

00001087

Der Einsatz des Entsandungsrückstandes in die Schneckenöfen ließe sich nach einem Versuch ebenfalls rechtfertigen. Die zusätzliche Belastung durch das Entsandungsfeste erfordert jedoch 2 Schneckenöfen, die bei Vollbetrieb nicht immer zur Verfügung stehen. Voraussetzung für den Einsatz wäre die Beibehaltung der 25 % direkten Schwelung. Die Egalisierung müßte bis dahin fertiggestellt sein. Durch die Verschmelzung des Entsandungsrückstandes von etwa 2 200 Moto ergibt sich eine zusätzliche Ölausbeute von rund 550 Moto = 6 500 Jato; daraus entstehen etwa 5 000 Jato Benzin und Dieselöl.

Der Bedarf für 1 Kugelofen ist 450 t Eisen, je t Produkt 0,9 t. (0,09t)

Während sich durch die Verschmelzung des Entsandungsrückstandes 1 Kugelofen beim Gebechem vertreten ließe, müßten 2 weitere Kugelöfen durch folgende Begründung zu erreichen sein:

In absehbarer Zeit müssen ca. 74 Schneckenöfenmäntel repariert werden. Die Reparatur dauert für je 2 Ofenmäntel 4 Wochen, die Gesamt-Reparatur erstreckt sich also über 28 Wochen. Da bei einer Betriebszahl von durchschnittlich 23 Öfen im Vollbetrieb keine Öfen, außer zur normalen Reparatur stillgelegt werden können, bedeutet die Reparatur von je 2 Öfen während 4 Wochen einen Ausfall von 8,7 % für diese 28 Wochen, das sind 28 000 t Benzin und Dieselöl aus Kohle. Die Reparatur dieser z.Zt. als reparaturbedürftig anzusehenden Öfen erstreckt sich, beginnend etwa Mitte 1944 über 2 Jahre, die Reparatur wäre also Mitte 1946 zu Ende. Bis dahin sind auch die restlichen, in obige Rechnung nicht eingesetzten Öfen, reparaturbedürftig, sodaß sich der Produktionsausfall rund verdoppeln würde. Für 2 Öfen werden 728 t Eisen benötigt; der dadurch erzielbare Gewinn an Benzin und Dieselöl beträgt etwa 50 000 t einmalig. Je t Produkt werden also 0,14 t Eisen eingesetzt, *bis 10 Jahren.*

Die 2 Kugelöfen können darüber hinaus noch begründet werden mit der zusätzlichen Belastung der im Betrieb befindlichen Schneckenöfen durch zeitweisen Anstieg des Aschegehaltes der Kohle und vor Allem durch Erhöhung des Ballastes infolge Absinkens des wirksamen Kontaktbestandteiles Eisen in der Kontaktmasse. Der Einfluß dieser beiden Faktoren kann, da er nur zeitweise auftritt, nur geschätzt werden. Der Produktionsausfall wird mit etwa 10 000 Jato eingesetzt.

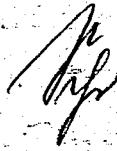
00001088

Leuna-Werke, den 3. III. 1943

Programm: K u g e l o f e n Me 884

B e g r ü n d u n g .

In Me 884 fallen monatlich etwa 2000 to Entsandungsrückstand mit ca 25-30% Schweröl an. Dieses Schweröl geht mit dem Sand auf die Halde. Durch Schmelzen können etwa 80% dieses Schweröls d.s. 400 moto oder 4800 jato gewonnen und der Hydrierung zugeführt werden. Es ist zu erwarten, daß auf diese Weise etwa 4000 jato Benzin zusätzlich gewonnen werden. Hierzu ist die Aufstellung eines Schmelzofens und die dazugehörigen Fördermittel notwendig.



Programm: K u g e l o f e n Me 884.

B e t r i e b s b e s c h r e i b u n g .

Die Entschlammung der Kohlekammern enthält etwa 2 v.H. Sand. Dieser Sand muß abgeschieden werden, weil er sonst die Düsen der Schleudern verstopfen und zu vorzeitiger Abnutzung der Schleudern führen würde. Die Abscheidung des Sandes erfolgt nach Verdünnen mit Kohleofenabstreifer in Spitzgefäßen, den sogenannten Entsandungen, (A).

(A). In diesen scheidet sich der Sand unten ab und wird mit einem Ölgehalt von 30-35% mittels der Schnecke {Aa} ausgetragen und auf den Drehfilter (Ab) von einem Teil des anhaftenden Öles befreit. Der Filterkuchen mit etwa 25-30% Öl fällt in die wagerechte Schnecke {Ac} und wird über das schräge Kasrenband (Ad) dem Kugelofen {B} zugeführt. Dieser besteht aus einem geneigten Drehrohr, das mit Schlagkörpern von besonderer Form gefüllt ist. Die Schlagkörper sollen dazu dienen etwa sich bildenden kocksartigen Ansatz wieder abzuschlagen und so eine Verstopfung des Ofens zu verhindern. Durch die Steigung des Ofens wird das Schwelgut durch den Ofen hindurch befördert und dann über ein Sieb, das die Schlagkörper zurückhalten soll ausgetragen.

Die Ausschmelzung des Gutes wird durch überhitzten Dampf unterstützt. Die Überhitzung des Dampfes erfolgt in der Rohrschlange {Ba}. Hierauf tritt der überhitzte Dampf an der Austragseite bei {Bb} in den Drehofen ein, bestreicht das Schwelgut im Gegenstrom und verläßt den Ofen durch den Stutzen {Bc}.

Die Beheizung von Ofen und Überhitzer erfolgt durch die Druckluftbrenner {Bd}, die durch die Gebläse {Be} und {Bf} mit Kraftgas bzw. Druckluft versorgt werden.

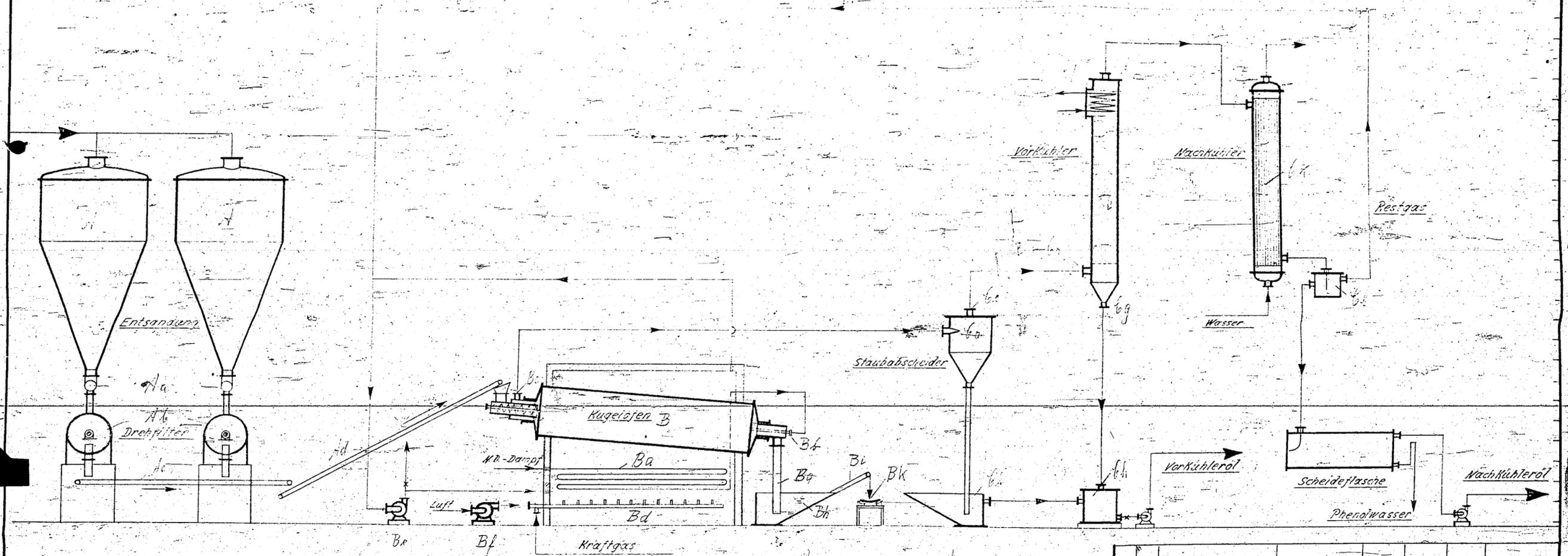
Das ausgeschwelte Gut fällt durch die Schlotte {Bg} unter Tauchung in die mit Wasser gefüllte Austragwanne {Bh} und wird aus dieser mittels des Kratzers {Bi} auf das Transportband {Bk} geworfen.

Die mit dem Dampf bei {Bc} austretenden Schwelgase durchströmen zunächst den Staubabscheider {Ca} in dem außer dem größten Teil des mitgerissenen Staubes eine kleine Menge Schweröl abgeschieden wird. Staub und Öl sammeln sich in der Tauchwanne {Cb}. Die nicht kondensierten Gase und Dämpfe verlassen den Staubabscheider bei {Cc} und treten bei {Cd} in den kolonnenartigen sogenannten Vorkühler {Ce} ein. Dieser ist mit Raschigringen gefüllt und wird am Kopf durch Tellerschlangen {Cf} gekühlt. Das kondensierte Schweröl fließt bei {Cg} in den Tauchtopf {Ch} ab, in dem sich auch das in der Wanne {Cb} anfallende Schweröl sammelt.

Die Temperatur der am Vorkühlerkopf abziehenden Gase und Dämpfe wird so eingestellt, daß im Vorkühler sich kein Wasser kondensiert, also auf etwa 130-140°.

Die aus dem Vorkühler bei {Ci} abziehenden Gase und Dämpfe durchströmen nun den sogenannten Nachkühler {Ck}, einen mit Wasser gekühlten Röhrenkühler und den Restgastopf {Cl}. Hier scheiden sich Öl und Wasser einerseits von den nicht kondensierten Gasen andererseits. Diese ziehen oben ab und können entweder über Dach entweichen oder unter dem Ofen verbrannt werden. Öl und Wasser werden in der Scheideflasche Cm getrennt.

Handwritten signature



Teil Stck.	Benennung	Abmessungen	Werkstoff	Mod.- od. Lager-Nr.	Gewicht	Bemerkung
------------	-----------	-------------	-----------	---------------------	---------	-----------

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.
Maschinentechnische Abteilung.

M 8864 a - 4

26. Feb. 1943

Technisches Büro
Hyd. Me 747

Maßstab:	Betriebsdruck:	at
Datum:	Probdruck:	at
17.2.43	Konstr.:	///p
	Kontr.:	
	Normgeprüft:	
	Genehmigt:	

Ersatz für: *Hyd. Me 747, Nr. 25.2.43. Hyf.* Ersetzt durch:

Das Urheberrecht an dieser Zeichnung verbleibt dem. Sie ist dem Empfänger nur zum persönlichen Gebrauch anvertraut. Ohne unsere Genehmigung darf sie nicht kopiert oder veröffentlicht, auch nicht in Weiterverbreitung, insbesondere Nachdruck, aufgestellt oder zugänglich gemacht werden. Inanspruchnahme durch den Empfänger oder Dritte hat zivil- und strafrechtliche Folgen. Die Zeichnung ist wie in Folge der Nachfertigung sofort zurückzugeben.

Me 884 Aufarbeitung der Filterrückstände aus der Entsandung.

Fachgruppe: Bau-Nr.

Leuna-Werke, den 23.2.1943

Programm: Kugelöfen Me 883.

00001091

Begründung.

Im Laufendes letzten Jahres hat der Aschegehalt der Hydrierungskohle ständig zugenommen. Dies hat zu einer wachsenden Belastung der Rückstandsaufarbeitung geführt, sodaß diese mit der an sich möglichen Produktionserhöhung schließlich nicht mehr Schritt halten konnte.

Um die Rückstandsaufarbeitung unter den geänderten Verhältnisse der Kapazität der anderen Betriebe anzupassen, sollen daher 2 Kugelöfen aufgestellt werden. Es ist zu erwarten daß durch diesen Ausbau der Rückstandsaufarbeitung gegenüber dem Jahre 1942 eine Mehrproduktion von Benzin in Höhe von 30.000 to erzielt wird.

Handwritten notes:
T.B.K. 1942
nach Erweiterung Me 883 ... 260.000 to
Menge ... = 30.000 to Benzin
... 100.000 to
... 20.000 to
... 10.000 to
... 10.000 to

A k t e n n o t i z.

Betr.: Anschluß der letzten 4 Trockner der Dampftrockenanlage an die Hy-Trocknung.

gez. Dr. Bemann

Die Trockenanlage für die Hydrierung ist z.Zt. Engpaß für die gesamte Hydrierungsproduktion. Bei vorkommenden Reparaturen in Me 394 oder an den an die Hy-Kohle-Trocknung angeschlossenen 4 Dampf-Kohletrocknern in Me 279 muß entsprechend die Produktion der Hydrierung zurückgenommen werden. Dieser Produktionsausfall bei auftretenden Reparaturen läßt sich nun überbrücken, wenn auch die letzten 4 Trockner in der Dampftrocken-Anlage mit einer Trockenleistung von 20 t TBK₅ an die Hy-Trocknung angeschlossen werden. Dieser Anschluß ist jetzt möglich, nachdem die Vergasung infolge reichlicher Belieferung mit Espenhainer Grude diese Trockner jetzt nicht benötigt und voraussichtlich auch in Zukunft nur sehr selten in Anspruch nehmen wird.

Für den Anschluß sind erforderlich:

	<u>RM</u>	<u>Baueisen</u>	<u>Masch-Eisen</u>
		t	t
1.) Umschlüsse an den Trocknern	40 000	15	15

Hiermit ist der Engpaß in der Kohletrocknung jedoch noch nicht vollständig ausgeschaltet, da bei Reparaturen in Me 282 an der Sieb- und Verladeeinrichtung entsprechende Reduktionen vorgenommen werden müssen. Ein Ausfall läßt sich hier vermeiden, wenn

2.) der 7. Siebsatz	<u>140 000</u>	<u>50</u>	<u>40</u>
errichtet wird.	Summa:	65	55
		=====	=====

Zu erwähnen ist außerdem, daß unbedingt die Aufstellung einer zweiten Verlade-Anlage für Trockenbraunkohle, wie sie in unserem Bauvorhaben Mekraft-Ergänzung III bereits eingereicht ist, durchgeführt wird.

gez. Wustrow

Ø Herrn Dr. v. Staden/Dr. Wustrow
" Dr. Strombeck/OI. Wolf from
" Dr. Schunck
" OI. Sabel
" DI. Binneweis
" Dr. Pfeiffer

Durchschlag für:

Durchschlag

00001023

Leunawerke, den 12. März 1943

Aktennotiz.

Betr. Kugelöfen.

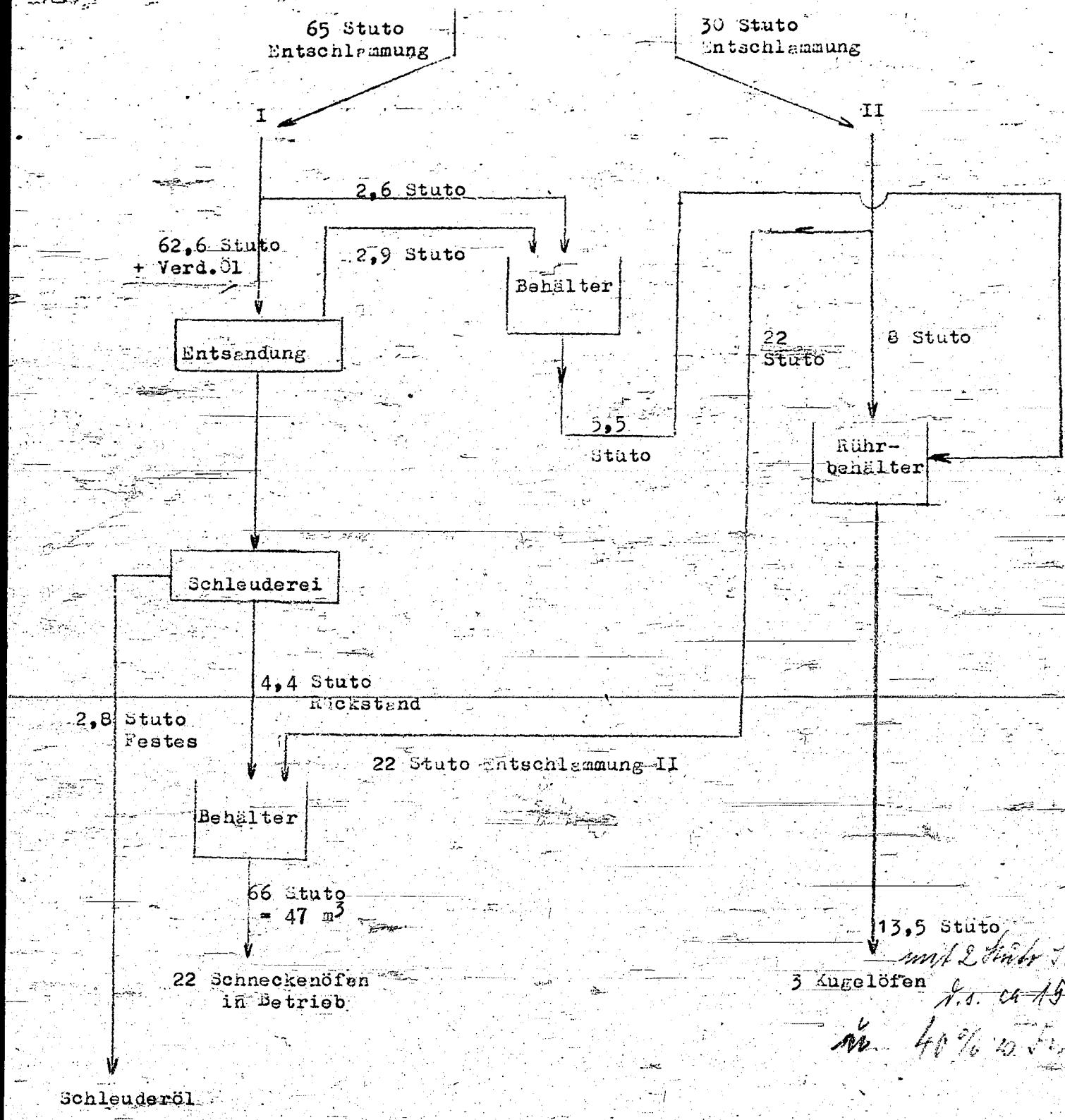
Nachdem sich der Kugelofen in verschiedenen Werken bewährt hat, sollen auch in Leuna nach Genehmigung durch den Gebechem 2 Kugelöfen zur Verschmelzung von ungeschleuderter Entschlammung eingesetzt werden.

Neuerdings wird daran gedacht, einen weiteren Kugelofen zur Verschmelzung von Filterrückstand des Entsandungsproduktes einzusetzen. Der Standpunkt für diesen 3. Ofen soll in der Nähe der Entsandung sein.

Nach Dr. Schrader wird in Wesseling jetzt auch die Entsandung betrieben. Der Entsandungsrückstand wird aber flüssig (mit 25 % Festem) abgezogen und verschwelt.

