

100,0
 0,774
 50,1
 112,0
 1,1
 83,0

0,775
 49,0
 114,9
 1,0
 84,0

Paraffin Gehalt %
 (bestimmt bei 20°C
 mit 6-facher Menge
 Benzol-Butanon
 1 : 1)

Eigenschaften des Paraffins:

Spez. Gew. b/ 70°C 0,774
 Schmelzpunkt °C 51,6
 Anilinpunkt °C 115,0
 Eigenschaften des Paraffins:
 Spez. Gew. b/ 20°C 0,893
 Anilinpunkt °C 84,0
 Visk. b/ 50°C 2,71

Fraktionszerlegung
 des Gesamtproduktes
 im Vakuum bei
 15 mm Hg

Temp. °C	% add. einz.	Sp. G. 70°C	Smp. °C	A.P. °C	% add. einz.	Sp. G. bei 70°C	A.P. °C	% add. einz.	Sp. G. bei 70°C	A.P. °C
- 200°C										
- 225°C	2,6	0,775	34,3	98,0	5,3	0,762	85,0	4,4	0,772	91,0
- 250°C	32,2	0,777	43,3	209,0	12,1	0,770	103,1	10,8	0,770	103,8
- 275°C	64,2	0,780	50,4	113,0	36,6	0,773	110,3	36,4	0,771	110,5
- 300°C	88,8	0,788	56,5	115,8	72,2	0,775	115,8	70,6	0,773	116,2
- 325°C	94,6	0,800	59,3	116,5	91,1	0,779	120	90,8	0,779	119,8
Rest	100,0	0,824	64,8	122,0	96,8	0,786	124,2	97,0	0,785	124,3

Elementaranalyse:

Element	Calc.	Found
% C	85,60	85,30
% H	14,23	14,66
% O	0,01	0,0
% N	0,084	0,030
% S	0,084	0,014
K H/100 g C	16,67	17,20
mittl. Molekulargewicht	364	ca. 340

22

...

...

...

...

...

...

...

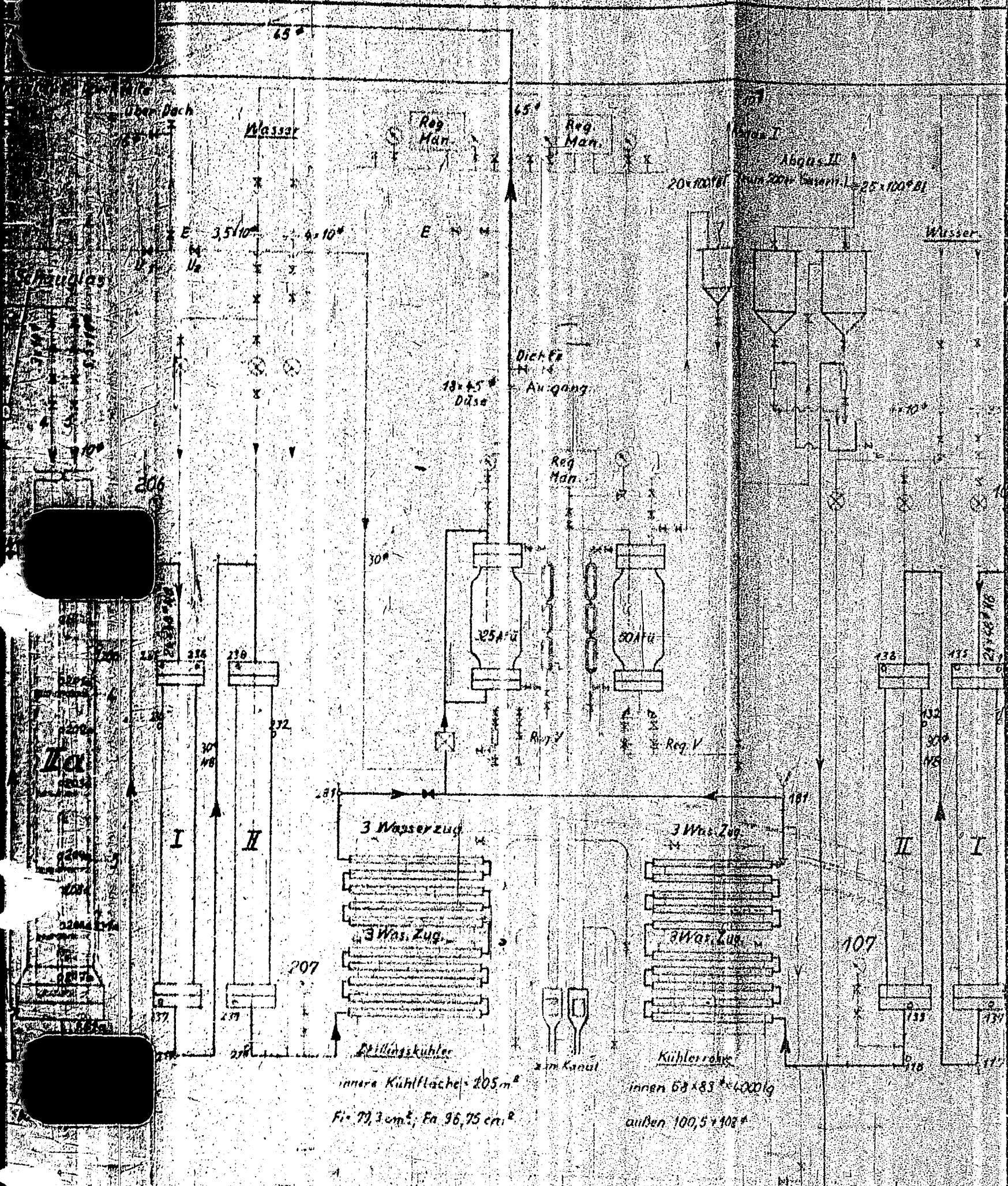
...

...

...

Ergebnisse der Ka 501 für die Hydrierung von TMS Paraffin Zart
(4/3 42 51 10 47)

	Menge in %	% vom Einsatz
ELKASOL		
Rohprodukt (TTH-Paraffin Meite)	9 37,40	99,63
H ₂ -Aufnahme	20,40	0,37
Gesamt	9 57,80	100,0
AUSKASOL		
Hydrierprodukt 32° (= Rohprodukt für die Verarbeitung)	9 107,92	99,40
Verlust bis 340° (Dienol)	499,23	9,03
Verwertung	103,0	1,10
Sonstige Verluste	177,98	1,39
Gesamt	9 848,25	100,00



Nr.	Länge
01a	2560
02a	4810
03a	5620
04a	8020
05a	3530
06a	10160
07a	11850

Alle Elementelängen sind auf
Hilfenoberante bezogen.

Nr.	Länge	Nr.	Länge
101a	11470	101	1650
102a	3600	102	2240
103a	1600	103	4735
104a	5600	104	6135
105a	3600	105	8145
106a	1600	106	10150
		107	11875

zur a. der Doppelkammer 501/502 (Fahrperiode v. 10.6.43.)

TITLE PAGE

6. Spaltung von hochmolekularen Paraffinen der Fischer-Synthese über Katalysatoren 5058 und 8376 bei 250 at.

Splitting of paraffines of high molecular weight which have been obtained by Fischer's synthesis. Catalysts used for splitting process: 5058 and 8376. Pressure: 250 at.

Frame Nos. 617 - 620

Hochdruckversuche
Lu 558

617

22.

Spaltung von hochmolekularen Paraffinen der Fischer-Synthese
über Kat. 5058 und 8376 bei 250 at.

(10. Mitteilung über Paraffinraffination)

Mit Wolframsulfid (5058) als Katalysator beginnt die Spaltung von Extrahartparaffinen der Fischer-Synthese schon bei 3 Millivolt d. s. 500°C tieferer Temperatur als mit dem Tonerde-Wolfram-Nickel-Kontakt 8376.

Reaktionstemperatur Millivolt °C		5058				8376			
		% bis 340	% 340-500	% 500°	mittl. C	% bis 340	% 340-500	% über 500°	mittl. C
Einfallprodukt		0	56	44	36	0	56	44	36
17,0	340°	0	56	44	36	0	56	44	36
18,5	365°	14	54	32	34	0	56	44	36
19,5	382°	55	31	14	18	0	56	44	36
20,5	400°					2	58	40	38
21,5	416°					9	65	26	31
22,5	434°					25	65	10	25

Die Spaltung nimmt mit steigender Temperatur bei 5058 stärker zu als bei 8376 (vgl. Kurvenblatt 2).

Aus den Siedekurven der Hydrierprodukte (Kurvenblatt 2) ist zu erkennen, daß nicht nur der Grad, sondern auch die Art der Spaltung bei den beiden Kontakten verschieden ist. Während sich bei Kontakt 8376 der 50 % Punkt (mittlerer Siedepunkt) des Anfallproduktes mit steigender Reaktionstemperatur nur langsam nach niedrigeren Temperaturen - entsprechend niedrigeren mittleren C-Zahlen - verschiebt, tritt bei 5058 bei Temperatursteigerung von 18,5 mV = 365° auf 19,5 mV = 382° eine sprunghafte Erniedrigung des 50 % Punktes ein. Eine Steigerung der Reaktionstemperatur um 17° bewirkt also beim Kontakt 5058 eine Senkung der mittleren C-Zahl von 34 auf 18. Das würde also im Mittel einer Spaltung sämtlicher Paraffinmoleküle in 2 gleich große Bruchstücke entsprechen.

In Abbildung 3 sind die Siedekurven in Form von Häufigkeitskurven dargestellt. Man ersieht daraus, daß im Extrahartparaffin (E.P.) Kohlenwasserstoffe mit 30-34 C-Atomen besonders häufig sind und daß bei dem mit 5058 bei 19,5 mV erhaltenen Spaltprodukt ein breites Maximum der Häufigkeitskurve bei 10 bis 17 C-Atomen in Erscheinung tritt. Wenn man

berücksichtigt, daß, wie die Siedekurve zeigt, ein gewisser Teil der hochmolekularen Paraffine ungespalten bleibt, kann man sich die Spaltung der Paraffine über 5058 bei 380° so vorstellen, daß etwa 1/3 in zwei Bruchstücke, etwa 1/3 in drei Bruchstücke und der Rest nicht zerfallen ist.

Demgegenüber scheint beim 8376 die Spaltung in mehr als 2 Bruchstücke wesentlich seltener vorzukommen wie der Siedebeginn der Produkte und die Häufigkeitskurve im Bereich niedrige C-Zahlen zeigt.

Für die Lösung der technischen Aufgabe, die bei der raffinierenden Spaltung von Paraffinaten vorliegt, und bei der es sich darum handelt, mit hoher Ausbeute saubere Produkte im Siedebereich von 340-500° entsprechend mittleren C-Zahlen von 20-38 zu gewinnen, ist daher der verdünnte Wolfram-Nickelsulfid-Kontakt auf Tonerde wesentlich besser geeignet als konzentriertes W₈.

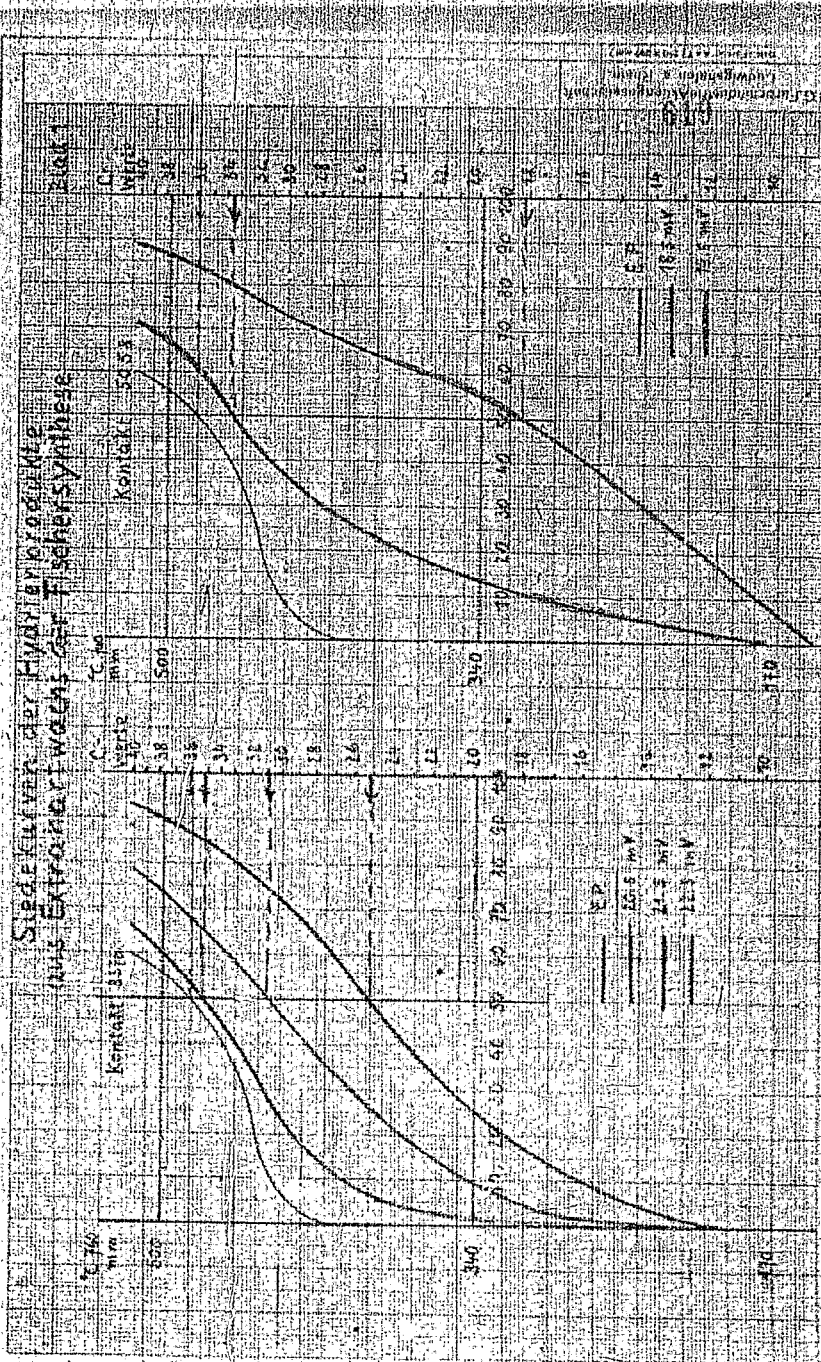
Um exaktere Angaben über die Spaltvorgänge machen zu können, wären Spaltversuche mit definierten Substanzen bzw. engen Fraktionen erforderlich und für die Untersuchung der Anfallprodukte müßten verfeinerte Destillationsmethoden angewandt werden.

Die Spaltung von hochmolekularen geradkettigen Paraffinen über 5058 beginnt übrigens bei der gleichen Temperatur wie die Spaltung von Normal-Paraffinen über 5058 und die Temperaturabhängigkeit der Spaltung ist bei Normal-Paraffinohlenwasserstoff C₂₇H₅₈ und dem Naryparaffin der mittleren Zusammensetzung C₃₆H₇₄ fast die gleiche. In vorliegendem Fall wurde also - entgegen einer allgemeinen Regel - nicht beobachtet, daß sich hochmolekulare Stoffe einer homologen Reihe leichter spalten lassen als niedermolekulare. Diese Erscheinung ist wahrscheinlich auf die außerordentlich hohe Spaltaktivität des Wolframsulfids zurückzuführen.

Wird dem Wolframsulfid, wie es bei Kat. 8376 der Fall ist, durch Zusatz von Nickel und Aufbringen auf einen nichtspaltenden Träger (Tonerde) die Spaltaktivität zum großen Teil genommen, dann werden selbst Mittelble praktisch nicht mehr gespalten, während hochmolekulare Paraffine, wie obige Versuche zeigen, noch gut gespalten werden.

ge. Peters

8. 11. 36



Institut für Angewandte Chemie
 Universität Göttingen

50% 0/100/100

Blatt 3

EP

10/10/10

10/10/10

10/10/10

↑ ↑

↑ ↑

Δ 2°

↑



↑ C-1000

620

TITLE PAGE

7. Hydrierende Verarbeitung von Extrahartwachsen der Fischer-Synthese über Kontakt 8376 bei 250 atm.
Hydrogenation processing of special hard waxes obtained by the Fischer synthesis over catalysts 8376 at 250 atm.

Frams Nos. 621 - 640

... (Text partially obscured by noise)

... (Text partially obscured by noise)

1. Die für die ... (Text partially obscured by noise)

2. ... (Text partially obscured by noise)

3. ... (Text partially obscured by noise)

... (Text partially obscured by noise)

gez. Petrus
gez. Heilmann

... (Text partially obscured by noise)

Probleme des Versuchs

Die Versuche wurden in 200 cm³ Öfen mit Abwärtsströmung bei 250 at durchgeführt.

Einmengen/	Kontakt	2376 g Pflanz
	Drohzeit	0,8 kg/Liter Kol./Stde.
	Wasserdampf	3 m ³ /kg Produkt
	Temperaturen	13,5 - 24 Millivolt

Ein störungsfreies Gelingen war nur möglich, wenn alle Ein- und Ausgangsleitungen, die Einspritzpumpe mit Ansauggefäß, sowie Schlangen und Abscheider mit Mitteldruckdrucke gespeist wurden. (Der hohe Schmelzpunkt bei ca. 190° der Extraktsubstanz bewirkt bei Niederdruckaufbehaltigen Apparaturen häufig Störungen durch Verstopfung.)

Untersuchung der Produkte

Von den Öfen des Produktes wurden jeweils Proben von 50 g bei 5 mm Vakuum in folgende Fraktionen zerlegt:

Vakuumfraktion	Wasserdruck auf 760 mm
bis 175 } bzw.	bis 340 } bzw.
175-200 } bis 200	340-370 } bis 370
200-250	370-430
250-275	430-450
275-300	450-487
300-315 } bzw.	487-500 } bzw.
315-350 } 350-525°	500-516 } 487-516
Rückstand	Rückstand 516°

Von jeder Fraktion wurde ein spezifisches Gewicht bei 70° durch Spindel und mit dem Pyknometer bestimmt, ferner Anilinpunkt und Schmelzpunkt.

Aus der gewöhnlich aufgetragenen Siedkurve wurde ausserdem die mittlere Siedtemperatur (50 % Punkt) der Fraktion 340-500 ermittelt. Die Eigenschaften der Fraktion 315-500 wurden aus dem I-Diagramm der Einzelfraktionen unter Berücksichtigung der Mischungsverhältnisse berechnet.

Apparaturverhältnisse

Als Ausgussmeter allein für die Hydroversuche wurden 2 verschiedene Synthesoparaffine verwendet:

- 1) Extraktparaffin der Gewerkschaft „Viktor“ in Brüssel, P 1546.
- 2) Extraktparaffin von Souffletson, P 1553, vom 19.11.42.
- 3) das gleiche, jedoch vom 12.12.42.
- 4) das gleiche, jedoch vom 31.12.42.

Ausserdem wurden Versuche durchgeführt mit:

- 5) einem Versuchsstoff stand über 450° aus Extraktparaffin Schaff-
paraffin P 1553 vom 11.11.47. (Das Destillat bis 460° wurde von
Dr. Haunelster auf die Eignung für die Schmelzübertragung un-
tersucht und geeignet befunden. Vgl. Bericht Anson-Labor vom
29.1.1948 (Hochdruck 69629).
- 6) einem Kerosin aus dem Versuchsstoff aus Versuchen mit Raffi-
nationsparaffin P 1553 vom 12.12.42 und 21.12.42.
- 7) einem Gemisch von P 1553 vom 12.12.42 und Kerosin aus dem
Versuchsstoff (Umschlag 1,1).
- 8) P 1553 in Verdünnung 1:1 mit einer Leuchtölfraktion 150-260 aus
Versuchsstoff (Umschlag P 1503).
- 9) ein synthetisches Normalparaffin der Esener Steinkohlen A.G.
in Versuchen wie oben analytisch untersucht, weil nur eine
kleine Probe zur Verfügung stand.

In der Tabelle sind die analytischen Daten der An-
gangsmaterialien zusammengestellt; und in Abb. 1 ist das Siede-
verhalten der Hauptprodukte graphisch dargestellt. Dabei ist
in der Fraktion bis 370° (200° Vakuum) die 340° Grenze (175° im
Vakuum) durch einen ersten Strich und in der Fraktion 287 bis 515°
($300-525^{\circ}$ im Vakuum) die 500° Grenze (313° bei 5 mm Vakuum) fest-
eingezeichnet.

Man erkennt, dass die Siedekurven und die übrigen analyti-
schen Daten der synthetischen Normalparaffine der Esener Steinkoh-
len A.G., Bergheim und des Extraktparaffins P 1546 der Ge-
werkschaft Viktor Faust fast vollkommen übereinstimmen.

Die 3 Lieferungen Extraktwachs P 1553 Schaffparaffin ha-
ben gegenüber den zwei erstgenannten Proben wesentlich weniger
tiefer siedende Anteile und mehr Vakuumrückstand. In übrigen sei-
gen diese drei Proben untereinander ganz beträchtliche Unterschie-
de in Siedeverhalten.

Bei allen 3 Proben entsprechen die physikalischen Eigen-
schaften weitgehend denen der Normalparaffine gleicher Siedelage.

Der Zweck der hydrierenden Veredelung dieser Produkte
kann danach schon einer hydrierenden Raffination (Entfernung
von Sauerstoff, Aromatisierung von ungesättigten und Aufklärung
der Produkte) nur eine Spaltung der über 500° siedenden Anteile
sein, bei der möglichst hohe Anteile an Normalparaffinen in
erwünschten Siedebereichen $340-500^{\circ}$ erhalten werden.

Versuchsergebnisse

In der Tabelle sind die wichtigsten Ergebnisse aller
Versuche mit Mat. 176 den Eigenschaften der Einzelprodukte
(Spalten 1 bis 8) angegeben.

Die Spalte 9 enthält die Hydrierdaten und Spalte 10
die des Kerosinrückstands. Die Eigenschaften der hydrierten Pro-
dukte sind in den Spalten 11 bis 13 wiedergegeben. Wenn der be-
treffende Versuch mit Versuchsleiter durchgeführt worden ist, ver-

1. Die...
 2. Die...
 3. Die...
 4. Die...
 5. Die...
 6. Die...
 7. Die...
 8. Die...
 9. Die...
 10. Die...
 11. Die...
 12. Die...
 13. Die...
 14. Die...
 15. Die...
 16. Die...
 17. Die...
 18. Die...
 19. Die...
 20. Die...
 21. Die...
 22. Die...
 23. Die...
 24. Die...
 25. Die...
 26. Die...
 27. Die...
 28. Die...
 29. Die...
 30. Die...
 31. Die...
 32. Die...
 33. Die...
 34. Die...
 35. Die...
 36. Die...
 37. Die...
 38. Die...
 39. Die...
 40. Die...
 41. Die...
 42. Die...
 43. Die...
 44. Die...
 45. Die...
 46. Die...
 47. Die...
 48. Die...
 49. Die...
 50. Die...

1937

1938

1939

1940

1941

1942

1943

1944

1945

1946

1947

1948

1949

1950

1951

1952

1953

1954

1955

1937

1938

1939

1940

1941

1942

1943

1944

1945

1946

1947

1948

1949

1950

1951

1952

1953

1954

1955

Verfahren zur Ermittlung des Wertes von Anteilen
an einer Gesellschaft

Die in den 10
Verfahrenen 0,10
zu den Anteilen
teilen dieses
an der Gesellschaft
anteile der
Anteile der
1. 11. 19...

Die Anteile sind
in 100
Anteile unterteilt
direkt...
in 100...

Der Wert der
1. 11. 19...
Anteile...

Die Anteile sind
in 100
Anteile unterteilt
direkt...
in 100...

Anteile (100) der
Gesellschaft...

