

Besuchs-Bericht

den 12.12.1941. Gg.

Ort der Besprechung: Oppau

Tag " " 5. Dezember 1941

Anwesend waren

Von der Firma:

Eingang: SÜSKALIT-ALL
19.12.1941 03731 ✓

H. H. H. H.

Von der I. G.:

Leuna: Herr Dr. Wenzel
Oppau: " " A. Scheuermann
" " Kirtkemeyer
" " Kotschmar
" " Schmale

Gegenstand der Besprechung: K.W.Synthese.

I. Dr. Wenzel berichtete zunächst über die in Leuna gesammelten Erfahrungen mit dem am 15. August 1941 nach Leuna gesandten Oppauer Kontakt P1 1249. Ein schriftliche Äußerung über das Verhalten des Kontaktes soll uns in den nächsten Tagen zugehen. (P1 1249 ist eine für den cbm-Ofen hergestellte große Kontaktcharge).

Der Kontakt wurde in Leuna 2 1/2 Tage bei 400° mit Wasserstoff und einer Belastung von 3000:1 reduziert, eine Temperatur, die nach den Erfahrungen von Oppau wesentlich zu hoch ist und sich auf die Wirksamkeit des Kontaktes ungünstig auswirkt.

Bei der Synthese wurde der Katalysator mit einer Belastung von 450 : 1 in einer Stufe (entpr. d. 1. Ofen eines 4-Stufenverfahrens) auf einen konstanten CO₂-Gehalt von 9 % im Endgas gefahren. Ziel war die Gewinnung von Alkoholen. Anfänglich war eine Temperatur von 203° erforderlich, die während des wochenlangen Laufens des Kontaktes bis 218° gesteigert wurde. Bei Abstellen des Versuchs zeigte der Kontakt noch keine Ermüdungserscheinungen. Der Methanfall war die ganze Zeit über sehr gering.

Der Befund war nach Ansicht der Herren von Leuna sehr günstig, wenn auch nach ihrer Meinung die Bildung der Alkohole im allgemeinen etwas geringer war als mit ihrem Kontakt. Dafür zeigte aber der Oppauer Kon-

K.W.-Synthese

takt den großen Vorteil, daß in einem verhältnismäßig breiten Siedebereich von $230 - 350^{\circ}$, das gerade für die Alkohole besonders wertvoll ist, 38 % des Gesamtanfalls an Primärprodukt anfiel. Von diesen 38 % waren 51 % Alkohole (gerechnet über die gesamte Laufzeit) bei einem angenommenen mittleren Molekulargewicht von 205; d.h. daß 19 - 20 % des gesamten Primärproduktes wertvolle Alkohole wären. Außerdem waren in der genannten Fraktion von $230 - 350^{\circ}$ 26,4 % ungesättigte Anteile. Leuna hält nach diesen ersten Ergebnis den Oppauer Kontakt für aussichtreicher als den von ihnen ausgearbeiteten Fällungskontakt (Fe, Al_2O_3 , Alkali, ohne Kupfer), der bei der Herstellung, insbesondere beim Auswaschen, Schwierigkeiten bereitet. Da Leuna die Versuche mit unserem Kontakt fortsetzen möchte, bat Dr. Wenzel um nochmalige Übersendung von 10 kg, was ihm zugesagt wurde. Ferner legte er Wert darauf, Näheres über die Herstellung unseres Kontaktes zu erfahren. Dr. Scheuermann gab ihm jede gewünschte Auskunft, wobei er besonders darauf hinwies, daß die Herstellung des Oppauer Kontaktes außerordentlich einfach sei, nur seien große Bettiche für das Absetzenlassen des gefällten Kontaktes notwendig. Der Alkaligehalt im trockenen Kontakt wird dadurch eingestellt, daß nur ein Teil der verdünnten Mutterlauge abdekantiert wird, was bei dem schnellen Absetzen des Kontaktes keine Schwierigkeiten bereitet. Ein Auswaschen des Filterkuchens kommt dann nicht mehr in Frage. Die Trocknung erfolgt, nach Formgebung auf einer Rillenwalze, die in Oppau versuchsartig von Dipl. Ing. Misenta gebaut wurde, im Vacuuntrockenschrank, bei 80° .

II. Dr. Wenzel ging dann kurz auf unsere geheime Patentanmeldung O.Z. 12 937 ein, betr. Reduktion des Kontaktes bei niedrigen Temperaturen mit überschüssigem Synthesegas oder Wasserstoff. Er sagte uns, daß ihnen die Reduktion mit Synthesegas bei ihren Schmelzkontakten nicht gelungen sei. Wir konnten diesen Befund nur bestätigen, weshalb wir von Anfang an unsere Anmeldung auf Fällungskontakte beschränkten. Bei Schmelzkontakten ist die Reduktion mit Synthesegas deshalb nicht möglich, weil bei der erforderlichen hohen Temperatur von $> 400^{\circ}$ eine Zersetzung des Kohlenoxyds eintritt.