Die gleiche Möglichkeit besteht auch für Leuna und den Kugelofen, derart, daß zwar wie bisher entsandet wird, nach der Entsandung aber auf etwa 40 % zum Einsatz in den Kugelöfen mit unverdünnter Entschlammung verdünnt wird. Die den Entsandungsrückstand enthaltende Entschlammung wird dann weiter genau so behandelt, wie die direkt in die Ofen gehende Entschlammung. Damit fällt die Notwendigkeit, einen Kugelofen an besonderer Stelle zur Schwelung des Filterrückstandes der Entsandung zu erstellen, weg. Der entsprechend der Menge des entsandungsfesten zusätzlich benötigte Kugelofen kann, wenn Platz vorhanden ist, im Rahmen von Nr. 883 erstellt werden. Die Menge Entsandungsfestes je Monat beträgt etwa 1 500 t = 2,05 t/h. Diese Menge ergibt als 37 %iges Produkt 5,5 t = 3,9 m³/h und entspricht etwa dem Durchsatz durch einen Kugelofen ohne Reserve gerechnet. Die Verdünnung des Rückstandes geschieht nur soweit, daß er pumpbar wird. Die Sandbelastung der (voraussichtlich 3) Kugelöfen wird dabei geringer werden, als sie gewesen wäre, wenn der ganze Entsandungsrückstand, wie geplant, durch 1 Ofen gegeben würde.

Unter der Voraussetzung, daß 3 Kugelöfen genehmigt werden, ergibt sich folgendes Schema für den Gang der Entschlammung:



00001095

L.M.
1940

Der Einsatz des Entsandungsrückstandes in die Schneckenöfen ließe sich nach einem Versuch ebenfalls rechtfertigen. Die zusätzliche Belastung durch das Entsandungsfeste erfordert jedoch 2 Schneckenöfen, die bei Vollbetrieb nicht immer zur Verfügung stehen. Voraussetzung für den Einsatz wäre die Beibehaltung der 25 % direkten Schwelung. Die Egalisierung müßte bis dahin fertiggestellt sein. Durch die Verschmelzung des Entsandungsrückstandes von etwa 2 200 Moto ergibt sich eine zusätzliche Clausbeute von rund 550 Moto = 6 500 Jato; daraus entstehen etwa 5 000 Jato Benzin und Dieselöl.

Der Bedarf für 1 Kugelofen ist 450 t Eisen, je t Produkt 0,9 t.

Während sich durch die Verschmelzung des Entsandungsrückstandes 1 Kugelofen beim Gebechem vertreten ließe, müßten 2 weitere Kugelöfen durch folgende Begründung zu erreichen sein:

In absehbarer Zeit müssen ca. 4 Schneckenöfenmäntel repariert werden. Die Reparatur dauert für je 2 Ofenmäntel 4 Wochen, die Gesamt-Reparatur erstreckt sich also über 28 Wochen. Da bei einer Betriebszahl von durchschnittlich 23 Öfen im Vollbetrieb keine Öfen, außer zur normalen Reparatur stillgelegt werden können, bedeutet die Reparatur von je 2 Öfen während 4 Wochen einen Ausfall von 8,7 % für diese 28 Wochen, das sind 28 000 t Benzin und Dieselöl aus Kohle. Die Reparatur dieser z.Zt. als reparaturbedürftig anzusehenden Öfen erstreckt sich, beginnend etwa Mitte 1944 über 2 Jahre, die Reparatur wäre also Mitte 1946 zu Ende. Bis dahin sind auch die restlichen, in obige Rechnung nicht eingesetzten Öfen, reparaturbedürftig sodaß sich der Produktionsausfall rund verdoppeln würde. Für 2 Öfen werden 728 t Eisen benötigt; der dadurch erzielbare Gewinn an Benzin und Dieselöl beträgt etwa 50 000 t einmalig. Je t Produkt werden also 0,14 t Eisen eingesetzt, bis 10 Jahren.

Die 2 Kugelöfen können darüber hinaus noch begründet werden mit der zusätzlichen Belastung der im Betrieb befindlichen Schneckenöfen durch zeitweisen Anstieg des Aschegehaltes der Kohle und vor allem durch Erhöhung des Ballastes infolge Absinkens des wirksamen Kontaktbestandteiles Eisen in der Kontaktmasse. Der Einfluß dieser beiden Faktoren kann, da er nur zeitweise auftritt, nur geschätzt werden. Der Produktionsausfall wird mit etwa 10 000 Jato eingesetzt.

Leuna-Werke, den 13. März 1943. Bu. 1

Programm: K u g e l ö f e n Me 883

00001036

B e g r ü n d u n g .

In spätestens 1 1/2 Jahren muss mit der Reparatur der Ofenmäntel der Schneckenöfen begonnen werden. Die Reparatur je Ofenpaar dauert 4 Wochen, sodass für 24 Öfen etwa mit 1. Jahr Ausfall zu rechnen ist. Der Ausfall von laufend 2 Schneckenöfen bedeutet einen Produktionsausfall von 8,7% der Kohleverflüssigung, das sind rund 50 000 t Endprodukt (Benzin und Dieselöl).

Um diesen Produktionsausfall zu vermeiden, ist es notwendig 2 Kugelöfen aufzustellen. Die 2 Kugelöfen entsprechen etwa 3 Schneckenöfen. Die mit der Erstellung von 2 Kugelöfen auftretende geringe Reserve kann als Ausgleich für die steigende Belastung der Rückstandsaufarbeitung durch Anstieg der Kohleasche benützt werden. Der dadurch zu vermeidende Produktionsausfall wird auf etwa 5 000 t geschätzt.

Die Erstellung der beiden Kugelöfen (Eisenbedarf 728 t) verhindert also den einmaligen Ausfall von 50000 t Benzin und gibt laufenden Mehranfall von 5 000 t Benzin.

W. M.

*200 - 100 t
Benzin*

*45 000 t
3000 t
1 t
997,50*

*Als Wert für den 3. März 1943
für 26 März 1943*

*300 t
35 t
900
310*



Programm: K u g e l ö f e n Me 883

00001097

B e t r i e b s b e s c h r e i b u n g .

Die Kugelöfen sollen ebenso wie die vorhandenen Schneckenöfen zur Verschwe-
lung der Kohlekammerentschlammung und des in Me 884 anfallenden Rückstandes der
Schwederzentrifugen dienen.

Die Anlage besteht im wesentlichen aus drei Hauptteilen:

- A Dem Ofen,
- B Der Austragvorrichtung für den ausgeschwelten
Rückstand,
- C Der Kondensation für die entstehenden Öl- und
Wasserdämpfe.

A. Das Rohprodukt /Kohlöfenentschlammung und (oder) Zentrifugen-Rückstand/
tritt nach passieren eines Eckardtmessers und eines Regenerators bei Aa mit
einem Druck von 6 atü in die Ofenanlage A ein, durchströmt zunächst die Vor-
wärmerschlange Ab und wird dann bei Ac unter Zerstäubung durch Hochdruck-
dampf von 15 atü in den eigentlichen Ofen entspannt. Dieser Ofen besteht aus
einem geneigten Drehrohr, das mit Schlagkörpern von besonderer Form gefüllt
ist. Die Schlagkörper sollen dazu dienen, etwa sich bildenden koksartigen
Ansatz wieder abzuschlagen und so eine Verstopfung des Ofens zu verhindern.
Durch die Neigung des Ofens wird das Schwelgut durch den Ofen hindurch be-
fördert und dann über ein Sieb, das die Schlagkörper zurückhalten soll aus-
getragen.

Die Ausschmelzung des Gutes wird durch überhitzten Dampf unterstützt. Die
Überhitzung erfolgt in der Rohrschlange Ae. Hierauf tritt der überhitzte Dampf
an der Austragseite bei Af in den Drehofen ein, bestreicht das Schwelgut im
Gegenstrom und verläßt den Ofen durch den Stutzen Ag.

Die Beheizung von Ofen und Vorwärmer erfolgt durch die Druckluftbrenner Ah
bzw. Ai, die durch die Gebläse Ak und Al mit Kraftgas bzw. Luft versorgt wer-
den.

B. Das ausgeschwelte Gut fällt durch die Schlotte Ba unter Tauchung in die mit
Wasser gefüllte Austragwanne Bb und wird aus dieser mittels des Kratzers Bc
auf das Transportband Bd geworfen.

C. Die mit dem Dampf bei Ag austretenden Schwelgase durchströmen zunächst den
Staubabscheider Ca in dem unter dem größten Teil des mitgerissenen Staubes eine
kleine Menge Schweröl abgeschieden wird. Staub und Öl sammeln sich in der Tauch-
wanne Cb.

Dampf und Schwelgase steigen nun in dem zentralen Rohr Cc des Staubsacks und
des auf ihm stehenden Regenerators Cd empor bis sie über die Verteilertasse Ce
nach unten abströmen können. Hierbei geben sie ihren Wärmeinhalt an das die
Rohrschlange Cf durchströmende Rohprodukt ab.

Das kondensierte Schweröl fließt bei Cg ab, während die nicht kondensier-
ten Dämpfe u. Gase den Regenerator verlassen und bei Ci in den kolonnenarti-
gen sogenannten Vorkühler Ck eintreten. Dieser ist mit Raschigringen gefüllt
und wird am Kopf durch Tellerschlangen Cl gekühlt. Das kondensierte Schweröl
fließt bei Cm in den Tauchtopf Cn ab. Die in der Staubsackwanne, im Regenerator
und im Vorkühlertopf anfallenden Schweröle werden durch die gemeinsame Sammel-
leitung Co in einen Sammelbehälter abgeführt.

Die Temperatur der am Vorkühlertopf abziehenden Gase und Dämpfe wird so ein-
gestellt, daß im Vorkühler sich kein Wasser kondensiert, also etwa auf 130-140°.

Die aus dem Vorkühler bei Cp abziehenden Gase und Dämpfe durchströmen nun
den sogenannten Nachkühler Cq, einen mit Wasser gekühlten Röhrenkühler, und den
Restgastopf Cr. Hier scheiden sich Öl und Wasser einerseits von den nicht kon-
densierten Gasen andererseits. Diese ziehen oben ab und können entweder über
Dach entweichen, unter dem Ofen verbrannt werden oder einer Sammelleitung zuge-
führt werden.

Wasser und Öl treten in die Scheideflasche Cs über und werden hier getrennt.

Dr. J. J. J. J.

H. H. H. H.

Leuna-Werke, den 23.2.1943.

Programm: K u g e l ö f e n Me 883.

00001098

B e t r i e b s b e s c h r e i b u n g .

Die Kugelöfen sollen ebenso wie die vorhandenen Schneckenöfen zur Verschwe-
lung der Kohlekammerentschlammung und des in Me 884 anfallenden Rückstandes der
Schwedenzentrifugen dienen.

Die Anlage besteht im wesentlichen aus drei Hauptteilen:

- A Dem Ofen,
- BC Der Kondensation für die entstehenden Öl- und Wasserdämpfe,
- BB Der Austragvorrichtung für den ausgeschweltsen Rückstand.

A. Das Rohprodukt (Kohleofenentschlammung und (oder) Zentrifugen-Rückstand) tritt nach passieren eines Eckardtmessers und eines Regenerators bei Aa mit einem Druck von 6 Atü in die Ofenanlage A ein, durchströmt zunächst die Vorwärmerschlange Ab und wird dann bei Ac unter Zerstäubung durch Hochdruckdampf von 15 atü in den eigentlichen Ofen entspannt. Dieser Ofen besteht aus einem geneigten Drehrohr, das mit Schlagkörpern von besonderer Formgestalt gefüllt ist. Die Schlagkörper sollen dazu dienen, etwa sich bildenden koksartigen Ansatz wieder abzuschlagen und so eine Verstopfung des Ofens zu verhindern. Durch die Neigung des Ofens wird das Schwelgut durch den Ofen hindurch befördert und dann über ein Sieb, das die Schlagkörper zurückhalten soll ausgetragen.

Die Ausschmelzung des Gutes wird durch überhitzten Dampf unterstützt. Die Überhitzung erfolgt in der Rohrschlange Ae. Hierauf tritt der überhitzte Dampf an der Austragseite bei Af in den Drehofen ein, bestreicht das Schwelgut im Gegenstrom und verläßt den Ofen durch den Stutzen Ag.

Die Beheizung von Ofen und Vorwärmer erfolgt durch die Druckluftbrenner Ah bzw. Ai, die durch die Gebläse Ak und Al mit Kraftgas bzw. Luft versorgt werden.

B. Das ausgeschwelte Gut fällt durch die Schlote Ba unter Tauchung in die mit Wasser gefüllte Austragwanne Bb und wird aus dieser mittels des Kratzers Be auf das Transportband Bd geworfen.

C. Die mit dem Dampf bei Ag austretenden Schwelgase durchströmen zunächst den Staubabscheider Ca in dem unter dem größten Teil des mitgerissenen Staubes eine kleine Menge Schweröl abgeschieden wird. Staub und Öl sammeln sich in der Tauchwanne Cb.

Dampf und Schwelgase steigen nun in dem zentralen Rohr Cc des Staubsacks und des auf ihm stehenden Regenerators Cd empor bis sie über die Verteilertasse Ce nach unten abströmen können. Hierbei geben sie ihren Wärmeinhalt an das die Rohrschlange Cf durchströmende Rohprodukt ab.

Das kondensierte Schweröl fließt bei Cg ab, während die nicht kondensierten Dämpfe u. Gase den Regenerator bei Ch verlassen und bei Ci in den kolonnenartigen sogenannten Vorkühler Ck eintreten. Dieser ist mit Raschigringen gefüllt und wird am Kopf durch Tellerschlangen Cl gekühlt. Das kondensierte Schweröl fließt bei Cm in den Tauchtopf Cn ab. Die in der Staubsackwanne, im Regenerator und im Vorkühlertopf anfallenden Schweröle werden durch die gemeinsame Sammelleitung Co in einen Sammelbehälter abgeführt.

Die Temperatur der am Vorkühlertopf abziehenden Gase und Dämpfe wird so eingestellt, daß im Vorkühler sich kein Wasser kondensiert, also etwa auf 130-140°.

Die aus dem Vorkühler bei Cp abziehenden Gase und Dämpfe durchströmen nun den sogenannten Nachkühler Cqu, einen mit Wasser gekühlten Rohrkühler, und den Restgastopf Cr. Hier scheiden sich Öl und Wasser einerseits von den nicht kondensierten Gasen. Diese ziehen oben ab und können entweder über Dach entweichen, unter dem Ofen verbrannt werden oder einer Sammelleitung zugeführt werden.

Wasser und Öl treten in die Scheideflasche Cs über und werden hier getrennt.

Programm: K u g e l ö f e n Me 883.

00001099

B e t r i e b s b e s c h r e i b u n g .

Die Kugelöfen sollen ebenso wie die vorhandenen Schneckenöfen zur Verschwe-
lung der Kohlekammerentschlammung und des in Me 884 anfallenden Rückstandes der
Schwedenzentrifugen dienen.

Die Anlage besteht im wesentlichen aus drei Hauptteilen:

- A Dem Ofen,
- ~~A~~ C Der Kondensation für die entstehenden Öl- und
Wasserdämpfe,
- ~~A~~ B Der Austragvorrichtung für den ausgeschwelten
Rückstand.

A. Das Rohprodukt (Kohleofenentschlammung und (oder) Zentrifugen-Rückstand) tritt nach passieren eines Eckardtmessers und eines Regenerators bei Aa mit einem Druck von 6 Atü in die Ofenanlage A ein, durchströmt zunächst die Vorwärmerschlange Ab und wird dann bei Ac unter Zerstäubung durch Hochdruckdampf von 15 atü in den eigentlichen Ofen entspannt. Dieser Ofen besteht aus einem geneigten Drehrohr, daß mit Schlagkörpern von besonderer Formgestaltung gefüllt ist. Die Schlagkörper sollen dazu dienen, etwa sich bildenden koksartigen Ansatz wieder abzuschlagen und so eine Verstopfung des Ofens zu verhindern. Durch die Neigung des Ofens wird das Schwelgut durch den Ofen hindurch befördert und dann über ein Sieb, daß die Schlagkörper zurückhalten soll ausgetragen.

Die Ausschmelzung des Gutes wird durch überhitzten Dampf unterstützt. Die Überhitzung erfolgt in der Rohrschlange Ae. Hierauf tritt der überhitzte Dampf an der Austragseite bei Af in den Drehofen ein, bestreicht das Schwelgut im Gegenstrom und verläßt den Ofen durch den Stutzen Ag.

Die Beheizung von Ofen und Vorwärmer erfolgt durch die Druckluftbrenner Ah bzw. Ai, die durch die Gebläse Ak und Al mit Kraftgas bzw. Luft versorgt werden.

B. Das ausgeschwelte Gut fällt durch die Schlott Ba unter Tauchung in die mit Wasser gefüllte Austragwanne Bb und wird aus dieser mittels des Kratzers Bc auf das Transportband Bd geworfen.

C. Die mit dem Dampf bei Ag austretenden Schwelgase durchströmen zunächst den Staubabscheider Ca in dem unter dem größten Teil des mitgerissenen Staubes eine kleine Menge Schweröl abgeschieden wird. Staub und Öl sammeln sich in der Tauchwanne Cb.

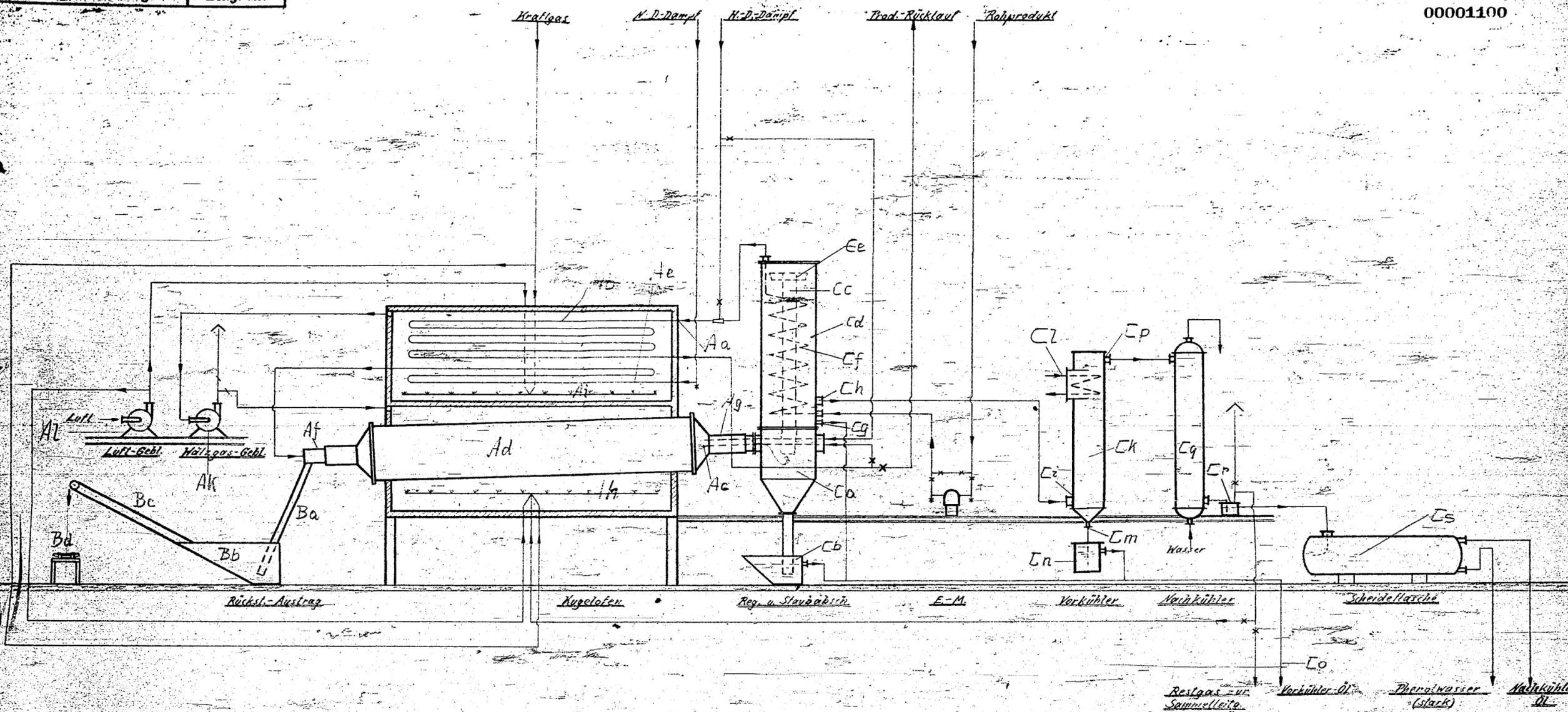
Dampf und Schwelgase steigen nun in dem zentralen Rohr Cc des Staubsacks und des auf ihm stehenden Regenerators Cd empor bis sie über die Verteilertasse Ce nach unten abströmen können. Hierbei geben sie ihren Wärmeinhalt an das die Rohrschlange Cf durchströmende Rohprodukt ab.

