

000242

1) HC
2) Luft

Schuff

AktennotizÜber die Besprechung ^{XX} der KHVorleser: Er. Velde

3441-30 | 5.01 - 104.

Durchdruck von:

in Oberh.-Kolten am 30.12. 19 30

He. Prof. Martin	
" Dir. Hagemann	
" " Alberts	
" " v. Asboth	
" Dr. Mahr	
" " Hiermann	
" " Drehschmidt	
" " Feist	
" " Gehrke	
" " Jeweling	
" " Koelen	
" " Schuff	
" " Tramm	
" " Wilke	

Pa-17, 1 38

<u>Anwesend:</u>	He. Prof. Martin
	" Dir. Alberts
	" " v. Asboth
	" Dr. Mahr
	" " Hiermann
	" " Drehschmidt
	" " Feist
	" " Gehrke
	" " Jeweling
	" " Koelen
	" " Schuff
	" " Tramm
	" " Wilke
	" " Velde

Zeichen:Datum:

RH Abtlg. B. II V/Stg. 9.1.1939

Betrifft: Stand der Normaldruck- und Drucksynthese.

Die Besprechung fand zur Vorbereitung auf die nächste Erfahrungsaustauschsitzung statt, um eine einheitliche Stellungnahme vorzubereiten.

Schuff berichtet zunächst anhand einer zusammenfassenden Darstellung über die Ergebnisse bei den einzelnen Werken. Ruhland, das z. Zt. am gleichmäßigsten fährt, hat ein Durchschnittsofenalter von 1300 Stunden, entsprechend einer Lebensdauer von 100 - 110 Tagen bei einer mittleren Belastung von $810 \text{ m}^3/\text{Ofen}$. Der Kohlenoxyd-Umsatz beträgt dabei 90 - 92 %. Die Ausbeute an flüssigen Produkten 118 g/m^3 I-Gas. Eine genaue Auswertung von Stufe I und II einzeln ergibt, daß Stufe I einen höheren Verflüssigungsgrad hat als Stufe II. Rechnet man auf 90 % Kohlenoxyd-Umsatz, so bringt die I. Stufe 122 g/m^3 gegen $106 - 108 \text{ g}$ bei der zweiten Stufe. Nach den vorliegenden Unterlagen ist es z. Zt. möglich, die garantierte Ausbeute von 120 g/m^3 im Durchschnitt während 3 Monate zu erreichen, während man bisher bei viermonatlicher Laufzeit im Mittel mit 115 g/m^3 rechnen muß bei 90 %igem Kohlenoxydumsatz und $710 \text{ m}^3/\text{Ofen}$, das entspricht einer

Ofenleistung von 1,65 t. Es muß angestrebt werden, 120 g weniger für 4 Monate zu erreichen.

Bei der genauen Untersuchung der Beziehung zwischen Ausbeute und Kontraktion hat sich ergeben, daß bei allen Sorten außer bei Ruhrbenzin eine zusätzliche Kohlensäurebildung zu beobachten war, die 12 - 16 % des Kohlenoxyd-Umsatzes ausmachte. In letzter Zeit ist durch genaue Beobachtungen der Stickstoff-Kontraktion mittels Stickstoff-Meinbestimmungen auch bei der Ruhrbenzin CO_2 -Bildung festgestellt worden. Der Ausbeute-Verlust durch Kohlensäurebildung beträgt etwa 7 - 8 g/m³. Da durch die Methanbildung ein Verlust in etwa der gleichen Größe eintritt, ist es speziell für die Ruhrbenzin, infolge deren hohen Kokpreise, wichtig, zu untersuchen, welche Möglichkeiten zur Unterdrückung der Kohlensäure- und Methanbildung vorhanden sind. Obwohl Kohlensäure und Methan in etwa der gleichen Menge bei der Synthese im Großbetrieb auftreten, ist die Frage eines evtl. Zusammenhanges beider Reaktionen noch nicht restlos geklärt. Aus den Labor.-Versuchen geht hervor, daß dort ein solcher Zusammenhang nicht besteht.

