

HAUPTLABORATORIUM
Versuchsgruppe Nr 219
A.N. 42/43

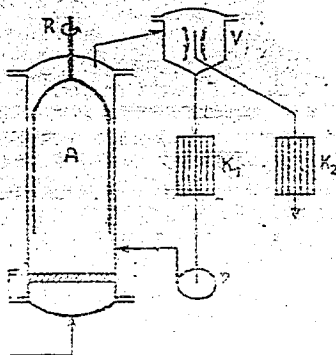
Leuna Werke, 28.4.1943
Dr. Brey./Le.

Aktennotiz

über eine Besichtigung der Sumpffphase-Kohlenwasserstoff-Synthese
von Dr. Michael in Ludwigshafen am 21.3.1943

Anwesend die Herren: Dr. Michael Hochdruckversuche Lu
Dr. Simmler Büro Sparte I Lu
Dr. Gemasner Leuna
Dr. Breywisch

Dr. Michael arbeitet nach dem Schaumboderverfahren und nicht mehr mit rasch laufendem Rührer im Ofen. Der Rührer soll sich bei größeren Apparaten nicht bewährt haben, da der Kontakt ausgeschleudert wird. Die folgende Skizze gibt eine Übersicht über das Verfahren.



Die Synthese wird in der Reaktionskammer A durchgeführt. Der Behälter ist 10 m hoch und hat einen Inhalt von etwa 3 cbm. Eine Neuanlage, die nahezu fertiggestellt ist, hatte bei gleicher Höhe einen Inhalt von 12 cbm. Der Druck beträgt 20 ata, die Temperatur 250°. Die Temperatursteigerung im Ofen beträgt ca. 30. Das Gas tritt am Boden des Reaktionsgefäßes durch keramische Frittenplatten F ein. Die Frittenplatten sind linsenförmig nach oben gewölbt und haben einen Durchmesser von 250 mm. Im großen 12 cbm-Ofen werden 7 solcher Platten am Boden eingebaut. Die Reaktionskammer ist mit Öl gefüllt, das durch die Pumpe P, durch die Vorlage V und den Kühler K1 alle drei Minuten einmal umgepumpt wird. Der Behälter hat außerdem einen langsam laufenden Rührer R, der die Aufgabe hat, von Zeit zu Zeit den sich bildenden Ansatz an der Innenwandung zu beseitigen. Der Kontakt ist im Öl suspendiert. Der durchschnittliche Durchmesser der Teilchen soll 2 μ betragen. Die Herstellung des Kontaktes erfolgt folgendermaßen: Eisenrot aus Eisencarbonyl wird mit Wasser unter Zugabe von 2 % Borax angeteigt, getrocknet, in Stücken reduziert und in einer Ölpaste in den Ofen eingebracht. Höherer Alkaligehalt in dem Kontakt gibt mehr Paraffin, vermindert jedoch die Lebensdauer des Kontaktes. Die Verwendung von K-Salzen anstelle von Na-Salzen als Aktivatoren soll kei-

ne Vorteile bringen. Auf 1 cbm mit Öl gefüllten Ofenraum kommen 350 kg reduziertes Eisen. Der feine Kontakt beteiligt sich zum Teil am Kreislauf. Aus V wird ein Gemisch von Gas und überlaufendem Öl abgezogen. Um zu vermeiden, daß größere Kontaktmengen mit übergehen, ist in V eine Schikane eingebaut. Die Pumpe P ist als Kreiselpumpe ausgeführt. Um zu vermeiden, daß Kontaktteilchen in die Stopfbüchse gelangen, ist vor derselben in Richtung auf die Pumpe eine Verengung an gebracht. Zwischen Verengung und Stopfbüchse wird laufend Öl eingepreßt.

Das abzuziehende Gas-Öl-Gemisch verläßt die Vorlage V und tritt in den Kühler K₂ ein. Das Gas geht dann hinter dem Kaltabscheider durch eine Chlorcalciumtrocknung in einen Ammoniakkühler und wird in diesem auf -40° abgekühlt. In der Neuanlage soll das Gas darauf durch eine Fohlensäurewäsche im Kreislauf in den Ofen zurückgehen. Der CO₂-Waschturm war schon fertiggestellt und hatte als Standregulierung einen Schwimmer, der die Steuerluft für die Wasserentspannung regulieren soll. Ein Regler ähnlicher Konstruktion hat sich in Leuna nicht bewährt und wurde durch einen Membranregler ersetzt. Wir machten Herrn Dr. Michael darauf aufmerksam und sagten zu, über die Betriebskontrolle Leuna eine Zeichnung des Membranreglers zu vermitteln.