Das kondensierte Schweröl fließt bei Cg ab, während die nicht kondensierten Dämpfe u. Gase den Regenerator bei Ch verlassen und bei Ci in den kolonnenartigen sogenannten Vorkühler Ck eintreten. Dieser ist mit Raschigringen gefüllt und wird am Kopf durch Tellerschlangen Cl gekühlt. Das kondensierte Schweröl fließt bei Cm in den Tauchtopf Cn ab. Die in der Staubsackwanne, im Regenerator und im Vorkühlertopf anfallenden Schweröle werden durch die gemeinsame Sammelleitung Co in einen Sammelbehälter abgeführt.

Die Temperatur der am Vorkühlertopf abziehenden Gase und Dämpfe wird so eingestellt, daß im Vorkühler sich kein Wasser kondensiert, also etwa auf 130-140°.

Die aus dem Vorkühler bei Cp abziehenden Gase und Dämpfe durchströmen nun den sogenannten Nachkühler Cqu, einen mit Wasser gekühlten Rohrkühler und den Restgastopf Cr. Hier scheiden sich Öl und Wasser einerseits von den nicht kondensierten Gasen. Diese ziehen oben ab und können entweder über Dach entweichen, unter dem Ofen verbrannt werden oder einer Sammelheizung zugeführt werden.

Wasser und Öl treten in die Scheideflasche Cs über und werden hier getrennt.



18. Feb. 1943
 Technisches Büro
 Hyd. Me 747

Tell. Stck.	Benennung	Abmessungen	Werkstoff	Mod.-pd. Lager-Nr.	Gewicht	Bemerkung
Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H. Maschinen-technische Abteilung.						
M 8858		— 4				
Maßstab:	Betriebsdruck: at					
~ 1:100	Probedruck: at					
Datum:	Konstr.:	Kontr.:	Normgeprüft:	Genehmigt:		
15. 2. 43	W. Meißner					
Ersatz für:			Ersatz durch:			
<small>Das Urheberrecht an dieser Zeichnung verbleibt bei uns. Sie ist dem Empfänger nur zum persönlichen Gebrauch anzuwenden. Eine weitere Vervielfältigung oder Verbreitung, auch auszugsweise, ist ohne schriftliche Genehmigung des Ammoniakwerks Merseburg G. m. b. H. ist ausdrücklich untersagt. Die Zeichnung ist im Falle der Nachbestellung sofort anzufordern.</small>						

Schema über Entschlammungsschwelerei mit Kugelofen.

Fachgruppe: Bau-Nr. Me 883

00001101

DHD - and HF - process

Buy 3043 - 7

Target 30/4.02

00001102

Bag Target

Herrn
Dr. W e n z e l

048 30/4.02

Dr. Wlz./Ra.

4.4.1944

Gasmenge und Zusammensetzung beim HF-Prozeß

*100% Benzol
75,5% Benzol
7,5% Benzol
11,5% Benzol*

Die bei der Durchführung des HF-Prozesses in einer Schachtofenanlage entstehende Gasmenge beträgt bei einem naphthenischen Benzin 19 - 21 Gew.% und bei einem paraffinischen Benzin 23 - 25 Gew.% bezogen auf Rohbenzin (Siedeende 165°) bei einem Aromatengehalt von 50 Vol.% im HF-Benzin. Für die Gaszusammensetzung können folgende Grenzen angegeben werden:

Wasserstoff	6 - 7 Gew.% (bezogen auf Gesamtgas)	<i>K. Wenzel</i>
CH ₄	14 - 20 "	18,2 18,5
C ₂ H ₆	24 - 32 "	29,6 28,4
C ₃ H ₈	25 - 33 "	34,0 28,8
i-C ₄ H ₁₀	5 - 8,0 "	6,9 7,6
n-C ₄ H ₁₀	11,5 - 15,5 "	14,7 16,5
		100,0 100,0
		79,5 82

Der Olefingehalt des Gases liegt unter 2 %.

Ø Herrn Dr. Kaufmann

HAUPTLABORATORIUM
Abt. Versuchslabor.

Wenzel

Geheim!

00001103

HAUPTLABORATORIUM
Versuchsgruppe Me 219
A.N. 54/42

1. Dies ist ein Stützschreiben im Sinne des § 63 RStGB.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postbe-förderung als „Einschreiben“.
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter gesichertem Verschluss.

Leuna Werke, den 18.6.1942
Dr. Wlz./Ei.

Besprechungsnotiz

Handwritten note:
sachl. auf meine
Notiz vom 10. 5. 42

Besprechung am 27.4.1942 in Leuna betreffend DHD- und HF-Verfahren

Anwesend die Herren:

- Dr. Simon
- DI. Schappert
- Dr. Donath
- Dr. Süßenguth
- Dr. Burian
- Dr. Wennemacher
- Dr. Ober
- Dir. Dr. Herold
- Dir. Dr. Schtuck
- OI. Keinke
- Dr. Kaufmann
- Dr. Welz
- Dr. Motz
- Dr. Barkow
- DI. Otto
- Dr. Deiters
- Dr. Nottes
- Dr. Käding
- Dr. Schmidt

Ludwigshafen

Moosbierbaum

Leuna

Bag Target
3043 - 30/4.02

Zweck der Besprechung war, die seit der letzten Zusammenkunft am 5. und 6. 11. 1940 gesammelten neuen Erfahrungen auszutauschen.

Dir. Dr. Herold begrüßte die Anwesenden und schlug folgende Reihenfolge der Besprechung vor:

- A. Bericht von Lu über den Stand des DHD-Verfahrens
- B. Bericht von Leuna über den Stand des HF-Verfahrens
- C. Diskussion

A. Ludwigshafen

Die Fahrweise im 1-1-Ofen wurde weiter verbessert. Versuche in 1-1-Ofen gaben Aufschluß über die Frage, welche Ausbeuteminderung durch Temperaturspitzen bzw. Temperaturabfall eintreten können. Wie die folgende Tabelle am Beispiel des Braunkohlehydrierungs-Benzins zeigt, wird mit einem Temperaturabfall von 25° noch die gleiche Ausbeute erzielt wie bei homogener Temperatur, dagegen tritt bei einem Temperaturabfall von 50°C eine Ausbeuteminderung von 3,5 % bezogen auf ein Anfallprodukt von 65 % Aromaten ein. Bei anderen Benzinen wurden Ausbeuteverluste bis zu 5 Gew. % beobachtet.

Einfluß der Temperaturverteilung im 1-1-Ofen

Braunkohle-Vorhydrierungsbenzin

Temperaturabfall °C	Aktiver Katalysator		
	0	25°C	50°C
H ₂ -Druck Atm.	25	25	25
Durchsatz kg/l und Stunde	0,5	0,5	0,5
% Aromaten im Abstreifer (Gew.%)	65	65	65
Gew. - Ausbeute an C ₆ -freien Abstreifer	88,5	88,5	85,0

Versuche bei homogener und adiabatisch abfallender Temperatur in einem 4-fach unterteilten 40 Liter-Ofen (3 Dehydrieröfen, 1 Refinationsofen) zeigten darüber hinaus, daß die Gas- und Koksbildung von der Temperaturlage der einzelnen Dehydrieröfen sowie vom Kreislaufgas/Benzin-Verhältnis abhängig ist. Folgende Tabellen geben einen Überblick über die mit einem rumänischen Erdöl-schwerbenzin (Anilinpunkt des Gesamtbenzins 48,4) erhaltenen Ergebnisse.

Temperaturverteilung und Fahrweise im 40 Liter-Ofen

Erdölbenzin

1. bei 40 Atm.

cbm Gas/kg	0,8	1,0	1,7	1,6	1,0
Druck Atm.	40	40	40	40	40
Durchsatz kg/l und Stunde	0,5	0,5	0,5	0,2	0,5
Temperatur Ofen 1	526/491	505/468	510/482	488/448	511
" " 2	515/490	518/487	517/496	478/486	511
" " 3	517/520	518/525	524/529	495/502	513
% Ausbeute C ₄ -freier Abstreifer	74	79,5	79,7	80,5	78,2
% Koks	0,15	0,1	0,05	0,05	0,09
Gew. % Aromaten	65	65	65	65	65
Jodzahl	2	3	1,5	1,5	1,5

2. bei 15 atm

Druck (atm)	15	15
Belastung	0,5	0,5
Temp. Ofen I	530-493	510
" " II	528-500	510
" " III	521-526	510
Anfall (50 Gew. % Aromaten)	84,5	83,3
Koks	0,15	0,15-0,2
Jodzahl	9	8

Es ist demnach zur Erzielung einer möglichst hohen Ausbeute an C₄-freien Abstreifer beim adiabatischen Fahren günstig, die Eintrittstemperaturen der 3 Öfen ansteigend zu staffeln. Die Ausbeuteunterschiede zwischen Versuchen mit gleichen und ansteigenden Ofeneingangstemperaturen betragen nach der Tabelle ca 1 - 1,5 Gew. %. Bei richtiger Wahl der Ofeneintrittstemperaturen wurde eine Ausbeute erzielt, die sogar etwas höher lag als bei völlig homogener Temperatur in allen 3 Öfen.

Eine Erhöhung der Kreislaufgasmenge von 1,0 cbm/kg Öl auf 1,7 cbm/kg Öl brachte eine Verringerung der Koksbildung von 0,1 % auf 0,05 % (bezogen auf Einspritzung). Die Zurücknahme des Durchsatzes von 0,5 kg/l und Stunde auf 0,2 kg/l und Stunde bewirkte eine geringe Erhöhung der Ausbeute.

Die Druckabhängigkeit der Dehydrierung wurde sowohl in 1-l-Öfen als auch im 40 Liter-Ofen genauer untersucht. In der folgenden Tabelle sind die Ergebnisse einander gegenübergestellt, die im 40 Liter-Ofen mit dem oben erwähnten rumänischen Erdölschwerbenzin erhalten wurden.

Einfluß des Druckes

Versuche im 40 Liter-Ofen, Erdölbenzin

cbm Gas/kg	0,9	0,9	1,0
Druck Atm.	16	16	41
Durchsatz kg/l	0,5	0,5	0,5
Temperatur Ofen 1	530/493	510	497/470
" " 2	528/500	510	505/483
" " 3	521/522	510	511/516
% Ausbeute C ₄ -freier Abstreifer	84,6	ca 83,3	ca 82,6
% Koks	0,15	0,15 - 0,2	0,09
Gew. % Aromaten	60	60	60
Jodzahl	9	8	1,3

Bei einem Aromatengehalt von 60 Gew. % im Abstreifer wurden bei niedrigerem Druck um etwa 2 % bessere Ausbeuten erhalten. Dem stehen jedoch als Nachteile die höhere Koksabildung und die höhere Jodzahl des Abstreifers gegenüber. Zu bemerken wäre, daß das verwendete Schwerbenzin einen Siedeendpunkt von nur 162° hatte. Die folgende Tabelle zeigt die Abhängigkeit des Redestillationsrückstandes vom Druck. Die Zahlen wurden bei der Dehydrierung von Braunkohlenschwerbenzin im 100 Liter-Ofen erhalten.

Druck und Redestillationsrückstand

Braunkohlenbenzin - 165°

	Ausgangsmaterial	50	16 Atm.
% - 100°		26	19
ASTM % - 150°	79	81	75,5
% Aromaten		65	63

Während das Ausgangsmaterial nach der ASTM-Kurve 79 % - 150° hat, sind es bei dem 50 Atm.-Abstreifer 81 %, bei dem 16 Atm.-Abstreifer 75,5 %. Bei dem höheren Druck wurden mithin von den höhersiedenden Anteilen 5,5 % mehr als bei dem niedrigeren Druck heruntergespalten. Die gleiche Gesetzmäßigkeit ergibt sich, wie folgende Tabelle zeigt, bei einem um etwa 20° höheren Siedepunkt des Ausgangsmaterials.

Druck und Redestillationsrückstand

Braunkohlenbenzin - 155°

Ausgangs- material %	Neubildung ASTM	50 Atm.	15	50 - 15
70	% -100	33	17	
38	150	37	15	+ 5
75	180	74	10	20
93	200	7	9	8

Ein weiterer Vorteil des höheren Druckes besteht in der kleineren Wärmetönung der Reaktion. Gründe dafür sind die etwas größere Gasbildung, die weitgehende Aufhydrierung der Olefine, die geringere Koksbildung und die Bildung von mehr leichtflüchtigen Anteilen.

Eine größere Anzahl von Versuchen wurde zur Feststellung der für die Dehydrierung am besten geeigneten Tonerde durchgeführt. Es wurde beobachtet, daß umso bessere Ausbeuten erzielt werden, je dehydrieraktiver der Kontakt ist und je weniger er unter gleichen Bedingungen bezogen auf gleichen Aromatengehalt spaltet.

Zusammenfassend ergeben sich für die Bemessung der technischen Anlagen folgende Forderungen:

1. Vermeidung von Temperaturspitzen und eines Temperaturfalles von mehr als 350°.
2. Verwendungsmöglichkeit der Anlagen in einem größeren Druckbereich.
3. Gasdurchgang möglichst 1,5 cbm/kg Öl, mindestens aber 1,0 cbm/kg Öl.
4. Durchsatz möglichst nicht über 0,5 kg/l und Stunde, wobei zweckmäßigerweise die Möglichkeit vorhanden sein muß, ohne Produktionsminderung bei noch kleinerem Durchsatz zu führen.

Die Forderung 1 könnte entweder durch die Verwendung von Röhrenöfen oder aber auch durch mehrfache Unterteilung des Reaktionsraumes erfüllt werden. Da es sich darum handelte, die DHD-Anlagen möglichst schnell und zudem noch für fremde Firmen zu bauen, mußte auf eine technische Neuentwicklung verzichtet werden. Infolgedessen schied die Verwendung von Röhren-Öfen aus und es wurde die DHD-Einheitskammer gewählt, bestehend aus 5 Dehydrier-Öfen und 1 Raffinationsofen (es wurde jedoch vorgesehen, in die DHD-Anlage zu späterer Zeit anstelle des 1. Schichtofens an die Stelle der größten Wärmetönung einen Röhrenofen einzuhalten einzusetzen.) Die DHD-Anlagen wurden für einen Druckbereich von 25 - 50 Atm. bemessen, wobei die Umlaufpumpen für eine Leistung von 1,5 cbm/kg Öl bei 50 Atm. ausgelegt wurden. Für einen Betriebsdruck von 25 Atm. wurden Platzreserven für eine zweite Umlaufpumpe je Kammer vorgesehen. Um evtl. mit einem kleineren Durchsatz als 0,4 kg/Liter x Stunde ohne Produktionsminderung fahren zu können, wurde die Möglichkeit vorgesehen, in die DHD-Einheitskammer noch weitere Öfen zu stellen.

B. Merseburg

Die Verwendbarkeit von 2 Ofenaggregaten wurde überprüft.

1. Unbeheizter Schachtofen.
2. Gasbeheizter Röhrenofen.

1. Die durch den starken Temperaturabfall bedingte ungleichmäßige Reaktionsverteilung im Ofen wurde durch den Einbau verschieden aktiver Kontakte mit vom Ofeneingang zum Ofenausgang hin ansteigender Aktivität ausgeglichen. Folgende Kontakteinbauten wurden erprobt:

a) Gleicher Kontakteinbau in allen 3 Öfen und zwar 30 % Kontakt mit ca 510°, 30 % Kontakt mit ca 490° und 40 % Kontakt mit ca 470° Reaktionstemperatur.

b) Ofen 1 wie unter a), Ofen 2, 50 % Kontakt mittlerer und 50 % vom Kontakt höchster Aktivität mit Ofen 3 Ofen nur der Letztere.

In Falle a) wurde mit ansteigenden Ofeneingangstemperaturen, in Fall b) mit gleichen Eingangstemperaturen in allen Öfen gearbeitet, bei jedoch ansteigenden Durchschnittstemperaturen. In beiden Fällen wurden keine merklichen Unterschiede in der Produktverteilung gefunden, jedoch ermöglichte der Fall b) niedrigere Temperaturen in den beiden letzten Öfen gegenüber Fall a). Die Verteilung der Aromatenbildung auf die Öfen ist ungefähr folgende:

1. Ofen 45 %
2. Ofen 30 %
3. Ofen 25 %

	Karotten HbB A. P. max 46	Gen. Bst. Bst A. P. 46 - 49	Paraffinbas Ben. A. P. 51-52
<u>Arbeitsbedingungen</u>			
Temperatur (°C)	von 510 auf 530°	von 520 auf 540°	von 530 auf 550°
Gütigster Druck (atm)	ca 30	ca 15	ca 15
Dauer der Reaktionsperiode in Stdn. bei einer Belastung von 0,5 kg/l und Stunde	15 - 20	15 - 20	12 - 15
Verhältnis von Reaktions- regenerationszeit bei 1 m Regenerationsgas, 1 Kontakt und Stunde und Wärmeabfuhr- ung zwischen den Öfen	1 - 1,5 : 1	1	1,2 - 2,5 : 1
<u>Produktivverteilung</u>			
HF-Fraktion mit 65-67 Gew. % Aromaten (HF-Fraktion = HF- Benzin - 165°) aus der einge- spritzten Fraktion	76,5 - 78,5	74 - 75	71 - 73
Koks	0,1 - 0,3 %		0,8 - 1,5
Gaszusammensetzung (Gas. %, bezogen auf Gesamtgas)	H ₂ 7 - 10 C ₁ 17 - 19 C ₂ 25 - 27 C ₃ 24 - 29 C ₄ 15 - 23		H ₂ 6 - 7 C ₁ 14 - 20 C ₂ 20 - 28 C ₃ 25 - 33 C ₄ 19,5 - 27,5

2. Die Unterschiede in den Benzinausbeuten zwischen unbeheiztem Schachtofen und beheiztem 4 - 25 l Versuchsofen betragen 4 - 5 Gew. % und wurden an Hand von Kurvenbildern veranschaulicht. Die Reproduzierung der günstigeren Ergebnisse des kleinen beheizten Versuchsofens wurde durch den Röhrenofen ermöglicht.

An Hand von Zeichnungen wird ein Bild über den 5-Röhren-Versuchsofen in Leuna gegeben. Bei einem HF-Kontakt aus gleichgroßen regelmäßigen Formlingen (z.B. Pillen) verteilen sich Reaktion und Regeneration gleichmäßig auf alle Röhre, während bei ungleichgroßen Kontaktstücken die Verteilung meistens etwas ungleichmäßig wird. Die Temperaturverteilung im Röhrenofen ist umgekehrt wie im Schachtofen und zwar ist die Temperatur am Ofeneingang um 10 - 20° niedriger als am Ausgang, trotzdem ist die Wärmemenge, die am Ofeneingang übertragen wird, 3 mal so groß wie am Ofenausgang. Gegen Schluß der Reaktionsperiode wird die Temperaturdifferenz im Kontakt geringer.

