiert wird. Diese Aethylenfraktion wird über das Aethylen-Ventil auf den Kopf der Aethylen-Säule (6) abreguliert, in welcher die Rektifikation der Flüssigkeit in 95 - 97 %iges gasförmiges Methan und reinen flüssigen Rückstand stattfindet; letzterer besteht zu ca. 60% aus Aethylen und Aethan und zu ca. 40% aus Methan und wird in das Restgas vor seinem Eintritt in den Drillingsgegenströmer (3) abreguliert. Die C_2H_4 -haltige Methanfraktion wird gasförmig in der Mitte der Methan-Säule (7) eingeführt.

Das Rohgas durchströmt in einer Spirale den Sumpf der Methan-Säule (7), in welcher es die Temperatur der dort siedenden Flüssigkeit annimmt, sodass eine weitere Abkühlung auf -153 bis -157° (Temp. 7) stattfindet. Bei dieser Temperatur kondensiert in der Hauptsache Methan neben geringen Mengen CO und N_2 eine Flüssigkeit, die sich im Methanabscheider (8) sammelt und über das Regulierventil "Methan unrein" flüssig am Kopf der Methan-Säule (7) zur Rektifikation aufgegeben wird.

Die weitere Abkühlung des Rohgases erfolgt im $CO-CH_4$ -Verdampfungsgegenströmer (9), wobei die letzten Anteile von Methan und bereits grössere Mengen $CO-N_2$ flüssig werden, die sich im $CO-CH_4$ -Abscheider (10) sammeln. Diese Flüssigkeit dient entweder als Wasch- (=Lutter) Flüssigkeit in der Trennsäule für Methan und wird dann direkt über das Regulierventil "CO- CH_4 -flüssig" auf den Kopf der CH_4 -Säule abreguliert, oder sie kann für den Fall, dass hinreichend Waschflüssigkeit vorhanden ist, über das Regulierventil "CO- CH_4 -gasförmig" in den "CO- CH_4 -Verdampfungsgegenströmer" gegeben werden, sodass ihre Verdampfungskälte dem Rohgas mitgeteilt wird. Bei geschlossenem Ventil "CO- CH_4 -gasförmig" wird im Gegenströmer (9) lediglich die Kälte des erzeugten Wasserstoffes auf das Rohgas übertragen.

II. Stickstoff-Verdampfer.

Der reine Wasserstoff wird durch Ausfrieren der letzten Anteile CO und N₂ aus dem unter 15 atü stehendem Rohgas bei der Temp. des unter Atmosphärendruck und unter vermindertem Druck siedenden, flüssigen Reinstickstoffes gewonnen. Beide Vorgänge spielen sich im N₂-Verdampfer (II) ab. In dem mit flüssigem N₂ gefüllten grösseren Aussenraum dieses Apparates liegt die Rohgasspirale, durch die das Rohgas aus Abscheider (9) von oben nach unten strömt. Dabei wird dem Rohgas die zur Verdampfung des flüssigen N₂ benötigte Wärme entzogen, sodass es sich bis auf die Temp. des unter ca. 0,3 atü siedenden N₂, also rund -190°C abkühlt, wobei CO und N₂ grösstenteils flüssig werden und sich in dem CO-N₂-Sumpf des N₂-Verdampfers ansammeln.

Das Rohgas, welches nunmehr nach dem Heraus Kondensieren der höher siedenden Anteile zu ca. 80 - 85% aus H₂ besteht, strömt aus der Rohgasspirale über den als Innenraum ausgebildeten CO-N₂-Sumpf nach oben, wo es ein System von Rohrbündeln (=Röhrenkühler) durchstreicht, deren Aussenraum als N₂-Vakuum-Verdampfer ausgebildet ist. Hierbei siedet flüssiger N₂ mit 0 - 1,5% O₂-Gehalt unter einem Vakuum von ca. 680 mm QS, also bei -208 bis -209°C, sodass sich bei dieser Temp. die letzten Anteile CO-N₂ verflüssigen und gleichfalls in den CO-N₂-Sumpf des N₂-Verdampfers abfliessen. Das Rohgas ist bis auf den geringen Anteil an CO und N₂, der dem Partialdruck dieser Gase bei der Temp. im N₂-Vakuum-Verdampfer entspricht, von allen Beimengungen befreit und verlässt als 98%iger H₂ den N₂-Verdampfer. Dieser "Linde-Wasserstoff" gibt seine Kälte in den bereits beschriebenen Gegenströmer an das Rohgas ab. Hinter dem Rohgas-Gegenströmer der Vorapparatur 31, 29 (SK2) wird der Wasserstoff über ein Regulierventil in solcher Menge abreguliert, dass im Trennapparat selbst ein gleichmässiger Druck von 15 atü gehalten wird. Die im Sumpf des N₂-

Verdampfers (11) sich ansammelnde Flüssigkeit ($\text{CO}_2\text{-N}_2$) wird über das Regulierventil "CO-N₂-Sumpf" auf den Kopf der CH_4 -Trennsäule (7) abreguliert, wo sie als Waschflüssigkeit für die CH_4 -Rektifikation dient.

III. Methan-Säule.

Die Produktion des reinen Methans erfolgt in der CH_4 -Säule (7). Sie besteht aus dem unteren CH_4 -Verdampferraum (=Methan-Sumpf) und der eigentlichen Trennsäule, die als Destillationskolonne mit 30 Siebböden ausgebildet ist. Im Verdampferraum sind 2 getrennte Rohrbündel als Heizschlangen untergebracht, in denen erstens das Rohgas auf seinem Wege vom C_2H_4 -Abscheider (5) zum CH_4 -Abscheider (8) und zweitens Hochdruck-Stickstoff von bestimmt einzuhaltender Temp. und Menge die Verdampfungswärme für die im CH_4 -Verdampfer befindliche Flüssigkeit liefert. Die Verdampfer-Flüssigkeit besteht im stationären Zustand des Apparates zu rund 85 - 90% aus CH_4 und zu 10 - 15% aus C_2H_4 und C_2H_6 . Die auf den Kolonnenböden befindliche Flüssigkeit (aus vorwiegend CH_4 , CO und N_2) wird von unten nach oben an CH_4 ärmer und an dem Gemisch von CO und N_2 (entsprechend dem Temperaturabfall in der Kolonne von unten nach oben) reicher. Als Lutterflüssigkeit dienen die aus den CO- CH_4 -Abscheider (10) und aus dem CO-N₂-Sumpf des N_2 -Verdampfers (11) abregulierten Flüssigkeiten, welche in das am Kopf der CH_4 -Säule eingebaute Messgefäß einlaufen; den Auslauf des CO-N₂-Messgefäßes bildet eine Messdüse von 5 mm l.W.; der Flüssigkeitsstand im Messgefäß wird durch ein Hampsonmeter angezeigt, sodass die aus der Messdüse auslaufende Menge Waschflüssigkeit jederzeit überwacht bzw. eingestellt werden kann. Der für eine gute Trennarbeit zum Aufbau der Säule erforderliche Widerstand (zwischen Kopf und Sumpf) beträgt erfahrungsgemäss 60 mm QS und wird durch das Hampsonmeter "Widerstand der CH_4 -Säule" angezeigt. Der absolute Druck über der siedenden Flüssigkeit wird durch ein Federmanometer sichtbar gemacht. Er beträgt

bei voller Belastung des Trennapparates mit 1000 cbm Rohgas/Std. 0,5 - 0,6 atü entsprechend dem Staudruck, den die Menge von ca. 250 cbm Restgas/Std. im Restgasleitungsquerschnitt hervorruft. Bei stärker reduzierter Leistung des Trennapparates muss der absolute Druck in der CH_4 -Säule durch entsprechendes Drosseln des Ventiles am Restgasausgang aus Trennapparat auf 0,2 - 0,3 atü gehalten werden, damit die am Boden des CH_4 -Verdampfers abzuregulierende Flüssigkeit ohne Schwierigkeiten sowohl den im Restgasquerschnitt herrschenden Druck als den Druck der Flüssigkeitssäule überwinden kann, welche sich in der Leitung bis zu dem ca. 1 m höher gelegenen CH_4 -Verdampfungsgegenströmer befindet. Das Abregulieren des durch Rektifikation in der CH_4 -Säule erzeugten Reinmethans, welches als hochsiedender Rückstand im Flüssigkeitssumpf der Säule und zum Teil gasförmig im unteren Teil der Säule anfällt, geschieht auf zwei Wegen:

1) Ein Teil wird flüssig durch das Regulierventil " CH_4 -flüssig" in den CH_4 -Verdampfungsgegenströmer reguliert; diese Menge ist begrenzt durch die im CH_4 -Verdampfungsgegenströmer (4) an das Rohgas abzugebende Verdampfungswärme, d.h. es darf im letzteren nur soviel verdampft werden, dass das Rohgas den C_2H_4 -Abscheider mit -140°C (Temp. 6) verlässt. Deshalb muss

2) der Rest des Reinmethans durch entsprechendes Öffnen des CH_4 -gasförmig-Regulierventiles abreguliert werden. Das bedeutet, dass die Verdampfungswärme für diesen Teil vom Heizstickstoff HD N_2 aufgebracht werden muss.

Dieses zunächst rein wärmewirtschaftlich bestimmte Verhältnis ist gleichzeitig so zu bemessen, dass in der Flüssigkeit des CH_4 -Verdampfers ein ziemlich gleichmäßiger Spiegel von 10 - 20% C_2H_4 gehalten wird, wobei Voraussetzung ist, dass das aus der C_2H_4 -Säule in die CH_4 -Säule hinüberdestillierte CH_4 mit weniger als 1% C_2H_4 anfällt (Mol. Gew. 16,0 bis 16,6).

IV N₂-Teil des Trennapparates.

Der Hochdruckstickstoff (im folgenden HD-N₂), der mit etwa -45° den Vorkühler (s.unten) verlässt, wird vor seinem Eintritt in den Trennapparat in 2 Ströme geteilt, deren Mengen durch die beiden Verteilungsventile verändert werden können. Der eine Teilstrom geht durch den spiralig gewundenen N₂-Gegenströmer (13) und wird von entspanntem 1. ata-N₂ abgekühlt. Der andere HD-N₂-Teilstrom wird in dem Vakuum-N₂-Gegenströmer (12) vom Vakuum-N₂-auf -60° bis -90°C abgekühlt, je nachdem es die Beheizung des CH₄-Verdampfers erfordert. Dieser HD-N₂ (oder Heizstickstoff) geht dann hintereinander durch die HD-N₂-Heizspiralen des C₂H₄-Verdampfers (6) und des CH₄-Verdampfers (7), wo er seine eigne Flüssigkeitswärme auf die beiden dort zu rektifizierenden Flüssigkeiten als Verdampfungswärme überträgt. Da er sich hierbei nur auf etwa -150°C abkühlt, wird er anschliessend nochmals durch den unteren Teil des Vakuum-N₂-Gegenströmers (12) geführt. Beide HD-N₂-Teilströme vereinigen sich dann vor dem Drosselventil, durch welches sie gemeinsam in den äusseren N₂-Verdampferraum des N₂-Verdampfers (11) entspannt werden und die dem Thomson-Joule-Effekt entsprechende Kälte erzeugen. (Im Temperaturbereich von -50 bis -100°C ca. 0,3° Temperaturabfall pro 1 atm Druckabfall). Ein Teil des flüssigen N₂ verdampft im äusseren N₂-Verdampfer bei etwa -193°C unter einem Druck von etwa 0,3 atü, indem er wie beschrieben seine Verdampfungswärme der in flüssigen N₂ eingetauchten Rohgasspirale entzieht, und strömt dann als 1 ata-N₂ durch den N₂-Gegenströmer (13) dem HD-N₂ entgegen in die Ansaugleitung zum N₂-Verdichter zurück. Ein anderer, kleinerer Teil des flüssigen, unter 0,3 atü stehenden N₂ wird durch das im inneren Vakuum-N₂-Verdampferraum herrschende Vakuum über das Vakuum-N₂-Regulierventil flüssig über ein Steigrohr in den innen liegenden Vakuum-N₂-Verdampfer hineinreguliert. Dieser Teil verdampft dann unter einem Vakuum von etwa 650 bis 690 mmQS,

entsprechend einer Siedetemperatur von -208 bis -209°C , wobei auch hierbei das Rohgas, d.h. stark angereicherter Wasserstoff die Verdampfungswärme aufbringt. Der verdampfte N_2 strömt durch den Vakuum- N_2 -Gegenströmer (12) über die Vakuumpumpe gleichfalls zur Ansaugleitung des HD- N_2 -Verdichters zurück (N_2 -Kreislauf).

