

32-10

Hilfsdrucklaboratorium No 420.

Leuna Werke, den 6. November 1935

Dr. J.A./E.

A

Alkanaldehyd

herst.

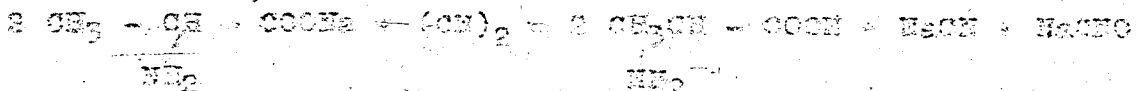
Bearbeitung der beim Alkanaldehydverfahren

aufgetretenen Schwierigkeiten

Die beim Alkanaldehydverfahren aufgetretenen Schwierigkeiten haben sich ziemlich gleichzeitig an den beiden Versuchsanlagen und an der großen Anlage eingestellt. Sie bestanden in folgenden Erscheinungen:

- 1). Die Alkanaldehydmenge nahm bei ihrer Verwendung zur Reduktion von Kohlenoxyd stark an ihrer Wirksamkeit ab.
- 2). Die große Anlage zeigte an Reicherboden und in den daran anschließenden heißen Leitungen und Flüssen starke Korrosionen.
- 3). Die kleine Versuchsanlage in Leuna in der Oxidation von Ethylaldehyd zur Natriumcyanid-Verbindung wurde zeigte bei Wiederinbetriebnahme nach kurzer Zeit ebenfalls starke Korrosionen.

1). Das Nachlassen der Wirksamkeit der Alkanaldehydmenge beim Reduzieren von Kohlenoxyd in Höhe ist auf die Anwesenheit von Dicyan im Gas zurückzuführen. Das Dicyan reagiert nach folgender Gleichung mit der Alkanaldehydmenge:



Hierdurch entsteht also neben Alkanal Natriumcyanid und Natriumcyanat. Bei der nachfolgenden Wärmerегeneration der Lauge wird das Natriumcyanid unter Rückbildung von Natrium-Alkanal und Abspalten von Blausäure zersetzt und dadurch wieder absorptionsfähig, während das Natriumcyanat durch die Wärmebehandlung nicht mehr in Natrium-Alkanal und Cyanäure aufgespalten werden kann. Hierdurch kann sich das Natrium-Alkanal nicht mehr zurückbilden und damit fehlt der absorbierende Stoff der Lösung. - Dies dürfte die Erklärung des Vorganges sein, wenn es auch den analytischen Nachweis in Leuna und Gpau nicht gelungen ist, das Cyanat in größeren Mengen in den aus-

gründen der Leugen nachzuweisen. Die Bestimmungsmethode ist nicht einwandfrei und es wird d. H. an einer brauchbaren Methode gearbeitet.

Reinigungsanlagen

Von diesen Reinigungsanlagen wurde nur versucht, die Wirkung durch entsprechende richtige Verfüllung des Gases auszuüben zu untersuchen. Es wurde durch Versuchen mit Gefäßfüllung ein wirksames Mittel zur Befreiung des Bleies gefunden. Dieses wurde nur bei experimenteller Verfüllung in Zusammenhang mit dem Kohlenstoff der im Blei enthaltenen Ammoniumsalz entnommen, wodurch glatte und glänzende Resultate erzielt wurden. Seit 10 Tagen läuft eine kleine Apparatur mit vorgelagerter Ammoniumsalz - es wird das in Blei mit verbleibende Ammoniumsalz entfernt - in der die Wirkungsmethode der Leuge genau wie in diesen Versuchsversuchen nach der gleichen wie zu anderen Tagen ist. Ohne Vorwäsche ging der Verschleißwert in einem Tag um etwa 1,0 Vol/Vol zurück, mit der anschließenden Vorwäsche in 10 Tagen auf ca. 0,2 Vol/Vol.

Die geistliche Durchführung des Verfahrens, erforderte bei dieser Versuchsreihe, da die bestehenden industriellen Filter ebenfalls mit der Leuge gefüllend, unmittelbar der Reinigung durch Ammoniumsalz ist die Anwesenheit des Ammoniumsalzes, zur Befreiung von Blei und Ammoniumsalz nicht möglich geworden.

Es ist noch darauf hinzuweisen, daß bei allen drei Versuchsreihen die Reinigungswirkung, z. B. Girdlerverfahren, Seaboardverfahren und Stylerverfahren das Blei eine ähnliche Nebenreaktion hervorruft, die zum Nachlassen der Reinigungsleistung führt und es liegt nahe anzunehmen, daß hier der Grund zu suchen ist, weshalb das Girdlerverfahren bei allen Versuchen zur Befreiung von Blei nicht so glücklich versagte (Arbeit von Thom). Wegen der Wichtigkeit der Vorwäsche für das Ammonium- und andere Verfahren wurde diese zum Patent angemeldet. (Die vorliegenden Arbeiten wurden in Gemeinschaft mit den Herren Dr. Mengel und Dr. Wenzel Oppau ausgeführt.)

