

1. Me h
2. Rau
E01220
243
PZ 79

Aktennotiz 596

über die Besprechung mit

Verfasser: Schuff
Durchdruck am: Anwesende

in Holten am 7. Jan. 1941

Anwesend:-----
Martin
Alberts
Hagemann
v. Asboth
Feißt
Heger
Neweling
Roelen
Tramm
Schuff

Zeichen: Datum:
Schu/Mi. 14.1.41

Betrifft: Neues Projekt Ruhrbenzin.

Eingangs teilt Martin mit, daß als Folge erhöhter Auflagen, die dem Bergbau gemacht werden, mit einer Verteuerung von Kohle bzw. Koks bis etwa 4.- RM/t zu rechnen ist, womit für uns auch die Energiepreise höher werden. Unter diesen Umständen muß RB, auch im Hinblick auf die örtliche Lage, unter allen Umständen ein Veredelungswerk werden. Bei der Herstellung normaler Syntheseprodukte kann RB nicht bestehen im Gegensatz zu den Werken, die im Anschluß an eine Kokerei oder auf Braunkohle gebaut haben und damit Vorteile genießen, die für uns von vornherein in Wegfall kommen.

Zunächst unabhängig von den neuen Vorhaben ist die Erstellung von 3 Generatoren vordringlich als Vorbedingung zur Ausnutzung der vorhandenen Anlagekapazität. Demag kann den 1. Generator in 13 Monaten, den 3. Generator in 15 Monaten liefern. Zu den mit 6 - 8 Monaten angegebenen Lieferzeiten der französischen Gesellschaft bemerkt Alberts, daß sich dies ohne Montage, Verbindungsleitung und Isolierung versteht und daß er zudem allein für die Verhandlungen bis zur Klarstellung 3 Monate rechnet.

Es werden infolgedessen die Demag-Generatoren bestellt und zwar so, daß sie auch für Hüttenkoks geeignet sind.

Als nächste Etappe müssen die Einrichtungen für den Kreislauf in der Mitteldruck-Synthese fertig werden, um die Oxo-Synthese in Gang setzen zu können. Zum Kreislauf selbst bemerkt Alberts, daß bei der vorgesehenen Fahrweise in der Mitteldruck-Synthese entscheidend der Energieverbrauch für die Kompression des gesamten Wassergases ins Gewicht fällt, der unter Berücksichtigung einer Dampfmindeherzeugung etwa 60% mehr betragen wird als heute. Bei uns ist dieser Mehraufwand nur herauszuholen durch die Erlössteigerung der erhaltenen Veredelungsprodukte. Eine sicher zu erwartende bessere Verflüssigung bei Wassergasbetrieb sollte zunächst nur als Sicherheitsfaktor betrachtet werden. Der von Hoesch vorgesehene Kreislaufbetrieb mit Synthesegas trägt sich wohl ehen, wobei aber wesentlich ist, daß durch Anwendung der Heißraffination das Benzin bis 200° siedend direkt abgesetzt werden kann.

Heger gibt eine kurze Übersicht über 116 Tage Laufzeit des Ofens 10 mit Druck-Wassergas-Kreislauf. Bei normaler Belastung d.h. 1000 Nm³/h auf das Volumen des Großofens gerechnet, durchlief der Ofen eine Temperaturspanne von 193 - 209°. Das Durchschnittsergebnis lautet:

Kontraktion	53,4 %	Benzin - 200°	50,3 Gew%
CO-Umsatz	47,6 %	Öl 200/320°	25,9 "
H ₂ -Umsatz	74,6 %	Paraffin > 320°	23,8 "
CO+H ₂ -Umsatz	62,7 %	Benzin-Olefingehalt	60,5 "
pr.Verflgr.	79,1 %	Öl-Olefingehalt	42,0 "
Ausbeute WG./IG. 91,0/104,5%			

Um die Jahreswende wurde Ofen 10 mit einer nur etwa 20% höheren Belastung weiter gefahren entsprechend dem Durchsatz von 75 000 Nm³/h Wassergas durch 63 Öfen der Mitteldruck-Anlage. Hiervon lagen Mittelwerte über 5 Tage vor. Die Temperatur betrug 220°. Die zugehörigen Daten lauten:

Kontraktion	57,8 %	Benzin - 200°	60,0 Gew%
CO-Umsatz	53,5 %	Öl 200 - 320°	25,0 "
H ₂ -Umsatz	82,5 %	Paraffin > 320°	15,0 "
CO+H ₂ -Umsatz	69,3 %	Benzin-Olefingehalt	50,0 "
pr.Verflgr.	70,0 %	Öl-Olefingehalt	42,0 "
Ausbeute WG./IG. 92,0/106,0%			

Entsprechend der hohen Temperatur stieg zwar der Umsatz, aber gleichzeitig auch die Vergasung ($\text{CO}_2 + \text{CH}_4$) und damit das Benzin auf Kosten des Paraffinanteils. Die Ausbeute ist praktisch dieselbe geblieben. Mit Rücksicht auf den kurzen Versuchsausschnitt, das Alter der Kontakte und die vorherige Fahrweise wäre es verfehlt mit dieser Zahl schon zu rechnen. Tramm bemerkt, daß nach seinen Untersuchungen die Neutralisationszahlen der Primärprodukte relativ hoch liegen und mit der Alterung der Kontakte zunehmen. Nach Heger stehen denen die weit niedrigeren Zahlen des Labors Velde gegenüber. Martin bittet, zunächst die Widersprüche aufzuklären, wobei in erster Linie die Untersuchungsmethoden verglichen werden sollen.

