

MINERALS

VIII. Hochdruckversuche Laboratorien: Reports
on hydrocarbon synthesis. Folder No.
S29/IX-C-8.

TITLE PAGE

1. Alkoholsynthese aus CO-H_2 -Gemischen
mittels der Schauffersche Methode.
Alcohol synthesis from CO-H_2
mixtures by means of the emulsion
process.

Frank. 301. 705 - 708

Allgemeinbau des U-S-Reaktion

Mittels der Schaumplatte

Die Schaumplatte, die ursprünglich für die Herstellung von Alkoholen mittel angewendet wurde, läßt sich auch zur Herstellung alkoholischer Produkte verwenden. Die Schaumplatte besteht bekanntlich darin, daß mit dem hochsiedenden Produktteil in Reaktionsraum die Dampf aufrecht erhalten wird, in der der Kontakt in feiner Verteilung druppelförmig ist, während das Reaktionsgas in Form kleiner Blasen im Dampf verteilt wird, wodurch eine Art Schmelze entsteht.

Die feine Verteilung des Gases läßt sich auf verschiedene Weise bewirken z.B. durch intensive Mischung oder durch Hindurchpressen des Gases durch Schaumplatten.

Die Schaumplattenformweise hat den Vorteil großer Einfachheit. Die Schaumplatte wird an beiden Enden zylindrischen Gefäßen, den den Dampf enthält, angesetzt. Das von unten durch die Schaumplatte durchfließende Gas steigt in Form feinerer Blasen langsam im Dampf hoch. Dadurch wird der im Dampf fein verteilte Kontakt schon teilweise in Schmelze gehalten. Im allgemeinen genügt dies jedoch nicht und der Kontaktstand muß durch Mischung oder durch langsame Aufwärtsbewegung des Dampfes erreicht werden. In letzterem Falle führt man die oben ausgehende Dampfteiligkeit durch einen Ausgang mittels einer Krüge tiefer in Kreislauf nach unten. In den Krüger Teil nun zweckmäßig ein Kühlgitter zur Abführung der Reaktionswärme. Das Gas empfiehlt sich den Dampf durch die Reaktionskammer mehr als 10 mal umherzuwandern und so diesen Zweck in etwa 10 - 20 mal in der Stunde in Kreislauf zu führen.

Das im Dampf oben verbleibende Gas enthält die leichtsiedenden Anteile und einen Teil der höher-siedenden Produkte wie Wasser. Diese Gas-Verbindungen des Ofens werden nie in dem hintergeschalteten Abscheider nach unten durch ihre Flüchtigkeit niedergeschlagen, sondern meist als aufsteigende 100°-haltiger

abscheiden, der die bei gewöhnlicher Temperatur festen Anteile zurückhält, dann ein wassergesättigter Abscheider, in dem hauptsächlich die mittelmolekularen Fraktionen verbleiben, und schließlich ein tiefgekühlter Abscheider zum Abscheiden der letzten flüchtigen Produkte. Im nächsten Schritt muss es gelingen, verwandelt man es sollte noch eine Alkohol-Überfraktionierung oder eine vorzeitige tiefgekühlte Abtrennung.

Da die erzielbaren Hochdruckeffekte nicht alle die Dampf erzielbaren können, verfährt man der Dampf ist durch einen Vorlauf, der zum Abscheider A führt, auf konstanter Höhe gehalten. Mit der Hochdruckfraktion gelangt nach Kontakt in den Abscheider A durch Abwärtsrutschen wird er konzentriert und als Konzentrat wieder in den Ofen zurückgeführt. Sollte er aber in der Wirksamkeit nachlassen haben, so kann statt seiner nach frischer Kontakt in den Ofen eingeführt und so eine Kontaktenerneuerung durch Betriebsunterbrechung vorgenommen werden.

Während in der Gasphase wohl die eine vollkommen einheitliche Temperatur im Kontakt erreicht werden kann, ist dies in der Dampfphase durchaus der Fall. Infolgedessen muss man zu ähnlichen Leistungen zu kommen im Dampf die Temperatur etwas höher genommen werden, denn führen auf Alkohole z.B. statt 193° in der Gasphase 210° in der Dampfphase. Die Drucke wählt man analog wie in der Gasphase, also die mittlere Drucke, etwas 20 at.

Durch das Fehlen jeder Verunreinigung am Kontakt lässt sich die Vergasung zu Methan und Ethan in der Dampfphase sehr klein halten, so das das Ringausgas, wenn es sich an Inerten ist, sehr weitgehend eingesetzt werden kann. Die sich bei der Reaktion in nennlicher Menge bildende Kohlenoxide muss ausgewaschen werden bevor das Gas wieder weiterverarbeitet werden kann. In einem weiteren Reaktionsbehälter eingeführt bzw. in dem gleichen Ofen zurückgeführt wird.

Als Kontakt eignet sich hochaktiver Eisenkontakt, der in eine so fein verteilte Form gebracht ist, dass er längere Zeit

in Dampf sich scheidend erhält.

Beispiel:

Leunser Syzylikontakt, der im Öl fein pulverisiert worden war, wurde in Paraffingatsch, der der Fahrweise bei niedriger Temperatur entfammt, in einer Menge von 200 g auf den Liter Gatsch suspendiert. In einen Rührrofen wurden 1 des Gatsches eingebracht und ein CO-H₂-Gemisch (55:45) bei 20 at Druck und 210° mit einem Intensivührer in feiner Schicht verteilt. Es wurde im Tage eine Produktionsleistung von 0,12-0,15 kg pro l Suspensionsigkeit erzielt. Das Produkt betrug folgende Zusammensetzung: (s. Anlage.)

Durch Abdrückung der Verweilzeit des Gases im Dampf lassen sich die Alkoholgehalte auf Kosten der Glycerine noch erhöhen.

Vers.Nr. 750
 N-Ofen 3
 4.8.1941

Produkt aus Rührschmelzofen.

Kontakt; (Pulver-Schmelzkontakt) Temp. 210° 20 At.

Produkt vor der Destillation mit 5% KOH entsäuert und 4 x nachgewaschen.
 analysiert wurde nach I.G. Standardmethoden.

	a	b	c	d	e	f	g
Fraktion	-100°	100-150°	150-200°	-100°/1mm	150°/1mm	200°/1mm	>200°/1mm
Anteil	7,2%	13,7%	14,4%	11,0%	15,0%	25,2%	13,4% ¹⁾
	Benzin 35,3%			Mittelöl 51,2%			
Molgewicht	84	97	131	158	202	261	535
freie Alkohole	8,0%	14,6%	21,0%	21,0%	19,5%	8,8%	-
Gesamtalkohole	8,2%	15,3%	27,4%	28,5%	34,3%	25,4%	-
Veresterte Alkohole	0,2%	0,7%	3,4%	7,5%	14,6%	16,0%	45%
Aldehyde-Ketone	6,0%	6,2%	9,2%	6,8%	5,8%	3,9%	95,0%
freie Säuren	0,01%	0,03%	0,03%	0,05%	0,05%	0,05%	0,05%
Olefine							
n. Hydrierzahl	62%	57%	55%	54%	43,5%	32,0%	
n. Jodzahl (Banua)	63%	56%	50%	49%	41,3%	30,7%	63%
Sauerstoff	4,63%	5,72%	6,67%	5,42%	5,05%	2,25%	6,56%

1) In dieser festen Fraktion versagen die analytischen Bestimmungen.