Die Anteile sind
in 100
Anteile unterteilt
direkt...
in 100...

Der Wert der
1. 11. 19...
Anteile...

Die Anteile sind
in 100
Anteile unterteilt
direkt...
in 100...

Anteile (100) der
Gesellschaft...

Die Anteile sind
in 100
Anteile unterteilt
direkt...
in 100...

Der Wert der
1. 11. 19...
Anteile...

Die Anteile sind
in 100
Anteile unterteilt
direkt...
in 100...

Verfahren zur Ermittlung des Wertes von Anteilen

Die Anteile sind
in 100
Anteile unterteilt
direkt...
in 100...

Der Wert der
1. 11. 19...
Anteile...

Die Anteile sind
in 100
Anteile unterteilt
direkt...
in 100...

Der Wert der
1. 11. 19...
Anteile...

Die Anteile sind
in 100
Anteile unterteilt
direkt...
in 100...

Der Wert der
1. 11. 19...
Anteile...

die ...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

...
...
...

Ist die durchschnittliche Spaltung im Halogenblei bei direkt abgelesenen, die Mittelwerte der bei 20°C bei 2,5 mV. Die entsprechenden Zahlen für die Fraktion 340-500 sind 50% und 40% für den Rückstand über 500, 31 und 32%. Die Unterschiede der Produkte zeigen im gleichen Bereich nur geringe Unterschiede. Bei niedrigeren Schmelzpunkten ist die Spaltung des Produktes nicht mit einander, dass die Fraktion 340-500 nur 50% beträgt.

Vergleichsversuch mit dem Kontakt 5376 und 5055

Der Kontakt 5055 war bei schon bei ziemlich tiefer Temperatur, d.h. bei 18,5 mV, der stark die der Kontakt 5376 bei 21 mV. Die Spaltung verläuft ab bei 5055, während bei dem unrichtigen Element einer lateralen Verschiebung der umliegenden 140 bis 500% steigenden Anteile, die im Bereich der unrichtigen Spaltung dieser Anteile nicht richtig sind. Der Hauptbestandteil ist die Spaltung der Fraktion 340-500, die bei Kontakt 5376 und 5055 ist aus Abb. 2 zu sehen.

In Abbildung 2 sind die Hauptbestandteile der Fraktion 340-500 für Kontakt 5055 und Kontakt 5376 jeweils die unrichtigen Anteile der Fraktion 340-500, die im Bereich der unrichtigen Spaltung dieser Anteile zu sehen sind. Man sieht, dass die Fraktion 340-500 bei Kontakt 5055 nicht gespaltenen Rückstand über 500 von 30,5% vorhanden ist, während bei dem Kontakt 5376 nur 20,2% nicht gespalten sind. Bei der gleichen Menge Rückstand, die bei Kontakt 5055 nur eine Anhebung von 7% ist.

In der Zeichnung sind die Verhältnisse der Spaltung mit den beiden Kontakten verglichen dargestellt.

Tabellentafel

Analytische Daten der Verarbeitung

Bezeichnung	Synth.Hartparaffin der Essener Stein- kohlen A.G. Werk Bergkamen		P 1546 Extrahartwachs Gewer- schaft "Viktor" Essen		P 1553 v. 10.11.42 Extrahartparaffin Schaffhausen Ostertal		
	Farbe	Spez. Gew./70°	MP	Sp. Gew./70°	MP	Sp. Gew./70°	MP
Farbe	hellgelb		dunkelbraun		schwarzbraun		
Spez. Gew./70°	0,768		0,773				
Anilinpunkt			122				
Schmelzpunkt	96°		96°		91°		
Siedebeginn	110°		160°		214°		
	% Fr.	% Σ	% Fr.	% Σ	% Fr.	% Σ	
<370° + Verlust	7,2	7,2	4,5	4,5	-	-	
370-430°	11,9	18,9	15,4	19,7	1,7	1,7	
430-458°	15,0	33,9	16,0	35,7	27,0	28,7	
458-487°	23,5	57,4	19,8	54,9	21,9	50,6	
487-516°	12,6	70,0	16,0	71,1	9,9	60,5	
516-516°	30,0	100	28,9	100	29,5	100	
	Spez. Gew./70°	AP	Sp. Gew./70°	AP	Sp. Gew./70°	AP	
<370°	0,754	102	0,755	102	-	-	6
370-430°	0,772	114	0,765	112	-	-	5
430-458°	0,780	123	0,770	119	0,774	118	5
458-487°	0,780	127	0,790	124	0,775	125	6
487-516°	0,787	132	0,810	129	0,779	132	7
516-516°	-	100	-	-	-	-	1

Tabelle 1.

Charakteristika der verarbeiteten Hartparaffine aus der Fischer-Synthese.

P 1553 v. 12.11.42 Extrahartparaffin Schaffgotsch Merck		P 1555 v. 12.12.42 Extrahartparaffin Schaffgotsch		P 1557 v. 31.12.42 Extrahartparaffin Schaffgotsch		Masseabscheider- Sammelprodukt aus P 1553 v. 12.12.42 31.12.42	
schwarzbraun		dunkelbraun		graubraun		grau	
0,785		0,785		0,785		0,784	
92° 214°				79° 182°		90° 84°	
%	Σ	%	Σ	%	Σ	%	Σ
-	-	-	-	0,1	0,1	10,4	10,4
1,7	1,7	5,8	5,8	16,6	16,7	9,6	20,0
7,0	28,7	7,5	13,3	17,0	34	4,0	24,0
	50,6	12,7	26,0	15,6	49	8,6	42,6
	60,3	14,4	44,4	13,5	63,5	15,2	57,7
	100	12,6	100	36,7	100	42,3	100
Temp. 70°	Sp. Gew. / 70°	AP.	Temp. 70°	Sp. Gew. / 70°	AP.	Temp. 70°	Sp. Gew. / 70°
-	-	-	-	-	-	42	0,750
	51,2	0,755	113	48	0,772	92	1,0
0,774	118	59,6	0,768	119	55	0,772	111
0,776	122	68,7	0,774	122	63	0,782	122
0,779	127	76	0,778	128	68	0,782	125
-	101	0,787	-	96	0,847	76	0,785
						98	0,805
							143
							94,5

Schlernfeld

Verarbeitung von Extraktparaffinen aus Kistenstein

N ^o l. p. 84.	Bezeichnung	Elementaranalyse				Siedepunkt		Schmelzpunkt		Farbe	Löslichkeit
		C %	H %	S %	N %	in mm	in mm	in mm	in mm		
1	Synth. Hartparaffin d. Basener Stein- kohlen A. G. Berg- bau	85,3	11,45	0,772	121	59,6					
2	1945 Extraktwachs "Viktor" Raurel	81	11,37	0,780	119	59	20,5	ohne Farblösung	gelblich	27	
							21,5	ohne Farblösung	gelblich	27	
							22,5	ohne Farblösung	gelblich	27	
							23,5	ohne Farblösung	gelblich	27	
							24,0	ohne Farblösung	gelblich	27	
3	1953 Extraktparaffin 19.11. v. Schaffgotsch	85	11,44	0,775	122	64,9	20,5	ohne Farblösung	gelblich	27	
							21,5	ohne Farblösung	gelblich	27	
							22,5	ohne Farblösung	gelblich	27	
4	1953 Extraktparaffin 12.12. v. Schaffgotsch	86	11,64	0,770	121	60,3	20,3	29,0	weiß	15	
5	1953 Extraktparaffin 18.11. v. Schaffgotsch verdünnung mit H ₂ O P. 1205 1,1	86	11,44	0,775	122	64,3	21,5	ohne Farblösung	weiß	10	
6	1953 Extraktparaffin 12.12. v. Schaffgotsch verdünnung mit H ₂ O P. 1205 1,1	86	11,64	0,770	121	60,3	21,5	ohne Farblösung	weiß	10	
7	1953 Extraktparaffin 10.10. v. Schaffgotsch P. 12.11. (9.11.) 12.41	86	11,50	0,777	124,5	64,1	19,5	23,5	gelblich	27	
8	1953 Extraktparaffin 11.12. v. Schaffgotsch Reihscheiderschen Halprodukt 1,1	85,5	11,49	0,779	122,5	61,5	19,5	23,5	gran	20,5	
9	Reihscheiderschen Halprodukt aus Ex- traktparaffin v. Schaffgotsch	85,1	11,49	0,777	119	57,2	19,5	23,5	weiß	10,5	
10	1953 Vakuumdestillat 19.11. 450° aus Extrakt- paraffin von Schaffgotsch	81	11,39	0,763	122	63	20,5	23,0	weiß	22,5	
							20,5	24	gelblich	19,5	
							18,5	24	gelblich	9	
							16,5	24,5	gran	3,5	
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12

Hydratated Produkt													
Werte	Werte	Werte	Werte	Werte	Werte	Werte	Werte	Werte	Werte	Werte	Werte	Werte	Werte
1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
4,0	7	84	89	0,772	125	60	415	86	52	53	0,71	0,024	
		88,5	84,5	0,772	122	59	415	85	51	52	0,71	0,024	
		85	19	0,769	119	57,2	414	85,8	77,7	87,5	0,71	0,024	
		83	9	0,762	115	49,8	430	75,5	87,5	71	0,70	0,019	
		40,5	1,4	0,747	111	39,2	414	82,8	86,6	42	0,71	0,018	
		56,1	41,2	0,765	118	58,0	437	87,3	87,7	84,3	0,71	0,024	
		55	26	0,760	117,9	59,1	434	81	71,5	80	0,72	0,021	
		69	10	0,756	114,5	44	409	73	84,2	72,2	0,72	0,022	
27,0	19	59,1	22,6	0,765	115	49	437	81	71,8	72,5	0,71	0,018	
ohne weisse	10	55	22	0,766	117	48,8	437	80	73,9	87,2	0,71	0,026	
ohne weisse	5	69,8	27,2	0,768	118	45	437	80	73,9	83	0,71	0,026	
23,5	17	54,0	25	0,7715	117	58,1	437	83	65	76	0,73	0,032	
23,5	17,7	60,3	24,7	0,776	117,5	49,2	430	88	68,5	84	0,73	0,032	
23,5	10,5	69,4	29,1	0,773	117,5	51,1	432	92,7	67,9	89,8	0,73	0,032	
1,5	10,9	58	31,5	0,777	119	51,1	433	96	61,8	94,5	0,74	0,118	
		54,8	26,4	0,772	116	52,8	431	84,2	88,6	82,7	0,73	0,032	
		55,6	31,5	0,774	121	57,0	433	91	69,8	87	0,73	0,118	
		3,3	44,3	0,774	121	51,3	433	86,7	50,0	91,5	0,73	0,032	
		12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23

Tabellennote 5

Versuche mit HeiBwasser

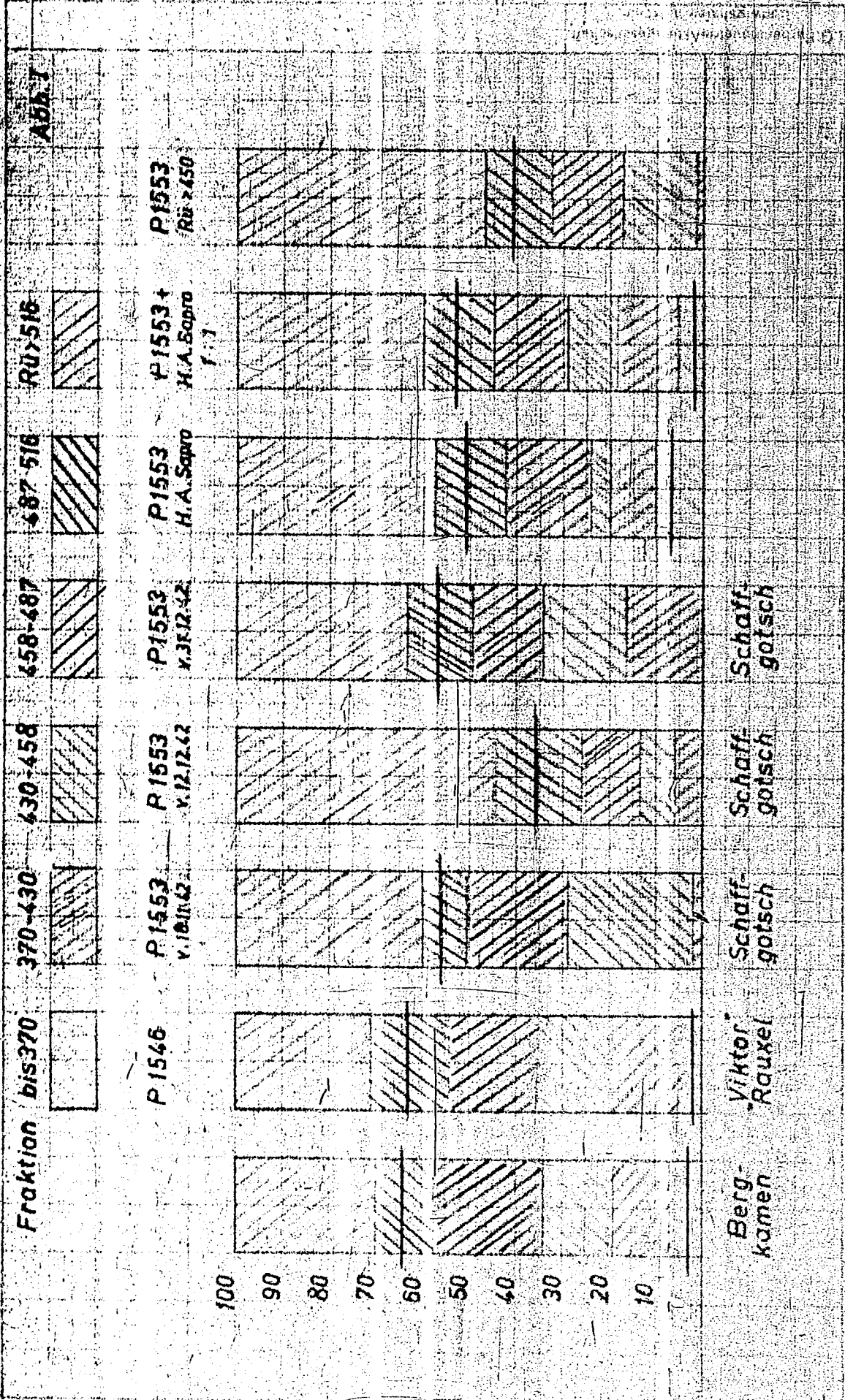
Ab- satz	Bezeichnung	Dinspritzprodukt			Hydris- temp. in mV	HeiB- abschlei- dertemp.	Stun- dauer- Zahl	Hydris		
		300	350	500				340	500	
1	P 1555 v. 12.12.42 u. 31.10.42 (5.11)	0	50	50	19,5	25,2	HA	76	7	43,1
							SB	70	27	68
							Gesamt		17	74,0
2	HeiBwasserabschleider- summlprodukt aus P 1555 v. 12.12.42	7,0	43,1	49,9	19,5	23,5	HA	72	2	46
							SB	71	19	70
							Gesamt		10,5	58
3	P 1555 v. 31.10.42 + HeiBwasserabschleider- summlprodukt 111	3,5	49,8	46,7	19,5	23,5	HA	76	1	49
							SB	70	23	71,1
							Gesamt		10,5	60,1
4	Vikudon-Extrakt Nest 460 aus P 1555 v. 18.11.42	0	41	59	20,5	25,0		68	2	46,1
								72	16	58
							Gesamt		22,7	52,7
5					10,5	24,0	HA	42	5	41,5
							SB	49	25	69,5
							Gesamt		15,8	57,9
6					18,5	24,0	HA	60	1	32
							SB	60	19	57,8
							Gesamt		9	59,8
7					18,5	3,5	Gesamt		3,5	40,3
8	9	3	4	5	9	10	24	25	12	13

Zusammenf.

Versuche mit Weinschneidern.

Frucht	Reife	Hydratier-Produkt						Mittel- wert für depmur.	V240 in AP	Gesamt V40-500	Fr. 240-500 Fr. 500	Leistung kg 240- 500/1 Stunde	Schnit- leistung
		V40-500	V500	Sp. Gew.	Fraktion 240-500	AP	Stärke						
EA	ca. 76	7	43,1	49,9	777	119	57,2	442					
SC	ca. 70	27	58	8	756	119	47	420	78	82	70,7	0,52	0,12
Gesamt		17	54,0	39	771,5	117	52,1	456	89	69	76	0,49	0,098
EA	72	8	44	52	782	124	38,8	476					
SC	75	19	76	23	772	114	47,2	425	57	85,4	83,5	0,55	0,115
Gesamt		10,9	58	37,8	777	119	51,1	490	56	64,8	14,5	0,45	0,119
EA	75	1	49	50	772	123	59,3	454					
SC	70	20	71,5	8,4	7,4	112	4,4	410	37	24,1	1,4	0,11	0,12
Gesamt		10,9	80,5	39,2	7,5	117,5	5,8	492	92,7	47,5	29,9	0,58	0,08
EA	67	2	45,1	51,5	775	122	59	470					
SC	70	40	59	8	760	104	71,2	320	60	95,7	39,2	0,45	0,125
Gesamt		24,7	92,7	24,3	765	112	56	450	77,3	68,2	70,0	0,42	0,094
EA	52	3	41,9	55,9	780	122	59,3	472					
SC	59	25	54,5	5,9	767	112	47,5	452	75	22,8	72,5	0,25	0,228
Gesamt		15,8	57,9	26,9	772	116	52,6	452	84,2	58,8	76,6	0,45	0,135
EA	1	32	67	780	123	62,5	476						
SC	14	30,8	4,2	770	119	59,3	436	85	92,3	84,5	0,64	0,122	
Gesamt		9	59,8	31,2	774	121	57,4	448	91	65,8	87	0,48	0,15
Gesamt		3,9	48,3	32,4	790,7	121	61,5	475	95,7	80,0	91,3	0,57	0,098
24	25	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23

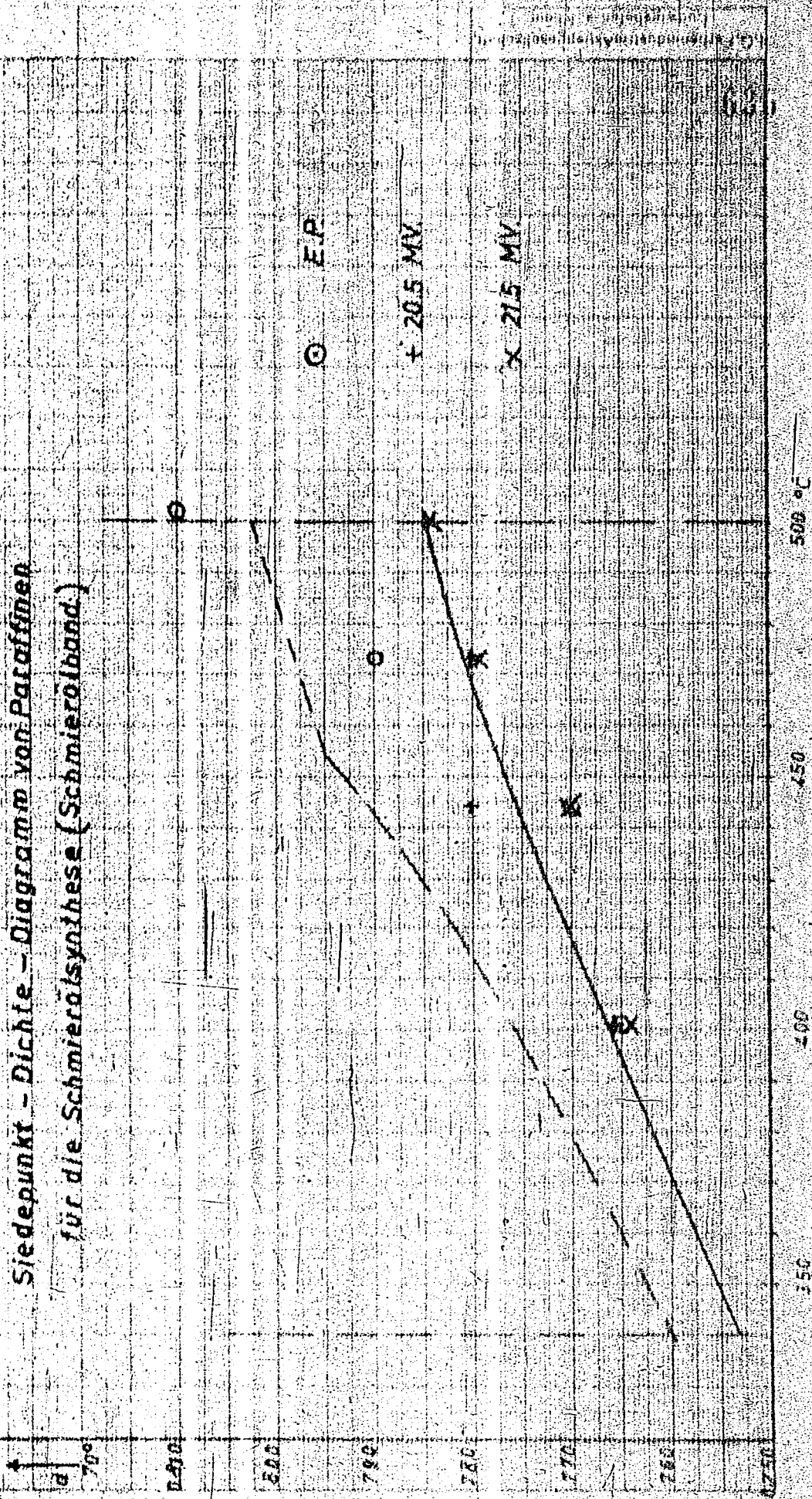
NVA-MILITÄR



P1546 Viktor Rauxel

Abb. 3

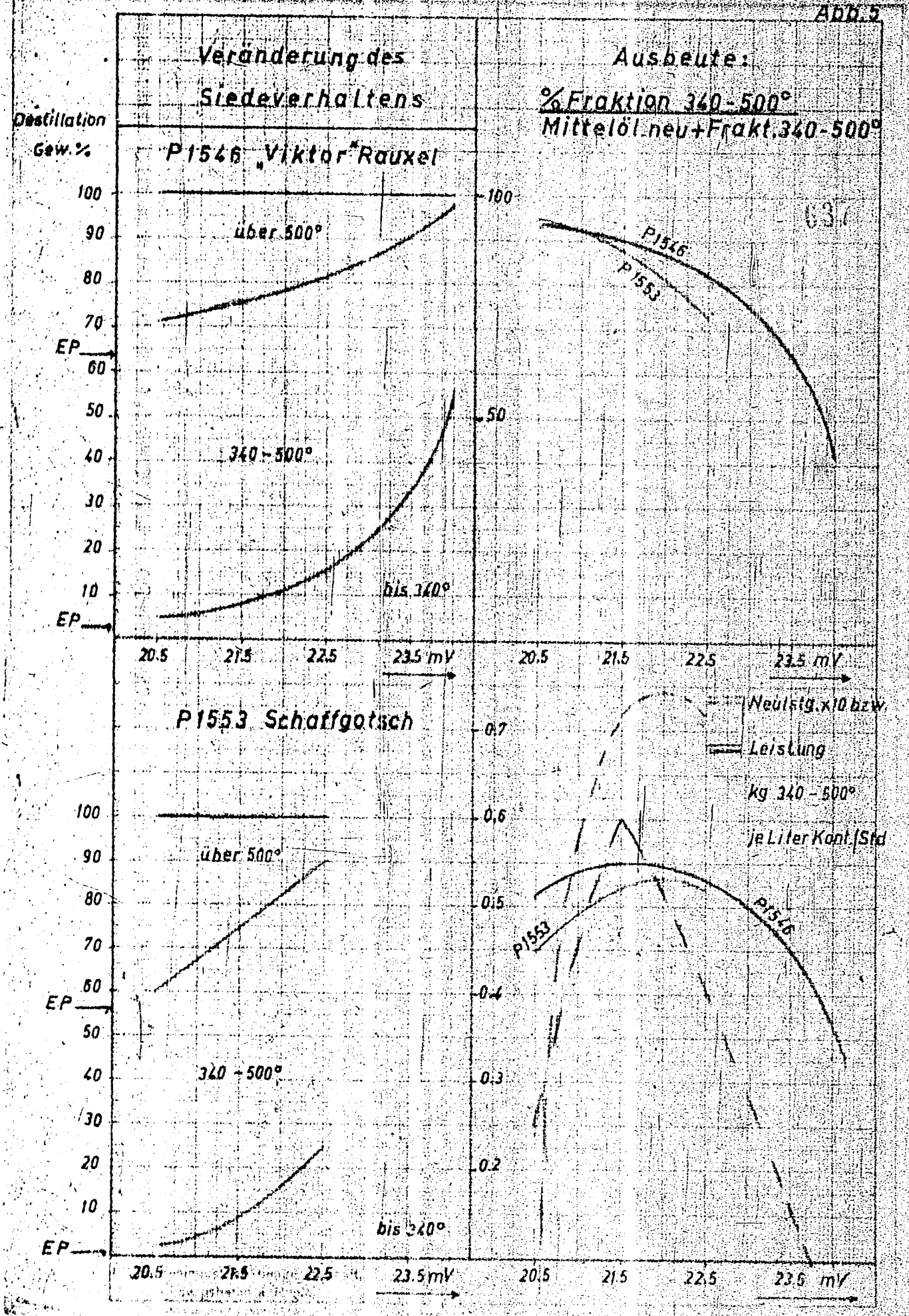
Siedepunkt - Dichte - Diagramm von Paraffinen
für die Schmierölsynthese (Schmierölband.)