Die Weiterverarbeitung der Produkte wird an Hand von Schema VIII besprochen. Bezüglich der hier eingesetzten Primärprodukte wird nochmals bemerkt, daß man bisher maximale Zahlen eingesetzt hat, im Hinblick auf die Auslegung der Apparaturen. Die wirklich erreichbaren Zahlen werden vielleicht 5 - 6 % geringer sein, also 75 000 jato flüssige Produkte betragen, davon in der Mitteldruck-Kreislauf-Synthese etwa 60 000 jato, in der Normaldruck-Synthese 15 000 jato. Ausserdem wird mit 9 - 10 % in der Kreislauf-Synthese und 16 % in der Normaldruck-Synthese an Gasol gerechnet.

Es wurden mit der Vorbehandlung der Primärprodukte d.h. der Dehydratisierung der darin enthaltenen Alkohole zusammenhängenden Fragen erörtert. Gegen die an sich erstrebenswerte Durchführung in flüssiger Phase werden Bedenken vorgebracht. Es muß dabei unter Druck gearbeitet werden um C_5 flüssig zu halten. Es müssen korrosionsfeste Apparaturen, wahrscheinlich mit Silberauskleidung in Anwendung kommen. Tramm weist darauf hin, daß man bei einer Arbeitstemperatur von 150° dann Bedingungen hat, wie sie für die C_5 -Polymerisation günstig sind, bei denen schon 90% Umsatz erreicht werden. Ebenso kann Isomerisierung eintreten, sodaß bei den herzustellenden Schmierölen schlechtere Viskositätspolhöhen erzielt werden. Tramm berichtet weiter über die Vorbehandlung in der Dampfphase über Tonscherben bei 380° . Roelen befürchtet dabei nach Auskünften der I.G. Ludwigshafen ebenfalls eine Isomerisierung.

1222

Nach Tramm's Ergebnissen ist dies nicht der Fall, einwandfrei aus den Polhöhen der aus so vorbehandelten Kohlenwasserstoffen hergestellten Schmierölen ergibt. Starke Verschiebungen der Doppelbindungen und damit schlechte Polhöhen bis zu 3 in den erhaltenen Schmierölen ergeben sich z.B. bei Verwendung von aktiviertem Aluminiumoxyd bei Temperaturen von 240°. Aussichtsreich ist auch die Vorbehandlung über Zinkchlorid, über die Tramm in der Besprechung vom 27.11. berichtete. Kontinuierliche Versuche darüber sind in den Laboratorien von Tramm und Roelen im Gange.

Festgelegt wurde, daß nicht das Gesamte Produkt der Kreislaufsynthese vorbehandelt werden muß, sondern nach der destillativen Aufteilung nur die zur Schmieröl-Synthese bzw. C₅-Polymerisation gehenden Anteile, da die Oxosynthese die Gasölfraction direkt verarbeiten kann.

Weiterhin wird festgelegt, daß die Oxosynthese unter Berücksichtigung einer Mitverarbeitung von Olefinen der Hoesch-Anlage auf einen um etwa 10 000 tate vermehrten Einsatz von Gasöl von ca. 35 000 tate ausgelegt wird. Über das Eisenkontingent von 2 500 t muß bis 5.2. 41 verfügt sein.

Zur Schmierölsynthese fragt Martin, ob die erforderliche Qualität erreicht wird. Tramm betont, daß dies lediglich eine Frage der Vorbehandlung ist. So lagen die Polhöhen von Ölen, die aus einer gut vorbehandelten Fraktion C₅-C₁₀ erhalten waren, bei 1,65 - 1,59. Es wird bemerkt, daß dies auch für den Großbetrieb zu erwarten ist, da bisher nur unbedeutende Differenzen zwischen Betriebs- und Laborergebnissen aufgetreten sind.

Zu dem unterschiedlichen Verhalten der bei der Kreislauf-Synthese mit Wassergas und bei geradem Durchgang mit Synthesegas erhaltenen Olefine bei der Polymerisation zu Schmierölen bemerkt Hagemann, daß als einzige Erklärung nur denkbar ist, daß zwar in beiden Fällen zunächst ein Gemisch von end- und mittelständigen Olefinen entsteht, die für eine gute Polhöhe erforderlichen endständigen Olefine aber bei Verwendung des H₂-reichen Synthesegases bevorzugt weiter hydriert werden. Tramm berichtet über Versuche, bei denen die zur Schmieröl-Synthese geeigneten Olefine verdünnt wurden und dabei die gleichen Ausbeuten wie in unverdünntem Zustand ergaben. Es ist also nicht die geringere Olefinkonzentration der mit Sy-Gas erhaltenen Kohlenwasserstoffe, sondern die Eigenart der Olefine

101924

selbst die Ursache für die schlechtere Qualität.

