

Defahren Beginn synthese
Michael.

Dr. We./Kr.

Leuna Werke, am 22. Juni 1940.

Aktennotiz.

*Severus
Michael-Verf.*

Betr.: Die neue Variation des Michael-Verfahrens.
Besprechung am 3.6.1940 in Ludwigshafen.

A. W. P.	
01294	23 JUN 1940
Beantwortet:	Abgabe:

Anwesend waren von Ludwigshafen:

Herr Dir. Dr. Pier
" Dr. Michael
" Dr. Christmann
" Dr. Schiffmann
Fräulein Dr. Höring

von Leuna:

Herr Dr. Herold
" Dr. Fritsche
" Dr. Wenzel.

1.) Zweck der Besprechung.

Dr. Herold legte den Zweck der Besprechung wie folgt dar:

Es soll in Leuna für die Oxo-Synthese außer der 5000 jato-Anlage eine kleinere Versuchsanlage für 40 - 60 moto gebaut werden. Während das Ausgangsmaterial für die große Anlage von Fischer-Anlagen bezogen werden soll, soll für die kleine Einheit gleichzeitig die Frage der Olefin-Synthese bearbeitet werden. Zu diesem Zwecke will Leuna das bis jetzt aussichtsreichste Verfahren auswählen. Die Besprechung soll dazu dienen, den Stand der Ludwigshafener Arbeitsweise festzustellen.

2.) Die Aussichten für das Oxo-Verfahren.

Herr Direktor Dr. Pier bezweifelt, daß das Oxo-Verfahren tatsächlich die besten Aussichten zur Herstellung von höheren Alkoholen hat. Er wirft außerdem die Frage auf, ob es vorteilhaft ist, in dies Verfahren eine Herstellung von Olefin von der I.G. aus einzubringen. Es sei ferner noch fraglich, ob die Reaktion wirklich so eindeutig verläuft, wie es von der Ruhrchemie dargestellt wird, und ob nicht eine Anzahl von Sekundär-Reaktionen (Aldol-Bildung und dergl.) unerwünschte Nebenprodukte gibt. Dazu wies Herr Dr. Herold auf die günstigen Ergebnisse dieser Synthese in Leuna hin, die beweisen, daß bei genügend rasch geführter Operation einheitlich Aldehyde entstehen.

Dr. Pier bezweifelt, daß die Errichtung einer Oxo-Anlage in Leuna möglich ist, da das Eisen hierfür nicht bewilligt werden wird. Nach seinen Informationen durch Dir. Dr. Krauch wird Eisen nur für solche Werke zugeteilt, die Treibstoffe produzieren und zum 1.1.41 fertig sind.

Da die von Dir. Dr. Pier angeschnittenen Fragen nur mit der größeren 5000 jato-Anlage im Zusammenhang stehen, sind sie für die Versuchsanlage unerheblich.

3.) Definition der Verfahren.

Um die Verfahren klar auseinanderhalten zu können, sollen sie in folgendem näher definiert werden:

a) Das Benzin-Verfahren.

Es ist unter dem Namen "Michael-Verfahren" seit einigen Jahren ausgearbeitet und wurde in folgenden Entwicklungsstufen ausgeführt:

1 l - 400 l - 4 000 l Kontaktraum.

Die gedachte Betriebseinheit sollte 40 000 l betragen. Die Anlage mit 4 000 l läuft seit einigen Monaten. Eine Bilanz und gesicherte wirtschaftliche Unterlagen liegen wegen der zahlreichen Störungen - besonders durch Frost - noch nicht vor.

b) Das Olefin-Verfahren.

Unter diesem Namen soll in dem vorliegenden Bericht die neue Variation des Michael-Verfahrens beschrieben werden, da die Herstellung von Olefin der Zweck der Synthese ist, wobei allerdings betont sei, daß der Olefingehalt nicht höher ist als bei dem Benzin-Verfahren.

4.) Das neue Olefin-Verfahren.

a) Umfang der bisherigen Versuche.

Die Versuche liegen bis jetzt in folgendem Maßstab vor und zwar jeweils nur in 1 Stufe:

- 1.) Im Labor-Kleinversuch in einem Ein-Rohrofen mit direkter elektrischer Beheizung. Die Rohre haben 16 - 20 mm ϕ . Diese Versuche sind ohne Umwälzung gefahren, wobei Herr Dr. Michael behauptet, daß die Produkte genau dieselben sind wie bei Umwälzung.
- 2.) Im 5 l-Kontakt-Ofen mit Umwälzung. Für diesen Versuch sind die weiter unten angegebenen Zahlen erhalten worden.

3.) In Vorbereitung befindet sich ein Versuch mit dem 400 l Kontakt fassenden Ofen. Er ist frühestens in 14 Tagen anfahrbereit und von der Kontaktherstellung abhängig.

b) Kontakt.

Es wird ein Eisen-Fällungskontakt benutzt. Bis jetzt war er nur im kleinen zu reproduzieren. Bei Herstellung im größeren haben sich erhebliche Schwierigkeiten ergeben. Auch ist die Frage noch nicht gelöst, wie er in eine für den Groß-Ofen geeignete Form gebracht werden kann.

Kontaktreduktion.

Es wird mit Wasserstoff zwischen 400 und 500° in einem besonderen Ofen reduziert.

Kontakt-Lebensdauer.

In einem Labor-Kleinstversuch (vgl. 3 b 1) läuft ein Versuch seit 1/4 Jahr, ohne daß eine Schädigung bemerkbar wurde.

c) Verfahren.