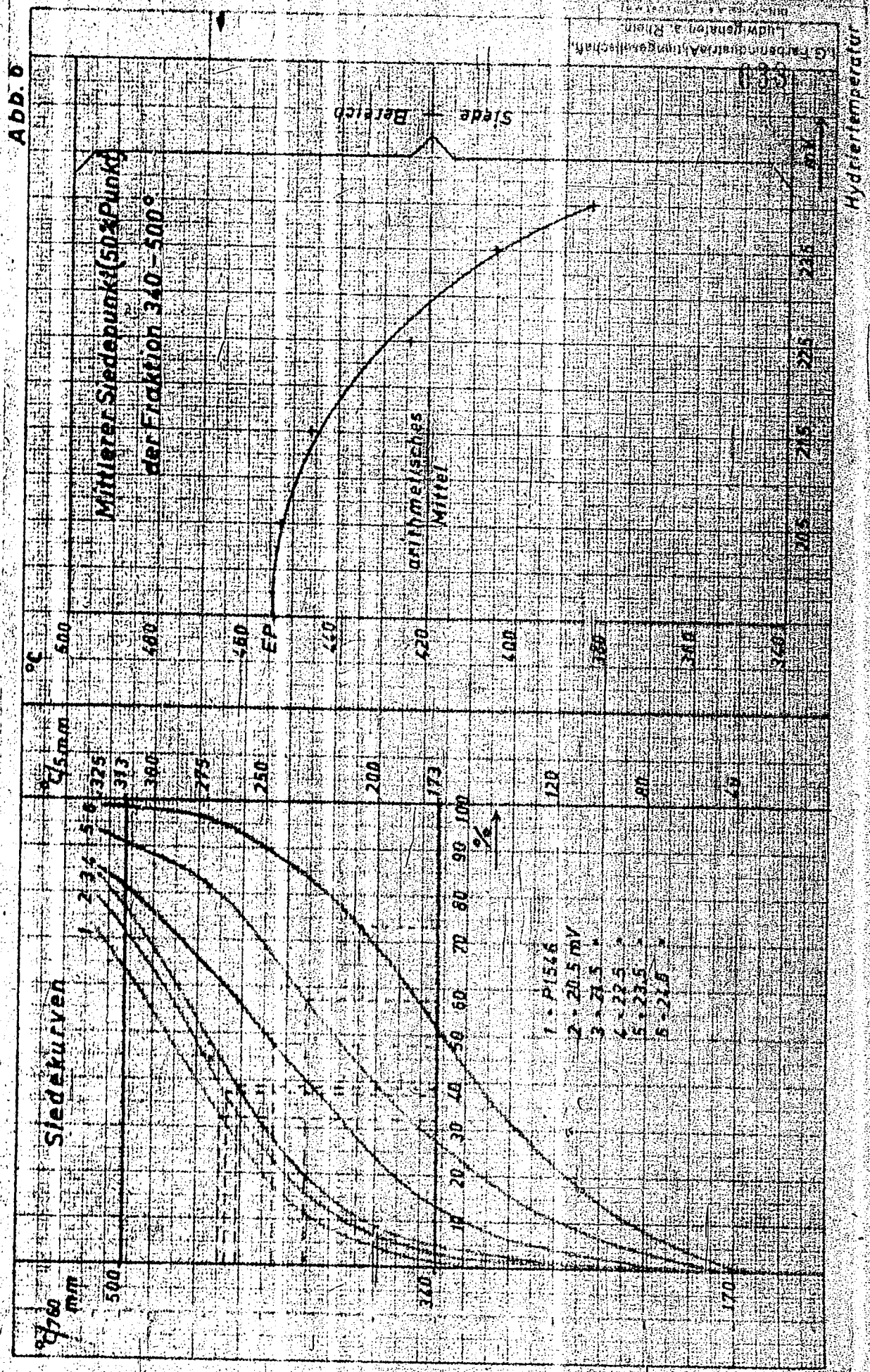


Veränderung des

Ausbeute:

Abb. 3

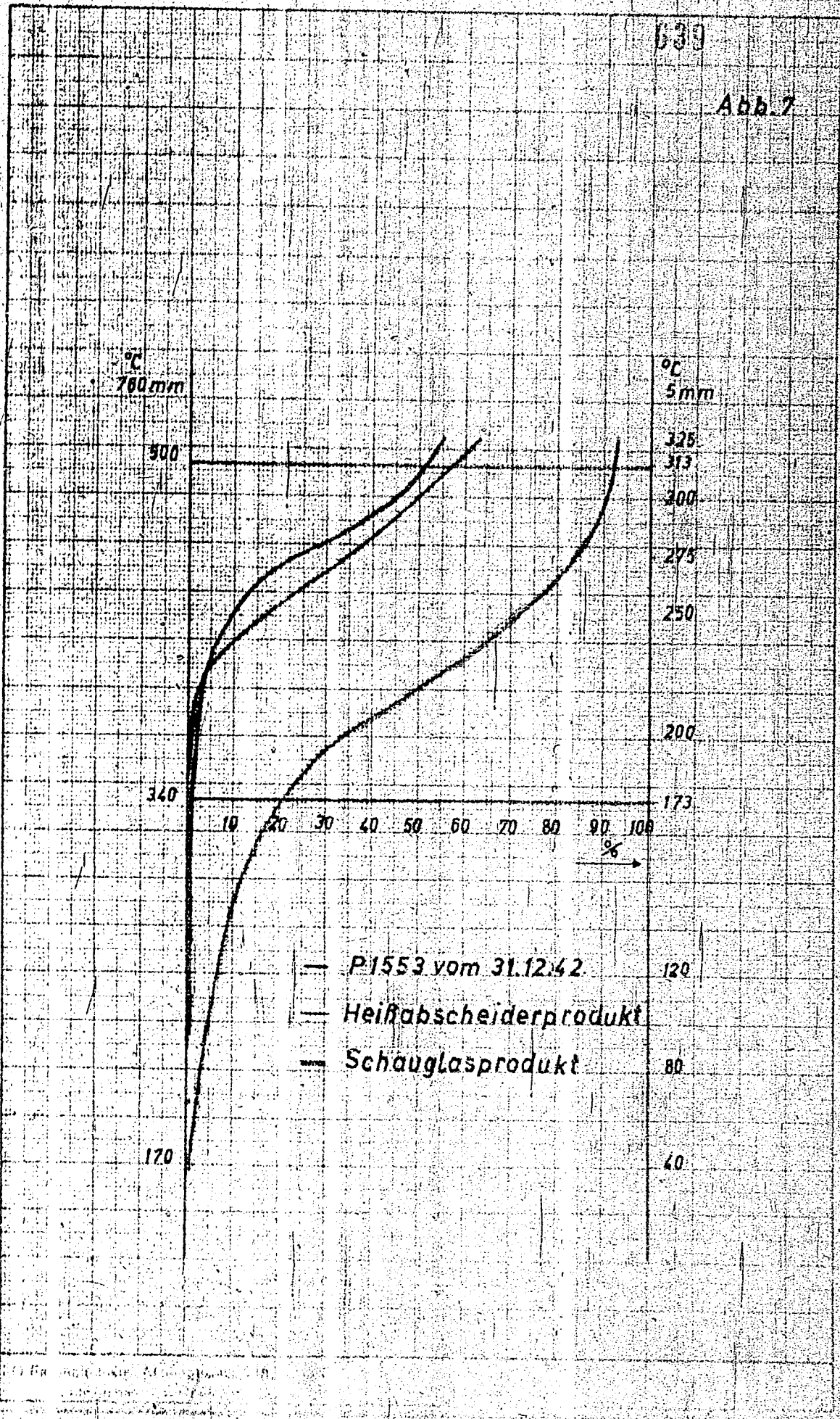




G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

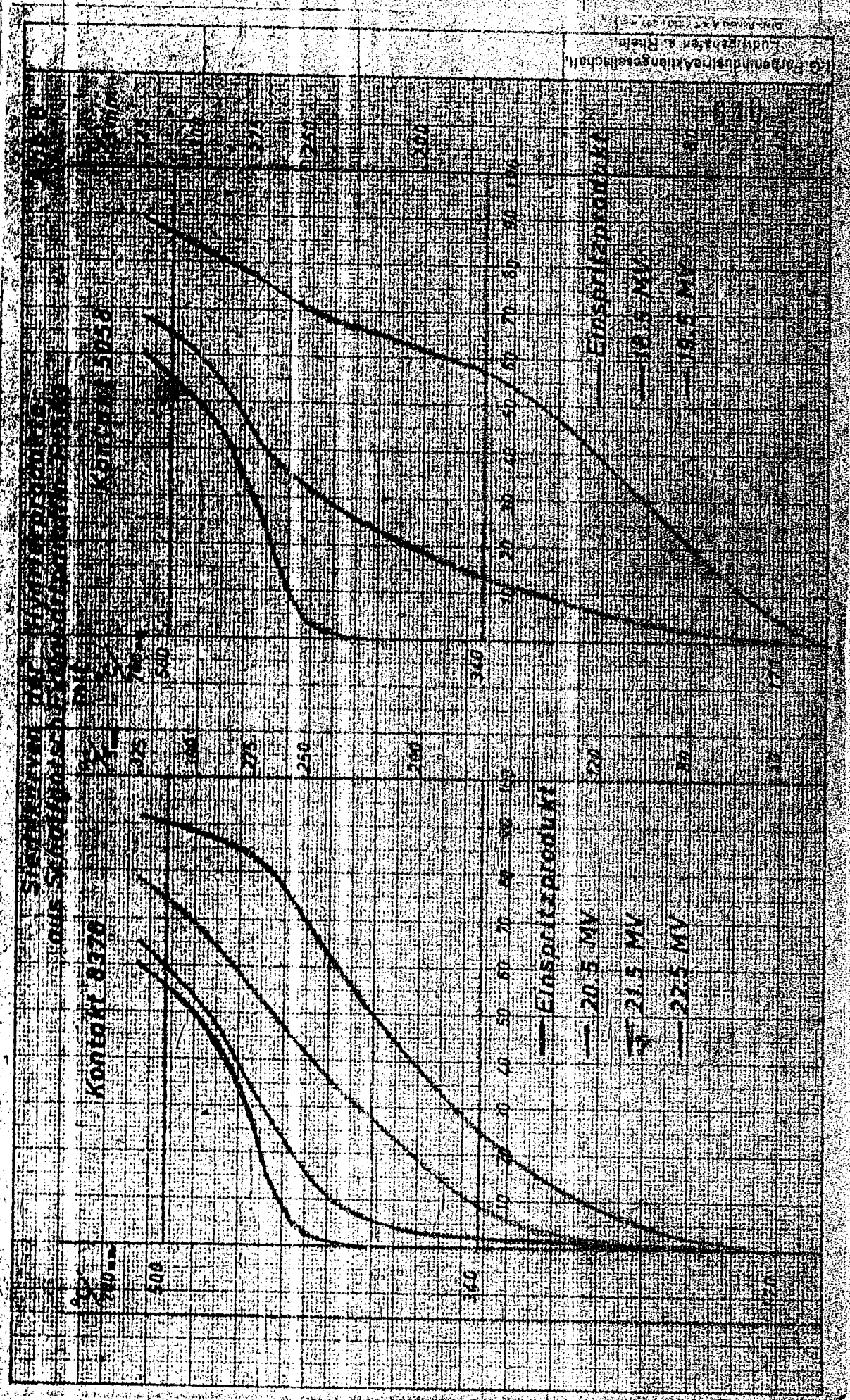
639

Abb. 7



84

STÄUBERWERK
aus Städtisches Maschinenwerk



TITLE PAGE

V. Hochdruckversuche Laboratories.
Reports on SO₂-H₂ synthesis.
Folder No. 829/IX-0-7.

TITLE PAGE

1. Zur Schätzung Michael-synthese auf
Olefine in Schaumphase.
Cost estimate of Michael-synthesis
of olefines in the emulsion
phase.

Frame Nos. 641 - 645

0 Zur Schätzung Michael-Synthese auf
Olefine in Schaumphase.

In Folgenden wurde der Gesteckpreis für Olefine als Ausgangsprodukte zur Alkoholherstellung mittels Oxidation bzw. Waschlagerherstellung durch Sulfonierung geschätzt und zwar für eine Anlage mit einer Kapazität von 25 000 tate flüssigen Produkten, (ohne die Gasole) und für eine Kleinanlage in Lu für 1500 tate.

Zum Vergleich wurde auf Grund von Mitteilungen der TA an die Horak Hydro eine Methanolanlage für etwa gleichen Synthesegasumsatz geschätzt.

Das Synthesegas wurde als aus Ruhrkoks in Fintsch-Brasserie-Generatoren erzeugt geschätzt. Das Synthesegas für die Olefine muss wahrscheinlich einer CO₂-Wäsche unterworfen werden. Das Methanol-Synthesegas muss teilkonvertiert werden. Der Preis je Nm³ CO + H₂ unterscheidet sich daher für beide Gase, u. a. auch wegen der verschiedenen Synthesedrucke von 300 bzw. 20 at.

Die Olefine für die Alkoholherstellung sind in der Benzinfraction von 50-150°, die für die Waschlagerherstellung sind in der Mittelölfraktion -325° enthalten. Das Neobenzin ist ein Auto-benzin mit OZ 74 mit 0,05% Pb, das Rest-Mittelöl ein gutes Dieselöl mit der Cetanzahl von ca. 70. Es fällt hinter der Sulfonierung als Rest an. Die Olefine der Benzinfraction müssen über Tandem raffiniert werden.

1 t flüss. Produkte kosten	282,50	1 t Methanol kostet	135,50
1 t Bi-Olefine+Mittelöl "	265.--		

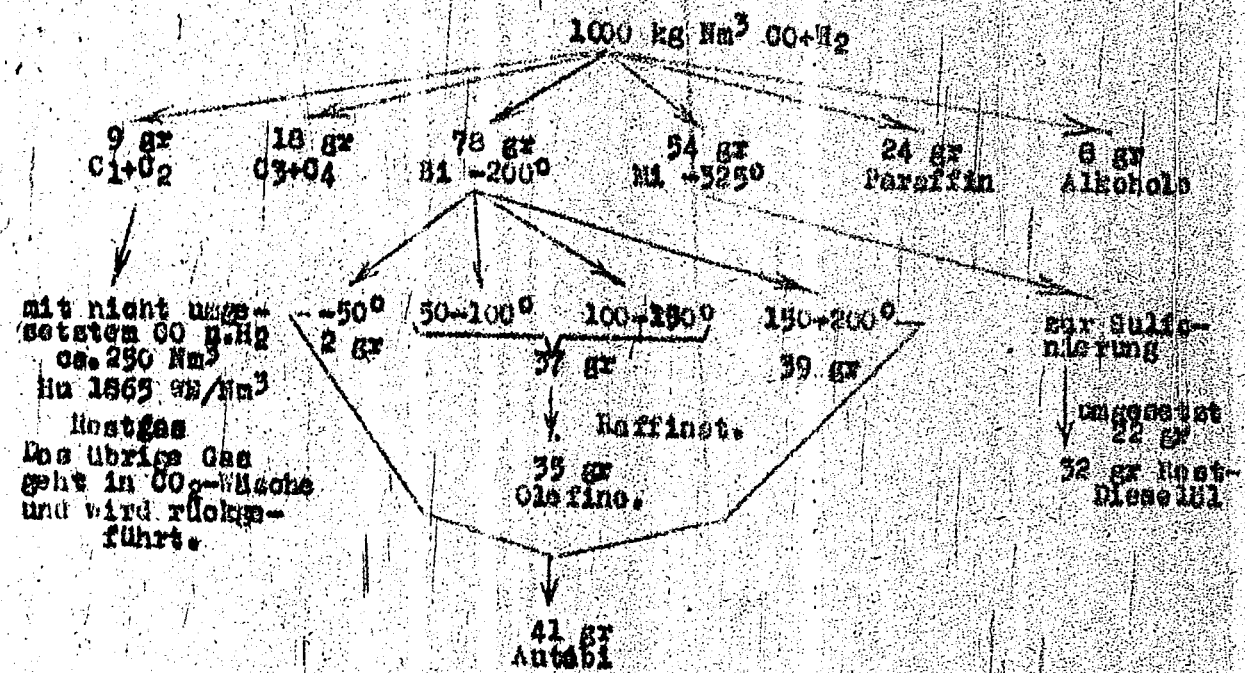
Rechnet man das Synthesegas zum Preis des Synthesegases für die Michael-Synthese, so kostet 1 t Methanol
Mk. 127.--

Nimmt man den Heizwert der flüssigen Produkte der Michael-Synthese zu 10 000 WK/kg an und den des Methanols zu 5000 WK, so müssten, wenn beide Synthesen gleich gut laufen, 1 t flüssige Produkte nach Michael etwa doppelt so viel kosten wie 1 t Methanol, wenn man die Unterschiede im Synthesegaspreis eliminiert.

2 x 127.-- = 254.-- gegen 282,50 bzw. 274.--
wenn man die Gasole einbezieht.--

2056/1

Bilanz
für Michael-Schaumphase auf Olefine, Benzin,
Dieselloil, Paraffin u. Alkohol.



Verarbeitungsgang

Kapazität 25 000 Liter flüss. Produkte.
(ohne Gasöl)

Frisch-Synthese	20 000 Nm³	Synthesegas m. 5% Inerten/h
Rückführung	3 840 "	
	23 840 Nm³	(20 atü)
H-Feinreinigung	20 000 Nm³	
oxy.S-Reinigung (Reduz u. ZnO)	20 000 Nm³	
Synthese	23 840 Nm³	
Sumpf-Verpumpen	68 stute	
CO₂-Reinigung (38% CO₂)	6 600 Nm³	
Destillation f. B1+M1	2,52 stute	
Abg.d.Kol. -50°	0,03 stute	
-100°	0,7 "	
-150°	0,7 "	
-200°	0,74 "	
Rückkotöl -3250	1,03 "	
Gasöl (Freibrenn)-Gew.	0,36 "	
B1-Raffination	0,7 "	

Hochdruckversuchs-
Anl. 558

10.3.1942. wch. 11

Eigentliche Synthese:

1. Ofenbetriebe: 3+1 System à 40 m ³ Dampfzueger, Erhitzepumpen, Kühler, Regeneratoren, Produktabstr. Spitzgefäß, Leitungen. (Umpumpen 60 t/h)	500 000.-
2. Tiefkühlung einschl. Kältemaschine	300 000.-
3. Destillation für B1 + M1 2,52 t/h	300 000.-
4. Refination u. Sodawäsche 0,7 t/h	450 000.-
5. CO ₂ -Wäsche für Rückgas 6000 Nm ³ zus. u. WC-Wäsche	70 000.-
6. Gasolgewinnung 0,36 t/h	300 000.-
7. Zwielenanlagern	500 000.-
B. Rohrleitungen und Un- verbräuchliches	780 000.-

6 300 000.-

Hochdruckversuche in
In 55B

645

10.8.1942. Voh. 4

Kalkulation für
Olefinsynthese nach Michael.

Kapazität: 19000 Nm³ CO + H₂/h (CO:H₂=1:2)
Erzeugung: 29000 lste fl. Prod. (anatom. Gasol)

		Vergleich Methanolsynth.	
		Kapas. 19000 Nm ³ CO+H ₂ /h	CO:H ₂ = 1:1
		Erzeugung: 60000 lste fl. Prod.	Methanol
a) <u>Synthesegas:</u>	M/Nm ³ CO:H ₂	a) <u>Synthesegas</u>	M/Nm ³ CO:H ₂
Kallwassergas (Pintsch-Bassort)	2,37		2,37
Schwefelreinigung (P-Kohle)	0,17		0,17
Gasbehälter	0,06		0,06
Kompression auf 20 atm	0,42	300 atm	0,50
Org.S'reinigung m. ZnO u. Redmud	0,25	Teilkonvertierung	0,10
CO ₂ -Wäsche (ca. 20000 Nm ³ m. 5% CO ₂)	0,35	ca. 20000 Nm ³ m. 25% CO ₂	0,48
	<u>7,60</u>		<u>3,92</u>
b) <u>Synthese:</u>	M/t fluss. Produkte:	b) <u>Synthese:</u>	M/t Methanol
Synthesegas Nm ³ 6100 à 3,6 Pf.	220.--	2630 Nm ³ à 392 Pf. 105.--	
Reinstgas-Gutschrift 1520 Nm ³ à 1865 Pf. = 2,85.1000 Pf. à 5.--	14.--	475 Nm ³ à 2500 Pf. = 1,19.1000 Pf.	6.--
Gasol-Gutschr. 110 kg à 20 Pf.	2,20		
Kontakt: 3 kg à 1.-- (Reg'prais)	3.--		
<u>Energie:</u>			
250 kWh Strom à 4,6 Pf.	4.--	187 kWh Strom	3.--
1,0 t Dampf à 4.--	4.--	0,2 t Dampf	0,80
280 m ³ Wasser à 1 Pf.	2,80	185 m ³ Wasser	1,85
150 m ³ Kraftgas à 0,9 Pf.	0,80		
<u>Löhne u. Gehälter:</u>			
27 M/Sch. = 9,6 A'std. à 1,20	11,50	20 M/Sch. = 3 A'std. 3,60	
50% Zuschläge	5,75	50% Zuschl.	1,80
<u>Kapitaldienst:</u>			
5,0% v. 7,9 Mill. Rep.	15,00	6% v. 7,4 Mill.	7,40
2,0% v. " " F. + St.	6,30	2% " " "	2,48
10,0% v. " " Amort.	31,60	10% " " "	12,50
	<u>269,55</u>		<u>130,21</u>
<u>Generalia:</u>			
2,5% v. Synth'kosten abzgl. Synthesegas	1,22	2,5%	0,68
<u>Versicherung:</u>			
3% v. 7,9 Mill.	9,50	3% v. 7,4 Mill.	3,70
5% v. 1,1 Mill.	2,20	5% v. 1,1 Mill.	0,92
	<u>1 t fluss. Produkte: 282,47</u>		<u>1 t Methanol: 135,51</u>
<u>Gutschriften:</u>			
49 kg Alkohole à 30 Pf.	14,70	Mit dem Synthesegaspreis der Michael-Synthese kostet 1 t Methanol Mk. 127.--	
118 kg Paraffin à 30 Pf.	35,40	127 x 2 = Mk. 254.--	
253 kg Autobi à 30 Pf.	75,90		
550 kg H ₂ + B ₂ -Olefinfrakt.	147,27		
1 t	<u>273,27</u>		
Das Mi'bi enthält 41% Olefin, der Rest ist ein gutes Dieselöl.			