	Naphthen.Bzn. A.P. max. 46	Gem.Bas.Bzn. A.P. 48 - 49	Paraffinbas. Bzn.A.P.51-52
<u>Arbeitsbedingungen</u>			
Reaktionstemperatur (°C)	von 470 auf 510°	von 480 auf 520°	von 490 auf 530°
Günstigster Druck (atü)	30	15	15
Kreislaufgas (cbm/l Bi)	1	1	1
Ausbeute HF-Fraktion 65 Gew. % Aromaten	82		75,5
Länge der Reaktionsperiode (in Stunden) bei 0,6 kg/l und Stunde Belastung und 65 Gew.% Aromaten in der Frakt.	40 - 50	18 - 20	15

Es ist möglich, daß es wirtschaftlicher ist, kürzere Reaktionszeiten bei höherer Belastung zu wählen, besonders bei naphthenischen Benzinen.

Die Regenerationszeit beläuft sich bei 2,5 cbm Wälzgas/l Kontakt und Stunde auf maximal 25 % von der Reaktionszeit. Die Benzinausbeuten (HF-Benzinausbeute bei 55 Gew.% Arom. : 84,5 % bei paraffinbasischem Rohbenzin) sind praktisch die gleichen wie im kleinen beheizten Versuchsofen. Die Koksmenge ist stark von der angewendeten Kreislaufgasmenge abhängig (bei 1 cbm Kreislaufgas gegenüber 0,5 cbm/l Benzin halb so groß). Sie beträgt bei naphthenischem 0,05 - 0,2 Gew.%, bei gemischtbasischem 0,2 - 0,4 Gew.% und bei paraffinbasischem Benzin 0,3 - 0,6 Gew.%. Die Gaszusammensetzung (Gew.%) wurde für ein gemischtbasisches Benzin folgendermaßen angegeben:

H ₂	11,5	
C ₁	26,2	
C ₂	22,9	
C ₃	19,0	Olefin 1,8 %
1-C ₄	7,6	
2-C ₄	12,8	

An Hand von Kurvenblättern wurde gezeigt, welche Mengen an Leichtbenzin vor der HF-Behandlung aus dem Rohbenzin herausgeschnitten werden müssen und wie durch den Leichtbenzingehalt die Ausbeute beeinflusst wird. Wie ebenfalls durch Kurvenbilder erläutert wurde, sind Kontaktleistung, Produkteinsatz und Produktion beim Röhrenofen ungefähr doppelt so groß wie beim unbeheizten Schachtofen der Messerbauart Konstruktionsweise.

C. Diskussion

In der anschließenden Diskussion wurde versucht, die noch strittigen Fragen zu klären.

Verschiedene Ansichten bestehen nach wie vor über den günstigsten Druck, der bei gemischtbasischen und paraffinbasischen Benzinen zur Anwendung kommen soll. (Bei naphthenbasischen Benzinen wird auch in Messequip bei beheizten Öfen ein höherer Druck (30 atü) für zweckmäßig gehalten. 50 atü brachten hier nur noch geringe Ausbeuteverluste). Während in Me bei jenen Benzinen ein Druck um 15 atü als der günstigste angesprochen wird und jede weitere Drucksteigerung um 15 atü eine Ausbeuteminderung in der HF-Fraktion bis zu 5 % mit sich bringt, sind in Lu bisher nur geringfügige Ausbeuteunterschiede beobachtet worden. Dies ergibt sich aus folgender Gegenüberstellung, wobei allerdings der sehr verschiedene Aromatengehalt im Abstreifer zu berücksichtigen ist.

Erdölbenzin, gemischtbasisch, A.F. 48.4°

	Lu			Me	
	unbeheizter Ofen			außenbeheizter Ofen	
Druck	16	16	41	15	30
Belastung	0,5	0,5	0,5	0,55	0,77
Ofen Temp. 1	530 - 493	510	497 - 470	zu Beginn } der zu Ende } Periode	470° - 470° 500° - 500°
" "	2 528 - 500	510	505 - 483		
" "	3 521 - 522	510	511 - 516		
Abstreifer 55					
Vol.%(60 Gew.%)	84,6	83,3	82,6		
Aromaten					
Abstreifer 64					
Vol.% Aromaten				84,1	77,2
HF-Frakt. bis 165° mit 62					
Vol.% Arom.				80,9	75,0
Rückstand über 165°					
				3,18	2,2
Koks	0,2	0,15-0,2	0,09	0,2	0,2

Lu weist darauf hin, daß die Unterschiede in Me vielleicht auf eine ungleichmäßige Reaktionsverteilung über dem Kontakt zurückzuführen sind, die durch von Ofeneingang zum Ofenausgang hin gleichmäßig ansteigende Temperaturen vermieden werden könnten. Dieser Temperaturunterschied soll aber möglichst mehr als 30° betragen. Demgegenüber erscheint es uns überraschend, daß ein Temperaturabfall bis zu 25° im Kontakt - also das entgegengesetzte Temperaturbild - keine merkbare Ausbeuteverschlechterung bringen soll. Von Merseburg wird darauf hingewiesen, daß Versuche mit solcher Temperaturverteilung im beheizten Ofen bei 15 atm bereits vor 1 1/2 Jahren in kleinen Versuchsofen durchgeführt wurden, die bei ansteigenden Ofentemperaturen zu einer Verlängerung der Reaktionsperiode führten, während jedoch die Ausbeuteunterschiede innerhalb der Fehlergrenzen lagen.

Von Ludwigshafen wurde darauf aufmerksam gemacht, daß man zur Entscheidung der Frage, welcher Druck der günstigste sei, nicht die Dehydrierung von Benzinfraktionen gleichen Siedepunktes, sondern von solchen Fraktionen, die den gleichen Redestillationsrückstand ergeben, vergleichen sollte. Je höher man den Druck wähle, umso höher abgeschnittenen Benzine könne man in die Dehydrierung einsetzen. Weiterhin ist bei Drucken über 25 atm eine verlustfreie Raffination durch den nachgeschalteten Ofen möglich.

Andererseits wurde auf Rückfrage von Herrn Dr. Kaufmann (doch wohl im Gegensatz zur obigen Tabelle, dem im vorhergehenden Abschnitt und auf Seite 3/4 gesagten) von Lu angegeben, daß auch dort für Erdölbenzin von der Qualität Mb neuerdings ein Druck von 25 atm angewendet wird. Die Frage, ob eine weitere Herabsetzung des Druckes bei paraffinischeren Benzinen geplant wäre, wurde dahingehend beantwortet, daß die Apparatur nur für Drucke von 25 - 50 atm ausgelegt und deshalb keine weitere Reduzierung des Druckes möglich wäre. Auch nach Ansicht von Lu kann man bei diesem Druck rein paraffinische Benzine wie z.B. Fischerbenzin nicht mehr mit tragbarer Ausbeute verarbeiten; aus solchen Rohstoff erzeugte Benzine haben nach dem jetzigen Stand aber auch eine als Hochleistungsbenzin unzureichende Qualität.

Die von Me erreichte Verteilung der Aromatenbildung im Schacht-ofen wird von Lu für ungünstig angesprochen. Die günstigste Ausbeute würde sich nach ihren Erfahrungen bei einer gleichmäßigen Reaktionsverteilung auf alle Ofen ergeben. Ein Vergleich der an beiden Stellen im Schacht-ofen mit Vorhydrierungsbenzin Leuna erzielten Ergebnisse (siehe nachfolgende Zusammenstellung) ergab jedoch eine praktische Übereinstimmung der Ausbeuten an flüssigem Anfall.

	Lu		Me
Druck	50	15	30
Belastung	0,37	0,37	0,45
Ofen-Temperatur	525°	518°	520 - 535° Stei- gerung während der Reak- tionsperiode.
Abstreifer 65 Gew.% Arom.	83 %	84 %	83,2 %
Redest. Abstreifer	79 %	80 %	79,2 %
Koks	0,2	1,0	0,35
Periodenlänge	40 h	16 h	38 h

Die Ergebnisse von Lu wurden vor langer Zeit erhalten. Zur Verwendung gelangte in Lu ein sehr alter Katalysator (über 90 Regenerationen). Bei diesen Versuchen war die optimale Temperaturverteilung noch nicht erkannt worden. Auf Rückfrage von Herrn Dir. Dr. Herold bestätigte Herr Dr. Donath jedoch, daß auch nach dem heutigen Stand in Lu ungefähr die gleichen Ausbeuten erzielt würden.

Verschiedene Ansichten bestehen auch über die zur Erzielung einer möglichst günstigen Produktverteilung erforderliche Belastung; in Lu wird eine niedrige Belastung, z.B. von 0,3 kg/l und Stunde, als besonders günstig angesprochen. In Me wurden bei 15 atü keine merklichen Unterschiede bei verschiedenen Belastungen festgestellt. Dagegen wurden bei höheren Drucken mit Belastungssteigerung meistens Ausbeuteverbesserungen beobachtet. (Es konnten jedoch die bei 15 atü gewonnenen Resultate nicht erreicht werden). Die Ausbeuteverbesserungen können z.B. auf eine verschiedene starke Beeinflussung der beiden nebeneinander verlaufenden Reaktionen der Aromatenbildung und der Spaltung durch Temperatur und Verweilzeit zurückzuführen sein. Außerdem wird wahrscheinlich auch durch eine höhere Belastung eine gleichmäßigere Verteilung der Aromatenbildung über dem Kontaktbett erzielt.

Auf Wunsch von Lu wurde die in Me angewendete Schwefelsäureraffination näher beschrieben. Es wird meist mit 0,2 - 0,4 Gew.% konzentrierter Schwefelsäure raffiniert. Die Herabsetzung des Olefingehaltes ist nur geringfügig. Es wird von Me darauf hingewiesen, daß nach den Äußerungen von Herrn Mücklich (RM) der Gehalt an Monoolefinen keine Rolle spielt. Der Bleibombentest der raffinierten Benzine ist unter 10 mg. Der Raffinationsverlust war in den Kleinversuchen nicht zu bestimmen. Er wird jedoch schätzungsweise unter 1% betragen, wenn auf eine Jodzahl von 8 - 12 gearbeitet wird. Bei Raffination auf Jodzahl unter 5, wie sie für das DHD-Benzin verlangt wird, würde der Raffinationsverlust erheblich ansteigen.

Von Lu wurde mitgeteilt, daß bei Verarbeitung von Erdölbenzinen gegen Schluß der Regeneration SO_2 austritt, das mit einer Sodälösung neutralisiert werden kann. SO_2 -Korrosion tritt erst unterhalb des Taupunktes auf. (Von Me wurde aus dem gleichen Grund für die HF-Anlage Mbb. ein Riesekühler im Wälzgas vorgesehen, der mit schwach alkalischen Wasser betrieben wird).

Schließlich wurden noch Einzelheiten der techn. Anlagen, z.T. an Rand von Konstruktionszeichnungen, besprochen.

gez. Welz

Verteiler:

I.G. Ludwigshafen 2 x
 Moosbierbaum 1 x
 Hydrierung 1 x
 Herr Dr. Ringer, Berlin
 A. 2 x
 Herr Dir. Dr. Herold
 Herr Dr. Kaufmann
 Herr Dr. Welz

00001112

Ammoniakwerk Merseburg
Lacklaboratorium
Dr. Heidinger

Leuna Werke, den 15. März 1944

Lab o r b e r i c h t Nr. 123
=====

Betr.: HF-Destillations-Rückstand über 205° siedend als Lack-Lösungs-
mittel.

In früheren Untersuchungen wurde nachgewiesen, daß die Siedebereiche 170-200° des HF-Destillations-Rückstands für die Lackindustrie brauchbare Lösungsmittel ergeben würden. Da diese Fraktion für diesen Zweck nicht zur Verfügung steht, wurde erneut geprüft, ob vielleicht auch der über 205° verbleibende Destillations-Rückstand als Lack-Lösungsmittel einzusetzen ist.

Zu der Prüfung wurde eine aus dem Destillations-Rückstand herausgeschnittene Fraktion mit den Siedegrenzen 210-310° genommen. Die physikalischen Daten sind folgende:

Dichte bei 20°	0.963
Brechungsindex $\frac{20}{D}$	1.5612
Flammpunkt	+ 99°

Da auch nach einer Zeit von 6 Tagen noch ein nicht verdunstender Rückstand von 12 % auf dem zur Prüfung der Verdunstungs-Geschwindigkeit verwendeten Filterpapier zurückblieb, konnte die Flüssigkeit nur noch für Einbrennlacke in Betracht kommen. Wir haben deswegen die Verschneidbarkeit von Luphen-, Plastopal und Pervinan-Lösungen mit dieser HF-Fraktion geprüft. Dabei zeigte sich, daß die Plastopal-Marken AP und CB in jedem erforderlichen Verhältnis mit dem geprüften Lösungsmittel verdünnt werden können; dasselbe gilt für Pervinan. Bei den Luphen-Marken ist die Mischbarkeit nur beschränkt. In der folgenden Tabelle ist angegeben bei welchen Zusätzen zu den handelsüblich gelieferten Luphen-Marken gerade die ersten Trübungen auftreten und bei welcher Verdünnung die Lösungen noch klar sind und ferner wie die mit diesen hergestellten luftgetrockneten und bei 150° eingebrannten Aufgüsse aussehen.

	Die Lösung wird trüb bei % HF-Zusatz	Die Lösung ist klar bei % HF-Zusatz	Aufguss -24 Std. luft- getrocknet	Aufguss bei 150° ein- gebrannt
Luphen AP	20 %	15 %	klar	klar
Luphen AM	15 %	10 %	trüb	klar
Luphen AW	20 %	15 %	klar	klar
Luphen H	10 %	5 %	trüb	wenig trüb

Aus der Zusammenstellung ist zu erkennen, daß Luphen AP, AM und AW mit 10-15 % des HF-Destillations-Rückstandes verschneidet werden können. Die im luftgetrockneten Anstrich evtl. auftretende Trübung verschwindet nach dem Einbrennen. Die Anstriche zeichnen sich durch einen besonders guten und glatten Verlauf aus. Ich empfehle daher, falls das Problem diesen Rückstand nutzbringend unterzubringen noch besteht, die geprüfte Fraktion des HF-Rückstandes der Lackindustrie speziell für Einbrennlacke anzubieten und mit diesem Ziel zunächst einmal der Lack-Kommission vorzulegen.

Herrn Dr. Uebersch

№ 701, 5. 15. 5. 44

Unt.: Langenmühlente, Garmungra - Zusammenfassung 00001113
mit HF-Prozess.

Zu meinem Mitteilung 10.4.44 folgende Zergliederung und Kistoffhaltung:
Bei Durchsicht des HF-Prozesses in einer Kistoffanordnung ergibt sich
folgende HF-Langenmühlente (Kistoff): 79-81 Gew. % aus gewöhnlichem,
74-76 Gew. % aus gewöhnlichem festen - Kristall (am besten, Kristall $\approx 165^\circ$)
bei ca 50 Vol % Verunreinigung im HF-bi. - Man nennt den Kristall -
Kristall auf Ergebn verarbeitbar (mit 80% Verunreinigung) und dem HF-
Langen zuführt, so erhalten sich obige Zahlen auf 82,5-84,5% bzw. 77-79 Gew. %
Bei Verunreinigung erhalten im resten Falle 75-78 Gew. %, aus gewöhnlichem Kristall
20-25 Gew. % Verunreinigung.

Siehe die Zusammenfassung folgende Zahlen angegeben sind:

H₂ = 6-7 C₁ = 14-20 C₂ = 24-32 C₃ = 25-33 i-C₄ = 5-8 n-C₄ = 11,5-15,5

Verunreinigung des Gases unter 2%

Kaufmann

Herrn Dr. Uebersch

00001114

Zu meinem vorherigen Bericht über den Abgas aus dem HF-Prozess mit 50% Verunreinigung.

Die Verunreinigung des IV (gewöhnlich) liegt um 4%, des III um 2%
über den normalen Mittelwert in. Damit erhalten sich die IV zu folg.

Verunreinigung besteht aus IV und III in unbestimmtem
Verhältnis, z. B. in C₄ ~ 2% aus, C₂ ~ 1% aus.

Kaufmann
11. 5. 44

H. Dr. K. von F. ...

zum ...

...

23. 6. 44

...

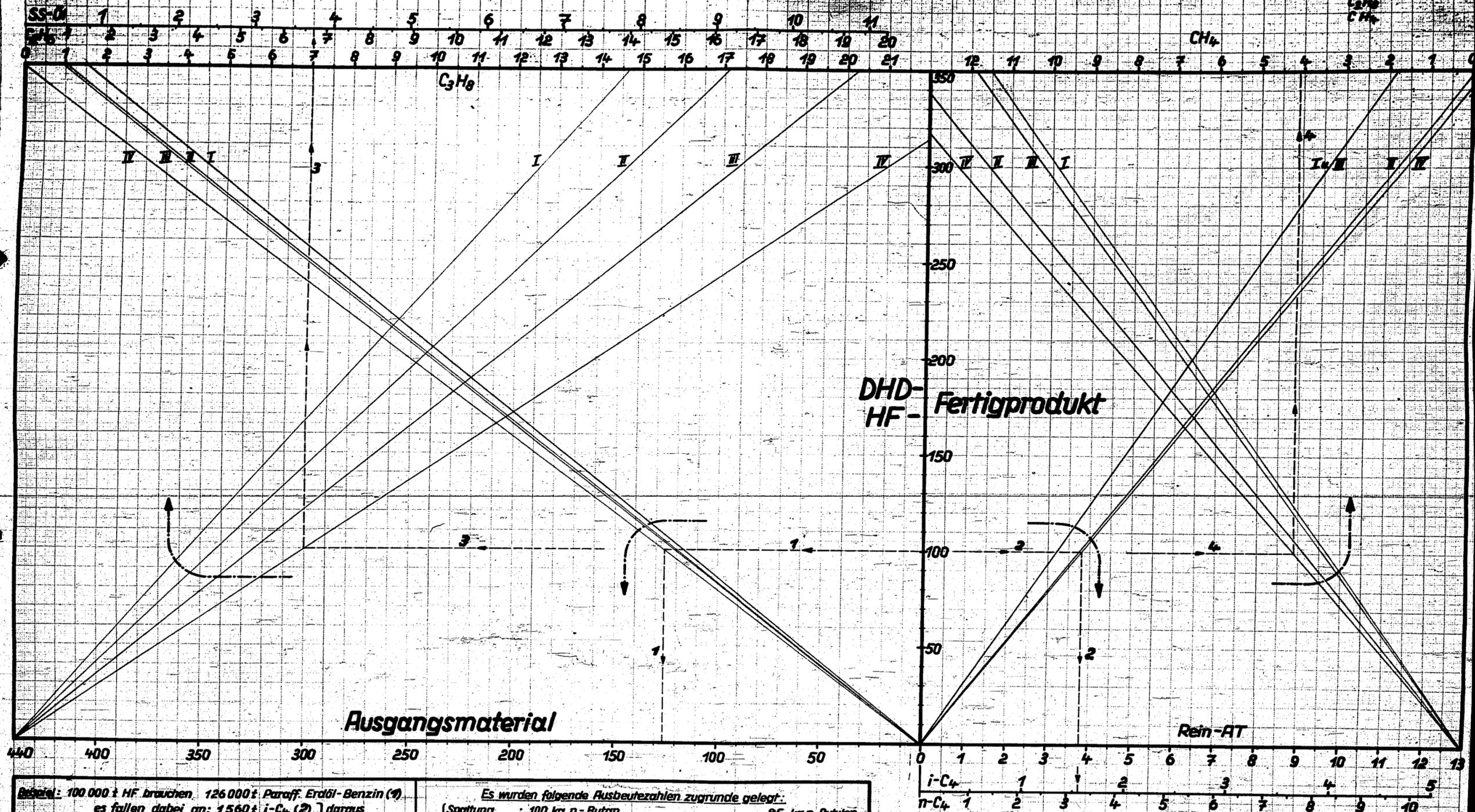
Material-Bedarf und Nebenprodukt-Anfall bei der DHD- oder HF-Herstellung mit 50% Aromaten aus verschiedenem Ausgangsmaterial I-IV.

