PHOTOG A

N A

MICROFI

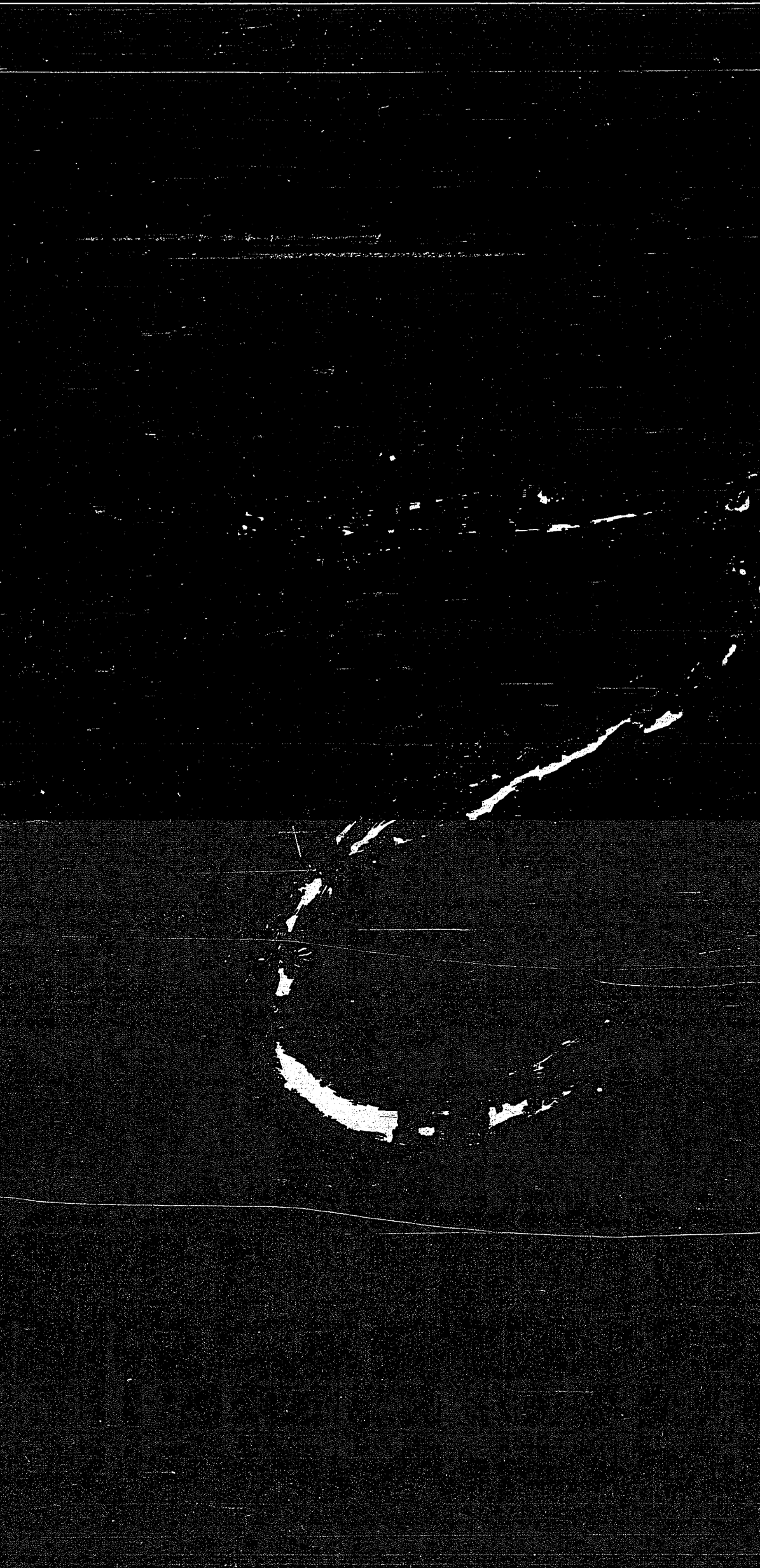
APHED

VY 100

LM SEC

BY

TION





NPA 17

START

CODE DESIGNATIONS AND ROLL NUMBER

2

SENDING STATION CODE DESIGNATION	ROLL NUMBER	RECEIVING STATION CODE DESIGNATION

DATE PHOTOGRAPHED

MAY 29 1945

BAG #2168

C. I. O. S.

TARGET NO.

30/4.03

LUDWIGSHAFEN - OPPAU

9.

Isopropyl - Ether

2168 - 30/4.03





2168 - 30/4.03

2. katalytische Dehydrierung:
1 Gasbehälter für Spaltgas 3000 m^3
1 Gasbehälter für Spülgas 1500 m^3

3. Di-Iso-Propyläther-Herstellung:
2 Waschtürme für Schwefelsäure 1000 ø 6000 hoch 40 at
2 Laugetürme 1000 ø 6000 hoch 15 at
1 Kolonne zur Abtrennung von Di-Iso-Propyläther und Propylalkohol aus Wasser, 1600 ø 1 at
1 Kolonne zur Trennung von Di-Iso-Propyläther und Propylalkohol
verschiedene Abscheider.

b) Nebenanlagen:
Rückkühlwerk, Dampf- und Stromerzeugung, Rohrbrücken, Geleise, Strassen, Heizgasfabrik, Linde-Fränkel-Anlage, Tanklager für ca. 5000 m^3 Fertigprodukt,

Spezmetalle: Cr 15 t, Ni 1 t, Silber 15 kg, Cu 80 t, Al 80 t, Zn 5 t, Sn 3,5 t, Pb 120 t, Molybdän 2,5 t, Hg 2 t, Mangan 0,3 t, Vanadium 0,5 t,
Natur-u. Kunstkautschuk für a) Kabel 10 t, b) sonstige Isolierungen 5 t,
Dieselöl 45.000 kg, Vergaserkraftstoffe 22.500 l
An Metall für den Kontakt ist erforderlich: 35 kg Cr. für 1 m^2 Kontakt.

Kardexkarte Nr. 530 CH K 2280
Jan. | Febr. | März | April | Mai | Juni | Juli | Aug. | Sept. | Okt. | Nov. | Dez. | 1 | 2 | 3 | 4

II. Karte:

Anlagenteile:

a) Hauptanlagen:

1) Dehydrierung auf dem Chlorweg:

Chlorierung: 2 Chlorierungseinheiten, hauptsächlich Kühler,
1 Kolonne zur HCL-Entfernung 2400 Ø 2o at4,
1 " " C_3H_6-Abtrennung, 2800 Ø 15 at4
1 " " C_3H_5Cl-Abtrennung, 2200 Ø 4 at4
1 Kolonne zur Reinigung von $C_3H_6Cl_2$ 1400 Ø 1 at4

Chlorwasserstoffabs-paltung:
1 Ofen mit ca. 15000 m Rohr 2o Ø 2o at4
600 °C mit Wärmeaustauschern,
1 Kolonne für HCL-Abtrennung 1000 Ø 2o at,
1 " " C_3H_6-Abtrennung 1000 Ø 16 at,
1 " " C_3H_5Cl-Reinigung 800 Ø 4 at,
1 Ofen mit ca. 5000 m Rohr 2o Ø 2o at,
600 °C mit Wärmeaustauschern,
1 Kolonne für HCL-Abtrennung 800 Ø= 2o at,
1 " " Allylchlorierung-Abtrennung 1000 Ø 1 at
1 " " Trennung von α und β Allylchlorid
1400 Ø, 1 at
HCL-Oxydation für ca. 75.000 jato HCL, bestehend aus 1o Öfen, 5000 Ø Waschern und Zubehör.

2. katalytische Dehydrierung:
8 Öfen, ca. 3000 Ø 3000 hoch, 1 at, mit Wärmeaustauschern, Kreislaufgebläsen,

Kardexkarte Nr. 530 CH
Jan. | Febr. | März | April | Mai | Nov. | Dez. | 1 | 2 | 3 | 4
K 2260
Di-Isopropyläther Heydebreck

Roh-und Betriebsstoffe:

Kontaktbedarf: für HCL-Oxydation
eretmaliger Einsatz 1.5oo t(70% $FeCl_3$)(3o% KCl)

Energiebedarf: Strom 2oo.ooo kW/Tag Eigenerzeugung u.Fremdbezug,
Wasser 5o.ooo m^3/Tag Eigenbeschaffung
davon 4o.ooo m^3/Tag dch.Rückkühlung wiedergewonnen.
Dampf: 11 to/h mit 13 ata) Eigenerzeugung
11 to/h mit 3 ata)
Kraftgas: 62o.ooo m^3/Tag mit Hu = 1.4oo WE/m^3
Eigenerzeugung für Heizzwecke

Kohlebedarf:
Energiekohle 75.ooo jato,
Vergasungskohle 8o.ooo jato

Fertigerzeugnisse: a)Di-Isopropyläther 63.ooo jato (Siedegrenzen (65 - 75°C, OZ 98
b)Allylchlorid 16.8oo jato

Verwendung: des Di-Isopropyläthers als Fliegertreibstoff,
des Allylchlorids als Vorprodukt für die Glycerin-Herstellung.

siehe Karte II.

Kardexkarte Nr. 530 CH
K 2260
Jan. | Febr. | März | April | Mai | Juni | Juli | Aug. | Sept. | Okt. | Nov. | Dez. | 1 | 2 | 3 | 4

RWA:

Sachbearbeiter: Ob.Ing.Waellnitz/Ob.Ing.Giehne.

Betriebsleiter:

Betriebsingenieur:

Kapazität: etwa 63.000 jato Di-Isopropyläther und
16.800 jato Allylchlorid

Baureifeerklärung: 9. 9. 43.

Voraussichtliche Inbetriebnahme: 1. 1. 1946
Voraussichtliche Vollproduktion: 1. 7. 1946

Gesamtinvestierung: 38.500.000,- RM,
davon 9.000.000,- RM bautechnisch und
29.500.000,- RM maschinentechnisch

Finanzierung doh:

Materialbedarf: ~~DE~~ 7.200,- t(Wog Gewicht) ME 26.500 t Wog Gewicht

Roh - und Betriebsstoffe: 70.000 jato C_3H_6 aus O/S Hydrierwerken,
12.000 " Cl_2, aus Werk Heydebreck,
1.400 m^3/h O_2, " " " " "

Kontaktbedarf: für katalytische Dehydrierung

a) für erstmaligen Einsatz 30 m^3
b) " die ersten 2 Jahre 800 m^3
nach Inbetriebnahme

Kardexkarte Nr. 530 CH K 2280

Jan. | Febr. | März | April | Mai | Juni | Juli | Aug. | Sept. | Okt. | Nov. | Dez. | 1 | 2 | 3 | 4

Di-Isopropyläther Heydebreck

2168 - 30/4.03

ABTEILUNG MINERALÖL

Einschreiben !

Reichsluftfahrtministerium
Abteilung GL 5
z.H.v.Herrn Oberstabsingenieur
Mücklich

Berlin W 8
Leipzigerstr.7

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 StGB.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postbeförderung als „Einschreiben".
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter gesichertem Verschluß.

Dr.Ri/Bt. 29.9.42

: Isopropyläther.

Gelegentlich einer Besichtigung der galizischen Raffinerien erfuhr der Rechtsunterzeichnete, dass in der Raffinerie Polmin in Drohobycz eine Menge von 15 to Isopropyläther lagert. Dieser Isopropyläther ist amerikanischer Herkunft und wurde für die Herstellung von Flugbenzinen an die Polen geliefert. Wir konnten in Erfahrung bringen, dass folgende zwei Flugbenzintypen unter Verwendung von Isopropyläther hergestellt werden sollten:

1) Flugbenzin O.Z. 86
85 % Grundbenzin O.Z. 60-63
(50 % - 100 ° Endp. 150 ° C)
15 % Isopropyläther
0,85 cm³ Bleitetraäthyl

2) Flugbenzin O.Z. 96
50-50 % Grundbenzin O.Z. 60-63
40-50 % Isopropyläther
0,85 cm³ Bleitetraäthyl

Der jetzt sehr lange lagernde Isopropyläther ist in seinen Eigenschaften, insbesondere durch Peroxydbildung, vermutlich erheblich verändert. Wir werden der Polmin von uns aus noch Vorschriften über die genaue Untersuchung des Isopropyläthers zusenden.

Wir möchten darauf aufmerksam machen, dass der Abtransport des Äthers wegen der gebildeten Peroxyde möglicherweise nicht ungefährlich ist. Diese letztere Frage wird von uns noch geprüft.

Heil Hitler !

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

ges. Bütefisch ges. ppa Ringer

Du.Dir.Dr.Müller-Cunradi
Dir.Dr.Giesen
Dir.Dr.Herold

18

2168 - 30/4.03

Abschrift.
GB

KARPATEN OEL A.G.
Raffinerie Drohobycz-Ost
Drohobycz.

An die
I.G. Farbenindustrie A.G.
Abteilung Mineralöl

Berlin NW. 7

Dr.Ri/Dr.Tr/Fsch. 27.11.42 Ing.Bl/K. 29.1.1943

Betr.: Isopropyläther.

In Beantwortung Ihres Schreibens teilen wir mit, daß der bei uns lagernde Isopropyläther nach der von Ihnen eingesandten Methode untersucht wurde.

Der Gehalt an Peroxyd /berechnet als H_2O_2 / ist 0.0032 g in 100 ccm.

Heil Hitler !
Unterschrift.

D.a. Herrn Dr. Krekeler ,Op.

2168 - 30/4.03

Dr.Ri/GB

Betr.: Isopropyläther.

In einer kürzlichen Besprechung im RLM teilte Herr [illegible] mit, daß die Motoruntersuchungen mit dem Isopropyläther bestätigt hätten, daß der Isopropyläther dem Isooktan/Alkylat in der Überladefähigkeit überlegen sei. Ferner habe das RLM die früheren Bedenken gegen Isopropyläther wegen des schlechteren Heizwertes, der Wasserempfindlichkeit und der Peroxydbildung für die in Frage kommenden Konzentrationen fallen gelassen. Das RLM sei heute der Ansicht, daß der Isopropyläther eine sehr günstige nicht aromatische Komponente für die Herstellung von Flugtreibstoffen sei.

Die gleiche Mitteilung ist an das Reichsamt gegangen mit dem Wunsch, daß eine größere Menge Isopropyläther hergestellt werde, allerdings ohne Anrechnung auf die Isooktan/Alkylat-Produktion.

Wir bitten um Mitteilung, in welcher Weise Sie beabsichtigen, die Herstellung von Isopropyläther weiterzuverfolgen.

ABTEILUNG MINERALÖL

Rieß

16

2168 - 30/4.03

Erfolgreiche Anregungen (Hf. v. 8.5. u. Antw.) soll ich Ihnen schon mitteilen gebeten haben.

(Dr. Ertel-Rücksprache)

Ludwigsh. 14.5.43

I.G.Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Abt.Mineralöl
z.Hd.v.Herrn Dr. R i n g e r
B e r l i n NW 7
Unter den Linden 78

Einschreiben!

Dr.Ri/OB 11.5.43 MC/Bn. 26. Mai 1943

Isopropyläther.

Auf Ihr Schreiben vom 11.5. möchten wir Ihnen folgendes antworten:

Wir hatten bereits vom Reichsamt das beiliegende Schreiben vom 8.5. erhalten, auf das wir die vorläufige Antwort, die ebenfalls beiliegt, gegeben haben.

Inzwischen hat Herr Dr.Kranepuhl telefonisch die Eisenzahlen angemahnt, und wir haben geantwortet, daß wir mit der Ermittlung beschäftigt sind.

Unsere bisherigen Untersuchungen haben ergeben, daß sich die genannte Menge von 60 000 to Propan aus Blechhammer in vernünftiger Weise in Heydebreck verarbeiten läßt, da es sich aber um ein umfangreiches Projekt handelt, wird sich ein klarer Überblick über die Investierungen erst in einiger Zeit ergeben. Wie Ihnen bekannt ist, projektieren wir zu gleicher Zeit die Verarbeitung von 20 000 to Butan auf Butadien. Wir wollen die beiden Projekte vereinigen, insbesondere im Hinblick darauf, daß notfalls auch die Propananlage auf Butadienherstellung umgestellt werden kann.

Daneben prüfen wir, ob wir nicht auch für einen Teil der Propanverarbeitung unsere Äthan-Äthylen-Anlage erweitern sollen. Herr Dr.Conrad hat in der letzten Zeit mit großem Erfolg sein 4-Stufen-Verfahren auf die Propandehydrierung angewendet und fährt z.Zt. einen Dauerversuch.

Im ganzen gesehen hoffen wir, das Projekt mit relativ niedrigen Investierungen durchführen zu können. Sobald unsere Unterlagen vollständiger sind, werden wir Ihnen nähere Angaben machen.

Heil Hitler!

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez: ppa.Winkler gez: Müller-Cunradi

Durchschlag an:
Herrn Dir.Dr.Schneider,
Herrn Dir.Dr.Goldberg
Herrn Dr.Krekeler ✓
Herrn Dr.Ertel

14

4168 - 30/4.03

Dr.Müller-Cunradi

Einschreiben !

Herrn
Direktor Dr. S c h n e i d e r
L e u n a W e r k e
Krs.Merseburg

den 26. Mai 1943 MC/Bl.

Sehr geehrter Herr Doktor!

Beiliegend übersende ich Ihnen ein Schreiben der Abteilung Mineralöl, Berlin, und unsere heutige Antwort mit zwei dazu gehörigen Anlagen.

Zu Ihrer weiteren Orientierung möchte ich noch folgendes hinzufügen. In meinem Brief vom 12.3.43 an Sie über Allylchlorid / Glycerin und die damit zusammenhängenden Fragen hatte ich dargelegt, wie wichtig uns die Umstellung der Glycerin-Fabrikation auf den Rohstoff Propan erschiene. Für diese Bestrebungen kommt uns nun jetzt das Isopropyläther-Projekt sehr gelegen und zwar deshalb, weil man sich die Herstellung des Propylchlorids (für Propylen/Isopropyläther) sehr erleichtert, wenn man einen gewissen Anfall an Dichlorpropan (für Allylchlorid) in Kauf nimmt. Wir rechnen, daß wir bei dieser günstigsten Fahrweise etwa 75% Propan in Monochlorid und 25% Propan in Dichlorid überführen. Es erhebt sich dann allerdings die Frage, wie die dann ausfallende Menge Isopropyläther ersetzt wird. Natürlich träte an sich kein Ausfall ein, wenn man das auf den Glycerinsektor bisher eingesetzte Propylen (aus Propylalkohol) der Verarbeitung zu Äther zuführte. Nach den Richtlinien, die Sie mir jedoch bei unserer letzten Unterredung gaben, sollte als vernünftigste Lösung angestrebt werden, den Propylalkohol als Lösungsmittel zu verwenden. Um das zu erreichen, wäre es notwendig, weitere 10 000 to Propan zu beschaffen. Ich glaube, dass das auch durchführbar wäre, nachdem es jetzt gelungen ist, für das Butadienprojekt des Chemiesektors 20 000 to Butan freizugeben.

Wir wollten im gegenwärtigen Augenblick noch keinen Vorstoß in dieser Richtung machen, sondern erst abwarten, wie unser Projekt nach Durcharbeitung im Ganzen aussieht. Sobald unsere Unterlagen fertig sind, werde ich Ihnen diese unterbreiten.

Mit den besten Grüßen und Heil Hitler!
Ihr
sehr ergebener
gez: M.Müller-Cunradi

Ø Herrn Dir.Dr.Goldberg
" Dr.Krekeler I V
" Dr.Ertel.
4 Anlagen.

15

2168 - 30/4.08

97 9 65
53000 - 8000

40.000 Jute Pumpen wurden produziert
(44.05)
20.000 Stromerzeuger dafür

wurden 40.000 Jute und 10.000
Aggregate zum Feuern benötigt.
26,5

= 16.500 Aggregate / 95% Pumpen

100 Tc Aggregate = 86,7 Jute Pumpen
16500 = 14300 Jute Pumpen

Pumpen Jute 16000 Jute Pumpen wurden
(160.06)
produziert 790 = 6400 Jute
750

Diese Pumpen 1/2 Jute = 51
[102]

Aus 990.000 Jute Pumpen 13300 Jute
Pumpen

= 10700 Jute Pumpen
bei 95% absolute
10000 Jute Pumpen = 11000 Jute 13

-168 - 30/4.03

Dr.Müller-Conrad

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Stickstoff-Abteilung

Einschreiben !

Herrn
Direktor Dr. S c h n e i d e r
L e u n a W e r k e
Krs.Merseburg

den 1. Juni 1943 30/Br

Sehr geehrter Herr Doktor!

Im Nachgang zu meinem Schreiben vom 25.5. möchte ich Ihnen heute mitteilen, zu welchen Ergebnissen unsere weiteren Ermittlungen über das Isopropylätherprojekt geführt haben.

Wir sind also davon ausgegangen, daß 50 000 Jato Propan auf Äther verarbeitet werden und daß weitere 10 000 Jato Propan, die gegebenenfalls zusätzlich zu beschaffen wären, auf Allylchlorid verarbeitet werden. Wir haben vorgesehen, 40 000 Jato Propan über den Chlorweg und 30 000 Jato über die stufenweise Dehydrierung nach dem Verfahren Dr.Conrad zu verarbeiten. Es würden dann anfallen 63 000 - 66 000 Jato Äther und 16 500 Jato Allylchlorid, die etwa 13 000 Jato Glycerin entsprechen. Die Investierungen und der Eisenverbrauch, für die ich eine Einzelaufstellung beilege, haben ergeben etwa 35 Mill. Mark und 20 000 to Eisen.

Wir wollen nach Möglichkeit die Chloranlage so projektieren, daß sie auf Butadien umgestellt werden kann. Es könnten dann in ihr etwa 25 000 Jato Butadien erzeugt werden.

Die Einzelangabe über Kosten und Eisen stellt naturgemäß zunächst nur eine Schätzung dar und wird gegenwärtig in Heydebreck zur Berücksichtigung der örtlichen Verhältnisse überprüft.

Nach einer Äußerung von Herrn Obenaus, der gestern bei Herrn Dr.Schierenbeck in Oppau war, ist leider anzunehmen, daß infolge Verschlechterung der Eisenlage das Projekt kaum zur schnellen Ausführung kommen wird. Herr Dr.Kranepuhl mahnt allerdings in einem heute eingegangenen Telegramm die Unterlagen an. Ich denke, daß wir in wenigen Tagen den Bescheid von Heydebreck haben werden und hätte

- 2 -

4299-9132-1M-3119.

Durchschlag

2168 - 30/4.03

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.
Stickstoff-Abteilung

Herrn Dir.Dr.Schneider, Leuna MC/Bn. 1.6. 2

dann keine Bedenken, die obigen Angaben, aber ausdrücklich als eine Schätzung bezeichnet, abzugeben, wenn Sie damit einverstanden sind. Wir werden an Herrn Dr.Kranepuhl antworten, daß unsere Ermittlungen vor dem Abschluß stehen.

Mit den besten Grüßen und Heil Hitler!

Ihr

sehr ergebener

gez: Müller-Cunradi

1 Anlage

Durchschlag an:
Herrn Dir.Dr.Goldberg,
Herrn Dr.Krekeler I
Herrn Dr.Ertel.

4299-9132-1M-3119

Durchschlag

Anlagekosten:

Dehydrierung nach Dr. Conrad:			
Anlage	7,7 Mill.	7 100 t	Eisen
Waschanlage	1,0 "	1 000 "	"
Kontaktherstellg.	0,5 "	300 "	"
Chlorierung und Abspaltung	6,0 "	5 000 "	"
HCl-Oxydation	8,5 "	6 000 "	"
Diisopropyläther aus Propylen	2,0 "	1 800 "	"
Propan-Leitung Blechhammer-Heydebreck	0,5 "	250 "	"
Tanklager für Diisopropyläther	0,5 "	250 "	"

Allgemeine Kosten:

1/2 Dampfkessel, Heizgasgeneratoren f.Heizgas, Kühlwerksanteil, 1/2 System Linde-Fränkl-Anlage zur Gewinnung v.Sauerstoff, Gleise, Rohrbrücken, Energieleitungen und Verteilg. Kanalisat., Straßen, Geländeaufschluß, Werkstätte, Labor, Bauprovisorium	8,0 "	6 200 "	"
	34,7 Mill.	27 900 t	Eisen

2168 - 30/4-03

Herrn Dr.Krahnepühl
Reichsamt für Wirtschaftsausbau

B e r l i n W 9
Saarlandstr.128

MC/R 12.Juni 1943

Sie haben an uns die Anfrage gerichtet, mit welchem Aufwand die Erstellung einer Anlage für Di-Isopropyläther in Heydebreck auf Basis 60000 Jato Propan von Blechhammer errichtet werden kann. Unsere Ermittlungen haben ergeben, dass hierzu etwa eine Investierung von 35 Mio Mark und ein Eisenaufwand von 28000 t Eisen notwendig ist. Naturgemäss sind diese Angaben zunächst noch mit einer gewissen Unsicherheit behaftet.

