

Aktennotizüber die Besprechung mitder Fa. Gebr. Herrmann,  
Köln-Bayenthal,

in Köln-Bayenthal am 25.u.26.6.1940

Anwesend:Fa.Herrmann: Herrmann  
Dr.Stauder

RCH: Dipl.ing.Stuhlpfarrer

Verfasser: Stuhlpfarrer.Durchdruck an:Dr. Hagemann

Dipl.-Ing. von Asboth

Dr. Tramm

Dipl.-Ing. Stuhlpfarrer

Sekretariat Hg.

Eingang: 26. 7. 40

Lfd. Nr.: 645

Beantw.:

Zeichen:Datum:

Abt.HL - Stpf/Mm. 19. Juli 1940.

Betrifft: Versuche zur Trocknung von  $H_2$  bei der Fa. Gebr.Herrmann, Köln.

Bei der Aromatisierung hat es sich als notwendig erwiesen, den zur Reduktion des Katalysators notwendigen Wasserstoff trocken zu verwenden. Es wurde daher bei der Planung der G.L.T.-Anlage unter anderen Möglichkeiten zur Trocknung des Wasserstoffes eine Trockenanlage mit Silikagel von der Fa. Herrmann projektiert. Danach sind  $50\ 000\ m^3\ H_2$  pro Stunde mit etwa  $30\ g\ H_2O/m^3$  auf einen Maximalgehalt von  $0,1\ g\ H_2O/m^3$  zu trocknen. Als Kühlung steht Kühlwasser mit einer Temperatur von  $+30^\circ$  zur Verfügung. Herr Herrmann will eine Trockenanlage ohne vorherige Tiefkühlung des Gases verwenden. Bei dieser Anlage sollen drei Adsorber hintereinander auf Trocknung geschaltet sein, und zwar so, daß im ersten, schon benützten Adsorber nur ein Teil des Wassers zurückgehalten wird, während der 2. und 3. Adsorber dann den Rest des Wassers aus dem Gas nehmen. Zwischen den Adsorbern sind Wasserkühler vorgesehen. Während der Sättigungsperiode wird mit dem heißen, nassen Wasserstoff ein vierter, bereits gesättigter Adsorber regeneriert, während mit dem getrockneten kalten Wasserstoff ein fünfter regenerierter Adsorber gekühlt wird. Um die Arbeitsweise einer solchen Anlage zu untersuchen, wurde von der Firma Herrmann eine Modellanlage, welche den Abmessungen der großen Anlage angepaßt ist, aufgestellt, Beiliegende Skizze zeigt die Versuchs-

apparatur. Danach steht der Adsorber I auf Regenerierung, die Adsorber II - IV auf Reaktion und der Adsorber V auf Kühlung. Die Adsorber bestehen aus Rohren mit einer lichten Weite von 30 mm, einer Länge von 450 mm und sind mit je 230 g Silikagel gefüllt.

Mit dieser Apparatur wurde eine Reihe von Versuchen durchgeführt, und zwar so, daß nach je einer Reaktionsstunde der Adsorber I an die letzte Stelle (V) gesetzt wurde, während die anderen Adsorber um eine Stufe nach vorwärts gerückt wurden, sodaß der nunmehr gesättigte Adsorber II zur Regenerierung kam, der halbgesättigte Adsorber III zur vollen Sättigung gelangte usw.