5.) N_2 - Kälte.

a) Apparatur (Schema No. 1)

- (20) N_2 -Gasometer: Inh. 300 cbm; Relais zum Ausschalten des HD- N_2 -Verdichter-Motors bei tiefstehender Gasometerglocke, d.h. N_2 -Mangel. Leitung: 100 mm l.W.; Gasometer kann wahlweise vom Raum aus mit Reinstickstoff über Gasuhr (19) oder mit Linieluft gespeist werden. Beide Leitungen 55 mm l.W., N_2 -Sammelleitung (Saugleitung) \varnothing 70 mm.
- (21) Liegender 5-stufiger HD- N_2 -Verdichter (Maschinenfabrik Sürth) für max. 350 cbm/Std. Ansaugleitung 180 U/Min. 1.Stufe 2,8 atü, 2.Stufe 11,0 atü, 3.Stufe 36,0 atü, 4.Stufe 110,0 atü, 5.Stufe 250,0 atü. Regulierung der Ansaugleitung durch regelbaren Zusatzraum an der 1.Stufe; stärkere Verminderung der Ansaugleitung durch Umgang-Regulierung zwischen Endstufe und Ansaugleitung. Kühler: Schlangenkühler in gemeinsamem Wasserbad; Abscheider hinter jeder Stufe; HD- N_2 -Druckleitung \varnothing 25 mm, N_2 -Ansaugleitung \varnothing 70 mm.

Antrieb: Siemens-Schuckert Wechselstrom-Motor
3000 Volt 27,2 Amp. 110 KW $\cos\varphi = 0,85$ 740 U/Min.

- (22) HD- N_2 -Doppelvorkühler (NH_3 -Kühler) mit zwei wechselseitig zu betreibenden Kühlschlangen, denen eine einfache Kühlschlange als Vorkühlung (warmer HD- N_2 gegen kälteren 1 ata- N_2 aus Trennapparat) vorgeschaltet ist. Oelabscheider.

(23) Rotierende Vakuumpumpe. (Klein, Schanzlin & Becker) 735 Uml./Min. Ansaugleistung 915 obm/Std. bei 95% Vakuum; max. Vakuum 95%, Kraftbedarf 23 - 32 PS, Kühlwasserverbrauch 770 l/Min. Ansaugleitung ϕ 120 mm mit Sicherheitsventil. Antrieb: SS-Wechselstrom Motor 3000 Volt 7,1 Amp. $25,5 \text{ KW } \cos \varphi = 0,78$ 735 U/Min. Ferner N_2 -Teil des Trennapparates.

b) Arbeitsweise.

Der N_2 -Gasometer ist im Nebenschluss an die Ansaugleitung des N_2 -Verdichters geschaltet und wird mit Reinstickstoff (99,5-99,8% N_2) gespeist. Der HD- N_2 -Verdichter saugt aus der Ansaugleitung den aus den N_2 -Verdampfern des Trennapparates anfallenden N_2 an und verdichtet ihn in 5 Stufen auf 250 atü. Die Verdichtungswärme wird in 5 Kühlschlangen abgeführt, welche in einem gemeinsamen Wasserbad mit ständig überlaufendem Kühlwasser untergebracht sind. Die hinter jedem Kühler befindlichen Oelabscheider müssen stündlich abgestreift werden. Der HD- N_2 tritt mit Kühlwassertemperatur in den oberen Teil des HD- N_2 -Vorkühlers ein, eine Kühlschlange, welche durch den mit etwa -45°C aus dem Trennapparat als 1 ata- N_2 austretenden N_2 umspült wird. In diesem oberen Vorkühler soll der HD- N_2 nur auf $+4^\circ\text{C}$ vorgekühlt werden, um eine Vereisung der Schlange sicher zu vermeiden; diese Temp. wird durch Bedienen des Umgangsschiebers für 1 ata- N_2 reguliert. Zwischen der oberen Vorkühlerschlange und den beiden unteren wechselseitig zu betreibenden, mit verdampfendem NH_3 gekühlten HD- N_2 -Kuschlangen befindet sich ein Hochdruckabscheider, aus dem stündlich Wasser und Oelanteile abgestreift werden müssen. Die Kühlschlangen des NH_3 -Kühlers vereisen allmählich und werden nach 10-12 stündiger Betriebsdauer gewechselt; sie werden mit warmem, gasförmigem NH_3 der NH_3 -Kühlmaschine getaut und in warmem Zustand gut ausgeblasen.

Der HD-N₂ tritt auf -45°C vorgekühlt über die beiden Verteilungsventile (wie S.22 beschrieben) in den Trennapparat ein.

6.) NH₃ - Kälte.

a) Apparatur (Skizze Nr.3).

- (1) Liegender 2-stufiger NH₃-Verbund-Verdichter (Lindes Eismaschinen A.G., Wiesbaden)
Antrieb: SS-Motor, 3000 Volt, 6 Amp. 600/50, 81 980 U/M.
- (2) Wassergekühlter Kondensator mit
- (3) Sammelgefäß für fl. NH₃
- (4) und (5) Regulierventile
- (6) Verdampfer (bezw. NH₃-Vorkühler)
- (7) Mitteldruckflasche
- (8) Flüssigkeitsabscheider (Hochbehälter)
- (9) Falleitung

b) Arbeitsweise.

Der 2-stufige Verdichter saugt mit der 1. Stufe unter einem Vakuum von etwa 450 mm QS nahezu trocken gesättigte NH₃-Dämpfe aus den jeweils in Betrieb befindlichen NH₃-Vorkühlern an und zwar über den Gasraum des als Hochbehälter angeordneten Niederdruckflüssigkeitsabscheiders (8), sodass sich mitgerissene Flüssigkeitsteilchen dort niederschlagen können. Das Druckrohr der 1. Stufe führt in die Mitteldruckflasche, in der die Verdichtungswärme durch verdampfendes fl. NH₃ abgeführt wird, welches über das Regulierventil (4) in die Mitteldruckflasche eingespritzt wird. Vom Kopf der Mitteldruckflasche (7) werden die NH₃-Dämpfe von der 2. Stufe des Verdichters angesaugt und in den Kondensator (2) gedrückt, in welchem mit Kühlwasser (Mantelrohre) die Verdichtungs- und Kondensations-Wärme abgeführt wird. Das ver-

flüssigte NH_3 Luft in das unter dem Kondensator angebrachte Sammelgefäß, aus dem einerseits die NH_3 -Flüssigkeit über das Regulierventil (4) in die Mitteldruckflasche reguliert, andererseits durch die Entlüftungseinrichtung (10) die Luftmenge entfernt wird, die durch unvermeidliche Undichtigkeiten in die unter Vakuum betriebenen Apparateteile eindringt.

Über das Regulierventil (5) wird soviel flüssiges NH_3 in den Niederdruck-Flüssigkeitsabscheider reguliert, dass einmal ein genügender Vorrat an Flüssigkeit zum Verdampfen in den verschiedenen NH_3 -Vorkühlern vorhanden ist und andererseits genügend flüssiges NH_3 in der Mitteldruckflasche zurückbleibt. Letzteres ist deshalb erforderlich, weil mit steigender Höhe der Flüssigkeit in der Mitteldruckflasche eine verstärkte Kühlwirkung in dieser erreicht wird, d.h. die Temp. der Dämpfe, die von der 2. Stufe angesaugt werden, wird in gleichem Masse erniedrigt und demnach auch die Druckrohr-Temp. dieser Stufe, die 100°C nicht überschreiten darf.

Da der Niederdruckteil unter ziemlich hohem Vakuum arbeitet, werden nicht unerhebliche Mengen Luft mit eingesaugt, auf deren dauernde Entfernung mittels der Entlüftungseinrichtung am Kondensator geachtet werden muss. Ferner sind die Ölabscheider regelmäßig zu bedienen, weil Ölverstopfungen in dem Leitungssystem zu erheblichen Störungen der NH_3 -Kühlanlage führen können.

7) Rückmethan-Anlage (Skizze 1)

a) Apparatur.

- (24) Trockengasuhr für 60 cbm/Std. (Elster, Mainz)
- (25) Stehender 2-stufiger Rückmethan-Verdichter; 1. Stufe 5,5 atü, 2. Stufe 16 atü, Zylinder i. Wasserbad, Abscheider hinter 2. Stufe; Antrieb: AEG-Wechselstrom-Motor 220 Volt 44 Amp. 11,5 KW $\cos \phi = 0,78$ 970 U/min.
- (26) Wärme-Austauscher
- (27) NH_3 -Doppelvorkühler
- (28) Kondensat-Sammelgefäß mit Kondensat-Ablass u. Kondensat-Ltg. nach S 55.

b) Arbeitsweise.

Durch ein kleines Enke-Gebläse wird aus der CH_4 -Rundlaufleitung der CH_4 -Chlorierung in S 55 soviel Abgas entnommen, dass in der Ansaugleitung zum Verdichter ein Druck von ca. 20 cm WS herrscht. Durch einen Schlangenbündel-Kühler kann dieses Rückmethan auf ca. -24° vorgekühlt werden, wenn bei ungenügender Temperatur am Kopf der Auswaschkolonne der Gehalt an Chlorierungs-Kohlenwasserstoff zu hoch ist.

Das Abgas wird in einer Trockengasuhr (24) gemessen und im Rückmethan-Verdichter auf 16 atü verdichtet. Die bei $+35^\circ\text{C}$ (Kühlwassertemperatur) zusammen mit Oel abgeschiedenen Produkte werden aus einem Abscheider stündlich abgelassen, in Fässern gesammelt und gelegentlich aufdestilliert.

Das Rückmethan geht mit 16 atü durch den Wärmeaustauscher (26) im Gegenstrom gegen das bereits vorgekühlte Rückmethan, sodass es mit $+3$ bis $+4^\circ$ den Wärmeaustauscher verlässt. Im unteren Ende dieses Wärmeaustauschers (26) sammelt sich ein Sumpf von Chlorierungs-Kohlenwasserstoffen, der in das Kondensat-Sammelgefäß abreguliert wird, jedoch so, dass innen ein Flüssigkeitsverschluss gegen den Sammler (28) vorhanden ist. Das im Wärmeaustauscher vorgekühlte Rückmethan geht durch eine der beiden wechselweise zu betreibenden Kühlschlangen des NH_3 -Kühlers (27), die es mit -40° verlässt, sodass sich die Chlorierungs-Produkte bis auf einen geringen Rest von 2 Vol% flüssig abscheiden und im anschließenden Kondensat-Sammelgefäß anreichern. Das Gefäß ist mit druckfestem Schauglas versehen und wird periodisch entleert; die flüssigen Produkte werden durch eine 20 mm \varnothing Leitung nach S 55 gedrückt, die in die Leitung zwischen Auskochblase und Feintrennung einmündet. Das Rückmethan gibt hinter dem Kondensat-Sammelgefäß seine Kälte im oben beschriebenen Wärmeaustauscher (26) ab und wird dann direkt in die Rohgas-Leitung vor der Druckwasser-Wäsche (5)

eingeführt, in der die letzten Anteile von Chlorkohlenwasserstoffen, die fast ausschliesslich CH_3Cl sind, mit Wasser ausgewaschen werden.