00001115

DHD { I = Steinkohlenhydr.-Benzin
II = Braunkohlenteerhydr.-Benzin

HF { I = Naphthenisches Erdöl-Benzin
II = Paraffinisches Erdöl-Benzin

Nebenprodukte: C_3H_6 , C_4H_{10} , C_4H_8 , C_4H_6



Beispiel: 100 000 t HF brauchen 126 000 t Paraff. Erdöl-Benzin (I)
es fallen dabei an: 1560 t $i-C_4$ (2) } daraus
" " " 3250 t $n-C_4$ (2) } herstellbar
" " " 3800 t AT (2) }
" " " 6700 t C_3H_6 (3) } daraus herstellbar
" " " 3750 t SS-Öl (3) }
" " " 7000 t C_3H_8 (3) }
" " " 4100 t C_4H_6 (4) }

Es wurden folgende Ausbeutezahlen zugrunde gelegt:

für Spaltung	: 100 kg n-Butan	= 85 kg n-Butylen
für Isomerisierg.	: 100 " n-Butan	= 95 kg i-Butan
AT Alkylierung	: 100 " Butylen-Isobutangemisch (1:1,2)	= 85-90 kg Rein-AT
	: 100 kg C_4 -Gemisch	= 80 kg Rein-AT
für Spaltung	: 100 kg Äthan	= 80 kg Äthylen
für Polymerisat.	: 100 kg Äthylen	= 70 kg SS-Öl
SS-Öl	: 100 kg Äthan	= 56 kg SS-Öl

00001117

Catalytic dehydrogenation
of butane

Bag 3043 - 8

Target 30/4.02

Aktennotiz

Betreff: Stand der katalytischen Dehydrierung für das T52 - Verfahren

Bei dem gegenwärtigen Stand der katalytischen Dehydrierung ist zur Beurteilung der verschiedenen Verfahrensmöglichkeiten zur Herstellung von Fliegerbenzin zwischen 2 Kontakten zu unterscheiden.

Der eine Kontakt (Nr. 5063) der betriebsreif ist, wird aus einem technischen Tonerdehydrat durch Verkneten mit HNO_3 und Ammonbichromat und anschließender Verformung zu Kugeln hergestellt. Dieser Kontakt (95% Al_2O_3 und 5% Cr_2O_3), der für die Isobutandehydrierung entwickelt wurde, gibt bei der Dehydrierung von $i\text{-C}_4\text{H}_{10}$, $n\text{-C}_4\text{H}_{10}$ und deren Gemischen folgende Ergebnisse:

1. Dehydrierung von $i\text{-Butan}$

	Belastung l/l/h	Temp. t°	Peri- oden- länge h	Kont. Verw. Zeit h	Um- satz %	Aus- beute G.%	Leb- dau- er in h	Kontaktleistung	
								kg $i\text{C}_4\text{H}_8$ l Kont./ h	kg $i\text{C}_4\text{H}_8$ kg Kontakt
Laborergebnisse	1000	600°	8		24,0	82,0	500	0,492	257
25 ccm Kontakt	1000	600°	8		22,5	81,0	1100	0,455	527
halbtechn-Ergebnisse (Schleusenofen mit 170 l Kontakt)	1000	550° 610°		4	22,0	81,0	800	0,445	375

2. Dehydrierung von $n\text{-C}_4\text{H}_{10}$

Laborergebnisse	1000	580	8		18,0	77,0		0,348	
25 ccm Kontakt									
halbtechn.Ergebnisse (Schleusenofen mit 25 l Kontakt)	1000	550 580		4	17,0	76,0		0,323	

Lebensdauerersuche mit $n\text{-C}_4\text{H}_{10}$ wurden mit Kontakt 5063 nicht gefahren

3. Dehydrierung von Mischbutan

	Belastung l/l/h	Temp. t°	Peri- oden- länge h	Um- satz	Aus- beute Gew. %	im Eingang i : n
Laborergebnisse	1000	580	8	20,0	73,0	
(25 ccm Kontakt)	1000	570	8	18,0	78,0	75 : 25
halbtechn-Ergebnisse (100 l Kontakt in ruhender Schicht)	1000	530 600	8	16,0	70 75	65 : 30 am Anfang 72 : 75 nach 150 Stunden

+) bedingt durch den Abrieb

Die Weiterentwicklung der Kontakte führte auf der Grundlage aktiver Tonerdehydrate zu einem hochaktiven und selektiven Kontakt. Dieser Kontakt (5530) wird folgendermaßen hergestellt. Eine technische Tonerde wird in Salpetersäure geißt und mit Ammoniak unter Einhaltung bestimmter Bedingungen umgefällt, geglüht und zu Kugeln verformt. Die fertigen Kugeln werden mit Alkalichromat getränkt. Dieser Kontakt (90% Al_2O_3 , 8% Cr_2O_3 , 2% H_2O) kann vorerst nur in Laboratoriumschargen reproduziert werden; die Übertragung in den technischen Maßstab wird bearbeitet.

Folgende Ergebnisse wurden erzielt:

1. Isobutandehydrierung

	Belastung l/l/h	Temp. °C	Peri- oden- länge h	Um- satz %	Aus- beu- te G. %	Lebens- dauer in h geschätzt	Kontaktleistung	
							kg iC_4H_8 / l Kont./h	kg iC_4H_8 / kg Kont.
Laborergebnisse 25 ccm Kontakt	1000	520	8	30,0	90,0	400-500	0,675	330
		590						
	1000	520	4	34	91,0	400-500	0,770	376
		590						

2. n-C₄H₁₀-dehydrierung

Laborergebnisse 25 ccm Kontakt	1000	520	8	24,0	90,0	300	0,540	176
		590						
	1000	520	4	26,0	91,0	300	0,590	193
		590						

3. Mischbutandehydrierung

Laborergebnisse 25 ccm Kontakt	1000	510	8	24,0	90	450	0,540	264	75:25
		600							
Laborergebnisse 25 ccm Kontakt	1000	520	8	24,6	90	300	0,553	180	50:50
		590							
	1000	520	4	26,7	91	300	0,608	198	50:50
		590							

A.W.P.

Versuchslebor 5 x

G. v. Rosenfeld

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung
LEUNA WERKE (Kreis Merseburg)
Maschinentechnische Abteilung

00001120

Leuna-Werke, den 17.12.1941 Dr.Or/Fs.

Berechnung des Gleichgewichtes bei der Dehydrierung von Butan.

Es wurde aus der zugänglichen Literatur Angaben über die Gleichgewichtskonstanten und die Lage des Gleichgewichtes bei der Dehydrierung von Butan berechnet.

Bei der Dehydrierung von n-Butan sind 3 Reaktionen zu unterscheiden und zwar

1. die Dehydrierung zu Butylen 1
2. die Dehydrierung zu Butylen 2 (trans)
3. die Dehydrierung zu Butylen 2 (cis).

Bei der Dehydrierung von i-Butan bildet sich stets i-Butylen. Von den Literaturangaben wurden die Zahlenwerte der freien Energien dieser Reaktionen verwendet, die in Ellis Band 2 angegeben sind.

Ferner wurden die Arbeiten von F.W. Frey und W.E. Huppke Ind. Eng. Ch. 25 55 und Ch. Thomas, H. Egloff, J.C. Monell Ind. Eng. Ch. 29 1260 verwendet. Auf den Diagrammen sind die Punkte, die aus den Werten von Ellis errechnet wurden mit E, die von Frey und Huppke mit F und Thomas und Egloff mit Th bezeichnet. In den anliegenden Diagrammen 1 - 4 ist der Zahlenwert von $-R \ln K$ gegen $1/T$ für die 4 genannten Reaktionen aufgetragen. In Tabelle 1 sind die Gleichgewichtskonstanten für die Temperatur von 550 und 580° C angegeben, die durch Interpolation aus den berechneten Werten längs der strichpunktierten Linien in den Kurvenblättern erhalten werden. Ferner sind die jeweiligen Gleichgewichtskonzentrationen des Olefins in Prozenten angegeben. Vorausgesetzt wurde dabei, daß der gesamte Druck 1 atm beträgt und daß das eingesetzte Gas aus 100%igem n- bzw. i-Butan besteht.

Reaktion zu	°C Temperatur	K ^{1.)}	Konz. des Butylens in %
Butylen - 1	550	0,0989	23
	580	0,180	28
Butylen iso.	550	0,494	35
	580	0,904	41
Butylen - 2 Trans.	550	0,134	26
	580	0,220	30
Butylen - 2 cis.	550	0,144	26
	580	0,245	31

1.)

mit K ist die Gleichgewichtskonstante bezeichnet, die aus den Partialdrücken berechnet ist, die Dimension ist kg cm^{-2} .

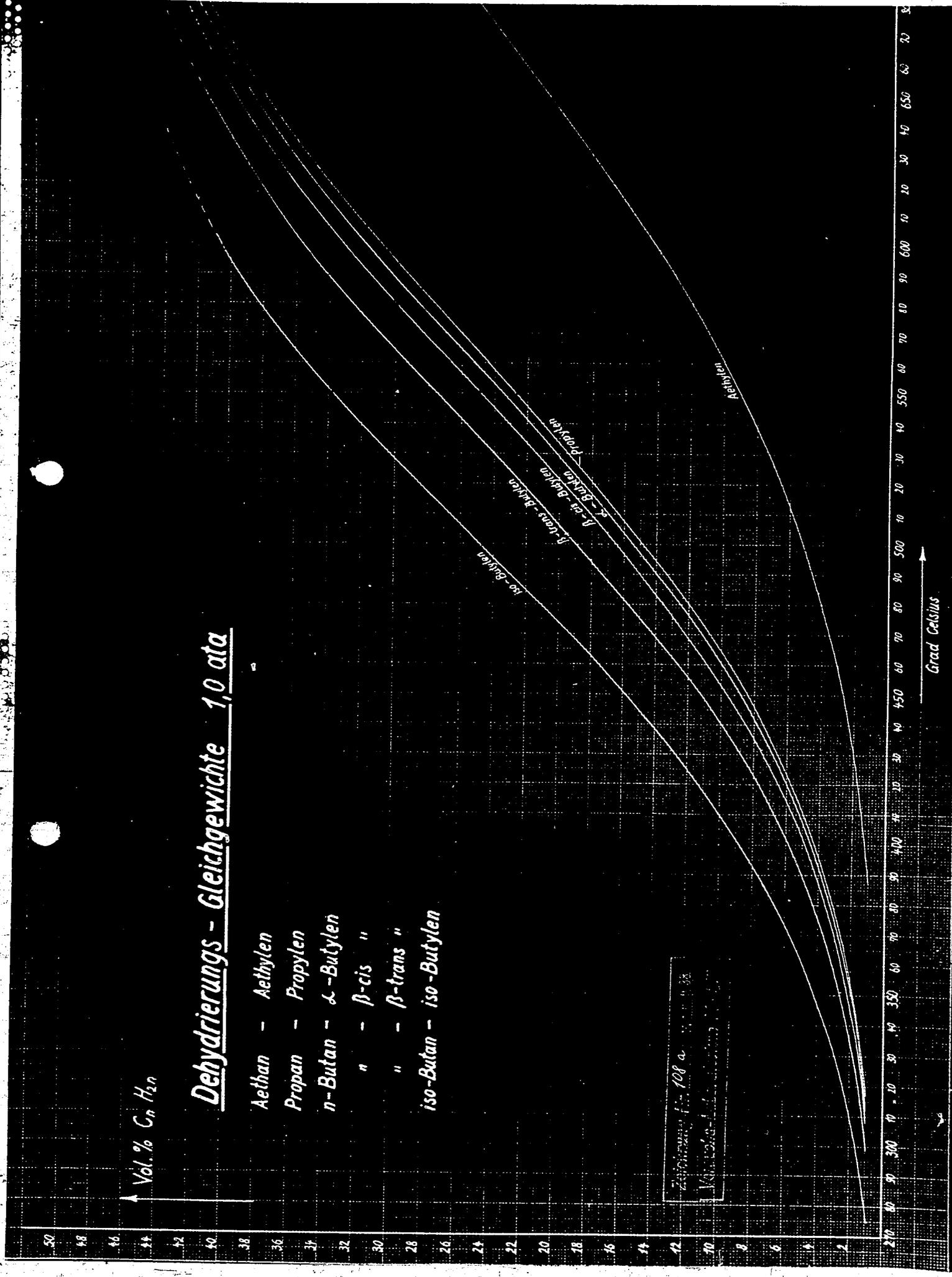
Verteiler:

Herrn Dr. Herold	Herrn Dr. Sackmann
Dr. Kaufmann	Dir. Dr. Strombeck
Dr. Strätz	Dr. Novotny/Dr. Pohl
	3 x Akten

↑ Vol. % C_n H_{2n}

Dehydrierungs - Gleichgewichte 1,0 ata

- Aethan - Aethylen
- Propan - Propylen
- n-Butan - α -Butylen
- " - β -cis "
- " - β -trans "
- iso-Butan - iso-Butylen



Zusammenhang für 108 a. v. d. W. 1938
K. v. d. W. 1938

L. O. W. S. K. K. K. K.

Büro Sparte I

Aufgestellt von Herrn Dr. Winkler

4225

I. G. Ludwigshafen
Ammoniaklaboratorium Oppau

H. Harold
Giesse
Kienke

An
Dr. Kaufmann
W. Roschy
A. Pöhl
Ammoniakwerk Merseburg GmbH
Stickstoff-Abteilung
Leunawerke/Kr. Merseburg

Eingang: Stickstoff-Abt. ✓ 00001122
29 DEZ 1941 03827

Ihre Zeichen	Ihre Nachricht vom	Unsere Zeichen	Tag
S.-B./Hd./Kfm.	15.12.41	Dr. Cd/Jg.	23. Dez. 1941

Betreff n-Butan-Dehydrierung.

Ihrem Wunsche entsprechend geben wir Ihnen im folgenden einige Ergebnisse unserer halbtechnischen Versuche im einzelnen bekannt.

Das Reaktionsrohr besteht aus FF 30 und hat eine lichte Weite von 55 mm Ø. Es wird durch 4 einzelne elektrische Öfen beheizt. Die Ofenfüllung beträgt 5 Liter.

	Nägel	
	1.	2.
Belastung (1. Versuch no. 7.2.42)	500	1000
Aufenthaltsdauer des Kontaktes	4 Std.	5 Std.
% C ₄ H ₈ im Abgas	25,7	21,0
Volumen-Vermehrung	1,443	1,257
Eintrittstemperatur	502°	420°
Austritts "	580°	575°
Umsatz	42 %	26 %
Ausbeute	83 %	89 %
Dehydrierstunden.	10	30

Die niedrige Eingangstemperatur in Versuch 2 ist durch nicht ausreichende Vorerwärmung verursacht. Ergebnisse von Dauerversuchen der halbtechnischen Anlage liegen zur Zeit nicht vor, werden aber in einiger Zeit zur Verfügung stehen.

Wir fügen noch einige Ergebnisse aus Versuchen mit ruhendem Kontakt im Sicromal-Rohr von 40 mm lichter Weite und einen Labor-Versuch (50 ccm Kontakt) an.

	12 Stk		50 ccm Kontakt	Labor
Belastung	1000	1000	1000	1000
Periodenlänge	6	6	5	4
Eintrittstemperatur	534°	534°	530°	520°
Austritts "	570°	580°	555°	540°
% C ₄ H ₈	21,1	22,7	20,6	25-26 %
Volumen-Vermehrung	1,280	1,353	1,336	
Umsatz	27 %	35 %	33 %	33-34 %
Ausbeute	92 %	84 %	86 %	95 %
Dehydrierstunden	25 Std.	50 Std.	120 Std.	220!

An.	
Co	
Hy.	
Ku.	
KW.	
Ph.	
Wa.	
Pat.	
Ing.	

Heil Hitler!

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Winkler

418

00001123

I. G. Ludwigshafen

Ammoniaklaboratorium Oppau

H. Herold

An

Ammoniakwerk Merseburg GmbH.
Stickstoff-Abteilung

Eingang: Stickstoff-Abt.
-9.FEB.1942 00333 ✓

Leunawerke/Kr. Merseburg

Ihre Zeichen	Ihre Nachricht vom	Unsere Zeichen	Tag
		Dr. Cd/Ba.	7. Feb. 1942

Betreff Butan-Dehydrierung.

Im folgenden geben wir Ihnen einige Erläuterungen zu unserem Schreiben vom 15.12.41 betr. Butan-Dehydrierung die Sie von unserem Herrn Dr. Hegelmann bei seinem Besuch in Leuna am 26.1.42 erbeten hatten:

- 1) Die Kontaktbelastung bezieht sich im allgemeinen auf die Kontaktmenge, die auf Reaktionstemperatur ist. Bei der Belastung 1:1000 im Versuch 2 ist allerdings die wirksame Kontaktmenge in Wirklichkeit etwas kleiner, da die Eingangstemperatur zu niedrig war. Die Belastung ist daher tatsächlich höher als 1:1000 gewesen.
- 2) Die Eingangstemperatur bei Versuch 1 und 2 wurde 70 cm unterhalb des Gaseintritts gemessen. Die Kontaktmenge wurde von dieser Stelle bis zum Ende der Heizzone als wirksam angesehen.

Bei den Versuchen mit ruhendem Kontakt betrug die tatsächliche Kontaktmenge 1 Itr., was auch den Belastungsangaben zu Grunde gelegt wurde. Die Temperaturen wurden wenige Zentimeter vom Anfang bzw. Ende der Kontaktschicht entfernt gemessen.

Die Versuchsergebnisse sind errechnet auf Grund von Stockanalysen des analytischen Laboratoriums Oppau und von Gasmengmessungen mit geeichten Meßdüsen und Gasuhren.

AMMONIAKLABORATORIUM OPPAU

An
Co
Hv
Kv
KW ←
Pl
Wa
Pat

Moory 42

Dehydrierung von n-Butan.

00001124

Kontaktentwicklung:

Im Laufe der letzten Zeit wurden folgende Fragen eingehend untersucht
1. Welches Al_2O_3 ist für n-Butan am günstigsten, 2. der optimale Cr_2O_3 -Gehalt, 3. Art und Menge des Alkali und 4. Knet oder Tränkkontakt.

A. Basis: Folgende Tonerden wurden ausgeprüft: $AlCl_3$ -Tonerde, Nitrattonerde, Aluminattonerde und CO_2 -gefällte Tonerden. Davon schied die $AlCl_3$ -Tonerde wegen zu hoher Kosten und Materialschwierigkeiten bei der Herstellung aus. Gute Ergebnisse in Aktivität und Lebensdauer wurden mit Nitrattonerde erreicht. Ähnliche Werte brachten Kontakte auf Basis Aluminattonerde. Eine wesentliche Verbesserung wurde durch Peptisieren erreicht, ~~während die Temperaturerhöhung~~ da mit solchen Kontakten längere Zeit bei niedrigeren Temperaturen gefahren werden kann, was in Hinblick auf das temperatur empfindlichere n-Butan wichtig ist. ~~Grund~~ Mit dieser Tonerde wurden die bisher besten Resultate erreicht. Interessante Ergebnisse auch mit Bitterfelder Tonerde, die bei hoher Aktivität leider aber nur eine kurze Lebensdauer besitzt. Versuche laufen noch. Versuche mit $Al(SO_4)_3$ -Tonerde keine guten Ergebnisse.