Der Wasserstoff ( $1.9 \text{ m}^3/\text{h}$ ) strömt durch eine mit Wasser gefüllte auf  $40^\circ$  erwärmte Frittenwaschflasche, wobei er sich mit Wasserdampf sättigt. Da der Widerstand in der Apparatur konstant ist, konnte die durchgeleitete Wasserstoffmenge schon mit dem Manometer vor der Apparatur gemessen werden. Die genaue Messung erfolgte mit einem auf Wasserstoff geeichten Rota-Messer hinter der Apparatur. Der Wasserstoff wurde in einer Cu-Schlange auf  $250 - 300^\circ$  aufgeheizt und trat dann in den gesättigten Adsorber ein, wo er durch die Verdampfung des Wassers bis auf ca.  $60^\circ$  abkühlte. Gegen Ende der Reaktionsstunde stieg die Temperatur an der Austrittseite des Adsorbers auf ca.  $150^\circ$ . Der aus dem ersten Adsorber austretende Wasserstoff wurde auf  $30^\circ$  abgekühlt und blieb demnach bei  $30^\circ$  mit  $\text{H}_2\text{O}$ -Dampf gesättigt. Dieser feuchte, auf  $30^\circ$  gekühlte Wasserstoff trat in den schon vorbeladenen Adsorber, wo er sich durch Adsorptionswärme bis etwa  $50 - 60^\circ$  erwärmte und etwa die Hälfte seines Wasserdampfgehaltes abgab. Der ca.  $50 - 60^\circ$  warme Wasserstoff wurde wieder auf  $30^\circ$  gekühlt und gelangte so in den noch unbeladenen Adsorber III, wo ebenfalls eine Temperaturerhöhung auf ca.  $50 - 60^\circ$  zu beobachten war. Der nur noch geringe Mengen Wasserdampf enthaltende Wasserstoff ging nach Kühlung auf  $30^\circ$  noch durch einen dritten Adsorber und danach vollkommen trocken durch den vorher regenerierten Adsorber V. Die Strömungsgeschwindigkeit in den Adsorbern war ca.  $75 \text{ cm/sec.}$  auf leeren Raum gerechnet. Danach folgte die Mengenummessung mit dem Rotamesser und die analytische Feuchtigkeitsbestimmung in einem Zweigstrom, welcher entweder vor oder nach dem Adsorber V abgezeigt wurde und durch eine Gasuhr besonders gemessen werden konnte. Die Prüfung auf Wasserdampfgehalt des

durchgeleiteten Wasserstoffes erfolgte mit einem Taupunkthygrometer, wo in keinem Falle Wasserdampf festgestellt werden konnte, oder gewichtsanalytisch mit U-Röhrchen, welche mit Phosphorpentoxyd gefüllt waren. Der Feuchtigkeitsgehalt des Wasserstoffes lag etwa eine Zehnerpotenz tiefer als die Forderung war.

Nachfolgende Tabelle zeigt die Auswertung der ersten Reaktionsstunde.

Adsorber Nr.	II	I	IV	V	III							
Gewicht des regenerierten Adsorbers	4200	4055	3890	4003	3946							
Gewicht bei Vers.Beg.	4252	4084	3890	4003	3943							
Gew. bei Vers.Ende	4197	4115	3917	4002	3942							
Gew. der Silikagelfüllung	230	230	230	230	230							
Beladung in Gew.% bezog. auf Silikagel bei												
Vers.Beg.	22,6%	12,6%	0 %	0 %	0 %							
Vers.Ende	0 %	26,0%	12 %	0 %	0 %							
abgeschiedenes H <sub>2</sub> O	55 g	-	-	-	-							
Temp. des Gases nach	Eintritt		Austritt		Eintritt		Austritt		Eintritt		Austritt	
10'	178	61	29	48	29	62	29	27	29	30	29	30
20'	258	64	29	53	30	63	29	28	28	30	28	30
30'	270	64	30	51	30	62	30	30	29	29	29	29
40'	265	110	29	50	31	62	30	30	30	29	30	29
50'	258	182	30	49	30	62	30	30	30	28	30	28
60'	255	189	30	48	30	62	29	30	30	28	30	28

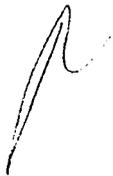
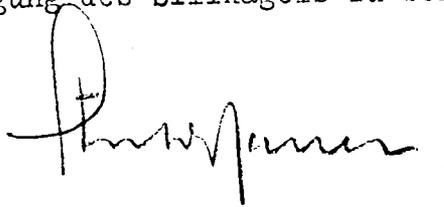
Gewichtszunahme der U-Rohre: 0,0072 g  
 Durchgeleitete H<sub>2</sub>-Menge 405 l  
 Feuchtigkeit im Endgas 0,017 g H<sub>2</sub>O/m<sup>3</sup>