8.) Gas - Verteilung (Skizze Nr.1 und 2)

a) ~~Wasserstoff wird an der H_2 -Regulierstation verteilt~~
Beim Anfahren des Trennapparates bzw. bei Störungen, wenn noch keine genügende Reinheit des H_2 erzielt worden ist, wird er über Regulierventil H_2 -unrein (29) direkt in die Restgasleitung abreguliert. Die abzuregulierende Menge richtet sich nach der angesaugten Rohgasmenge und wird so bemessen, dass im Trennapparat ein konstanter Druck von 15 atü erhalten bleibt; Mengemessung durch nicht registrierte Staurand-Anzeige (30). Sobald der H_2 genügend rein, d.h. 98,5%ig ist, wird er über das Regulierventil "H₂-unrein" (31) durch den Pintsch-Messer (32) in die Druckleitung zur H_2 -Kugel abreguliert. Von dieser Leitung kann ein Teilstrom des H_2 über ein Regulierventil mit Rotameter (33) in die CH_4 -Leitung (s.S.7) entspannt werden. Ein anderer Teilstrom kann über das Regulierventil "H₂ zur Gasfabrik" (34) entspannt und über den Staurand einer registrierenden Ringwaage in gemessener Menge dem "Restgas zur Gasfabrik" zugemischt werden.

b) Methan. Das aus den Rohgas-Gegenströmer austretende Methan passiert zunächst den "Linde-Staurand", der an der Regulierstation die austretende Menge anzeigt, dann den Staurand (35) für die registrierende Ringwaage. Danach erfolgt die Verteilung entweder über das Ventil "CH₄-unrein" zum Restgas (36) oder über das Ventil (37) "CH₄-rein" zum Gasometer (38).

c) Restgas. Das aus dem Gegenströmer austretende Restgas wird zunächst mit "Linde-Staurand" und Anzeiger an der Regulierstation und darauf durch den Staurand (39) für die registrierende Ringwaage gemessen. Die Restgasleitung umgeht das Abgas-Gebläse (39a), welches nur dann in Tätigkeit treten muss, wenn bei voller Rohgasbelastung (1000 cbm/Std.) unreiner Wasserstoff und unreines Methan ins Restgas gehen, weil dann der Staudruck in der Restgas-

leitung zur Gasfabrik so gross wird, dass er sich störend auf den Betrieb des Trennapparates auswirkt. Hinter dem Restgas-Gebläse kann das Restgas je nach Bedarf verteilt werden; entweder in die Leitung zur Gasfabrik oder in die Leitung zum Generatorgas. Die Leitung zur Gasfabrik hat im Raum 100 mm ϕ , sie zögigt an der Rohrbrücke Südost-~~ecke von S 56 nach Osten ab und erweitert sich auf~~ 150 mm ϕ . Die Leitung zum Generatorgas hat im Raum 100 mm ϕ ; sie erweitert sich an der Rohrbrücke Nordseite S 58 auf 150 mm ϕ und mündet an der Südostecke S 55 in die grosse Generatorgasleitung ein.

d) Ausblas-Leitungen u. Ausblastopf

Zum Ausblasen der Gegenstrom-u. NH_3 -Kühler nach dem Auftauen und der einzelnen Teile des Trennapparates beim Tauen oder Kaltfahren dienen die Ausblasleitungen, welche alle in dem Ausblastopf (40) münden. Dieser befindet sich in einer Grube unterhalb der Druckwasser-Wäsche. Er ist während des Betriebes mit der Generatorgasleitung verbunden, damit die ausgeblasenen Gasmengen abgeführt werden können. Das aus den Ausfrier-Kühlern anfallende Wasser muss regelmässig durch das Ablassventil entleert werden.

e) Stickstoff.

Reinstickstoff (99,5 bis 99,8%ig) wird sowohl als Kältemittel beim Zerlegungsvorgang selbst wie zum Kaltfahren des Trennapparates gebraucht. Ferner ist er der Wärmeüberträger beim Tauen des Trennapparates. Zum Austrocknen bzw. Ausblasen des angewärmten Trennapparates kann aus Krsparnisgründen "Lindeluft" (95% N_2 , 5% O_2) herangezogen werden. Beide Arten von N_2 werden von der Kühlzentrale (Ch 78) in eigenen 55er Leitungen unter geringem Druck (0-2 atü) bezogen; durch Öffnen der betr. Schieber wird der N_2 -Gasometer gefüllt, welcher ständig im Nebenschluss mit der N_2 -Ansaugleitung des N_2 -Verdichters (21) (oder des Umwälz-Gebläses (39a)) verbunden ist. Ein Teil des im Umlauf befindlichen N_2 wird während des Betriebes an der Auspuffseite der N_2 -Vakuumpumpe durch die Leitung (41) ins Freie geblasen und durch Reinstickstoff

aus dem Gasometer ersetzt. Die Menge des zu erneuernden N_2 richtet sich danach, wie hoch der O_2 -Gehalt (angesaugte Falschluff im Vakuumteil) im N_2 -Kreislauf gestiegen ist. Er soll 2,5% O_2 nicht überschreiten.

f) Behälter (- Skizze 1)

a) Methan.

2-hubiger Gasometer (38), Inhalt = 5000 cbm (Bamag). Wasser in Becken und Tasse mit Immanol überschichtet. Betriebsdruck; Glocke allein 120 mm WS, mit eingehaktem Teleskop 180 mm WS. Methan-Ein- und Ausgang (Nebenschlusschaltung) durch 200er Rohrleitung zwischen Gasometer und S 56. Hauptabsperrschieber am Gasometer.

b) Wasserstoff.

Hochdruck-Kugelbehälter (42) (M.A.N.) Inhalt = 600 cbm, max. Druck 14 atü. Fassungsvermögen = 8400 cbm.

H_2 -Eingang: aus 50er Leitung über Rückschlagventil;
 H_2 -Ausgang: 1) nach Ch 99 (Essigsäure) ϕ 55
2) nach S 29 (Chlor-Verbrennung) ϕ 55
3) in Generatorgasleitung durch Ueberströmventil, welches bei 13,0 atü anspricht (ϕ 80).

Sicherheitsventile: 2 Gewichtsventile ins Freie, eingestellt auf 14 atü.

Druckanzeige: Uhr an Rohrbrücke; Druckschreiber im Raum.

c) Stickstoff.

1-hubiger Gasometer (20) Inhalt = 300 cbm; Wasser im Becken mit Immanol überschichtet.

9.) Das Kaltfahren.

Vor Inbetriebnahme des Trennapparates muss dieser kaltgefahren werden. Das geschieht dadurch, dass durch sämtliche Apparateile solange kalter N_2 geleitet wird,

bis alle Teile auf diejenige Temperatur heruntergekühlt sind, die sich im Normalbetrieb in den einzelnen Teilen einstellt. Am Ende dieser Kaltfahrperiode werden beide N_2 -Verdampfer mit flüssigem N_2 gefüllt.

Das Kaltfahren geschieht nur mit dem HD- N_2 -Verdichter und mit Reinstickstoff. Vor dem Beginn des Kaltfahrens muss der Trennapparat völlig getrocknet sein. (s.S.), dann wird mit voller Leistung des HD- N_2 -Verdichters auf $45^\circ C$ im NH_3 -Kühler (22) vorgekühlter HD- N_2 durch den N_2 -1 ata Gegenströmer gegeben, d.h. von den beiden HD- N_2 -Verteilungsventilen bleibt das Ventil HD- N_2 gegen Vakuum- N_2 geschlossen. Ein Teil des HD- N_2 wird in dem äusseren N_2 -Verdampfer entspannt und zwar nur soviel, dass der Druck im N_2 -Verdampfer 0,3 atü erreicht. Dieser Teil dient zum Kaltfahren des N_2 -Teiles, wobei mit fortschreitender Abkühlung desselben ein Austausch im N_2 -1 ata-Gegenströmer stattfindet, bis Temperaturen erreicht werden, bei denen die Verflüssigung beginnt. Aus dem äusseren, unter 0,3 atü stehenden N_2 -Verdampferraum tritt ein kleiner Teilstrom von kaltem N_2 über den vollgeöffneten aber kleinen Querschnitt des Vakuum- N_2 -Regulierventils in den inneren Vakuum- N_2 -Verdampferraum und den Vakuum- N_2 -Gegenströmer ein. Diesen Teilstrom lässt man aus der Vakuum- N_2 -Leitung zur Verminderung des Gegendruckes vor oder hinter dem Vakuum-Gebläse ins Freie austreten.

Der gesamte Rest des HD- N_2 wird durch das sogenannte Kaltfahrventil entspannt, sodass die Kälte dieses Teilstromes sich dem Rohgas-Querschnitt sowohl wie den Querschnitten der Zerlegungsprodukte mitteilt, Um den kalten N_2 -Gasstrom so leiten und im Kreislauf bewegen zu können, sind besondere Kaltfahrleitungen am Rohgas E.-Trennapparat und am Restgas A.-Trennapparat angeordnet, die den Kaltfahr- N_2 in die Ansaugleitung des Verdichters zurückführen. Schliesslich wird noch ein geringer Teil N_2 bei entsprechend geöffneten Ausblasventilen durch die verschiedenen Abscheider und Verdampferäume geleitet, um die Kälte auch in diesen Teilen und in den Trennsäulen gleichmässig zu verteilen.

Um den Trennapparat mit möglichst geringem Aufwand an Zeit und Energie in allen Teilen gleichmässig kaltfahren zu können, ist es erforderlich, sich laufend von dem Temp.-Verlauf in den einzelnen Teilen zu überzeugen und durch zweckmässige Regulierung der verschiedenen Ventile den N_2 -Strom so zu leiten, dass die in den einzelnen Apparaten erforderlichen Temperaturen gleichzeitig erreicht werden. Erfahrungsgemäss sind für das Kaltfahren 18 Std. erforderlich.

Nähere Einzelheiten, Ventilstellungen usw. s. unter Bedienungsvorschriften l. Kaltfahren.

10.) Das Anwärmen des Trennapparates.

Mit zunehmender Betriebsdauer reichern sich Spuren von Wasser, Kohlensäure, Benzol u.a. im Apparat an, sodass diese Bestandteile schlechten Kälteausaustausch in den Gegenströmern oder gar Verstopfungen bewirken können. Dadurch wird die Betriebsdauer des Trennapparates begrenzt. Diese beträgt bei guter Wirksamkeit der Vorreinigung 1000-1600 Betriebsstunden bzw. nach der Belastung gemessen 1,0 - 1,2 Mio cbm Rohgas. Ferner ist für die Länge der Betriebsperiode die Qualität des Rohgases und vor allem die Wirksamkeit der Vorapparatur massgebend.

Nach jeder Betriebsperiode muss der Trennapparat aufgetaut werden. Zum Auftauen dient entweder das N_2 -Anwärmegebälse oder der HD- N_2 -Verdichter, beide in Verbindung mit dem N_2 -Anwärmer. Da der Reinstickstoff nicht trocken zur Verfügung steht, ist es nötig, denselben durch Ausfrieren zu trocknen, d.h. mit dem HD- N_2 Verdichter zu arbeiten und den N_2 im NH_3 -Vorkühler zu trocknen. Ferner ist es erforderlich, mit Reinstickstoff anzuwärmen, da die Gefahr besteht, dass Ablagerungen reaktionsfähiger Körper im Rohgasgegenströmer mit dem 5 Vol% Sauerstoff der Lindeluft reagieren können; erst in der zweiten Hälfte der Anwärmperiode ist es angebracht, den Reinstickstoff durch Lindeluft zu ersetzen. In diesem Falle ist vor Beginn

des Kaltfahrens der gesamte N_2 zu erneuern. Vor Beginn des Anwärmens sind unbedingt sämtliche Flüssigkeiten aus dem Apparat zu entleeren. Deshalb werden die Flüssigkeitsstände in den letzten Betriebsstunden zweckmäßig bis auf einen geringen Rest heruntergefahren. Nach dem Abstellen der Anlage wird der flüssige Stickstoff aus den Hampsonmeter-Leitungen bzw. aus dem "Anwärmeventil" des äusseren N_2 -Verdampfers in Eimer abgelassen. Die in den Abscheidern und Sümpfen verbliebenen Reste werden durch die entsprechenden Ausblasventile in den Ausblastopf abgelassen. Das Kondensat vom warmen Ast wird aus beiden Laugeentleerungsventilen sowohl wie aus beiden Entleerungsventilen für Kondensat zwischen "Mantel und Memd" in Eimer abgelassen. Nach restloser Entleerung sämtlicher Flüssigkeiten werden die verschiedenen Ventile so eingestellt, dass sich eine gleichmässige Verteilung des Anwärme- N_2 über sämtliche Apparateteile ergibt. (s. Bedienungsvorschr.: Abschnitt Anwärmen). Darauf wird der N_2 -Verdichter eingefahren, Reinstickstoff auf 50-100 atü verdichtet und durch eine der gut ausgeblasenen und kalt gestellten Schlangen des HD- NH_3 -Vorkühlers gegeben. Die HD- N_2 -Verteilungsventile bleiben beide geschlossen. Der HD- N_2 wird hinter der Kühlschlange in ein periodisch angeflanshtes mit Dampfmantel versehenes Vorwärme-Rohr entspannt und aus diesem dem N_2 -Anwärmer zugeführt. Der ungewärmte N_2 tritt in die N_2 -Anwärmeleitung ein, welche sich in 4 Teilströme verzweigt:

- 1) Anwärmung "Wolle" geht in dem Apparat ins Freie (N_2 -Verlust).
- 2) Anwärmung " N_2 -Teil" geht über N_2 -1 atü-Gegenströmer (also umgekehrt wie der N_2 -1 atü) durch den N_2 -Verdampfer und von diesem durch die Anwärme-Rückleitung in die N_2 -Ansaugleitung zurück; ein Teil durch das N_2 -Vak.-Regulierventil, N_2 -Vak.-Gegenströmer, Vak.-Pumpe ins Freie; diese Menge ist begrenzt durch den kleinen und deshalb vollgeöffneten Querschnitt des N_2 -Vak.-Regulierventils.