Zu Ihrer Orientierung möchten wir noch hinzufügen, zu welchem allgemeinen Aufbau des Projektes wir gekommen sind. Seit den im Vorjahr stattgefundenen Erörterungen über die Herstellung von Butylen aus Butan hat sich durch weitere Arbeiten ergeben, dass man auch aus Propan auf dem Wege der katalytischen Dehydrierung in recht guter Ausbeute Propylen erhalten kann. Wir haben seit einiger Zeit eine Versuchsanlage dafür nach dem 4-Stufen-Verfahren von Dr.Konrad in Betrieb und sind der Meinung, dass dieses Verfahren schon bei dem vorliegenden Projekt eingesetzt werden kann. Es ergibt sich dabei der glückliche Umstand, dass wir diese Anlage zweckmässig an die im Aufbau befindliche Äthanspaltanlage angliedern können. Wir haben in unserem Projekt vorgesehen, dass 30000 Jato des Propans auf diesem Wege verarbeitet werden sollen; für die restlichen 30000 Jato haben wir den Chlorweg vorgesehen. Nach dem heutigen Stande glauben wir, wenn man Ausbeuten und Investierungen berücksicht, dass beide Verfahren etwa gleich zu bewerten sind. Dass wir die Anwendung beider Verfahren vorschlagen, hat seinen Grund darin, dass einmal die erwähnte glückliche Angliederung an die Äthananlage mit etwa 30000 t begrenzt ist, und dass die Anwendung des Chlorverfahrens besonders deswegen angezeigt ist, weil diese Anlage gegebenenfalls auf Butadien umstellbar wäre, wobei sie etwa 25000 Jato Butadien erzeugen könnte.

Zu dem Chlorverfahren möchten wir noch bemerken, dass man an sic in der Lage wäre, eine Anlage zu bauen, die fast ausschliesslich Propylchlorid, also Propylen, liefern würde. Da es aber für den Glycerin-Sektor nach dem Stand unserer jetzigen Arbeiten ausserordentlich erwünscht wäre, Dichlorpropan und damit Allylchlorid zu erhalten, und da unsere Feststellungen ergeben haben, dass eine Anlage, die 30000 Jato auf Butylchlorid und daneben 10000 Jato Propan

Propyl | und Gut Gift |

2

auf Dichlorpropan verarbeitet, den gleichen Umfang hat, wie eine Anlage, die 30000 Jato Propan auf Propylchlorid verarbeitet, haben wir unser Projekt auf die gleichzeitige Herstellung von Propylchlorid und Dichlorpropan ausgelegt.

Wir sind jetzt dabei, das Projekt weiter durchzuarbeiten, um die Unterlagen für eine Baureiferklärung zu beschaffen. Zur gleichen Zeit haben wir Herrn Wilke der Mineralölbau eine Liste von Apparaturen übersandt, die möglicherweise aus den beschlagnahmten französischen Raffinerien zu erhalten wären.

Heil Hitler!

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez.ppa Winkler Müller-Cunradi

2168 - 30/4.03

Eing. 21.6.43

17. Juni 1943.

D.: Herrn Dir.Dr.Goldberg
" Obering.Giehne
" " Waellnitz
" Dr.Krekeler I
" " Krekeler II
" " Ertel
" " Sönksen,He.

Herrn Direktor Dr. Schneider,
Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.,

Leunawerke/Kreis Merseburg.

Sehr geehrter Herr Doktor !

Auf Ihr Telegramm hin haben wir die beiliegenden Briefe an das Reichsamt zu Händen Dr. Kranepuhl and Dr. Eckell geschrieben und der Abteilung Mineralöl die ebenfalls beiliegende Nachricht gegeben.

Sie fragen in Ihrem Fernschreiben, ob der Mehrbedarf an Frischchlor berücksichtigt ist. Dazu möchte ich folgendes ausführen: Wir haben in Heydebreck eine Chlorelektrolyse von etwa 17 000 Jato Chlor. Sie war damals bemessen auf den Chlorverbrauch der Glycerinanlage und für 200 Moto Äthylchlorid. Im Zeitpunkt dieser Projektierung hatten wir noch nicht die Salzsäureoxydation eingesetzt; bei deren Durchführung erhalten wir jetzt einen Chlorüberschuß. Außerdem ist inzwischen in der neuen Bleitetraäthylanlage eine neue Elektrolyse zur Herstellung der Bleinatriumlegierung enthalten, deren Chloranfall praktisch den Bedarf der Äthylchloridanlage deckt. Wir sind damit zu einem Überschuss an Chlor gekommen, der zur Deckung der Chlorverluste bei den verschiedenen Verfahren herangezogen werden kann.

Die heutige Chlorlage sieht in grossen Zügen folgendermassen aus, wenn das Butadienprojekt, das Isopropyläther projekt und damit das Allylchlorid durchgeführt werden: Wir haben bei der vorgesehenen Verarbeitung der anfallenden kleinen Mengen höherer Chlorierungsprodukte auf Salzsäure bei Anfall von etwa 7000 Jato wäßriger Salzsäure einen Fehlbedarf von etwa 2500 Jato Chlor. Man könnte, wenn man wollte, also mengenmäßig ohne weiteres diesen Fehlbedarf aus der wäßrigen Salzsäure decken. Es wird sich jedoch die Frage erheben, ob es nicht zweckmäßig ist, diese wäßrige Salzsäure in den Verkauf einzusetzen und dafür an anderer Stelle nicht Salzsäure durch Verbrennen von Chlor mit Wasserstoff herzustellen. Wir haben aber vorsichtshalber für das Isopropyläther projekt einen Posten für die Aufarbeitung der notwendigen Menge wäßriger Salzsäure vorgesehen.

Bei dieser Gelegenheit möchte ich noch hinzufügen, daß zur Zeit auf Veranlassung von Herrn Dr. Wurster im Rahmen der Gesamtplanung für Chlor eine Erweiterung der Heydebrecker Chloralektrolyse auf etwa 30 000 Jato durchgearbeitet wird, da nach Ansicht von Herrn Dr. Wurster hier die Investierungen besonders günstig liegen.

Ich hoffe, daß diese Ausführungen Ihnen ausreichend erscheinen; im anderen Falle werden wir Ihnen gerne eine Einzelaufstellung übersenden.

Heil Hitler !
Ihr sehr ergebener
gez. Müller-Conrad

Anlagen

6

— 2168 - 30/4.03

D.: Herrn Dir.Dr.Goldberg
" Obering.Giehne
" " Waellnitz
" Dr.Krekeler I
" " Krekeler II
" " Ertel
" " Sönksen, Re.

" Dir.Dr.Schneider,Me
mit Begleitschreiben
17.6.

Herrn
Dr. E c k e l l ,
Reichsamt für Wirtschaftsausbau,

B e r l i n W. 9
Saarlandstr. 128.

WC/R. 17. Juni 1943.

Isopropyläther.

Beifolgend übersenden wir Ihnen Durchschlag eines Schreibens an Herrn Dr. Kranepuhl.

Sie wollen daraus ersehen, daß sich bei Durchführung des Di-Isopropyläther projektes eine sehr glückliche Kombination mit der Herstellung von Dichlorpropan für Allylchlorid-Glyzerin ergäbe, und zwar ist die zu erwartende Glyzerinmenge etwa 13 000 Jato Glyzerin. Dabei können wir hinzufügen, daß wir dabei sind, die Herstellung des Allylchlorids aus Propan in unserer provisorisch hergerichteten Apparaturen durchzuführen und daß wir hoffen, schon in der nächsten Zeit unserer Glyzerinanlage solches Allylchlorid laufend zuzuführen.

Sie werden mit uns der Meinung sein, daß durch diesse Verfahren die ganze Glyzerinlage auf eine vollkommen neue Basis gestellt wird insofern, als nun rohstoffmäßig mit der Hereinziehung des Propans praktisch beliebige Mengen Glyzerin hergestellt werden können. Es wäre auch deshalb sehr erwünscht, wenn das Isopropyläther projekt bald zur Durchführung käme.

Heil Hitler !

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez.Goldberg gez.Müller-Cunradi

Anlage:
Kopie eines Briefes
an Dr. Kranepuhl

7

Vermerk:

Telefongespräch mit Herrn Dr.Hofeditz am 23. 6. 43 über Diisopropyläther.

Herr Dr.Hofeditz sagte, dass Herr Dr. Kranepuhl gestern in dieser Angelegenheit einen Brief an Herrn Dr. Nöcker vom RLM gesandt habe.mit etwa dem Inhalt:

Die Anlage könne mit einem Aufwand entsprechend den in unserem Schreiben vom 12. 6.43 genannten Zahlen erbaut werden und zwar betrage die Bauzeit = worüber wir nichts ausgesagt hatten = 2½ Jahre. Das Amt sei nicht in der Lage, Kontingente dafür zu geben. Durch die Herstellung von Diisopropyläther lasse sich rohstoffmässig die Produktion an Sonderflugtreibstoffen in Deutschland verdoppeln.

Bln., 24.6.43.
Dr.Kre/Bre.-

5

2168 - 30/4.03

V e r m e r k:

Besprechung mit Herrn Dr. L i s t, Leiter der Abteilung GIAM 1, RLM, am 8.7.43.

Herrn Dr. List hatte mich zu dieser Besprechung gebeten, um sich über das Projekt Diisopropyläther Heydebreck zu unterrichten. Ich erläuterte ihm unsere Pläne anhand unseres bekannten Schemas, auf dem die drei Verfahren zur Herstellung von Äther, Isooktan und Butadien übereinander angeordnet sind und überliess ihm ein derartiges Schema zu seinen Akten.

Herr Dr. List sagte, dass er von den Vorzügen unseres Verfahrens jetzt überzeugt sei und dass ihm auch die Umstellmöglichkeit auf Butadien als ein besonderer Vorteil einleuchte. Er bezweifele allerdings, ob dieses Argument auch von seinen vorgesetzten Stellen als solches anerkannt würde. Im übrigen habe er aber Bedenken, das Projekt schon jetzt weiter zu verfolgen, da vom RLM z.Zt. mit einer anderen Firma - also nicht etwa mit einer anderen Stelle der I.G. - Versuche angestellt würden, um zu einer auf der Basis von C_3 und C_4 aufgebauten Hochleistungskomponente zu gelangen. Näheres könne er mir darüber verständlicherweise nicht mitteilen. Es ergab sich aber aus dem weiteren Verlauf der Besprechung, dass hier auch ein Versuch vorliegt, zum Triptan zu gelangen und zwar offenbar durch Alkylierung von Isobutan mit Propylen. Ich sagte darauf, dass, wie er wisse, wir uns schon seit langem mit dieser Frage beschäftigten. Die diesbezüglichen Versuche hätten in der letzten Zeit zu guten Ergebnissen geführt. Ich hätte im Hinblick darauf mit Herrn Dr. Boyer in meiner gestrigen Besprechung mit diesem vereinbart, dass uns darauf ein Anmeldungsauftrag in Stufe DE erteilt würde. Im übrigen sei aber festzustellen, dass es nicht richtig sein würde, das Diisopropyläther-projekt deswegen hinauszuschieben. Zu welchen Ergebnis auch immer die verschiedenen Versuche, eine Hochleistungskomponente auf einem Gemisch von C_3 und C_4 aufzubauen, führen würden, sei doch in keinem Fall zu befürchten, dass man mit dem Bau der Diisopropyläteranlage etwas Falsches gemacht habe.

Falls die Versuche ergeben, dass es richtig sei, vom Propylen auszugehen, so stehe dieses zur Verfügung. Falls man aber schon vom Propylchlorid die gewünschte Hochleistungskomponente erhalten könnte, könne auch dieses aus der Anlage entnommen werden. An sich sei in diesem Falle die HCL-Abspaltung überflüssig. Da jedoch erst durch die Hereinnahme der HCL-Abspaltung die Umstellmöglichkeit auf Butadien gegeben sei, auf die man angesichts der letzten Ereignisse besonderen Wert legen müsse, so sei selbst in diesem Falle kein wesentlicher Teil der Anlage vergeblich gebaut. Ich stünde also auf dem Standpunkt, dass es auf keinen Fall richtig sei, das gegenwärtige Projekt im Hinblick auf etwaige zukünftige Entwicklungsmöglichkeiten hinauszuzögern.

Im übrigen, so erklärte ich auf Befragen von Herrn Dr.List,

- 2 -

2163 - 30/4.03

könnte man damit rechnen, dass wir in 4 - 6 Wochen schon weitere Ergebnisse in dieser Richtung aufzuweisen haben würden. Zu welchen Verbesserungen diese neuen Arbeiten führen könnten, ergebe sich daraus, dass wir heute in der Lage seien, die Butan-Tanol-Grossversuchsanlage statt wie seinerzeit vorgesehen mit einem Aufwand von 18 Mio RM nur mit einem solchen von 9 Mio RM zu bauen, wenn man sich auf die Herstellung von Isooktan beschränke.

Herr Dr. List sagte dazu, dass ihm diese Argumente einleuchten. Er bäte, ihn weiter auf dem Laufenden zu halten. Die Hauptschwierigkeit schiene ihm z.Zt. die Beschaffung des Eisens zu sein. Er fragte, ob ich hier irgend einen Weg sähe. Ich sagte ihm dazu, dass nach meiner Kenntnis der Lage der Gebechem von sich aus in den nächsten Quartalen nicht in der Lage sein würde, Eisen zu geben. Das RLM müsse demgemäss zusehen, die Eisenkontingente selbst aufzubringen. Dies ginge aber, wie die Anlage Flora gezeigt habe, nur durch eine Entscheidung des Herrn Staatssekretärs. Der richtige Weg wäre meines Erachtens demnach, das Projekt baldmöglichst bei Herrn Generalfeldmarschall Milch vorzutragen. Ich nehme auch an, dass gerade dieser als Mitglied der zentralen Planung ein besonderes Verständnis für die Umstellungsmöglichkeit der Anlage auf die Herstellung von Butadien zeigen würde.

gez.Krekeler.

Bln., 9. 7. 43.
Dr.Kre/Bre.-

Akte Diisopropyläther.

MINERALÖL-BAUGESELLSCHAFT M.B.H.

BERLIN SW 61, BELLE-ALLIANCE-STRASSE 7-10

Firma
I.G. Farbenindustrie A.G.
z.Hd. Herrn Dr. Krekeler
B e r l i n NW 7
Unter den Linden 78

Fernsprecher: Ortsgespräche 19 51 91
Ferngespräche 19 69 96
Fernschreiber: 01 Berlin 1138 Olbau Bln.
Fernschreiber: 01 Berlin 1736 Olbau Bln.
Drahtwort: Olbau
Postscheckkonto: Berlin 408 62
Bankkonto: Dresdner Bank, Depka 90,
Berlin SW 61, Belle-Alliance-Str. 107

Masch.Techn. Abteilung / 338 Hausapparat Nr.

Ihr Zeichen | Ihre Nachricht vom | Unser Zeichen | BERLIN SW 61, den
HTA/R | 2.11.43
Dr.Oa/W

Betr.: Isopropyläther Heydebreck

Verabredungsgemäß erhalten Sie anbei Abschrift unserer Schreiben an I.G. Ludwigshafen zu Ihrer gefl. Kenntnisnahme.

Heil Hitler !
MINERALÖL-BAUGESELLSCHAFT MBH.

Anlagen

2168 - 30/4.03

A b s c h r i f t

Firma
I.G. Farbenindustrie A.G.

Ludwigshafen / Rhein

Masch.-Techn. 338
LTA/R 24.9.43
Dr.Ce/Scho

Betreff: Materialentnahme aus französischen Raffinerien Kohlenwasserstoffsynthese-Anlage Heydebreck.

Bezugnehmend auf Ihr Schreiben vom 13.8.43 müssen wir Ihnen leider mitteilen, daß auf den 4 beschlagnahmten Raffinerien in Frankreich weder die unter 1 und 2 aufgeführten Tanks noch die unter 3,4,5 genannten Kolonnen vorhanden sind.
Statt der Erdtanks von 1oom³ könnten wir Ihnen 5 stehende Tanks üblicher Bauart von 12om³ (6oomØ, 4,25 hoch) beschaffen.

Heil Hitler!
MINERALÖL-BAUGESELLSCHAFT MBH.
gez. Fischer, Wilke

2

4168 - 30/4.03

Abschrift

Firma

I.G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft
Ludwigshafen / Rhein

Masch.-Techn.

Schre/Op.590/Gie. 10.6.43. MTA/R 9.7.43.
Wi/W

Entnahmen aus Frankreich für Isopropyläther Heydebreck.

Wir haben die mit obigen Brief eingereichte Liste von Apparaturen durchgesehen und nehmen dazu wie folgt Stellung:

I.) Destillationskolonne
Es ist bisher nicht beabsichtigt, an der französischen Raffinerien vollständige und einigermaßen betriebsfähige Destillationen in einzelnen Teilen zu verwerten.
Unter diesen Voraussetzungen ist es kaum möglich, aus Ihren Angaben zu I und II bestimmte Vorschläge zur Befriedigung Ihrer Wünsche zu machen. Es wird zweckmäßig sein, von den von Ihnen benötigten Destillationen die wesentlichen technischen Daten wie stündlicher Durchsatz, Angabe der einzeln verlangten Schnitte und durchzusetzendes Material, Druck, Temperaturen kurz anzugeben. Die Möglichkeiten für die Entnahme von Destillationen zu Ihren Zwecken sind schon deswegen sehr beschränkt, als in keinem Fall Destillations-Apparaturen mit mehr als ca. 10 atü verfügbar sind.

III.) Ammoniak-Kältemaschinen sind nicht mehr verfügbar.
Die verhältnismäßig wenigen derartigen Maschinen sind bereits vergeben. Dagegen sind noch bedeutende Kälteleistungen in SO_2-Kältemaschinen vorhanden. Wenn auch diese für Sie brauchbar sein könnten, bitten wir um Ihre Mitteilung.
Gaskompressoren für die angegebenen Mengen und Drücke sind auf den Raffinerien nicht vorhanden.

IV.) Lagerbehälter: 1 Tanks 5000 m³ Inhalt kann zur Verfügung gestellt werden. Die kleineren Tanks bis 500 m³ werden voraussichtlich für Bauvorhaben verfügt werden, die bisher vom Reichsamt als dringlicher bezeichnet worden sind. Bei einer späteren Nachprüfung wird sich vielleicht ergeben, daß auch kleinere Tanks noch verfügbar bleiben.
Propan-Vorlagen: Es sind nur 4 kleinere Propan-Vorlagen von je etwa 15 m³ Inhalt auf dem Werk Petit-Couronne bekannt.
Soweit wir unterrichtet sind, hat die Ostöl GmbH. aus der Demontage der Raffinerie Dünkirchen noch einige Propan-Behälter von 50 m³ Inhalt frei.
Auf den übrigen französischen Raffinerien werden sich hier und da kleinere Propan-Behälter finden lassen.
Rohrleitungen und Armaturen zwischen 25-150mm, insbesondere für Dampf-Produkte, Schaumlöschleitungen, sind auch unter Berücksichtigung früherer Bedarfsmeldungen noch verfügbar.

Heil Hitler!
MINERALÖL-BAUGESELLSCHAFT MBH.
gez. Fischer, Wilke

3

ungekürzter Vermerk liegt unter Paralk ab

2168 - 30/4.03

Vermerk:

Besprechung am 2o.1o.43. mit Herrn Dr.List und
Herrn Stabs.-Ing.Dr.Bordo,RLM.

2168 - 30/4.03

4.) Diisopropyläther.

Herr Dr.List sagte mir, dass unser Vorhaben Isopropyläther Heydebreck wie er mir an einem Diagramm zeigen konnte, jetzt in die Treibstoffplanung des Gebechem offiziell aufgenommen sei und zwar sollen die Lieferungen aus dieser Anlage im Jahre 1946 beginnen.

gez.Krekeler.

Bln.,2o.1o.43.
Dr.Kre/Bre.-
ØH.Dir.Dr.M-C.

10

Isobutyl - Alcohol

2168 - 30/4.03

Abteilung für
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr.O/K.Nr.535

Leuna-Werke, den 2.Oktober 1935

Bag Target
2168 - 30/4.03

Aktennotiz

Betr. Gestehkosten-Vergleich zwischen Methanol, Isobutylöl und Fischer-Benzin.

Die Gestehkosten von Methanol und Isobutylöl gegenüber Fischerbenzin wurden im Vorliegenden verglichen, wobei die Wassergas-Erzeugung für alle drei Verfahren einheitlich aus Briketts nach Didier unter Verwendung der Synthese-Rückgase zur Beheizung der Wassergas-Generatoren erfolgt. Es wurden Anlagen von 150 000 Jato Produktion angenommen, die unter ähnlichen Bedingungen arbeiten wie die projektierte Fischer-Anlage in der Lausitz. Die Gestehkosten errechnen sich unter diesen Voraussetzungen für 1 t Produkt zu:

Methanol	Isobutylöl	Fischer-Benzin	
wasserfrei	wasserfrei C_1-C_8	ohne Treibgas -	mit Treibgas-gewinnung
RM/t Methanol	RM/t Isobutylöl	RM/t Benzin	RM/t leichte Treibstoffe
105,40	161,53	231,78	196,39

Während die Gestehkosten der Alkohole niedriger liegen als die der Kohlenwasserstoffe, ergibt die Umrechnung auf gleichen Heizwert, die nötig ist, falls die Alkohole in grösserem Massstabe als Motor-Treibstoffe Verwendung finden sollen, eine Annäherung der Kosten.

Gestehungskosten 1 Mill.WE.
(1 t Benzin entsprechend)

Methanol	Isobutylöl	Fischer-Benzin	
		ohne Treibgas-	mit Treibgas-gewinnung
RM	RM	RM	RM
198,90	241,00	231,78	196,39

Dabei stehen Methanol und Fischer-Benzin, einschliesslich Treibgas-Gewinnung etwas billiger ein. Diesem Vorteil steht aber die schwierigere technische Verwendbarkeit beider Produkte entgegen, die beim Methanol durch seinen niedrigen Heizwert und seine leichte Entmischbarkeit, bei den Treibgasen durch die mit den hohen Flaschengewichten verbundenen Transport-Unkosten bedingt sind.

Eine Aufteilung der Gesteh-und Anlagekosten sowie die Gegenüberstellung einiger spezifischer Zahlen ergibt folgendes Bild:

Gestehkosten pro t Produkt.

	Methanol wasserfrei	Isobutylöl	Fischer - Verfahren mit Gewinnung v. Treibgasen	Fischer - Verfahren ohne Gewinnung v. Treibgasen
	RM		RM	
Wassergas-Erzeugung	39,66	53,15	116,35	134,24
Schwefel-Reinigung	1,64	2,17	5,44	6,80
Fein-Reinigung	-	-	6,89	8,61
Druckwasser-Wäsche	7,21	9,65	-	-
Kompression	20,66	27,11	-	-
Synthese-Anlage	14,83	29,18	32,12	40,15
Aufarbeitung	6,56	23,99	9,31	9,13
Neben-Anlagen	14,84	16,28	26,28	32,85
zusammen: RM	105,40	161,53	196,39	231,78

Anlagekosten für 150 000 Jato.

	Methanol	Isobutylöl	Fischer-Benzin ohne Gewinnung v. Treibgasen	Fischer-Benzin mit Gewinnung v. Treibgasen
	RM	RM	RM	RM
Gaserzeugung	12 000 000	16 000 000	42 000 000	33 600 000
Schwefelreinigung	1 100 000	1 500 000	4 200 000	3 360 000
Feinreinigung	–	–	4 200 000	3 360 000
Druckwasserwäsche	1 900 000	1 600 000	–	–
Kompression	5 400 000	6 700 000	–	–
Synthese	6 845 000	12 400 000	26 200 000	21 000 000
Aufarbeitung	1 235 000	3 160 000	7 200 000	5 750 000
Nebenanlagen	11 520 000	12 640 000	24 200 000	19 430 000
zusammen RM	40 000 000	55 000 000	108 000 000	86 500 000
m³ Gas /t Produkt	3 390	4 530	13 500	11 900
m³ Rückgas/t " "	717	958	2 980	2 400
Anzahl d.Synthese-Systeme für 150000 Jato	6 + 2 (800 er)	10 + 3 (1500 er)	rd.220	rd. 180
Anzahl d.Systeme unter Umrechnung auf gleichen Heizwert	15	20	220	180

Die Reaktion zwischen CO und H_2 unter Druck ist mit einer höheren Gasausbeute verbunden als die drucklose Synthese. Dementsprechend erfordern Methanol und Isobutylöl- auch auf gleichen Heizwert bezogen- einen geringeren Aufwand an Rohmaterial. Dafür sind bei dem Fischer-Verfahren im Rohmaterial schon die Energien enthalten, die aus der Wärmetönung als Abhitzedampf gewonnen werden, der den Energiebedarf des Verfahrens restlos deckt. Andererseits belasten Kompression und auch besonders die komplizierte Isobutylöl-Entwässerung die Alkohole stark, während diese wiederum durch den geringeren Rohgas-Bedarf und durch die grössere

x) ohne Energie-Anlagen.