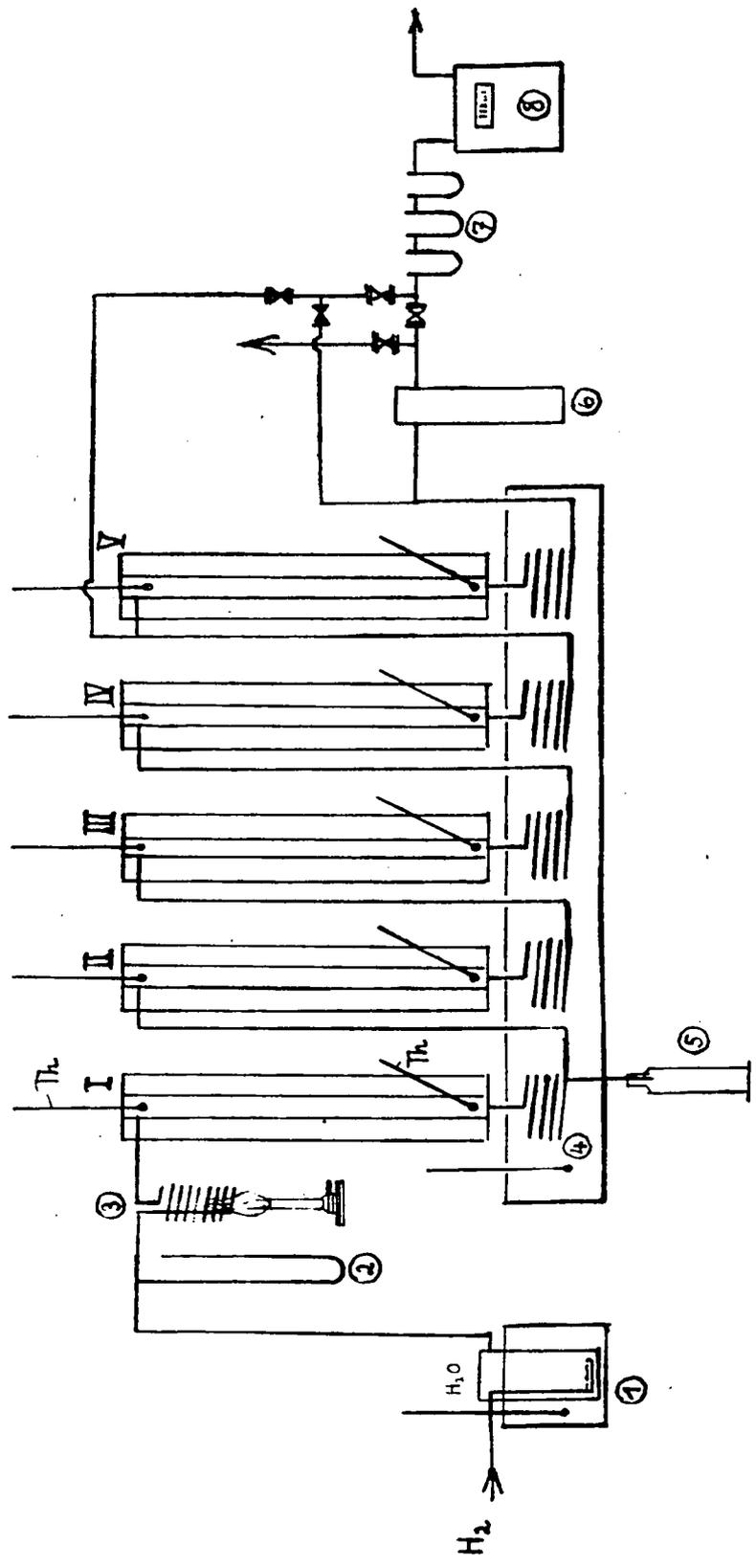
Es wurden 6 Reaktionsstunden geprüft. Die Temperaturen für die einzelnen Reaktionen sind in Abb.2 jeweils für den Abtreiber, in Abb.3 für die beiden Adsorber in Abhängigkeit von der Versuchsdauer dargestellt. Die Abb.4 zeigt für die einzelnen Reaktionen die Beladung der einzelnen Adsorber in Gew.% H<sub>2</sub>O, bezogen auf Silikagel. Abb.5 zeigt schließlich noch für die einzelnen Reaktionen die erreichte Menge Wasserdampf/m<sup>3</sup> H<sub>2</sub> nach der Trocknung und im Ver-

gleich dazu die geforderte Maximalmenge.