Die Ursache der Methanbildung ist ebenfalls noch ungeklärt. Nach einer Auffassung läßt sie sich vollkommen unterdrücken, wenn es möglich wäre, durch Verbesserung des Wärmeüberganges jede Überhitzung im Kontakt zu vermeiden; andererseits ist aber diese ideale Wärmeabfuhr nicht von ausschlaggebender Bedeutung, wenn die flüssigen Produkte und z.T. auch Methan durch Crack-Reaktionen aus den höher-molekularen Produkten gebildet werden. Durch Verringerung der Schichtdicke bis auf 1 mm und damit wesentlich verbesserte Wärmeabfuhr ist es möglich gewesen, die Methanbildung bis auf etwa 10 % des Kohlenoxyd-Umsatzes herunterzudrücken. Es sollen noch weitere Versuche nach dieser Richtung hin durchgeführt werden, wobei vor allem zur Aufklärung des Wandeinflusses und der Gasverteilung für jede Schichtdicke verschiedene Korngrößen untersucht werden sollten.

Weiter wird besprochen, auf welchen Wegen es möglich ist, die Ofenleistung an flüssigen Produkten zu erhöhen. Für den Fall, daß sich die Methanbildung nicht restlos unterdrücken läßt, muß die Methan-spaltung des Restgases ins Auge gefaßt werden. Man kann dann auch

000247

Blatt

zur Aktennotiz vom

9. 1. 1939

eine Fahrweise in Betracht ziehen, die zwar etwas mehr Methan bringt, dafür aber eine höhere Sfeleleistung ergibt. Man würde in diesem Falle die Gas mit höherer Belastung fahren und zur Steigerung des Umsatzes etwas schneller die Temperatur erhöhen. Die bereits erwähnte Spaltung des Festgases wird bei der Verfahrensin bereits durchgerechnet; dabei soll neben dem Parag-Verfahren auch die Methanspaltung nach der Prozess der Budge in Betracht gezogen werden, der mit Sauerstoffzugabe und in Anwesenheit von Katalysatoren arbeitet und besonders wirtschaftlich sein soll. Über die Mitteldrucksynthese soll bei der Erfahrungsaustauschsitzung möglichst wenig gesagt werden. Sollte die Sprache darauf kommen, so soll nur mitgeteilt werden, daß die Synthese jetzt annähernd 4 Wochen bei 5 atü in Betrieb ist und daß wir damit beschäftigt sind, die Gasverteilung noch weiter zu verbessern.

Im Zusammenhang mit der Mitteldrucksynthese steht die Verarbeitung des anfallenden Paraffins. Da die Fettsäurefabriken festgestellt haben, daß nur die zwischen 320 u. 460° siedenden Anteile direkt oxydiert werden können, sind etwa 70% des primär anfallenden Druckparaffins im Original-Zustand zur Oxydation verwertbar. Infolge einer etwas starken Propaganda der Fettsäurewerke ist bei der Reichsstelle der Eindruck erweckt worden, als ob das Synthese-Paraffin überhaupt nicht brauchbar wäre. Wir müssen also auch daran arbeiten, den Anteil höchst siedender Paraffine bei der Synthese herunterzusetzen. Als erstes sollen Paraffine verschiedener Provenienz untersucht werden, u.a. Kreislaufparaffin und die in der Grob-Synthese bei 5 atü anfallenden Produkte, um Anhaltspunkte zu gewinnen, ob bei den verschiedenen Formen der Drucksynthese anders zusammengesetzte Paraffine entstehen.

Eine weitere Möglichkeit besteht darin, das primär anfallende hochschmelzende Paraffin auf einfache Weise in niedragschmelzendes überzuführen. Dazu sollen von Koelen einige Versuche ausgeführt werden, bei denen das flüssige Paraffin zusammen mit Wasserstoff bei höheren Temperaturen über Kontakt geleitet werden soll.

Über die Aufbesserung der Benzine mittels Bleicherdenbehandlung soll in einigen Wochen nochmals gesprochen werden, wenn weitere

9.1.1939

Sieff zur Aktennotiz vom

Unterlagen über die Bleiesempfindlichkeit der mit Bleischerden behandelten Benzine beigebracht sind. Bisher ist beobachtet, daß bei Mischungen von Spaltbenzin und Triäthylbenzine 0,4 cm³ Meißler eine Erhöhung um 12 Punkte bewirken, 0,5 cm³ eine Erhöhung von 14 Punkten und 0,6 cm³/ltr. eine solche von 16 Punkten.