Besuchsbericht

Dr. A. Sch70g

Tag 12. 12. 41 Blatt 3

K.W.-Synthese.

Auf eine Anfrage von Dr. Kotschmar erklärte Dr. Wenzel, daß zur Gewinnung von Alkoholen bei tiefer Temperatur gearbeitet werden muß, daß sich aber diese tiefe Temperatur nur durch Überschwemmung des Kontaktes bei der Reduktion erreichen läßt. Nach seinen Angaben reduziert Leuna 60 Stunden lang bei 400° mit einer Belastung von 3000 : 1. Von Dr. Kotschmar wurde hierzu bemerkt, daß nach unseren Erfahrungen mit dem von uns angewandten Schwelkontakt (Fe, Al_2O_3 , K, ohne CaO) zur Erzielung niedriger Synthesetemperatur (200°) es weder dieser Reduktionsdauer noch der genannten hohen Belastung mit Wasserstoff bedarf. Unsere Schwelkontakte arbeiten unterhalb 200° bereits nach 30-stündiger Reduktion bei 500° und einer Belastung von 400 : 1. Wenn auch Dr. Kotschmar wegen der geringen Temperaturkonstante in der Kontaktschicht in unseren gewöhnlichen Öfen noch ergänzende Versuche zur genauen Bestimmung der Synthesetemperatur in einer Kontaktszene mit gleicher Temperatur (Ofen mit Ölumlauflheizung) für notwendig hält, so schätzt er, daß wir bei unseren Versuchen z. Zt. Synthesetemperaturen haben, die nur etwa 5° höher liegen, als die von Leuna angegebenen.

III. Zum Schlusse wurde noch kurz auf das Aufarbeiten des anfallenden Primärproduktes eingegangen. Nach Ansicht von Leuna ist es nicht günstig in Anwesenheit von Kontaktstaub im Produkt über eine Temperatur von 250° in Destillierkolben hinauszugehen, um eine Schädigung des Produktes, insbesondere der Alkohole zu vermeiden. Den Verlust an Alkoholen durch Cracking schätzt Dr. Wenzel auf ca. 10 %, wenn diese Temperatur überschritten wird. Erinnerung sei an dieser Stelle, daß bei der Ortsbesprechung in Ludwigshafen am 15. September die Herren der Ruhrchemie davon sprachen, daß bei ihnen das Produkt keine höhere Temperatur als 180° sieht. Nach Ansicht von Dr. Schmelz sind die beiden genannten Temperaturen noch zu hoch; zweckmäßig vermeidet man eine höhere Temperatur als 160° . Da dann aber eine Destillation praktisch nicht mehr durchführbar ist, teilten wir Dr. Wenzel mit, daß wir deshalb z. Zt. damit beschäftigt sind, vor der Destillation den Kontaktstaub aus dem Produkt zu entfernen. Ebenher laufen Versuche, um vor der Destillation die Alkohole aus dem Produkt herauszunehmen. - Nach der Besprechung berichtete Dr. Wenzel Dr. Scheuermann, daß bei ihnen mit der gleichen Absicht

I. G. Ludwigshafen
Ammoniaklaboratorium Oppau

Besuchsbericht

Dr. A. Scheuermann

Tag 12.12.41 aus 4

K.W.-Synthese.

Versuche im Gange seien, das Produkt durch Auswaschen mit Säuren unter Druck zu reinigen. Dr. Scheuermann wies darauf hin, daß die gleiche Methode auch hier im Gange sei, daß wir aber weniger Wert auf die Säurebehandlung unter Druck legten, da es nach unserer Ansicht viel mehr auf das Auswaschen der benutzten Säure mit Wasser unter Druck ankomme, damit der Siedepunkt des Wassers über dem Schmelzpunkt des Hartparaffins (ca. 105°) liege. Da Dr. Wenzel die Sache noch für patentfähig hält, soll die Anmeldung gemeinsam von Leuna und Oppau aus erfolgen. Im Laufe des December soll uns ein entsprechender Anmeldeentwurf zugehen.

Es wurde ferner im Laufe des Januar nochmals eine Aussprache über die Reinigung des Primärproduktes vorgesehen.

Dr. Wenzel teilte noch mit, daß die von Oppau gewünschte Gasuhr in einem Druckbehälter im Laufe der vergangenen Woche an uns abgehandelt wurde.

ges. A. Scheuermann

aus St. Wietzel

§ Herrn Dr. Wietzel
" " Dr. Wenzel, Leuna (2 x) ✓
" " Dr. Entschauer
" " Dr. Schmale
" " Dr. Kerschmeyer