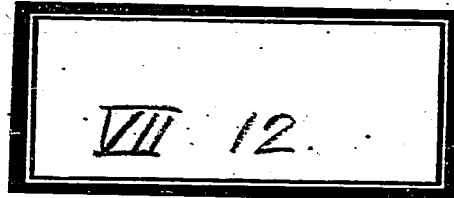


Ø Herrn Dr. Bütefisch
" Dr. v. Staden
A.W.P.
Hauptlabor(Versuche)



✓
Rohrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Oxo-Verfahren

Stickstoff-Abt.
S.-B./Hd./Gen.

29. März 1943 B.

Bei der Oxo-Beiratssitzung vom 5. d. M. gab Herr Dir. Dipl. Ing. v. Asboth einen Bericht über die Art und Weise, wie man sich dort die Umstellung eines Teiles der Oxoanlage in Holten auf kontinuierliche Betriebsweise denkt, wobei man sich in der speziellen Ausführungsform des von Leuna entwickelten kontinuierlichen Maischeverfahrens zwar auf den Gedankenaustausch mit unseren Sachbearbeitern gestützt hat, aber in einigen Punkten der örtlichen Verhältnisse wegen beachtlich abgewichen ist.

Unser Herr Dir. Dr. Herold berichtete unseren Sachbearbeitern davon, wobei es sich in der Erörterung darüber herausstellte, daß uns einige der geplanten Maßnahmen nach den Erfahrungen unserer Sachbearbeiter als bedenklich erscheinen. Vielleicht beruhen sie auf Mißverständnissen in der Aussprache mit unseren Sachbearbeitern. Wir möchten daher nicht versäumen, Sie mit nachstehenden Ausführungen auf unsere Bedenken aufmerksam zu machen und Ihnen unsere Gegenvorschläge mitzuteilen.

Nach Angabe unseres Herrn Dir. Dr. Herold schilderte Herr Dir. v. Asboth die in nachstehenden Punkten niedergelegten Vorhaben.

- 1.) Die beiden Öfen, die für die Oxo- und Hydrierstufe dienen, sollen mit getrenntem Gaskreislauf gefahren werden, so daß jeder Ofen seine eigene Gasumlaufpumpe hat, wodurch eine Messung des Umlaufgases unterbleiben kann.

Wir glauben, daß es nicht zweckmäßig ist, jeden Ofen mit vollständig getrenntem Gaskreislauf zu fahren, denn es müßte dann auch jeder Ofen einen entsprechenden Abscheider für Gas/Maische haben und jeder Kreislauf mit einem gesonderten Gaskühler versehen sein.

Die Messung des Kreislaufgases mit einer Drossel für jeden Ofen erscheint uns wesentlich verlässlicher und betriebssicherer als sich nur auf die jeweilige Leistung der Umlaufpumpe zu verlassen, da es immer vorkommen kann, daß Ventile der Pumpe versagen.

Falls Sie an der getrennten Anordnung von je einer Umlaufpumpe für jeden Ofen festhalten wollen, würden wir raten, die Schaltung so vorzunehmen, wie wir es in unserem Schreiben vom 10. 2. 43 empfohlen haben. Das Kreislaufgas würde dann von beiden Öfen gemeinsam in einer Leitung abgezogen und den beiden Umlaufpumpen wieder zugeführt werden.

Oxo-Verfahren

- 2.) Der erste Ofen jeder Stufe soll im Gegenstrom und der zweite Ofen im Gleichstrom betrieben werden.

Wie wir Ihnen bereits mehrfach mitgeteilt haben, ist es für die Oxierungsstufe, was den Reaktionsablauf betrifft, völlig gleichgültig, ob im Gleich- oder Gegenstrom gearbeitet wird. Aus verfahrenstechnischen Gründen erscheint es jedoch zweckmäßig beide Oxierungsöfen im Gleichstrom zu fahren und Gas und Maische nach Durchlaufen eines Kühlers in einen Abscheider zu trennen (siehe unser Schreiben vom 10.2.43).

Für die Hydrierstufe dürfte es mit Rücksicht auf die Reduktion des Kobaltcarbonyls, die in der flüssigen Phase erfolgen muß, nötig sein, Gas und Maische im ersten Ofen im Gleichstrom zu fahren. Der zweite Hydrierofen soll jedoch wegen der erforderlichen hohen Gasreinheit im Gegenstrom gefahren werden.

- 3.) Es soll keine Waschkolonne für das Kobaltcarbonyl in den Gaskreislauf eingebaut werden, sondern lediglich vor dem Gaskühler eine Produkteinspritzung vorgesehen werden, um Versetzungen zu verhindern.