- 3) Anwärmung "CH₄-Teil";
- 4) Anwärmung "H₂-Teil".

Die beiden letzteren Teilströme werden durch die S. beschriebenen Kaltfahrleitungen zweckentsprechend in die N₂-Ansaugleitung reguliert, soweit nicht ein Teil aus den wenig geöffneten Ausblasleitungen in den Ausblastopf strömt. In den ersten Stunden, d.h. solange sich noch Gasreste dem N₂ beimengen, lässt man den N₂ aus den Ausblasventilen über den Ausblastopf ins Freie gehen, während man nachher durch Anschliessen des Ausblastopfes an die N₂-Saugleitung die Hauptmenge des N₂ in Kreislauf führt.

Nähere Einzelheiten, Ventilstellungen usw. s. unter Bedienungsvorschr.: 3. Anwärmen.

Das Anwärmen wird solange fortgesetzt, bis alle Temp. über 0° liegen; bei zweckentsprechender Führung des Anwärme-N₂ im Apparat dauert diese Periode ca. 24 Stunden.

Das beim Tauen entstandene Wasser sammelt sich z.Teil in Winkeln und Rohrkrümmungen an und kann zu schweren Störungen führen, wenn es von solchen Stellen nicht durch gutes Ausblasen entfernt wird, dieses Ausblasen geschieht in 3 Richtungen.

1) Der Druck des Anwärme-N₂ im Trennapparat wird durch Drosseln des Anwärme-N₂ im N₂-Teil auf 1 atü gebracht. Dann werden nacheinander sämtliche Ventilschneidringe entfernt und kräftig ausgeblasen, ausserdem werden die Ausblasventile stossweise ausgeblasen.

2) Die HD-N₂-Spiralen sind nur von aussen her erwärmt worden. Um die durch das Auftauen gelbsten Ablagerungen (Wasser, Öl) zu entfernen und um in die N₂-Spiralen warmes N₂ zu bringen, wird HD-N₂ durch eine zuvor gut ausgeblasene, warme Schlange des HD-N₂-NH₃-Vorkühlers in den HD-N₂-Teil des Trennapparates gegeben; dies geschieht abwechselnd durch eines der beiden HD-N₂-Verteilungsventile.

Die HD-N₂-Schlangen werden dann durch Aufreissen der beiden Ausblasventile am Trennapparat kräftig durchgeblasen. Schliesslich wird die Spindel des HD-N₂-Entspannungsventils und des Vakuum-N₂-Regulierventils entfernt und diese auf die gleiche Weise ausgeblasen.

3) Nach Schliessen der bereits ausgeblasenen Ventile des Niederdruckteiles wird der Rohgasteil unter 15 atü N₂ gesetzt. Das geschieht durch ein Kupferrohr, welches an der Manometer-Verschraubung der HD-N₂-Verteilungsventile hinter dem HD-N₂-Vorkühler angeschraubt und mit einem Ablassventil des Kondensates vom warmen Ast verbunden wird. Durch diese Verbindung wird solange HD-N₂ in den Rohgasteil entspannt, bis 15 atü N₂-Druck vorhanden sind. Nach Prüfung auf Dichthalten des Rohgasteiles wird aus allen Ausblasleitungen, möglichst ins Freie, kräftig ausgeblasen.

Nach dem Ausblasen wird der Trennapparat kaltgefahren.

D.) Betriebskontrolle. I. Dichtebestimmung
(Mol.Gew.Waage).

Das wichtigste Hilfsmittel zur Betriebsüberwachung des Trennapparates ist die Mol.Gew.Waage, mit deren Hilfe die Gasbeschaffenheit in den verschiedenen Teilen des Trennapparates leicht und schnell bestimmt werden kann, sodass Unregelmässigkeiten im Arbeiten des Trennapparates schnell erkannt und behoben werden können.

Folgende Gase und Zwischenprodukte müssen laufend überwacht werden:

- 1) Rohgas vor Trennapparat, d.h. einschliesslich Rückmethan, normales Mol.Gew. 10,7
- 2) CH₄-Austritt aus Trennapparat. Normales Mol.Gew. 16,0-16,18, höheres Mol.Gew. deutet auf Anwesenheit von Verunreinigungen mit entweder C₂H₄ oder CO+N₂ hin. (s. Anweisung von 2.7.36 1. Anhang).

3) H_2 -Austritt aus Trennapparat; da hier als Verunreinigung nur CO und N_2 in Betracht kommen, ist es möglich, unmittelbar die Reinheit in % abzulesen:
 Normales Mol.Gew. 2,40 = 98,5% H_2

4) Restgas-Austritt aus Trennapparat.
 Normales Mol.Gew. 24,0 - 25,0. Niedere Werte deuten auf unzulässig hohe Mengen von H_2 und CH_4 hin, also auf schlechte Trennarbeit.

5) C_2H_4 -Säule oben.
 Normal 16,5; entsprechend einer Reinheit des CH_4 am Kopf der Säule von 96,0% CH_4 + 4% C_2H_4 .

6) CH_4 -Säule unten: wie CH_4 -Austritt. Höhere Werte deuten auf einen Einbruch von CO + H_2 aus den oberen Böden der CH_4 -Säule in den Verdampferraum hin.

7) CH_4 -Säule oben.
 Normal 25,0 - 26,0. Niedere Werte zeigen an, dass CH_4 ins Restgas geht, bzw. dass sich die CH_4 -Ausbeute durch ungenügende Trennarbeit in der Säule verschlechtert.

Im Bedarfsfalle können auch weitere Gase oder Flüssigkeiten gewogen werden. Näheres s. Anweisungen im Anhang.

II. Temperatur-Messung.

Die 12 für den Betrieb des Trennapparates wichtigsten Temperaturen werden von zwei 6-fach-Schreibern registriert; es zeigen an:

Temp. 1) (Violett)	(-45°)	Rohgas-E-Trennapparat.
" 2) (rot)	(-49°)	H_2 -A-
" 3) (blau)	(-48°)	CH_4 -A-
" 4) (grün)	(-48°)	Restgas-A-
" 5) (braun)	(-115°)	Rohgas zwischen kaltem Ast u. Drillings-Gegenströmer
" 6) (schwarz)	(-140°)	Rohgas zwischen C_2H_4 -Abscheider u. Spirale des CH_4 -Verdampfers
" 7) (violett)	(-156°)	Rohgas zwischen Roh- CH_4 -Abscheider u. CO- CH_4 -Verdampfungsgegenströmer.

Temp. 8)	(blau)	(-209°)	H ₂ im N ₂ -Vak.-Verdampfer.
" 9)	(rot)	(-45°)	HD-N ₂ -E.1.N ₂ -Vak.-Gegenströmer
" 10)	(grün)	(-45°)	N ₂ -1 ata-A. aus Gegenströmer
" 11)	(braun)	(-40°)	Vak.-N ₂ -A. aus Gegenströmer
" 12)	(schwarz)	(-70- -90°)	HD-N₂ zwischen Vak.-N₂-Gegenströmer u. Heizspirale des C₂H₄ Verdampfers (Heizstickstoff).

Alle anderen Temperaturen werden mit Thermometern gemessen und stündlich aufgeschrieben. Die Temp., die lediglich zur Ueberwachung der Maschinen und Wasserkühler dienen, werden alle 8 Stunden aufgeschrieben.

a) Im Rohgas:

- 1) Rohgas hinter Gasuhr
- 2) Rohgasaustritt aus den Kühlern jeder Stufe des Verdichters
- 3) Rohgasaustritt aus Gegenströmer (-30°)
- 4) " " " NH₃-Vorkühler
- 5) H₂-Austritt aus Gegenströmer
- 6) CH₄ " " "
- 7) Restgas-Austritt aus Gegenströmer

b) Rückmethan:

- 1) An Gasuhr
- 2) Austritt aus Kühler des Verdichters.
- 3) Rückmethan-Austritt aus Wärme-Austauscher (+30°)
- 4) " " " NH₃-Vorkühler (-40°)

c) Rohgas-Verdichter ausser Gas-Temp..

Kühlwasser-Zulauf u.-Ablauf aus Kühler der Stufe 3.

d) HD-N₂-Verdichter:

- 1) HD-N₂ hinter jeder Kühltisch der 5 Stufen.
- 2) Kühlwasser-Zulauf und Ablauf.
- 3) HD-N₂ hinter oberen Vorkühler gegen N₂-1 ata (+4°)
- 4) HD-N₂ Austritt aus NH₃-Vorkühler (-45°)

e) Vakuum-Pumpe:

- 1) Kühlwasser-Zulauf u.-Ablauf
- 2) N₂-Austritt aus Pumpe (+110°)

f) NH₃-Kälte:

NH₃-Manometer, die gleichzeitig auf die dem NH₃-Druck entsprechende Temp. geeicht sind, an Druckseite, Mitteldruckseite und Niederdruckseite der Maschine.
Ferner für Druckteil und Niederdruckteil an allen NH₃-Vorkühlern.

Thermometer:

- 1) Saugrohr 1.Stufe (-20°) Niederdruck 0,4 ata NH₃ = -51°C
- 2) Druckrohr 1.Stufe (+90°) Mitteldruck 1,4 atü = -14°C
- 3) Saugrohr 2.Stufe (-18°) Kondensat.Druck 9,2 atü = +24°C
- 4) Druckrohr 2.Stufe (+90°)
- 5) Kondensator E.
- 6) Sammelgefäß E.

III. Druck - Messung:

Manometer im Rohgas-Weg.

- 1) An Uhr vor/hinter Regler
- 2) Manometer an jeder der 3 Stufen des Rohgas-Verdichters
- 3) Vor Druckwasser-Wäsche.
- 4) Vor Laugewaschturm 1.
- 5) Vor " 2.
- 6) Vor Rohgasgegenströmer.
- 7) Zwischen Rohgasgegenströmer und Rohgas-Vorkühler.
- 8) Hinter Rohgas-Vorkühler.
- 9) Rohgas zwischen kaltem Ast u. Drillings-Gegenströmer
- 10) Rohgas zwischen CO-CH₄-Abscheider u. N₂-Vak.-Verdampfer.
- 11) H₂-A- aus Trennapparat
- 12) H₂-Kugeldruck.

Im Rückmethan-Weg:

- 1) Manometer in Saugleitung (20 cm WS).
- 2) An jeder Stufe des Rückmethan-Verdichters
- 3) Vor Rückmethan-Vorkühler.
- 4) Hinter Rückmethan-Vorkühler.

Im Trennapparat-Niederdruck-Teil:

- 1) C_2H_4 -Säule unten 0,3 - 0,6 atü.
- 2) CH_4 -Säule unten 0,3 - 0,6 atü.
- 3) Widerstands-Druckanzeiger in C_2H_4 -Säule (normal:0)
- 4) " " " CH_4 -Säule (60-80 mm QS).

Im N_2 -Kreislauf:

- 1) Manometer an jeder der 5 Stufen des HD- N_2 -Verdichters.
- 2) Vor HD- N_2 - NH_3 -Vorkühler.
- 3) Hinter HD- N_2 - " "
- 4) Vor HD- N_2 -Drosselventil (250 atü).
- 5) Im N_2 -1 ata-Verdampfer-(0,3-0,5 atü).
- 6) Im Vak.- N_2 -Verdampfer (680 mm QS).
- 7) Hinter Drosselschieber der Vak.-Pumpe (720 mm QS).

Drucke der Zerlegungsprodukte:

- 1) CH_4 an Ringwaage. Quecksilber-Manometer (30-40 mm QS).
- 2) Restgas-Ringwaage " " (50-70 mm QS):
- 3) Restgas vor Gebläse
- 4) Restgas hinter Gebläse.