B. Optimaler Cr_2O_3 -Gehalt. 7-15% am besten. Weniger-Umsatzerniedrigung. Mit steigendem Cr-Gehalt bei mehr als 20% wird das Umsatzmaximum zu niedrigeren Temperaturen hin verschoben aber auch die Lebensdauer verschlechtert. Zu hoher Cr-Gehalt ist auch schlecht für die Verformung, ausserdem nimmt Festigkeit des Kontaktes ab. Die Cr-Komponente kann ~~noch~~ ausser durch Bichromat und Chromsäure auch ~~in~~ in Form von 3-wertigen Cr-Salzen, wie -Chlorid und Nitrat zugegeben werden. Bei Anwendung von Oxyd selbst wurde immer eine Aktivitätsverminderung festgestellt.

C. Alkali: K ist dem Na sowohl in Aktivität als auch Lebensdauer überlegen. Optimale Menge 2% darunter niedrigerer Umsatz. Bei mehr als 2% nimmt Lebensdauer schnell ab.

D. Knetkontakte liessen sich besser reproduzieren als Tränkkontakte

00001125

Bei letzterem besteht auch Gefahr, dass durch ungleichmässiges Abreiben, beim Schleusen durch Abreiben eventuell auf der Oberfläche anreichertes Cr_2O_3 abgerieben wird und so der Kontakt an Aktivität verleiht.

E. Inertstoffzusatz. Durch Zusetzen von Kaolin, MgO , ZnO u. s. w. war keine wesentliche Verbesserung des Kontaktes mehr zu erreichen. Auch liess sich Abrieb aus der Schleuse nicht mehr ohne bedeutenden Aktivitätsverlust verwenden.

F. Regeneration. Zwischen Schwarzkern und Durchregenerieren kein Unterschied.

Weitere Versuche beschäftigten sich mit der Reinheit ders zu dehydrierenden n-Butans. i-Butan hat keine nachteiligen Folgen, da die Kontakte auch für i-Butan zu verwenden sind. Propan verhält sich im wesentlichen wie ein Inertgas und kann bis zu 5% ohne merkliche Umsatzer-niedrigung vorhanden sein. Pentan gehalte bis zu 2-3% wirken sich ebenfalls noch nicht ungünstig aus, bei mehr durch C-Abscheidung Umsatzer-niedrigung.

Kleinversuche: Basis Aluminattonerde + 2% K_2O + 10% Cr_2O_3 Dauerversuche von 500 Stunden: U=32-34%, A=91-94% Temperatur 80-100 St. bei 520, 100-120 bei 140 und erst nach 300 Stunden auf über 560 Grad bis 570-580 Grad.

Mit RT ähnliche Werte, nur muss hier schon nach rund 100 Stunden die Temperatur auf über 560 Grad erhöht werden, wodurch die Ausbeute auf 87-88% absinkt.

Grossversuche: Liegen bisher nur mit RT vor. Bei Belastung 800-900 wurden hier 42-26% umgesetzt, wobei die Ausbeuten bei rund 83% lagen. Mit AT sind dann wesentlich bessere Umsätze zu erreichen. Abrieb=0,2-0,3%, was einer mechanischen Haltbarkeit von 800 Stunden entspricht.

00001126

Gleichgewichte:

Endprodukt	Temperatur	C ₄ H ₈ im Abgas	Umsatz
Buten-1	520	19	23,4
	550	23	30
	580	28	39
trans Buten-2	520	22	28
	550	26	35
	580	30	42
cis-Buten-2	520	21	27
	550	26	35
	580	31	45
iso-Buten	520		
	550	35	54
	580	41	69

Darnach wäre im Dehydriergas von n-Butan ungefähr 40-50% Buten-1 zu erwarten, falls der Kontakt nicht isomerisierend von 1 zu 2 Buten wirken würde. Wie die Prüfung dieser Frage ergab wurde der dem Gleichgewicht nach zu erwartende Buten-1-Gehalt gefunden.

Siedepunkte der bei der Dehydrierung in Frage kommenden KW nach Egloff:

Paraffine	Olefine
Methan = -161	Äthen = -102
Äthan = -88,5	Propen = -47,7
Propan = -42,2	
n-Butan = -0,5	Buten-1 = -6,3
i-Butan = -12,2	trans " -2 = +0,5
2,2-Dimethylpropan = +9,5	cis " -2 = +3,7
	i-Buten = -7,1
	Isobutan = -5,0

Dehydrierung Verweilszeit bei Bel. 1000 und 550 Grad = 1-1,5 Sek.
 Kontaktverbrauch Rund 0,8% *400 Stunden + 25% U + 90 A*

00001127

Kontaktherstellung für Dehydrierung: NaAlO_2 wird bei Ph 5,5-6,5 mit HNO_3 gefällt, ausgewaschen bis Ph 7, abgesaugt, getrocknet bis 150 Grad ($70\% \text{Al}_2\text{O}_3$) =RT

RT im Knetter mit Wasser anteigen und mit HNO_3 peptisiert (0,15 Mol HNO_3 pro Mol Al_2O_3). Trocknen bis 450 Grad abkühlen auf 100 und in 5%igen NH_3 geben. =AT.

Diese fein gemahlen mit CrO_3 , KOH und Suspension verknetet bzw. vermahlen, verformt und getrocknet

Bitterfelder Chromerzaufbereitung: Erz mit KOH anmischen, und in Knallgasflamme verdüsen. Schmelze mit Wasser waschen. Chromat und Aluminat gehen heraus. Dann mit CO_2 Tonerde fällen die dann folgende Zusammensetzung hat: $36\% \text{Al}_2\text{O}_3$ 0,07 Fe_2O_3 0,5 KOH 0,06 Cr_2O_3 und 0,5 SiO_2

HAUPTLABORATORIUM
Versuchsgruppe Me 219
A.N. 49/42e

Leuna Werke, den 18. 5. 1942
Dr. Now. / Wa.

Aktennotiz

00001128

Besprechung über ein einheitliches Prüfverfahren für Butan-Dehydrierkontakte

Anwesend die Herren:

Dr. Conrad Oppau

Dr. Pohl Leuna

Dr. Nowotny

Im Zuge der Dehydrierarbeiten wurden in Oppau und Leuna zwei verschiedene Kleinversuchsöfen herausgebracht.

Das Ofenmaterial ist bei beiden Öfen Quarz, die Beheizung elektrisch.

Beschreibung der Öfen:

1. Oppau: Lichte Weite 30 mm. Kontaktfüllung 50 bzw. 25 cm. Gasmessung durch 2 Gasuhren (Eingang und Ausgang). Temperaturmessung an 2 Meßstellen, eine 1 cm vor Beginn der Kontaktschicht, die zweite am Ende der Kontaktschicht. Der Temperaturverlauf innerhalb der Kontaktschicht von oben nach unten ansteigend um 30-40°C.
2. Leuna: Lichte Weite 14 mm. Kontaktfüllung 25 cm. Eingangsgasmessung durch geeichte Meßdüse. Das Ausgangsgas wird nicht gemessen. Temperaturmessung an 3 Meßstellen innerhalb der Kontaktzone. Innerhalb der Kontaktschicht weitgehend konstanter Temperaturverlauf. Während der Fahrperiode wird die Temperatur nicht gesteigert. Eine solche erst dann, wenn der Durchschnittsumsatz über eine Periode unter 30 % liegt.

Diskussion: Der Oppauer Ofen kann infolge seiner größeren Weite mit ganzen Kugeln gefüllt werden und kommt so der technischen Fahrweise näher. Außerdem kann die mechanische Festigkeit der Kugeln gegenüber Temperatur- und Regenerationseinwirkung verfolgt werden. Die Gasmengenmessung mit Gasuhren, auch am Ausgang, läßt die Ermittlung des tatsächlichen Zunahmefaktors zu, wodurch die Umsatzberechnung genauer wird.

Ein Nachteil des weiten Rohres liegt in dem ungleichmäßigen Temperaturverlauf innerhalb der Kontaktzone, was eine einwandfreie Beurteilung der Aktivität bei bestimmter Temperatur unmöglich macht. Eine solche ist aber gerade im Fall des n-Butans von größter Wichtigkeit.

Der Leunaer Ofen läßt infolge seines gleichmäßigen Temperaturverlaufes eine einwandfreie Beurteilung des Umsatzes in Abhängigkeit von der Temperatur zu. Der Kontakt muß aber zerschlagen werden (2-3 mm). Die Umsatzberechnung in Leuna geschieht mit Hilfe eines theoretischen Zunahmefaktors nach der Formel
$$\frac{\text{Olefin im Abgas} \cdot 100}{100 - \text{Olefine im Abgas}}$$

Umsatz. Dieser Zunahmefaktor stimmt nur bei guter Ausbeute mit dem tatsächlichen ungefähr überein. Eine zusätzliche Versuchsüberwachung und Umsatzbestimmung mit Hilfe von H₂-Schreibern (Wärmeleitfähigkeit) hat sich in Leuna hervorragend bewährt. Die Ausbeute wird an beiden Stellen an Hand von Stockanalysen bestimmt.

Für ein einheitliches Prüfverfahren wurden nun folgende Abmachungen getroffen. Zur Ausprüfung der Aktivität des Kontaktes wird der Leunaer Ofen und die Leunaer Fahrweise herangezogen. Ein solcher Ofen wird in Oppau aufgestellt. Fahrperiode: 4 Stdn. Probenahme: Nach jeder Stunde wird eine gleichgroße Gasmenge abgenommen. Erste Abnahme 1/2 Std. nach Beginn, letzte Abnahme 1/2 Std. vor Beendigung der Fahrperiode. Die 4 Gasproben werden gemischt und die Olefine mit Bromwasser oder H₂SO₄ bestimmt. Zweckmäßig nimmt man die 4 Gasproben in eine mit NaCl-Lösung gefüllte und 4 gleiche Teile geteilte Gaswurst auf. Es werden dann immer nur die Gesamtolefine im Ausgangsgas angegeben, damit durch Anwenden verschiedener Zunahmefaktoren keine Differenzen entstehen.

Für die Ausprüfung der Kugeln im Ganzen (Vergleich zur technischen Fahrweise) und der mechanischen Festigkeit gegenüber den Einflüssen der Fahr- und Regenerationsperiode, soll in Leuna ein Ofen der Oppauer Art aufgestellt werden.

Dr. Herrmann Dr. Conrad, Oppau

" Dir. Dr. Giesen

" Dr. Hanisch

Versuchslabor. 6 x *Spinn v. Konifucanus*

gez. Dr. Nowotny

X. *P. Kotzig* 10. II. 1947 (*S. Hilberath*)

6211000

Akten
Dr. Giesen

Entwicklung des T52-Verfahrens in Leuna

- Ende 1934 Erste Versuchsarbeiten zur Dehydrierung von Isobutan mit dem Ziel Isooktanherstellung über Polymerisierung des entstandenen Isobutylens.
Kontakte: Schwermetallsulfid und A-Kohle.
- Ende 1935 Cr₂O₃-Kontakte. Zusätze von BaCl₂.
- Mitte 1936 10-l-Ofen-Versuche
Beschließung des Baues einer technischen Versuchsanlage in Me 52 als letzte Vorstudie für eine Isooktanproduktionsanlage in Leuna.
- Mitte 1937 Inbetriebnahme der Anlage in Me 52. A-Kohle als Kontakt, da oxydischer Kontakt großtechnisch noch nicht herstellbar und durch Bariumchloridzusatz außerdem Materialschwierigkeiten eintraten.
- Anfang 1938 Einbau einer Schleusvorrichtung im großen Dehydrierofen (Me 52) und Arbeiten mit wanderndem Kontakt (A-Kohle). (Anregung von Dr. Conrad, Oppau.)
Beschaffung der ersten Unterlagen für die Konstruktion der geplanten Großanlage.
- Anfang 1939 Mechanische Festigkeit des Kontaktes, insbesondere Verformung zu Kugeln (Giulini-Tonerde mit Cr₂O₃). Dadurch Sicherstellung des Schleusverfahrens.
- 4.2.1939 Auftrag von Gebechem zur Errichtung der T52-Anlage.
- Mitte 1939 Dehydrier-Fahrweise im Schleusofen umgestellt auf Kurzperioden (4 - 8 Stdn.) und hohe Belastung.
- Anfang 1940 T52-Anlage in Leuna angefahren
- Die Entwicklung der Isobutan-Dehydrierung wurde in ständigem Gedanken- und Erfahrungsaustausch mit unseren Vertragspartnern in Amerika durch Vermittlung Dr. Ringers durchgeführt. Auf Grund der Anregungen von dieser Seite erfolgte der Übergang von langen Fahrzeiten zu kurzen, wodurch günstigere Ausnutzung der Kontakt-Aktivität bei hoher Belastung und höherem Umsatz erzielt wurden.
- Isomerisierung von Normalbutan
- 1936 Beginn der Versuchsarbeiten zur Isomerisierung von n-Butan zu Isobutan mit dem speziellen Ziel, die Isobutanbasis zur Herstellung von Isooktan über Dehydrierung und Polymerisation zu vergrößern.
- Mitte 1939 Forcierung der Isomerisierarbeiten im Hinblick auf die inzwischen in Entwicklung befindliche Alkylierung (WS₂- oder AlCl₃-Kontakt).
Fortführung der Arbeiten siehe unter AT 244.
- Polymerisierarbeiten
- Mitte 1936 Mit Beschlußfassung der Errichtung einer technischen Versuchsanlage für das T52-Verfahren in Me 52 intensive Bearbeitung der Polymerisation des Isobutylens.
2-Stufen-Schwefelsäureverfahren.

- 1938 1-Stufen-Schwefelsäureverfahren.
Diese Versuchsarbeiten basierten weitgehend auf den uns laufend
übermittelten reichen amerikanischen Erfahrungen.
- April 1939 Herstellung eines eigenen Phosphorsäure-Asbest-Kontaktes zur
Festkontaktpolymerisation (200 Atm.).
- 1936 - 1939 Ausprüfung aller drei Polymerisierverfahren in technischen Aggre-
gaten in Me 52 und vollständige Ausprüfung aller Verfahrensstufen
des T52-Prozesses.
- Entwicklung des At 244-Verfahrens in Leuna
- 1936 Erste Veröffentlichungen in der ausländischen Literatur über "Al-
kylierung."
- 1937 Patentveröffentlichungen über Alkylierung (Shell, Anglo Iranian,
Standard Oil).
- Mitte 1938 Dr. Ringer weist auf die amerikanischen Arbeiten hin und regt Inter-
essenahme seitens Leuna für diese Arbeiten an.
- Sept./Okt. 1938 Beginn der Versuchsarbeiten über Alkylierung von Isobutan mit Iso-
butylen in der Hydrierung und im Versuchslaboratorium.
- November 1938 Erste eigene Anmeldungen über Alkylierung.
- Frühjahr 1939 Im Hinblick auf die Möglichkeit der Einsparung der halben Dehydrier-,
sowie der gesamten Hydrier-Kapazität des T52-Weges Intensivierung
der Alkylierarbeiten. Kleintechnische Anlagen.
- August 1939 Alkylierung des Isobutans mit Normalbutylen statt Isobutylen. Da-
durch etwa Verdopplung der Isooktan-Produktionsmöglichkeiten aus
den vorhandenen Butanen, ohne nennenswerte Einschaltung einer Nor-
malbutanisomerisierung (s.u.).
- 1939-41 Umstellung der Dehydrier-Versuchsarbeiten auf Normalbutandehydrie-
rung aus obigen Gründe. Entwicklung eines spezifischen Normalbutan-
Dehydrierkontaktes.
- Herbst 1939 Versuchsergebnisse, sowie Nachrichten aus Amerika ermutigen zur
Planung von Alkylierproduktionsanlagen unter Umstellung des T52-
Verfahrens auf das Alkylierverfahren.
- Dezember 1939 Anfahren einer halbtechnischen Anlage in Me 244 ("AT 244") nach
eigener, von der amerikanischen abweichender Arbeitsweise.
- Februar 1940 Erste Alkylat-Proben-Untersuchung durch die DVL.
- Ende 1940 Endgültige Beschlussfassung der AT 244-Projekte.
- März 1941 Durchführung eines Alkylier-Großversuches (7 tato) zur Sicher-
stellung der letzten konstruktiven Unterlagen.
- Isomerisierarbeiten
- 1939-1941 Zur Einstellung des notwendigen Normalbutan-Isobutan-Verhältnis-
ses (1 : 1) zwecks Möglichkeit vollständiger Verarbeitung aller

vorhandenen Butane, wurden, wie schon erwähnt, die Arbeiten zur Isomerisierung des meist überschüssigen Normalbutans zu Isobutan gleichzeitig mit der Durchführung der Alkylierarbeiten verstärkt und auch im großtechnischen Versuchsmaßstab durchgeführt.

Die Hochdruckisomerisierung (WS_2 als Kontakt) wurde mit Rücksicht auf Eisenbedarf, Kontaktmaterial und Arbeitsausbeute beendet und der Niederdruckweg mit Aluminiumchlorid als Kontakt weiterentwickelt. Gegenüber der uns inzwischen bekannt gewordenen amerikanischen Isomerisierungsmethode (Shell) entwickelten wir eine eigene Arbeitsweise hinsichtlich der Art des Aluminiumchlorid-Kontaktes und der technischen Durchführung.

Kaufmann

00001423

Handwritten notes in cursive script, including the word "Bible" and other illegible text.

Faint, mostly illegible handwritten text at the bottom of the page.

00001423

Dehydrierung von n-Butan in Leuna

Dr. Nowotny

Für die n-Butan-Dehydrierung wurden in Leuna 2 Kontakte entwickelt, und zwar Kontakt 5530 auf Basis unpeptisierte Aluminattonerde und Kontakt 3675 auf Basis mit Halgettersäure peptisierte Aluminattonerde. Beide Kontakte werden in Leuna hergestellt und enthalten 10% Cr₂O₃ und 2% K₂O. Kontakt 5530 ist schon jetzt großtechnisch herstellbar, während die Arbeiten für die großtechnische Herstellung von Kontakt 3675 noch in Gange sind.

Stand der Laboratorienversuche

In dem Laborversuchssofen mit 14 mm / 25 cm Kontaktvolumen wurde bei einer Belastung von 1:11 während einer Laufzeit von 40 h bei Kontakt 5530 mit dem gleichen Ergebnis gearbeitet.

Kontakt	Umsatz	Ausbeute	Temperatur bei Kontakt	Temperatur bei Kontakt
5530	37 %	83 - 84	520 °C	520 °C
3675	33 %	82 - 84	520 °C	520 °C

Die Anfangstemperatur bei beiden Kontakten beträgt 520 °C, bei Kontakt 5530 muß die Temperatur bereits nach 30 bis 40 h Dehydrieren auf über 500 °C gesteigert werden, um den Umsatz auf 30 % zu halten, während bei Kontakt 3675 eine Temperatursteigerung auf über 500 °C erst nach 300 Stunden notwendig wurde, wodurch die Ausbeute mehr günstig beeinflusst wird.

Stand der halotechnischen Versuche

In halotechnischen Versuchssofen (60 cm Rohr, Asbest) wurde mit Kontakt 5530 bei Belastung 1:550/70 ein Umsatz von 25-28% und eine Ausbeute von 81-82% erreicht. Der Abrieb war sehr gering und betrug nur 0,2% pro Schicht. Der Kontakt hat etwa 300 Stunden Lebensdauer und liefert pro kg 160-170 kg Butylen.