2.) Die große Anlage in Leuna zeigte am 9. Oktober 1937, nachdem sie 10 Wochen in Betrieb war, am Kocherboden und in den heißen Leitungen starke Korrosionen. Zunächst wurden der Boden und einige Rohrstücke erneuert und wieder angefahren, worauf ein weiter

eingebautes Rohrstück bereits nach 15 Stunden durchgefressen war. Da ich während des Auftretens dieses Schadens gerade zur Behebung der Schwierigkeiten in Hils war, ließ ich zunächst Korrosionsproben ansetzen. Hiervon ergab sich, daß die Betriebslauge sehr stark Aluminium korrodierte. Die Ursache war darin zu suchen, daß die Lauge wegen ungenügender Reserve sehr stark mit Wasser verdünnt worden war, sodaß dieselbe anstelle des gewünschten spez. Gew. von 1,18 nur ein spez. Gew. von 1,10 und darunter hatte. Verdünnte Alkalidlauge greift an sich schon Aluminium stark an, dazu wird verdünnte Alkalidlauge stärker abgetrieben als konzentrierte Lauge, wodurch die Lauge eine stärkere Alkalität zeigt. Hierdurch entsteht eine ernste Gefahr für Aluminium als Apparaturmaterial. Es erschien zunächst merkwürdig, daß die Angriffe der Lauge jetzt erst nach fünfwöchigen Betrieb mit verdünnter Lauge auftraten. Das ist aber darauf zurückzuführen, daß die Apparaturen mit einer dicken Schutzschicht überzogen sind, die der verdünnten Lauge standhielt. An Stellen mit verstärkten mechanischen Beanspruchungen, wie Kocherböden, auf den die Lauge tropfte oder an Krümmern in Leitungen und Pumpen wurde die von der normalen Lauge herrührende Schutzschicht allmählich abgetragen und konnte durch die verdünnte Lauge nicht wieder hergestellt werden. An diesen Stellen zeigten sich dann folgerichtig auch zuerst die Korrosionen.

Nach den inzwischen vorgenommenen Korrosionsversuchen können evtl. Gefahren bestehen, daß die bei der Druckkolonne schärfer abgetriebenen Alkalidlugen stärkere Neigungen zur Korrosion von Aluminium zeigen. Silumin sowie V_2A sind auch bei diesen stärker basischen Laugen beständig. Aluminium wird auch diesen Laugen gegenüber vollkommen korrosionsfrei, sobald dieses auf etwa $500^{\circ}C$ erhitzt wird. Dies ist aber technisch nicht möglich, da das Aluminium bei dieser Vorbehandlung deformiert wird. Zur Vorsorge wurde deshalb der untere Teil der Druckkolonne ausgemauert und die heiße Abzugsleitung wurden verschiedene Proberohre aus Silumin, Aluminium gegläht und nicht gegläht und V_2A eingebaut, um die einzelnen Materialien noch prüfen zu können. Hierdurch wird bei der nächsten Versucharbeit die Frage des Materials im heißen Teil der Anlage geklärt werden.

Es sei noch betont, daß die Alkalidanlage auseinandergenommen und auf weitere Korrosion geprüft wurde. Es wurden an keiner anderen Stelle Angriffe des Materials gefunden.

3). Die Ursache der Korrosionserscheinungen bei Oxäthylglykollatriumlösungen.

Die Untersuchung des zwei Monate im Betrieb befindlichen Oxäthylglykollösers ergab, daß sich ein Teil dieses Körpers wesentlich unter Abspaltung von Monoäthylalanin aufgespalten hatte. Das Monoäthylalanin greift Aluminium stark an, was aus früheren Versuchen bekannt ist. Hieraus ergibt sich, daß dieses Produkt nicht als Alkaxid-Flüssigkeit benutzt werden kann. Auch ohne diese Erscheinung wäre Oxäthylglykollösung nicht als Absorptionsflüssigkeit in Betracht gekommen, da dieses in der Absorptionsfähigkeit Alanin unterlegen ist und dazu der Preis höher liegt als beim Alanin.

Hiernach ist die Frage der Reinigung des Kokereigases mittels Alkaxidverfahren so weit gelöst, daß durch Vorwaschung des Gases für die Lauge das schädliche Dicyan beseitigt werden kann. Die Materialfrage bei der drucklosen Abtreibung der Alkaxid-Flüssigkeit ist gelöst und das Verfahren könnte zur Reinigung des Hy-Gases angewandt werden. Zur Erhöhung der Wirtschaftlichkeit ist beabsichtigt, die Abtreibung in der Druckkolonne zu erhöhen. Hierdurch können unter Umständen neue Komplikationen hinsichtlich der Haltbarkeit des Materials und der Lauge auftreten. Diese Verhältnisse werden zur Zeit in der Versuchsanlage untersucht.

Da für die Feinreinigung von Kokereigas eine gute Auswaschung der Alkaxid-Flüssigkeit notwendig ist, so kommt für dieses Verfahren nur eine Abtreibung in der Druckkolonne in Frage. Da wir die hiermit zusammenhängenden Fragen in Leuna studieren, so sollen die Versuche in Hils, bis die abschließenden Ergebnisse in Leuna vorliegen, unterbrochen werden.