Leistung der Reaktionsöfen einen kleineren Lohnanteil der Ge - stehkosten aufzuweisen haben. Die Anlagekosten und dementsprechend auch die Amortisationen sind beim Fischer-Verfahren infolge der durch die grossen Rohgas-Mengen bedingten umfangreichen Niederdruck-Apparaturen höher, besonders wenn man die Treibgase ausser Betracht lässt. Letzten Endes tritt jedenfalls eine Annäherung der verschiedenen Preise ein. Die technischen Voraussetzungen für die Gestehkosten-Schätzungen sind im Anhang erläutert.

gez.Ottens

Anlage.

Abz. Herrn Dir.Dr.Krauch , Lu
" Dr.Müller-Cunradi, "

Herrn Dir.Dr.Schneider
" Dir.Dr.Bütefisch
" Dr.v.Staden
" Dr.Giesen
" Dr.Bähr
A.W.P.
Reserve (3x)

Anlage

z.Akt.Notiz Nr. 535
vom 2.Okt.1935

Technische Voraussetzungen.

Für die Wassergas-Erzeugung wurden die Briketts mit RM 8,-/t eingesetzt, da sie die Brabag zu diesem Preise erhalten wird. Die Entfernung des Schwefelwasserstoffes erfolgt mit Luxmasse, während der organisch gebundene Schwefel für die Fischer-Synthese über Entschweflungsmasse bei höherer Temperatur für die Alkohol-Herstellung bei 25 Atm. mit Druckwasser entfernt werden soll.

Die Synthese des Fischer-Benzins aus dem gereinigten Gas erfolgt in 2 Stufen. Die Abgase werden zunächst mit Wasser gekühlt, dann mit Öl gewaschen, schliesslich mit A-Kohle entbenziniert und dann unter den Wassergas-Generatoren verbrannt.

Das gewonnene Fischeröl wird, soweit nötig, dem Reformieng unterzogen und die höhersiedenden Anteile gekrackt.

Für die Alkohol-Synthese werden die entschwefelten Rohgase auf 300 Atm. komprimiert. Zur Verringerung der Abgasmengen wird im Methanol und Isobutyl-Kreislaufgas eine Anreicherung auf 25 % Inerte angenommen. Die gewonnenen Alkohole werden zuletzt entwässert.

Für die Schätzung der Anlagekosten wurden weitgehend Firmen-Angebote für die Hydrieranlagen der Brabag mit herangezogen.

AMMONIAKWERK MERSEBURG
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
LEUNA WERKE (KREIS MERSEBURG)

Bag Target
2168 - 30/4.03

11.Oktober 1935.

Abteilung für
Wirtschaftlichkeits-Prüfung
Dr.Lgh/Tr/K.662

E i n s c h r e i b e n !

An die

I.G.Farbenindustrie Aktiengesellschaft
z.Hd.v.Herrn Dir.Dr.Krauch,

Ludwigshafen (Rhein).

Betr. Gestehkosten-Vergleich zwischen Methanol, Isobutylöl und Fischer-Benzin.

Wir gestatten uns, Ihnen beiliegend einen Vergleich der Gestehkosten von Methanol, den gesamten Alkoholen, der Isobutylöl-Fabrikation und von Benzin nach dem Fischer-Verfahren zur gefl. Kenntnisnahme zu übersenden.

Um vergleichbare Verhältnisse zu schaffen, sind wir von einer Wassergas-Erzeugung auf Basis Braunkohle-Briketts nach dem Didier-Verfahren ausgegangen und haben die übrigen Unkosten- wie Energien, Löhne usw.-auf mitteldeutsche Verhältnisse in neuen Anlagen abgestellt.

AMMONIAKWERK MERSEBURG
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Anlage.
Ø Herrn Dr.Müller-Cunradi, Lu.

Durchschlag für:

Durchschlag

69 - 24M - 315

Bag Target
2168 - 30/4.03

Projektebüro Op.
Dr.My/JÖ.

16.Oktober 1935.

Unterteilung der Kosten für Rohisobutylöl.

Das anfallende Rohisobutylöl enthält:

	Zusammensetzung des Rohisobut.	Zusammensetzg. des Rohiso Leuna 19.7.	Rohiso ohne H_2O	Theor. Gasbedarf	Tats. Gasbedarf	Anfall von H_2O	Bemerkg.
	Gew.%	Gew.%	Gew.%	m^3(CO +2H_2)/t	m^3(CO +2H_2)/t	kg H_2O/ kg	
Methanol	45	(46,5)	59,3	2286	2900	-	Ausbeute: 79%
Propylalkohol	3	(2,6)	3,9	3658	4640	0,6	Rückgas: 13,8%
Isobutylalkohol	18	(19,3)	23,7	3940	5000	0,72	
1) Amyl= bis 2-Heptyl-alkohol	7	(5,3)	9,2	4300	5460	0,88	
höhere als C_7 Alkohole	3	(3,1)	3,9	4500	5710	0,97	
Wasser	24	(23,2)	-	-	-	-	
Insgesamt	100,0	100,0	100,0	3000	3800		

Bei der Erzeugung von Isobutylalkohol zum Zwecke der Isooktanherstellung fallen zwangsmässig Methanol und höhere Alkohole an. Es ist einleuchtend, dass das dabei erzeugte Methanol teurer werden muss als seine Herstellungskosten in einer reinen Methanolanlage. Bei der Errechnung des Gestehpreises für Isobutylalkohol, bezw. des Isooktans muss man deshalb für die Bewertung des dabei anfallenden

Methanols und der übrigen Alkohole die Gestehpreise all dieser Produkte einzeln errechnen, um zum wahren Gestehpreis des Isooktans zu kommen. Es ist dabei eine andere Frage, ob das Methanol oder die übrigen Produkte zu den so errechneten Gestehpreisen verkäuflich sind oder nicht.

Eine willkürliche Bewertung der ihrer Menge nach überwiegenden Nebenprodukte, etwa nach dem Verkaufspreis oder nach den Gestehpreisen bei anderen Herstellungsverfahren, ergibt niemals ein klares Bild über den tatsächlichen Gestehpreis des Isobutylalkohols oder des Isooktans, und zwar deshalb, weil jede kleine Verschiebung in der Bewertung der Produkte, die mengenmässig fast das 5-fache des Isooktans ausmachen, den Preis des Isooktans erheblich verändern.

Da bis zum Rohisobutylöl alle Produkte den gleichen Prozess durchmachen und sich nur in der Höhe ihres Gasbedarfes pro Gewichtseinheit unterscheiden, erscheint es richtig, für die Errechnung der Gestehpreise der Einzelprodukte die Gaskosten nach dem Gasbedarf anteilmässig umzulegen, dagegen die Spesen gleichmässig auf alle Produkte zu verteilen.

Danach würden sich für verschiedene Reingaskosten und dementsprechend verschiedene Gutschriften für den m^3 Rückgas folgende Gaskosten für die einzelnen Produkte ergeben:

Reingaspreis komprim.		Pf. m3	2,5	3,0	3,5	3,9	4,5	5,0	1,5 Pf.Reinigg.+ Kompr.
Rückgaspreis		Pf. m3	0,82	1,23	1,64	1,97	2,46	2,88	82% des urspr.Wertes
Methanol	(Gaskosten	M/t	72,5	87,0	101,5	113,1	130,5	145,0	
	(Gutschrift		3,3	4,9	6,6	7,9	9,8	11,5	
	(Gasbelastg.		69,2	82,1	94,9	105,2	120,7	133,5	
C_3	(Gaskosten	"	116,0	139,2	162,5	181,0	209,0	232,0	
	(Gutschrift		5,3	7,9	10,5	12,6	15,7	18,4	
	(Gasbelastg.		110,7	131,3	152,0	168,4	193,3	213,6	
Isobutylalkohol	(Gaskosten	"	125,0	150,0	175,0	195,0	225,0	250,0	
	(Gutschrift		5,7	8,5	11,3	13,6	16,9	19,8	
	(Gasbelastg.		119,3	141,5	163,7	181,4	208,1	230,2	
$C_5 - C_7$	(Gaskosten	"	136,4	163,8	191,0	213,0	246,0	273,0	
	(Gutschrift		6,2	9,3	12,3	14,8	18,5	21,7	
	(Gasbelastg.		130,2	154,5	178,7	198,2	227,5	251,3	
$> C_7$	(Gaskosten	"	142,7	171,2	200,0	222,5	256,5	285,5	
	(Gutschrift		6,5	9,7	12,9	15,5	19,4	22,6	
	(Gasbelastg.		136,2	161,5	187,1	207,0	237,1	262,9	
Gesamt	(Gaskosten	"	95,0	114,0	133,0	148,2	171,0	190,0	
	(Gutschrift		4,3	6,4	8,6	10,3	12,9	15,1	
	(Gasbelastg.		90,7	107,6	124,4	137,9	158,1	174,9	

Die Spesen der Rohisobutylölfabrikation betragen nach AWP. Nr.535 vom 2.10.1935:

		Rohisobutylöl ohne Wasser
Kontakt	M/t	3,52
Energien	"	4,27
Löhne und Gehälter	"	2,72
Reparaturen	"	10,51
Betr.Mat. Labor. etc.	"	2,16
Amortisation (teilw.Altanl.)	"	6,00
Ges.Spesen	"	29,18

Die Kosten für die Isobutylöldestillation setzen sich nach AWP. zusammen aus

		bez.auf Rohisobutylöl ohne Wasser
Benzol	M/t	1,10
Energien (dav.Dampf)	"	15,25 (12,50)
Löhne und Gehälter	"	2,53
Reparaturen	"	2,20
Betr.Mat. Labor. etc.	"	0,71
Amortisation	"	2,20
Ges.Destillationsspesen	"	23,99

Nach dieser Zusammenstellung entfällt der weitaus grösste Teil der Destillationskosten auf Dampfkosten (~ 52%), sodass eine Verteilung nach dem Dampfbedarf für die einzelnen Produkte richtig wäre. Nun ist zwar das Methanol an dem Auftreten des Wassers im Rohisobutylöl unbeteiligt, auf der anderen Seite hat es aber gegenüber den anderen Produkten eine etwa 3-fache Verdampfungswärme, sodass es mit Rücksicht darauf, dass ein grosser Teil des Wassers nicht verdampft zu werden braucht, richtig erscheint, in Ermangelung einer anderen Möglichkeit die Destillationskosten ebenso gleichmässig auf die Endprodukte zu verteilen wie die Spesen der Rohiso-Fabrikation.

Es ergeben sich für die verschiedenen Produkte dann folgende Preise: x)

Reingaspreis komprim.	Pf. m3	2,5	3,0	3,5	3,9	4,5	5,0
Rückgaspreis	Pf. m3	0,82	1,23	1,64	1,97	2,46	2,88
Methanol	M/t	(122,4)	(135,3)	(148,1)	(158,4)	(173,9)	(186,7)
		125,2	139,1	153,0	164,1	180,8	194,7
Propylalkohol	"	(163,9)	(184,5)	(205,2)	(221,6)	(246,5)	(266,8)
		166,7	188,3	210,1	227,3	253,4	274,8
Isobutylalkohol	"	(172,5)	(194,7)	(216,9)	(234,6)	(261,3)	(283,4)
		175,3	198,5	221,8	240,3	268,2	291,4
Amyl - Heptylalk.	"	(183,4)	(207,7)	(231,9)	(251,4)	(280,7)	(304,5)
		186,2	211,5	236,8	257,1	287,6	312,5
> Heptyl	"	(189,4)	(214,7)	(240,3)	(260,2)	(290,3)	(316,1)
		120,0	120,0	120,0	120,0	120,0	120,0
Gesamt Isobutyl- öl wasserfrei	"	(143,9)	(160,8)	(177,6)	(191,1)	(211,3)	(228,1)
		146,7	164,6	182,5	196,8	218,2	236,1

Nimmt man nun an, dass die höheren Alkohole > C_7 nur mit 120 M/t abgesetzt werden können und legt die daraus folgende Differenz gegenüber dem Gestehpreis gleichmässig auf die anderen Produkte um, so ergeben sich die ohne Klammer eingetragenen Gestehpreise, wenn man durchweg die AWP.-Werte der Rechnung zu Grunde legt.

Vom Gestehpreis des Isobutylalkohols kann man nun den des Isooktans errechnen, wenn die Spesen der Isooktanherstellung bekannt sind. Legt man die im nebenstehenden Schema angegebenen Wirkungsgrade der Wasserabspaltung, Polymerisation, Destillation und Hydrierung zu Grunde, so werden für 1 t Isooktan ~ 1,5 t Isobutylalkohol benötigt, sodass die Kosten für das Ausgangsprodukt festliegen. Die Spesen der Isooktanherstellung setzen sich nach früheren Berechnungen der AWP. wie folgt zusammen:

x) Die Werte ohne Klammer sind die nach unserer Auffassung berichtigten Werte des Schreibens der AWP. vom 2.10.

Produktion 515 Moto Isooktan		Wasserabspaltung	Polymerisation	Destill.	Hydrierung	Gesamt
Rohmaterial ohne Isobutylalk.	M/t	0,32	3,24	-	10,96[x]	14,52
Energien	M/t	8,95	2,91	10,23[xx]	5,24	27,33
Löhne u.Geh.	"	2,25	2,25	4,50	4,50	13,50
Reparaturen	"	3,13	5,17	4,69	4,09	17,08[xxx]
Betr.Mat.Bedg.etc.	"	0,51	0,69	0,91	0,86	2,97
Amortisation	"	1,52	2,51	2,27	1,97	8,27 [4]
Betr.Kontr. Unv.	"	0,57	0,94	0,86	0,74	3,11 [4]
Gesamt		17,25	17,71	23,46	28,36	86,78
					Unvorhergesehenes	3,22
						90,00

Unter Annahme dieser Kosten ergibt sich der Preis für Isooktan für die verschiedenen Gaspreise wie folgt, (Wasserstoffpreis f.d. Hydrierung konstant 4,3 Pf./m^3):

Reingaspreis komprim.	Pf./m^3	2,5	3,0	3,5	3,9	4,5	5,0	davon 1,5 Pf. f.Reinigg.+Kompr.
Rückgaspreis	"	0,82	1,23	1,64	1,97	2,46	2,88	82% des urspr. Wertes
Preis für Isooktan berichtigt	M/t	353	388	423	451	494	527	1 t Isooktan ~1,5 t Alkohol

x darunter 240 m^3 H_2 mit 4,311 Pfg./m^3

xx darunter 4,1 t Hochdruckdampf mit 2,27 M/t

xxx 15% d.Anlagekapitals entspricht etwa 6 Schlossern

4) Gesamtanl.Kap. 703 000 M.

Im Folgenden soll noch der Versuch gemacht werden, die Anlagekosten einer Rohisofabrikation aus denen einer Stickstoff-Fabrik mit etwa gleich grosser Hochdruckanlage zu errechnen. Es sei eine NH_3-Fabrik nach dem Oppauer Verfahren mit einer Leistung von 125 000 Jato N angenommen, deren Anlagekosten nach Berechnungen des Konstruktionsbüros Lu sich wie folgt zusammensetzen:

NH_3-Fabrik von 125 000 Jato N ~ 380 Tato N			Isobutylöl-Fabrik von 60 000 Jato ~180 Tato Rohisobutylöl		
Betrieb:	Gasmengen cbm/St.	Anlagekap. 10^6 RM	Gasmengen cbm/St.	Anlagekap. 10^6 RM	Bemerkungen
1) Gasfabrik	61 000	4,8	22 000	2,0	anteilmässig nach den Gasmengen umgerechnet + 15%
2) Schwefelreinigung	61 000	1,9	22 000	0,8	
3) Kontakt-Wasserstoff	88 000	2,9	26 000	1,0	
4) Kompressoren	88 000	5,5	26 000	1,9	
5) CO_2-Auswaschung	62 000	3,1	22 000	1,1	
6) CO-Auswaschung	58 000	4,8	22 000	-	fällt fort
7) NH_3-Fabrik 12 Öfen 800 ø		7,0		6,5	Tiefk. und Kältereg. fällt fort
Gesamt		30,0		13,3	
	entsprechend 240 M/Jato N		entsprechend 220 M/Jato Rohiso		

Die Anlagekosten einer Isobutylöl-Fabrik mit gleicher Hochdruckanlage (12 Öfen 800 ø) würden nach den entsprechend kleineren Gasmengen anteilmässig umgerechnet. Zur Abgleichung der verhältnismässig starken Umrechnung nach kleineren Anlagen hin wurde ein Zuschlag von 15% gemacht. Als Gasbedarf einer t Rohisobutylöl (m.Wasser) wurden 2900 cbm angenommen, was einer Ausbeute von etwa 79% entspricht. Aus den obigen Anlagekosten errechnen sich folgende Abschreibungen pro t Produkt:

	NH_3-Fabrik 125 000 Jato N	Isobutyl-öl-Fabrik	60 000 Jato Rohisobutylöl
	M/t N	M/t Rohiso m. Wasser	M/t Rohiso ohne Wasser
1) Gasfabrik	3,84	3,33	4,38
2) Schwefelreinigung	1,52	1,33	1,75
3) Kontakt-Wasserstoff	2,32	1,67	2,20
4) Kompressoren	4,40	3,17	4,17
5) CO_2-Auswaschung	2,48	1,83	2,40
6) CO-Auswaschung	3,84	-	-
7) NH_3-Fabrik	5,60	10,82	14,25
Gesamt	24,0	22,15	29,15

Ausbeuten
bz. auf Theorie

8250 kg Roh-Isobutylöl
6250 kg Roh-Isobutylöl wasserfrei
mit 1480 kg Isobutyl Alkohol

Verluste

97,3 %

I Isobutylöl-Destillation

40 kg

1440 kg (1745 kg) Isobutyl-Alkohol

98 %

II Wasserabspaltung

350 kg H_2O

22 kg als Isobutylen

1068 kg (1293 kg) Isobutylen
200 kg

III Polymerisieren

Teil-Ausbeute ohne Tri-Spaltung = 98 %

93,1 %

1268 kg Di + Tri Isobutylen vor Abzug der Verluste

26 kg

IV Destillieren
4 Teile Di 1 Teil Tri

Tri-Isobutylen 248 kg = 1 Teil

Tri-Spaltung 80% Teil-Ausbeute

48 kg als höhere Produkte z. Teil gewinnbar

994 kg Di Isobutylen = 4 Teile

V Hydrieren

99 %

(248 kg)

11 kg

Gesamtausbeute
ohne Isobutylöl-Destill.
98% × 93,1% × 99% = 90,3%

1000 kg Iso-Oktan

Eingeklammerte Zahlen ohne Tri Aufspaltung

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rhein.	Projekte-Büro Oppau	18.10.35 Schwörer	P 154

DIN-Format A 4 (210×297) D 1C4

Lag Faigt
2168 - 30/4.03

Mosla Hyber

, den 5. Juni 1936.

I.G.Farbenindustrie Aktiengesellschaft.

LUDWIGSHAFEN a/Rhein.

OJ/KB.

Betr.: Herstellung von Isobutylöl.

Mit Schreiben datiert 2. September 1935 von der I.H.P. Haag, erhielten wir Aufgaben über die Bau- und Betriebskosten für Herstellung von 11.500 Jahrestonnen Isobutylöl in Rjukan bezw. 10.000 Jahrestonnen in Notodden. Diese Aufgaben waren auf die Verwendung einer bestimmten Menge Elektrolytwasserstoff in Rjukan bezw. in Notodden basiert, aus welchem Grunde die projektierten Anlagen relativ klein wurden. Die berechneten Produktionspreise für das Isobutylöl können deshalb auch nicht ohne weiteres mit den früher berechneten Preisen für Benzin, die auf eine wesentlich grössere Produktion basiert sind, verglichen werden.

Um nun ganz vergleichbare Zahlen zu bekommen, erlauben wir uns, Sie zu ersuchen, uns die erforderlichen Aufgaben für eine komplette Anlage für Herstellung von etwa 25.000 Jahrestonnen Isobutylöl, d.h. Methanol mit einem so grossen Gehalt an höheren Alkoholen, dass es gewöhnlichem Handelsbenzin in einem beliebigen Verhältnis beigemischt werden kann, zukommen zu lassen.

Aus Ihrem Bericht vom 8. Januar 1932 "Kurze Zusammenstellung über das technische Verhalten von Treibstoffen

aus Benzin, Benzol, Aethylalkohol und Methanol" geht es hervor, dass Methanol mit 10% Isobutylalkohol stabile Benzinmischungen bis herunter aufmetwa + 7° gibt und dass Methanol mit 20% Isobutylakohol Mischungen gibt, die bis unter + 30° stabil sind. Für norwegische Verhältnisse sollten deshalb 20% Isobutylalkohol-zusatz nur 4 - 5 Monate während der kältesten Jahreszeit in Betracht kommen, während die 10%-Mischung in den übrigen Monaten des Jahres sollte verwendet werden können. Wir wollen nicht unterlassen, dieses zu erwähnen, überlassen es jedoch Ihnen, die Zusammensetzung des Isobutylöles zu bestimmen und die Anlage danach zu dimensionieren.

Als Ausgangsmaterial für die Herstellung soll ein ungereinigtes Wassergas folgender Zusammensetzung vorausgesetzt werden:

47,2% CO
51,6% H_2
1,0% CO_2
0,1% N_2
enthaltend etwa 3 g S/m³.

Das Gas muss somit gewöhnlicher Reinigung und Konvertierung unterzogen werden, und wir bitten deshalb diese Anlagen im Kostenanschlag mitzunehmen. Des weiteren bitten wir Sie, in dem Kostenanschlag die Kompressoranlage getrennt aufzuführen, da wir möglicherweise einige von unseren jetzigen Kompressoren für diese Anlage disponieren können. Im übrigen wird eine komplette Neuanlage vorausgesetzt.

Die Aufgaben sind auf deutsche Verhältnisse zu basieren und am besten so vollständig wie möglich abzugeben, sodass wir auf Grundlage derselben eine genaue Berechnung der Anlagen- und Produktionsunkosten vornehmen können.

O s l o, 5. Juni 1936.

Da es für uns von grosser Bedeutung ist, diese Aufgaben schnellmöglichst zu erhalten, haben wir uns erlaubt, uns direkt an Sie zu wenden, indem wir gleichzeitig der I.H.P., Haag, eine Abschrift dieses Schreiben zugehen lassen.

Gleichzeitig teilen wir Ihnen zu Ihrer Kenntnisnahme mit, dass wir die Optionsfrage sowohl in bezug auf Benzin als auch Methanol mit der I.H.P., Haag, jetzt geregelt haben.

Hochachtungsvoll

Dazu:
Dr. Rauf
Dr. Lehmann
Dr. von Knorring
Dr. Goldmann
Dr. Heer
A.W.P. Marburg
Linz Zyrich

I. G. Ludwigshafen

Betreff: Versuche mit erhöhtem CO-Gehalt im Entlüftungsgas.

Klasse

Abteilung:

Patent:

Nr.

Bericht des Herrn Dr. Steinhäß

vom 29. November 1943

Bag Target
2168 - 30/4.43

Gesehen vom Abteilungsvorstand:

Gesehen von der Direktion:

Zirkuliert in folgenden Abteilungen:

Empfänger	Eingang	Weiter	Unterschrift
Herrn Dr. Göggel			
" " Bürr			
" " Graßhof			
" " Ruppert			
" " Imfeld			
" " Steinhäß			
Stickstoffbüro Op.			
3 = Reserve			

Aufzubewahren im Archiv des:

Eingegangen beim Archivar:

Laufende Nr. des Archivs:

1718-500-442

Dr. Steinheil
Butylfabrik Oppau

Bag. Targt
2168 - 30/4.43

Versuche mit verändertem CO-Gehalt im Butylkreislauf.