TITLE PAGE

2. Zur Oxo-Besprechung am 15.9.41.
Conference regarding OXO on
September 15, 1941.

Frage Nos. 646 - 651

Einfluss der Synthesbedingungen auf die Konstitution der Kohlenwasserstoffe

Laese der Doppelbindung

Durch oxydierende Spaltung der Doppelbindung wies Herr Dr. Leith (Ammoniaklaboratorium) nach, dass bei den bei 250° und tiefer mit Fe hergestellten Olefinen die Doppelbindung praktisch durchweg am Ende liegt.

Eine Verschiebung der Doppelbindung nach der Mitte erfolgt jedoch, wenn man die Olefine bei etwa 400° über Kontakte (Tonerde) führt.

Variationsverhältnis

Bei Produkten, die bei 250° erhalten wurden, stellte Herr Dr. Leith (Ammoniaklaboratorium) den Anteil der geraden Ketten bei 72 - 75 % fest. Bei Senkung der Synthesetemperatur gegen 200° soll der Anteil der geraden Ketten 90 % erreichen.

Bei der Fischerreaktion mit Co wird durch Druck der Anteil der Verzweigten zurückgedrängt. Ob dies auch für Fe gilt, ist nicht bekannt.

Olefingehalt

Der Olefingehalt steigt etwas durch einen stärkeren CO-Gehalt des Gases. Er nimmt beim Senken der Synthesetemperatur gegen 200° ab zu Gunsten einer stärkeren Alkoholbildung. Er beträgt bei Mittelöl, das bei 250° hergestellt ist, in den unteren Fraktionen über 60 - 70 %, in den oberen 55 - 45 % (nach der Hydrierzahl bestimmt).

Variation der Methylenzahl

Hierüber ist uns nichts bekannt.

Analytische.Olefinbestimmung mittels
Hydriersahl.

Es wird bei gewöhnlicher Temperatur mit einem Pt-Kontakt bestimmter Herstellung hydriert und der H_2 -Verbrauch gemessen. Zusammen mit dem Molekulargewicht errechnet sich so der Olefingehalt.

Es wurde bisher angenommen, daß die Hydriersahl für praktische Zwecke die brauchbarste Olefinbestimmung darstellt.

Olefinbestimmung mittels Jodzahl.

Die direkte Jodzahlbestimmung hat nicht befriedigt, da sie zu hohe Zahlen ergibt (Beeinflussung durch den O-Gehalt und durch tertiäres O).

Olefinbestimmung nach Hanus.

Es wird mit Chlor-Brom bestimmt.

Olefinbestimmung nach Klein (Am.-Lab.).

Es wird mit Brom in Chloroform bei -80° gearbeitet. Die Methode ist noch nicht fertig geprüft. Sie verspricht aber sehr viel, da sie nur auf Doppelbindung ansprechen soll.

Aldehydbestimmung.

Man bestimmt die CO-Zahl mit Hydroxylaminchlorhydrat (Standardmethode der I.G.).

Alkoholbestimmung.

Man bestimmt die OH-Zahl durch Veresterung mit Essigsäureanhydrid in Pyridin (Standardmethode der I.C.G.).

Säurebestimmung.

Es wird mit alkoholischer KOH titriert.

Säurebestimmung.

Nachdem in der Säurebestimmung die freien Fettsäuren neutralisiert sind, wird mit alkoholischer KOH-Lösung gekocht und dadurch die Ester gespalten. Das nicht durch die Ester verbrauchte KOH wird zurücktitriert.

Verseifungszahl.

Sie ist die Summe von Säure- und Esterzahl.

Molekulargewichtsbestimmung.

Sie wird in üblicher Weise durch Gefrierpunktniedrigung in Benzol bestimmt.

mit Michael

Herstellung von Olefinen für die Waschmittelerzeugung nach
dem Synthesölverfahren.

Kostenschätzung für 10.000 t/Jahr Primärprodukt,
Anlehnung an vorhandenen Betrieb, z.B. Oppau.

Synthesegas: 6700 m³ CO + H₂ 100%ig pro t Primärprodukt unter
Einrechnung von 5 % Aufarbeitungsverlust auf Olefine,
entsprechend 9400 cbm Sessergas (90%ig)/Std.

	<u>pro t Primärprodukt</u>
Koks 4 t à 24.-- RM	96.--
Katalysator + Chemikalien	5.--
Energien	44.--
Löhne 6,6 Arbeitsstunden à 1,35 RM	9.--
25 % Zuschlag	5.--
3 % Reparaturen	} von 3,8 Mill. RM
1,5 % Steuern u. Feuerchutz	
10 % Amortisation	
	63.--

220.-- = 3,3 RM/m³
CO+H₂100%ig

Falls das Synthesegas aus einer grossen
Wassergasanlage geliefert werden kann,
kann der Preis sinken auf:

Synthes:

0,85 t Energiekohle 7300 WE à 21.-- RM	17,90
Katalysator + Chemikalien	14,50
Gasöl + Restgasgutachzeit	22,50
Löhne 17,4 Arbeitsstunden à 1,35 RM	23,50
50 % Zuschlag	11,75
3 % Reparaturen	} von 4,05 Mill. RM einschl. 0,5 " " für Kraftzentrale
1,5 % Feuerchutz + Steuern	
10 % Amortisation	
	62.--

Generalia 2,5 %

321,15

Versicherung 3 % von 7,85 Mill. RM.

8.--

23,50

RM/t Primärprodukt (unter Einrechnung
des Refraktionsverlustes)

352,75

Errechnung des Olefinpreises:

Spesen für 10.000 t Primärprodukt

3 527 500.-

Gutschriften:

4200 t/Jahr Benzol à 300.-RM/t

1 260 000.-

2320 t/Jahr Gasöl à 240.-RM/t

556 800.-

1 816 800.-

Kosten für 3480 t/Jahr Olefin

1 712 500.-

d.h. pro t Olefin

490.-

TITLE PAGE

3. Die Herstellung der Olefine mit
Co-Kontakt.
The synthesis of olefines over
Co-catalyst.

Fraun Nos. 652 - 657

Abschrift/
Hochdruckversuche
Lu 558

652

I.G. Farbenindustrie A.G.
Ludwigshafen/Rhein

den 14. Februar 1940/Pr.

Besprechung mit Ruhrchemie in Holten am 15. Februar 1940.

Anwesend: Prof. Martin	}	Ruhrchemie
Dr. Roelen		
Dir. Dr. Ambros	}	I.G. Lu
Dir. Dr. Reppe		
Dr. Herold		

Einleitend entwickelte sich eine Diskussion über die verschiedenen Wege der Olefinherstellung, der Vorstufe für die Oxo-Reaktion, wie die Ruhrchemie ihr neues Verfahren der Überführung der Olefine mit Wassergas in Aldehyde bezeichnet.

③ I. Die Herstellung der Olefine mit Co-Kontakt.

1) Nach dem alten Fischer-Niederdruckverfahren enthält die Benzinfraktion (C_2 bis C_9) Siedepunkt bis 155° 30% Olefine, die Dieselölfraktion (C_{10} - C_{19}) Siedepunkt 155 - 320° 15-20 % Olefine.

2) Bei der neuen Mitteldrucksynthese (20 atü) nach dem Fischer-Verfahren enthält die Benzinfraktion 20-25 % Olefine,
die Dieselölfraktion 7-8 % "
die Paraffinfraktion ca. 1% "

3) Arbeitet man mit Mitteldruck (20 atü) unter Verwendung von Eisenkatalysatoren, so sind

in der Benzinfraktion 60-90% Olefine,

in der Dieselölfraktion 80-87% "

alles bestimmt durch schwefelsäurelösliche Anteile mit $P_2O_5-H_2SO_4$. Diese Methode erfasst natürlich auch die Diolefine und ferner auch die vorhandenen Alkohole.

Die OH-Zahl ist stark wechselnd, bei den niederen Fraktionen ist die OH-Zahl hoch, in der Dieselölfraktion dagegen geringer.

Es wurde angeregt, die Analysenzahlen und Bestimmungsmethoden auszutauschen (z. B. I.G.-Methode der Paraffin-Bestimmung nach v. Reibnitz).

./.

4) Die Gewinnung von Olefinen durch Paraffinkrackung.

Martin führt diese Krackung rein thermisch unter milden Bedingungen mit 85 % Olefinausbeute bei nur 5 % Verlust bereits grobstechnisch durch. Hier wäre eine Methode gegeben, um zu reinen Olefinen zu gelangen. In gleicher Richtung arbeitet, wie wir daraufhin sofort betonten, Herr Dr. Hartmann, Oppau, zur Herstellung des Ausgangsmaterials für die Schmierölsynthese.

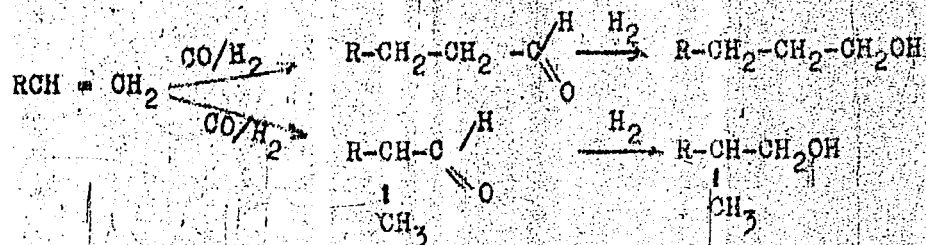
Nach Martin wird bei der Olefinherstellung gemäss 3) bei Temperaturen von etwa 250° gearbeitet. Dabei erhält man langkettige Olefine mit endständiger Doppelbindung. Bei höheren Temperaturen findet Wanderung der Doppelbindung vom Ende der Kette nach der Mitte zu statt. Bei Temperaturen grösser als 350° sind die Doppelbindungen fast alle mittelständig.

Wegen der Ausbeute des Verfahrens nach Stufe 3) verwies Roelen auf die Zahlen der Anlage 1. Nach Martin könnte auch wirtschaftlich so gefahren werden, dass nicht nur flüssige Produkte, sondern auch grosse Mengen Paraffine anfallen, die dann nach 4) zu Olefinen gekrackt werden. Martin fährt zur Zeit mit möglichst geringem Benzinanfall. Die Fraktion 200-325° enthält etwa 80 % Olefine (genauere Daten siehe beiliegende Tabelle!).

II. Das Oxoverfahren.

Roelen erläutert eingehend das Oxoverfahren. Als Katalysator wird bisher der übliche Fischerkontakt (Co auf Kieselgur + MgO-Zusatz) verwendet. Ausbeute an Aldehyden bis 90 % d.Th. Temperatur 105 - 115°. Der Co-Katalysator wird mit hydrierter Cetanfraktion angerührt und gemahlen, dann mit den entsprechenden Olefinen verdünnt und im Hochdruckautoklaven mit Rührwerk eingebracht, bei 100 bis 200 atü mit CO/H₂ behandelt. Reaktionsdauer wenige Stunden, CO/H₂ mit wird dann abgelassen und der Inhalt bei 180° mit reinem H₂ mit dem gleichen Kontakt hydriert, wobei direkt die Alkohole entstehen. Der Katalysator wird abfiltriert und neu benutzt. Z.Zt. sind Versuche im Gange, den Co-Katalysator durch einen Eisenkatalysator zu ersetzen.

Bei der Reaktion entstehen sowohl geradkettige als auch α -Methyl-substituierte Alkohole.



Bei allen Aldehyden bzw. Alkoholen, auch bei den höheren, tritt diese Verzweigung ein, sodass also immer Gemische dieser Alkohole erhalten werden. Ferner kann vom Olefin her eine weitere Verzweigung in der C-Kette vorhanden sein.

Die Reaktion ist mit allen Olefinen ausführbar. Sie hat gegenüber der Paraffinoxydation den Vorteil, dass der Festkörperrückstand beliebig eingestellt werden kann. Roelen hat die verschiedensten Olefine seiner Reaktion unterworfen. Interessant ist, dass er bei kurzkettigen Olefinen auch Ketone erhält, indem zwei Moleküle Olefine mit einem Mol CO reagieren, z.B. aus Äthylen Diäthylketon. Roelen hat neben der ganzen Reihe der Alkohole von C₃ bis C₁₉, die er auf Basis von Olefinen, gewonnen durch Paraffin cracking, hergestellt hat, alle möglichen Doppelbindungen enthaltende Produkte der Oxoreaktion unterworfen. Er hat z.B. die Aldehyde, Alkohole und Säuren aus folgenden Substanzen hergestellt: Ölsäure, Schwefel, Spaltdieselöl, Terpentinöl (Pinen), Cyclohexen; auch zu den Benzinaldehyden hat er über die Bisulfit-Verbindungen gelangen können. Er hat auch nach Cannizzaro aus den höheren Aldehyden, z.B. aus Nonanaldehyd und C₁₉-Aldehyd, die entsprechenden Ester, schöne kristallisierte feste Körper, die er evtl. als Weichmacher verwenden will, hergestellt. Die Carbonsäuren erhält Dr. Roelen durch Oxydation der Aldehyde mit Luft bei 40°; die Neutralöle werden durch Weckern entfernt.

Nach Dr. Roelen lassen sich aber ebenso gut wie die Crackolefine die Fischer-Olefine verwenden, wenn die gesamte C₁₀-C₁₉-Fraktion in vier gleiche Fraktionen zerlegt wird. Die Siedepunkte der erhaltenen Alkohole und Neutralöle sollen sich dann nicht mehr überschneiden, sodass auch auf diesem Wege die Alkohole in reiner Form erhältlich seien!

Die technische Ausführung der Oxoreaktion stellt er sich wie folgt vor: Olefin mit darin suspendiertem Katalysator wird in mehreren hintereinandergeschalteten Türmen mit CO/H_2 behandelt, das Ganze dann durch einen weiteren Turm, der mit H_2 allein betrieben wird, geschickt, schliesslich der Kontakt abfiltriert und von neuem verwandt.

Dr. Roelen hat uns ein Exposé über seine Arbeitsweise übergeben (Anlage 2).

Prof. Martin diskutierte die praktische Verhältnisse für den Fall einer ersten technischen Grossanlage.

Er ging davon aus, dass man nach den Angaben von I.G. und Henckel ca. 40 000 t Fettalkohole für den Sektor der synthetischen Waschmittel (Persil, Gardinol, Cyclanon) brauchen würde. Er rechnet dann mit der Notwendigkeit

120 000 t Rohprodukt

nach seiner Olefinsynthese (gem. Nr. 3, S. 1) erzeugen zu müssen und gab dafür ein Schema (siehe Anlage 3). Daraus sieht man, dass zur Primärreaktion der Umwandlung des Wassergases eine zweite Reaktion der Krackung des Primärparaffins hinzukommen muss, um in Endeffekt 40 % für die Fettsynthese brauchbare Alkohole, bezogen auf den Wassergaseinsatz, zu erhalten.

Der Rest in der Gesamtbilanz von ca. 20% sind Gasverluste, wie CO_2 von der Primärsynthese, oder CH_4 vom Krackprozess u. a.

Die höheren Paraffine können als schwere Treibstoffe (Dieselöle) untergebracht werden.

Die niederen Olefine müssten zu Lösungsmitteln, wie Propanol, Butanol und höhere Alkohole, resp. Estern und Weichmachern verarbeitet werden. Das bedingt für die oben skizzierte Anlage eine Menge von ca. 17 000 t Olefin.

Es scheint uns diese Menge bei entsprechender Reduktion unserer heutigen Lösungsmittelfabriken möglich zu sein. Prof. Martin rechnet z. B. für n-Butanol mit einem Preise von weniger als ca. 40 Pfg., wenn er das Propylen zum heutigen Gasol-Erlös einsetzt.

Im Anschluss an die Besprechung wurden die Anlagen der Ruhrchemie für die Olefinstufe und die Oxoreaktion besichtigt. In der Olefinstufe sind die Arbeiten der Ruhrchemie augenscheinlich sehr weit fortgeschritten. Neben einer grossen Anzahl kleinerer Laboröfen wurde auch ein grosser Betriebsofen gezeigt mit schätzungsweise 1 cbm Kontaktraum. Der Kontaktraum ist auf eine grosse Anzahl Röhren aufgeteilt (es wurden 250 genannt). Mit diesem Ofen sollen pro cbm Synthesegas ca. 120 g Kondensat hergestellt werden können. Die Oxostufe war demgegenüber noch nicht so weit fortgebildet. Es wurde lediglich diskontinuierlich in 10 Ltr. Rührautoklaven (gewöhnliches Eisenrohr) gearbeitet. Ein Ofen für kontinuierliche Arbeitsweise mit aufgeschlemmtem Katalysator war bereits aufgestellt, konnte aber mit Rücksicht auf eine kurz vorher erfolgte Explosion noch nicht angefahren werden.

Der Gesamteindruck der Versuchsanlagen der Ruhrchemie ist ein ausgezeichneter. Die Leute gehen mit grossen Mitteln an das Hochdruckgebiet hinein. Wir sahen u.a. viele moderne Hochdruckautoklaven und HOFER-Kompressoren und -Umlaufpumpen. Im ganzen machen die Versuchsanlagen einen durchaus modernen Eindruck sowohl in der Disposition der Aufstellung als auch im Meßwesen der Anlagen.

gez. Reppe

gez. A(mbros)

Anlage 3

100 Teile Reaktionsprodukt C₃-C₁₉
(nach Olefinsynthese Ruhrchemie)

setzen sich folgendermaßen zusammen:

	C ₃ - C ₁₀	C ₁₅ - C ₁₉
Olefinanteil	70%	50%
Paraffinanteil	30%	50%
mengenmäßig	20%	80%

TITLE PAGE

VI. Hydrierwerk Scholven. Papers concerned
with desulfurization by F-coal.
Folder No. S29/IX-A-8.

TITLE PAGE

1. Schwefelreinigung mit F-Kohle.
Sulfur-purification with F-coal.

Frage Nos. 658 - 665

Herrn Obering. Lamm 10

H. Dr. J. J. J.
G. J. J. J.
M. J. J. J.
3 II/22/Op 334. 11. Juli 1973. Bn.

Schwefelreinigung mit F-Zelle.

In der Anlage reichen wir Ihnen die aus der Durchsicht überlassenen Zeichnungen der Rang über eine F-Zelle-Einschleifung zurück.

Der Entwurf der Rang herleitet nicht die Tatsache, daß bei jeder Regeneration an Adsorber eine sehr große Anzahl von Blindscheiben gesteckt und gezogen werden und daß über sämtliche Schieber leicht möglich sein müssen. Die sogenannten Kleinschaltungen sind dabei nicht als nebensächlich zu behandeln.

Wir schlagen Ihnen daher folgende Änderungen vor:

- 1.) Die Ausgangsleitung, die in der Mitte zwischen den beiden Adsorberreihen auf der Mittelstrome liegt, wird über die Eingangsleitung gelegt, sodaß statt 1 Ausgangsleitung 2 Ausgangsleitungen verwendet werden.
- 2.) Die Blindscheiben für die Ein- und Ausgangsleitungen werden von der Oberstrome aus gesteckt. Es sind hier Kompensatoren vorzusehen.
- 3.) Sämtliche Zugschaltungen für die Regeneration der Adsorber (Ansaugfällung, Heißwasser, Kaltwasser u.ä.m.) liegen unterhalb der Oberstrome. Die zugehörigen Schieber werden von der Oberstrome aus betätigt.
- 4.) Sämtliche Abzugsleitungen für die Regeneration der Adsorber liegen unterhalb der Mittelstrome. Die Schieber werden sämtlich von der Mittelstrome aus betätigt.

In Skizze 1 haben wir Ihnen die vorgeschlagenen Änderungen aufgezählt.

In Skizze 2 geben wir Ihnen einen Überblick über die an einem Adsorber anzuschließenden Haupt- und Hilfsleitungen und deren Schaltung unter Berücksichtigung der Auspflugsmöglichkeit der Adsorber mit Siccator. In der Skizze der Rang fehlt die Druckausgleichsleitung.

Blatt 2.

Herrn Obering. Lampe Lu 10

Betr. Schwefelreinigung mit F-Kohle.

Im Ubrigen halten wir es nicht für nötig, an jeden Adsorber einzeln Ammoniak und Luft zuzugeben, sondern es genügt für jede Gasart eine zentrale Zuzugstelle. Bei Nullgas muß zunächst Sauerstoff und nach genügender Durchmischung des Gases darf erst Ammoniak zugegeben werden. (Verpuffungsgefahr).

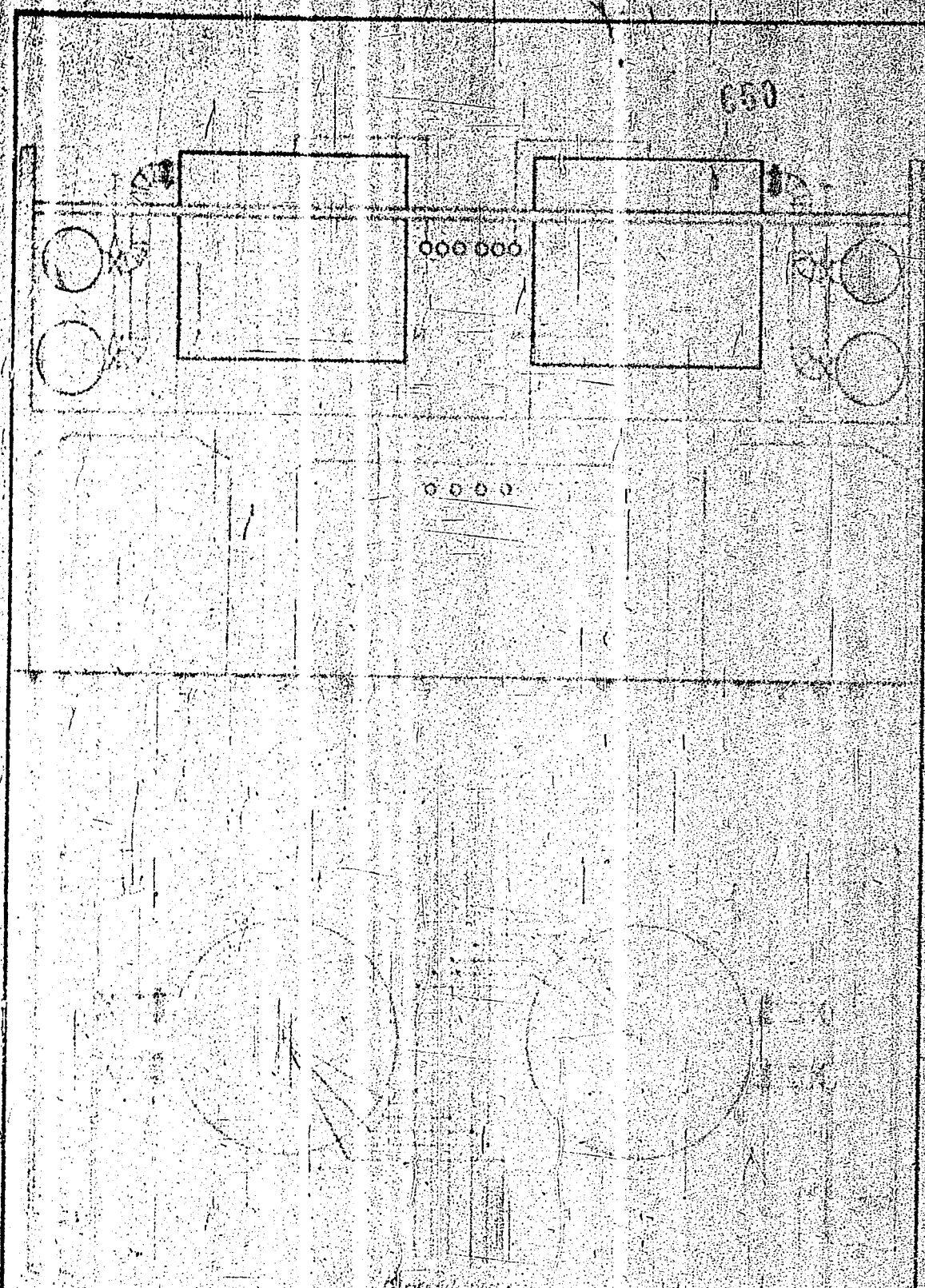
Am Schwefelgefäß Pos. 28 der Baum-Zeichnung muß eine Entspannungsleitung für den kontinuierlichen Abfluß der Abfall-Lösung in den Kandel vorgesehen werden.