Wenn Sie die von uns vorgeschlagene Schaltung der Oxierungsstufe wählen, so befindet sich nur wenig Kobaltcarbonyl im Kreislaufgas, da die Trennung von Gas und Maische erst nach erfolgter Abkühlung erfolgt. Falls die Temperatur des Gaskreislaufes nicht unter 50° und nicht über 160° gehalten wird, so werden sich nach unseren Erfahrungen wahrscheinlich keine größeren Störungen durch das Kobaltcarbonyl ergeben. Im Öl der Umlauffpumpe wird sich etwas Kobaltcarbonyl lösen. Eine Gaswaschung könnte man also wahrscheinlich ganz weglassen lassen.

- 4.) Die Methanisierung im Hydrierkreislauf soll unterbleiben und dafür eine stärkere Gasentspannung erfolgen. Infolge des hohen Inertgasgehaltes des Wasserstoffes (nur 90 % H_2 im Frischgas) versprechen Sie sich durch die verstärkte Gasentspannung eine genügende Reinheit des Wasserstoffkreislaufes. Der entspannte Wasserstoff soll in der Linde-Anlage wieder getrennt werden.

Wir müssen Ihnen nach unseren Erfahrungen raten, an der Methanisierung des Wasserstoffkreislaufes festzuhalten. Nach unseren Erfahrungen ist die Empfindlichkeit des Kontaktes gegen Kohlenoxyd sehr groß. Es ist damit zu rechnen, daß etwa $\frac{1}{4}$ des im Katalysator enthaltenen Kobalts beim Austreten aus der Oxierungsstufe als Carbonyl vorliegt. Selbst wenn das ganze gelöste Kohlenoxyd aus dem Produkt durch Entspannen und nachträgliche Spülen mit Wasserstoff entfernt würde, so fallen bei der Hydrierung für je 100 Liter Maische ca. 0,4 - 0,5 t Kohlenoxyd an, die in Form von Kobaltcarbonyl gebunden waren. Wenn man einen Kohlenoxydspiegel im Kreislaufgas von 0,1 % noch als tragbar bezeichnet, müßten für je 100 Liter Maische 4 - 500 t Gas entspannt werden.

Dieser Berechnung läßt sich natürlich entgegenhalten, daß auch bei der Hydrierung im Ofen selbst eine teilweise Methanisierung eintritt. Durch Versuche haben wir jedoch nachgewiesen, daß die Methanisierung im Hydrierofen so langsam verläuft, daß eine deutliche Anreicherung des Kohlenoxyds im Kreislaufwasserstoff erfolgt. Die zu entspannende Gasmenge müßte daher immer noch sehr bedeutend sein, wenn nicht eine wesentliche Verlangsamung der Hydrierung in Kauf genommen werden soll.

Oxo-Verfahren

Wenn Sie die Methanisierung unbedingt vermeiden wollen, erscheint es uns als zweckmäßige Lösung, den ersten Hydrierofen mit wenig Wasserstoff im Gleichstrom ohne Kreislauf zu betreiben, so daß in diesem Ofen das ganze Kobaltcarbonyl reduziert wird und das mit Kohlenoxyd beladene Gas sodann restlos entspannt werden kann. Der zweite Ofen wird dann im Umlauf gefahren.

Nach unseren Berechnungen würden Sie, wenn Sie ohne Gasentspannung mit einem 10 % Stickstoff enthaltenen Wasserstoff als Frischgas mit Kreislauf die Hydrierung fahren, ohne Gas zu entspannen, eine Anreicherung von über 50 % Stickstoff im Gas-Kreislauf erreichen. Wenn Sie hingegen einen Stickstoffspiegel von 30 % im Kreislauf halten wollen, müssen Sie für je 100 Liter zu hydrierende Maische ca. 1 m Gas entspannen; bei einem Stickstoffspiegel von 20 % 2 m. Diese Gasmen gen sind gegenüber der durch das Kohlenoxyd erforderlichen Entspannung zu vernachlässigen.

- 5.) Die Vorheizung des Kreislaufgases soll fortfallen, um unliebsame Versetzungen der Vorheizer ganz auszuschalten.

Auf die Gasvorheizung sollte nach unserer Ansicht nicht verzichtet werden. Der untere Teil des Ofens müßte sonst als Vorheizer dienen und ginge dadurch für die Reaktion verloren, was eine Leistungsverminderung bedeutet. Für die Oxierungsstufe würden wir empfehlen, die Vorheizung bei so niedriger Temperatur (ca. 150°) vorzunehmen, daß sich das Kobaltcarbonyl bei dem vorhandenen Kohlenoxyddruck noch nicht zersetzt. Bei der Hydrierung kann die Vorheizung des Gases bedenkenlos durchgeführt werden, da hier keine Versetzungen zu befürchten sind.

Wir wären Ihnen für eine Mitteilung dankbar, wie Sie sich zu obigen Darlegungen stellen und was Sie daraufhin zu tun beabsichtigen.

Heil Hitler!