IV. Die Anzeige des Flüssigkeitsstandes.

Die verschiedenen verflüssigten Gase in den Abscheidern bzw. Verdampfern des Trennapparates geschieht durch Hampsonmeter. Diese sind mit Tiefkühlöl oder Quecksilber gefüllte Manometer (s.), deren beide Schenkel durch dünne Kupferrohre mit zwei Messstellen verbunden sind; der eine Schenkel mit dem Gasraum des Behälters, in dem die Flüssigkeit gemessen werden soll, der andere mit der Flüssigkeit am Boden des Behälters. Durch diese Anordnung wird erreicht, dass im Hampsonmeter der Druck der jeweiligen Flüssigkeitshöhe angezeigt wird, während der Gasdruck, unter dem die Flüssigkeit steht, auf beiden Schenkeln

gleichmäßig lastet und sich somit aufhebt. Voraussetzung für einwandfreie Anzeige ist, dass

1) Hampsonmeter und Zuleitungen völlig dicht sind,
2) dass die im Anschlussrohr aus dem Flüssigkeitsraum verdampfende Flüssigkeit keine höher siedenden Rückstände hinterlässt; also stets völlig verdampft ist;

3) dass beim Ein- oder Ausschalten beide Zuleitungen gleichzeitig geschlossen oder geöffnet werden, sodass Hinüberspritzen von Oel in die Zuleitungen vermieden wird.

= Folgende Hampsonmeter sind ständig zu kontrollieren; (in Klammern: Normalstand):

- | | |
|---|--------------------------|
| 1) C ₂ H ₄ -Abscheider | (10 - 15 cm.) |
| 2) " -Verdampfer | (10 - 20 ") |
| 3) CH ₄ -Abscheider | (15 - 25 ") |
| 4) " -Verdampfer | (40 - 60 ") |
| 5) CO-CH ₄ -Abscheider | (15 - 20 ") |
| 6) CO-N ₂ -Sumpf | (15 - 20 ") |
| 7) " " Messgefäß am Kopf der CH ₄ -Säule | (18 - 20 cm.) |
| 8) Flüssigkeitsstand 1. Mitteldruckflasche | (3-4 " NH ₃) |
| 9) " " 1. Niederdruckflasche | (1 " NH ₃). |

V. Mengen-Messung:

- 1) Angesaugtes Rohgas durch Rohgasuhr.
- 2) Erzeugter H₂ durch Staurandmessung an Regulierstation des Trennapparates.
- 3) Erzeugter H₂ durch Drehkolben-Messer (Jul. Pintsch AG)
- 4) Methan durch Staurand-Messung an Regulierstation
- 5) Erzeugtes Methan durch registrierende Ringwaage (Hartmann und Braun)
- 6) Restgas-Staurand.
- 7) Registrierende Restgas-Ringwaage (Hartmann und Braun)
- 8) H₂-Zusatz z. Gasfabr. registrierende Ringwaage (H.u.B.)
- 9) " z. CH₄ durch Rotameter.
- 10) Wasser in Druckwasser-Wäsche = Wassermesser.
- 11) CO-N₂-Waschflüssigkeit für CH₄-Säule; Hampsonmeter in Verbindung mit einer Tabelle, welche die aus dem Messgefäß ablaufenden Mengen der Waschflüssigkeit in Abhängigkeit von dem Flüssigkeitsstand angibt.

VI. Analytisches:

- 1) Rohgas-Analyse im Ubbelohde-Apparat nach Bedarf.
- 2) CO_2 -Gehalt im Rohgas vor Druckwasser-Wäsche alle 3 Std. durch Absorption mit KOH in der Hempel-Pipette.
- 3) CO_2 -Gehalt - Rohgas nach der Druckwasser-Wäsche alle 3 Std. wie unter 2).
- 4) CO_2 i. Rohgas hinter Laugewaschturm 1 (wie unter 2.)
- 5) CO_2 i. " " " " 2 (" " ")
- 6) Kontinuierliche Kontrolle des Rohgases auf CO_2 -Freiheit durch ein Zehnkugelrohr mit $\text{Ba}(\text{OH})_2$; angeschlossen an Rohgas vor NH_3 -Vorkühler.
- 7) C_2H_4 -Bestimmung in verschiedenen Zwischenprodukten des Trennapparates durch Ausschütteln in der Hempel-Pipette mit H_2SO_4 + 1,5% Ag_2SO_4 .
 - a) Im CH_4 -Austritt (0,6%)) in jeder Schicht
 - b) " " -Verdampfer (5-10%)) nach
 - c) " C_2H_4 " (50-70%)) Bedarf.
- 8) O_2 im N_2 -Verdampfer: mit Phosphor-Pipette alle 8 Std. (0,5-2,5%).
- 9) CH_4 -Analyse im Ubbelohde-Apparat nach Bedarf.
- 10) C_2H_4 -Bestimmung im CH_4 aus Trennapparat mit n/10 K-bromid-Lösung nach Haber und Oechelhäuser; Titration der ausgeschiedenen, nicht verbrauchten Jod-Menge mit Thiosulfat.
- 11) C_2H_4 -Bestimmung im CH_4 hinter Ni-Kontakt wie unter 10)
- 12) H_2 -Analyse im Ubbelohde-Apparat (Verbrennung von 500-1000 ccm über CuO) nach Bedarf.
- 13) CO-Bestimmung im H_2 durch Oxydation mit J_2O_5 zu CO_2 , Absorption des CO_2 in einer abgemessenen Menge titrierter $\text{Ba}(\text{OH})_2$ -Lauge und Titration des $\text{Ba}(\text{OH})_2$ mit n/10 HCl, Phenolphthalein als Indicator (evtl. Weitertitration mit Methylorange als Indicator).
- 14) Lauge-Kontrolle:
 - a) Titration der in dem Laugevorratsbehälter eingefüllten Lauge.
 - b) Titration der aus Lauge-Wäsche 1 abgelassenen, also verbrauchten Lauge.
 - c) Bestimmung der Lauge-Konzentration im Lauge-Wäscher 1 alle 3 Std. durch Schütteln von 10 ccm Lauge in 100 ccm Schüttelzylinder mit je 0,5 ccm 10%iger HCl zur Bestimmung der unteren Grenze (0,5% NaOH) des Laugegehaltes vor dem Ablassen.

E. Erfahrungen seit Inbetriebnahme.

Die Anlage wurde am 15.4.1936 erstmalig versuchsweise in Betrieb genommen; die dabei sich herausstellenden Mängel wurden durch Einbau der C_2H_4 -Säule und des CH_4 -Verdampfungsgegenströmers Mitte Mai 1936 behoben (s. Jahresbericht 1936 des Methylbetriebs S.8-10). Seit 19.6.1936 liefert die Anlage das Methan für die Chlorierung. Die wesentlichsten Erfahrungen, die bisher gesammelt wurden, sind im folgenden zusammengestellt:

1) Die Druckwasser-Wäsche muss mit 35er Porzellanringen gefüllt sein; kleinere Ringe rufen bereits bei 600 cbm Rohgas - Durchsatz Stauungen hervor, durch welche das Wasser in die Lauge-Türme und von dort über die Vorapparat bis in den Trennapparat hinübergerissen werden kann. Um Stauungen rechtzeitig erkennen zu können, wurde ein Widerstandsanzeiger (Quecksilber-Hampsonmeter) eingebaut, der nicht mehr als 120 mm QS anzeigen soll.

Die am 12.2.1937 ausgebaute Ringfüllung von 20er Porzellanringen war nicht verschmutzt.

2) Laugewäsche:

Die Ringfüllung sowohl wie die Schieber in den Laugeleitungen unterliegen der Verschmutzung mit aus der Lauge stammenden Verunreinigungen (alkalische Niederschläge). Die Laugetürme müssen deshalb alle 2-3 Monate mit Wasser gründlich gespült werden.

Während des Betriebes muss öfters kontrolliert werden, ob der Laugeumpump genügend ist. Das geschieht durch kurzes Schliessen des Schiebers in der Laugeleitung hinter der Pumpe und Beobachten des Anstieges der Flüssigkeit im Schauglas. Dieser soll 5 - 7 cm betragen. Bei geringerer Differenz ist die Berieselung ungenügend, bei grösserer Differenz besteht die Gefahr des Stauens und Hinüberreissens in die Rohgasleitung.

Durch solche Stauungen in der zweiten Laugewäsche kann Lauge in die Vorapparat hinübergerissen werden und dort Verlegungen hervorrufen. Um dies zu verhüten, wurde in den Gasausgang aus dem 2. Laugewäscher ein Laugeabscheider (Zyklon) eingebaut, aus welchem hinübergerissene Lauge,

durch ein Schauglas sichtbar gemischt, in den Sumpf des Wäschers zurückfließen kann.

3) Die Rohgasgegenströmer werden nach 11-12 Std. gewechselt. In dieser Zeit steigt die durch Eisverlegung hervorgerufene Druckdifferenz auf höchstens 0,6 atü. ~~Ein längeres Ausnutzen der Gegenströmer würde die Betriebsdauer des Rohgas-NH₃-Vorkühlers herabsetzen.~~

4) Trennapparat:

Propylen-Tasse: Die Hampsonmeter-Anzeige für die Flüssigkeit in der Propylen-Tasse hat sich nicht bewährt, da hochsiedende Rückstände in der Flüssigkeitsleitung zur Fehlanzeige führen. Das Propylenventil muss deshalb nach dem Geräusch reguliert werden, welches die abregulierte Flüssigkeit im Ventil verursacht. Ferner darf bei normalem Flüssigkeitsstand in der Tasse keine Flüssigkeit beim Öffnen des Probeventilchens zu sehen sein.

Zu starkes Abregulieren (Rohgas-Durchbruch) erkennt man durch Abfallen des Mol.Gew. des Rohgases.

Zu geringes Abregulieren und damit Ansteigen der Flüssigkeit im kalten Ast wirkt sich störend auf den Wärmeaustausch im kalten Ast aus; durch Eintreten der retour an arrière-Wirkung gehen die Temp. 1-4 auseinander.

Aethylen-Abscheider: Der Flüssigkeitsstand soll nicht über 15-17 cm ansteigen, weil bei höherem Stand die Gefahr besteht, dass C₂H₄-haltige Flüssigkeit in die Rohgasleitung mitgerissen wird, wodurch C₂H₄ über den CH₄-Abscheider in den CH₄-Verdampfer gelangt. Andererseits deutet stärkeres Ansteigen des C₂H₄-Gehaltes im CH₄-Verdampfer auf ein Versagen des C₂H₄-Hampsonmeters hin, wenn gleichzeitig die C₂H₄-Säule richtig trennt und der Temp.-Verlauf im Rohgas vor dem C₂H₄-Abscheider normal ist.

C₂H₄-Säule: Der Flüssigkeitsstand im Verdampfer der C₂H₄-Säule soll 20 - 30 cm betragen, der Widerstand in der Säule ca. 2 cm. Bei höherem Flüssigkeitsstand tritt ein grösserer Widerstand in der Säule auf, der auf mangelhafte Rektifikation bzw. Ueberspritzen C₂H₄-haltiger Flüssigkeit hinweist. Abhilfe erfolgt durch ent-

sprechendes Entleeren des Verdampferinhaltes über das Ausblasventil. Das Abregulieren der Flüssigkeit in das Restgas bringt keine Abhilfe, da in diesem Falle die Flüssigkeit bis in den kalten Ast des Rohgas-Gegenströmers gelangt und bei fallender Temp/ 5 noch mehr Flüssigkeit im C_2H_4 -Abscheider produziert wird, die die C_2H_4 -Säule noch zusätzlich überlasten würde. Ueberdies wirkt sich der durch das Verdampfen grösserer Flüssigkeitsmengen im Drillingsgegenströmer und im kalten Ast entstehende Restgasdruck nachteilig auf den Betrieb der CH_4 -Säule aus. (vgl.S.44)

CH_4 -Säule: Der günstigste Flüssigkeitsstand im Verdampfer liegt bei 40 cm, weil dabei ein genügender Spielraum nach beiden Seiten gegeben ist, wenn wechselnde Mengen Flüssigkeit verarbeitet werden müssen; der CH_4 -Abscheider kann in beliebiger Höhe gefüllt sein.

Ist der Flüssigkeitsstand im CH_4 -Verdampfer zu gering (z.B. beim Anfahren nach Stillständen), so ragen die Heizspiralen zum Teil aus der Flüssigkeit heraus, wodurch die Dämpfe überhitzt werden, sodass ein gleichmässiges Arbeiten der Säule verhindert wird. Abhilfe: Temp.12 (Heizstickstoff) entsprechend senken (-90° bis $-100^{\circ}C$).