Beim Spitzsylinder Pos. 16 wird in Oppau die abgeklärte Lösung durch in verschiedener Höhe angebrachte Hähne (2") abgezogen. Die Ausdampfung des Schlammes erfolgt durch direkte Dampfzugabe am Boden des Gefäßes. Der Schlamm wird nach dem Auskochen in den Kandel abgelassen.

In Ihrer Beschreibung der Entschwefelungsanlage Scholven 3 erwähnen Sie, daß Heißgas-Doppelplattenschieber der Firma Bopp & Reuther Mannheim vorgesehen werden sollen. Wir haben in Op 324 ebenfalls diese Schieber eingebaut und schlechte Erfahrungen gemacht. Die Schieber sind nach einem Jahr auf den Sitzflächen verdrückt und schon undicht. Wir halten normale Keilschieber für mindestens ebenso brauchbar, da dieselben bei Ver-
schmutzung durch mehrmaliges Öffnen und Schließen den Schmutz von den Sitzflächen abstreifen und dann dicht werden.

Md

650



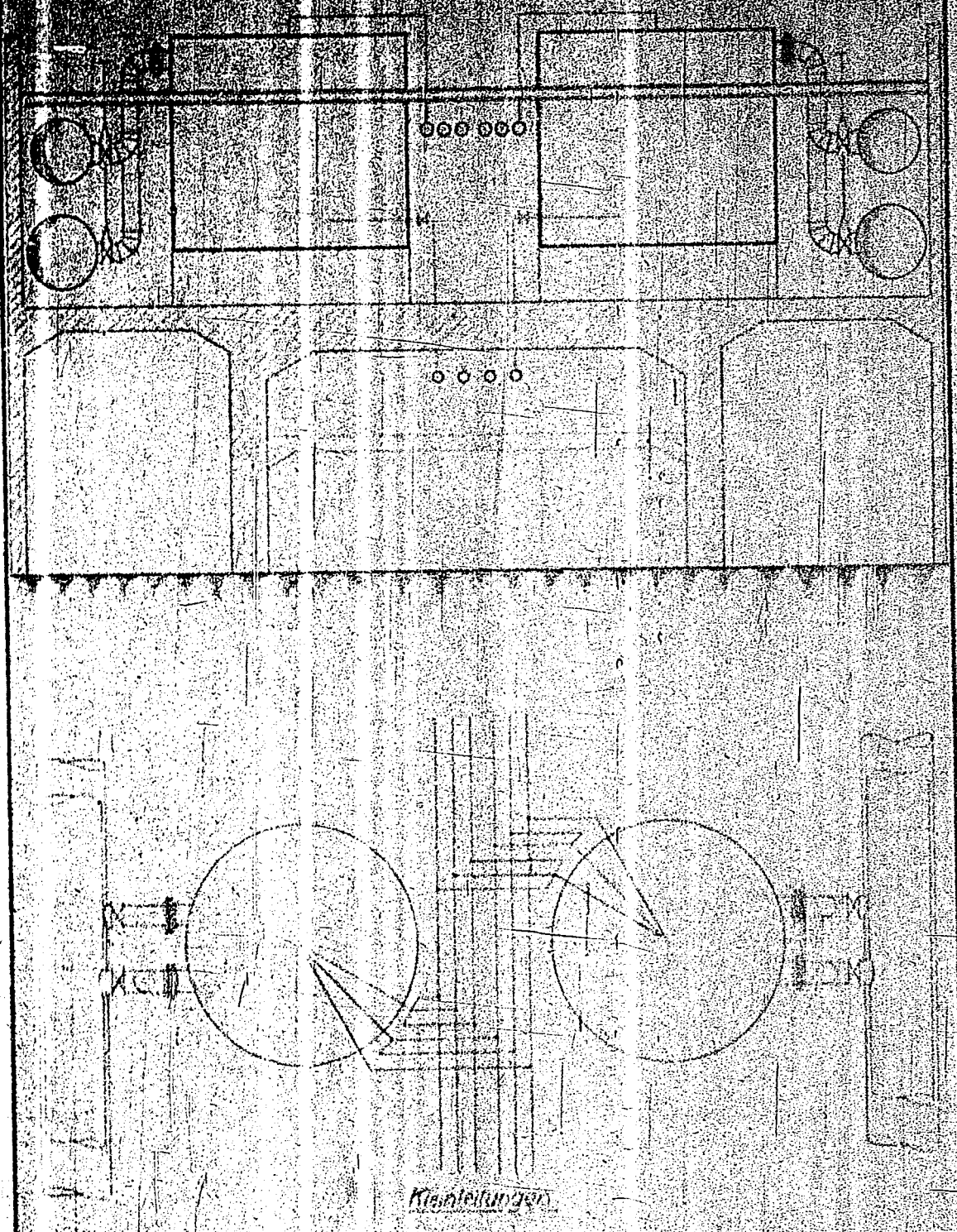
Schnitt durch eine F. Korte - Entschwefelungsanlage

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen am Rhein

Modul

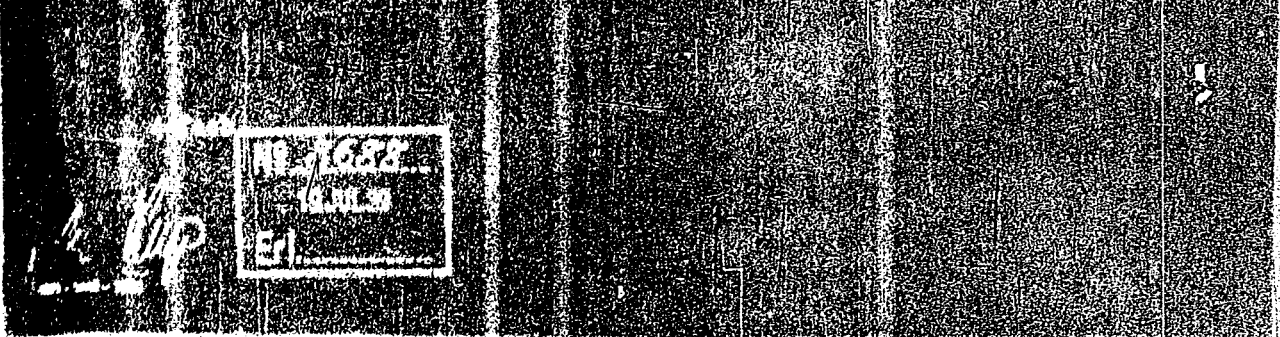
SPITZ 7
Lithographie nach DIN 24

680



Schnitt durch eine F-Kohle-Entschwefelungsanlage

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein Nr. 267/32 Name: <i>Frankfurt</i>	Model.	Skizze 1 Überwachungszeichn. nach DIN 34.	
--	--------	--	--



DB 66. I. G. Ludwigshafen

663

Technische Abteilung
An Herrn Dr. Friederici, Op 324,
Herrn Dr. Gloth, Op 299,
Herrn Dipl.- Ing. Markert, Op 19.

Das Zeichen	Ihre Nachricht von	Unser Zeichen	Tag
		TB/N.-Imp.-Scholven	7. Juli 1939 We.

Betreff: F -- Kohle - Entschwefelung Scholven III.

Wir übersenden Ihnen beifolgend je 1 Ausfertigung der Bamag - Zeichnung

- 3E 28450 (unsere Nr. F 13341-2) Aufstellungsplan zur F - Kohle - Entschwefelung und
- 3E 28451 (unsere Nr. F 11571-1) Schaltschema zur F - Kohle - Entschwefelung

mit der Bitte um Durchsicht. Die Zeichnungen bitten wir mit Ihren Eintragungen versehen so bald wie möglich an uns zurückzusenden, damit wir der Bamag entsprechenden Bescheid geben können.

Anlagen:
2 Zeichnungen.

159 160

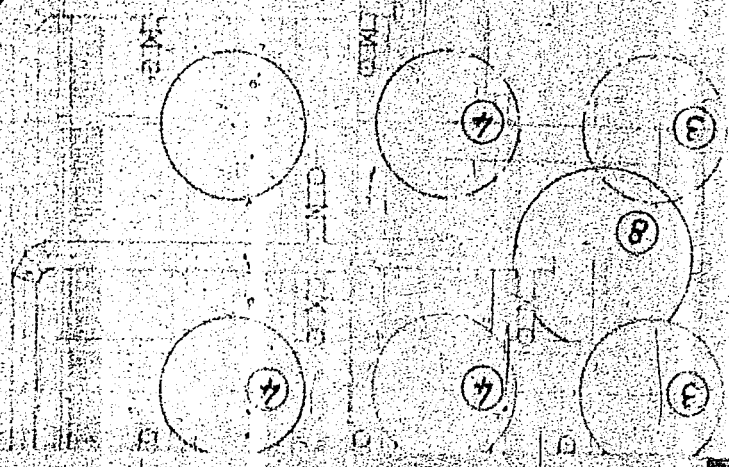
Stichtag
10. JAN 1939

V. 5257

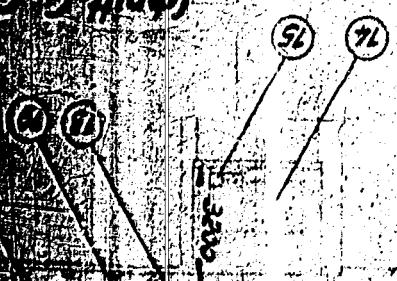
Schnitt G-G

Pos.	Benennung
1	3 Staubkasten für Nullwasser gas
2	1 Staubkasten für Restwasser gas
3	14 Absorptionstage (Schwefelfilter) für Nullwasser gas
4	4 dergl. für Restwasser gas
5-8	4 Ammoniumsulfid - Tanks
9	2 Rotationskompressoren (für Luft zuratz zum Nullwasser gas)
9a	2 dergl. (für Luft zuratz zum Restwasser gas)
10	18 Heizkammern (für Gas aufheizung)
11	1 Warmwasser - Hochbehälter
12	2 Pumpen für Ammoniumsulfid - Umwälzung
13	1 Röhrenkühler für Zwischenkondensat
14	1 Vorlage
15	2 Pumpen
16	1 Motor
17	1 Behälter für Natriumsulfidhydratlage
18	1 Rührwerk für Chlorcalciumlösung
19	2 Mischpumpen f. Natriumsulfidhydratlage u. Chlorcalciumlösung
20	1 Kühler für Reinammoniumsulfiddämpfe
21	1 Hochbehälter für Ammonium - Polysulfid
22	2 Pumpen
23	3 Hochkolonnen

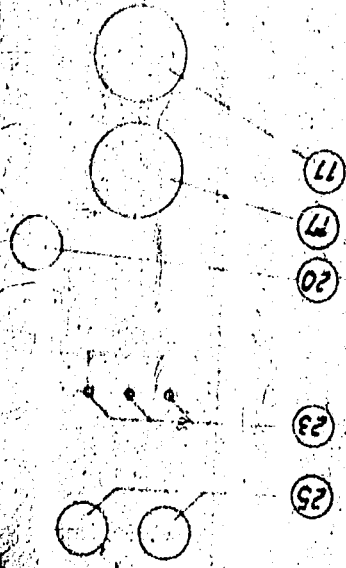
Restwasser gas eintritt



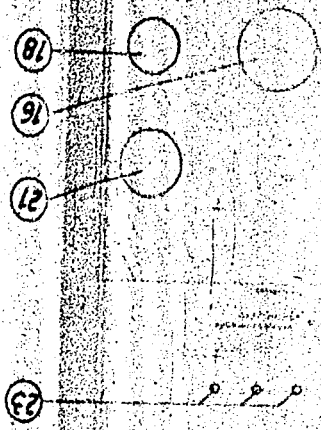
Schnitt C-C



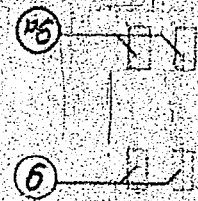
Schnitt G-G



Schnitt F-F



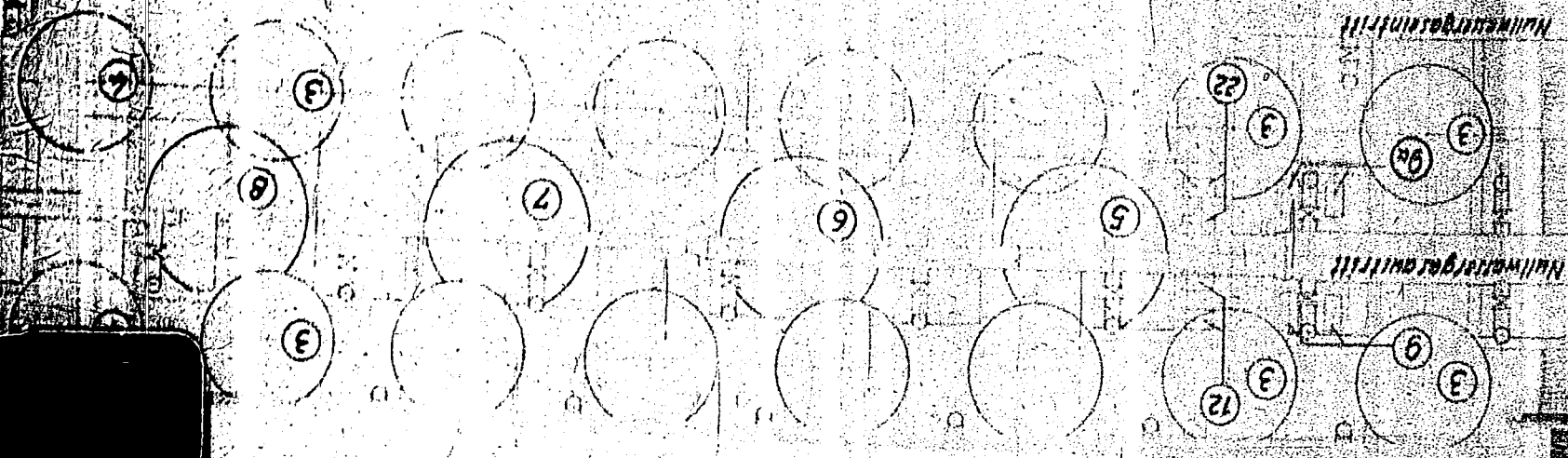
F-F



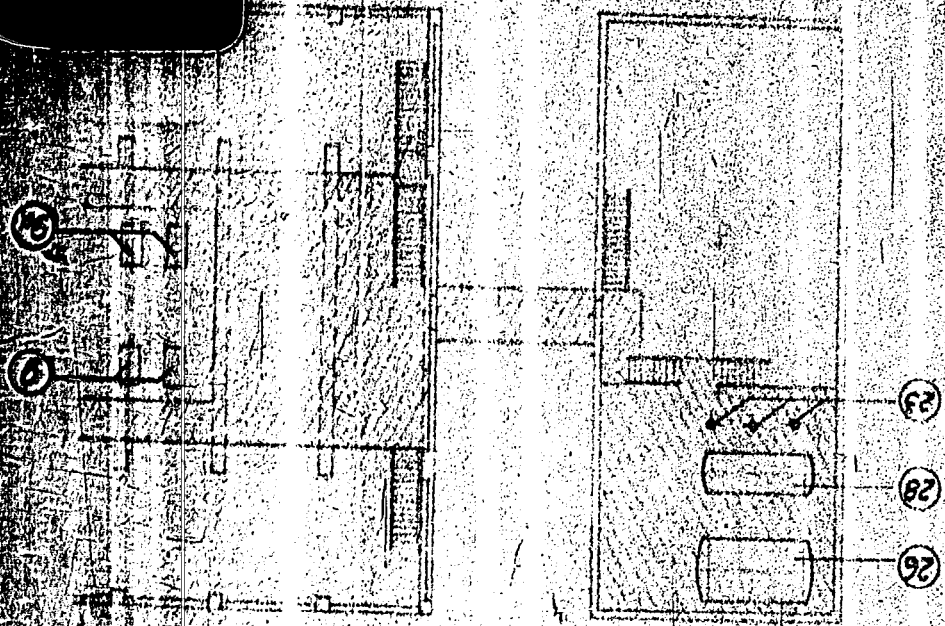
B

Halbwertigkeit

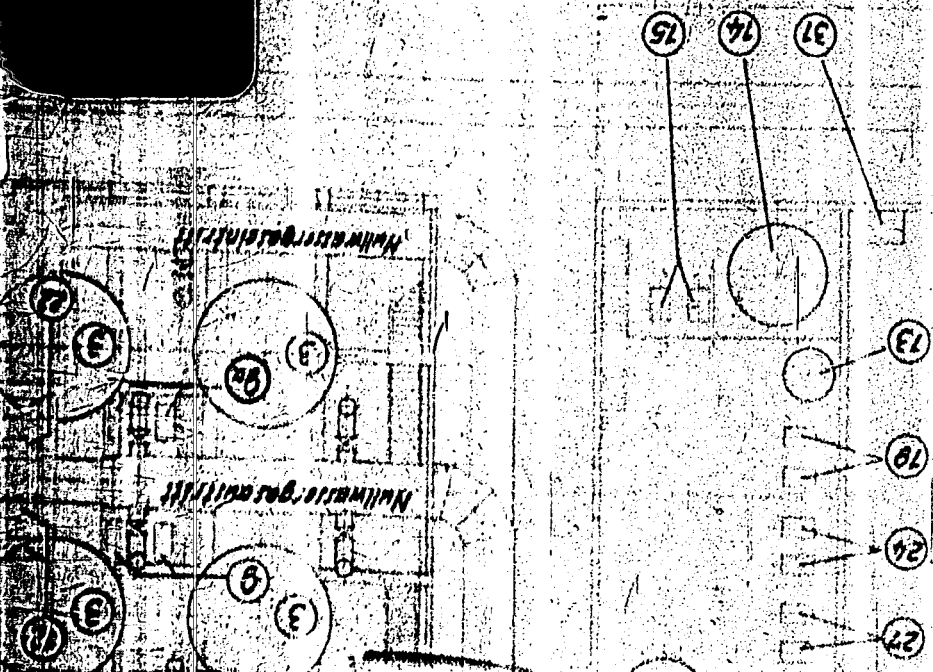
Halbwertigkeit



Schnitt E-E

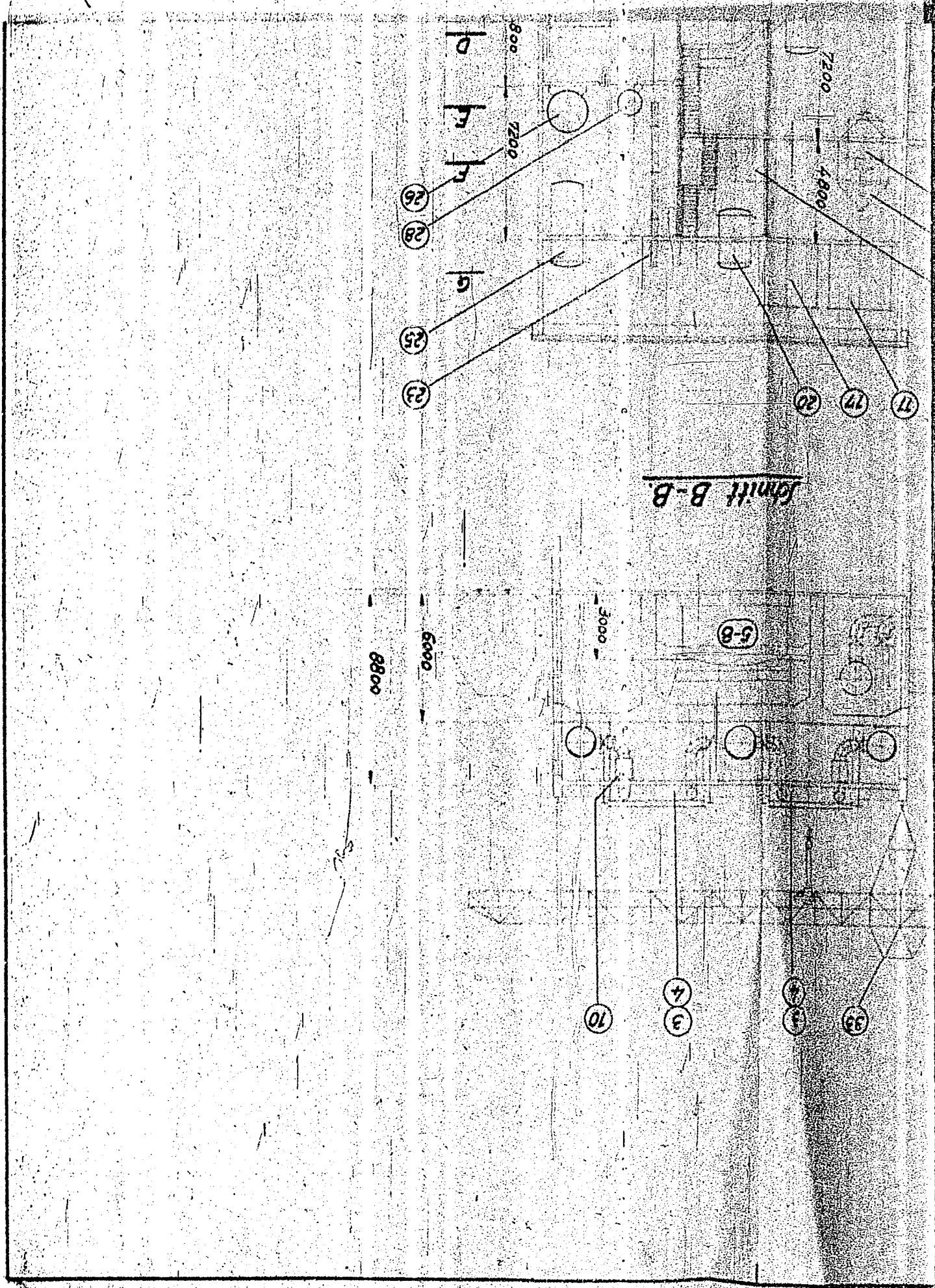


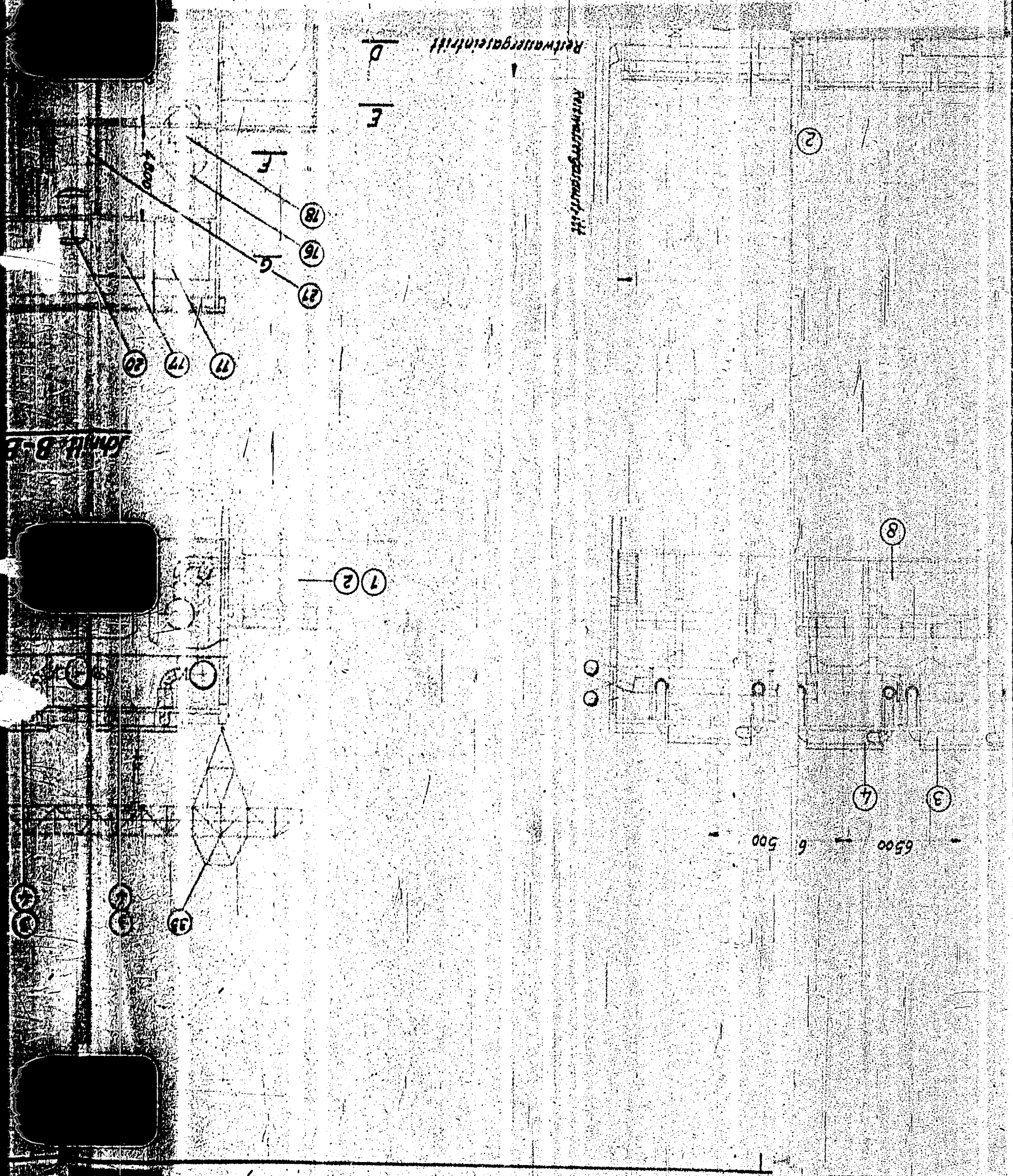
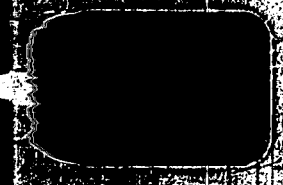
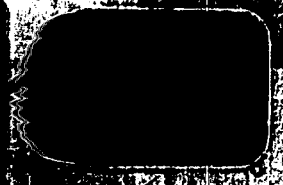
Schnitt D-D