Alle wesentlichen Reaktionen bei der Butylsynthese verbrauchen, soweit es sich um die Alkoholreihe handelt, Wasserstoff und Kohlenoxyd im Verhältnis 2:1. Man müßte deshalb annehmen, daß die Reaktionsgeschwindigkeiten bei diesem Verhältnis am günstigsten liegen. Im Betrieb arbeitet man jedoch bei einem Verhältnis von etwa 2,9:1 am Ofenausgang, da sich dieses bei früheren Untersuchungen als das günstigste erwiesen hat.

Zur Klärung dieser und verschiedener anderer Fragen wurde in der Zeit vom 29.4. - 9.5.43 eine Versuchsreihe mit dem 1200er Butylofen 1/4 durchgeführt. Der Ofen hatte dabei ein Betriebsalter von 84 - 94 Tagen, war also in seiner letzten Lebenszeit. Der Widerstand nahm in dieser Zeit sehr stark zu, der Gasdurchgang ging deshalb trotz erhöhter Druckdifferenz zurück, während der C_4-Gehalt stieg. Die wichtigsten Versuchswerte sind aus den Kurven der Anlage 1 zu entnehmen. Sie sind, soweit vorhanden, den Registrierungen entnommen, wobei die mittleren Werte zu Ende jedem Versuchsabschnitts als maßgebend herausgezogen wurden. Sie stellen einen Auszug aus den Registrierungen dar, bei dem die Vorgänge beim Übergang von einem Versuchsabschnitt zum anderen und die unvermeidlichen kleinen Schwankungen als unwesentlich weggelassen sind. Außer dem CO-Gehalt wurde während der Versuche alles unverändert gelassen.

Weitere Versuche wurden bei den Öfen 2/2 und 1/5 durchgeführt.

Die Versuche, bei denen der CO-Gehalt am Ofeneingang bis zu 28% gesteigert wurde, hatten folgende Ergebnisse:

1.) Die Bedienung des Ofens ist in keiner Weise erschwert. Der Ofen läuft ruhig, die Temperaturen zeigen keinerlei Neigung zum Hochgehen.

2.) Die Ölprozente steigen deutlich an, ebenso der C_4-Gehalt, wie aus der Anlage 3 hervorgeht. Der C_4-Gehalt nimmt um 1 - 1,5% im Mittel zu.

3.) Der Anteil der höheren Alkohole wächst nicht. Das Verhältnis $C_4 / (C_4 + > C_4)$ bleibt praktisch unverändert (Anl.3).

4.) Es wurde versucht, dieses Ergebnis noch auf andere Weise zu erhärten. Dr. Graßhof führte deshalb nach seiner Extraktionsmethode Bestimmungen des "Gelben Öls" durch, die folgendes ergaben:

Ofen	Betriebs-tag	Tag	% CO am Ofenein-gang	% C_4	% $>C_4$	$\frac{C_4}{C_4 + > C_4}$	Gelbes Öl %	$\frac{C_4}{\text{Gelbes Öl}}$
2/2	83	7.8.43, 17h	27,0	14,47	7,88	64,6	4,0	3,62
"	"	" 20"	22,5	13,95	7,73	64,4	4,0	3,49
1/5	45	3.11.43, 1950h	25,4	13,28		66,4	4,88	2,72
"	"	4.11.43, 550h	20,8	12,32		64,8	4,56	2,70

Der Anteil des Gelben Öls nimmt also nicht zu.

5.) Im Wassergehalt, im Methanolgehalt und in der Brom- Keton- und Säurezahl ist keine klare Veränderung zu erkennen.

6.) Die Produktmenge nimmt beim Ofen 1/4 zwar aus den oben geschilderten Gründen im Lauf der Versuchsreihe stark ab, doch ist der Einfluß des CO-Gehalts offensichtlich sehr gering. Auch bei den Versuchen mit den Öfen 2/2 und 1/5 war praktisch keine Abhängigkeit zu erkennen. Es ist also in dem untersuchten Bereich die Produktmenge unabhängig vom CO-Gehalt.

7.) Der zur Aufrechterhaltung des gewünschten CO-Gehalts im Kreislauf erforderliche CO-Gehalt der Frischgases ist ebenfalls aus Anl.1. zu entnehmen. Er wächst während der Versuchsreihe mit dem Ofen 1/4, da der Umsatz wegen des verringerten Gasdurchgangs zunimmt.

8.) Mit erhöhtem CO-Gehalt wächst wegen der Wassergasreaktion auch der CO_2-Gehalt beträchtlich (Anl.1). Darauf wird unten noch eingegangen.

9.) Der mit einem Ultrarot-Absorptionsschreiber nach Dr.Lehrer - Dr.Luft aufgezeichnete Methangehalt wird vom CO-Gehalt des Kreislaufgases nicht merklich beeinflußt. (Anl.1). Der Einfluß auf die Methanbildung ist in der Aktennotiz vom 1.11.43 behandelt.

10.) Ob der erhöhte CO-Gehalt des Kreislaufgases vermehrte Rußbildung oder andere Nachteile bei längerer Betriebszeit mit sich bringt, läßt sich nur durch langdauernde Versuche klären. Es ist möglich, daß die starke Widerstandszunahme des Ofens 1/4 während der Versuchsreihe in Zusammenhang damit steht, doch ist dies unwahrscheinlich, da diese schon vor den Versuchen begonnen hat. Sie rührt vermutlich von der starken Beanspruchung des Ofens durch Fahren mit erhöhter Druckdifferenz her. (Aus dem Ofen sollte in seinen letzten Lebenstagen noch so viel wie möglich herausgeholt werden.) Bei den späteren Versuchen, bei denen die Druckdifferenz zwischen Kaltgas 1 und 23 durch einen Kolbendifferenzdruckschreiber aufgezeichnet wurde, ergab sich keinerlei Hinweis auf eine ungewöhnliche Druckzunahme, sodaß diesbezüglich keine Nachteile zu befürchten sind. Da ferner der Anteil der höheren Alkohole und besonders der des Gelben Öls nicht wächst, sind irgendwelche zusätzlichen Kontaktschädigungen sehr unwahrscheinlich. 1)

Frühere Betriebsversuche.

In der Zeit von Dezember 1940 bis September 1941 wurde der CO-Gehalt des Kreislaufgases in Op.37 dreimal um etwa 1.5% geändert. Diese Versuche sind nun in der Weise ausgewertet worden, daß das Mittel der Tagesdurchschnittsanalysen jeweils für 7 Tage vor und für 7 Tage nach der Änderung errechnet wurde:

Zeit	% CO im Ofeneingang	% C_4	% $\frac{C_4}{C_4+>C_4}$
9.-15.12.1940	24.0	11.59	64.37
17.-23.12.1940	22.5	11,28	64,11
31.12.40-6.1.41	22.5	11.83	64.77
9.-15.1.41	24,0	12.67	65,87
22.-28.8.1941	24,4	11,65	65.81
30.8.-5.9.1941	23,0	11.50	64.96

Die obigen Auswertungen können durch gleichzeitige Änderung anderer Betriebsbedingungen etwas beeinflußt sein. Die Änderung des CO-Gehalts ist auch zu klein für genauerer Aussagen. Die Ergebnisse deuten jedoch in dieselbe Richtung wie die jetzigen Versuche: Höherer CO-Gehalt gibt höheren C_4-Gehalt im Produkt und keine Verschlechterung des Verhältnisses von C_4 zu den höhen Alkoholen.

1) Inzwischen erfuhren wir, daß Lëuna mit 25 - 26% CO am Ofeneingang fährt. Bei tiefem CO-Gehalt sinkt nach den Leunaer Erfahrungen der C_4-Gehalt. Irgend welche Nachteile sind nicht beobachtet worden.

Die mittlere Produktmenge läßt sich wegen der zu sehr schwankenden Betriebsbedingungen nicht in ähnlicher Weise auswerten. Abstellen oder Anfahren eines Ofens z.B. wirkt sich zu kraß aus. Man muß schon die recht unruhigen Produktionskurven der einzelnen Öfen verfolgen, die jedoch nur einen sehr rohen Überblick ermöglichen. Ein Absatz im Fluß dieser Kurven bei einer Änderung des CO-Gehalts im Kreislauf ist nicht zu erkennen, sodaß auf eine Änderung der Produktmenge nicht geschlossen werden kann.

Theoretische Zusammenhänge.

Da alle Reaktionen der Alkoholreihe H_2 und CO im Verhältnis 2:1 erfordern, müßten sie bei dieser Einstellung am günstigsten verlaufen. Das gilt nicht nur in der Nähe des Gleichgewichts, sondern auch für die Reaktionsgeschwindigkeit weitab davon, also unter Verhältnissen, wie sie im Butylofen vorliegen. Das Produkt $P = [CO] \cdot [H_2]^2$ muß also möglichst groß sein.

Unter üblichen Betriebsverhältnissen ist die Summe von CO- und H_2-Gehalt etwa 82%. Nimmt man diese für die erste Näherung als unveränderlich an, so erhält man für P die in Anl. 2 ausgezogene Kurve. Das Optimum liegt bei 27,3% CO im Ofenausgang. (Alle Angaben beziehen sich auf die hinter der Produktflasche abgenommenen Analysen. Am Ofenausgang selbst wird der Teildruck der Gase durch das gasförmige Produkt vermindert, was jedoch für unsere Betrachtungen ohne Einfluß ist.)

In Wirklichkeit ändert sich die Summe des CO- und H_2-Gehalts. Zwar lassen die Messungen erkennen, daß der Methangehalt im Versuchsbereich nicht meßbar geändert wird, und man darf dies vermutlich auch für die anderen in kleinerer Menge vorhandenen Gase wie C_2H_6 in erster Näherung annehmen. Der CO_2-Gehalt ändert sich jedoch sehr wesentlich infolge der Wassergasreaktion, wie aus Anl.1 zu entnehmen ist. Dies läßt sich auch rechnerisch erfassen. Man darf mit guter Näherung annehmen, daß die Summe des CO-, H_2- und CO_2-Gehalts unverändert bleibt, in unserem Falle etwa 89%. Dann lassen sich H_2- und CO_2-Gehalt mit Hilfe des Wassergasgleichgewichts leicht errechnen in Abhängigkeit vom CO-Gehalt. Die errechnete Abhängigkeit des CO_2-Gehalts vom CO-Gehalt stimmt nach Anl.2 (unten) gut mit den Versuchswerten der Anl.1 überein. Für das Produkt P erhält man die gestrichelte Kurve. Sie hat ihren Höchstwert bei 21,5% CO im Ofenausgang, also bei dem im Betrieb üblichen CO-Gehalt.

Die Ursache der Verschiebung des Höchstwertes von P nach kleineren CO-Gehalten ist die Senkung der Teildrucke von CO und H_2 durch die Zunahme von CO_2 infolge der Wassergasreaktion. Diese Reaktion hat bekanntlich neben der Verschlechterung des H_2- und CO-Teildrucks auch eine günstige Wirkung insofern, als sie Wasser verbraucht und damit alle Reaktionen der Alkoholreihe außer Methanol begünstigt. Die vorliegenden Versuche erlauben, die beiden Wirkungen voneinander zu trennen. Da nämlich der Gehalt an höheren Alkoholen einschließlich C_4 unzweideutig wächst, wenn man den CO-Gehalt über 21,5% steigert, überwiegt hier der günstige Einfluß der Wassergasreaktion - Verbrauch von Reaktionswasser - die Senkung der Teildrucke von CO und H_2. [1])

Der H_2-Gehalt in Abhängigkeit vom CO-Spiegel ergibt sich ebenfalls aus der Rechnung (Anl.2). Er stimmt gut mit den Analysen während der Versuche überein die im unteren Teil der Anl.1 eingeschrieben sind.

1) Versuche von Herrn Dr. Bossert (Aktennotiz vom 14.3.43) mit etwa 33% CO im Kreislauf des Kilo-Ofens zeigen, erheblich schlechtere Ergebnisse. Hier ist der günstigste CO-Bereich überschritten.

Ergebnis.

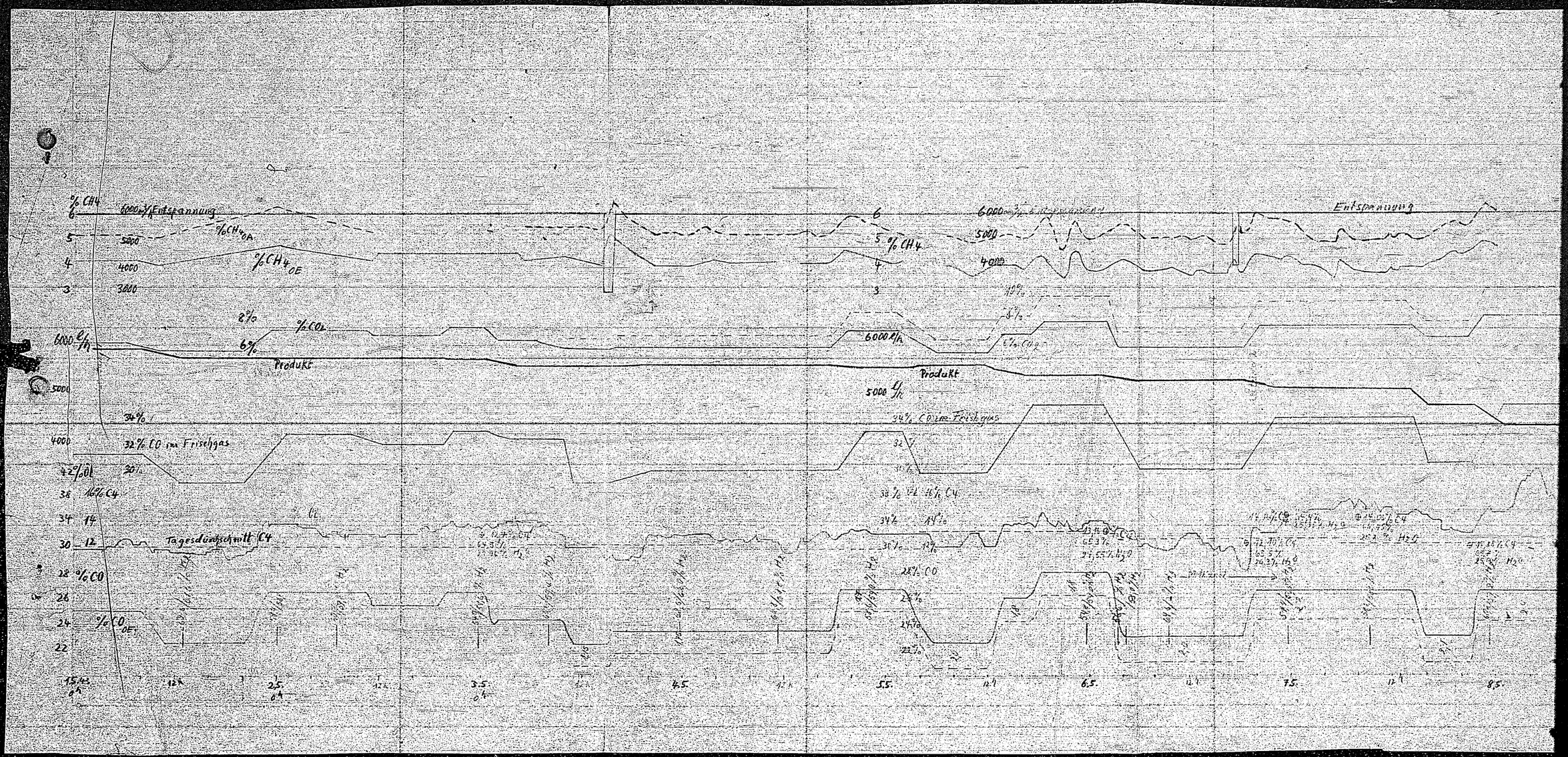
Die vorliegenden Versuche haben gezeigt, daß unter den gegebenen Betriebsverhältnissen eine Erhöhung des CO-Gehalts am Ofeneingang vom 22,5 auf 26 - 28% den C_4-Gehalt um 1-1,5% hebt und zwar ohne Änderung der Produktmenge. Irgendwelche Nachteile wurden nicht beobachtet, und es ist unwahrscheinlich, daß die Gesamtleistung der Öfen dadurch vermindert wird. Eine Steigerung des CO-Gehalts ist deshalb zu befürworten.

Dazu haben wir folgende Möglichkeiten:

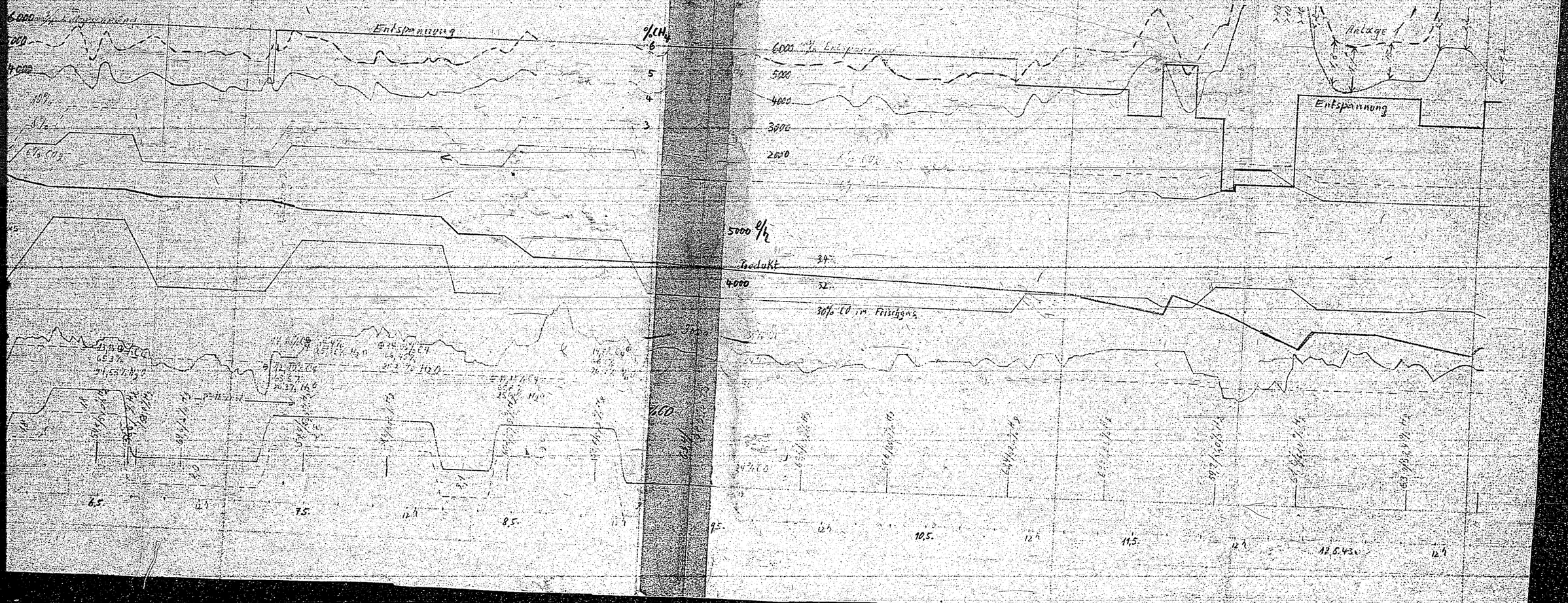
a) Bei der augenblicklichen Fahrweise nur erheblich vermehrte Zumischung von Rein-CO, was jedoch wegen der Knappheit des Rein-CO höchstens vorübergehend und in geringem Ausmaß in Frage kommt.
b) Wird der CO-Gehalt im Methanolkreislauf wie beabsichtigt mit Nullrohgas eingestellt, so kann der CO-Gehalt des Frischgases von der Konvertierung um etwa 1% höher bemessen werden. Eine weitere Steigerung, die bei Zumischung von Nullrohgas zum Butyl-Frischgas von Op.37 an sich möglich wäre, scheitert daran, daß sich die Systeme der Konvertierung bei der dann noch geringen CO-Spanne nicht mehr auf Temperatur halten lassen würden. Es wäre ein Umgang mit M-Kohle-Reinigg. um die Konvertierung erforderlich, der nach Angaben von Dr.Friderici in nächster Zeit kaum verwirklicht werden kann.
c) Es bleibt als einzige in absehbarer Zeit durchführbare Möglichkeit für eine ausreichende Steigerung des CO-Gehalts die Einführung der Endkreislaufschaltung für den Methanolofen, die in einer gesonderten Aktennotiz (30.11.43) behandelt wird.

Oppau, den 29. November 1943.

Pfirrmann


% CH4
6000 m³/h Entspannung
%CH4 OA
%CH4 OE
8%
%CO2
6%
Produkt
6000 l/h
5000
4000
34%
32% CO im Frischgas
42% OL
36 16% C4
34 14
30 12
Tagesdurchschnitt C4
28 % CO
26
24 % CO OE
22
1.5
2.5
3.5
4.5
5.5
6.5
7.5
8.5
6000 m³/h
5000
4000
6000 l/h
5000 l/h
94% CO im Frischgas
38% CH4 46% C4
28% CO

Anlage 1


Entspannung
Anlage
Entspannung
%CH4
6
5
4
3
5000 l/h
Produkt
4000
34
32
30% CO im Frischgas
6.5.
7.5.
8.5.
9.5.
10.5.
11.5.
12.5.43

Anl. 2

$[CO]^2[H_2]$

$\frac{1}{4}\,[CO]^2[H_2]$

40 % CO

$[CO]^2[H_2]$ u. $[\;]^2$ in Volumteilen

Die Angaben beziehen sich auf Kreislaufgas, abgezogen nach Reaktor vor Produktkühler

P

P

H_2 %

% H_2

$[CO]^2 \times [H_2]$ %

$[CO]^2 \times [H_2]$

% CO

% CO

0 20 40 60 80 %

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

(DIN-Format A 4 (210 X 297 mm))

Analysen für die Versuche mit erhöhtem CO-Gehalt im Butylkreislauf.

Ofen	Betriebs-tage	Tag		% CO Ofenein-gang	Spezi-fisches Gewicht	% Öl	Brom-zahl	Keton-zahl	Säure-zahl	Wasser Gew. %	C_1-C_3	C_4	$>C_4$	$\frac{C_4}{C_4+>C_4}$	
1/4	88	3.5.43	22^{00}	26,5	0,852	31,6	105	1,2	27,5	20,96	58,96	12,70	7,02	64,3	
"	88	3.5.43	14^{30}	22,5	0,864	30,0	100	1,1	24,0	26,65	52,44	12,08	6,96	63,6	
1/4	91	6.5.43	1^{50}	28	0,862	32,4	138	1,8	20,5	24,55	54,32	13,16	6,98	65,3	
"	91	6.5.43	18^{10}	23	0,864	30,0	106	1,3	19,5	26,10	55,14	12,10	6,96	63,5	
"	91	6.5.43	22^{50}	26,5	0,870	34,4	137	1,6	28,8	25,85	50,88	14,16	7,40	64,4	
1/4	92	7.5.43	8^{00}	26,5	0,864	37,2	180	1,2	35,0	25,20	53,40	14,06	7,12	66,45	
"	92	7.5.43	21^{00}	23	0,864	34,0	145	1,2	24,2	25,00	53,84	12,88	7,40	63,50	
"	93	8.5.43	12^{45}	26,5	0,864	36,4	121	1,1	28,4	26,20	51,66	14,70	7,84	65,26	
2/2	83	7.8.43	16^{00}	27	0,864	32,0	161	1,5	10,5	19,22	59,12	13,36	7,80	63,00	
"	83	7.8.43	16^{40}	27	0,850	34,8	157	1,5	13,0	20,18	59,40	13,52	7,64	63,90	
"	83	7.8.43	19^{00}	23,5	0,850	31,6	143	1,3	10,0	20,24	59,66	12,60	6,76	64,90	
"	83	7.8.43	20^{00}	22,5	0,850	30,4	129	1,0	11,5	20,36	60,26	12,16	6,68	63,60	
1/5	21	20.9.43	2^{00}	25,5	0,850	32,0	258	1,3	31,5	21,60	57,76	12,96	7,04	64,80	
"	21	20.9.43	6^{00}	22,7	0,850	32,8	238	1,2	32,0	22,00	56,52	12,36	7,12	65,20	

Anlage 3.

I. G. Ludwigshafen

Betreff: Die Kommandierung bei der Entgiftungsfrage.

Klasse .....

Abteilung: .....

Patent: .....

Nr. .....

Bericht des Herrn Dr. Heinhardt

vom 2. November 1943

Bag Target
2168 - 30/4.03

Gesehen vom Abteilungsvorstand: .....

Gesehen von der Direktion: .....

Zirkuliert in folgenden Abteilungen:

Empfänger	Eingang	Weiter	Unterschrift
Herrn Dr. Bugge			
Herrn Dr. Diehl			
Herrn Dr. Eckhardt			
Herrn Dr. Jaenecke			
Herrn Dr. Lautsch			
Herrn Dr. Mentzel, Bay			
Herrn Dr. Oberländer			
Registratur Buna			
3 Exempl. Herren			
Frau Schulz			

Aufzubewahren im Archiv des .....

