

1232  
**AMMONIAKWERK MERSEBURG**

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

LEUNA WERKE (KREIS MERSEBURG)

*Herrn Dr. Landgraf*

45  
**LU 115**

POSTANSCHRIFT DES AMMONIAKWERKS Merseburg  
Gesellschaft mit beschränkter Haftung, Leuna Werke in Merseburg

DRAHTWORT  
Ammoniakwerk  
Merseburg

LEUNA WERKE  
Merseburg  
3201

GESCHÄFTSSTUNDE 9-12 Uhr  
Sonntags 9-12 Uhr  
BESUCH 9-12 Uhr

**Ruhrchemie Aktiengesellschaft**

Oberhausen-Holtes

**RUHRCHEMIE**  
-7FEB42V 21784  
Beantwortung

Ihre Zeichen

Ihre Nachricht vom

Unsere Nachricht vom

Unsere Zeichen

**LEUNA WERKE**  
(Kr. Merseburg)

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

5. Febr. 1942 Ul.

Oxo-Verfahren

Auf die vorgestrige fernmündliche Anfrage Ihres Herrn Dir. v. Asbeth bei unserem Herrn 'Dr. Herold, übersenden wir Ihnen als Anlage einen kurzen Bericht mit den gewünschten Angaben über den Versuch, der in Gegenwart Ihrer Herren Dr. Roelen und Dr. Landgraf am 17.1.42. in unserer halbtechnischen Oxo-Versuchsanlage begonnen und ohne sie zu Ende geführt wurde.

Dem anliegenden Versuchsbericht entnehmen Sie eine Beschreibung der Apparatur, sowie Angaben über Ausgeangsprodukte und Versuchsbedingungen. Aus dem beiliegenden Zeit-Temperaturdiagramm können Sie den Ablauf des Versuches genau verfolgen.

Die wesentlichen Ergebnisse des Versuches sind folgende:

1. Es ist möglich, das Durchgehen der Reaktion zu verhindern, wenn aus dem Heissystem Dampf entspannt wird.
2. Man muß die Entspannung vorsichtig vornehmen, da die Reaktion sonst leicht im unteren Teil des Ofens zum Stillstand kommt.
3. Es war nicht möglich, eine gleichmäßige Verteilung der Temperaturen im Ofen zu erwirken. Die Temperaturdifferenz zwischen Element "Oben" und Element "Unten" erreichte während der Kühlung der Reaktion durch Dampfentspannung ca. 15° C.
4. Durch das Kühlen erlischt im unteren Teil des Ofens die Reaktion; durch die dadurch bedingte Verzögerung war es nicht möglich, die Reaktion in der geplanten Zeit von etwa 20 Minuten zu Ende zu bringen.
5. Trotz der langen Verweilzeit von 65 Minuten im Oxo-Ofen unter Gasströmung erreichte der Umsatz lediglich 80% (Nach Destillation ermittelt). Etwa 30 % des umgesetzten Olefins waren in hochsiedende Produkte ( Dicköl ) umgewandelt.

# AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Stickstoff-Abteilung

1233

101158 <sup>Trz</sup> 2.42

Blatt  
2

Ruhrochemie-Aktiengesellschaft, Oberhausen-Holtcn

6. Bemerkenswert erscheint der Temperaturanstieg im Ofen nach Unterbrechung der Gasströmung, obwohl auch das Frischdampfventil geschlossen war (Anscheinend Nach-Reaktion gelöster Gasanteile).

Zusammenfassend kann nach diesem Versuch gesagt werden, daß es u.E. gelingen wird, die Oxo-Reaktion in den geplanten großen Ofen in Holtcn durch die vorgesehene Kühlung zu beherrschen.

Es wird jedoch nicht möglich sein, die Temperaturen im Ofen einander weitgehend anzugleichen, und es dürfte daher schwierig sein, die richtige Meßstelle zur Steuerung des Siemens-Reglers zu finden.

Nach unseren Erfahrungen erscheint es zweckmäßig, die Gase vorgewärmt in den Ofen zu bringen, weil sonst dem unteren Teil des Ofens zu viel Wärme entzogen wird. Dadurch dürfte die Temperaturangleichung leichter zu bewirken sein. Wir bezweifeln, ob es möglich sein wird, die vorgesehenen Leistungen der Ofen mit Rücksicht auf die Schwierigkeit der gleichmäßigen Temperaturhaltung zu erzielen.

Zur Klärung der Oxidierung niedriger prozentiger Olefine (30 - 40 % Olefingehalt) haben wir Versuche vorgesehen. Wir hoffen, über deren Ergebnis in einigen Wochen berichten zu können.

