

Chemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Obh.-Holten, den 12. Januar 1942.
Abt.DVA. Hr./Wg.-

65027

7c.

Herrn Professor Martin.

C 65027	
Eing. d. 3:	14. 1. 1942
Lfd. Nr.:	48 ?
Bemerk.:	

Betr.: Monatsbericht Dezember 1941 der Druckversuchsanlage.

1.) Olefinsynthesen:

Die Versuchsserie über den Einfluß des H_2/CO -Verhältnisses im Ofeneintrittsgas (Frischgas + Rücklaufgas) auf die Bildung von Olefinen wurde weiter geprüft:

Es konnte hierbei festgestellt werden, daß die Möglichkeit des Wassergaskreislaufbetriebes zur Olefinbildung mit ausreichender Qualität unter Einsatz H_2 -reicherem Wassergases (beabsichtigte Hoesch-Fahrweise) gegeben ist, wenn

- a.) die Belastung bei 50 % oder 75 %
und b.) der Kreislauf " 1 + 2 " " 1 + 3
gehalten wird.

Wassergas H_2/CO	RB		
	1,21	1,35	1,39
Belastung	1,02	0,52	0,74
Kreislauf	1 + 3	1 + 2	1 + 3
Temperatur °C	200	200	200
H_2/CO im Ofeneintrittsgas	0,64	0,62	0,67
CO + H_2 -Umsatz %	65,1	81,5	76,0
CO + H_2 -Umsatz -			
Nm³ bes. auf 10 m³-Ofen	578	353	479
Ausbeute an flüss. PP.			
g/Nm³ Nutzgas (CO+H ₂)	117,5	141,9	127,8
Ausbeute-Maßzahl ohne Gasol	180,5	174	168,2
Vol.% Olefine			
Benzin - 200 °C	66,3	66,5	63,0
Öl 200 - 320 °C	45,5	44,0	42,3

Der Versuch zur Steigerung des Olefingehaltes durch Steigerung der Temperatur — sie bedingt eine Umsatzsteigerung und damit eine wesentliche

Durchschrift

wesentliche Verschiebung des H_2/CO -Verhältnisses zum CO im Ofeneintrittsgas -- führte auch unter Einsatz H_2 -reicherem Wassergases nicht zum Erfolg. Hier war, ebenso wie schon früher gesagt, (vergl. Bericht Ofen 10, 11. Füllg., vom 1.11.41) mit steigender Temperatur eine stärker hydrierende Wirkung des Wasserstoffes festzustellen:

Temperatur °C	200	209	214
Belastung	0,97	1,01	1,00
Kreislauf	1 + 2	1 + 2	1 + 2
H_2/CO im Wassergas	1,38	1,35	1,33
H_2/CO im Ofeneintrittsgas	<u>0,79</u>	<u>0,71</u>	<u>0,64</u>
$CO + H_2$ -Umsatz %	72,3	75,0	78,8
$CO + H_2$ -Umsatz in Nm^3 bez. auf 10 m^3 -Ofen	592	641	666
Ausbeute an flüss. PP.			
g/Nm^3 Nutegas ($CO+H_2$)	126	125	125
Ausbeute-Maßzahl ohne Gasol	174	167	162
Vol.% Olefine			
Benzin - 200 °C	58,3	60,7	61,0
Öl 200 - 320 °C	38,3	38,4	40,7

Allgemein können wir aufgrund der bisher durchgeführten Olefinsynthese-Versuche sagen, daß die Olefinbildung in den Produkten bei der CO-Hydrierung unter Anwendung von Wassergas von folgenden Punkten abhängig ist:

- a.) $H_2 : CO$ im Ofeneintrittsgas (Frischgas + Rücklaufgas)
- b.) $H_2 : CO$ im Frischgas (Wassergas)
- c.) $CO + H_2$ -Umsatz
- d.) $CO + H_2$ im Frischgas (Wassergas)
- e.) Belastung
- f.) Kreislauf
- g.) Temperatur
- h.) Kontakt.

Alle diese Punkte sind eng miteinander verbunden. Eine Änderung der einen Bedingung kann gleich die Verschiebung in anderen Punkten zur Folge haben. Diese müssen optimal gewählt werden und führen dann zu den gewünschten Ergebnissen.

65029

Zur Zeit prüfen wir in Ofen 10 (4 m Hannesmann-Doppelrohröfen) mit der 12. Füllung den Betrieb bei höherer Belastung, der sich demnächst bei RB in der Mitteldruck-Synthese bei Durchführung der Olefinsynthese einstellen wird:

75.000 Nm³ Wassergas/64 = 68 Ofen i.d. Stde.

(vergl. Schrb. vom 30.12.41)

1.140 Nm³ Wassergas/Ofen, Stde.

Zu Beginn der jetzt laufenden Versuchsperiode mit 1,24-facher Belastung hatte der Ofen eine Kontaktleistung von

129.500 Nm³ CO + H₂-Umsatz/m³ Kontakt,

d.h. 46,3 % der Leistung vollbracht, die der Ofen in 6 Monaten (280.000 Nm³ CO + H₂/m³ Kontakt)

an CO + H₂ umzusetzen hat.