Ist dagegen der Flüssigkeitsstand im CH_4 -Verdampfer zu hoch angestiegen (über 65 cm), so läuft die Flüssigkeit in die Leitung für gasförmiges CH_4 über und stört den Temperaturverlauf im Rohgas, weil die Verdampfungswärme im Drilling und im kalten Ast, also unter Ausschaltung des CH_4 -Verdampfungsgegenströmers aufgebracht werden muss. Die Folge dieser Kälteverlagerung nach vorn ist ein schlechter Wärmeaustausch durch die dann einsetzende retour an arriere-Wirkung im kalten Ast und Ueberlastung des C_2H_4 -Abscheiders und damit der C_2H_4 -Säule.

Der Widerstand der CH_4 -Säule muss 6 cm QS betragen, wenn die Büden gleichmässig gefüllt sein sollen und somit die Trennsäule mit genügender Spannung aufgebaut sein soll. Beim Nachlassen dieser Spannung (Zusammenbrechen der Säule) muss starker geheizt und das " CH_4 -gasförmig-Ventil" vorsichtig gedrosselt werden. Dieses Ventil ist stets soweit zu öffnen, dass einerseits eine genügende Menge verdampftes CH_4 austreten kann, und dass andererseits das gasförmig austretende CH_4 noch nicht mit den niedrig siedenden Bestand-

teilen der Säule (CO-N_2) verunreinigt ist. Die Kontrolle erfolgt durch das Mol.Gew. des CH_4 aus " CH_4 -Säule unten", welches nicht über 16,1 ansteigen soll.

Eine empfindliche Störung im Betrieb der CH_4 -Säule tritt durch Ansteigen des C_2H_4 -Gehaltes im CH_4 -Verdampfer ein, die am Ansteigen der Temp. 7 (Rohgas zwischen CH_4 -Verdampfer und CO-CH_4 -Verdampfungsgegenströmer) über die normale Siedetemp. der Flüssigkeit im CH_4 -Verdampfer von -156 bis -157°C erkennbar ist. Ferner ist laufend der C_2H_4 -Gehalt in der Flüssigkeit des CH_4 -Verdampfers durch Stichanalyse zu bestimmen. Bei mehr als 10-15 Vol.-% C_2H_4 (also ca. 15-25 Vol.-% $\text{C}_2\text{H}_4 + \text{C}_2\text{H}_6$) wird der Siedepunkt des Flüssigkeitsgemisches im CH_4 -Verdampfer soweit erhöht, dass die normal zur Verfügung stehende Heizmenge nicht ausreicht, die Spannung in der CH_4 -Säule durch gleichmäßig starkes Verdampfen aufrecht zu erhalten. Abhilfe durch stärkeres Abregulieren von Flüssigkeit aus dem CH_4 -Verdampfer; bei schweren Störungen Ablassen der Flüssigkeit in den Ausblastopf. Ferner ist zu prüfen, durch welche Unregelmäßigkeiten die Anreicherung von C_2H_4 hat stattfinden können, sodass sich die Abhilfe in erster Linie auf diese primäre Ursache erstrecken kann.

- 1) CH_4 -flüssig-Regulierventil ist zu wenig geöffnet,
- 2) " " " " ist zwar geöffnet, aber Druck in der CH_4 -Säule ist zu gering, als dass Flüssigkeit in genügender Menge abreguliert werden kann. Abhilfe: Drosseln des Restgasausganges aus Trennapparat.
- 3) C_2H_4 -Säule trennt schlecht; Mol.Gew. C_2H_4 -Säule 16,4 (S.ü. C_2H_4 -Säule S.42) Abhilfe: Entlasten der C_2H_4 -Säule s.o.
- 4) C_2H_4 -Abscheider läuft über; Stichanalyse auf C_2H_4 im CH_4 -Abscheider (gegebenenfalls Flüssigkeitsanz.nächpr.)

Bisweilen führen periodische Druckschwankungen im Restgas teil zu Störungen der CH_4 -Säule, da bei wechselndem Druck im CH_4 -Verdampfer die Flüssigkeit ungleichmäßig siedet, Solche Druckschwankungen werden offenbar durch Verlegungen im Rohgas-Gegenströmer der Vora.,paratur verursacht, wie Druckmessungen an verschiedenen Stellen ergaben. Um die Druckschwankungen zu verhindern, muss der Druck im Restgas-

teil des Trennapparates erhöht werden, damit ein grösseres Druckgefälle zwischen Trennapparat und Gegenströmer geschaffen wird. Das Ventil "Restgas-Ausgang aus Trennapparat" wird dann soweit gedrosselt, dass der Druck in der CH_4 -Säule auf 0,7-0,8 atü ansteigt.

Eine weitere Störung im Betrieb der CH_4 -Säule kann durch zu weites Öffnen des Regulierventils "CO- CH_4 -gasförmig" eintreten, da ein zu starker Gasstrom von im Verdampfungsgegenströmer (9) verdampfendem CO- CH_4 den Aufbau der Flüssigkeit in den mittleren Böden der Säule stört. Abhilfe erfolgt durch allmähliches Schliessen des Regulierventils; sollte bei zu schwerem Rohgas die N_2 -Flüssigkeit dabei stark fallen, so muss die Rohgasmenge solange reduziert werden, bis die CH_4 -Säule wieder aufgebaut ist. Darauf kann das Regulierventil "CO- CH_4 -gasförmig" wieder langsam bis an die zulässige Grenze (max. 1/4 Umdrehung) geöffnet werden.

Bei zu leichtem Rohgas kann zu wenig Waschflüssigkeit vorhanden sein, sodass das CO- N_2 -Messgeräss ungenügend (<20 cm) gefüllt ist. CH_4 dringt bis in den Kopf der Säule bzw. in das Restgas vor, d.h. das Mol.Gew. des Restgases am Kopf des CH_4 wird zu leicht (<25-26). Abhilfe: Das Rohgas muss vom Gaswerk schwerer geliefert werden.

5) CO- N_2 -Sumpf: Das Manometer des CO- N_2 -Sumpfes zeigt sofort falsch an, sobald die Flüssigkeit des Sumpfes in den oberen Anstich durch -wenn auch nur kurzes- Überfüllen eingetreten ist. Die Erscheinung beruht auf der eigenartigen Anbringung dieses Anstiches, die aus konstruktiven Gründen so erfolgt ist, dass vom Boden des Gefässes her ein Rohr mit Schwanenhals in den Gasraum hineinragt. Spritzen Flüssigkeitsteilchen in das Rohr, so verdampfen sie nicht, weil das Rohr innerhalb des Apparates von der Flüssigkeit des Sumpfes kalt gehalten wird und kompensieren nun als Flüssigkeitssäule die Flüssigkeitsanzeige des Manometers. Wird dieser Vorfall nicht sofort bemerkt und das Regulierventil weiterhin nach der nunmehr falschen Flüssigkeitsanzeige reguliert, so überfüllt sich der Sumpf in kurzer Zeit soweit, dass Flüssigkeit in den austretenden H_2 -Strom mitgerissen wird. Die Folge davon ist rascher Druckanstieg im Rohgasteil, weil der auf reinen H_2 eingestellte, enge Querschnitt des H_2 -Regulierventils das plötzlich schwerer gewordene Gas stark

drosselt; der erzeugte H_2 ist nunmehr nur noch 80-75%lg; Temp. 8 bleibt dabei $-209^{\circ}C$. Abhilfe: Umschalten des H_2 auf H_2 unrein (ins Restgas); Ausschalten des Staurandanzeigers, weil Stauram auf 98,5%igen H_2 geeicht ist; Abregulierung des H_2 erfolgt nur nach der Druckanzeige. Ausblasventil "CO- N_2 -Sumpf" nach dem Abwärmen mit Dampf langsam öffnen und CO- N_2 -Flüssigkeit in den Ausblastopf entleeren, bis H_2 wieder rein geworden ist. Dann kann H_2 wieder umgeschaltet werden. Es darf keinesfalls versucht werden, den überfüllten Sumpf durch stärkeres Abregulieren auf den Kopf der CH_4 -Säule zu entleeren, weil das CO- N_2 -Messgefäß überläuft und die zu grosse Menge kalter CO- N_2 -Flüssigkeit die CH_4 -Säule soweit unterkühlt, dass sie zusammenbricht. Da die Heizfläche der im Verdampfersumpf untergebrachten N_2 -bezw. Rohgas-Spirale begrenzt ist, kann die erforderliche Verdampfungswärme für die zuviel aufgegebene Flüssigkeit nicht aufgebracht werden.

Wenn das CO- N_2 -Manometer versagt hat, muss es auf richtige Anzeige geprüft werden; das geschieht durch Abschalten der beiden Zuleitungen, gutes Ausblasen beider Anstiche mit dem Rohgasdruck (Gasmaske für CO); falls das Öl nicht mehr bis zur Nullmarke reicht, muss neues Öl nachgefüllt werden.

Hochdruckstickstoff: Es hat sich gezeigt, dass es sehr wichtig ist, den Oelabscheider zwischen oberem Vorkühler und NH_3 -Kühler stündlich gut abzustreifen, damit nach Möglichkeit das Eindringen von Öl in die Spiralen des HD- N_2 -Gegenströmers vermieden wird. Es ist ferner zweckmässig, die HD- N_2 / NH_3 -Kühler nicht unnötig lange in Betrieb zu halten; sie müssen gewechselt werden, bevor sich ein spürbarer Druckabfall in den Kühlern bemerkbar macht; dadurch kann vermieden werden, dass Eisteilchen im HD- N_2 -Strom in den Trennapparat gelangen. Die Erfahrung hat gelehrt, dass die Kühlschlangen jeweils nach 7-8 Stunden gewechselt werden müssen. Sind Oelnebel oder Eisteilchen in den Trennapparat gelangt, so zeigt sich dies zuerst am Nachlassen des Wärmeaustausches im Gegenströmer HD- N_2 gegen N_2 - 1 ata, d.h. durch Absinken der Temp. 10. Abhilfe: Die HD- N_2 -Schlangen werden durch beide Ausblasventile am Trennapparat kräftig ausgeblasen.

Ungenügender Wärme-Austausch im Gegenströmer N_2 -1 ata hat noch weitere Folgen: Der dadurch bedingte Kälteverlust

lässt die Flüssigkeit im N_2 -Verdampfer rasch absinken, sodass u.U. die Ansaugleistung des Kohgas-Verdichters reduziert werden muss. Der zu kalt austretende N_2 -1 ata bringt die Gefahr, dass trotz vollgeöffneter Umganges um den oberen HD- N_2 -Vorkühler dieser plötzlich zu kalt wird und vereist. In diesem Falle muss der Schieber für N_2 -1 ata hinter dem oberen Vorkühler geschlossen werden, sodass der gesamte N_2 -1 ata durch den Umgang gehen muss; u.U. muss der HD- N_2 vor Eintritt in den oberen Vorkühler durch Anblasen von Dampf etwas angewärmt werden. Wenn schliesslich der N_2 -1 ata zu kalt in den HD- N_2 -Verdichter eintritt, wird das kalt angesaugte N_2 -Volumen durch die bei der Verdichtung in der 1. Stufe auftretende höhere Temperatur zu gross, sodass Ueberdruck in der 1. Stufe eintritt. Abhilfe durch Anblasen von Dampf an die Saugseite des Verdichters.

Vakuum-Stickstoff:

Der Vakuum- N_2 friert ein, wenn das Vakuum zu hoch ansteigt, was meist nur dann eintritt, wenn der Vakuum- N_2 -Verdampfer ungenügend gefüllt ist. Abhilfe erfolgt durch kurzes Abstellen der Vakuumpumpe, wobei der H_2 über das " H_2 -unrein" abzuregulieren ist.

Bei Verlegungen des Vakuum- N_2 -Gegenströmers kann kein genügend hohes Vakuum im Verdampfer erzeugt werden; eine vergleichende Druckmessung des Vak. im Verdampfer und vor dem Drosselschieber der Pumpe lässt die Erscheinung erkennen. Der Druckabfall im Vakuum- N_2 -Gegenströmer soll nur ca. 20 mm QS betragen. Der Drosselschieber vor der Vakuumpumpe ist im normalen Zustand 5 Gänge geöffnet.