Die Synthese soll genau so wie das Michael-Benzin-Verfahren gehandhabt werden, d.h. die gesamte Wärme soll durch das Gas abgeführt werden. Dabei ist wiederum eine etwa 100-fache Gasumwälzung nötig. Der Druckverlust und die aufzuwendende Energie soll durch Wahl einer niedrigen Schichthöhe klein gehalten werden.

Das Gas soll in drei Stufen ausgenutzt werden. Die 1. und 2. Stufe sollen auf Olefin fahren, die 3. das Restgas auf Benzin verarbeiten. Man verspricht sich davon den Vorteil, daß man bei der erhöhten Temperatur in der 3. Stufe mit Sicherheit sämtliches Kohlenoxyd umsetzt. Nach der 1. und 2. Stufe muß nach Ansicht von Lu die gebildete CO_2 ausgewaschen werden. Man ist sich über die großen Olefinverluste bei der Anwendung einer Druckwasserwäsche im Klaren und hat auch schon hierfür mit Alkacid gerechnet. Es steht allerdings noch nicht ganz fest, ob sich dieses anwenden läßt. Die von Leuna bei Dr. Michael aufgebaute kleine Versuchsapparatur ruht aus Mangel an Bedienung immer noch.

Die Temperatur der Olefin-Synthese liegt zwischen 250 und 280°. Der Gasdruck ist bis jetzt 20 atü. Es könnten jedoch auch geringere Drucke in Erwägung gezogen werden.

5.) Produkt-Anfall.

Herr Dr. Pier machte folgende Angaben über den Produkt-Anfall:

Bei dem geplanten Projekt für den großen Ofen fallen von 1,5 tato Gesamt-Produkt an:

5 - 10 % Alkohole
nur 3 - 4 % Methan
etwa 5 - 10 % Gasol

40 - 50 % Mittelöl, Siedepunkt 200 - 350° = 0,6 tato
20 % Paraffin, zu steigern bis auf 50 %.

Von den 0,6 tato Mittelöls sind

60 % Olefin = 0,36 to
40 % gesättigte = 0,24 to.

(Sämtliche Ergebnisse sind bei Versuchen in einer Stufe im 5 l-Ofen - vgl. 3 b (2) - bei 50%igem Umsatz erhalten worden).

6.) Gasbelastung.

Hierüber machte Herr Dr. Michael die Angabe, daß er in der ersten Stufe pro 1 Kontaktraum und Tag 0,6 kg Gesamt-Produkt erhalten und einen 5 l Kontakt-Versuch etwa mit 30 m³ Gas pro Tag belastet habe. Daraus ergibt sich eine Raugeschwindigkeit von 1 : 250 pro Stunde und eine Ausbeute von 100 g pro m³ Gas in einer Stufe. Dr. Michael rechnet das normale Wassergas mit 3 % Stickstoff. Dr. Fritsche weist darauf hin, daß von uns erst 5 % als normal angesehen werden.

7.) Verschiedenes.

Anfall von Acetaldehyd.

Wie Dr. Michael mitteilte, erhält er bei der Benzin-Synthese 0,5 % des Gesamtproduktes als Acetaldehyd. Wie sich dies bei seiner neuen Synthese gestaltet, ist noch unsicher.

Gebälse.

Bei dem z.Zt. laufenden 4000 l Kontakt-Versuch zur Benzin-Synthese ist der Motor mit dem Gebälse im Gasraum untergebracht. Dies hat sich jedoch nicht bewährt, der Motor fällt häufig aus. Für die nächste Großanlage ist deshalb die Umwälzung nach dem Propeller-Prinzip geplant. Dabei soll der Motor außerhalb sitzen und die

Abdichtung gegen den Druck mit einer Wasser-Labyrinth-Dichtung erfolgen.

Die Kosten des neuen Verfahrens.

Hierüber will Dr. Pier keinerlei Angaben machen. Auf Grund der geringeren Methanbildung schätzt er jedoch die Gesteckkosten für das Primär-Produkt auf 10 % niedriger als für das Benzin-Verfahren.

Kosten des Fischer-Kogasins.

Es entspinnt sich eine längere Diskussion der Gesteckkosten für das Fischer-Benzin. Dr. Pier wünschte die Bestätigung einer Schätzung, die in Lu durchgeführt wurde. Lu ist sehr interessiert an den wahren Gesteckkosten der Fischer-Synthetiker.

Synthese mit Eisen-Kontakt bei Ruhrchemie - Holten.

Aus der Mitteilung von Herrn Dr. Michael und Herrn Dr. Herold ergibt sich, daß die bei Ruhrchemie-Holten laufende Versuchsanlage mit einem Ofen folgender Bauart arbeitet: Ein Röhrenofen von 1 m ϕ enthält 250 Rohre und einen Kontaktraum von 1 m³. Er ist 5 m hoch. Daraus errechnet sich ein Rohr-Durchmesser von 36 - 39 mm l W für das einzelne Rohr. Gefahren wird er bei 240 - 250°.

8.) Gesamtbeurteilung.

Bis jetzt scheint eine Überlegenheit des Verfahrens gegenüber dem in Leuna entwickelten weder im Stand der Bearbeitung noch in den Aussichten zu bestehen. Außer dem grundsätzlichen Nachteil des Verfahrens, die gesamte Reaktionswärme durch Gasumwälzung allein zu entfernen, liegen u.E. noch Unsicherheiten und Schwierigkeiten in folgenden Punkten:

Kontakthaltbarkeit,

Große Gasverluste durch Zwischenauswaschung von CO₂.

Ø Herren

Dir. Dr. Bütefisch
Dir. Dr. v. Staden
A.W.P. (3 x)
Dr. Herold
Ol. Sabel
Dr. Braus
Dr. Wintzer/Dr. Reisinger
Dr. Wirth
DI. Spichal
Dr. Wenzel.