Anschließend wird noch über einige Fragen der Kontaktfabrik gesprochen, insbesondere über die Inaktivierung des Kontaktes, die vor der Auflösung des ausgebrauchten Kontaktes erforderlich ist. Die Wasserdampfbehandlung hat in der Katalysatorfabrik recht unterschiedliche Ergebnisse gehabt. Behandelt man den ausgebrauchten Kontakt mit Wasserdampf von 8 atü und gibt dann heißes Wasser dazu, so wird er inaktiv; dagegen bleibt er aktiv, wenn er ohne vorherige Wasserdampfbehandlung nur unter Wasser gesetzt wird. Nach Beobachtungen von Feist wird ein Kontakt inaktiv, wenn Wasserdampf und Luft in Verhältnis 4 : 1 darüber geleitet werden; es entsteht dabei kein Wasserstoff. Nach Beobachtungen von Hoelen wird die Inaktivierung eines Kontaktes verbessert, wenn er vorher entgast worden ist. Es soll daher versucht werden, im Ofen selbst nach einer Wasserdampfbehandlung durch den Kontakt Kohlensäure zu leiten, um ihn schon vor dem Ausfüllen zu inaktivieren. Auf der Erfahrungsaustauschsitzung soll möglichst über diese Inaktivierung nicht gesprochen werden und eine Erörterung darüber auf die nächste Sitzung verschoben werden.

Martin fragt nach den Erfahrungen über die Kontakte mit geringem Thorium-Oxyd-Gehalt (ThO₂ 2,5 %). Bei der Ruhrbenzin läuft ein Kontakt mit gutem Erfolg, bei Rheinpreußen 3, die alle schlecht sind und Sauxel hat solche Kontakte nur in der zweiten Stufe. Da die Kontakte mit geringem Thorium-Gehalt besonders wichtig sind, weil ihre Regenerierung infolge Fortfalles der Thorium-Station besonders einfach wird, andererseits aber eine größere Sicherheit bieten als reine Magnesium-Kontakte, deren einwandfreie Herstellung noch nicht restlos gesichert ist, sollen sie noch einmal genau untersucht werden, möglichst bei Ruhrbenzin, Rheinpreußen und Krupp.

1) 11. 11.
2) 11. 11.
3) 11. 11.
4) 11. 11.

000247

Sy - Verkauf

Aktennotiz

Über die Besprechung mit

Verfasser: v. ...

Durchdruck an:

In ... am ... 19 ...

- v. ...
- v. ...
- v. ...
- v. ...
- v. ...
- v. ...
- v. ...
- v. ...

21.9.38

Anwesend:

- v. ...
- v. ...
- v. ...
- v. ...
- v. ...
- v. ...
- v. ...
- v. ...

Zeichen:

Datum:

1. Sept. 1938.

Riff: Überblick über den ...

Die Besprechung ...

1. Herstellung der ...

... stellt ... fest, ...

Blatt 3 zur Aktiennotiz vom 16. September 1938.

9. 1 bis auf 1. 1. 1. kurz. Vorversuche über die

9. 1	9. 2	9. 3	9. 4	9. 5
75	75	75	75	75
50	50	50	50	50
33	33	33	33	33
25	25	25	25	25
10	10	10	10	10

Die Vorversuche sind im wesentlichen durchgeführt. Die Hauptversuche sind ferner mit dem Ziel durchgeführt worden, wobei die Temperatur in nicht zu hohen Grenzen schwanken sollte, um den Verlauf der Reaktion zu beobachten. Die folgenden die Temperatur die Temperatur verhältnisse unternehmen, zu die der Temperatur der Reaktion auch die Abhängigkeit von der Temperatur festgestellt werden. Die entstehenden Produkte sollen gegebenenfalls auf ihren Gehalt an den einzelnen Kohlenwasserstoffgruppen untersucht werden.

Teils sind in dieser Hinsicht von im bereits vorgenommene Versuche in den mit dem Kohlenwasserstoff durchzuführen, um den Einfluss guter Mischung auf den Reaktionsablauf zu beobachten. Zudem erwähnt, dass keine letzten Kohlenwasserstoffgruppen, die sich also nur Kohlen, Wasser und Sauerstoff enthalten, sondern kein Öl, sondern nur Kohlen gebildet hatten. Es wird von dieser Beobachtung nachgehen.