Ein Ansteigen des O_2 -Spiegels in der N_2 -Flüssigkeit auf über 2,5 Vol.-% O_2 bewirkt ein Ansteigen der Siede-Temperatur im Vakuum- N_2 -Verdampfer, sodass sich die Qualität des erzeugten H_2 verschlechtert. O_2 aus der Luft kann durch die Stopfbüchse der Vakuumpumpe eintreten; bei hohem O_2 -Gehalt des N_2 -Kreislaufes ist deshalb die Stopfbüchse auf Undichtigkeiten zu prüfen.

Erfahrungen beim Kaltfahren:

Das Kaltfahren darf erst begonnen werden, wenn

1) der Trennapparat in allen Teilen gut ausgeblasen ist. Dabei müssen regelmässig die Regulierventile nacheinander

ander bei ausgebauten Spindeln ausgeblasen werden, weil sich das abgetaute Wasser in die nach unten gezogenen Zu- und Ableitungen der Ventile stellen und beim Kaltfahren dort einfrieren kann,

2) eine Blindscheibe an der Verbindung der N_2 -Sammelleitung mit der Restgasleitung gesteckt ist und wenn

3) der N_2 auf Abwesenheit brennbarer Verunreinigungen untersucht worden ist.

Die letzten beiden Massnahmen haben sich als erforderlich erwiesen, nachdem es vorgekommen ist, dass infolge von Undichtigkeit der Schieber im Restgas Kohlenwasserstoffe in den N_2 geraten sind, die beim Kaltfahren des Trennapparates sich im Vakuum- N_2 -Gegenströmer als feste Substanz ablagerten und diesen verlegten.

Die Erfahrung hat gelehrt, dass bei zweckentsprechender Führung des Kaltfahr- N_2 der Trennapparat in 18 Stunden kaltgefahren werden kann, wobei in den letzten 3 Stunden N_2 -Flüssigkeit produziert werden muss. Das Einfahren von Rohgas gestaltet sich aber leichter, wenn die Kaltfahrperiode auf 20-22 Stunden ausgedehnt werden kann.

Erfahrungen beim Tauen:

Der Trennapparat muss getaut werden, wenn über 1 000 000 cbm Rohgas durchgesetzt worden sind; dabei kann diese Rohgasmenge je nach der durchschnittlichen Belastung in 1000 - 1600 Betriebsstunden verarbeitet worden sein. Bei gewissenhafter Bedienung der Vorapparatur treten im allgemeinen Verlegungen eher im HD- N_2 -Teil auf als im Rohgas-teil.

Die beim Tauen gesammelten Erfahrungen sind bereits in der Bedienungsanleitung (s. Anlage 2) niedergelegt. Die Dauer des Tautvorganges beträgt ca. 24 Std. Es hat sich aber gezeigt, dass es immer von Vorteil für die Dauer der nächsten Betriebsperiode ist, wenn die Dauer des Anwärmens um ca. 4 Std. verlängert wird, weil der Trennapparat in seinem kältesten, also im N_2 -Teil, erst nach ca. 28 Std. so warm wird, dass eine Gewähr dafür gegeben ist, dass auch hier alle Eisbestandteile beim Ausblasen entfernt werden können.

Ferner muss die Zeit der für das Tauen erforderlichen Massnahmen mit eingerechnet werden; völlige Entleerung der Flüssigkeiten aus allen Apparate teilen, Montieren der erforderlichen Leitungen usw.. Diese Zeit beträgt bei normalen, vorher zu bestimmendem Tauen ca. 2 - 3 Std.; bei durch Betriebsstörung plötzlich erzwungenem Anwärmen muss mit einer Vorbereitungsdauer von 4 - 5 Std. gerechnet werden. Das gründliche Ausblasen des Trennapparates nach dem Anwärmen erfordert weitere 2 - 3 Std.

Erfahrungsgemäss ist also für jede Tauperiode einschliesslich Kaltfahren des Trennapparates vom Abstellen des Rohgasverdichters bis zum Wiedereinfahren von Rohgas an gerechnet eine Zeit von 53 - 57 Std. erforderlich. Ein Unterschreiten dieser Zeit würde sich auf die Dauer der folgenden Betriebsperiode nachteilig auswirken.

Erfahrungen beim Waschen des Rohgasgegenströmers mit Lauge:

Reaktionsfähige Olefine, Diolefine, Acetylene, Stickoxyde können nach den Erfahrungen der Fa. Linde eine harzartige Ablagerung im kalten und warmen Ast des Rohgasgegenströmers bilden, welche den Wärmeaustausch beeinträchtigen und durch Anwärmen allein nicht entfernt werden können. Um solche Ablagerungen zu entfernen, muss der Rohgasgegenströmer von Zeit zu Zeit mit verdünnter Natronlauge gewaschen werden, wofür besondere Laugeleitungen vorgesehen sind. Nachdem beim letzten Spülen mit Lauge sich gezeigt hat, dass die Lauge klar abläuft, also keine derartigen Ablagerungen vorhanden waren, wird erst dann wieder mit Lauge gespült werden, wenn sich Störungen im Wärmeaustausch bemerkbar machen sollten. Auf Grund der bisherigen Erfahrungen sind dann folgende Massnahmen zu treffen:

1) Während des Anwärmens des Trennapparates muss ein Teilstrom von warmem N_2 aus dem kalten Ast durch die Laugeüberlaufleitung geführt werden, damit etwa vorhandener Eisansatz in dieser Leitung abgetaut werden kann.

2) In die Rohgasleitung zwischen oberem Ende des kalten Astes und Eintritt in den Drillingsgegenströmer ist vor Beginn des Laugespülens eine Blindscheibe zu stecken, damit mit Sicherheit ein Eindringen von Lauge in andere Apparate teile verhütet wird.

3) Es dürfte vorteilhaft sein, am Lauge-Eintritt ein kommunizierendes Glasrohr anzubringen, damit das Hochsteigen der Lauge im Rohgasgegenströmer von aussen fortlaufend beobachtet werden kann.

Erfahrungen über den Verbrauch an Energie, wasser u. N₂.

1) Elektr. Energie.

Die Energie-Ausbeute nimmt mit stärkerer Belastung der Anlage zu, weil sich der Energie-Beuarf der Antriebsmotoren bei reduzierter Leistung der Verdichter nicht im gleichen Verhältnis mit der Belastung vermindert. Bezogen auf 100 cbm CH₄ steigt die Energieausbeute nicht im gleichen Masse wie bei Bezugnahme auf 100 cbm Rohgas, weil bei höherer Belastung die CH₄-Ausbeute geringer wird, d.h. bei reduzierter Leistung kann mit schwererem Rohgas auf Kosten der für den gesteigerten Kältebedarf im HD-N₂-Verdichter aufzuwendender Energie eine höhere CH₄-Ausbeute erzielt werden.

Betriebsperiode	Durchschnittliche KW-Std. pro 100 cbm Belastung	
	cbm Rohgas/Std.	Rohgas Methan
III/1936	640	46 226
II/1936	560	50 192
I/1937	800	39 191
II/1937	840	38 194
III/1937	750	40 204

In den Zahlen ist auch der Energieverbrauch während der Anwärme- und Kaltfahr-Periode enthalten. Bei Ausschaltung derselben dürfte der Energieverbrauch bei voller Belastung und bei einer Ausbeute von 75 - 80 % CH₄ bei 175 - 180 KW-Std./100 cbm CH₄ liegen.

2) Wasserverbrauch.

Betriebs-Durchschnittsperiode	Durchschnittliche Belastung cbm Rohgas/Std.	cbm Wasser pro 100 cbm Rohgas	Mittlere Temp. des Wassers	Reinstickstoffverbrauch pro 100 cbm Rohgas	
				Rohgas	Methan
III/1936	640	15,8	17°C	-	-
IV/1936	560	12,4	7°C	-	-
I/1937	800	10,5	5°C	2,17	10,77
II/1937	840	10,9	14°C	2,34	11,97
III/1937	750	14,9	15°C	1,00	5,05

3) Reinstickstoff-Verbrauch.

Der Verbrauch an Reinstickstoff konnte erst kontrolliert werden, nachdem im April 1937 eine Trockengasuhr in die N_2 -Speiseleitung eingebaut worden war. Er ist abhängig von Undichtigkeiten im Hochdruck-Teil, von der zum Ausblasen der HD- N_2 -Kühler erforderlichen Menge Stickstoff und hauptsächlich von Undichtigkeiten im Vakuum- N_2 -Teil. Die letzteren haben zur Folge, dass durch Eindringen von atmosphärischer Luft der Sauerstoffgehalt im N_2 -Kreislauf auf ein unzulässiges Mass ansteigt, sodass eine grössere Menge des Stickstoffes abgeblasen und durch frischen Reinstickstoff ersetzt werden muss. Dieser Zustand erklärt den hohen Bedarf an Reinstickstoff im ersten Halbjahr 1937, in welchem Schwierigkeiten an der Stopfbüchse des Vakuum-Gebläses auftraten. Nach Einbau einer geeigneten Stopfbüchse im Juli 1937 ging der N_2 -Bedarf stark zurück, wie aus den Zahlen auf Seite 51 hervorgeht.

Erfahrungen über Reinheit und Ausbeute:

Wasserstoff: Von der Reinheit des erzeugten H_2 gilt das auf Seite 5 Gesagte. Die Ausbeute/bei über 90%.

Methan: Die CH_4 -Ausbeute ^{liegt} ist abhängig von den unvermeidlichen CH_4 -Verlusten,

- 1) durch den CH_4 -Gehalt der aus dem C_2H_4 -Verdampfer abregulierten Flüssigkeit,
- 2) durch den CH_4 -Gehalt des am Kopf der CH_4 -Säule austretenden Restgases.

Bei reduzierter Leistung kann der C_2H_4 -Verdampfer stärker ausgekocht werden und die CH_4 -Säule stärker belüftet werden, sodass das Restgas am Kopf der Säule möglichst CH_4 -arm bzw. spezifisch schwer gehalten werden kann. Es lässt sich dadurch eine CH_4 -Ausbeute von 85-90% erreichen, die natürlich auf Kosten der Kälteleistung bzw. der aufzuwendenden Energie geht. Bei voller Belastung werden die Verhältnisse entsprechend ungünstiger.

Die Trennsäulen sind stärker belastet, die Belüftung der CH_4 -Säule ist verhältnismässig geringer, weil namentlich bei schwerem ($CO-N_2$ reichem) Rohgas ein grösserer Anteil $CO-N_2$ durch den Verdampfungsgegenstromer gegeben werden muss, um an durch Verdampfen von fl. N_2 gewonnener Kälte zu

sparen, d.h. es ist nicht wie bei reduzierter Leistung eine gewisse Kälte-Reserve an fl. N_2 im HD- N_2 -Teil vorhanden. Mithin muss bei voller Belastung die CH_4 -Ausbeute bei besserer Energie-Ausbeute geringer sein; sie bewegt sich zwischen 75 - 80 %.