Die Versuche zeigten, daß eine Trocknung von Wasserstoff, welcher bei ca. 30°C mit etwa 30 g H<sub>2</sub>O/m<sup>3</sup> gesättigt war, bis unter 0,1 g H<sub>2</sub>O/m<sup>3</sup>, ja sogar bis auf 0,01 - 0,02 g H<sub>2</sub>O/m<sup>3</sup> erreicht wird. Infolge einer geeigneten Hintereinanderschaltung von vorbeladenem und trockenem Silikagel wird die Beladung auf 2 bis 3 Adsorber verteilt, so daß eine Wasserschädigung nicht zu erwarten ist.

Es wurde noch mit Herrn Herrmann vereinbart, daß in unserem Labor Versuche mit dem in der LT-Anlage anfallenden Wasserstoff, welcher als Verunreinigung etwa 8 - 10 % niedrige Kohlenwasserstoffe enthält, durchgeführt werden um festzustellen, ob infolge dieser Verunreinigungen eine Schädigung des Silikagels zu befürchten ist oder nicht.





Apparatur zur Trocknung  
von Wasserstoff.

I - V. Adsorber

30% Lsg.  
450 mm Länge  
230 g Silicagel-Füllung.

- ① Sättiger
- ② Manometer
- ③ Wasserabsorber
- ④ Wasserabsorber
- ⑤ Wasserabsorber
- ⑥ Wasserabsorber
- ⑦ U. Rotare mit  $P_2O_5$
- ⑧ Saesuhr

Abb. 1.