Schwefelageraum

A





CHL B-E

Restwassergehalt

MAINTENANCE

②

①

①

①

63 000

B

Schnitt A-A

⑧

⑦

⑥

⑤

⑫

⑨

lip

lip

lip

lip

lip

lip

lip

③

⑬

65 000

MAINTENANCE

①

⑭

⑮

PLANS TO BE DRAWN

1

27 28

7500

5000

18000

27 28 29

28

26

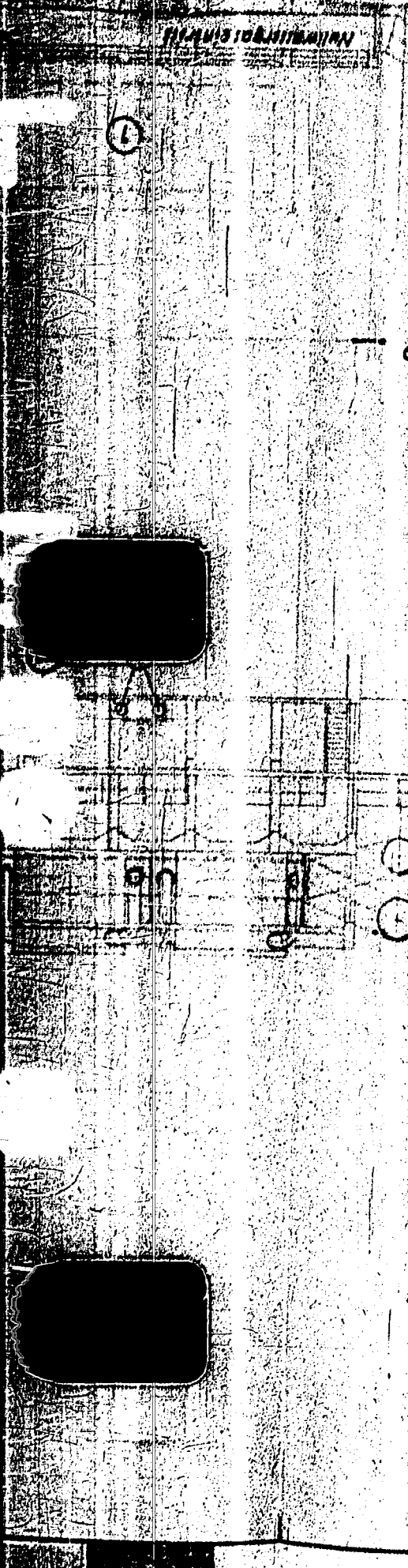
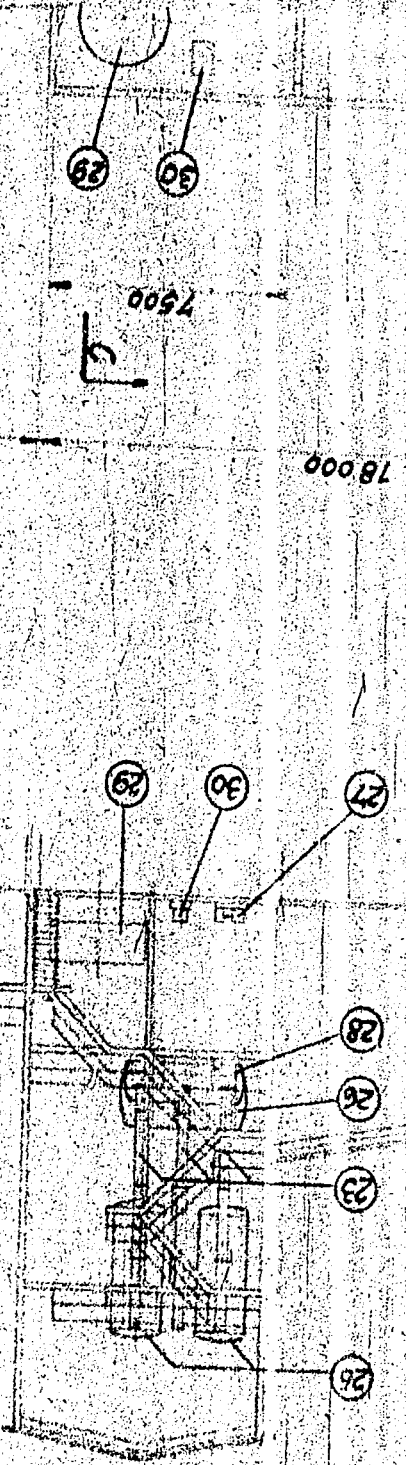
23

26

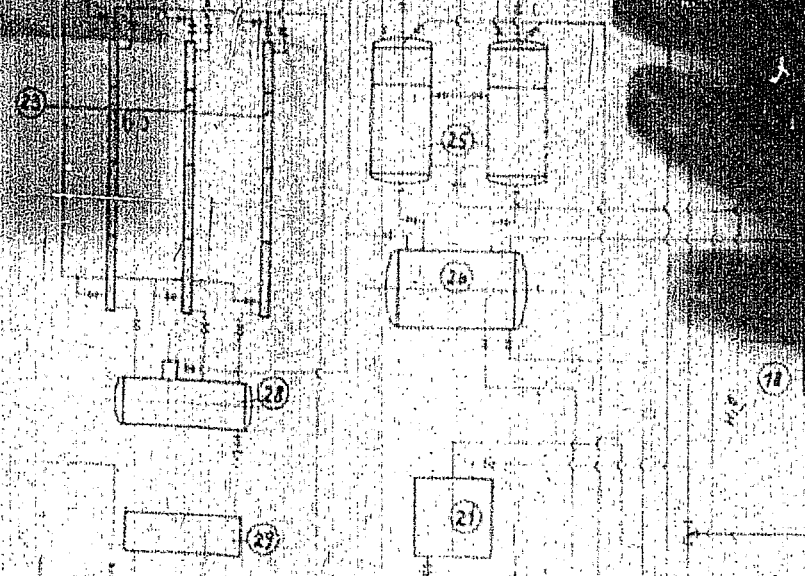
3

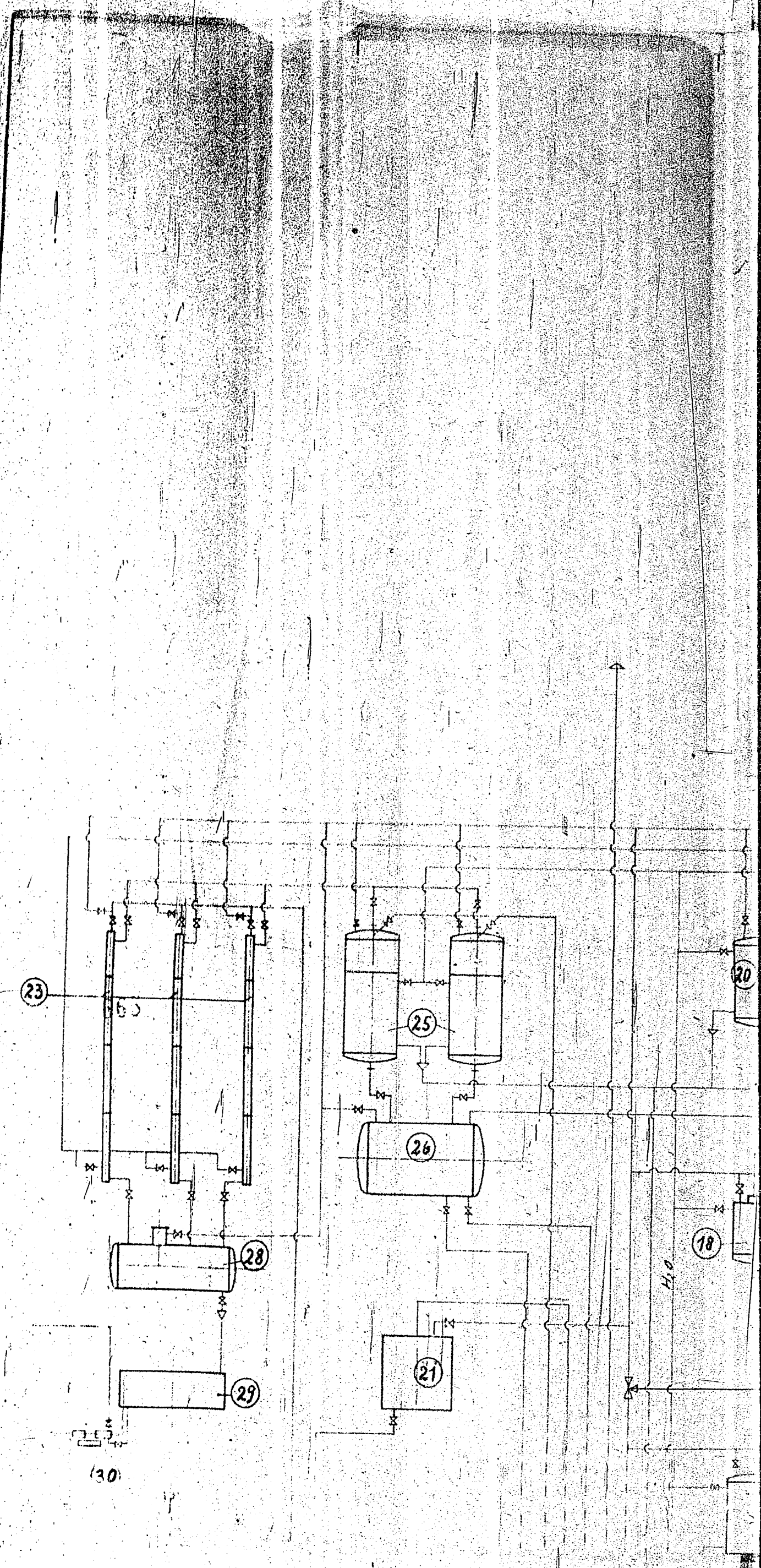
4

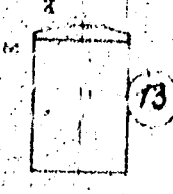
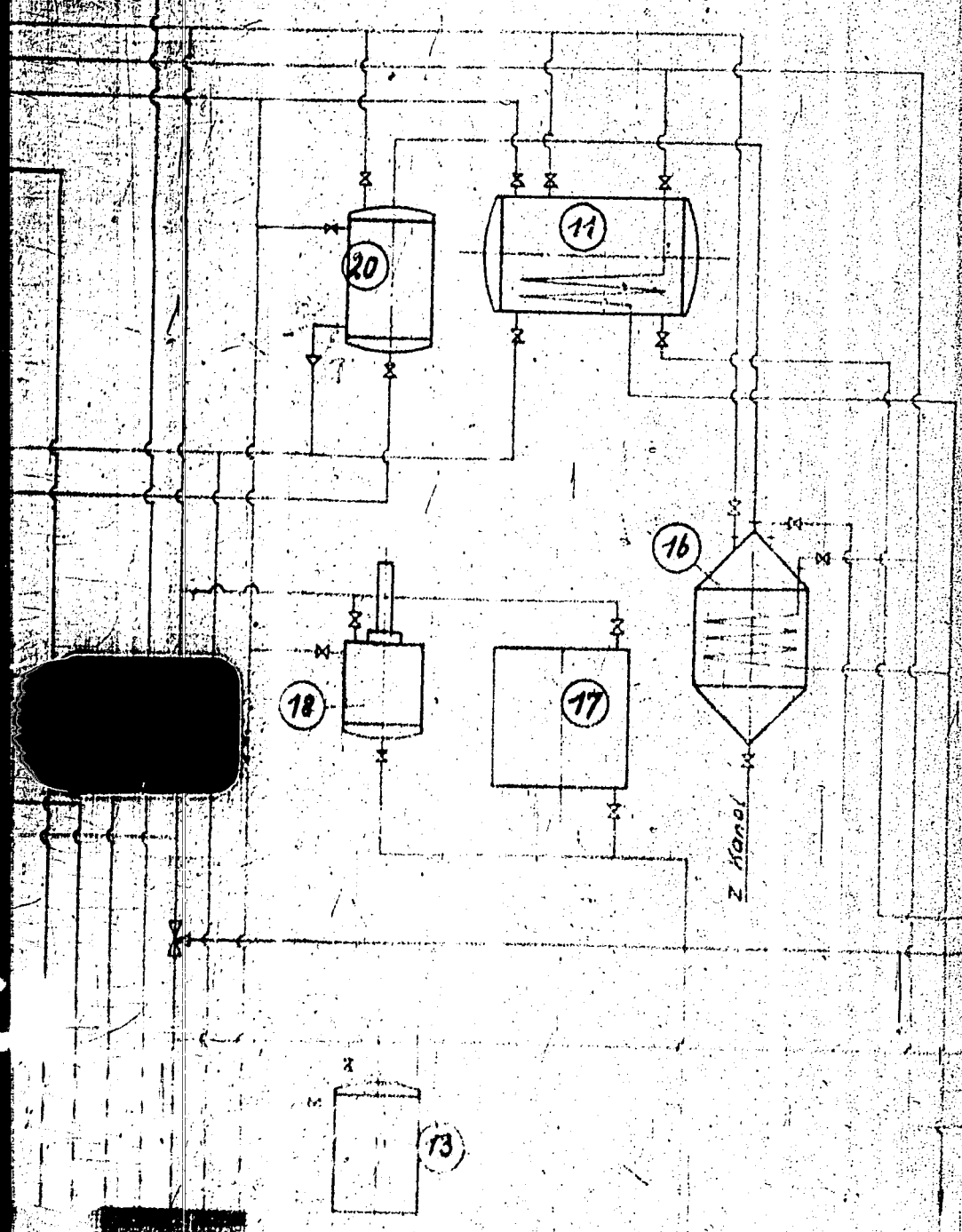
10

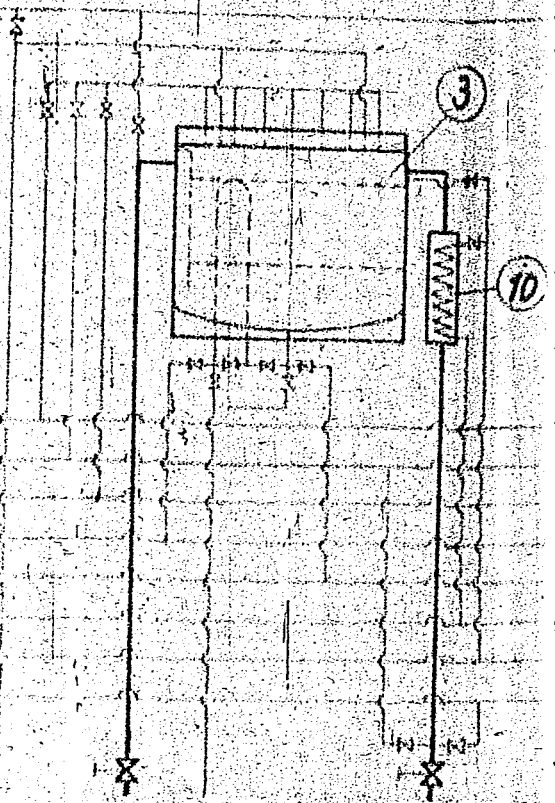


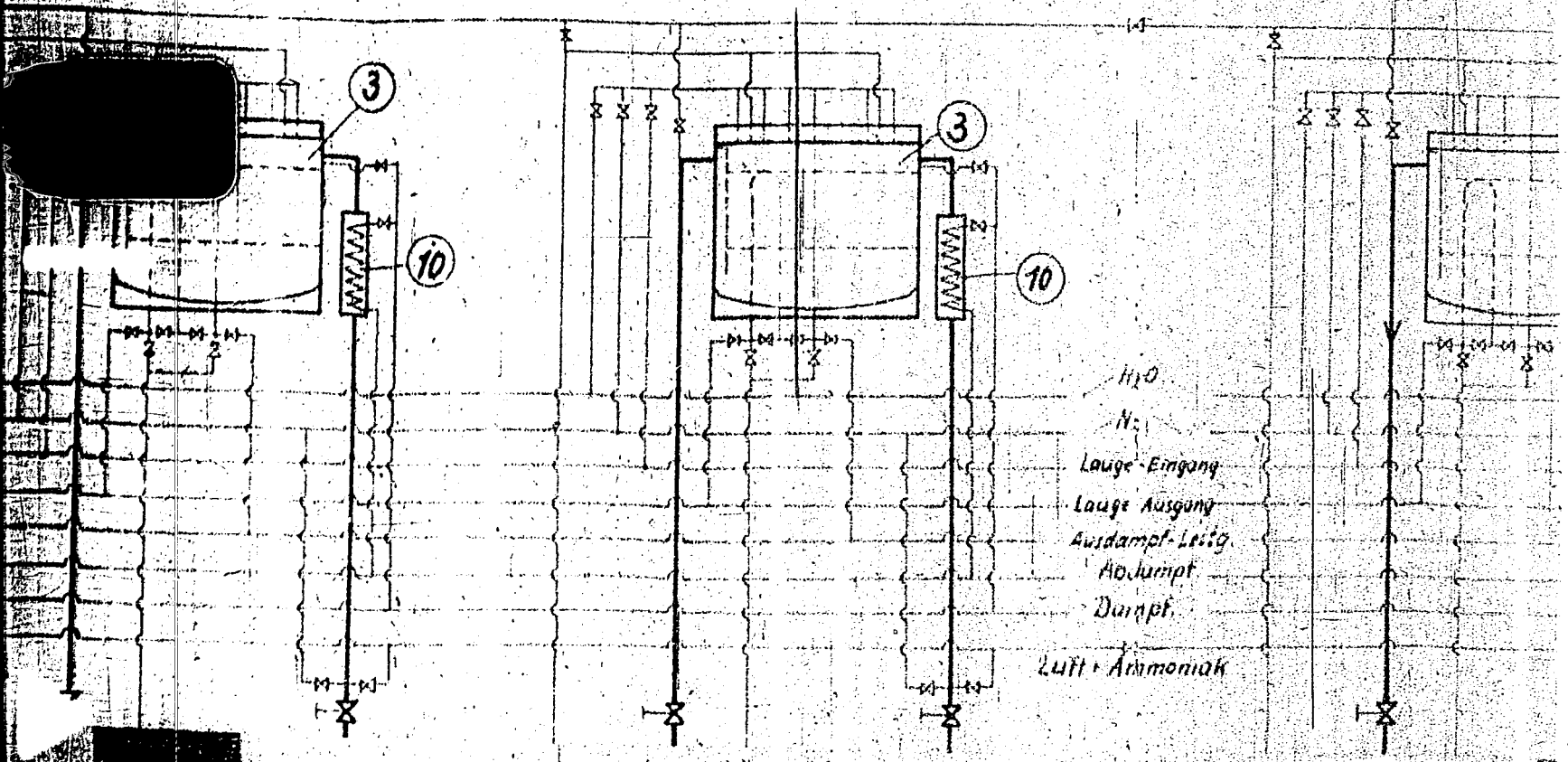
LEAD TWIN

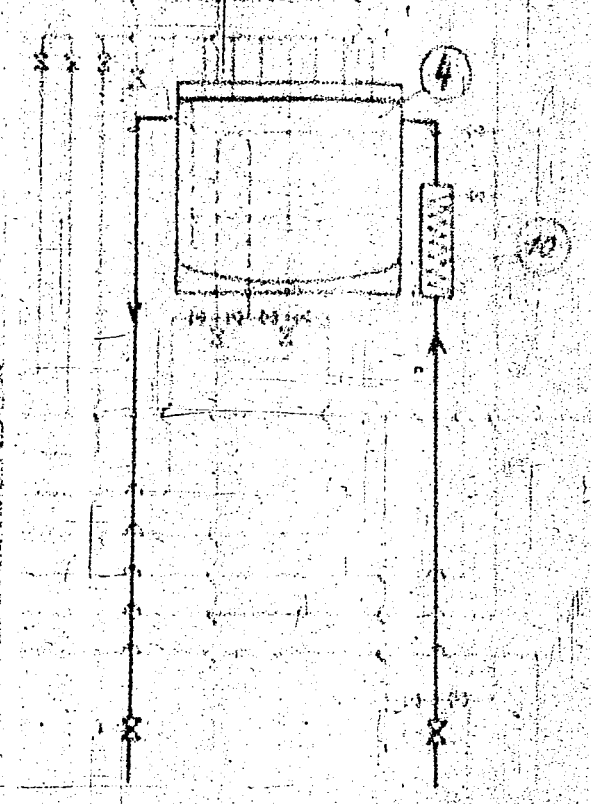
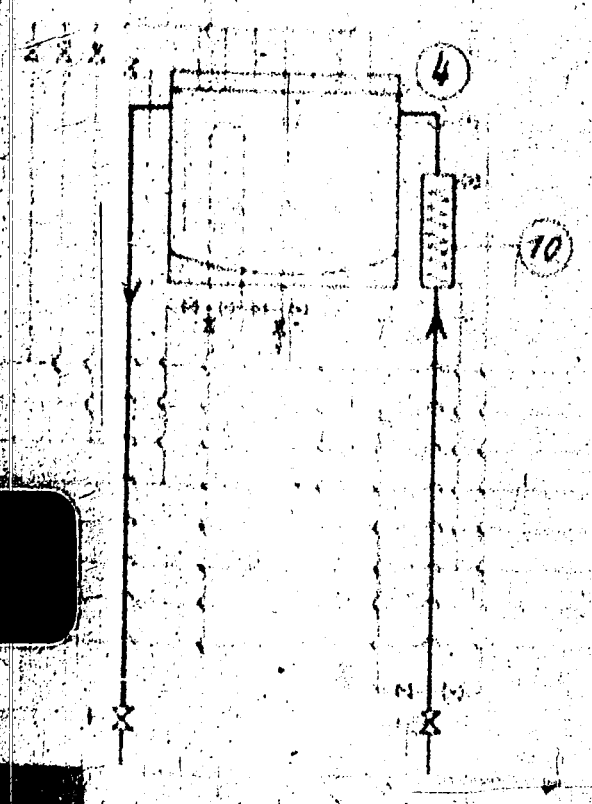
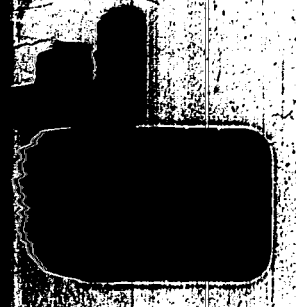
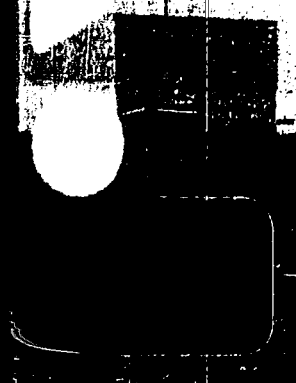