Die jetzt vorliegenden Ergebnisse aus 10 Betr.-Tagen befriedigen in jeder Hinsicht:

Temperatur	214 °C
Belastung	1,24 (1240 Nm ³ W-gas/Ofen, Stde.)
Kreislauf	1 + 3
CO + H ₂ -Umsatz	69 %
CO + H ₂ -Umsatz bez. auf 10 m ³ -Ofen i.d. Stde. in Nm ³	730
Ausbeute an flüss. PP. g/Nm ³ Nutzgas (CO+H ₂)	116
Olefine - SPL	
in Bensin - 200°	64 Vol.-%
" Öl 200 - 320°	43 "

2.) Eisensynthese:

A.) Der in Ofen 14a eingesetzte Eisenkontakt P.1480 befriedigte in seinen Ergebnissen in den ersten 30 Tagen nicht (siehe Monatsbericht November 1941).

Der Ofen wurde aus diesem Grunde am 12.12.1941 stillgesetzt und entleert.

Die Hauptmasse (etwa 75 - 80 %) des Kontaktes konnten unter dauerndem Klopfen ohne Schwierigkeit ausgebracht werden. Die Entleerung der in den oberen Schichten verbleibenden Kontaktreste

Durchschrift

machte

-4-

05030

machte große Schwierigkeiten.

B.) In Ofen 11 (14 mm Röhrenofen) prüften wir eine gegebenenfalls nachhaltende Wirkung der einmal gefahrenen zweifachen oder dreifachen Belastung (siehe Monatsbericht Oktober 1941, Seite 5) bei Rückgang auf die Normalbelastung, stellten aber fest, daß praktisch gesehen, nur eine Alterung des Kontaktes ohne Schädigung mit entsprechender Verschiebung der Siedelage zur Bensinseite zu verzeichnen war:

Versuchszeit, Betr.-Std.	191. bis 502.	611. bis 707.	708. bis 875.	593. bis 1192.
Belastung	1,01	2,01	2,84	1,15
Temperatur °C	246	266,5	280	246
CO + H ₂ -Umsatz %	72,1	68,3	68,5	69,8
CH ₄ bez. auf CO-Umsatz	8,6	14,5	21,5	12,8
Gew.% Bensin - 200°C	33	41	62	59
1. Gesamtflüssigprodukt (nach Engler)				

C.) Im gleichen Ofen wurde mit der gleichen Kontaktfüllung versucht, das Kühlwasser durch Dampf zu ersetzen, um so die Frage zu prüfen, ob die Aufnahme der Wärme durch Wasserdampf gegebenenfalls durch Verdampfung einspritzender Wassermengen möglich ist. Hierdurch würde man mit dem Druck wesentlich herunterkommen und hätte so vielleicht die Möglichkeit, die bestehenden Mitteldruck-Synthesefäden mit Eisenkontakt zu betreiben.
Da nun der Gasdruck bei den z.Zt. in Betrieb befindlichen Ofen auch nur 10 atm betragen darf, wurde der nur wenige Tage dauernde Orientierungsversuch unter dem Gasdruck von 10 atm gefahren und brachte folgendes Ergebnis:

Dampfdruck auf der Wassersseite	9 atm
Dampftemperatur	
wasserseitig Eintritt	230 °C
" Austritt	250 °C
Belastung	2,0
Kreislauf	1 + 3
CO + H ₂ -Umsatz	60 %
CH ₄ bez. auf CO-Umsatz	30 %
CO + H ₂ -Verfl.-Durchschnittsanalyt.	33 %

Man kann aus diesen Zahlen annehmen, daß es möglich ist, auch dann noch eine Verflüssigung zu erzielen, wenn Dampf statt Wasser als Wärmeträger verwendet wird. Es muß aber als besonders wichtig erwähnt werden, daß dieser Ofen infolge seiner kleinen Ausführung bei normalem Betrieb einer gewissen Wärme-Zufuhr bedarf, um eine bestimmte Versuchstemperatur zu halten. Aus diesem Grunde ist zur endgültigen Beantwortung dieser Frage ein größerer Ofen mit frischem Kontakt später einmal so zu betreiben, daß die erzeugten Wärmemengen weit größer sind als die Ausstrahlungsverluste und die mit dem Restgas abgeföhrten Wärmemengen.

D.) Ofen 14a wurde mit einem frischen Eisenkontakt gefüllt und wird seit einigen Tagen mit Wassergas im Kreislauf betrieben. Die bis heute vorliegenden Ergebnisse lassen auf eine bessere Kontaktqualität als die der 2. Füllung schließen.

3.) Allgemeine Mitteldruck-Synthese:

In Ofen 2 wird mit Kobalt-Kontakt unter einem Gasdruck von 7 atm im geraden Durchgang der Einfluß des H₂/CO-Verhältnisses im Synthesegas geprüft, wobei das Verhältnis sechsstündlich zwischen 1,75 und 2,25 schwankt.

Z
Jy
M

Dr. : Hg., ✓
A.

Durchschrift