Die Ausbeuten betragen 0,35 to/cbm + Tag gegenüber 0,4 - 0,5 beim Synolverfahren. Dabei ist allerdings zu berücksichtigen, daß beim Sumpffaseverfahren nur 2,5 cbm toter Ofenraum auf 10 cbm kommen, während dieses Verhältnis bei den üblichen Fischerfällen mit Kühleinsbauten wesentlich ungünstiger liegt. Ein weiterer Vorteil des Michael-Verfahrens ist der geringere Kontakteinsatz. Über die Kontaktlebensdauer konnte Herr Dr. Michael keine Angaben machen, da zwangsläufig immer etwas Kontakt abgezogen wird, der durch neuen ersetzt wird. Die Erneuerungsdauer durch Kontaktaustrag soll 2 bis 3 Monate betragen.

Die Produktausammensetzung ist etwa folgende:

- 3 bis 5 % Methan
- 10 % Gasöl
- 40 bis 45 % Benzin
- 10 bis 15 % Mittelöl
- 10 % Paraffin

Im Produkt sind noch etwa 1/2 bis 1 % Essigsäure vorhanden. Der Alkoholgehalt beträgt etwa 10 %, der Olefingehalt 50 %. Allerdings nimmt die Menge der gebildeten Alkohole und Olefine schon in der Mittelölfraktion beträchtlich ab. Das ist nach den Erfahrungen, die am Synol beim Vergleich von Stufen- und Kreislaufverfahren gewonnen wurden, auf die lange Verweilzeit dieser Öle am Kontakt zurückzuführen. Der relativ hohe Anteil an Mittelöl, den man bei allen Verfahren findet, bei denen Öl lange Zeit mit Kontakt in Berührung steht, ist auf Krackung von Paraffinen zurückzuführen, dessen Menge in Vergleich zu Mittelöl klein ist.

Betreffe Korrosionserscheinungen hatte Herr Dr. Michael noch keine Beobachtungen gemacht. Systematische Versuche sind nicht eingestellt worden.

Oxierung von Michael-Produkt

Ein erheblicher Teil des Michael-Produktes ging bereits bisher an das Hauptlabor Lu, wo von der Arbeitsgruppe Dr. Schuster die Oxierung vorgenommen wurde. Der Hauptteil der Produkte, der in der neuen Anlage von Dr. Michael hergestellt werden soll (etwa 5 tato), soll in einer größeren Versuchsanlage (300 l-Ofen) im Betrieb von Dr. Seydel oxiert werden. Diese Oxierungsanlage soll nach dem im Hauptlabor Lu ausgearbeiteten kontinuierlichen Oxo-Verfahren mit gelöstem Kobalt-Kontakt arbeiten. Herr Dr. Michael hat bereits eine bindende Zusage auf Lieferung der Olefine für diese Anlage gemacht. Die durch Oxierung gewonnenen Alkohole sollen in der EK-Abteilung zu Weichmachern verarbeitet werden.

Nach der Vertragslage erscheint es jedoch nicht ohne weiteres gegeben, daß Lu auch eine selbständige Produktion von Oxo-Alkoholen durchführen kann, sodaß die Anlage von Dr. Seydel nur als Großversuchsanlage betrachtet werden kann. Nachdem entsprechende Erfahrungen für das Verfahren gesammelt wurden, müßte diese Anlage ihren Betrieb einstellen.

Herr Dr. Michael versprach, für Versuchszwecke einige Kesselwagen seines Produktes an Leuna zur Verfügung zu stellen. Das Produkt soll als unmittelbarer Rohstoff ohne jegliche Vorbehandlung durch Destillation o. a. angeliefert werden.

Die Lieferung dieser Versuchsmengen nach Leuna soll möglichst bald nach Anfahren des großen Ofens von Dr. Michael erfolgen. Die große Anlage von Dr. Michael ist nahezu fertig. Die Hauptschwierigkeit ist noch wegen der Beschaffung des Synthesegases zu erwarten, da dieses in Oppau aus Methanolfrischgas und Kohlenoxyd auf das Verhältnis $\text{CO} : \text{H}_2$ wie 5 : 4 zusammengemischt werden muß. Mit der Inbetriebnahme der Anlage ist noch im April 1943 zu rechnen, sodaß vermutlich im Mai 1943 größere Versuchsmengen für Oxierung nach Leuna kommen können.

✓ Herrn Dir. Dr. Herold
 " Dr. Wenzel
 " Dr. Gemabner
 " Dr. Reisinger/Dr. Geiseler
 " Dr. Mauthner
 " Dr. Breywisch