Eingegangen beim Archivar .....

Laufende Nr. des Archivs .....

3117-3136-500-472-9096101

STICKSTOFF-ABTEILUNG
St1/Op.98b

Oppau, den 1. Novbr. 1943. C.

Bag Target
2158 - 30/4.03

Die Methanbildung bei der Butylsynthese.

Die Bildung von Methan und höherer gesättigter Kohlenwasserstoffe bei der Butylsynthese bringt folgende Nachteile mit sich :

1) Der Teildruck von CO und H_2 wird unter den üblichen Betriebsbedingungen um etwa 5-7 % gesenkt, die C_4-Erzeugung infolgedessen bei Annahme quadratischer Abhängigkeit vom Druck um 9-13 % vermindert. [2]

2) Das bei der Methanbildung entstehende Wasser beeinträchtigt die Bildung höherer Alkohole.

3) CO und H_2 wird unnütz zur Methanbildung verbraucht. Wie sich aus den späteren Rechnungen ergibt, handelt es sich um einige Prozent, im Mittel etwa 5 % der zur Rohölbildung verbrauchten CO- und H_2 - Menge.

4) Die Bildung von Methan verursacht nicht nur den üblichen Methangehalt des Kreislaufgases, sondern auch das Durchgehen der Öfen infolge des mit steigender Temperatur stark zunehmenden Umsatzes und der dabei auftretenden außerordentlich großen Wärmetönung. Es ist von großem Interesse, den Zusammenhang zwischen beiden Vorgängen zu klären.

Alle diese Punkte sind wichtig genug, um eine genauere Untersuchung zu rechtfertigen. Wegen der guten Überwachung durch Meßgeräte eignen sich dazu besonders die 1200-er Öfen in Op. '633.

a) Methanschreiber.

Die Methan- and Äthanwerte der vom Betrieb durchgeführten technischen Verbrennungsanalysen streuen so stark, daß darauf keine eingehenden Versuche und Überlegungen gegründet werden können. Es wurde deshalb ein Ultrarot-Absorptionsschreiber nach Dr. Lehrer-Dr.Luft benützt. [1] Eingebaute Filterkammern ließen eine Filterung zu. Waren diese Kammern mit Stickstoff gefüllt, also außer Betrieb, so wurden infolge der Nachbarschaft der Banden zugleich mit CH_4 auch die höheren gesättigten Kohlenwasserstoffe teilweise mitgemessen. 10 % C_2H_6 wurde z.B. mit demselben Ausschlag angezeigt wie 4,3 % CH_4. (Es wurden dabei immer technische Gase ohne weitere Reinigung verwendet).

Filterung mit Äthan ließ die CH_4-Anzeige des Betriebsgases um etwa 20 % zurückgehen. 100 % C_2H_6 wurde nur noch als 2 % CH_4 angezeigt, die Filterung war also sehr gut. Im übrigen war die Anzeige des Schreibers in derselben Weise von den verschiedenen Betriebsbedingungen abhängig, sodaß man die ohne Filterkammer erhaltenen Ergebnisse ohne Bedenken auf reines CH_4 übertragen kann, wenn man etwa 20 % abzieht. Die meisten Versuche, auch die Auswertungen der Anlage 2 beziehen sich auf ungefilterte Werte, was jeweils aus der Bezeichnung CH_4' ersichtlich ist. Ein Beispiel für die Aufzeichnung des Methanschreibers gibt Anl.4 links.

) Vgl.Berichte d.Betriebskontrolle Nr.404, 414 und 433.
) Aktennotiz Dr.Steinheil vom 1.9.43.

Zur weiteren Klärung wurde das Ultrarotgerät als Äthanschreiber hergerichtet und dazu mit einer Filterung von Methan versehen. 100 % Methan wurde dabei nur noch als 2 % Äthan angezeigt. Die Banden der höheren gesättigten Kohlenwasserstoffe sind sich so ähnlich, daß sie auch im Ultrarotschreiber nicht mehr zu trennen sind. 1 % C_3H_8 wurde z.B. wie 1,6 % C_2H_6 angezeigt, da die Empfindlichkeit mit der Molekülgröße wächst. Der wahre Äthangehalt und auch der Gehalt an allen gesättigten Kohlenwasserstoffen zusammen - außer CH_4 - ist demnach etwas geringer als der angezeigte Äthangehalt.

Das wichtigste Ergebnis der Untersuchungen mit dem Äthanschreiber ist, daß sich Äthan allen Betriebsbedingungen gegenüber ganz ähnlich verhält wie Methan. Ein Beispiel zeigt Anl. 4 rechts. Das nach den technischen Verbrennungsanalysen sehr stark schwankende Verhältnis zwischen Methan- und Äthangehalt entspricht keineswegs den Tatsachen. Teilweise wird dabei sogar mehr Äthan als Methan gefunden. Ein vom Betriebslaboratorium nachgeprüftes besonders krasses Beispiel dafür zeigt Anl. 1 rechts (30.6.43).

Nach dem Ultrarotgerät ist der angezeigte Gehalt an Äthan und Höheren ziemlich gleichmäßig etwa 40 % des wahren Methangehalts. Aus den oben geschilderten Gründen liegt der Gehalt in Wirklichkeit etwas tiefer.

Zur weiteren Sicherung der Ergebnisse wurde mit dem Ofeneingangsgas vom 2.7.43 eine Stockanalyse durchgeführt. (Anl. 1 links). Dabei wurde 4,0 % CH_4 gefunden, während der Schreiber bei Äthanfilterung mit guter Übereinstimmung 4,1 % zeigte. Die Summe der Höheren macht 35 % des Methangehalts aus. 2 Stockanalysen vom 15.9.41 vom Ofen - ausgang von Kammer C und F in Op. 37 können ebenfalls herangezogen werden (Anl.1). Bei ihnen machen die Höheren 21 bezw. 22 % des Methangehalts aus.

Das Frischgas enthält nach dem Ultrarotschreiber 0,1 - 0,2 % Methan und etwa 0,1 % höhere gesättigte Kohlenwasserstoffe.

b) Reaktionsvorgang.

Die Methanbildung nach der Gleichung (1) $CO + 3\,H_2 = CH_4 + H_2O$ verläuft unter den Betriebsbedingungen im Butylofen ganz überwiegend nach rechts. Nach von Dr.Bartholome angegebenen Werten liegt die Gleichgewichtskonstante

$$K_p = \frac{P_{CH_4} \cdot P_{H_2O}}{P_{CO} \cdot P_{H_2}^3}$$ im Butylofen bei etwa 1000.

Rechnet man dagegen K_p für die tatsächlich vorhandenen Teildrucke aus, so findet man etwa $2 \cdot 10^{-7}$. Man ist also außerordentlich weit vom Gleichgewicht entfernt. Dieses wäre erst erreicht, wenn CO und H_2 bis auf einen ganz kleinen Restbetrag umgesetzt wären (unter Annahme eines Verhältnisses von CO:H_2 wie 1:3).

Im Verlauf der Untersuchungen wurde es fraglich, ob die Methanbildung nach der Gleichung (1) erfolgt. Als nächst wahrscheinliche Reaktion kommt die Methanbildung aus Methanol in Frage :

(2) $CH_3OH + H_2 = CH_4 + H_2O$.

Diese Reaktion wurde am Butylkontakt bei Niederdruck von Dr.Indest beobachtet. Es ist durchaus denkbar, daß die Reaktion (1) ebenfalls auf dem Umweg über Methanolbildung vor sich geht. (Dies vermutet auch Dr.Mittasch in seinem Bericht vom 30.6.24, S.39.)

c) Formeln und Berechnungen.

Bei der Auswertung der Ergebnisse zeigte sich, daß die Messung der Methanprozente noch keine klare Übersicht ermöglicht. Man muß in jedem Fall eine Bilanz aufstellen und die im Ofen gebildete Methanmenge berechnen. Diese steht keineswegs in festem Verhältnis zu dem Unterschied zwischen dem Methangehalt am Ofenein- und -ausgang.

Abkürzungen:
- OE = Ofeneingang in m^3/Std., gemessen vor dem Wärmeaustauscher.
- KG = Kaltgasmenge in m^3/Std.
- M = Einspritzmethanol in m^3/Std.
- Mg = gasförmiges Einspritzmethanol, näherungsweise umgerechnet nach Mg = M·800·24,4/32 = 610·M m^3/Std.
- GOE = gesamtes in den Ofen eintretendes Gas = OE + Mg + KG m^3/Std.
- F = Frischgasmenge in m^3/Std.
- P = Produktmenge in m^3/Std. (Rohisobutylöl).
- OA = Gasmenge in m^3/Std. am Ofenausgang, gemessen nach Abscheidung des Produkts.
- E = Entspannung aus dem Kreislauf. (Für Undichtheiten in der Anlage ist hierzu noch ein Zuschlag erforderlich. Erfaßbar ist die aus den Stopfbüchsen der Umlaufpumpen entweichende Gasmenge.)
- M_F = Einspritzmethanol, umgerechnet in Frischgas von 31 % CO : $M_F = M \cdot 800 \cdot \frac{24,4}{32 \cdot 0,31} = 1970 \cdot M$ m^3/Std.
- $CH_{4\,Ofen}$ = im Ofen gebildete Methanmenge in m^3/Std.
- $CH_{4\,E}$ = in der Entspannung enthaltene Methanmenge in m^3/Std.
- $CH_{4\,P}$ = im Produkt gelöste Methanmenge in m^3/Std.
- $CH_{4\,F}$ = vom Frischgas mitgebrachte Methanmenge in m^3/Std.

Die letzten 4 Größen sind durch Multiplikation mit 100/GOE umgerechnet auf 100 m^3/Std. GOE.

- % $CH_{4\,OE}$ = Methangehalt am Ofeneingang
- % $CH_{4\,OA}$ = " " Ofenausgang
- % M_P = Gewichtsprozent Methanol im Produkt.

Formeln: 1) Berechnung der Methanbildung im Ofen:

(1) $CH_{4\,Ofen} = CH_{4\,E} + CH_{4\,P} - CH_{4\,F}$

$CH_{4\,P} = 2300 \cdot P$ (bei einer mittleren Abgasmenge von 58 m^3 aus 1 m^3 P und einem mittleren CH_4-Gehalt von 4 %

% $CH_{4\,F}$ nach Messungen mit dem Methanschreiber 0,1-0,2 %, hier zu 0,15 % angenommen.

$$(1)\quad CH_{4\,Ofen} = \frac{E \cdot \%\,CH_{4\,OA} + 2300 \cdot P - 1,5 \cdot F}{GOE}$$

(2) Berechnung der Methanprozente im Ofenausgang:

$$(OE + KG) \cdot \%CH_4{}_{OE} + CH_4{}_{Ofen} \cdot GOE = OA \cdot \%CH_4{}_{OA}$$

$$\%\,CH_4{}_{OA} = \frac{(OE + KG);\%CH_4{}_{OE} + GOE \cdot CH_4{}_{Ofen}}{OA}$$

(3) Berechnung der Gasmenge am Ofenausgang:
(Die gemessene Gasmenge ist viel zu ungenau, kleine Differenzen fallen bei den weiteren Rechnungen zu sehr ins Gewicht. OA muß deshalb berechnet werden.)

$$OA = OE + KG + E - F$$

(4) Gasdichte am Ofeneingang und -ausgang:

$$\gamma_{OE} = \frac{(OE - E) \cdot \gamma_{OA} + F \cdot \gamma_F}{OE + KG}$$

Unter üblichen Betriebsbedingungen ist die Gasdichte am Ofeneingang nur 1-2 % kleiner als am Ofenausgang. OE und KG wird um 0,5 - 1 % zu groß gemessen. Das ist vernachlässigbar.

(5) Entspannung: Zur Beurteilung des Grades der Entspannung wird diese üblicherweise auf das Frischgas bezogen: E/F. Für die Methanbildung (und für die Kohlensäurebildung) ist es richtiger, sie auf Frischgas + Einspritzmethanol zu beziehen, da dieses im selben Maße zur Methanbildung beiträgt: $E/(F+M_F)$

(6) Der Teildruck des gasförmigen Methanols am Ofenausgang, gemessen in Prozenten des Ofenausgangsgases (einschließlich des gasförmigen Produktes, das sehr roh gerechnet etwa = 770·P ist), ergibt sich zu

$$\%\,M_{g_{OA}} = \frac{P \cdot \gamma_P \cdot \%\,M_P \cdot \frac{24400}{32}}{OA + P \cdot 770} = \frac{P \cdot \%M_P \cdot 657}{OA + P \cdot 770}$$

Dabei bedeutet $\%M_P$ die Gewichtsprozente Methanol im Produkt.

Die Betriebsergebnisse sind nach diesen Formeln in Anlage 2 ausgewertet. Alle Gasmengen sind für 15° und 735 mm eingesetzt.

d) Auswertung der Betriebsmessungen.

1) Am auffallendsten war zunächst, daß die Aufzeichnung des Methanschreibers ausserordentlich konstant ist und fast nur von der Masse der Entspannung beeinflußt wird. Ein Beispiel dafür zeigt Anlage 4 links. Wenn man annimmt, daß die Methanbildung durch Spuren von Eisen sehr stark beschleunigt wird, so ist das nicht zu erwarten, denn diese Spuren treten sicher in sehr wechselnder Menge auf, schon während der Laufzeit eines Ofens. Erhebliche Unterschiede müßten sich ferner bei verschiedenen Öfen ergeben, da der Eisengehalt des ausgebauten Kontaktes stark schwankt. Der Ofen 1/4 in Op.633, bei dem der Methangehalt sehr lange überwacht wurde, hatte nach dem Ausbau ungewöhnlich viel Eisen im Kontakt, im obersten Schuß 0,49 % ! Die auf dem obersten Schuss des Ofens 2/2 liegende Staubschicht hatte sogar 12,37 % Eisen.

Man muß daraus schließen, daß die normale Methanbildung nicht als Folge der Eisen-Katalyse aufzufassen ist, sondern durch Katalyse am Butylkontakt zustande kommt. (Bei Kontaktuntersuchungen ist es deshalb empfehlenswert, auch auf die Methanbildung zu achten, die wenigstens in geringer Masse vom Katalysator abhängen wird.)

2) In Anlage 2 ist für verschiedenartige Betriebsbedingungen der Öfen 1/4 und 2/2 in Op.633 die Bilanzbetrachtung durchgeführt. Die vom Frischgas zugeführte Methanmenge $CH_4{}'_F$ beträgt nur 4-10 % des im Ofen gebildeten Methans.

3) Die gelöst im Produkt abgehende Methanmenge ist etwa gleich groß wie die vom Frischgas zugeführte. Beide Beträge heben sich annähernd auf. Besonders im Hinblick auf den sehr ungenau bekannten Methangehalt des Frischgases kann man deshalb nach Formal 1 die im Ofen gebildete Methanmenge gleichsetzen mit der mit der Entspannung abgehenden. Vereinfacht errechnet man somit :

$$CH_4{}_{Ofen} = \frac{E \cdot \%CH_4{}_{OA}}{GOE}$$

4) Eine Verminderung des Gasdurchgangs vermehrt die Methanbildung (Versuche vom 6./9.5. und 27.6.43). Vom Anfang bis Ende der Ofenlaufzeit nimmt die Methanbildung ebenfalls zu, nach den bisherigen Versuchen von etwa 0,2 auf etwa 0,7 m^3/100 m^3 GOE, vermutlich infolge des geringeren Gasdurchgangs und höherer Kontakttemperatur (vergl. Abs.11). Bei kleinerer Strömungsgeschwindigkeit wird die Methanbildung verstärkt (Anlage 3). Dies spricht dafür, daß es sich um eine Reaktion handelt, die weit vom Gleichgewicht entfernt ist.

5) Verkleinert man das Entspannungsverhältnis, so steigen die Methanprozente im Ofeneingang und -ausgang. Überraschenderweise wächst auch der Unterschied zwischen dem Gehalt im Ein- und Ausgang, sodaß die Methanbildung bei kleinerer Entspannung zuzunehmen scheint. Die Bilanz zeigt jedcch, daß dies nur vorgetäuscht wird und auf der Verringerung der Gasmenge am Ofenausgang beruht. Tatsächlich nimmt die Methanbildung mit abnehmender Entspannung ab, was im Hinblick auf die Zunahme des Methangehalts zu erwarten ist. In Anlage 3 ist jeweils an die Meßpunkte das Entspannungsverhältnis $E/(F+M_p)$ angetragen und die Abhängigkeit zu erkennen. Man vergleiche besonders die Auswertungen vom 9.-12.5., 20.-22.6. und 28.6.43.

6) Am 6.5.43 wurde das Einspritzmethanol auf die Hälfte zurückgenommen und durch Frischgas ersetzt, ohne daß sich die Methanbildung dabei geändert hätte. Dasselbe zeigte sich bei späteren Versuchen. Es ist demnach für die Methanbildung gleichgültig, ob CO und H_2 als Frischgas oder in Form von Einspritzmethanol zugeführt wird.

7) Die Methanbildung aus CO und H_2 müßte sehr stark druckabhängig sein, während die Bildung aus Methanol druckunabhängig ist. Die Drucksenkung von 320 auf 245 atü am 23.5.43 bei gleicher Verweilzeit im Kontakt zeigte, daß die Methanbildung annähernd unabhängig vom Druck ist. Damit wird es sehr wahrscheinlich, daß Methan aus Methanol gebildet wird.

8) Die Methanbildung hängt nach den Versuchen vom 31.4.-9.5.43 nur wenig vom CO-Gehalt des Kreislaufgases ab. Eine CO-Steigerung im Kreislauf und die damit verbundene Senkung des H_2-Gehalts hat bei Bildung aus Methanol geringeren Einfluß auf die Methanbildung als bei der Bildung aus CO und H_2, was sich zahlenmäßig erfassen läßt. Auch dies spricht für die Methanbildung aus Methanol.

9) Der Methanolteildruck am Ofenausgang ist ziemlich unveränderlich und scheint nur gegen Ende der Laufzeit des Ofens möglicherweise etwas abzunehmen. Da die Methanbildung ebenfalls auffallend unveränderlich ist (Anlage 2 rechts), spricht auch dies zu Gunsten der Bildung aus Methanol.

10) Sehr hoher Kohlensäuregehalt im Frischgas läßt die Methanbildung etwas zurückgehen(30.5., 1.6. und 24.6.43). Das ist einleuchtend, da eine Steigerung der Frischgaskohlensäure die Wassergasreaktion beeinträchtigt. Infolgedessen bleibt mehr Wasser im Kreislauf und behindert die Methanbildung.

11) Die Methanbildung im Ofen und der Methangehalt des Kreislaufgases ist damit weitgehend übersehbar, er läßt sich sogar für gegebene Betriebsverhältnisse in Annäherung berechnen. Aus Anlage 3 entnimmt man dazu die ungefähre Methanbildung im Ofen in Abhängigkeit vom gesamten Ofeneingangsgas GOE und vom Entspannungsverhältnis $E/(F+M_F)$ Daraus ergibt sich $\%CH_{4OA} = CH_{4Ofen} \cdot GOE/E$. (Anl. 2 rechts).
Damit läßt sich weiter nach Formel 2 $\%CH_{4OE}$ berechnen.

12) Methanbildung beim Durchgehen der Öfen:

Beim Abstellen des Ofens 1/4 gingen einzelne Elemente stark hoch, bis weit über 50 mV. Beim Ausbau zeigten sich in 3 Schüssen ausgeprägte Nester von hellgrauem Kontakt, in 2 Schüssen waren sogar Teile des Mangankupfernetzes geschmolzen. Der Methanschreiber zeigte jedoch, entgegen der Erwartung, keine Zunahme des Methans an. Offenbar war das Durchgehen zu örtlich beschränkt.
Am 11.8.43 ging die Temperatur im ganzen unteren Teil des Ofens 2/2 sehr stark hoch. Sogar das außen auf das Ausgangsrohr aufgebundene Thermoelement zeigte 40 mV an. Man vergleiche die Zusammenstellung in Anlage 5. Der Methanschreiber schrieb infolge sehr schwankenden Betriebs und der schon fast 3 Stunden vorher geschlossenen Entspannung fast an der Meßgrenze und sehr wechselnd. Die Meßpunkte für Ofenein- und ausgang, die hier wegen einer Unzulänglichkeit des Meßgerätes stark streuen, sind zur besseren Übersicht durch Linien verbunden. Man sieht deutlich, wie die Methanbildung mit steigender Ofentemperatur im unteren Ofenteil zunimmt und bei sinkender Temperatur wieder zurückgeht. Im Augenblick des starken Hochgehens der Ofentemperaturen ist gerade noch der Beginn eines steilen Methananstieges zu erkennen. Es macht jedoch nicht den Eindruck, als ob hier ein grundsätzlich neuer Vorgang einsetze. Die durch sehr schlechtes Fahren des Ofens eingeleitete Wellenbewegung in den Temperaturen und im Methangehalt wurde nicht mehr gebändigt und hat sich hochgeschaukelt,bis die Reaktionswärme nicht mehr abgeführt werden konnte, bis zum Durchgehen des Ofens. Man kann also das Durchgehen der Öfen mit der normalen Methanbildung aus Methanol durchaus erklären und braucht keinen neuen Vorgang anzunehmen.

e) Folgerungen für den Betrieb.

1) Nach den obigen Untersuchungen ist nur eine einzige Möglichkeit zur Beschränkung der Methanbildung im Verhältnis zur Rohölbildung klar zu erkennen und praktisch zu verwerten, nämlich die Drucksteigerung. Dabei nimmt die Rohöl- und C_4-Bildung sehr stark zu (vgl. Aktennotiz v. 1.9.43),während die Methanbildung annähernd unverändert bleibt. Der Methangehalt am Ofeneingang- und -ausgang sinkt sehr deutlich, der CO- und H_2-Teildruck nimmt infolgedessen zu.

2) Die üblicherweise im Kreislauf vorhandenen Eisenspuren sind für den Methangehalt des Kreislaufgases offenbar nicht von Bedeutung. Es ist also von einer peinlichen Fernhaltung von Eisen in Bezug auf den Methangehalt des Kreislaufs keine Besserung zu erwarten.

3) Eine Senkung des Methangehalts des Frischgases würde sich auf die Methanbildung in verschwindend kleinem Ausmaß, auf den Methangehalt des Kreislaufgases nur sehr wenig auswirken.

4) Vermehrte Entspannung senkt zwar den Methangehalt des Kreislaufgases, läßt jedoch die Methanbildung und damit den CO- und H_2-Verbrauch ansteigen.

5) Eine Kohlensäurewäsche würde die Methanbildung infolge des gesteigerten Wasserentzuges verstärken.

Thumpf

Tümm

Anlagen: Tabellen und Kurven.

Anlage 1

	Op.633, Ofeneingang 2.7.43, 13[20]			Kammer C, Ofenausgang 15.9.41, 15[15]		Kammer F, Ofenausgang 15.9.41, 14[50]		Op.633, Ofenausgang 30.6.43 12[30]	
	Stockanalyse	techn. Anal.	Betr. Anal.	Stockanalyse	techn. anal	Stockanalyse	techn. anal.	Betriebs Analyse	Analyse v. Lab. Op.7
CO_2	6,0	6,0	6,6	8,10	8,1	7,90	7,9	7,2	7,6
H_2S	-	-		0,00	0,0	0,00	0,0		
C_2H_2	-	-		0,00	0,0	0,00	0,0		
H_2O lösl. M.G.49				0,20		0,25			
O_2	0,0	0,7		0,20	0,4	0,35	0,6		
CO	22,0	23,0	22,6	24,10	24,4	24,40	24,2	22,4	23,6
H_2	61,9	60,8	62,8	57,40	56,9	57,40	56,9	58,8	58,2
N_2	4,4	4,4	3,4	4,25	4,7	4,05	5,0	5,6	4,2
C_2H_4	0,1			0,60		0,55			
C_3H_6	0,1 } 0,3			0,10		0,10			
C_4H_8	0,1	} 0,9		0,10 } 0,80	} 0,8	0,05 } 0,75	} 0,8		
C_5H_{10}				0,00		0,05			
höh. unges. KW				0,00		0,00			
CH_4	4,0 [+]		3,8	4,05		4,05		2,2 [++]	1,2 [++]
C_2H_6	0,4 } 5,4		0,8	0,60		0,55		3,8 } 6,0	5,2 } 6,4
C_3H_8	0,6			0,15		0,15			
C_4H_{10}	0,4	} 4,2		0,15 } 4,95	} 4,7	0,10 } 4,90	} 4,6		
C_5H_{12}				0,00		0,05			
höh. ges. KW				0,00		0,00			
	100,0			100,0		100,0		100,0	100,0

+) Gleichzeitige Anzeige des Methanschreibers bei Filterung mit C_2H_6 : 4,1 % CH_4 .