11. Aufarbeitung der Rindprodukte.

Martin stellt hierzu fest, dass die bisherige Aufarbeitung der Rindprodukte keineswegs befriedigend ist. Die Fraktion nach dem Durchlauf durch die V4 geht teils nur mit geringen Erträgen, teils mit schlechten Ausbeuten und ist in jedem Falle mit hohen Ausbeuten verbunden. Demnach ist eine Aufarbeitung der Rindprodukte, die möglichst ohne Ausbeuten abläuft, eine betriebliche eine katalytische Aufarbeitung, die nur unter Sauerstoffabspaltung, verläuft. Sehr beachtenswert ist die Veresterung der Fraktion unter 200°, über die Trazz-Folgerach berichtet.

Während der Erprobung sind folgende Erfahrungen gemacht worden, die beispielsweise bei der Herstellung von Antennenstützen die jetzt entwickelten Antennenstützen, auch bei anderen Konstruktionen in ähnlicher Weise zu berücksichtigen zu sein. Die Antenne besteht aus 2, 3, 4 oder 5 Stufen, die 1. und 2. sind verlorene Luftdruck-Verdichtung, die einzigen Stufen sind eine Apparatur im Betrieb, bei der 4 Stufen durchgezogen sind. Bei dieser Verdichtung sind die Stufen so angeordnet, dass spez. nicht bei 2. Stufen von 20 auf 74 zu steigen. Bei der Frage von Art, wie die Verdichtung von 1 bis 2^o zu 1^o verdichtet werden könnte, gibt Frank an, dass nach den bisherigen Erfahrungen 3 Möglichkeiten dafür infrage kommen.

- 1.) Vorher schon wurde das gleiche Verdichtungsstadium allerdings ein etwas höherer Verlust als bisher in Kauf genommen werden, da nach den bisherigen Verstellungen die Verdichtung in der ersten von den Verdichtungsstufen und sich also erhöhen können, wenn die Verdichtung sehr hoch über den Kontakt geführt werden.
- 2.) Verdichtung einer geschichteten Verdichtung und Trennung nach dem letzten Stufen.
- 3.) Trennung der Verdichtung mittels selektiver Verdichtungsmittel, wobei in erster Linie die Frage kommt.

Einige andere Möglichkeiten, die Verdichtung zu beeinflussen, sind auch schon untersucht, aber noch nicht ganz klar gestellt worden. Es handelt sich hierbei um den Einfluss von Sauerstoff und die Einwirkung von Vakuum.

In der kurzen Diskussion wird besprochen, welche Möglichkeiten für die Aufarbeitung des Primärprodukts sich durch die Verdichtung über Verdichtung bis 2^o ergeben. Während es bei Normaldruck-Verdichtung voraussichtlich gelingen dürfte, in der Verdichtungs-Verdichtung bis 2^o eine Verdichtung von über 6^o zu erzeugen, wird das gleiche Ergebnis für die Verdichtung der Druckverhältnisse etwas schwieriger zu erhalten sein. In jedem Falle kann man aber bei Anwendung der Verdichtung des Primärprodukts höher abschneiden und damit die gesamte Aufarbeitung

Blatt 3 zur Aktennotiz vom 16. September 1938.

günstiger gestalten, da gerade die Fraktionen unter 20° bei der thermischen Aufspaltung die größten Verluste geben. Man kann also auch bei der Reaktivierung eine etwas geringere Ausbeute bei der Synthese erzielen und trotzdem auf die gleiche Menge Endprodukt kommen.

Nach dem heutigen Stand rechnet man bei der Hochdruck-Synthese mit einer 90%igen Umwandlung der flüchtigen Produkte in Benzol bei Anwendung der Polymerisation und mit einer 83%igen Umwandlung bei der Drucksynthese. Beispielsweise erhält man also bei der Hochdruck-Synthese aus 12 g flüchtigen Produkten, 2^3 100 g Benzol und bei der Drucksynthese nur 145 g 120 g. Berücksichtigt man nun bei der Drucksynthese infolge der Reaktivierung mit einer Ausbeute, die 10 - 15% geringer ist, die gleiche Menge an Benzol erhalten. Bei der Drucksynthese wird dann noch wieder die Möglichkeit wichtig, die Benzolmengen zu steigern, was mit Hilfe von verdünntem Kontakt und Kreislauf bis zu etwa 60% der Gesamtmenge gelingt. Inwiefern die Verhältnisse ohne Kreislauf gestaltet, wird noch festgestellt. Im drucklosen Betrieb hat sich nach Koelen bisher die Verdampfung nicht in gleichem Maße behauptet, da die infolge der Verdampfung notwendige Temperaturerhöhung bisher stets nur zur Katalysatorbildung geführt hat.