Die katalytische Spaltanlage muß bei Hereinkommen von Hoeschprodukten statt für 32 000 nun für 40 000 Jato ausgelegt werden. Die Alkohole in dem nicht vorbehandelten über die Oxo- und Paraffin-Anlage kommenden Einsatzmaterial werden an dem dehydratisierend wirkenden Kontakt sersetzt. Tramm erhält den Auftrag, versuchsweise Alkohole über diesen Kontakt zu spalten.

Tramm berichtet kurz über die über 400 h. laufenden C₅-Polymerisationsversuche. Dabei wurden etwa 400 kg Polymerisat/kg Kontakt erzeugt. Die Arbeitstemperatur beträgt 150°. Ein C₅ aus der katalytischen Spaltung ergab hierbei:

unter 60°	15 %
60 - 165°	65 %
165 - 200°	15 %
über 200°	5 %

Die Verarbeitung von C₃ ist in Schema VIII zunächst offen gelassen. Aus Qualitätsgründen kann C₃-Polymerisat nicht mit in das Fliegerbenzin genommen werden. Die Verarbeitung auf Isopropyl- bzw. Butylalkohol wurde früher erwogen. Auf der anderen Seite ist die OZ des Autobenzins mit 60 ungenügend. Es müssen mindestens 65 erreicht werden, um mit 0,4 Bleizusatz auf die für Fahrzwecke geforderten 74 OZ zu kommen. Rechnungsmässig wäre es hierfür erforderlich, das gesamte C₃ zu polymerisieren. Da aber nach Martin die C₃-Olefine bereits der IG angeboten wurden und einen hohen Wert darstellen, - in der Diskussion wurde er auf 40 - 45 Rpf/kg beziffert - so sollen wenigstens 3 000 t C₃-Olefine d.i. 50% des Anfalls für den Verkauf frei gemacht werden. Die andere Hälfte wäre zu polymerisieren und dem Autobenzin zuzusetzen.

Da auch die Menge Autobenzin noch unerwünscht hoch ist, schlägt Martin vor, das C₈ und C₉ der Primärprodukte über die katalytische Spaltung zu verwerten, falls es nicht möglich ist, Paraffinöl von Hoesch zusätzlich katalytisch zu spalten. Tramm soll nochmals Versuche hierzu machen. C₈ und C₉ könnten auch in der stillzulegenden Dubbe-Anlage durchgesetzt werden, so daß wieder etwas Äthylen gewonnen würde. Tramm erwähnt kurz die Vacuumspaltung, die mit sehr hohen Ausbeuten arbeitet. Dabei fallen an:

42 % Äthylen
36 % C ₃ - u. C ₄ -Olefine
10 % hochwertige Benzine
12 % Gas und Verluste.

6
101225

1284

Das Verfahren ist aber zunächst nicht betriebsreif. Schliesslich soll für später einem Vorschlag von Hagemann entsprechend geprüft werden, ob es evtl. vorteilhaft ist, C₈ und C₉ über die Chlorierung und Salzsäureabspaltung zu Olefinen umzuwandeln, die in die Schmieröl-Synthese eingesetzt werden können. In diesem Zusammenhang wird allgemein die Frage der Dehydrierung der Primärprodukte kurz erörtert. Hierdurch würde eine weitgehende Bewegungsfreiheit für die Weiterverarbeitung erreicht.

Die zur Hydrierung des Fliegerbenzins laufenden Versuche zeigen in der Gasphase noch keine voll befriedigenden Ergebnisse. In der Flüssigphase dagegen geht die Hydrierung glatt vor sich.

Kurz wird über die Verarbeitung der über 320° siedenden Fraktion gesprochen. Die für die Raffination des Hartwachses erforderlichen Mengen an Tonsil und die dabei entstehenden Verluste sind auf die Dauer nicht tragbar. Weiterhin hat sich ergeben, daß die aus der Wassergas-Kreislauf-Synthese über Co-Kontakten, insbesondere aber über Fe-Kontakten erhaltenen Produkte auf dem bisherigen Wege überhaupt nicht mehr raffiniert werden können. Vor einiger Zeit wurde daher vorgeschlagen, die Raffination des Hartwachses durch die Hydrierung zu ersetzen. Vorversuche hierzu im Labor Velde haben günstige Resultate ergeben. In das weitere Programm wurden auch die vorher genannten Paraffine einbezogen. Im Labor Tramm sind ebenfalls Versuche zur Raffination des Hartwachses durch Hydrierung angesetzt worden. Eine weitere Frage ist die, ob die höher molekularen Alkohole im Paraffin bei der Verarbeitung auf Tafelparaffin stören z.B. die Kristallisationsfähigkeit beeinflussen. Es soll daher untersucht werden, ob z.B. eine hydrierende Vorbehandlung des Ausgangsmaterials erforderlich ist und zum Ziele führt. Entsprechende Versuche sind im Labor Roelen im Gange.

K. Löffel