++) Gleichzeitige Anzeige des Methanschreibers bei Filterung mit C_2H_6 : 7,4 % CH_4 .

Anlage 2

Tag 1943	Betr.-tag	Kreisl.-Dichte	Ofen-Eingang OE m³/h	Kaltgas KG m³/h	Methanol M m³/h	Gesamt-Ofen-Eingang GOE m³/h	Ofen-ausgang bergb. OA m³/h	Frisch-gas F m³/h	Entspannungsgas E m³/h	E/F %	E/(F+E_F) %	Produkt P m³/h	für 100 m³/h GOE: CH4 F	CH4 P	CH4 E = CH4-Ofen	% CH4 GOE gemessen	% CH4 OA gemessen	% CH4 OA berechnet	Methanol-Teildruck (OA) %	
2.5. 24h	87	0,525	54000	5000	4,100	61500	53100	12000	6100	51	30,5	5,650	0,021	0,029	0,349	4,4	5,5	5,5	3,73	
5.5. 8-12h	90	0,486	56300	6000	4,050	64800	56400	12200	6300	52	31,2	5,600	0,020	0,028	0,478	3,6	4,9	4,5	3,36	
6.5. 0-3h	91	0,580	53800	7000	4,050	63300	56500	10000	5700	57	31,7	5,200	0,019	0,024	0,470	4,0	5,2	4,9	3,05	28,0 $ CO OE
6.5. 8-12h	91	0,486	53300	6000	3,950	61700	54000	11600	6300	54	34,5	5,400	0,020	0,028	0,532	4,0	5,2	5,0	3,38	
9.5. ø	94	0,515	36600	5000	4,000	44000	38200	9500	6100	64	35,1	4,200	0,022	0,032	0,730	4,0	5,4	5,2	3,46	
10.5. 0-8h	95	0,490	36600	6000	4,100	45100	39700	8900	6000	67	35,3	4,150	0,022	0,030	0,735	4,1	5,4	5,2	3,42	
10.5. 14-21h	95	0,500	35000	6000	4,050	43500	38300	7700	5000	65	31,8	4,000	0,021	0,027	0,737	4,8	6,4	6,0	3,40	
11.5. 13-16h	96	0,570	34000	5500	2,400	41900	34800	5700	1000	18	9,6	3,100	0,017	0,021	0,35	ca 12	-	ca 14,4	2,93	
12.5. 4-8h	97	0,505	32000	6000	3,850	40300	33400	8600	4000	46	24,6	3,450	0,020	0,032	0,712	5,7	7,2	7,3	3,09	
12.5. 4-15h	97	0,530	27000	10400	2,630	39800	32600	8600	3000	35	21,7	3,150	0,019	0,033	0,692	7,0	9,2	9,1	3,07	
22.5. 2h	6	0,530	80000	40500	7,900	128000	108200	16400	4100	26	19,5	12,600	0,023	0,019	0,214	5,4	6,6	6,3	3,95	320 atü
23.5. 0-10h	7	0,530	75000	41500	7,350	119100	101150	17400	4050	23	12,7	12,600	0,024	0,028	0,215	5,0	6,3	5,9	4,20	
23.5. 16-18h	7	0,530	66700	21300	4,700	90900	82700	8000	2700	34	15,6	6,400	0,016	0,019	0,240	6,8	8,1	7,4	2,80	245 atü
23.5. 20-23h	7	0,530	81000	23700	4,500	107300	97300	9900	2700	28	14,6	7,000	0,015	0,014	0,235	8,0	9,4	8,9	2,50	
24.5. 2-4h	8	0,530	85000	45000	8,500	139200	113750	18700	4450	24	12,6	14,000	0,024	0,021	0,220	5,4	6,7	6,3	4,10	320 atü
24.5. 4-8h	8	0,550	73000	41000	7,600	118600	101550	16900	4450	26	14,0	12,300	0,024	0,021	0,240	5,2	6,4	6,2	4,10	
5.6. ø	20	0,510	67700	36000	7,860	109500	94800	15800	6300	37	19,4	11,15	0,023	0,022	0,357	5,1	6,2	6,0	4,02	
20.6. 6-13h	35	0,498	61700	33500	6,900	99400	84900	17500	7200	41	23,1	10,100	0,023	0,026	0,398	4,6	5,5	5,6	4,11	
20.6. 17h - 21.6. 11h	35	0,512	60500	32600	6,660	97100	83400	15800	6100	38	21,1	9,800	0,023	0,024	0,407	5,4	6,5	6,5	4,05	
21.6. 16-20h	36	0,534	59200	31400	5,850	94200	80500	14500	4400	30	16,8	9,400	0,023	0,023	0,363	6,6	7,8	7,9	4,05	
22.6. 0-7h	37	0,516	60000	31800	6,200	95600	82100	15200	5500	36	20,0	9,600	0,023	0,024	0,397	5,8	6,9	6,9	4,04	
22.6. 10-18h	37	0,508	59400	31800	6,600	95200	80300	16800	6900	41	23,1	9,600	0,023	0,027	0,431	5,1	6,1	6,3	4,13	
27.6. 0-4h	42		56000	33100	6,200	92900	78900	16700	6500	39	22,5	9,200	0,023	0,027	0,462	5,4	6,6	6,6	4,18	
27.6. 7-10h	42		45300	30000	5,500	78600	67000	14800	6500	44	25,4	8,000	0,023	0,028	0,530	5,0	6,4	6,2	4,26	
27.6. 14-20h	42		56000	32300	6,100	92000	77700	17100	6500	38	22,3	9,000	0,023	0,028	0,480	5,5	6,8	6,8	4,16	
28.6. 6-11h	43	0,505	54200	32200	6,100	90100	76000	16900	6500	39	22,7	9,000	0,023	0,028	0,504	5,6	7,0	7,0	4,28	
28.6. 15-17h	43	0,585	54000	25600	3,950	82000	69300	12500	2200	17	10,6	7,300	0,020	0,023	0,32	9,8	-	11,7	3,84	
28.6. 19-24h	43	0,560	54800	26200	4,800	83900	70800	13600	3400	25	14,6	7,800	0,021	0,024	0,44	8,9	-	10,8	4,60	
29.6. 3-9h	44	0,555	48400	26000	4,400	77100	65400	12400	3400	27	16,0	7,300	0,022	0,024	0,45	8,4	10,2	10,1	4,04	

Anlage 3

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

130 000 m³/h

100 000

50 000

0

Methanschreiber (Füllung CH_4)

8.7.1943 Op. 631

Eichung

Übergang

Übergang

Eichung

Eichung

Methanschreiber (Füllung CH_4)

15.3.43 Op. 632

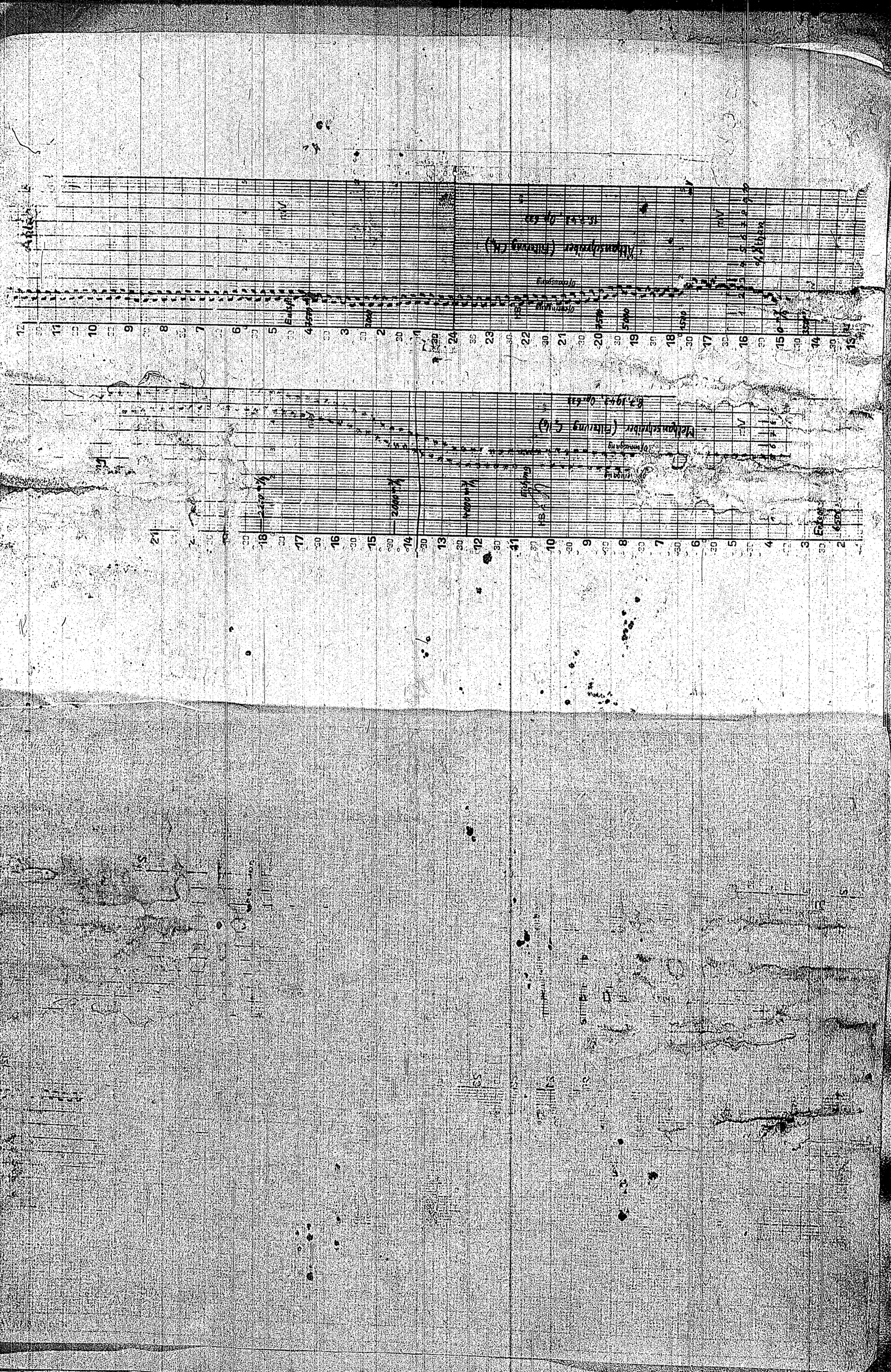
Übergang

Übergang

Eichung

Eichung

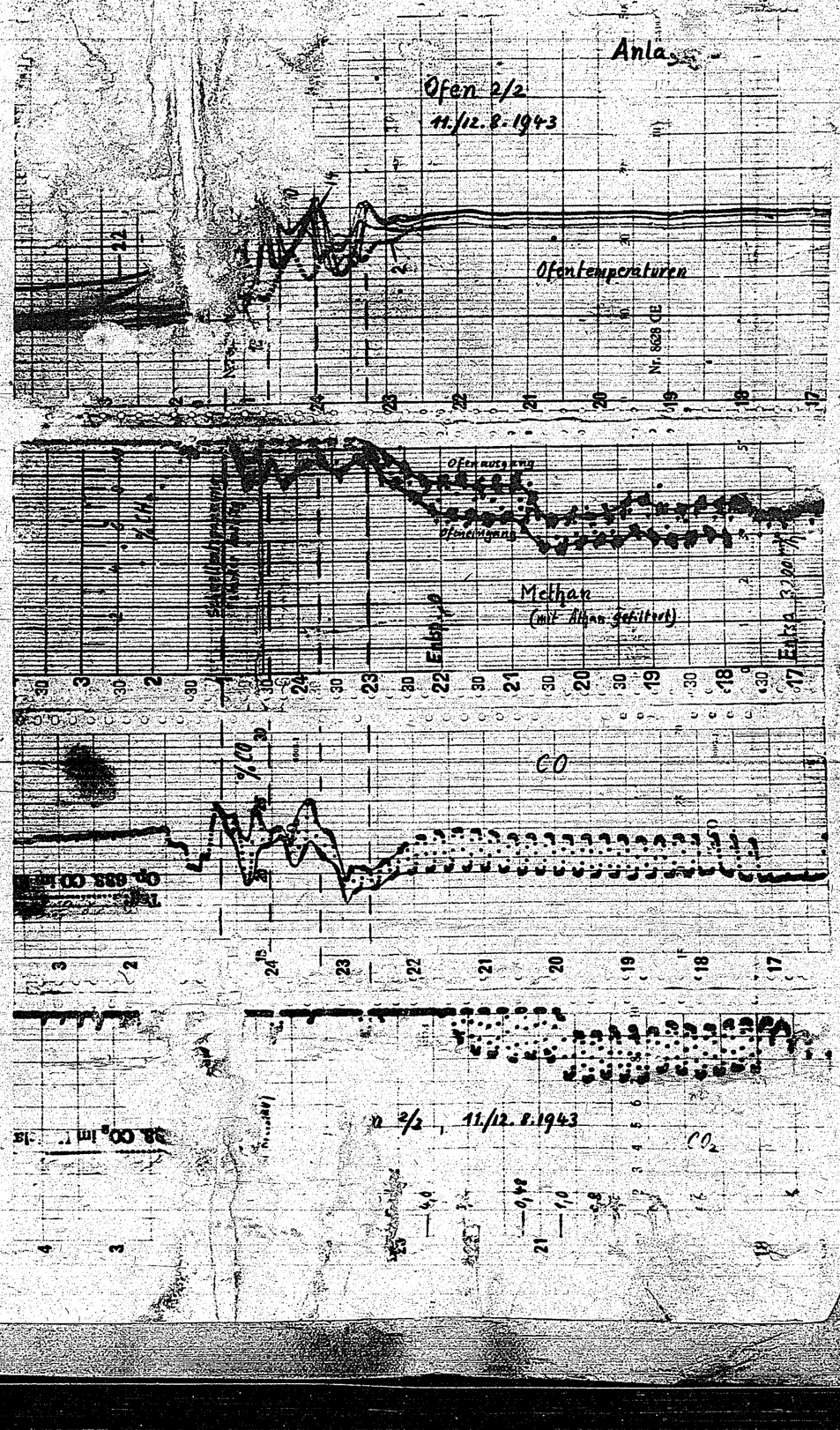
Eichung


Aufnahmeschreiber (Meldung E.M.)
Meldungsschreiber (Meldung E.S.)

Anla...

Ofen 2/2

11./12. 8. 1943



I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN/RHEIN
Technischer Prüfstand Oppau.

Bag Faigt
2168 - 30/4.03

Kurzbericht Nr. 28.

über

Widerstandsmessungen an Butyl-Kontakt bei Niederdruck.

Abgeschlossen am 14.Mai 1943.L.

Bearbeiter: Dr.-Ing.Gg.Kling

Die vorliegende Ausfertigung 3 enthält
5 Textblätter, 2 Bildblätter.

Widerstandsmessungen an Butyl-Kontakt bei Niederdruck.

1.Einleitung.

Die Widerstandsbeiwerte ζ zur Berechnung der Druckverluste von Kontaktöfen können in einfacher Weise bei Niederdruck mit Luft gemessen werden und dann mittels der Ähnlichkeitsgesetze auf die Verhältnisse bei Hochdruck übertragen werden. Dieser Weg hat den Vorteil, mit genauen Messinstrumenten arbeiten zu können und genau bekannte Stoffwerte zu haben, sodaß sich in weitem Re-Bereich zuverlässige Kurven der ζ-Werte darstellen lassen. Es ist natürlich verständlich, daß immer wieder Zweifel auftauchen, ob eine Übertragung der Niederdruckmessungen auf einige hundert Atmosphären bei ganz anderen Gasen oder sogar Flüssigkeiten richtig ist. Im Rahmen der Kontaktmessungen, die Dr.Stelnbeil an den Butylöfen in Op 633 durchführt, wurde daher beschlossen, Druckverlustmessungen am gleichen Kontakt einmal bei Hochdruck, andermal bei Niederdruck vorzunehmen.

2.Apparatur und Auswertungen.

Die Versuchsapparatur, die bereits für zahlreiche Wärmeübergangs- und Druckverlustmessungen Verwendung fand, ist in Blatt 1 dargestellt. Die Kontakte werden in das Rohr von 100 mm $\varnothing$ zwischen zwei Sieben in 500 mm Abstand eingefüllt. Der Kontakt wird von Luft durchströmt, deren Menge in mehreren sehr genau geeichten Blenden gemessen wird. Der Druckabfall bezw. die Absolut-

drücke vor und nach der Kontaktschicht werden aus jeweils vier Bohrungen über eine Ringleitung entnommen und mit U-Rohren oder Manometern ermittelt. (Der Dampfmantel war bei den vorliegenden Versuchen natürlich nicht beheizt).

Aus den Versuchsablesungen können die Reynoldsschen Zahlen Re bezw. die Widerstandsbeiwerte ζ nach folgenden Formeln berechnet werden:

$$Re = \frac{G \cdot d_k}{f_1 \cdot 3600 \cdot g \cdot \eta} \qquad (1)$$

$$\zeta = \frac{2 \cdot g \cdot 3600^2 \cdot f_2^2 \cdot d_k \cdot \gamma_m}{l \cdot G^2} \cdot \Delta p \qquad (2)$$

wobei bedeuten:

G	= durchströmende Luftmenge	kg/h
d_k	= Kontaktabmessung	m
f_2	= freier Rohrquerschnitt = 0,00785	m^2
g	= Erdbeschleunigung = 9,81	m/sec^2
η	= dynamische Zähigkeit	$\frac{kg \cdot sec}{m^2}$
l	= Höhe der Kontaktschicht = 0,5	m
γ_m	= spezifisches Gewicht der Luft, bezogen auf den mittleren Druck und die mittlere Temperatur innerhalb der Kontaktschicht	kg/m^3
Δp	= Druckabfall der Luft über der Kontaktfüllung.	kg/m^2

3.) Versuche mit Butylkontakt.

Es wurden drei Kontaktsorten der Nenngrößen 9,5 und 3 mm untersucht. Die Kontakte sind sehr gleichmäßig gepreßte, scharfkantige Zylinder. Beim 3 mm Kontakt sind die Stirnseiten

gerade, beim 5 und 9 mm Kontakt sind die Stirnseiten leicht gewölbt. An je 20 Kontaktkörnern wurde der Durchmesser und die axiale Länge bestimmt (die beide fast gleich sind) und die Kontaktabmessung d_k als Mittelwert beider Messungen bestimmt zu durchschnittlich d_k = 9,75 / 5,30 / 3,02 mm. Es wurde je eine Hand voll Kontakte gegriffen und ins Rohr gelegt. Das gefüllte Rohr wurde nochmals leicht geklopft und nachgefüllt. Nach dem Versuchen war der Kontakt unbeschädigt und auch nicht zu sehr zusammengesunken. Es wurde nur wenig Kontaktstaub ausgeblasen, am meisten noch beim 3 mm Kontakt.

Die Messergebnisse sind in Blatt 2 graphisch dargestellt. Sie umfassen das weite Gebiet Reynoldscher Zahlen von 10^2 bis $2,5 \cdot 10^4$. Die Messungen liegen vorwiegend im Gebiet turbulenter Strömung, der beginnende Umschlag zum laminaren Gebiet ist durch einen Pfeil angedeutet. Die ζ-Werte des 5 und 9 mm Kontaktes sind im turbulenten Gebiet fast gleich. Sie liegen übrigens sehr viel höher als die Werte, die der Verfasser an 12 mm zylindrischen Kohlekontakten mit abgerundeten Kanten gemessen hat.x) Scheinbar ist bei den vorliegenden scharfkantigen Zylindern eine weit höhere Turbulenz vorhanden, was sich auch in der geringen Neigung der Geraden ausdrückt. Die Gerade des 3 mm Kontaktes lieg dagegen niedriger und verläuft auch steiler.

Die Messungen von Dr.Steinheil (siehe Aktennotiz Stickstoff-Abteilung Op vom 14.4.1943) sind bei 320 atü und 15°C mit Butylkreislaufgas durchgeführt. Sie umfassen den Bereich von Re = 10^3 bis 10^4. Ein Vergleich bei Re = 10^4 gibt

nach		Dr.Steinheil	eigenen Messungen
für 9	mm Kontakt	ζ = 43,7	43
" 5	" "	= 39	43
" 3	" "	= 45 bis 24	25

Dazu ist noch zu bemerken, daß die ζ-Werte von Dr.Steinheil bei

x)Z.Zt.sind noch Versuche im Gange,durch Brechen der Kanten am 9 mm-Kontakt evtl.eine Verkleinerung des Strömungswiderstandes herbeizuführen.

9 und 5 mm Kontakt für nicht ausgeblasenen Kontakt gelten (der allerdings auch nur wenig Staub enthält). Beim 3 mm Kontakt gilt die obere -Grenze für nicht ausgeblasenen, die untere Grenze für sehr sorgfältig ausgeblasenen Kontakt. Der ζ -Wert 25 der eigenen Messungen würde also nicht ganz entstaubtem Kontakt nach Dr.Steinhail entsprechen, was auch tatsächlich der Fall ist.

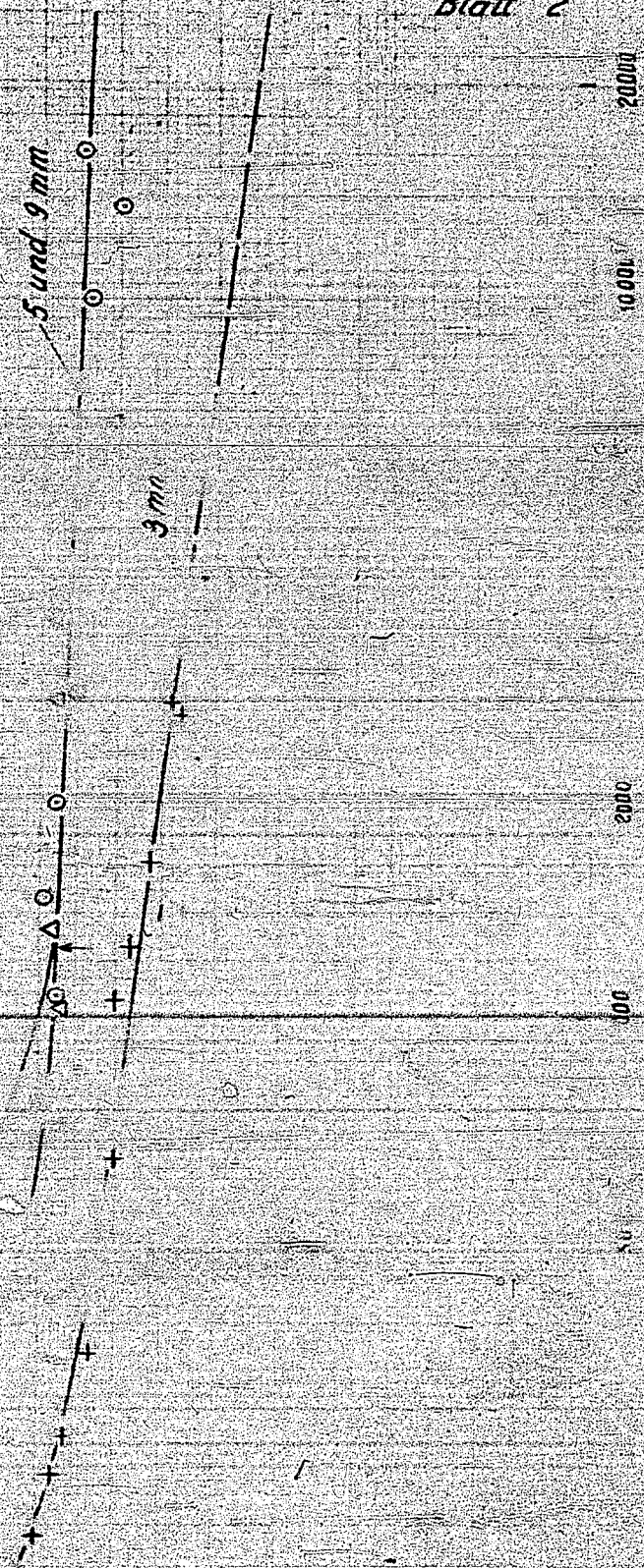
Die Übereinstimmung der Hochdruck- und der Niederdruckmessungen ist nach diesem Vergleich als sehr gut anzusehen. Die bestehenden Unterschiede sind ganz natürlich gegeben durch verschiedene Dichten der Lagerung und Kontaktstaubbeimengungen. Das Ergebnis ist zweifellos eine hervorragende Bestätigung des Reynoldsschen Ähnlichkeitsgesetzes für das 300-fache Druckverhältnis und für zwei grundverschiedene Gase. Wie nunmehr bereits mehrere Druckverlustmessungen gleicher Art (siehe Kurzberichte Dr.Klin Nr. 7 und 8) an verschiedenen Schüttungen zeigen, ist es sehr wohl möglich, aus einer laboratoriumsmäßig ermittelten ζ -Re-Kurve den Strömungswiderstand der gleichen Schüttung nach den Formeln (1) und (2) für jeden Betriebsfall vorauszuberechnen.