Die Herstellung von hochoktawigen Benzinen ist an sich auch über die Reaktivierung möglich. Sollten derartige Benzine als Fliegertreibstoff nicht infrage kommen, so ist noch immer möglich, sie zu hydrieren und die hydrierten Produkte zu verwenden. In diesem Zusammenhang wird erwähnt, daß auch über Polymerbenzol normale Fliegertreibstoffe hergestellt werden können, da diese Benzine nach der Hydrierung so hervorragend auf Blei ansprechen, daß man zu Motoroktanzahlen über 87 kommt. Man erwähnt hierbei, daß es jetzt auch gelungen sei, eine Isomerisierung von Normalheptan bis zu 2% durchzuführen.

Koelen bringt eine Arbeit von Ihau zur Sprache, die in einer der letzten Hefte von "I and C" erschienen ist. Es handelt sich um die Übersetzung eines englischen Vortrages vor dem Institute of Fuels über den Robinson-Bindley-Rosch zur Herstellung von Benzol aus Acetylen. Die englische Gesellschaft soll angeblich beabsichtigen, eine größere Anlage zu errichten. Der Originalvortrag mit

ausreichender Distanz zum in der Aliennotiz am Institute of
 "uels erhalten und soll, wenn er vollständig abgebaut ist, al-
 len Intermediaten abgeliefert werden.

Artin fragt nach der Möglichkeit der letzten Reduzierung der
 die Anlage und nach der zu erfüllenden Richtung. Hierbei orientiert
 darüber, daß in den beiden letzten Betriebsperioden trotz sehr
 niedriger Temperaturen in der Reaktionszone von unter 5° die
 in die letzten dieser undicht geworden seien. Wird es sich in
 der jetzt begonnenen Betriebsperiode ohne Änderung gefahren. Es
 aufenthaltender zu Produkten und damit die entsprechenden sol-
 len durch Reduzierungen in der Reaktionszone herbeigeführt
 werden. Dafür ist ein Reduzierventil zwischen dem und Reaktions-
 kammer vorgesehen. Hierbei erwähnt dazu noch, daß die S.M.H. zur
 Nachweis der Garantie von 20, die Anlage für einige Wochen,
 nach einem etwas längeren Zeitraum von 24 Stunden, von sich
 aus in Betrieb stehen soll; da es aber der Betrieb der Anlage
 Augenblicklich nicht gestattet, weitere Experimente zu machen,
 soll der S.M.H. mitgeteilt werden, daß wir unsere Anlage nicht
 mehr zur Verfügung stellen können und daß alle Garantieversuche
 bei Ablauf beendet werden sollten.

Für die Zukunft ist vorgeschlagen, in der Reaktierung,
 in der statt des vorgesehenen $3 - 4 \text{ m}^3 / \text{Std.}$ auch 9 m^3 einge-
 setzt werden können, 2 Reaktoren herzustellen, ein von 1000 Be-
 dingung bis 24° , die zweite den gesamten Rest umfassen. Die Ver-
 dichtung der hochsiedenden Paraffine, vor allem der der Reak-
 tionszone bei der letzten Konstruktion der Anlage nicht mög-
 lich sein wird, soll durch die Verdampfung in Verdampfer 2.1 erfolgenden festen
 und flüssigen Produkte in einem 2. Festkörper vorgepaltelt und
 verdampft werden. Da die bei dieser Vorwärmung erforderlichen Re-
 temperatur- und Druckbedingungen ergibt sich ein Ausproben, in der
 beide über Paraffin zur Gattung der Reaktoren berichtet. Es
 ist gelungen, die Reaktoren bei normalem Druck mit Verlusten,
 die zwischen 0,5 und 1% liegen und Rückflüssen von 2 - 3%
 vollständig überdestillieren, von destillat ^{die} ~~Reaktor~~ zum
 unter $34 - 35^{\circ}$, es bleiben daher zur weiteren Gattung bei etwas
 höheren Temperaturen nur etwa 2 - 2% der Gesamtmenge. Die pri-
 tion, die aus dem Reaktor in einer Reaktor bei Betrieb