Im technischen Betrieb wird für Kontakt 5530 mit 25% Umsatz und 10% Ausbeute bei Belastung 1:550 gerechnet, für Kontakt 3675 mit 25% Umsatz und 85-88% Ausbeute bei Belastung 1:300.

Zusammensetzung des Dehydrier-Butylens

Zur Bestimmung des α - und β -Butylgehaltes des bei der Dehydrierung erhaltenen Butylens wurde aus dem Dehydrierergas nach Abtrennen der niedersiedenden Anteile das Butylen mit AgNO₃ ausgewaschen. Die Gasanalyse des nunmehr reinen Butylens ergab in einer Tieftemperaturkolonne nach Koch und Hillerath 43% α - und 57% β -Butylen bei einer Dehydrierungstemperatur von 500 °C und ca 25% α - und ca 75% β -Butylen bei einer Dehydrierungstemperatur von 520 °C.

Diese Werte stimmen mit den aus den theoretischen Gleichgewichten errechneten ungefähr überein.

Stand der Alkylierung

Dr. Fohl

Die Reaktionsbedingungen und deren Einflüsse auf Ausbeute, Qualität des Alkylats sowie auf den Säureverbrauch wurde nochmals an Hand von Tabellen und Kurven im Lichtbild gezeigt und besprochen. Unter technischen Bedingungen werden Ausbeuten von 20%, bezogen auf n-Butylen erreicht bei einem Schwefelsäureverbrauch von 6-10%, bezogen auf Isobutylat. Die Kohlenstoffbilanz in der großen Anlage gab über eine längere Zeit eine Isobutylatausbeute von 97% der Theorie. Der Al-Spiegel im Mischer wird unter 25% gehalten, weil die Reaktion unter diesen Bedingungen sowohl chemisch wie wirtschaftlich noch günstig verläuft und andererseits die Stabilisationsanlage zu große Dimensionen annehmen würde. Die Isobutan-Konzentration liegt praktisch bei 40-45%. Unter diesen Bedingungen und bei Einsatz von n-Butylen erhält man folgende Siedekurve des Redestillierten Alkylats:

Siedekurve von redestilliertem Alkylat

$^{\circ}\text{C}$	ξ
bis 98	3 - 4
bis 120	86
bis 170	94,8
200 bis 240	Siedende

In der Feindestillationskolonne wurde das Siedende bei 202 $^{\circ}\text{C}$. bestimmt.

Die Motor-O.Z. (C.F.M.) des technischen Produktes beträgt 94-95. Bei höheren Isobutanspiegeln wurde im Lewis maximal O.Z. 97 erhalten. Anwesenheit von größeren Mengen n-Butan tropfen im Mischer ergibt eine niedrige Isobutan-Konzentration, wodurch die Alkylatqualität vermindert wird und der Schwefelsäureverbrauch steigt. Eine Weiterverarbeitung von Propylen bis zu 10% der Gesamtmenge ist zulässig, ohne daß sich das motorische Verhalten, die O.Z. oder der Dampfdruck des erhaltenen Alkylats ändert. Die Verlaufs menge wird dagegen etwas größer. Auch wurde bei Weiterverarbeitung von 10% Propylen ein Ansteigen des Schwefelsäureverbrauchs auf etwa 12%, bezogen auf Isobutylat beobachtet. Bei Verarbeitung von 15% Propylen steigt der Schwefelsäureverbrauch auf 15%.

Ein Unterschied in der Ausbeute bei Einsatz von α - oder β -Butylen konnte in Lewis nicht festgestellt werden. Bei der Alkylierung von n-Butylen mit Isopenten wurde eine Ausbeute von 64%, bezogen auf Butylen an Stelle von theoretisch 72% erhalten.

Stand der Butylenkonzentrierung (AcNO, Fische) in Lewis

Dr. Fohl

Es wurden Isothermen, Isobaren und Gleichgewichtskurven der Butylenaufnahme und -abgabe gezeigt. Das Henry'sche Gesetz wird weitgehend befolgt. Eingehende Versuche in statischen und dynamischen Systemen, in denen mit gasförmigen und flüssigen Butan- β -Butylen gemischten gearbeitet wurde, ergaben als günstigste Arbeitsweise die in flüssiger Phase. Das Arbeiten in Gasphase hat dem gegenüber die Nachteile, daß der Wirkungsgrad bei der

Aufgussmittel aus 4-7% beträgt gegenüber nahezu 100%
 Holz-Asche in Flüssigphase, und daß das Butylen, das
 flüchtig anfällt, erst vergast werden mußte. Eine 50%ige
 (praktisch gesättigte) $AgNO_3$ Lösung wurde bei einer
 Temperatur von $0^\circ C$, die als optimale Temperatur festgestellt
 wurde, möglichst intensiv mit den Kohlenwasserstoffen
 in einem Rührbehälter (1000-cm Inhalt) vermischt, und
 zwar in Verhältnis $AgNO_3$ Lösung:Kohlenwasserstoff wie 1:1.
 Bei einem Verweilzeit von 5 Sekunden im Rührbehälter
 konnte - wie schon erwähnt - ein Anreicherungsgrad von ca. 1
 erreicht werden, d.h. 100% über der mit dem mit
 Zentrifuge (1000 U/min) bei der gleichen Temperatur über
 das Butylen mit Hilfe von Isobutan als Aufwässerungsmittel
 von 1:1,5 wieder extrahiert werden, wenn die drei oben
 angeführten Bedingungen erfüllt sind.

Die technische Durchführung der Extraktion
 wurde in der nachstehenden Skizze dargestellt. Es
 wurde eine halbtechnische Anlage mit 10 Stufen (5 zur
 Extraktion und 5 zur Aufreinigung) gebaut, die in
 Höhe im Verhältnis 1:10 steht. Die Extraktion von Butylen
 in Flüssigkeit extrahiert gegenüber der Feststoffphase längere
 Verweilzeiten.

Eine genaue Berechnung ergab, daß
 eine teilweise Aufkonzentration des Butylens durch die
 Isobutan bei gleichzeitiger Verdünnung der $AgNO_3$ Lösung
 von 1:1 auf 1:2,5 die Extraktionsergebnisse verbessert.

Stand der Forschung im April 1954

-Dr. Pohl

Die chemischen und technischen Unterlagen zur
 Ausführung der Versuchsarbeiten sind in den Anlagen
 1 bis 10 enthalten. Die Anlage wurde mit einem
 Extraktor aus Holz mit einer Höhe von 5 m und
 einem Durchmesser von 10 cm, der in 5 Stufen unterteilt
 ist, gebaut. Die Stufen sind durch eine 10-cm-
 dicke Holzplatte getrennt, die durch eine 10-cm-
 dicke Holzplatte geschlossen ist. Die Stufen sind
 durch eine 10-cm dicke Holzplatte getrennt, die
 durch eine 10-cm dicke Holzplatte geschlossen ist.
 Die Anlage wurde mit einem Extraktor aus Holz
 mit einer Höhe von 5 m und einem Durchmesser von
 10 cm, der in 5 Stufen unterteilt ist, gebaut.
 Die Stufen sind durch eine 10-cm dicke Holzplatte
 getrennt, die durch eine 10-cm dicke Holzplatte
 geschlossen ist. Die Anlage wurde mit einem
 Extraktor aus Holz mit einer Höhe von 5 m und
 einem Durchmesser von 10 cm, der in 5 Stufen
 unterteilt ist, gebaut. Die Stufen sind durch
 eine 10-cm dicke Holzplatte getrennt, die durch
 eine 10-cm dicke Holzplatte geschlossen ist.

L.H.

70910000

und daß die Temperatur der Ofenmitte etwa 1-2° höher liegt, als die Kontakttemperatur an der Ofenwand. Die Temperaturdifferenz von 1-2° ist noch praktisch ohne Einfluß auf die Reaktion, wogegen sich eine Temperaturerhöhung um 2-3° bereits ungünstig auf die Reaktion auswirkt. Nach diesem Befund steht daher nichts im Wege, für die Isomerisierungen der Substanzen mit beliebigen β zu verwenden.

Abschnitt 10
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr. Schaefer/lin.

Leuna Werke, den 15. Okt. 1942
Aktennotiz Nr. 2265
Exemplar Nr. : 6

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 91 R. V. G. N.
2. Weitergabe nur vorübergehend, bei Postübertragung als Briefumschlag
3. Aufbewahrung unter Aufsicht des Empfängers unter größtmöglicher Sicherheit

Aktennotiz

7. 1. 43

Betr.: Gesteinkostenermittlung für Alkylat-Treibstoff
und ET 100 nach verschiedenen Herstellungsverfahren.

Anlässlich des letzten Erfahrungsaustausches über Dehydrierung von Kohlenwasserstoffen usw. am 16./17. III. 1942 in Ludwigshafen war auf Wunsch von Dr. Bähr festgelegt worden, durch die AWP Leuna die Gesteinkosten des Bähr'schen Verfahrens zur Dehydrierung von Kohlenwasserstoffen mit Chlor zu ermitteln, um sie mit den Gesteinkosten der katalytischen Dehydrierung zu vergleichen bzw. den Vergleich auf die nach beiden Verfahren herzustellenden Alkylat-Treibstoffe auszudehnen.

In den Vergleich wurde ferner die Herstellung von Alkylat und von ET 100 über die Gewinnung von Butylen nach dem Oppauer Verfahren - Dehydrierung von Kohlenwasserstoffen zu Olefinen mittels Chlor in flüssiger Phase einbezogen.

Das Bähr'sche Verfahren der Butylen-Herstellung (Chlordehydrierung) arbeitet in der Weise, dass Kohlenwasserstoffe in der Wärme chloriert werden. Die dabei entstehende Salzsäure und die Polychloride sowie das nicht umgesetzte Butan werden entfernt, während das gebildete Chlorid und Dichlorid in einem Spaltofen bei 550° dechloriert werden. Nach Entfernung der hierbei gebildeten Salzsäure gelangt das Reaktionsprodukt zur Trennung von Butylen und Butadien in eine Kupferlaugewäsche, in der sich das Butadien löst. Nach der Waschung fällt fertiges Butylen und Butadien an, wobei jedoch noch zu prüfen ist, ob das Butadien in der vorliegenden Form zum Einsatz in den Kautschuksektor geeignet ist.

Das Oppauer Chlorierungsverfahren arbeitet in der Weise, dass die Chlorierung des Kohlenwasserstoffes in flüssiger Phase unter Zuhilfenahme von UV-Licht erfolgt; Salzsäure, nicht umgesetztes Butan und etwa auftretende Polychloride werden entfernt und - wie in dem Bähr'schen Verfahren - das gebildete Butylchlorid in einen Spaltofen versetzt. Die Zersetzungsprodukte werden im Falle des Isobutans mit Cl_2 getrennt, während beim n-Butan die Trennung der Reaktionsprodukte durch Druckdestillation erfolgen soll.¹⁾

In der folgenden Betrachtung sind 6 Vergleichsfälle untersucht worden:

- 1) AT 244 mit katalytischer Dehydrierung,
- 2) AT 244 mit Butylengewinnung nach Bähr ohne Isomerisierung,
- 3) AT 244 mit Butylengewinnung nach Bähr mit Isomerisierung und maxim. Treibstoffherzeugung,
- 4) AT 244 mit Butylengewinnung nach Oppauer Verfahren,
- 5) ET 100 mit Butylengewinnung nach Oppauer Verfahren (Ausbeutangaben Oppau),
- 6) ET 100 mit Butylengewinnung nach Oppauer Verfahren (Ausbeutangaben Leuna)

1) Nach neueren Mitteilungen erfolgt die Trennung zwischen Butylen-Butylchlorid-Gemisch und HCl -Gas in beiden Fällen mittels Glaschne, während sie nach den ersten Vorschlägen im Mai mittels Dimethylformamid durchgeführt werden sollte.

00001137

und

Dr.

gelegt wurden. Im Vergleichsfall 1) wird das Rohbutan durch die Alkylierung geleitet, wobei die Olefine entfernt werden. Dieser Weg ist für Vergleichsfall 3) nicht wirtschaftlich, da damit die Vorteile eines 100 %igen Butylens - 20 % Alkylatspiegel - nicht ausgenutzt werden können.

Vergleichsfall 1) enthält die Schätzungen für die Alkylierung von Konstruktionstyp Leuna. Die Anlagekosten für die Butylengewinnung wurden aus denen des Vergleichsfall 5) - die ebenfalls von Leuna unter Berücksichtigung der von Oppau stammenden Unterlagen überschätzt wurden - abgeschätzt. (Die Berechnung erfolgte nach dem Durchsatz unter Berücksichtigung der Faktoren für Verdoppelung der Anlage: 1,6 bei MTA und 1,4 bei STA). - Die Zuschläge für Rohrleitungen, Messanlagen und dergl. betragen bei Herrn OI. Gienne einschließl. Tanklager nur 17 %, während sie bei den Leunauer Berechnungen - entsprechend den allgemeinen Erfahrungen - mit ca. 25 % ausschließlich Tanklager eingeschätzt wurden. Für die Tanklager sind unter Berücksichtigung der für Leuna bestehenden Luftschichtdicken Schriften RM 300,- / m Tankraum eingesetzt worden.

Für die Entfernung der Meffine muss in vorliegendem Vergleichsfall eine Vorhydrierung vorgesehen werden, da sonst Schwierigkeiten in der nachfolgenden Isomerisierung entstehen würden. Für die Vorhydrierung einer Vorhydrierung gelten die gleichen Grundsätze, wie sie im Vergleichsfall 3) besprochen wurden.

Die Aufarbeitung der bei der Chlorhydratierung anfallenden Salzsäure erfolgt nach dem in Oppau verbesserten Deacon-Prozess (siehe Leuna - Leuna - Leuna). Von Oppau war zunächst vorgesehen, das bei der Oxidation entstehende Wasser in Form von 20 %iger Salzsäure aus dem Kreislauf herauszunehmen. Statt dessen wird nach dem neuesten Vorschlag von Oppau das Reaktionswasser durch eine Schwefelsäuretrochmenzentrifuge entfernt. Hierfür waren von Oppau Quarz-Apparaturen von Schott u. Genossen eingesetzt. Auf Anfrage von Leuna legte Schott als Leuna Deutsche Quarzwerke den Bau solcher Quarz-Apparaturen ab, sodass in der vorliegenden Schätzung die Schwefelsäure-Konzentration in Parling-Kesseln durchgeführt wird, wobei - nach Auskunft der anorganischen Abteilung Le - eine vorherige Entsäuerung der Schwefelsäure vor der eingeleiteten Schwefelsäure in einer keramischen Apparatur notwendig ist.

Vergleichsfall 3) - Herstellung von RM 100 - Paralat unter Berücksichtigung der Angaben von Oppau die Anlagekostenschätzungen von Herrn OI. Gienne die auf den Vergleichsfall ungerichtet wurden. Die gegenüber dem vorhergehenden Vergleichsfall höheren Anlagekosten und Energieerträge für die n/i-Trennung erklären sich dadurch, dass hierbei auch die Kreislaufdestillation der Isomerisierung mit eingerechnet ist. (Eine getrennte Ausweisung der Anlagekosten hat nach den Unterlagen von Herrn OI. Gienne nicht möglich.) Die überschätzten Angaben von Herrn OI. Gienne ergeben für den Einsatz von 60 000 tete Butan einen Betrag von RM 22,4 Mio. In dieser Summe sind die Kosten für die Schwefelsäureherstellung in der UCL-Oxidation noch nicht enthalten, welche nach den Ermittlungen von Leuna RM 5 Mio betragen. Den von Leuna berechneten Anlagekosten von ca. RM 29,5 Mio steht die von Oppau geschätzte Summe von RM 22,4 + 5 = RM 27,9 Mio gegenüber. Der bestehende Unterschied von RM 4,1 Mio erklärt sich nach eingehender Betrachtung unter Berücksichtigung der zum Vergleich notwendigen Tanklager und der üblichen Zuschläge für Rohrleitungen usw. (s. hierzu Vergleichsfall 4). - Vergleichsfall 5) berücksichtigt in Übereinstimmung mit den Berechnungen von Herrn OI. Gienne die Butanzusammensetzung 35 % i-C₄ und 65 % n-C₄ bei einem Einsatz von 60 000 tete Butan.

00001139

Vergleichsfall 6) unterscheidet sich gegenüber Vergleichsfall 5) durch die Butanzusammensetzung 39 % i-C₄ und 61 % n-C₄ und durch geringere Ausbeute, die sich auf Grund der Leunaer Schätzungen ergibt. So rechnet Leuna bei der Vorhydrierung mit 99,5 % und bei der Polymerisation und Nachhydrierung mit 97,5 % Ausbeute, während von Oppau für diese Verfahrensstufen 100 % Ausbeute angenommen waren. Die Anlagekosten hierfür sind unter denselben Verhältnissen wie bei Fall 5) ermittelt.

Gestehkosten

Für die Gestehkosten wurde einheitlich ein Einstandspreis für Rohbutan von RM 30,08 % kg zugrunde gelegt. In Tabelle II sind zunächst die Gestehkosten für die Herstellung des Butylens ermittelt, während Tabelle III die für AT 244 bzw. ET 100 sich ergebenden Gestehkosten enthält. Eine Zusammenstellung der wichtigsten Zahlen aus den Tabellen I - III bringt Tabelle IV.

Tabellen siehe Anhang.

Ergebnis

Vergleichsfall 2)

Auf Grund der obenangeführten Betrachtungen zeigt sich zunächst als billigste Herstellungsweise für Butylen bei für AT 244 das Verfahren Bähr ohne Isomerisierung. Es darf aber nicht übersehen werden, dass hierzu ein Polyan-Einsatz nötig ist, der das 2,6-fache des bei dem anderen Verfahren benötigten ausmacht. Für die Herstellung von Butylen beträgt der Verbrauch sogar das 2,3-fache der Durchschnittswerte der anderen Verfahren.

Dies ist darin begründet, dass bei der Herstellung von

100 kg n-Butylen	129 kg Butadien + 99 kg Polychloride
bzw. 100 kg AT 244	58 kg Butadien + 44 kg Polychloride

gebildet werden. Damit geht dem Treibstoffsektor eine erhebliche Menge Produkt verloren. Gleichzeitig muss darauf hingewiesen werden, dass bei dem Verfahren Bähr noch Werkstoff-Schwierigkeiten sowohl für die Chlorierung und Dechlorierung als auch für die Kupferlaugewäsche bestehen. Ausserdem ist zu berücksichtigen, dass der für die Salzsäure-Elektrolyse notwendige Strombedarf von 13 000 kWh/h die Erstellung eines Kraftwerkes mit einem Kapitalaufwand von RM 4 000 000,- erfordert, das im vorliegenden Falle nicht berücksichtigt ist.

Der niedrige Gestehpreis von RM 22,36 % kg n-Butylen bzw. von RM 36,74 % kg AT 244 bei dem Chlordehydrierverfahren nach Bähr hat seine Ursache in dem überwiegenden Anfall von Butadien, das hierbei als Hauptprodukt angesehen werden muss.

