

255
12.1.40

Herrn Dr. H a g e m a n n .

Betrifft: Versuchsprogramm LT-Anlage.

Die Temperaturverteilung im Reaktor der LT-Anlage machte bekanntlich in den ersten Tagen größte Schwierigkeiten, da es sich herausstellte, daß die Meßstellen, die die Temperatur in der Mitte, und zwar besonders in den unteren Lagen, maßen, zu hoch lagen und hauptsächlich während eines gewissen Turnus' von Reaktionen immer höher kletterten, so daß sie z.Teil Werte bis zu 700° nach etwa 8 Reaktionen erreichten.

Diese schlechte Temperaturverteilung konnte dadurch wesentlich verbessert werden, daß in den Neujahrsfeiertagen ein Stillstand, der durch Durchschmoren der Heizschlange des Benzins vorwiegend hervorgerufen war, gleichzeitig dazu ausgenutzt wurde, um mit einem Spezial-Bohrgerät im Bodenabzug des Ofens in der Mitte noch 28 Löcher von 5 mm Ø anzubringen. Durch diese Maßnahme gelang es zwar nicht vollständig Temperaturgleichheit zu erzielen, immerhin wirkte sie sich in den ersten Tagen so aus, daß die bis dahin durchgehenden Mitteltemperaturen nunmehr nicht über ca. 600° herauskletterten, so daß ein einigermaßen ruhiger Betrieb möglich wurde.

In der Zwischenzeit hat sich hier wieder eine Verschlechterung eingestellt. Wir vermuten, daß die nur primitiv gebohrten Löcher zum Teil einfach wieder verlegt worden sind. Wir können z.Zt. nur noch ca. 10 - 12 Reaktionen fahren,

danach müssen wir jeweils eine Zeit lang den Kontakt mit Luft behandeln um wieder gleichmäßige Temperatur zu erzielen.

Es wird also notwendig sein, hier in absehbarer Zeit eine endgültige Umänderung in der Gasverteilung des Ofens vorzunehmen.

Wie am 9.1. mit den Herren von der Wifo verabredet, fahren wir vorläufig den Ofen weiter bis eine ausreichende Menge Reintoluol für die Nitrierversuche fertiggestellt ist. Wir hoffen, das in ca. 10 - 14 Tagen erledigen zu können.

Mit den Reaktionen kann man im Augenblick noch nicht vollständig zufrieden sein. Wir haben zwar, wie ja auch den Herren von der Wifo mitgeteilt, bei 40 - 45 Vol.-% = 45 - 50 Gew.-% Aromatengehalt, im Endprodukt 85 Gew.-% Flüssigausbeute bekommen. Wir hatten bisher auf Grund der laboratoriumsmäßigen Feststellung neben den Kohlenstoffcrackgas- und Wasserstoffverlusten noch mit ca. 3 - 4 % Spaltprodukten (C_5 C_6) aus dem C_7 gerechnet. Nach den aus der Großanlage nunmehr vorliegenden exakteren Untersuchungen kann man hier mit etwa 8 - 10 %, bezogen auf die ausgebrachten Flüssigprodukte, rechnen. Da C_5 C_6 praktisch denselben Wert hat wie Heptan, würde dieser Verlust wertmäßig insofern nicht sehr stark zu Buche schlagen, als die Kosten des Einsatzes nicht belasten würde. Bedenklich erscheint er, weil er die Ausbringungsmöglichkeit an Toluol überhaupt beeinflusst, da ja die zur Verfügung stehenden Heptanmengen beschränkt sind und da er sich andererseits auch auf die Toluolkapazität der Anlage in etwa auswirkt. Es ist unklar, ob diese Crackverluste nicht lediglich von den überhitzten Mittelstellen herrühren.

Sie sind jedenfalls ein weiterer Beweggrund, die Umänderung der unteren Gasverteilung so schnell wie möglich durchzuführen. Im Laboratorium war es bisher leider nicht möglich, gerade die Frage dieser Spaltprodukte näher zu verfolgen, da wir für den halbtechnischen Betrieb, in dem wir das hätten tun können, keine Heptanmengen zur Verfügung hatten, die ausreichend gewesen wären, im Laborbetrieb aber die Rohreinflüsse so groß sind, daß diese Feinheiten keinesfalls beurteilt werden können.

Bislang ist der Ofen nur zu $\frac{3}{4}$ mit Kontakt gefüllt. Wir haben also $\frac{1}{4}$ des Ofens als freien Raum. Auch dieser Raum könnte sich ungünstig hinsichtlich verstärkter Spaltung z.Zt. auswirken.

In der Zwischenzeit haben wir durch das technische Büro Asboth einen Windkanal mit kräftiger Entlüftung bauen lassen, so daß wir nunmehr erneut die Herstellung des Aromatisierungskontaktes, die durch die starke Nitroseabspaltung ja außerordentliche Schwierigkeiten bereitete, unter verbesserten Arbeitsbedingungen in Angriff nehmen können. Gleichzeitig haben wir in der Katorfabrik Versuchsfällungsstation verschiedene Umänderungen vorbereiten lassen (Einbau einer V_2A -Stange in die Rührwerke usw.). Ich würde vorschlagen, daß wir jetzt unmittelbar das gesamte Aluminiumoxyd für eine neue Ofenfüllung der IT-Anlage + dem für die Ergänzung der jetzigen Ofenfüllung, d.h. im Ganzen ca. 400 kg Aluminiumoxyd in den nächsten 10 Tagen fertigstellen. Leute dazu sind eingeteilt. Aus diesen Mengen Aluminiumoxyd würde erstmals schnellstens die zur Regenerierung notwendigen ca. 100 kg Kontakt bereitet.

Fertigstellung in etwa 14 Tagen. Die Mengen für eine künftige neue Ofenfüllung würden im Laufe der dann anschließenden Wochen langsam gemacht werden.

Auf schnellstem Wege werden jetzt in den kleinen Versuchsöfen die Fragen der Beeinflussung der Kontaktaktivität durch das Beimischungskorn geklärt. Versuchsprogramm hierfür liegt fest. Sobald wir hier klar sehen - hierzu könnte allerdings noch eine gewisse Zusammenarbeit mit der Firma Koppers gehören - sollte man die LT-Anlage stillsetzen, den Ofen entleeren, die Gasverteilungsumänderung machen und die neue Ofenfüllung evtl. schon mit neuem Beimischungsmaterial nach Einbau der neuen Gasverteilung vornehmen. Das Versuchsprogramm zusammengefaßt lautet also folgendermaßen:

- 1.) Fertigstellung der verlangten 2 t Toluol.
- 2.) Fertigstellung von ca. 150 kg Kontakt direkt, 400 kg Kontakt für eine neue Ofenfüllung im Laufe der nächsten 4 - 6 Wochen.
- 3.) Klärung der Frage der Beeinflussung der Kontaktaktivität durch Beimischung.
- 4.) Stillsetzen des Ofens in ca. 14 Tagen und Einbau einer entsprechenden Gasverteilung.
- 5.) Wahrscheinlich gleichzeitig Änderung des Beimischungsmaterials.

Im halbtechnischen Betrieb werden wir weiter noch die Frage des geeigneten Konstruktionsmaterials für die GLT-Öfen prüfen und gleichzeitig, soweit wie möglich, diese Versuchsgruppen benutzen, um die Beeinflussung durch das Beimischungsmaterial klarzustellen.

Ddr. M.
" A.