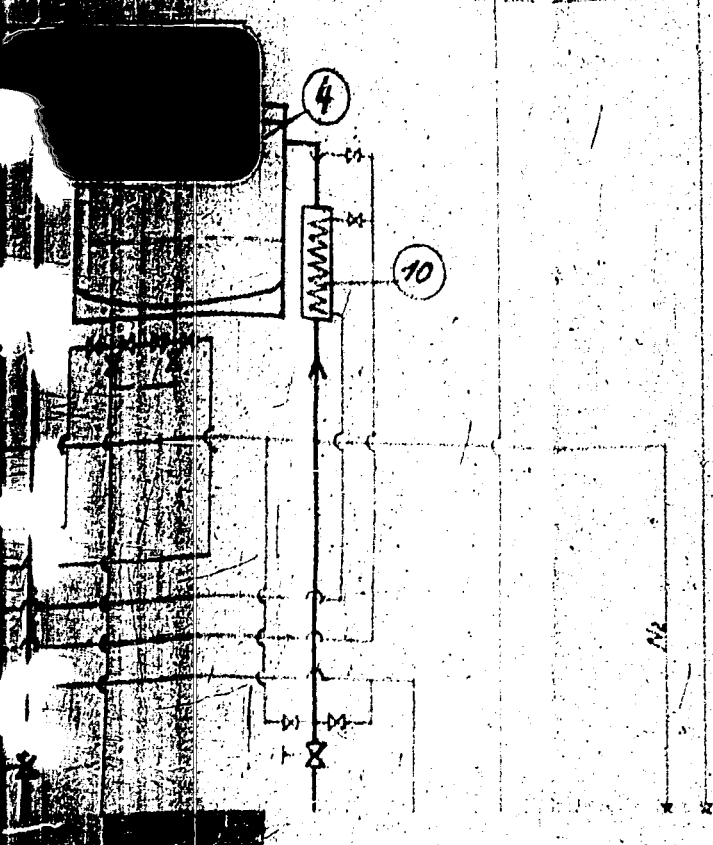


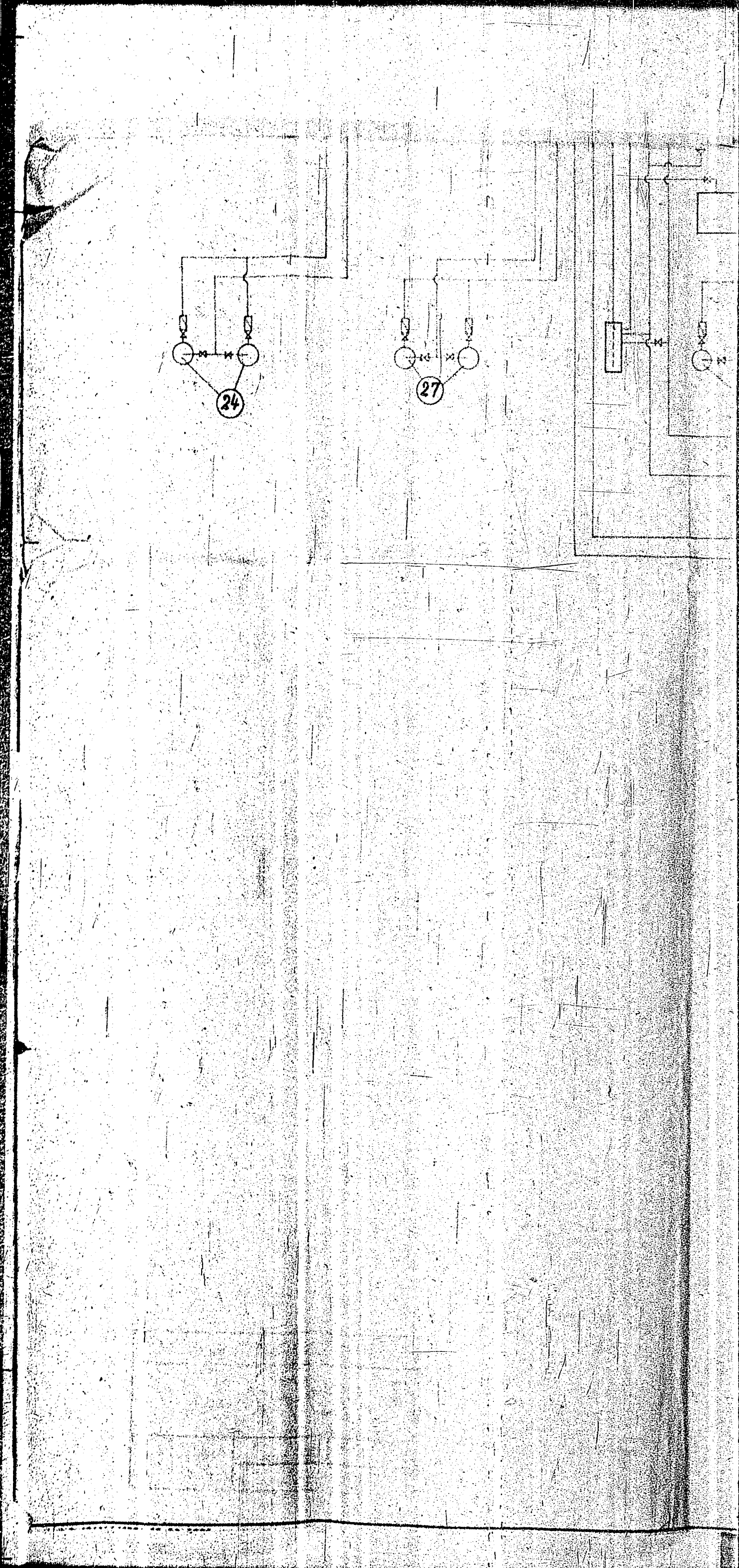


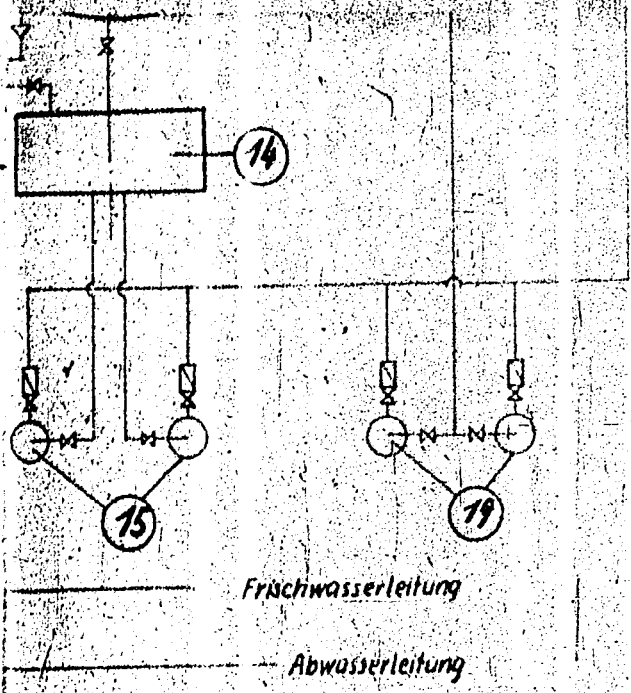




SAFETY







Dampf-Austritt
Dampf-Eintritt

Nullwasser
Nullwasser

Frischwasserleitung
Abwasserleitung

Sollwassergas-Austritt

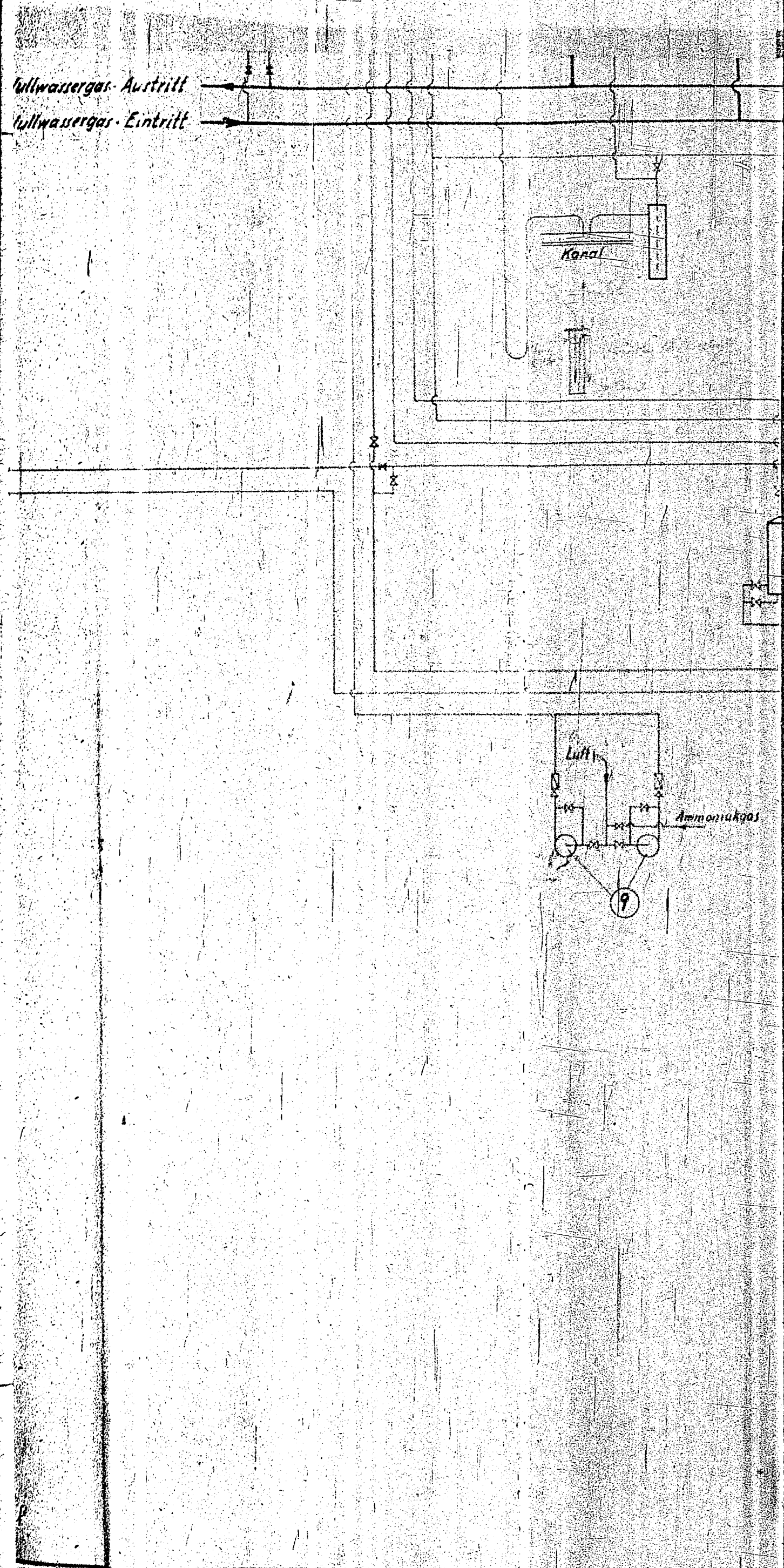
Sollwassergas-Eintritt

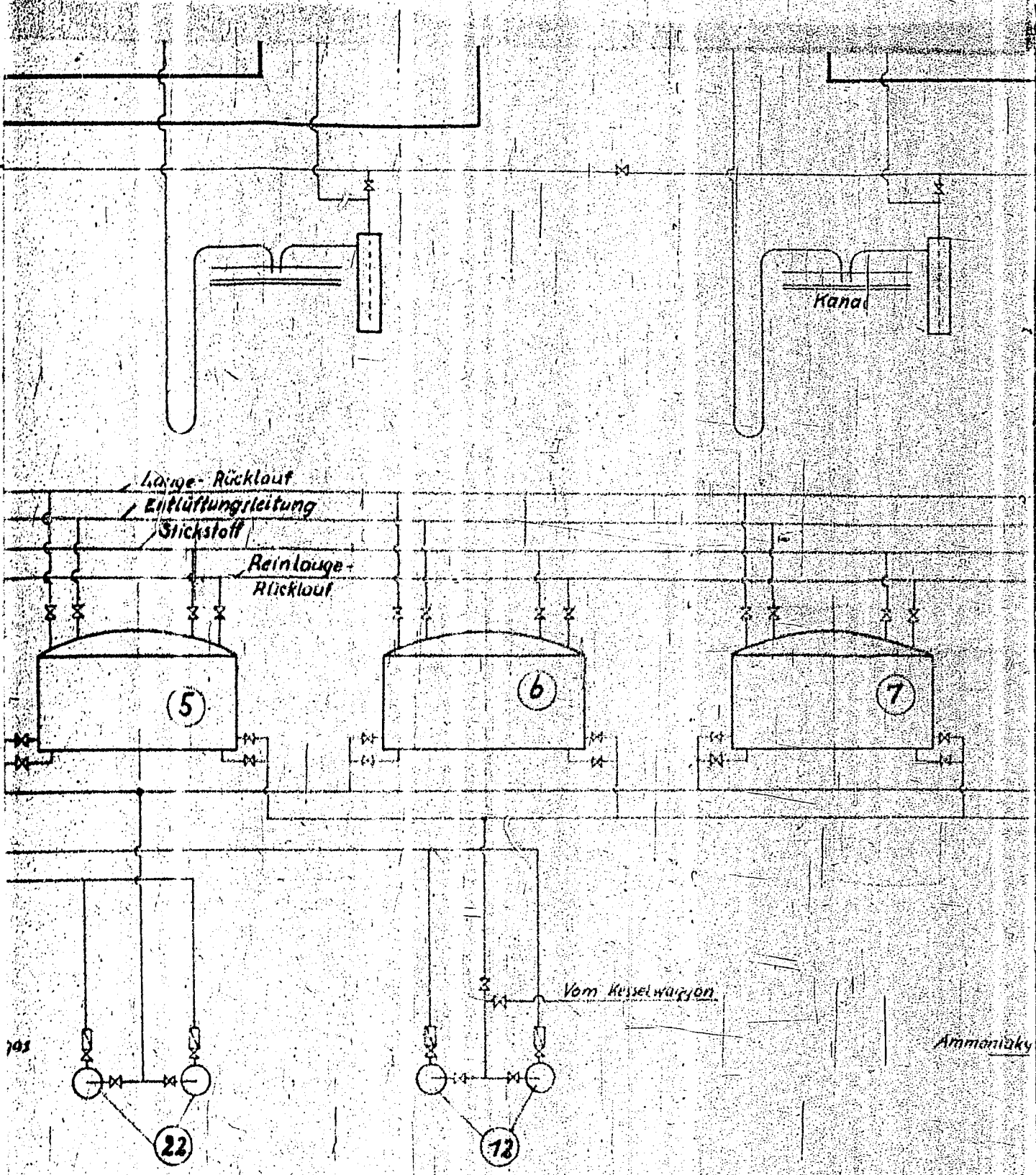
Kanal

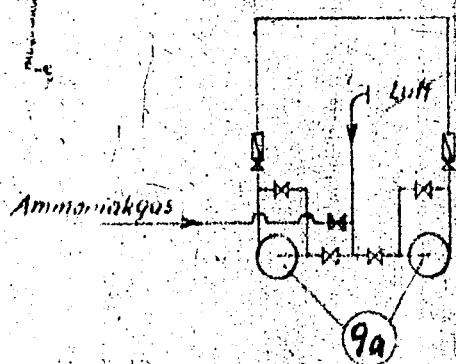
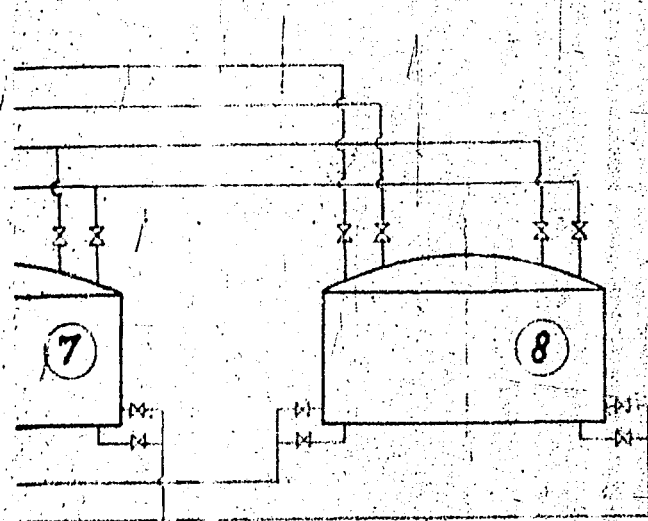
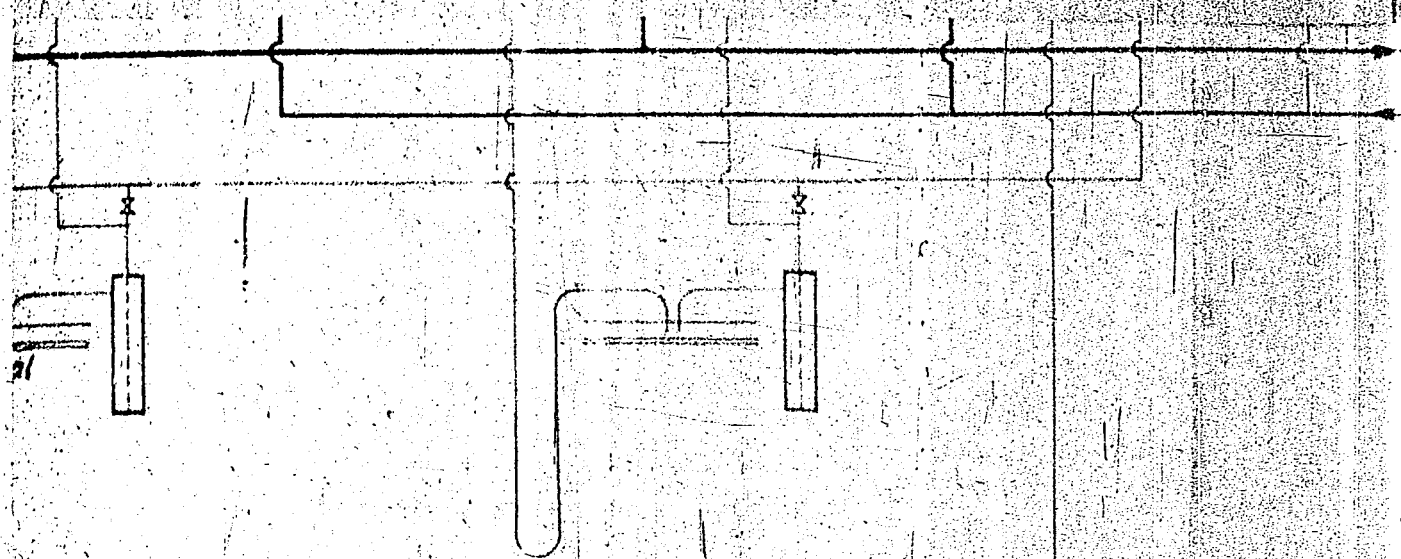
Luft

Ammoniakgas

9







Teil	Benennung.
1	3 Staubkasten für Nullwassergas
2	4 Staubkasten für Restwassergas
3	4 Absorptionsgefäße (Schwefelfilter) f. Null
4	4 desgleichen für Restwassergas.
5-8	4 Ammoniumsulfid-Tanks
9	2 Rotationskompressoren f. Luftzusatz z. Null
9a	2 desgl. (für Luftzusatz zum Restwasser)
10	18 Heizkammern (für Gas aufheizen)
11	1 Warmwasser-Hochbehälter
12	2 Pumpen f. Ammoniumsulfid-Umwä.
13	1 Röhrenkühler f. Zwischenkondens.
14	1 Vorlage
15	2 Pumpen
16	1 Kocher

F 11
F-Kohle-Er
Schalt

Gez. Stra	Dat.	Am
Gepr. in	1937	Da
Gepr.		Fi
Norm gepr. 3		Dr
Maßst. 1:		ni
		18
		Be
		Ar
		al
		be
		Dur
		G
		AK

TITLE PAGE

2. Report on the Ludwigshafen desulfurization plant using F-coal.

Frame Nos. 666 - 674

666

2. Mai 1939

114

②

R e i s e b e r i c h t

Über den Besuch bei der I.G. Farbenindustrie A.-G.,
Ludwigshafen, am 26.4.1939

Verhandelt betreffs der Anfrage der Spinnwerke
Scholven A.-G., Gelsenkirchen - Suer am 18.1.1939
auf eine Entschwefelungsanlage mittels M-Kohle.

Verhandlungsteilnehmer die Herren:

Obering. Dipl.-Ing. Lampe,	
Dr. Friderici,	
Dipl.-Ing. Stoffels,	von der
Dr. Hartmann (nur anfangs)	I.G.
Dipl.-Ing. Bäurle	" "
Dr.-Ing. Czako,	(bis Mittag)
Obering. Niedbrodt,	" "
Obering. Dipl.-Ing. Wagner,	von der
" " Bayerlein,	Bamag
Obering. Vietze	" "

Eingangs der Besprechung wurde von Seiten der I.G. ausdrück-
lich darauf hingewiesen, dass die nachfolgenden Angaben nur für den
Fall Scholven bestimmt sind, dass die Bamag mit Abgeben, Lizenzen usw.
nichts zu tun, sondern nur das eigentliche Angebot zu machen hat.
Für andere Fälle würden jeweils besondere Vereinbarungen zu treffen
sein.

erner wurde auf Rückfrage angegeben, dass die Entschwefelung
des aus der Druckwäsche kommenden CO_2 zwecks Verwendung als Spülgas
bei den Anlagen Stettin und Rheinhausen nicht mehr in Frage kommt,
da Inertgas zum Spülen verwendet wird. (Inertgas aus Generatorgas
hergestellt und gewaschen - Angebot und Lieferung - für Stettin - von
Bamag Abt. 3f, Obering. Ritter - Herrn Corsopius betreffs Rheinhausen
noch entsprechend benachrichtigen).