Dr. Klinig

Techn [illegible] and
[illegible]

Blatt 2

Widerstandsbeiwerte ζ
von Butylkontakten



M.M.

STICKSTOFF-ABTEILUNG
Stl/Cp.9sb

Oppau, den 18. Sept. 1943. Ü.

Bag Target
21168r - 30/4.03

Großversuche mit legierten Stählen bei der Butylsynthese.

Eine eingehende Durchsicht der Betriebs- und Werkstattakten zeigte, daß - in größerem Umfang als bisher bekannt - legierte Stähle in Austausch gegen Mangankupfer verwendet wurden. Bei dem Vorbehalt, mit dem alle Klein-Korrosionsversuche ausgewertet werden müssen, und im Hinblick auf das mit den Großversuchen verbundene Wagnis ist es geboten, die bisherigen Großversuche so weitgehend wie möglich auszuwerten. Die Anlage enthält eine Zusammenstellung dieser Versuche.

1) N 5.

Ein Wärmeaustauscher aus N 5 war im letzten Drittel der Laufzeit des Ofens F 7 und anschließend eine kurze Laufzeit in G 6 eingebaut. Nachteile zeigten sich in den beiden kurzen Betriebszeiten nicht. Dagegen ging der mit einem unverschweißten N 5 - Kontaktrohr ausgerüstete Ofen D 12 nach 15 Betriebstagen aus unersichtlichen Gründen sehr heftig durch, sodaß er abgestellt werden mußte. Der Eisengehalt des Kontaktes war trotz der kurzen Betriebszeit erstaunlich hoch, 0,35 %. Beide Beobachtungen geben ernsthafte Vorsicht gegenüber dem N 5 - Werkstoff, besonders da auch Leuna schlechte Erfahrungen genannt hat.

2) N 5 pulververzinkt.

Aus den Akten ergab sich einleitend, daß die 3 ersten Etagenöfen mit einem Satz pulververzinkter Roste gefahren wurden. Irgend eine Unregelmäßigkeit war nicht zu beobachten. Der Eisen- und Kohlenstoffgehalt des Kontaktes war nach dem Ausbau normal, bei dem 1.Ofen (F 1) ungewöhnlich gering im Hinblick auf die erstaunlich gute Leistung und lange Lebensdauer.

Die Roste sahen jetzt, nach 3 Fahrzeiten, noch recht gut aus. Schlägt man stark mit dem Hammer darauf, so springen kleine Splitter ab, wie bei neu verzinkten Werkstoff. Eine eingehende spektroskopische Untersuchung an zehnreihen Stellen aller 6 Roste durch Dr.Bartelt hatte das überraschende Ergebnis, daß überall noch Zink vorhanden war. Bei der Schliffuntersuchung im Querschnitt eines herausgeschnittenen Roststabes stellte Dr. Funk eine sehr schöne und gleichmäßige Verzinkungsschicht von etwa 0,4 mm Dicke fest, die sich bei mikroskopischer Betrachtung in keiner Weise von frischer Verzinkung unterscheidet. Die Verzinkung hat also 3 Ofenlaufzeiten mit insgesamt 710 Betriebstagen ohne erkennbare Schädigung überstanden.

Über die Temperaturbeständigkeit der Verzinkung ist folgendes bekannt: Die äußerste Schicht wird aus dem Zink-reichsten Mischkristall mit 92,75 % Zn gebildet. Der Schmelzpunkt liegt bei etwa 730°C, also weit über dem des Zinks (419°). Der Schmelzpunkt der nächstfolgenden eisenreicheren Schicht liegt noch höher, bei etwa 765°C. Diese enthält noch etwa 83 % Zn. Da die Verzinkung bei 730° erfolgt, ist auch aus diesem Grunde mit einer Temperaturbeständigkeit bis an diese Höhe

-/...

zu rechnen. Interessant in diesem Zusammenhang ist eine kürzliche Untersuchung von Dr. Funk an doppelverzinkten Kleinproben von [illegible] und sogar St 00 (Bericht Dr. Funk von 29.5.40). Diese waren 143 Std. im Regenerator ein- und ausgang und im Ofen eingebaut. [illegible] war einmal stark hochgegangen, aus anderen Werkstoffuntersuchungen zu schließen auf mindestens 1000°C. Trotzdem lauten die N 5 - und die St 00 - Proben sehr günstig: [illegible] eingebauten Proben zeigen im Schliffbild gewisse Veränderungen der Oberfläche der Zinkdiffusionsschicht, die aber von [illegible] Temperatursteigerung beim Durchgehen des Ofens herrühren. Sowohl das Schliffbild als auch die Biegeprobe ergaben keine [illegible] Schädigung der Diffusionsschicht vorhanden, [illegible] Wirkung auf den darunterliegenden Werkstoff noch [illegible] war. Demnach ist mit großer Wahrscheinlichkeit anzunehmen, daß auch eine vorübergehende starke Temperatursteigerung die Schutzwirkung der Verzinkung nicht aufhebt.

Nach einer Mitteilung von Meister Klein von Materialprüfung soll die Zinkschicht bei längerer Erhitzung in Regeneratoren bei 700° ziemlich rasch verschwinden. Der Dampfdruck von Zink liegt hier recht hoch (3,7 mm Hg bei 545°, 81 mm bei 720°, d[illegible] bei 420°). Daß der Dampfdruck des Zink bei den Ofentemperaturen die Zinkschicht auch über lange Zeiten nicht mehrlich [illegible] zeigen die Großversuche, sowie der angeführte [illegible] suche.

Daß die Schutzwirkung des Zink gegen Eisenkorrosion [illegible] kommen ist, zeigt der Befund von Dr. Funk und der [illegible] des ausgebauten Kontaktes. Bedenkt man, daß man bei [illegible] Verhältnis der Eisen- und Chromatome wie 6:1 als [illegible] wirkung ansieht, daß bei der äußeren Verzinkungsschicht das Verhältnis von Eisen und Zinkatomen wie 1:10, also 60 mal günstiger ist, [illegible] die große Schutzwirkung durchaus einleuchtend.

Da die Verzinkung der Roste besonders schön ausgefallen zu sein scheint, sei der Vorgang nach den Betriebsniederschriften festgehalten. Verzinkung vom 3.-13.4.1940, 16 % Zinkstaub un[illegible] Temperatur, binnen 48 Std. auf 200° hochgefahren, 10 Std. bei 200° [illegible] weiteren 102 Std. auf 730° hochgefahren, 20 Std. bei [illegible] gehalten. Dann in 2 - 3 Tagen abgekühlt.

Nach allem scheint die N 5 - Verzinkung sehr günstig zu sein. In nächster Zeit wird deshalb ein N 5 - verzinkter Rinnenstein [illegible] (15 m) fertiggestellt, ferner verzinkte Roste aus N 5 u. N 8 A für die [illegible] Öfen.
Über die Verzinkung von N 8 liegen Untersuchungen [illegible] Dr. Funk vor (Berichte vom 20.2.41 und 15.4.42). [illegible] bilder, sodaß hier noch Vergleich geboten ist.

Feuerverzinkung ist wegen der geringeren Temperaturbeständ[illegible] unserem Falle erheblich schlechter als Dampfverzinkung.

3) V2AE .

2 Etagenöfen wurden mit einem Satz von Rosten aus V2AE gefahren. Auch hier zeigte sich nichts Außergewöhnliches. Daß die Etagenöfen, abgesehen von dem ausgezeichneten 1.Ofen, mittelmäßig oder schlecht arbeiteten, liegt an in der Bauweise begründeten erheblichen Unsicherheiten. Die Roste sehen noch sehr gut aus. Ein Rostsatz wurde ausgeschmiedet

und im Querschliff von Dr. Funk untersucht. Er zeigte Anreicherung von Chrom in der Oberfläche und schwache Korrosion. Die Roste sind augenblicklich in Ofen H 14 wieder eingebaut, um weitere Erfahrungen zu sammeln und um festzustellen, ob die Chromanreicherung in der Oberfläche einem Sättigungswert zustrebt und der weiteren Korrosion Einhalt gebietet. - Der Ofen H 14 hatte ein mit V2AE ausgekleidetes Kontaktrohr. Auch hier zeigte sich nichts besonderes. (Die Ofentemperatur sank zwar am 89.Tag bis 40 mV hoch, doch war dies eindeutig auf eine Drosselung des Einspritzmethanols zurückzuführen, die der Bedienungsmann infolge Versagens des Kompensationsinstrumentes für die Temperaturmessung vornahm. Anschließend ließ sich der Ofen wieder normal fahren.)

Zusammenfassung:

Bei Verwendung von N 5 scheint erhöhte Gefahr des Durchgehens der Öfen zu bestehen. Pulververzinktes N 5 dagegen hat sich bisher sehr gut bewährt. Bei V2A wurde zwar geringe Korrosion festgestellt, sonst zeigte [illegible] sonst nichts Nachteiliges.

gez.: Steinheil
" Dürr
" Göggel

Anlage. Tabelle.

Verteiler :

Herrn Dr. Göggel
Herrn Dr. Dürr /Dr. [illegible]ert/Dr.Graßhof
Herrn Dr. Indest
Herrn Ob.Ing.Hahn / [illegible] Beckmann
Herrn Ob.Ing.Ruhrbe[illegible]/Dipl.-Ing.Becker
Herrn Dr. Funk
Herrn Dr. Bartelt
Herrn Dr. Steinheil
Reserve

Großversuche mit legierten Stählen.

Nr.:	Werkstoff	Bauteil	Betr. tage	Z e i t	Betr. tage	mittl. Tato C_4	Gesamt t C_4	Korrosionsmessung % Fe	% C	Oberflächenzustand	Bemerkungen
1	N 5	Wärmeaustauscher Eingang		11.7.-29.7.41	18	3,62	192	0,21	6,20	wenig verzundert, Schwarzoxydschicht	Austauschmaterial gegenüber036 Zentrifugen Betrieb des Ofens eingesetzt.
2	"	" (2.Fahrt)		29.9.-10.11.41	42	3,63	152	0,09			Zeit/Abgestellt und Temperatur sind auf Grund der Beschaffenheit, Zeiten genau angegeben
3	"	Kontaktrohr unverkleidet	D 12	10. - 25. 8.42	15			0,35			Nach 15 Tagen geht die Temperatur allen Messpunkten noch auf 550° C bis über 70 gr. Abgestellt.
4	N 5 - pulververzinkt	6 Roste		14.6.-24.11.40	164	4,36	716	0,06	12,63		
5	"	" (2.Fahrt)		10.1.- 8. 4.41	89	4.00	357	0,21	12,17	"	
6	"	" (3.Fahrt)		21.5.-21. 7.41	57	4,43	253	0,04	9,70	"	
7 vgl. Nr 2)	V2A E	6 Rost		29.9.-10.11.41	42	3,63	152	0,09	4,68	"	vergl. Nr. 2
8	"	" (2.Fahrt)		10.1.- 8. 4.42	88						Versuche mit 10% Anwendung
9	"	Kontaktrohr Auskleidung	E 14	17.6.-13. 9.43	89						Am 80. Tag geht Temperatur durch Brennstoffmangel auf 550° C. Nach Wiederaufnahme bis 40 m Rohr. Ofen muß wieder normal gefahren, da n Wochen Gewölbe abgestellt.

STICKSTOFF-ABTEILUNG
St1/Op.98b

Oppau, den 1. Sept.1943. C.

Bag Target
2168 - 30/4.03

A K T E N - N O T I Z

Der Einfluß des Druckes auf die Butylsynthese.

Über den Einfluß des Druckes auf die Butylsynthese liegen Kleinversuche von Dr. Indest mit außengeheizten Öfen von 30 ccm Kontaktraum vor. (Aktennotiz Dr. Indest vom 10.11.39). Es fehlen jedoch planmäßige Großversuche unter sonst gleichen Betriebsbedingungen. Aus dem Vergleich zwischen den bei 240 atü gefahrenen 800-er Öfen und dem bei 310 atü gefahrenen 1200-er Ofen läßt sich wegen der verschiedenen Bauart nichts Sicheres schließen. Der erste 1200-er Ofen wurde zwar anfangs mit 240 atü betrieben, doch waren die Betriebsverhältnisse während des Übergangs zu 310 atü so schwankend, daß sich keine zahlenmäßigen Schlüsse ziehen lassen. Ferner war dieser Ofen durch einen technischen Mangel (Kugel) im Durchgang stark beschränkt. Versuche mit einem 1200-er Ofen unter eindeutigen Betriebsverhältnissen sollten hier weitere Klarheit schaffen.

A. Versuche mit dem 1200er Ofen 2/2.

Versuch 1:

Am 23.5.43 (7.Betriebstag des Ofens) wurde der Druck zum Zwecke der Abstellung des Ofens (Undichtheit am Wärmeaustauscher, die jedoch bei 245 atü durch Verstemmen behoben werden konnte) von 322 auf 245 atü mittleren Ofendruck gesenkt. Dabei wurden alle anderen Betriebsbedingungen so weit wie möglich unvermindert gelassen: gleicher Differenzdruck, gleiche Ventilstellung für den Ofeneingang, gleiche Temperaturen im Ofen, etwa gleiches Entspannungsverhältnis $E/(F+M_F)$ 1). Das Ergebnis dieses und der folgenden Versuche zeigt Anlage 1.

Versuch 2:

Da die Ölprozente und der C_4-Gehalt bei dieser Drucksenkung erheblich anstiegen, wurde der Gasdurchgang um 18 % erhöht. Nachdem sich der Ofen auf den neuen Zustand eingestellt hatte, wurde der Druck wieder auf 322 atü hochgefahren, wiederum unter möglichster Gleichhaltung der übrigen Bedingungen. Störungen traten bei diesen Versuchen nicht auf, sodaß sie sich trotz der kurzen Betriebszeit recht zuverlässig auswerten lassen. Der Produktstand wurde peinlichst überwacht und auf gleicher Höhe gehalten.

1) E = Entspannung, F = Frischgas, M_F = Methanol, auf Frischgas umgerechnet.

Die Auswertung beider Versuche ergibt folgendes:

Die Produktmenge sinkt bei einer Drucksenkung um 24 % um 49 bezw. 50 %, also mit der 2,5 Potenz des Druckes. Der Gesamt-Ofeneingang (Ofeneingang + Kaltgas + Methanol) war dabei im selben Verhältnis wie der Druck zurückgegangen (24 bezw. 21 %). Die Ölprozente und der C_4-Gehalt des Produkts war jedoch merklich angestiegen, wohl vor allem wegen des sehr starken Rückgangs der Kaltgasmenge. Die C_4-Produktion, auf die es letzten Endes ankommt, fiel um 40 bezw. 44 %. Daraus ergibt sich, daß die C_4-Produktion unter üblichen Betriebsbedingungen mit dem Quadrat des Druckes abnimmt (bei 24 % Drucksenkung wäre das 42 %).

Die Zusammensetzung des Produkts zeigt keinerlei grundsätzliche Änderung (Anl.3). Bei weiterer Erhöhung des Gasdurchgangs bei 245 atü wäre wohl der C_4- und Wassergehalt zugunsten des Methanolgehaltes auf etwa dieselben Werte abgesunken wie bei 322 atü. Die Ofentemperaturen sind aus Anlage 2 zu ersehen.

Der Einfluß des Druckes auf die Zusammensetzung des Kreislaufgases ist aus Anlage 3 unten ersichtlich. Drucksteigerung von 245 auf 322 atü bewirkt folgendes:

1) Der zur Aufrechterhaltung von 22,5 % CO am Ofeneingang erforderliche CO-Gehalt des Frischgases steigt etwas größenordnungsmäßig um etwa 1 %. Der CO-Gehalt am Ofenausgang nimmt infolge des höheren Umsatzes um etwa 0,6 % ab.

2) Der CO_2-Gehalt am Ofeneingang steigt um etwa 0,5 %, am Ofenausgang um etwa 0,8 %.

3) Der CH_4-Gehalt steigt am Ofeneingang und -ausgang. Darüber wird gesondert berichtet.

Versuche 3 und 4:

Am 15. und 19/20.7.43 wurde der Druck in gleicher Weise wie oben beschrieben um 10 atü gesenkt und wieder erhöht.
Diese Drucksenkung um 3,1 % ließ die Produktmenge um 8,7 bezw. 8,4 % zurückgehen, entsprechend der 2,8 Potenz des Druckes. Dabei wurden Produktstand mittels Standwaage genau überwacht. Innerhalb der bei der kleinen Drucksenkung geringeren Meßgenauigkeit stimmt das mit dem Ergebnis des 1. und 2. Versuches (2,5 Potenz) überein. Die Ölprozente nahmen bei der Drucksenkung etwas zu (Mittelwert aus vielen Proben). Die Ergebnisse dieser Versuche bestätigen die mit größerer Genauigkeit aus den beiden ersten Versuchen gezogenen Schlüsse.

Nach diesen Versuchen steigt im Bereich zwischen 245 und 320 atü die C_4-Erzeugung etwa mit dem Quadrat des Betriebsdruckes. Die Ausführung weiterer derartiger Versuche zur Sicherung der Ergebnisse ist sehr wünschenswert. Die Leistungsfähigkeit des Kontakts über die ganze Fahrzeit des Ofens (kg C_4/kg Kontakt) steigt sicher nicht im selben Maße. Wahrscheinlich wird der Kontakt bei der stärkeren Beanspruchung rascher in seiner Wirksamkeit nachlassen.

B. Vergleich der 800-er und 1200-er Öfen.

Wegen der verschiedenen Bauweise lassen sich die bei 240 atü betriebenen 800-er Öfen nur vorsichtig mit den 1200-er Öfen bei 310 atü mittlerem Druck vergleichen. Es ist nicht zu erwarten, daß man über die ganze Laufzeit ungefähr quadratische Abhängigkeit vom Druck erhält wie bei den Einzelversuchen, da sich der Kontakt bei der stärkeren Beanspruchung bei höherem Druck rascher verbrauchen wird. Die Druckabhängigkeit wird gegen Ende der Laufzeit geringer sein als zu Anfang.

Um gesicherte Zahlenunterlagen zu bekommen, wurde für 44 Öfen von 800 mm Durchmesser aus den Jahren 1940 und 1941 die mittlere Tagesleistung in kg C_4/kg Kontakt errechnet für den 1. - 7., 1. - 42. und 1. - 77. Betriebstag. Dasselbe wurde für die 2. bis 6. Laufzeit der 1200er Öfen ausgeführt mit geringen zeitlichen Verschiebungen. Die 1. Laufzeit scheidet wegen des anfänglich niederen Druckes und wegen der stark gedrosselten Fahrweise aus.

800er Ofen	1.-7. Tag	1.-42.Tag	1.-77.Tag	
	1,18	1,18	0,93	kg C_4/Tag.kg Kt.
1200er Ofen	2.-10.Tag	2.-42.Tag	2.-77.Tag	
	1,86	1,58	1,34	kg C_4/Tag.kg Kt.
Verhältnis	1,58	1,34	1,44	

Das Verhältnis der C_4 - Erzeugung sollte bei quadratischer Abhängigkeit 1,67, bei linearer 1,29 sein.

Zu Beginn der Laufzeit nähert sich das Verhältnis der quadratischen Abhängigkeit, später der linearen. Die mittlere Leistung je kg Kontakt ist keineswegs eine im wesentlichen konstante Größe, sie liegt vielmehr auch nach 77 Betriebstagen bei 310 atü noch erheblich höher als bei 240 atü.

C. Auswertung der Kleinversuche von Dr. Indest.

Die mit 6 gleichzeitig gefahrenen Öfen von je 30 ccm Kontaktraum durchgeführten Versuche lassen aus folgenden Gründen keinen eindeutigen Vergleich mit den Großversuchen zu :

1) Bei den Großversuchen wurde der ganze Temperaturverlauf längs des Ofens bei den verschiedenen Drucken möglichst auf gleicher Höhe gehalten (Anl.2). Bei den Kleinversuchen wurde die Ofenausgangstemperatur durch die Außenheizung gleichmäßig auf 23,5 mV eingestellt. Die Ofeneingangstemperatur und damit die mittlere Ofentemperatur muß deshalb mit wachsendem Druck sinken.

2) Die Methanoleinspritzung muß beim Großversuch mit zunehmendem Druck erheblich gesteigert werden, um dieselbe Temperatur am 1.Element zu halten. Damit wird Methanolbildung und Wärmebilanz beeinflußt. Beim Kleinversuch wurde kein Methanol eingespritzt.

3) Die Kaltgasmenge mußte beim Großversuch bei der Drucksteigerung von 245 auf 322 atü auf fast das Doppelte erhöht werden, das Verhältnis Kaltgas : Ofeneingang stieg von etwa 30 auf etwa 55 %. Beim Kleinversuch wurde ohne Kaltgas gefahren.

4) Der Großbetrieb arbeitet im Kreislauf, sodaß sich die Zusammensetzung des Kreislaufgases entsprechend dem jeweiligen Druck einstellt. Beim Kleinversuch wird die Zusammensetzung des Kreislaufgases der Butylfabrik, die einem Kreislauf bei 240 atü entspricht, dem Ofen gewissermassen aufgezwungen und kann sich nicht dem Betriebsdruck anpassen.
Zu diesen in der Apparatur bedingten Unterschieden kommt noch ein sehr wesentlicher Unterschied in der Durchführung der Versuche:

5) Beim Großversuch wurde die gesamte Gasmenge (Ofeneingang + Kaltgas + Methanol) im selben Verhältnis wie der Druck geändert, also die linedare Gasgeschwindigkeit und damit die Verweilzeit im Kontaktraum gleich gehalten. Beim Kleinversuch wurde immer dieselbe Gasmenge (300 l/St) durchgeschickt. Die Verweilzeiten sind deshalb bei kleinem Druck viel kürzer als bei großem. Der Gehalt an Alkoholen geht deshalb mit sinkendem Druck sehr stark zurück.

Diese Unterschiede zwischen den Betriebsbedingungen beim Groß- und Kleinversuch bedingen Abweichungen in den Versuchsergebnissen, die sich zum Teil aufheben können, im einzelnen jedoch nicht zu übersehen sind. Ein Vergleich der Ergebnisse ist zweifellos von Interesse, berechtigt aber nicht zu grundlegenden Schlußfolgerungen. Es liegt nahe, die Auswertung wie bei den Großversuchen vorzunehmen und die C_4-Erzeugung als Exponentialfunktion des Druckes darzustellen. Er ergibt sich mit guter Näherung quadratische Abhängigkeit:

p in atü	75	100	125	150	175	200	250
g/Std. C_4	0,35	0,59	0,90	1,19	1,66	2,66	3,58
$3{,}58 \cdot \frac{p^2}{250}$	0,32	0,57	0,90	1,29	1,76	2,29	3,58

(Dr. Indest legt allerdings der Abweichung bei 200 atü große Bedeutung bei und hält die S-Form der Kurve 11 seines Berichts auch jetzt noch für gesichert. Er schreibt auf S. 6 : "Die Isobutanolausbeute zeigt nach linearem Verlauf von 75 at ab zwischen 175 und 200 at einen starken Anstieg, um bei höheren Drucken wieder weniger steil zu verlaufen.")

Berücksichtigt man, daß die Kleinversuche bei gleichem Gasdurchgang durchgeführt wurden, so muß man schließen, daß die Kleinversuche, bei gleicher linearer Gasgeschwindigkeit durchgeführt, eine stärker als quadratische Abhängigkeit der C_4-Erzeugung vom Druck geben würden.

D. Theoretische Zusammenhänge.

Die Reaktionen im Butylofen sind mit Ausnahme der Wassergasreaktion sehr weit von den Gleichgewichtszuständen entfernt. Setzt man jedoch in die Formeln für die Gleichgewichtskonstanten K_p die tatsächlichen Konzentrationen am Ofenausgang ein, so erhält man ein Maß K_p' für die Reaktionsgeschwindigkeiten, das weitere Schlüsse ermöglicht, für den Fall, daß wie bei den Großversuchen die Verweilzeiten bei der Druckänderung gleich gehalten werden.