Absorber in Abtreibung

Abb. 2

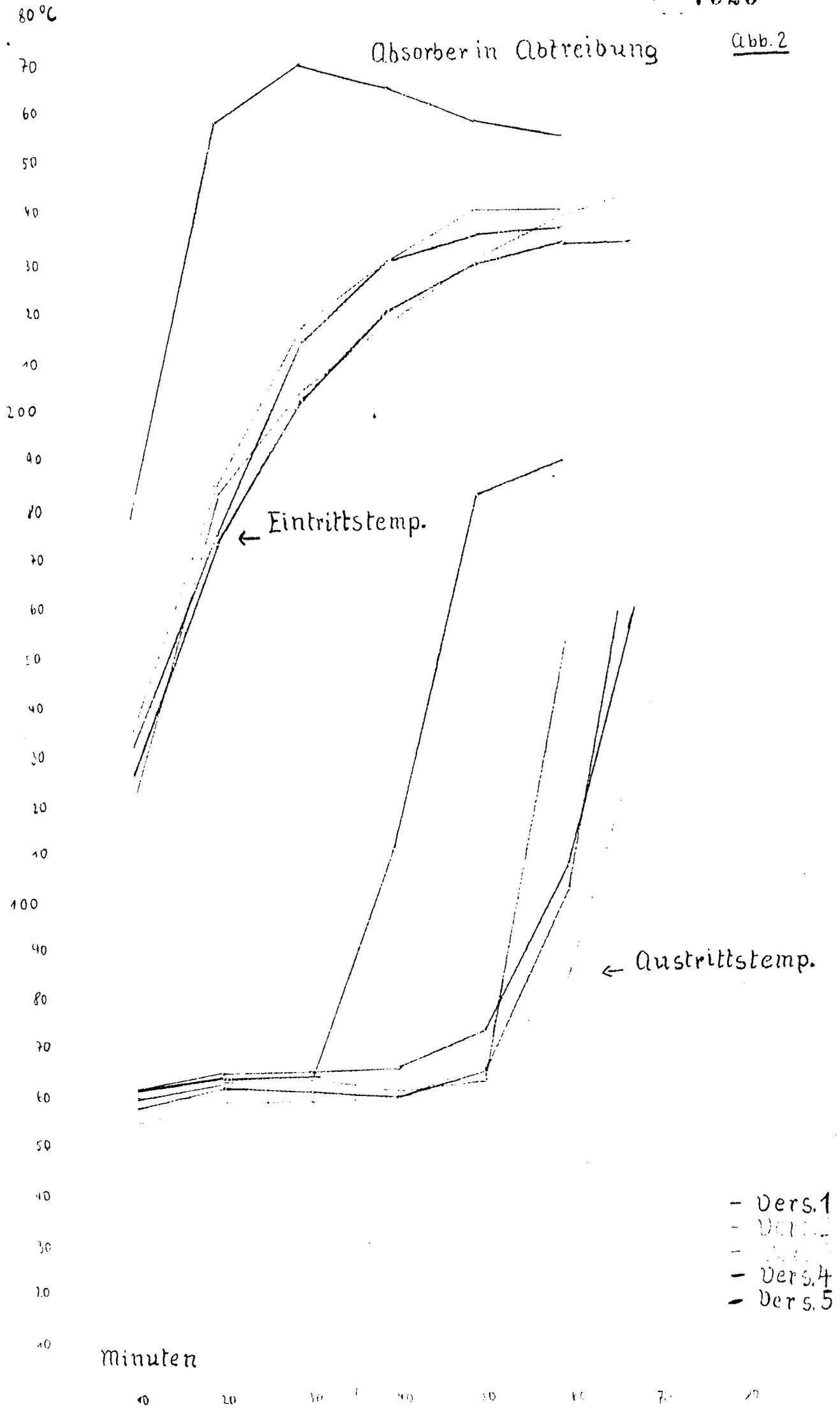
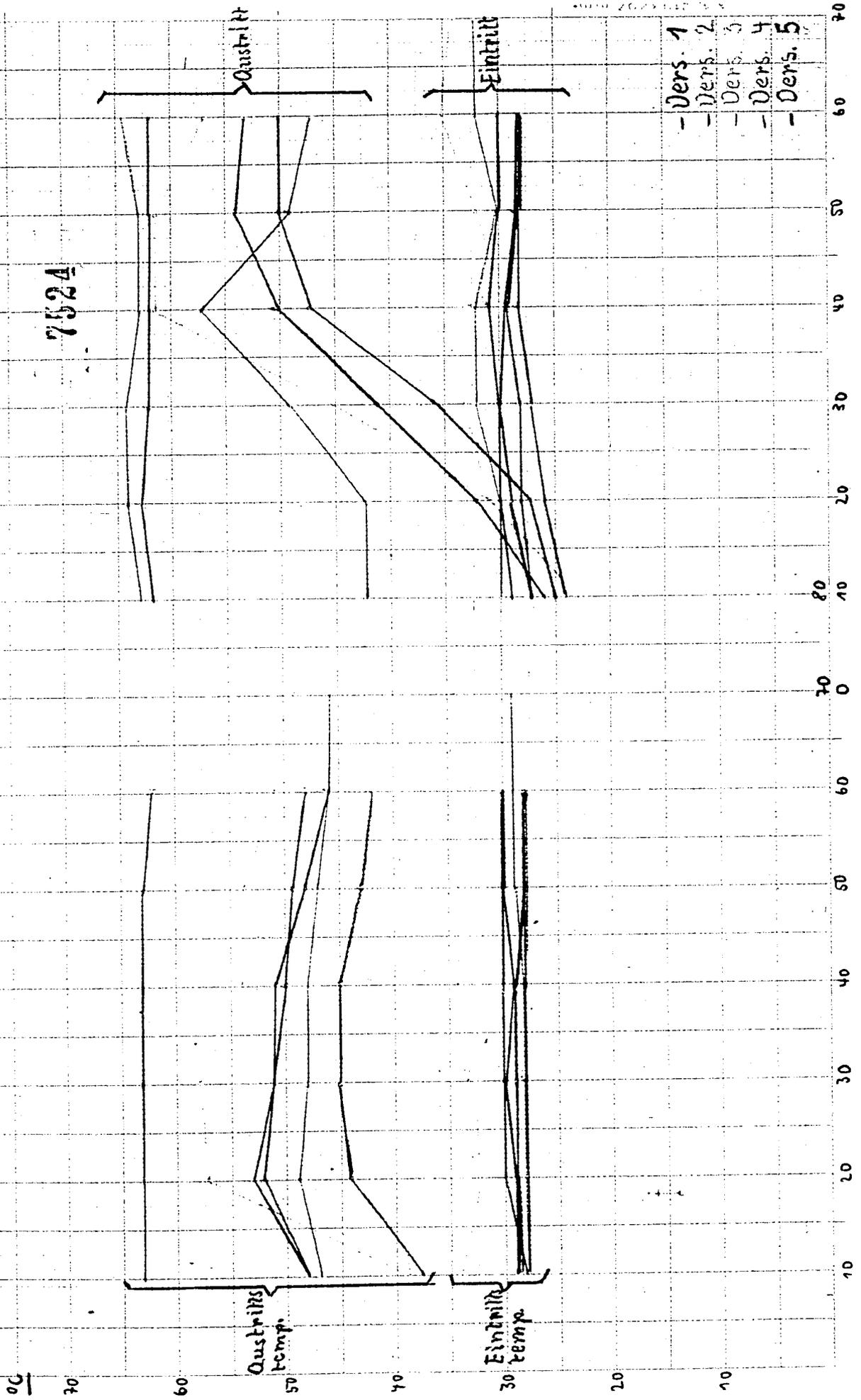


