

Oberhausen-Holtén, den 10. Februar 1939.

RB Att. BVA Roe/Op.

200002 135

877

Niederschrift über eine Lehrsprechung über Kreislaufversuche.

(Toluol-Gewinnung)

Anwesend die Herren: Direktor Hagemann,

Dr. Tramm,

Dr. Roelen,

am 8. Februar 1939 in Holtén.

- 1.) Die Kosten für eine grössere Versuchsanlage zur Toluol-Gewinnung mit einer Leistung von 300 kg pro Tag werden etwa 100 000,- RM betragen.
- 2.) Roelen erklärte, dass die Bedingungen für eine vermehrte Bildung von C₇ - Kohlenwasserstoffen noch nicht klar erkannt worden seien.

Es sei dagegen gelungen, die Benzinausbeute sehr stark zu erhöhen. Bei einer Ausbeute von 130 g flüssiger Produkte je obm seien bereits 90% davon als Benzol erhalten worden und ausserdem 20 - 30 g Gasol (220°, Kreislauf von nahezu 1:100, ständiger Umlauf durch die Aktivkohle, 40 - 50% Olefine in Benzol, die höher siedenden Anteile bei normaler Temperatur butterartig fest).

Wünschllich den Einflusses der Temperatur sei eine klare Abhängigkeit beobachtet worden. Bei 180° 4% des CO als Methan, steigend bis 12 - 14% bei 220°. Nach Angabe von Martin sei das noch nicht als eine übermässige Methanbildung zu bezeichnen. Die Schwierigkeiten bei den Versuchen beständen

1. in den Undichtigkeiten,
2. in dem grösseren Volumen der Aktivkohle.

Tramm bestätigt diese beiden Punkte als experimentelle Schwierigkeiten. Im HL seien die Undichtigkeiten so weit beseitigt, dass die Verluste nunmehr 1% der eingetragenen

Gasmenge betragen. Das Aktivkohle-Volumen sei dort nunmehr so gross gewählt, dass man nur alle acht Tage abzublasen brauche.

Die Versuchsergebnisse im HL seien etwas abweichend: bei 210° und einem Kreislauf 1:4 wurden mehr Olefine im Benzin erhalten (60%) sowie anteilmässig mehr Gasol.

Mit extrem kurzer Schicht und mit einem Kreislauf 1:30 seien im HL bis zu 6% Äthylen im Reaktionsgas gefunden worden.

Roelen erklärte, dass bei unseren Versuchen bis zu 4% Äthylen beobachtet worden sei und dass die Bedingungen für die Äthylenbildung uns näher bekannt seien.

Hagemann fragt, ob man einen Aufbau von Kohlenwasserstoffen aus im Kreislauf geführten Bestandteilen nehmen könne?

Roelen erklärt hierzu, dass dies von uns experimentell einwandfrei nachgewiesen sei und dass wir eine Beteiligung dieser nachträglichen Olefin-Polymerisation aus bei den Kreislaufversuchen annehmen. Wir rechneten auch mit der Möglichkeit, dass unsere Aktivkohle nicht vollständig absorbiere, so dass ein mehr oder weniger grosser Teil des Gasols im Kreislauf verbleibe.

Hagemann glaubt auf Grund des bisher Geschilderten die Unterschiede zwischen den beiden Laborergebnissen folgendermassen erklären zu können:

Bei uns lasse die zu gering bemessene Aktivkohle einen Teil des Gasols durch. Die Folge ist eine geringere Gasol-ausbeute und ein geringerer Olefingehalt in den flüssigen Produkten. Umgekehrt sei es bei den Versuchen des HL.

Man könne nun erwarten, dass man durch willkürliche Beeinflussung dieser Verhältnisse die gewünschte ~~xxxx~~ ^{Bildung} bevorzugte einzelner Kohlenwasserstoffgruppen erreichen können. Man müsste z.B. versuchen, den Kreislauf ohne dazwischengeschaltete Aktivkohle zu führen.

Roelen erwidert, dass dies bei unseren Versuchen aus zwei Gründen bisher nicht versucht worden sei:

- 1.) haben wiederholte Versuche, vor kurzen auch wieder in der DVA ergeben, dass das Weglassen der Aktivkohle aus dem Kreislauf keine andere Wirkung als vornehzte Hydrierung der flüssigen Produkte und höhere Methanbildung habe;
2. sei ein Druck von 10 - 20 atü zu gering, um durch einfache Abkühlung aus dem Kreislauf das Benzol gewinnen zu lassen.

Koelen gab für das Auftreten von festen Paraffinen neben sehr viel Benzol folgende Erklärung:

Die hohe absolute Gasgeschwindigkeit infolge des Kreislaufs vermag die Diffusion nur auf oder in unmittelbarer Nähe der sichtbaren Oberfläche der Katalysatorkörner zu erhöhen. Im Korninnern dagegen wird die Diffusion nach wie vor allein abhängig sein von der Höhe der Temperatur. Man muss also stets mit einem gewissen Anteil der Reaktion rechnen, welchen man mittels des Kreislaufs nicht beeinflussen kann und welcher dann in bekannter Weise infolge grösserer Aufenthaltsdauer zur Bildung hochmolekularer Kohlenwasserstoffe führt. Auf Grund dieser Vorstellung könnte man aussagen, dass ein grösseres Korn mehr hochmolekulare Anteile liefert als es unter sonst gleichen Bedingungen ein Korn mit geringem Durchmesser liefern würde. Für Versuche, welche vornehmlich Benzol oder Gasol liefern sollen, wäre daher ein ganz kleines Korn vorzuziehen.

(Ohne Tramm). Koelen erklärte, dass für die Unternehmung des Aktivkohleeinflusses demnächst bei uns mit einem ^{Umsatz} Gang um die Aktivkohle gefahren werden soll. Man könne dann ohne experimentelle Schwierigkeiten leicht beispielsweise das ganze Kreislaufgas durch die Aktivkohle, 2/3 davon, 1/3 davon oder garnichts durch die Aktivkohle schicken.

Hagemann teilte mit, dass Tramm den Einsatz von nur teilweise reduzierten Katalysatoren vorgesehen habe, beispielsweise mit nur 20% Metall und fragte, ob der Einfluss der Höhe des Reduktionswertes untersucht worden sei. Koelen erklärte, dass dies wohl für die Normaldruck-Synthese bei einfachem Durchgang geschehen sei und dort sehr eingehend

in zahlreichen Versuchsreihen. Das Ergebnis sei gewesen, dass von etwa 40 - 50% Metall aufwärts keine Verbesserungen beobachtet werden konnten, so dass unter Berücksichtigung aller Umstände ein Reduktionswert von 60 - 70% als der günstigste angesehen werde.

Bei Kreislauf und bei Druckversuchen seien derartige Untersuchungen noch nicht gemacht.

Ddr.: Hl,
Ldf,
Bü,
Lohn.