Durch Vornahme verschiedener Änderungen in unserer Versuchsanlage konnten wir in den letzten Wochen nicht kontinuierlich fahren. In der nächsten Zeit werden wir die kontinuierliche Arbeitsweise wieder aufnehmen und werden Sie, sobald weitere Erfahrungen vorliegen, zu einer Besichtigung und Aussprache einladen.

Heil Hitler!

[Signaturen]

*Prof. Dr. P. ...*

Anlagen  
Einschreiben

Bericht über den Versuch am 17.1.1942

101169

in Nr 458a. Ofen 5.

1.) Technische Einzelheiten:

Ofen:

Hochdruckrohr 200 mm Innendurchmesser 8 m lang ( ca. 4000 kg Eisen mit aufgeschweißtem Dampfsackel, der bis zum Überlauf mit ca. 250 l Wasser gefüllt ist.

Kühlsystem:

- a) Heizmantel mit 200 cm<sup>2</sup> Kühlfläche/Liter Füllung.
  - b) Eingebautes Rohrbündel 150 cm<sup>2</sup> Kühlfläche/Liter Füllung.
- Gesamte Kühlfläche 360 cm<sup>2</sup> Kühlfläche/Liter Füllung.

Dampfentspannung:

Die Entspannung des Dampfes ins Freie erfolgt durch eine Leitung von 3/4 Zoll mit einem Klingerventil von 20 mm Nennweite. Die Stutzen am Dampfmantel haben 20 mm Nennweite und das eingebaute Hochdruckrohrbündel 16 mm Nennweite (Hochdruckrohr 16/27). Die Durchführungen durch die Hochdruckdeckel haben eine i.W. von 16 mm.

Temperaturmessung:

3 Widerstandsthermometer im Ofen in den Abständen 0,5, 2,5 und 4 m vom unteren Flansch an gemessen.  
1 Widerstandsthermometer im Heizmantel in 2 m vom unteren Flansch entfernt.

2.) Gas und Gasszusammensetzung:

Verwendetes Gas: Winkler-O-Wassergas, das über Special-Grude feinst entschwefelt wurde ( unter 2 mg S/m<sup>3</sup> Gas).

Zusammensetzung des Gases:

42 %	CO
52 %	H <sub>2</sub>
4,5 %	CO <sub>2</sub>
1 - 2 %	N <sub>2</sub> + CH <sub>4</sub>

3.) Maische:

G<sub>12</sub> - Olefinfraktion mit folgenden analytischen Kennzahlen:  
d<sub>4</sub><sup>20</sup> = 0,762; Siedebereich: 206 - 216°/760 mm. S.P.L.: 67 %;  
Olefingehalt ca. 65 %, Kontakt: R.Ch.-Kontakt.  
Die Maische enthielt 4 % Kontakt, d.h. 4 kg Kontakt auf 100 l Öl.

4.) Füllen des Ofens:

Der Ofen wurde mit 140 l Maische durch Einspritzen von unten gegen den Netzdruck von ca. 200 Atm. gefüllt. Die Maische gelangt kalt in den Ofen und wird erst durch den Heizmantel auf Reaktionstemperatur gebracht.

5.) Durchführung des Versuchs:

Nachdem der Ofen gefüllt war, wurde der Druck auf Wunsch von Herrn Dr. Landgraf auf 150 Atm. erniedrigt und durch Regalierung von Hand aus während des Ablaufes der Hauptreaktion auf ca. 150 Atm. gehalten. Die Gasströmung durch den Ofen wurde auf 60 m<sup>3</sup>/h gehalten = 190 Normaliter/cm<sup>2</sup> Ofenquerschnitt/h. Die Temperaturhaltung geschah durch Entspannen von Dampf und teilweise auch durch Kondensation von Dampf in aufgesetzten Kühler. Das eintretende Gas wurde vorgewärmt, doch wirkt sich die Erwärmung bei periodischem Betrieb nur geringfügig aus. Die Zeit, in der der Ofen unter Gasströmung stand, betrug 65 Minuten. Wegen einer Versetzung in der Umföhrleitung zum Hydrierofen verblieb die Maische noch weitere 45' in Ofen ohne Gasströmung.

1236

101101

Handwritten notes at the top of the grid.

Legend for symbols:  
● = Himmel  
— = Wolken  
— = Regen  
— = Schnee

Handwritten notes on the left side of the grid.

Zeit-Temperaturkurve vom 5. 1970  
Tages a. 19. I. 72. für R. G.

Gekennzeichnet

100  
110  
120  
130  
140

Temp. °C

0 5 10 15 20 25 30 35 40 45 50 55 60 65 70 75 80 85 90 95 100

Zeit in Stunden