Von Herrn Dr. Czako wurde darauf hingewiesen, dass in Scholven
mit einer M-Kohle-Entschwefelungsanlage gerechnet wurde. Hierzu wurde
von Seiten der I.G. gesagt, dass die M-Kohle restlos den Schwefel
wasserstoff aufnimmt, und dass man mittels einer nachgeschalteten
M-Kohle-Anlage auch den organischen Schwefel aus Gasen entfernen kön-
ne, dass aber die Kostenfrage noch nicht geklärt und demgemäss das
M-Kohle-Verfahren vorläufig noch nicht sprachreif sei.

... dass aber die Kostenfrage noch nicht geklärt und demgemäss das
Kohle-Verfahren vorläufig noch nicht auszuschreiben sei.

667

F-Kohle-Entschwefelungsanlage für Schelven:

68 000 m³/h (I.G.d) Nullwassergas mit 4-4,5 g H₂S/m³ u. 92 mg/m³ org. Schwefel,
17 000 m³/h (" ") Restwassergas " 3-3,5 " " " 205 " " "
Durch die F-Kohle wird der gesamte Schwefelwasserstoff aus dem Gase entfernt, der organische Schwefel bleibt aber unberührt.

Vorbereitung des Gases durch Entstaubung:

Der Desintegrator liefert ein Gas mit 10 mg Staub/m³, für die F-Kohle ist aber nicht mehr als 1 mg/m³ zulässig. Bei den bisherigen Aktivkohle-Entschwefelungsanlagen der I.G. in Leuna und Oppau erfolgt die Staubreinigung auf die erforderliche Endreinheit in Kokskästen. Für die in Leuna erhaltenen Ergebnisse wurden von Dr. Friderici folgende Angaben gemacht:

Belastung der Kästen 50-70 m³ Gas/h auf je 1 m² (Horde) Fläche
Gaugeschwindigkeit (auf freien Kastenquerschnitt bezogen) =
 $v = 14 - 19,4 \text{ mm/s.}$
Staubgehalt vor den Kästen 5-7 mg/m³ Gas,
" nach " 1 mg/m³ "
Widerstand etwa 20 mm WS.
Durchbruch bei Belastung von 80 m³ Gas/h auf 1 m² (Horde)-Fläche
Reinigungsschicht auf Holzhorden grober Koks, darüber Flugkoks aus der Wassergasanlage.

Daten (v. H. Lampe) für die 1938 in Oppau erstellten und in Butzbach hergestellten Kästen:

Belastung/Kasten 20 000 m³/h
Hordefläche $3 \times (4 \times 4) \times 8 = 384 \text{ m}^2$ (Kasten 3-teilig mit 8 Lagen)
Belastung/m² Hordefläche = $\frac{20 000 \text{ m}^3/\text{h}}{384 \text{ m}^2} = \text{rd. } 52 \text{ m}^3 \text{ Gas/h auf } 1 \text{ m}^2$
(Horde-)Fläche.

Hiernach für Schelven, d.h. für eine Leistung von 68 000 m³/h Nullwassergas + 17 000 m³/h Restwassergas = 85 000 m³/h Gesamt-Wassergas erforderlich.

Staubkästen mit Gesamt-Hordefläche = $\frac{85 000}{52} = 1 635 \text{ m}^2$ oder
bei 8 Hordelagen, gesamte Kasten-Grössl. $\frac{1 635}{8} = \text{rd. } 205 \text{ m}^2$.

Bei den (Butzbacher) Oppau-Kästen ist Grössl. der Kästen $3 \times (4 \times 4) = 48 \text{ m}^2$,
demnach für Schelven erforderlich $\frac{205}{8} = \text{rd. } 25,6$ Oppau-Kästen
(Konstruktionsjahr 1938)

Gaugeschwindigkeit (auf den freien Kastenquerschnitt bezogen) =
 $v = \frac{85 000 \cdot 10^3}{384 \cdot 4} = 15,4 \text{ mm/s.}$

derlich.

Staubkasten mit Gesamt-Nordenfläche = $\frac{85.000}{8} = 10.625 \text{ m}^2$ oder
bei 8 Nordenlagen: Gesamte Kasten-GröÙ. $\frac{85.000}{8} = 10.625 = \text{rd. } 205 \text{ m}^2$.

Bei den (Ertzbacher) O. pan-Kästen ist GröÙ. der Kästen $5 \times (4 \times 4) = 48 \text{ m}^2$,
demnach für Schmelzen erforderlich $\frac{205}{8} = \text{rd. } 25,6$ O. pan-Kästen
(Konstruktionsjahr 1938)

Gasgeschwindigkeit (auf den freien Kastenquerschnitt bezogen) =

$$v = \frac{85.000}{8 \cdot 5 \cdot 4} = 15,4 \text{ m/s.}$$

668

Nachteile der Kastenreinigung: GroÙe GröÙe und hoher Eisenbedarf,
daher auch elektr. Reinigung anstreben,
die wenig Platz und wenig Eisen erfor-
dert. Bedingung jedoch, der weiter oben
angegebene Relativgrad, nicht mehr als
1 mg/1000 sein.

Absorber:

Kohle-Absorber: Bisheriger Typ in Leuna und Oppau $1,5 \text{ m}^3$.
Dieser Typ benötigt bei Gasen bis zu $5 \text{ g H}_2\text{S/m}^3$ (10%)
2% eine 2. undenleistung von 6.000 g,
während einer Belastung von 375 g/h $\frac{375}{15,9}$
auf 1. Absorberquerschnitt.

Laufzeit: Je Absorber 6.000 g/h H_2S -Gehalt = $4,5 \text{ g/l}$
 H_2S je Std. = $6.000 \cdot 4,5 = 27.000 \text{ g} = 27 \text{ kg}$.
Schwefelkapazität der Filter = 6.000 kg .
Laufzeit der Filter = $\frac{6.000}{27} = \text{rd. } 222 \text{ Std.} = \text{rd. } 9,3 \text{ Tage}$

Anzahl der Absorber für Schmelzen:

a. Nullwassergas: $\frac{68.000 \text{ g/h}}{600 \text{ g/h}} = 11,3 = \text{rd. } 12$ Absorber

Regenerationszeit eines Absorbers 24 Std.,

d.h. es müssen in rd. 9 Tagen 12 Absorber regeneriert werden oder
es müssen 1 oder 2 Absorber als Reserve vorgesehen werden.

b. Restwassergas: $\frac{1.700 \text{ g/h}}{600 \text{ g/h}} = 2,8 = \text{rd. } 3$ Absorber
+ 1 Absorber als Reserve.

Gesamtanzahl der Absorber: $12 + 2 + 1 = 15$ Absorber.

Bemerkung: In der I.G.-Zeichnung N 3954-2 ist die Höhe der eigentlichen
(für Feinung) Kohleschicht mit 1400 mm eingezeichnet.

Kohlenhalt/Absorber = $15,9 \cdot 1,4 = 22,2 \text{ kg}$; demnach
Schwefelkapazität/g Kohle = $\frac{6000}{22,2} = \text{rd. } 270 \text{ kg}$.

(Gasgeschwindigkeit im Absorber, bezogen auf den freien
Querschnitt $v = \frac{6000 \cdot 1000}{60 \cdot 60 \cdot 159} = \text{rd. } 105 \text{ m/s}$.)

Widerstand im Absorber: Bei einer Belastung von 375 g/h/m^2 ,
entsprechend $6000 \text{ g/h/Absorber}$,
beträgt der Widerstand 80-100 mm W.S.
(Mit zunehmender Sättigung steigt der Wider-
stand etwas an).

In Leuna stehen die Apparate im Gebäude, in Oppau im Freien, wobei nur
Deckel und Boden isoliert sind. Bei der Aufstellung im Gebäude sind die

Temperaturverhältnisse allerdings günstiger, dafür aber hohe Gebäudekosten. Prüfen, ob nicht günstigere Gestehungskosten, wenn nur Unterteil der Absorber in den Raum gestellt werden und Bühne etwa 1 m unterhalb des Beckels vorgesehen wird, wie bei den Turmreinigeranlagen. Dann niedrigeres Gebäude und nur Beckelsisolierung und der über der Bühne liegenden Mantels erforderlich.

Boden der Absorber: nicht mehr kegelförmig, wie in Leuna, sondern gewölbt, wie 1933 in Oppau vorgesehen, dabei Boden 2-teilig - auf Baustelle zusammensetzen (Auslegung auf 2 m S.) In Oppau: Mantelbleche 8 mm stark
Boden 15 " "

Lagerung der Kohle: auf Schlitzen mit Schlitz 8250, darüber eine 8-10 cm starke Steinschicht als Tragschicht, (Basaltschotter 4-60 mm), darüber 3 cm hohe Schicht von feinem Kies mit 8-10 mm Körnung.

Abdeckung der Kohle: in ähnlicher Weise wie die Lagerung.

Richtung des Gasstromes: in der Kohle von oben nach unten.

Heizungsvorrichtungen: als doppelte Dampfzungen in allen Gaszungen zu den Absorbern versehen, da bei der Regenerierung die Kohle nicht trocken geblieben wird, sondern Wiederanfahren der Filter mit Wasser Kohle erfolgt.
Temperatur des Gases beträgt zwischen 15 bis 30° um Kondensatbildung in den Absorbern zu verhindern, um die Kohle zu trocknen, ist Erwärmung um 8° über die normale Gastemperatur erforderlich, also Erwärmung auf 23° bis Erwärmung auf 30°. Zur Verfügung steht hierfür in Schmelzen Satteldampf von 1-2 atü.

Feldteilung: wie in Oppau vorgesehen

Aufteilung der Absorber in 2 Reihen.
Reihenabstand (von Mitte zu Mitte Absorber) 8 m.
Abstand der Absorber in den Reihen 5,5 m

STW 11

Bezeichnung

- Anzahl der erforderlichen Laugebehälter: mindestens 3 Stück, nämlich
- 1 Polysulfidbehälter (für mit Schwefel angereicherte Ammoniumsulfidlösung)
 - 1 Zwischenbehälter (für teilweise angereicherte Ammoniumsulfidlösung)
 - 1 Laugebehälter (für reine Ammoniumsulfidlösung)

Praktischer Aufbau mit 4 Behältern, um statt
 eines liegenden Behälter wegen Schutzkollektion, sondern stehende Behälter.

Inhalt je Behälter: 1 m³ Lösung 2 Absorber-Füllungen zu je 25 % = 2.10
 5 % ausführen mit je 2 m³ Laugt. Material aus
 Laugt. Material.
 Alle Behälter unter Flur in gleicher Höhe angeordnet.
 Behälter verankern gegen Auftrieb bei gelegentlicher Wasserzersetzung des Zellsulfidkollers.

Platz an den Behältern: Leistung 1 m³/h; Fabrikat Klein-Schmalin & Becker, (Klein-Hotel) versenden - Maßen und Flügeln aus V.A. Stahl.

Auswaschen der Salze aus der mit Schwefel angereicherten Kohle durch Wasser.

Bevor nach der jedesmaligen Anreicherung der Kohle mit Schwefel dieser mittels Ammoniumsulfidlösung ausgewaschen wird, werden die von der Kohle mit aufgenommene Salze ausgewaschen. Jeder Absorber dient bis zur jedesmaligen Anreicherung etwa 300 kg Salze mit auf. Die Auswaschung erfolgt durch aufgewärmtes Frischwasser und Nachwaschen mit kaltem Wasser. Hierbei gehen von den vorgenannten 300 kg Salzen etwa 200 kg mit dem Wasser in Lösung, die restlichen 100 kg gehen bei der nachfolgenden Extraktion in die Ammoniumsulfidlösung über. Für das Warmwasser ist ein Behälter von etwa 2 m³ Inhalt erforderlich.

Auswaschen des Schwefels aus der angereicherten Kohle.

Nach dem Auswaschen der Salze wird die mit Schwefel angereicherte Kohle der Filter nacheinander mit den Lösungen der 4 Laugebehälter überschneit und bleibt jedesmal 1 Std. mit der Lösung stehen. Die Lösungen fließen jedesmal in ihren zugehörigen Behälter zurück. Nach der Extraktion mehrerer Absorber ist der 1. Behälter angereichert d.h. in diesem Behälter befindet sich gesättigte Polysulfidlösung.

Diese gesättigte Polysulfidlösung enthält je 1 m³ 200 kg Schwefel.

In Schmelzen fallen an $68 \cdot 2,5 = 305 \text{ kg S/h}$
 $+ 17 \cdot 2,5 = 60 \text{ kg S/h}$

Satz: 365 S/h entsprechend $\frac{365}{200} = 1,825 \text{ m}^3/\text{h}$
gesättigte Polysulfidlösung.

Ausbeute etwa 99 %, d.h. nur etwa 1 % des im Gase enthaltenen Schwefels geht nicht in die Lauge als Polysulfid über, sondern geht durch Sulfidbildung verloren.

Bei der Durchspülung des Absorbers mit der Lösung des 4. Behälters trifft diese auf schwefelfreie Kohle, so dass nur schwefelfreie Sulfidlösung an der Kohle haften bleibt. Diese Reste werden mittels Wasserdampf (Satttdampf von etwa 100°) ausgetrieben. Die Abdämpfe aus den Filtern enthalten neben Wasserdampf Ammoniak und Schwefelwasserstoff. Die Dämpfe gehen über einen Kühler zu einer Vorlage. Je Absorber-Ausdampfung fallen rd. 8 - 10 % Kondensat an in 8 Std. (rd. 1 g/h Kondensat).

Inhalt der Vorlage mit 10 g versuchen.

Von der Vorlage aus wird das Kondensat einer Pumpe in einen Kocher (Spitzzylinder) von 12 l Inhalt geleitet.

Auf dem Wege zur Vorlage wird dem Kondensat Sulphydratlauge und Chlorkalziumlösung beigegeben.

Für die Sulphydratlauge ist eine Behälter von 20 g Inhalt vorgesehen, (Material Eisengebiet), die Chlorkalziumlösung wird in einem Mörserwerk (etwa 2 g Inhalt) hergestellt, in welchem pulverförmiges Chlorkalzium aufgelöst wird. Die Zuleitung dieser beiden Lösungen zum Kondensat aus der Vorlage erfolgt durch eine Pumpe. Gemisch von Kondensat, Chlorkalziumlösung und Sulphydratlauge wird im Kocher (Spitzzylinder) erhitzt, wobei oben reine Ammoniumsulfiddämpfe entweichen, über einen Kühler gehen und von dort zum Behälter für Reinsulfid gelangen, während unten vom Spitzbehälter die Verunreinigungen als Kalkschlamm abgewogen werden und in den Kanal gehen.

Die gesättigte Polysulfidlösung wird aus dem Lagerbehälter zu einem Kochbehälter mit 6 l Inhalt gedrückt und von dort weiter von oben her in eine Kochkolonne eingeführt. (Kolonne 3-stufig - mit Tonringen oder Aluminiumringen 50 g gefüllt - früher Ringe aus V 4 A - der untere Teil der Kolonne aus Gußstahl (Schwefel in feiner Verteilung greift Eisen stark an).

Druck in der Kolonne 1,7 atü, Temperatur hierbei über 130° , wobei es dem besten Schwefel gibt (Schmelztemperatur des Schwefels etwa 120°). Die aus der Kochkolonne austretenden Gase - Ammoniak, Schwefelwasserstoff und Wasserdampf - gehen zu einem Kondensator 1,5 m l und von dort zu einer Vorlage. Von der Vorlage wird die Reinsulfidlösung zu dem Behälter für Reinsulfid geleitet. Neben in der Kolonne sammelt sich der

672

abzefol. wa, der von ... (mit ...)

Kolonie und ...

... von ...

... einer Kolonie von ...

... der Reserve, da ...

... die Adsorption ...

... bei ...

... den ...

... die ...

... die ...

... die ...

- 1.) Proportional des H₂O-Gehalt des zu ...
- für N-Kohle,
- Frischwasser,
- Natriumsulfhydrat,
- H₂ Drucklos (Spässa) und
- Chlorcalcium.

Der Verbrauch an ... wird gedeckt durch den Verbrauch an Natriumsulfhydrat.

673

673^{GM}

2.) Teilweise proportional mit dem H₂-Gehalt

für elektrische Energie.

Unabhängig vom erwähnten H₂-Gehalt bleiben

Lohn und

H₂ - als Anreiz.

Die Druckluft ist entgegen der Aufstellung zum Unterhalt der Anlage zu rechnen.

Lieferanten für Ammoniak:

I.G. Farbenindustrie A.G. u. Dr. Schöden

Die Schmelzen werden benötigt etwa 10³ Ammoniak
Preis 100,-/t

Vereinbart wurde als Ergebnis der Verhandlung, dass die Beratung in ihrem Berichtes über die Berechnung auf ein Schema der anschließenden Anlage kein Einfließen hat, dass sie beschleunigt Angebot für Schmelzen ausarbeitet (Zeitbedarf etwa 14 Tage) und dass die Hydriswerte Schmelzen A+B von der Beratung aus entsprechend beschleunigt werden.

Manuskript/16.

Dr. KH/Sch. 678
27.6.1939.

115

Aktien - Blätter.

Str.: Tagesgespräch mit Herrn Dir. Dr. Siebert, Bismarck/Berlin,
am 26.6.1939.

Dr. Siebert teilte mit, dass von der Mineralbau eine Anfrage zur eine P-Kohle-Entschwefelung in B r U x eingegangen sei und bat, dass die I.G. der Bismarck bestätigen möge, dass die Bearbeitung dieser Anlage ebenso wie bei Scholven gemeinsam mit dem technischen Büro Lu. erfolgen könne, und dass auch für die Inbetriebsetzung Personal der I.G. zur Verfügung gestellt würde. Ferner bat er um Bestätigung, dass ein Schwefelgehalt von 6 g/d noch verarbeitet werden könnte, weil die Bismarck dies der Mineralbau garantieren müsse.

Bei dieser Gelegenheit erwähnte Dr. Siebert, dass die Bismarck noch keine Bestätigung darüber erhalten habe, dass die I.G. bereit sei, bei der Inbetriebsetzung der Scholvenen P-Kohle-Anlage Hilfe zu leisten und die Garantie für die Leistung der Anlage der Bismarck gegenüber zu übernehmen. Er verweist hierzu auf den Bericht der Bismarck vom 25.4., der I.G. vorgelesen sei, und zu dem die I.G. noch nicht Stellung genommen habe.

Die Haftung für beide P-Kohle-Anlagen festgelegt werden, in die mit der I.G. verpflichtet ist, ausgestrichene Garantien für die Leistung der Anlagen zu übernehmen und irgendwelche Verantwortung für das Anfahren zu tragen.

Dr. Siebert teilte weiter mit, dass die P-Kohle auch für das Projekt Oberachlefen in Aussicht genommen sei, ferner interessiere sich die I.G. höchst für ihre fertige Anlage zur Behandlung von Wasser gas, wobei nach Möglichkeit auch eine organische Entschwefelung mit P-Kohle vorgesehen werden soll. Dieses Projekt hat die Bismarck bereits mit dem Namen vom 16.5. an Herrn Dr. Winkler angedeutet.

Teilt mit:
Dr. Müller-Sunradl,
Dr. Ploth,
Dr. Friedelici,
Dr. Winkler,
H. Lampe,
H. Klotz,
Dr. Zahr,
H. P.I.

JOSEF SPARPE I.
gez: Hartmann

TITLE PAGE

VII. Hochdruckversuche Laboratories: Reports on
Michael Hydrocarbon synthesis.
Folder No. 329/IX-C-6.

TITLE PAGE

1. Vergleichende Produktuntersuchung
der Produkte aus der Gasphase-
und Schaumphasensynthese, bei verschie-
denen Temperaturen.
Comparative analysis of the products
of the gas and emulsion phase
synthesis at different temperatures.

Frame Nos. 675 - 685

Dr. J. W. ...
Prof. ...

Hochdruckversuche
Lu 558

675

27. August 1941 Schmi/R

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pler

①
Vergleichende Produktuntersuchung
der Produkte aus der
Gasphase - und Schaumphasesynthese.
bei verschiedenen Temperaturen.

- Tafel 1 Synolprodukt aus Leuna ohne
Vorbehandlung.
- Tafel 2 Synolprodukt aus Leuna
vor der Destillation entsäuert.
- Tafel 3 Produkt aus geraden Gasphaseöfen Temp. 195°
Versuchsbedingungen wie 1 (Leuna).
ohne Vorbehandlung
- Tafel 4 Produkt aus geraden Gasphaseöfen Temp. 195°
Versuchsbedingungen wie 2 (Leuna)
Vor der Destillation entsäuert.
- Tafel 5 Produkt aus Gasumwälzofen norm. Durchgang Temp. 195°
ohne Vorbehandlung.
- Tafel 6 Produkt aus Gasumwälzofen geringe Verweilzeit Temp. 195°
ohne Vorbehandlung.
- Tafel 7 Produkt aus Gasumwälzofen geringe Verweilzeit Temp. 195°
vor der Destillation entsäuert.
- Tafel 8 Produkt aus Rührschaumofen Temp. 210°
ohne Vorbehandlung.
- Tafel 9 Wiederholung von 8.
- Tafel 10 Produkt aus Rührschaumofen Temp. 210°
vor der Destillation entsäuert.
- Tafel 11 Produkt aus Rührschaumofen Temp. 250°
vor der Destillation entsäuert.

19168

Vorläufiger Bericht.

Um ein endgültiges Urteil über die Verwendbarkeit unserer Synthesölverfahren zur Synolherstellung abzugeben, ist noch das Ergebnis einiger noch ausstehender Untersuchungen, und die vergleichenden Untersuchungsergebnisse der Synolprodukte aus Leuna abzuwarten.

Es wurde Originalprodukte und vor der Destillation entsäuerte Produkte untersucht. Nach Angaben von Herrn Dr. Reisinger werden die Alkohole nicht als solche durch die Analyse erfasst, wenn man die Produkte nicht vor der Untersuchung entsäuert.

Nach unseren Untersuchungen sind die Unterschiede nicht sehr erheblich, vermutlich, weil ein Teil der Alkohole bei den Nachwaschungen verloren geht. Wie weit dies der Fall ist, wird noch festgestellt.

Vergleicht man das Original-Synolprodukt (Tafel 1) aus Leuna mit dem Produkt aus unseren kleinen Fischeröfen (Tafel 3) und mit den Produkten aus den Gasumwälzöfen (Tafel 5, 6 und 7) so kommt man zu folgenden Ergebnissen.

Der Gehalt an freiem Alkohol der Mittelölfractionen ist im Leunaprodukt im Mittel 25 % und in unserem Produkt aus Fischeröfen 20 % in dem Produkt aus unseren Gasumwälzöfen bei langer Verweilzeit 15 % bei kurzer Verweilzeit 18 % und 20 % nach vorausgehender Entsäuerung der Produkte.

Der Gesamt-Alkoholgehalt ist im Leunaprodukt 29 % im Fischerofen 35 % im Gasumwälzofen lange Verweilzeit 24 % kurze Verweilzeit 22 % und 29 % nach vorausgehender Entsäuerung.

Vorläufig kann man also sagen:

der Unterschied zwischen Geradendurchgangs- und Umwälzöfen ist gering. Jedoch sind die ersteren für die Synolsynthese geeigneter. Von den hohen Alkoholgehalten, die Herr Dr. Wenzel mitteilte, konnten wir nichts feststellen. Analysen von Leuna liegen nicht vor. Wir haben aber noch Produkt zur Untersuchung angefordert und um eine Untersuchung nach der Leunaer Methode gebeten. Grundsätzlich bestehen aber zwischen den an beiden Stellen untersuchten Produkten keine Unterschiede in den Werten.