Zunächst sieht man, daß die Methanolbildung wie bekannt in erster Näherung quadratisch mit dem Druck zunimmt (unter Berücksichtigung der Fugazität stärker als quadratisch). Nimmt man, was durchaus unwahrscheinlich ist, die Bildung höherer Alkohole unmittelbar aus CO und H_2 an, so würde diese Bildung mit wachsendem Druck sehr stark mit dem C - Gehalt zunehmen. Das ist nach den Analysen offensichtlich nicht der Fall, und man kann die Unwahrscheinlichkeit dieser Annahme auch auf diesem Wege bestätigen. Dagegen zeigt sich, daß die Bildung aller höheren Alkoholen aus beliebigen niedereren druckenabhängig ist. Die C_4-Bildung aus niedereren Alkoholen z.B. ist auf folgende 4 Arten denkbar :

$$K_p' = \frac{[C_4H_9OH]\,[H_2O]^3}{[CH_3OH]^4}, \qquad K_p'' = \frac{[C_4H_9OH]\,[H_2O]^2}{[C_2H_5OH]\,[CH_3OH]^2}$$

$$K_p''' = \frac{[C_4H_9OH]\,[H_2O]}{[C_2H_5OH]^2}, \qquad K_p'''' = \frac{[C_4H_9OH]\,[H_2O]}{[C_3H_7OH]\,[CH_3OH]}.$$

Alle 4 Reaktionen sind druckunabhängig. Dasselbe gilt für die ganze Alkoholreihe, sofern die Bildung aus niedereren Alkoholen allein zugrundegelegt wird, (was bekanntlich noch keineswegs geklärt ist). Eine solche Annahme würde also im Einklang stehen mit dem Ergebnis der Großversuche, daß die Bildung sämtlicher Alkohole ungefähr mit dem Quadrat des Druckes zunimmt und daß das Mengenverhältnis der Alkohole untereinander etwa gleich bleibt.

Anlage 1.

	Versuch 1 23.5.43			Versuch 2 23/24.5.43			Versuch 3 15.7.43			Versuch 4 19/20.7.43			
	0-10h	14-18h	%	19-21h	1-4h	%	0-8h	9-14h	%	10-17h	18-22h	23-4h	%
mittl.Druck	322	245	- 24	245	322	- 24	320	310	- 3,1	320	310	320	- 3,1
Druckdifferenz Kaltgas 1-23							13,7	13,7		15,1	15,2	15,0	
Frischgas m³/h	17400	8000	- 54	9900	18700	- 52	15350	15350	0	14600	14700	14600	+ 0,7
Methanol "	7,350	4,700	- 36	4,300	8,500	- 50	5220	4850	- 7,1	4830	4530	4930	- 7,7
Produkt "	12,600	6,400	- 49	7,000	14,000	- 50	7470	6820	- 8,7	6600	6130	6780	- 8,4
Ofeneingang"	73000	66700	- 9	81000	85000	- 5	34000	34000	0	31900	31900	[illegible]	0
Kaltgas "	41500	21300	- 49	23700	45000	- 48	28600	27800	- 2,8	26800	26100	27300	- 3,5
Ofenausgang" (berechnet)	101150	82700	- 18	97500	115700	- 16	54450	53650		51100	50500	51600	
Gesamt - Ofeneingang"	119100	90900	- 24	107300	135200	- 21	74500	74200	0	69000	68100	[illegible]	- 1,3
Entspannung"	4050	2700		2100	4450		7200	7200		7000	7200	7200	
E/(F + M_p	12,7 %	15,6 %		14,6 %	22,1		23,1	23,9		29,0 %	30,6 %	29,7 %	
Öl %	30,4	30,7		33,4	31,6		30,9	31,1		33,1	33,5	32,9	
% C4	12,26	13,42		13,62	14,45								
kg C4	1330	783	- 41	1027	2035	- 98							

Anlage 2.

Temperaturen.

Element:	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
23.5.43, 10h	21,9	22,5	22,2	22,9	22,8	22,9	22,7	22,9	21,7	22,9	21,4	22,4	22,6	23,1	21,9	22,9	22,9	22,6	22,0	22,9	22,9	22,9	22,9	22,9
" 18h	21,2	21,7	21,9	22,2	22,2	22,5	22,5	22,8	22,2	22,9	22,1	22,4	22,4	22,9	22,7	22,6	22,9	22,9	22,9	22,6	22,6	22,9	22,9	22,9
" 21h	21,9	22,5	21,4	22,9	22,9	22,9	22,8	22,9	21,9	22,9	22,2	22,3	22,5	23,0	22,6	22,8	22,9	22,9	22,9	22,6	22,6	22,6	22,9	22,9
24.5.43, 5h	21,8	22,3	21,2	22,0	22,8	22,6	22,0	22,9	22,2	22,9	21,6	22,4	22,6	23,0	21,9	22,9	22,9	22,5	22,9	22,7	22,6	22,9	22,9	22,9

Anlage 3.

Destillations - Analysen.

	°C	Versuch 1 322 at 22.5.43 Durchschn.	 245 at 23.5.43 1	Versuch 2 245 at 23.5.43, 2	322 at 24.5.43 Durchschn.
C_1	65°	53,94	48,58	51,76	56,30
C_1 Nachlauf	71	1,28	1,98	1,18	1,44
$C_2 + C_3$	76-98	1,76	2,72	1,64	1,9
		56,98	53,28	54,58	59,72
Zw.Frakt.	103	1,52	1,80	0,98	1,04
	105	1,70	1,04	0,52	1,26
	110	9,04	11,78	12,12	9,76
C_4		12,26	14,62	13,62	12,06
Zw.Frakt.	112	0,28	0,26	0,76	0,40
Rückstand	- 163	6,54	8,52	6,96	6,56
C_4		6,82	8,28	7,72	6,96
$C_4/(C_4 + C_4)$		64,2 %	63,55 %	64,0 %	63,7 %
H_2O gewogen		22,34	24,96	23,58	20,82
H_2O titriert		22,08			21,18
Verlust		0,25	0,66	0,50	0,44
S 15°		0,856	0,863	0,861	0,850
Cl %		30,4	36,0	32,0	29,6
Bromzahl		225	200	185	180
Ketonzahl		1,1	1,2	1,1	1,2
Säurezahl		7,6	21,0	22,5	9,5
CO_2 im Frischgas		0,9	0,5	0,45	0,5
CO " Frischgas		33,0	32,5	32,5	34,0
CO " Eingang		22,5	22,5	22,5	22,5
CO " Ausgang		20,3	21,0	21,0	20,4
CO_2 " Eingang		6,6	6,0	5,8	6,3
CO_2 " Ausgang		7,7	6,9	6,6	7,4
CH_4 " Eingang		5,0	6,8	6,0	5,4
CH_4 " Ausgang		6,3	8,1	9,4	6,7

STICKSTOFF-ABTEILUNG
Butylfabrik Op. 37

Bag Target
2168 - 30/4.03

Dr. Greshof

Bestimmung und Entfernung der nicht alkoholischen, methanol-dampfflüchtigen, sauerstoffhaltigen Bestandteile des Isobutylöls.

Oppau, den 3. Juli 1941 .

Oppau, den 3. Juli 1941. G.

Bestimmung und Entfernung der nicht alkoholischen, methanoldampfflüchtigen sauerstoffhaltigen Bestandteile des Isobutylöles.

Destilliert man aus Isobutylöl das Methanol an einem Aufsatz ab, so gehen außer ungesättigten Kohlenwasserstoffen, dem "Gelben Öl", noch sauerstoffhaltige nicht alkoholische Stoffe mit über. Wie schon im Bericht vom 10.10.40 ("Bestimmung des Isobutylalkohols im Rohisobutylöl durch Extraktion. Zweiter Bericht.") beschrieben wurde, lassen sich diese Stoffe leicht durch Extraktion mittels Pentan unter Kaliumkarbonatsusatz aus dem Methanol entfernen. (Siehe Tabelle II dieses Berichts.) Die Extraktion ist eine vollständige, sodaß man nach der Extraktion durch Abdestillieren aus der Kaliumkarbonatlösung ein reines Methanol erhält. So enthält das auf diese Weise gereinigte Rohmethanol der 1. Zeile der folgenden Tabelle I

37,76 % C, 12,31 % H und 49,80 % O,

während die theoretischen Werte für Methanol

37,45 % C, 12,59 % H und 49,95 % O,

betragen. In der Tabelle I sind Mengen- und Kennzahlen dieser Extrakte aus Rohmethanol angegeben. Die Definition der Ester-, Keton- und Hydroxylzahlen (E.Z., K.Z. und OH.Z.) ist in Tabelle II des Berichts von 10.10.1940 enthalten. Da die Ester-, Keton- und Hydroxylzahlen der Extrakte niedrig sind (Essigester hat die Esterzahl 12600 und Diisopropylketon die Ketonzahl 17,5) muß die Hauptmenge der sauerstoffhaltigen Stoffe, die mit Methanol flüchtig sind, aus äther-artigen Körpern bestehen.

-/-

Tabelle I:

	Gew. % bezog.auf Isobutylöl	Br.Z.	E.Z.	K.Z.	OH.Z.	% C	% H	% O
1) Methanol aus Isobutyl-öl Op 37								
Durchschn. 24.1.41	2,80	4800	-	2,6	1,6	76,72	12,71	10,85
erhalten mit 3½ m-Raschig-Kolonne bis 81°C								
2) Methanol aus Isobutyl-öl Op 37								
Durchschn. 31.10.40	3,63	2830	90	3,2	0,3	77,06	12,96	10,02
erhalten mit 1 m - Raschig-Kolonne bis 81°C								

In dem oben erwähnten Bericht vom 10.10.40 wird beschrieben, wie man das "Gelbe Öl" direkt aus dem Isobutylöl entfernen kann, indem man in einer geeigneten Apparatur dauernd Methanol mit dem Isobutylöl abdestilliert, dasselbe kondensiert und dann vor dem Zurückfließen zum Isobutylöl gleichzeitig mit Pentan im Gegenstrom extrahiert. Es zeigt sich nun, daß man nach derselben Methode zusammen mit dem "Gelben Öl" auch die methanoldampfflüchtigen, sauerstoffhaltigen Verunreinigungen des Isobutylöls leicht vollständig entfernen kann, wenn man die Bedingungen etwas ändert. Nach der Entfernung dieser Stoffe kann man dann die höheren Alkohole nach einer beliebigen Methode bestimmen. Der Vorteil der vorliegenden Methode besteht außer in der schnellen Bestimmung des "Gelben Öls" und der niederen sauerstoffhaltigen nicht alkoholischen Bestandteile darin, daß diese methanoldampfflüchtigen Stoffe vollständig entfernt werden. Deshalb hat man die Gewähr, daß auch bei Anwesenheit von großen Mengen derselben der Isobutylalkohol frei von diesen Stoffen zur Bestimmung isoliert wird.

Die Bedingungen, unter denen man außer dem "Gelben Öl" auch die sauerstoffhaltigen Produkte aus dem Isobutylöl vollständig entfernen kann, sind zweierlei Art. Einmal muß die Extraktionsdauer erhöht werden. Zum anderen muß man berücksichtigen, daß es eine kleine Menge von Stoffen gibt, die unter den vorliegenden Bedingungen nicht extra-

-/-

hierher sind. Sie befinden sich nach dem Abstellen des Pentankreislaufes am Ende der Extraktion in dem Methanol gelöst, das sich im Gefäß A befindet. Man arbeitet am besten wie folgt:
Nachdem die für die vollständige Extraktion nötige Zeit herum ist, wird der Pentankreislauf abgestellt, der Hahn H geschlossen und der Stand des Methanols im Gefäß A langsam bis zum Pentanablaufrohr heraufgefahren, ohne daß die Temperatur bei K 65°C überschreitet. Die Inhalte von Gefäß A, Siphon G und Gefäß Q , das vor Beginn der Extraktion mit 60 - 70 ccm 15%iger Kaliumkarbonatlösung gefüllt wird, werden nun zusammen mit 320 ccm 37,5%iger Kaliumkarbonatlösung in einem gewöhnlichen Extraktionsapparat, wie er im Bericht vom 10.10.40 erwähnt ist, 2 Stunden mit Pentan extrahiert. Das Siedegefäß wird entweder mit reinem Pentan gefüllt, oder mit der erhaltenen Pentanlösung, in der das "Gelbe Öl" und die anderen Stoffe vorhanden sind. Im ersten Falle erhält man nach Vereinigung der beiden Pentanlösungen und nach Abdestillieren des Pentans aus dem Isobutylöl vom 31.10.40 einen Extrakt mit der OH.Z. 0,7, im zweiten Falle einen Extrakt mit der OH.Z. 1,2, was so zu erklären sein dürfte, daß bei längerem Kochen der Pentanlösung die esterartigen Stoffe etwas verseift werden. Der letzte Fall ist bei allen hier beschriebenen Versuchen angewandt worden. Bei allen Versuchen wurde das Pentan immer an einem Widmer - aufsatz bis 60°C abdestilliert, um sicher einen pentanfreien Extrakt zu erhalten, obwohl die Extrakte auch kleine Mengen unter 60°C siedender Bestandteile enthalten.

Tabelle II enthält Mengen und Kennzahlen einiger Extrakte, die bei verschiedener Extraktionsdauer aus ein und demselben Isobutylöl vom 31.10.40 (Temperatur bei K 65°C) erhalten wurden. Die letzte Zeile Nr.5 enthält eine Aufteilung des Extrakts in zwei Teile, deren einer das Stoffgemisch darstellt, das ohne weiteres extrahiert wird, deren anderer durch nachträgliche Extraktion des Methanols im Gefäß A unter Kaliumkarbonatzusatz erhalten wird. Wie man der Tabelle entnehmen kann, bringt eine Steigerung der Extraktionsdauer über 30 min hinaus keine Erhöhung der Extraktmenge . Die Extraktion des "Gelben Öls" und der anderen sauerstoffhaltigen Verunreinigungen ist also vollständig, was sich auch daraus ergibt, daß, wenn man aus dem vom Extrakt befreiten Isobutylöl (30-40 min) das Methanol an einem Aufsatz abde-

-/-

stilliert und einer Extraktion mittels Pentan unter Kaliumkarbonatzusatz unterwirft, man eine Menge an Extrakt erhält, die auf das Isobutylöl bezogen nur noch 0,15 Gew.% beträgt. Die sich ergebende vorteilhafte Extraktionsdauer von 30 - 40 min. ist nur dann massgebend, wenn man wie in Tabelle II immer 200 ccm der Extraktion unterwirft, d.h. bei Anwesenheit von rund 100 ccm Methanol. Will man ein methanolfreies Produkt untersuchen, so muss man zu 100 ccm Produkt 100 ccm Methanol hinzugeben und, falls es wasserfrei ist, auch Wasser, s.B. 25 ccm (siehe Nr.6 TabelleIV). Gibt man mehr Methanol hinzu, s.B. zu 200 ccm = 168,25 g Isobutylöl vom 31.10.40 noch 125 ccm reines Methanol, so erhält man nach einer Extraktionsdauer von 30 min. ~~und~~ 5,95 g = 3,54 Gew.% mit der Br.Z. 2840. Die Extraktion ist nach 30 min. noch nicht vollständig. Bei Anwesenheit von grossen Mengen der zu extrahierenden Stoffe wird man auch bei einem Ansatz von 200 ccm die Extraktionsdauer erhöhen.

Vergleicht man Tabelle II mit Tabelle I Nr.2, so ergibt sich, dass man nach der vorliegenden Methode mehr Extrakt erhält als durch Extraktion des einfach abdestillierten Methanols unter Kaliumkarbonatzusatz. Ausserdem enthält der Extrakt mehr Sauerstoff, z.B. der in 30 und 40 min. erhaltene der Tabelle II 74,78 % C, 12,67 % H und 12,84 % O. Die sauerstoffhaltigen Stoffe sind also mit Methanol schwerer flüchtig als das "Gelbe Öl".

Tabelle II.

	Extraktionsdauer in min.	Einwage in g (200 ccm)	Extrakt g	Gew.%	Br.Z.	E.Z.	K.Z.	OH.Z.
1)	40	168,57	9,82	5,83	2100	250	4,1	-
2)	30	167,98	9,49	5,65	2100	270	4,0	-
3)	20	168,24	8,26	4,91	2160	320	3,9	-
4)	10	168,33	6,80	4,04	2420	300	3,6	-
5)	3 x a 30	505,98	23,63	4,67	2620	270	3,6	0,1
			5,43			260		
			3,82	0,76	-	185	-	3,3
							0,52	

-/-

Nach der vorliegenden Methode erhält man immer nur ein Gemisch von "Gelbem Öl" und sauerstoffhaltigen nichtalkoholischen Bestandteilen. Eine Trennung lässt sich auf Grund der Beobachtung vornehmen, dass aus methanolischer Lösung mit Wasser zwar "Gelbes Öl", nicht aber die sauerstoffhaltigen Bestandteile ausfällbar sind. In Tabelle III sind die Ergebnisse einer solchen Trennung, die mit dem Extrakt aus dem Isobutylöl vom 31.10.40 vorgenommen wurde, enthalten. Da ein Teil der sauerstoffhaltigen Bestandteile ähnliche Löslichkeitseigenschaften wie das "Gelbe Öl" besitzt, ist die Trennung nicht ganz vollständig, das so gewonnene "Gelbe Öl" enthält etwas Sauerstoff. Am besten arbeitet man folgendermassen: 2 x 200 ccm Isobutylöl werden je 30 min. extrahiert und die Extraktion des Inhaltes von Gefäss A unter Kaliumkarbonatzusatz angeschlossen. Nach Abdestillieren des Pentans wird der Extrakt in 240 ccm Methanol gelöst und 120 ccm Wasser hinzugegeben. Das ausgefällte "Gelbe Öl" wird im Scheidetrichter sorgfältig abgetrennt und mit etwas 66 %igem Methanol ausgewaschen. Die untere Schicht wird unter Zusatz von 37,5 %iger Kaliumkarbonatlösung 2 Stunden mit Pentan extrahiert und das Pentan an einem Widmeraufsatz abdestilliert.

Tabelle III.

Angewandt: 2 x 200 ccm = 336,69 g.

	Menge in g	Menge in Gew.%	Br.Z.	E.Z.	% C.	% H.	% O.
Gelbes Öl	7,85	2,33	3680	230	81,92	13,72	4,16
Sauerstoffhaltige Stoffe	8,81	2,62	740	590	71,09	12,04	17,06

Ist das Isobutylöl vom "Gelben Öl" und den nichtalkoholischen sauerstoffhaltigen Bestandteilen befreit, kann man zur Bestimmung des Isobutylalkohols eine Extraktion unter Kaliumkarbonatzusatz anschliessen, wie sie in den Berichten vom 10.10.40 und vom 1.11.38 beschrieben ist. Man erhält den Isobutylalkohol in praktisch reiner Form, jedoch mit etwas Propanol verunreinigt, wie die O.H.Z.

-/-

und das Auftreten der kleinen Fraktion 98-103°C zeigen. Die C.H.Z von reinem Isobutylalkohol wurde zu 18,3 bestimmt, während sie theoretisch eigentlich 27,0 betragen müsste. Tabelle IV zeigt einige Analysen dieser Art von verschiedenen Isobutylölen oder ähnlichen Produkten, die unter Benutzung eines Widmeraufsatzes ausgeführt wurden. Auch in Anwesenheit von grossen Mengen an "Gelbem Öl" und den anderen Verunreinigungen ist eine einwandfreie Isobutylalkoholbestimmung möglich (siehe Nr.6 der Tabelle IV). In den höher als Isobutylalkohol siedenden Fraktionen befinden sich nur noch nichtalkoholische sauerstoffhaltige Bestandteile, die nicht mit Methanol flüchtig sind.

Tabelle IV.

Produkt (200 ccm)	Extr.-Dauer in min.	Gelbes Öl + saure-stoffh. Stoffe					Fraktion 98–105°C				Fraktion 103–112°C				Fraktion ≥112°C			
		Gew. %	Br.Z.	E.Z.	K.Z.	OH.Z.	Gew. %	Br.Z.	E.Z.	OH.Z.	Gew. %	Br.Z.	E.Z.	OH.Z.	Gew. %	Br.Z.	E.Z.	OH.Z.
1) Isobutylöl Op.37 31.10.40	30	5,65	2100	270	4,0	-	0,46	-	-	29,0	9,52	75	25	19,7	5,61	490	210	14,1
2) Isobutylöl Op.37 2. 4.41	30	4,57	1870	370	3,6	-	0,36	33	-	-	11,33	63	50	-	5,99	495	180	-
3) Isobutylöl Op. 7 Ofen 4 / 21.3.41	30	1,87	2120	-	3,9	-	0,09	-	-	-	6,37	90	90	18,5	2,62	-	-	-
4) Isobutylöl Op.136 alter Isokontakt Nr.5 aus dem Jahre 1924	43	3,03	2240	1720	-	-	1,21	220	-	18,6	6,20	630	-	18,6	12,37 [1]	-	2450	-
5) Abstreifprodukt Op.640 / 21.4.41 (Kondensat aus E-Ofen Op.37)	35	14,64	4510	410	4,2	-	0,35	82	-	-	14,03	125	60	18,4	10,89	-	330	8,1
6) Extrakt Versuchsanlage Op.156x 30/31.5.41 100 ccm + 100 ccm Methanol + 25 ccm H_2O	60	56,47 [2]	1940	870	-	0,1	0,00	-	-	-	3,10 [3]	-	90	16,7	39,89	-	370	9,9

1) auf dem K_2CO_3-Methanol-Gemisch blieb ein nicht extrahierbares Öl.
2) Pentan bis 35°C abdestilliert.
3) Siedebeginn 106°C.

Tabelle IV.

Produkte (200 ccm)	Ausbeute in % d. Th.	Gelbes Öl + amorphe Extrakt. %	Fraktion 99-102°C %	Fraktion 102-112°C %	Fraktion >112°C %
		Gew. Br.Z. E.Z. N.Z. Cl.Z.	Gew. Br.Z. E.Z. Cl.Z.	Gew. Br.Z. E.Z. OH.Z.	Gew. Br.Z. E.Z. OH.Z.
1) Isopropylöl Op.37 31.10.40	30	5,65 2100 210 4,0 –	0,46 – – 29,0	9,32 75 25 19,7	5,61 490 210 14,1
2) Isopropylöl Op.37 2. 4.41	30	4,27 1870 210 5,6 –	0,36 33 – –	11,33 63 30 –	5,39 495 180 –
3) Isopropylöl Op. 7 Oren 4 \ 21.3.41	30	1,87 2120 – 3,5 –	0,09 – – –	6,37 50 50 18,3	3,68 – – –
4) Isopropylöl Op.336 after Isopentakl Nr.5 aus dem Jahre 1924	43	3,03 2240 1720 – –	1,21 220 – 18,6	6,20 630 – 16,6	12,71 1) – 2430 –
5) Absetzölprodukte Op.660 \ 21.4.41 (Kondensat aus E-Gas Op.37)	35	14,64 4510 410 4,2 –	0,79 62 – –	14,05 125 60 18,4	10,89 – 370 6,1
6) Extrakt Petroleumfabrik Op.155x 30\31.5.41 100 ccm + 100 ccm Methanol + 25 ccm H_2O	60	56,47 1940 270 – 0,1	0,00 – – –	3,10 2) – 90 16,7	32,89 – 370 9,3

1) auf dem K_2CO_3-Methanol-Gemisch blieb ein nicht extrahierbares Öl.
2) Fraktion bis 75°C abgetrieben.
3) Siedebeginn 105°C.

Bag Target
2168 - 30/4.33

Herrn Dir.Dr.Müller-Cunradi

Bau Op. 190.

TB/K-Wtz. 31.Januar 1938/Fr.

Fettsäure-Anlage und Fanol-Anlage Oppau.

Anbei erhalten Sie die Kostenschätzungen für die Fanol-Anlage Oppau und die Fettsäure-Anlage Oppau.
In den beigelegten Kostenzusammenstellungen, deren Endsumme den Voraussgenehmigungsanträgen zugrunde gelegt ist, sind als mittelbare Kosten die von den Energie-Betrieben getrennt zu beantragenden Erweiterungen der Rohrnetze und der elektrischen Verteilerstationen mit aufgeführt; in der eigentlichen Programmsumme sind diese Kosten nicht enthalten.

Da wir zur Ausnutzung der Rohstoff-Kontingente unverzüglich weitere Bestellungen aufgeben müssen, bitten wir Sie, die Voraussgenehmigungs-Anträge laut beigefügten Anlagen in die Wege zu leiten.

Anlagen. ging über Herrn B. Fabrikant an Herrn B. Goldberg. 2.II.38