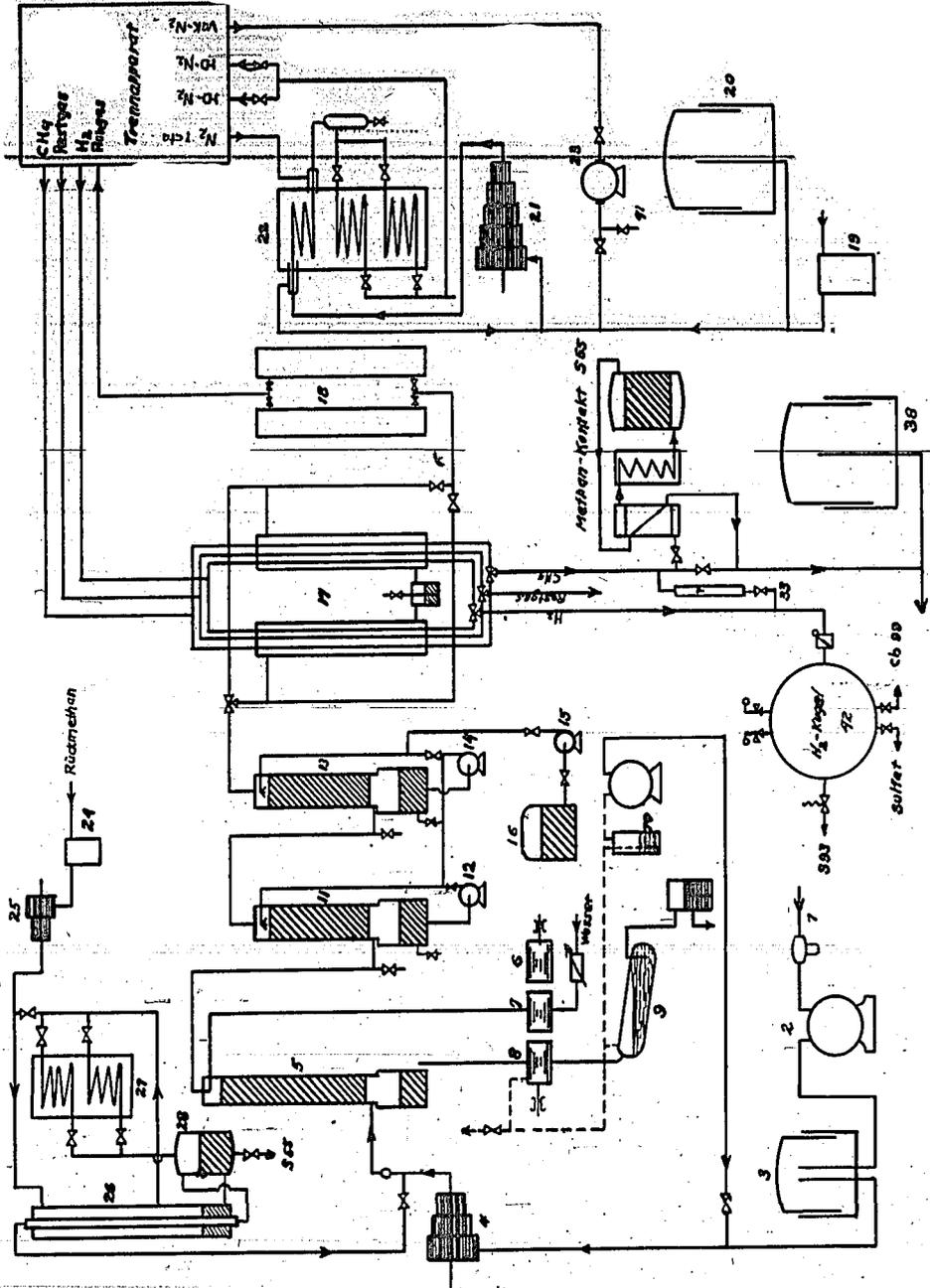
	Durchschnittliche Belastung	CH_4 -Ausbeute
III/1936	640	84,4 %
IV/1936	560	93,4 %
I/1937	800	84,0 %
II/1937	840	81,6 %
III/1937	750	81,9 %

Die Reinheit des erzeugten Methans bleibt praktisch immer die gleiche; ein mittlerer Gehalt von 0,6 Vol.% C_2H_4 ist nicht zu vermeiden.

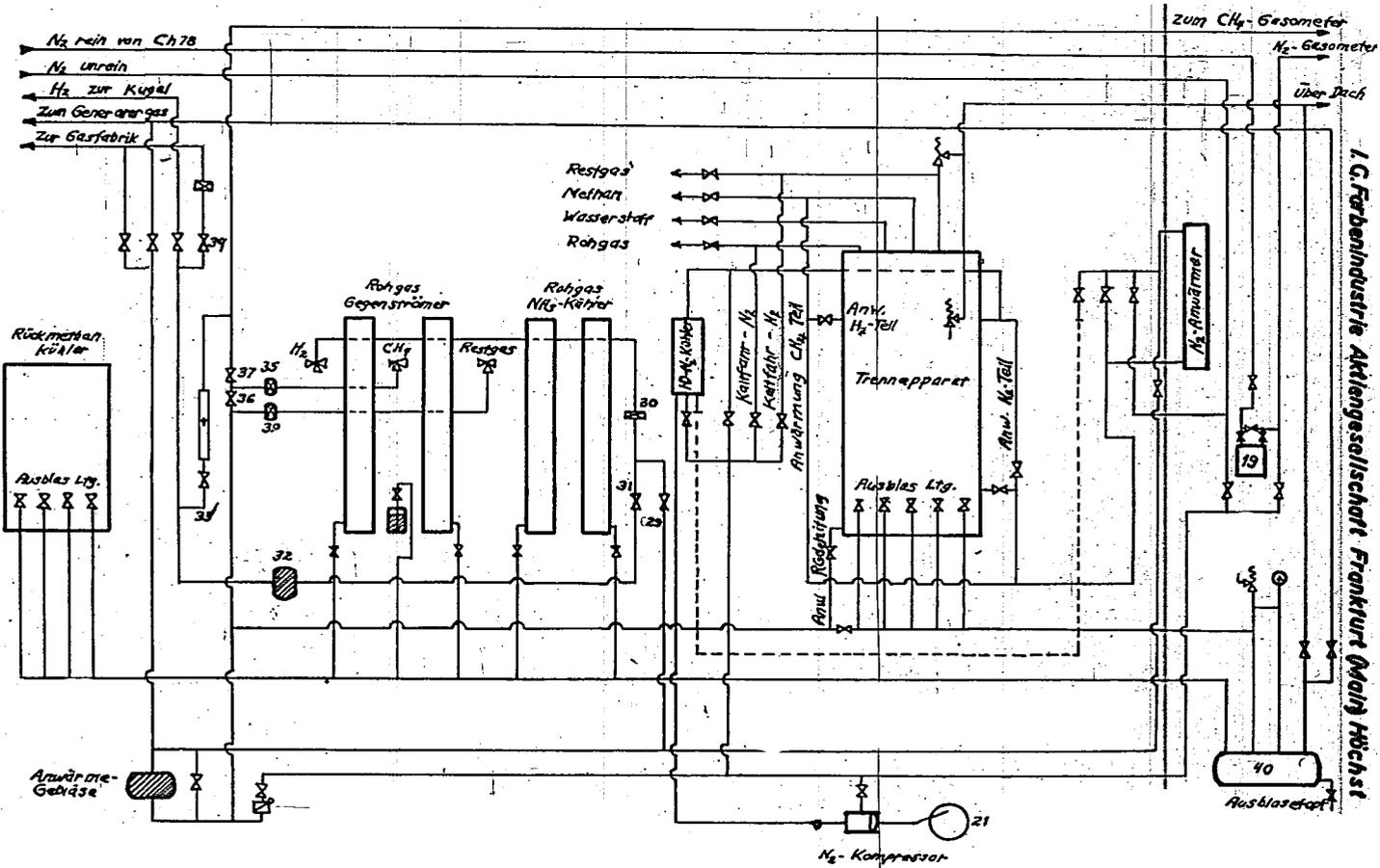
Frankfurt a.M.-Höchst, den 30. Dezember 1937.

Anlage: Betriebssystem 1 - 4
Bedienungsvorschriften.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt (Main) Höchst

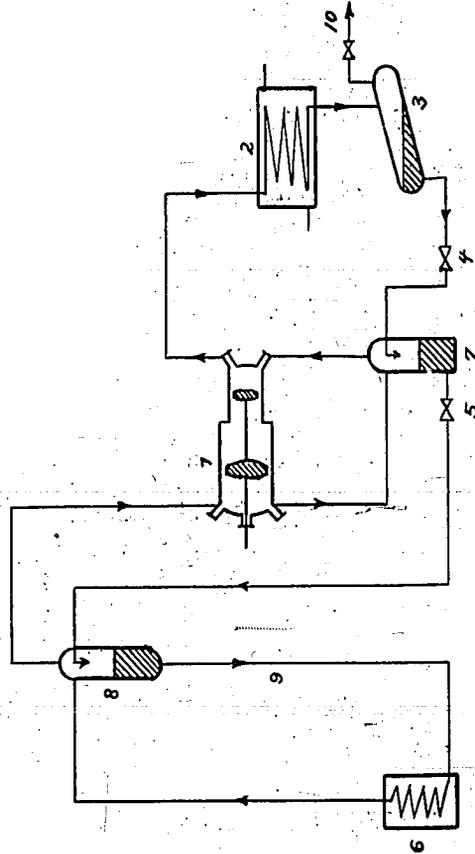


Tag	Name	Betriebsschema - Lindeanlage	Gebäude	SK 1.
Gez.			S. 56	
Gepr.			Maßstab:	Ers. für:
Norm.	K. A. Nr.:	Teil:		Ers. durch:
Stand.	Gehört zu Zeichng. Nr.			
Amerk.				

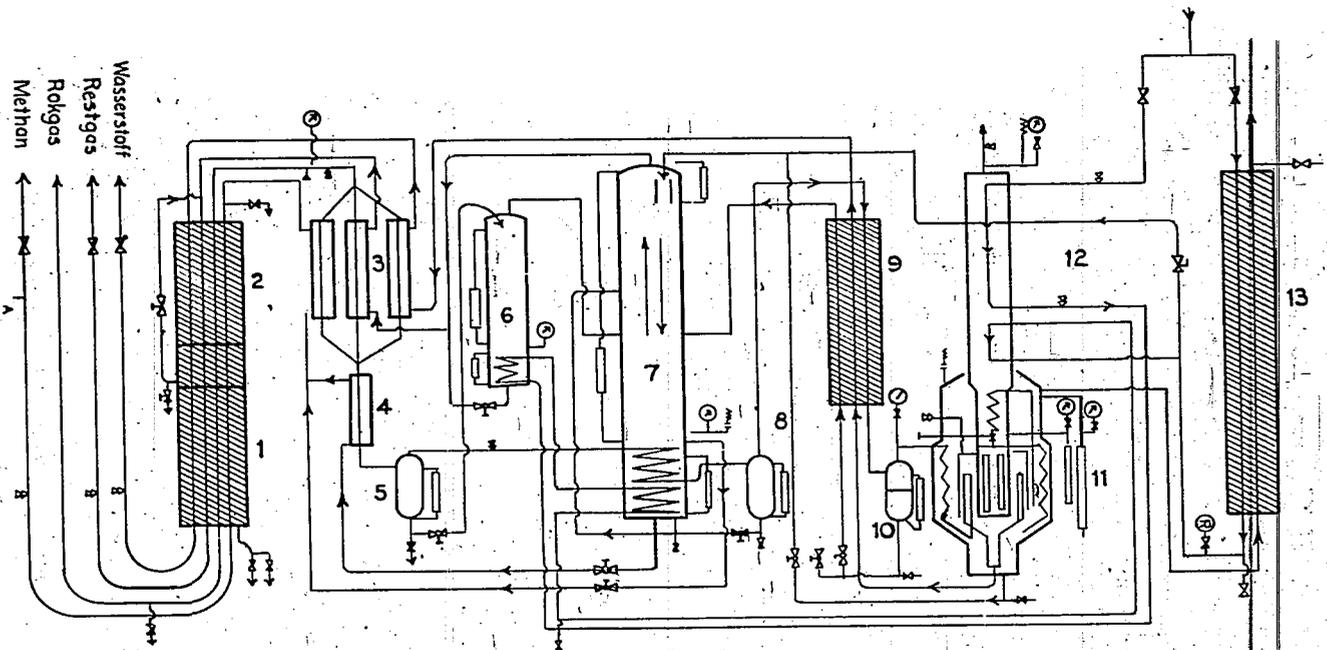


Tag	Monat	Betriebsstation - Lindenanlage		Seite	SK 2.
Gez.				5:55	
Gepr.		K. A. Nr.:		Messst.	Dr. Nr.
Takt.		Geist zu Zeichn. Nr.:		teil:	Dr. drit.
Abw.					

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Frankfurt(Main) Höchst



	Tag	Name	Schema der NH_3 -Kälteanlage		Gebäude	Sk 3
Gez.					S. 56	
Gepr.			K. A. Nr.:	Tell.:	Maßstab:	Ess. für:
Abg. z. d. P.			Gehört zu Zeichng. Nr.:			Ess. durch:
Abgek.						



1. Warmer Ast
2. Kalter Ast
3. Drillings-Gegenströmer
4. CH_4 Verdampfungsgegenströmer
5. C_2H_4 -Abscheider
6. C_2H_4 Soule
7. CH_4 Soule

8. CH_4 -Abscheider
9. CO-CH_4 Verdampfungsgegenströmer
10. CO-CH_4 Abscheider
11. N_2 Verdampfer
12. Veruum-N_2 -Gegenströmer
13. N_2 -Gegenströmer

- A = Anwärmung
 ▽ = Analyse
 ⊕ = Widerstandsthermometer

Betriebs - Schema des

Trennapparates

PLAT Publications Brandt GMBH