Abb. 3

Nachgeschalteter Adsorber

7524

Vorgesättigter Adsorber



Minuten

Abb. 4

Ges.  $\text{H}_2\text{O}$  bezogen auf Silikagel im Adsorber

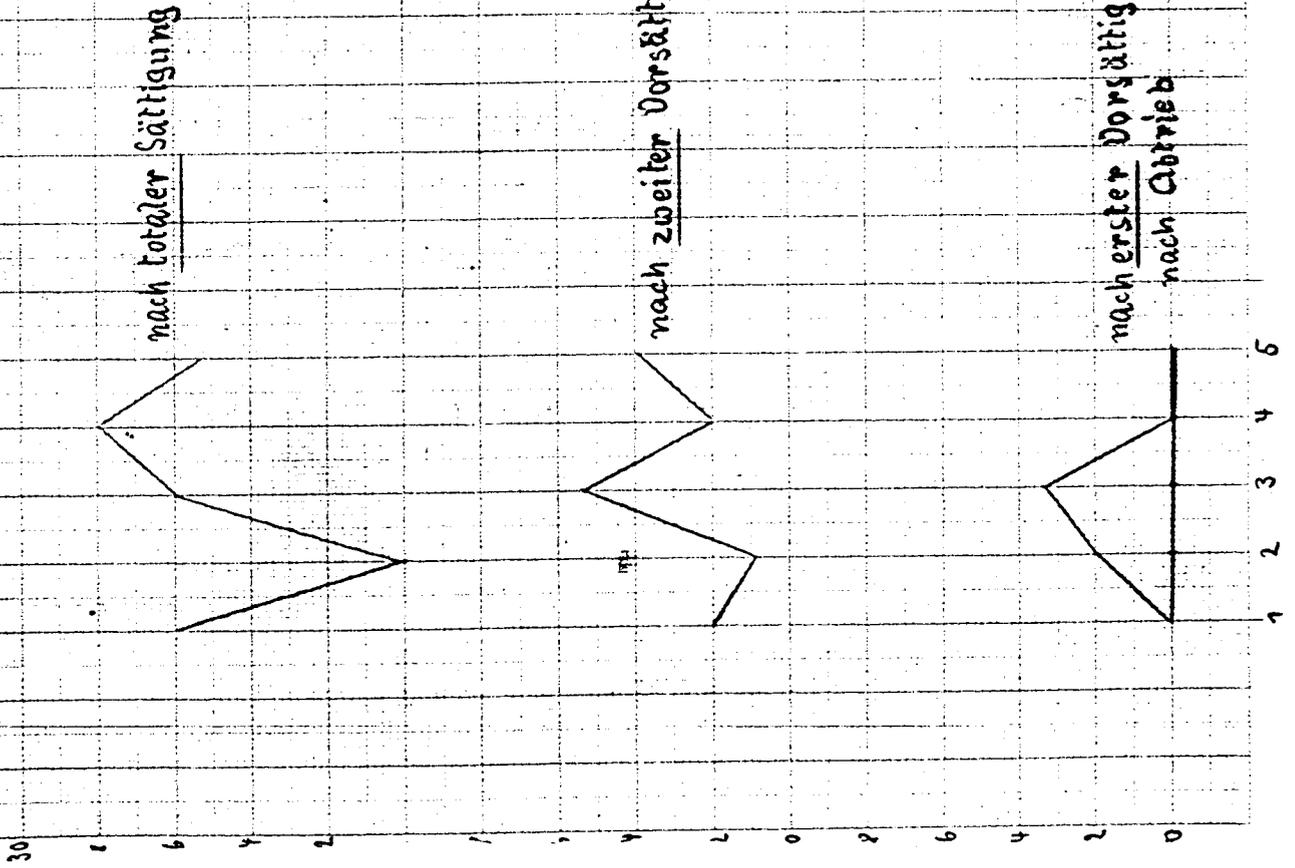
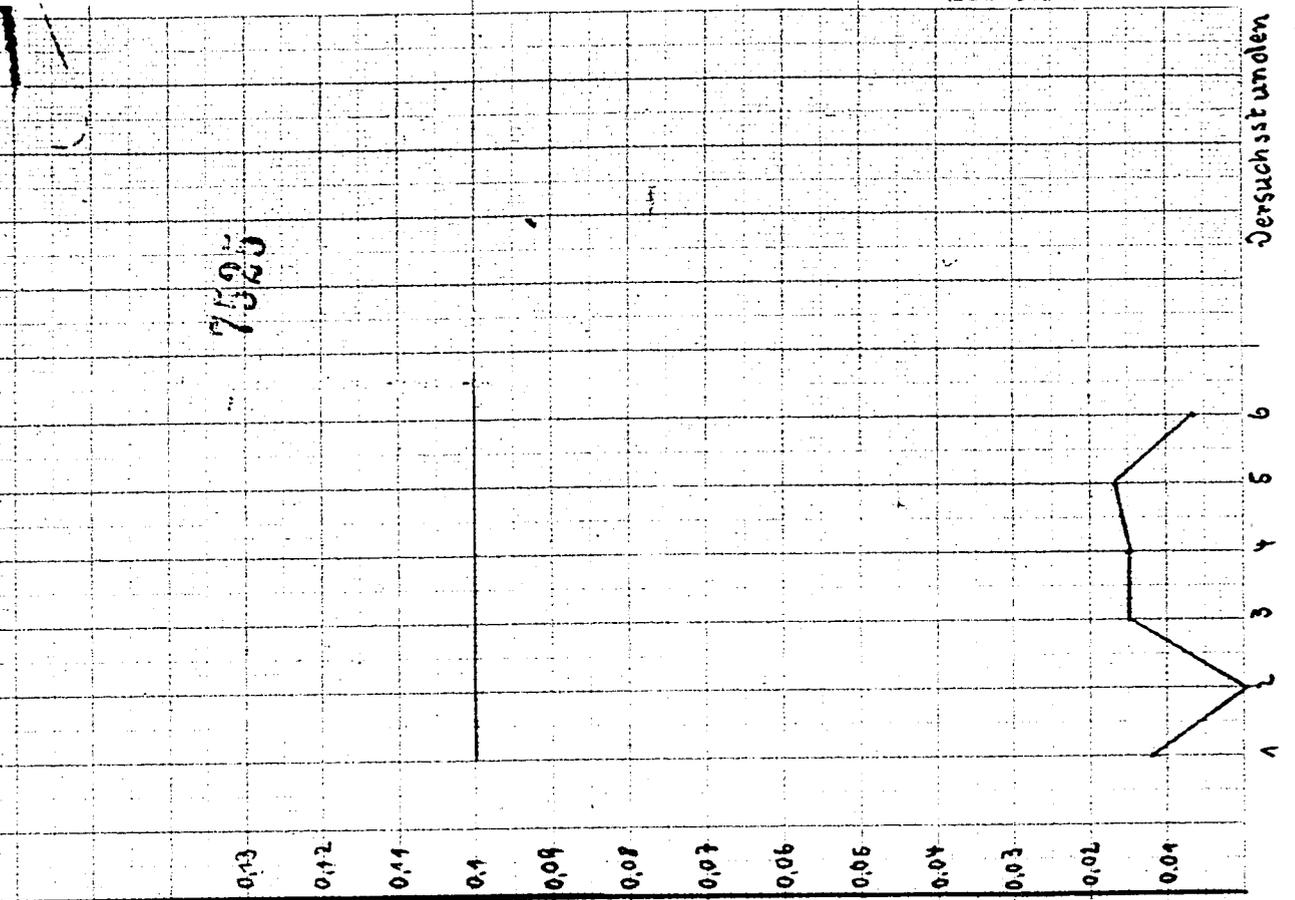


Abb. 5

$\text{g H}_2\text{O/m}^3$  nach Trocknung



7525

A 4 210x297 mm

Adsorber