00001140

Es bilden sich bei der Chlordehydrierung von 100 kg n-Butan:

48,8 kg Butadien	entspr. 39,3 %	(Bewertung RM 75,- % kg)
37,8 kg Butylen	"	30,5 %
37,5 kg Polychloride	"	30,2 % (Bewertung RM 15,- % kg)
<hr/>		
124,1 kg Gesamtanfall	entspr. 100,0 %	gewinnbare Produkte

Butadien und Polychloride tragen bei der vorstehenden Bewertung praktisch die gesamten Rohmaterialkosten. Vor Berücksichtigung der Gutschriften für Butadien und Polychloride betragen die

Spesen	bezw.	Gestehpreise
RM 54,32	"	RM 133,84 % kg Butylen
RM 31,03	"	RM 86,63 % kg AT 244

Unter der Annahme eines maximalen Erloses von RM 75,- % kg Butadien und RM 15,- % kg Polychloride würden sich die voraussichtlichen Gestehpreise zwischen

RM 22,36	und	RM 133,84 % kg Butylen
bezw. RM 36,74	"	RM 86,63 % kg AT 244

je nach Bewertung der "Nebenprodukte" Butadien und Polychloride bewegen. Der voraussichtliche Gestehpreis wird sich danach richten, ob Butadien in der anfallenden Form und Menge unmittelbar für den Kautschuksektor anwendbar ist und ob die Polychloride absetzbar sind. Sobald diese Fragen geklärt sind, erscheint es vorteilhaft zu versuchen, das Bähr'sche Chlordehydrverfahren auf die alleinige Herstellung von Butadien weiter zu entwickeln, da diese Art und Weise der Butadiengewinnung im Vergleich zu schon bestehenden Verfahren wesentlich billiger sein dürfte.

Vergleichsfall 2)

Der gegenteilige Fall, nämlich der Gewinnung einer maximalen Menge an Butylen bzw. AT 244 nach dem Chlordehyd-Verfahren Bähr mit Isomerisierung - Vergleichsfall 3) - zeigt, dass dieser Weg der Alkylatherstellung auf Grund des sich ergebenden Gestehpreises von

RM 51,14 % kg	AT 244
bezw. RM 55,85 % kg	n-Butylen

und hinsichtlich Alkylatausbeute (77,5 %) und Anlagekosten (RM 517,30 je jato AT 244) den anderen Alkylatverfahren nicht überlegen ist. Dies gilt besonders deshalb, weil auch in diesem Fall die oben angeführten Bedenken (Werkstoff-Schwierigkeiten, Absetzbarkeit der Nebenprodukte Butadien, Polychloride) bestehen.

Vergleichsfall 1) und 4)

Hinsichtlich der Gewinnung von n-Butylen zeigt sich zwischen katalytischer Dehydrierung und Chlordehydrierung nach dem Oppauer Verfahren nur ein sehr geringer Unterschied, wie es die folgenden Gestehpreise erkennen lassen:

katalyt. Dehydrierung	RM 49,79 % kg Butylen
Chlordehydr. Oppau	RM 51,61 % kg Butylen.

Sofern jedoch berücksichtigt wird, dass die den Berechnungen zugrunde liegende Dehydrierausbeute und damit die AT-Ausbeute auf Grund vorliegender Versuchsergebnisse gesteigert werden kann, was bei dem Chlordehydrierungsverfahren kaum noch möglich erscheint, dürfte das katalytische Verfahren die wirtschaftlichere Art der Butylengewinnung darstellen. In diesem Zusammenhang sei auch auf die für die Gewinnung von Butylen erforderlichen Anlagewerte hingewiesen, die mit

RM 525,-- je tato n-Butylen - Oppauer Verfahren
 gegenüber RM 325,-- je tato n-Butylen - katalytische Dehydrierung

im Falle des Oppauer Verfahrens 160 % derjenigen der katalytischen Dehydrierung ausmachen. Hierbei sind die Anlagekosten für eine Linde-Fränkell-Anlage für die Gewinnung von Sauerstoff für die HCl-Oxydation noch nicht eingeschlossen, die im vorliegenden Fall RM 450 000,- (1 700 m³ O₂/h) betragen und denen bei der katalytischen Dehydrierung anteilige Kosten an einer Kontaktfabrik für Dehydrierkontakt in Höhe von max. RM 300 000,- gegenüberstehen.

Vergleichsfall 5) und 6)

Während im Falle der Herstellung von AT 244 n-Butylen aus bereits vorliegendem n-Butan gewonnen wird, muss für die Erzeugung von ET 100 i-Butylen erzeugt werden, wofür der im Rohbutan enthaltene Teil an n-Butan zu isomerisieren ist. Aus diesem Grunde liegt der Gestehpreis von RM 53,64 % kg i-Butylen wesentlich höher als derjenige des n-Butylens (RM 49,79 % kg im Falle der katalytischen Dehydrierung).

Gestehpreis-Vergleich.

Ein Vergleich der Treibstoff-Gestehpreise zeigt, dass die Gewinnung von ET 100 teurer ist als die des AT 244, wie es aus den nachstehenden Zahlen ersichtlich ist:

<u>Ausbeute</u>	<u>Gestehpreis</u>	<u>Verfahren</u>
89,0 %	RM 57,97 % kg ET 100	Oppau, Ausbeuteangaben Oppau
86,5 %	" 59,34 % kg ET 100	Oppau, Ausbeuteangaben Leuna
77,5 %	" 55,85 % kg AT 244	Bähr, mit Isomerisierung
87,5 %	" 50,38 % kg AT 244	katal. Dehydrierung
90,3 %	" 49,39 % kg AT 244	Oppau

Auch anlagekostenmässig bietet sich kein Anreiz, ET 100 herzustellen wie die im Anhang beigefügten Tabellen ausweisen.

Da aus den oben angeführten Gründen die Herstellung von AT 244 nach den Verfahren von Bähr vom Standpunkt einer optimalen Treibstoff-Gewinnung nicht vorteilhaft erscheint, verbleiben noch die Vergleichsfälle 1) und 4) mit einem Gestehpreis von

RM 50,38 % kg AT 244 bei Vergleichsfall 1
 - Alkylierung mit katal. Dehydr.
 bzw. RM 49,39 % kg AT 244 bei Vergleichsfall 4
 - Alkylierung mit Chlordehyd. Op.

Hierbei sei nochmals darauf hingewiesen, dass der dem Gestehtpreis von RM 51,45 % kg AT 244 für das Verfahren mit katal. Dehydrierung zugrunde liegende Dampfbedarf von 82 t/h zu hoch ist und Leuna mit dem niedrigeren Dampfbedarf von 55 t/h rechnet. Die in der Aufstellung gegebene Berechnung wurde lediglich deshalb gewählt, weil die entsprechenden Energie-Verbräuche den Reichsstellen gegenüber genannt worden waren. (Firmengarantie für die Destillation)

Für das Verfahren der Herstellung von AT 244 mittels katalytischer Dehydrierung ist in dem Gestehtpreis von RM 50,38 % kg eine Kostensenkung nicht berücksichtigt, die sich durch Ausnutzung der im Rohbutan enthaltenen Olefine bietet. Während bei den anderen Vergleichsfällen die im Rohbutan vorhandenen Butylene durch zusätzliche Aufwendungen - Vorhydrierung - mit Verlust an Butan entfernt werden müssen, kann - wie aus dem beigefügten Fließschema I ersichtlich ist - im Vergleichsfall 1, katal. Dehydrierung, ursprünglich vorhandenes Butylen in der Alkylierung umgesetzt werden, da es bei der katalytischen Butandehydrierung keine Nebenreaktionen gibt. Damit ergibt sich für Vergleichsfall 1) eine entsprechend kleinere Dehydrierung und somit eine entsprechende Einsparung an Dehydrierungsverlusten. Dadurch wird eine Erhöhung der AT-Ausbeute um 0,6 % auf 88,1 % (52 860 jato-AT) und eine Senkung des Gestehtpreises um RM 0,50 % kg auf RM 49,88 % kg AT erzielt. Da sichere Voraussagen über die Menge der im Rohbutan vorhandenen Olefine nicht gegeben werden konnten, wurde für die Gewinnung von AT 244 auf dem Wege der katalytischen Dehydrierung der Olefingehalt in den Tabellen und im Fließschema "Vergleichsfall 1", dem die in Tabelle I aufgeführten Durchsätze in den einzelnen Verfahrensstufen zugrunde liegen, nicht in Rechnung gestellt. Die durch Berücksichtigung des Rohbutan-Olefingehaltes bedingten Änderungen sind dem korrekten Fließschema "Vergleichsfall 1 mit Olefinverwertung" zu entnehmen.

Ohne Berücksichtigung der Vorteile des Olefingehaltes für die katal. Dehydrierung besteht also zwischen den Vergleichsfällen 4) - Chlordehydrierung Oppau - und 1) - katal. Dehydrierung - eine Gestehtpreisdifferenz von 2 %, die als innerhalb der Fehlergränze liegend angesehen werden muss. Hinsichtlich Anlagekosten liegt AT 244 mit katalytischer Dehydrierung um 10 % günstiger als mit Chlordehydrierung. Dem steht bei dem katalytischen Verfahren die geringere Ausbeute von 87,5 % gegen 90,3 % gegenüber. Diese Differenz wird sich jedoch voraussichtlich verringern, da nach den für die Gewinnung von Butylen gemachten Ausführungen die Dehydriererausbeute von 85 % auf voraussichtlich 88 % erhöht werden kann, womit die Alkylatausbeute im Vergleichsfall 1), mit katalytischer Dehydrierung, von 87,5 auf 89,0 % steigt.

Bei Berücksichtigung der Vorteile, die die Ausnutzung der im Rohbutan mit 4,8 % angenommenen Butylene mit sich bringt, ergibt sich für die Alkylatgewinnung mittels katalytischer Dehydrierung eine Ausbeuteerhöhung von 87,5 auf 88,1 % AT bzw. bei Annahme einer 88 %igen Dehydriererausbeute eine Ausbeuteerhöhung von 89,0 auf 89,4 % AT.

Gleichzeitig damit geht eine Gestehtpreissenkung einher, durch die der Unterschied gegenüber den Gestehtkosten für AT nach dem Oppauer Verfahren auf 1 % erniedrigt wird.

Es zeigt sich damit, dass für die Herstellung von AT 244 mit Butylengewinnung durch katalytische Dehydrierung ein wirtschaftlicheres Konkurrenzverfahren gegenwärtig nicht besteht und dass eine Umstellung der bisherigen Planung auf eine andere Butylengewinnung nicht zu rechtfertigen ist, da die Butylengewinnung durch Chlordehydrierung grosstechnisch noch nicht ausgeprüft ist, während die Butylengewinnung durch katalytische Dehydrierung betrieblich ohne Schwierigkeiten läuft und die vorliegenden Erfahrungen zu günstigeren Ergebnissen berechtigen.

Anlagen

- Ø I.C. Bin, Herrn Dr. Wanger
- Herrn Dir. Dr. Bräuniger
- Dir. Dr. Bütteleich
- Dir. Dr. v. Staden
- Dir. Dr. Giesse
- Dir. Dr. Harold
- Si. Keinke

AWP Bin
AWP Ms

Zusammenfassung:

- 1) Es werden die Gestehkosten für die Gewinnung von Butylen sowie Treibstoff AT 244 bzw. ET 100 nach den Verfahren:

katal. Dehydrierung
 Chlordehydrierung von Dr. Bähr (Lu)
 Chlordehydrierung Oppau

ermittelt und gegenübergestellt.

Als Ergebnis des Vergleiches zeigt sich unter Einhaltung der in der Notiz gemachten Voraussetzungen:

- 2) Die Anlagekosten für Butylen betragen bei den einzelnen Verfahren wie aus Tabelle II ersichtlich ist - pro jato:

n-Butylen RM	325	für	katal. Dehydrierung	
"	1 333	"	Chlordehydrierung Dr. Bähr mit erhöhter Butadienbildung (geringe Treibstoffausbeute)	
"	733	"	Chlordehydrierung Dr. Bähr mit maximaler Butylenbildung	
"	525	"	Chlordehydrierung Oppau	
i-Butylen	494	"	"	Ausbeuteangabe Op
"	495	"	"	Leuna

- 3) Die Anlagekosten für AT 244 belaufen sich pro jato AT 244 - wie Tabellen III und IV zeigen - auf:

RM	380	für	katal. Dehydrierung
"	766	"	Chlordehydrierung Bähr erhöhte Butadienbildung
"	517	"	Chlordehydrierung Bähr maxim. Treibstoffausb.
"	421	"	Chlordehydrierung Oppau

- 4) Die Anlagekosten für ET 100 stellen sich pro jato ET 100 - wie aus Tabellen III und IV zu entnehmen ist - auf:

RM	552	für	Chlordehydrierung Oppau	Ausbeuteangabe Op
"	563	"	"	Leuna.

5) Der Gestehpreis für Butylen ergibt sich - wie Tabelle II i. einzelnen aufweist - bei

n-Butylen zu:

RM 49,79 % kg	bei 85,0%	Ausbeute für katal. Dehydrierung	
" 51,61 % "	" 91,6%	" " Chlordehydrierung Oppau	
" 55,85 % "	" 67,3%	" " Chlordehydrierung Bähr mit maxim. Butylengewinnung	
" 22,36 % "	" 37,8%	" " Chlordehydrierung Bähr mit erhöhter Butadienbildung, entspr. den sehr erheblichen Gutschriften	

i-Butylen zu:

RM 53,64 % kg	bei 89,1%	Ausbeute für Chlordehydrierung Oppau Ausbeuteangaben Oppau	
" 53,54 % kg	" 88,7%	" " Chlordehydrierung Oppau Ausbeuteangaben Leuna.	

6) Der Gestehpreis für AT 244 stellt sich - wie Tabelle IV näher darlegt - auf:

RM 50,38 % kg	bei 87,5%	Ausbeute für katal. Dehydrierung	
" 49,39 % "	" 90,3%	" " Chlordehydrierung Oppau	
" 51,14 % "	" 77,5%	" " Chlordehydrierung Bähr maxim. Butylenbildung	
" 36,74 % "	" 54,1%	" " Chlordehydrierung Bähr erhöhte Butadienbildung.	

Der niedrige Preis im letzten Fall erklärt sich aus der sehr erheblichen Gutschrift für die erhöhte Butadienbildung, die durch Vermeidung der Isomerisierung herbeigeführt wird und wodurch die niedrige Treibstoffausbeute bedingt ist.

7) Der Gestehpreis für ET 100 liegt - wie Tabelle IV im einzelnen angibt - bei:

B* 57,97 % kg	bei 89,0%	Ausbeute für Chlordehydrierung Oppau Ausbeuteangaben Oppau	
" 59,34 % "	" 86,5%	" " Chlordehydrierung Oppau Ausbeuteangaben Leuna.	

Zusammenfassung:

- 1) Es werden die Gesteckkosten für die Gewinnung von Butylen sowie Treibstoff AT 244 bzw. ET 100 nach den Verfahren:

katal. Dehydrierung
 Chlordehydrierung von Dr. Bähr (Lu)
 Chlordehydrierung Oppau

ermittelt und gegenübergestellt.

Als Ergebnis des Vergleiches zeigt sich unter Einhaltung der in der Notiz gemachten Voraussetzungen:

- 2) Die Anlagekosten für Butylen betragen bei den einzelnen Verfahren - wie aus Tabelle II ersichtlich ist - pro jato:

n-Butylen RM	325	für katal. Dehydrierung		
"	1 333	" Chlordehydrierung Dr. Bähr mit erhöhter Butadienbildung (geringe Treibstoff ausbeute)		
"	733	" Chlordehydrierung Dr. Bähr mit maximaler Butylenbildung		
"	525	" Chlordehydrierung Oppau		
i-Butylen "	494	"	"	Ausbeuteangabe Op
"	495	"	"	Leuna

- 3) Die Anlagekosten für AT 244 belaufen sich pro jato AT 244 - wie Tabellen III und IV zeigen - auf:

RM	380	für katal. Dehydrierung
"	766	" Chlordehydrierung Bähr erhöhte Butadienbildung
"	517	" Chlordehydrierung Bähr maxim. Treibstoffausb.
"	421	" Chlordehydrierung Oppau

- 4) Die Anlagekosten für ET 100 stellen sich pro jato ET 100 - wie aus Tabellen III und IV zu entnehmen ist - auf:

RM	552	für Chlordehydrierung Oppau	Ausbeuteangabe Op
"	563	"	Leuna.

5) Der Gestehpreis für Butylen ergibt sich - wie Tabelle II 1. einzelnen aufweist - bei

n-Butylen zu:

RM 49,79 % kg	bei 85,0%	Ausbeute für katal. Dehydrierung
" 51,61 % "	" 91,6%	" " Chlordehydrierung Oppau
" 55,85 % "	" 67,3%	" " Chlordehydrierung Bähr mit maxim. Butylengewinnung
" 22,36 % "	" 37,8%	" " Chlordehydrierung Bähr mit erhöhter Butadienbildung, entspr. den sehr erheblichen Gutschriften

i-Butylen zu:

RM 53,64 % kg	bei 89,1%	Ausbeute für Chlordehydrierung Oppau Ausbeuteangaben Oppau
" 53,54 % kg	" 88,7%	" " Chlordehydrierung Oppau Ausbeuteangaben Leuna.

6) Der Gestehpreis für AT 244 stellt sich - wie Tabelle IV näher darlegt - auf:

RM 50,38 % kg	bei 87,5%	Ausbeute für katal. Dehydrierung
" 49,39 % "	" 90,3%	" " Chlordehydrierung Oppau
" 51,14 % "	" 77,5%	" " Chlordehydrierung Bähr maxim. Butylenbildung
" 36,74 % "	" 54,1%	" " Chlordehydrierung Bähr erhöhte Butadienbildung.

Der niedrige Preis im letzten Fall erklärt sich aus der sehr erheblichen Gutschrift für die erhöhte Butadienbildung, die durch Vermeidung der Isomerisierung herbeigeführt wird und wodurch die niedrige Treibstoffausbeute bedingt ist.

7) Der Gestehpreis für ET 100 liegt - wie Tabelle IV im einzelnen angibt - bei:

RM 57,97 % kg	bei 89,0%	Ausbeute für Chlordehydrierung Oppau Ausbeuteangaben Oppau
" 59,34 % "	" 86,5%	" " Chlordehydrierung Oppau Ausbeuteangaben Leuna.

Tabelle I

00001146

Anlagekosten für die Herstellung von AT 244 und ET 100

Verfahrensstufe	AT 244 mit katal. Dehydr.				AT 244 m. Chlordehydr. n. Behr. o. Isomeris. n. erhöht. C ₄ H ₆ -Blsg.				AT 244 m. Chlordehydr. n. Behr. m. Isomeris. n. max. AT-Erzeug.				AT 244 mit Chlordehydr. Op.				ET 100 m. Chlordehydr. Oppau Ausbeuteangaben Oppau				ET 100 mit Chlordehydr. Oppau Ausbeuteangaben Louisa			
	Anlagekosten			Eingang	Anlagekosten			Eingang	Anlagekosten			Eingang	Anlagekosten			Eingang	Anlagekosten			Eingang				
	MTA	BTA	Gesamt	Ausgang	MTA	BTA	Gesamt	Ausgang	MTA	BTA	Gesamt	Ausgang	MTA	BTA	Gesamt	Ausgang	MTA	BTA	Gesamt	Ausgang				
Mio RM	Mio RM	Mio RM	Jato	Mio RM	Mio RM	Mio RM	Jato	Mio RM	Mio RM	Mio RM	Jato	Mio RM	Mio RM	Mio RM	Jato	Mio RM	Mio RM	Mio RM	Jato	Mio RM	Mio RM	Mio RM	Jato	
Reaktionen - Verhydrolierung	-	-	-	-	-	-	-	1,228	0,317	1,545	60 000 59 700	1,228	0,317	1,545	60 000 59 700	1,228	0,317	1,545	60 000 59 700	1,228	0,317	1,545	60 000 59 700	
Frischbutan n. Isomerisierung	1,162	0,177	1,339	60 000 50 600	0,760	0,368	0,960	47 500 47 500	0,517	0,083	0,600	59 700 59 700	0,517	0,083	0,600	59 700 59 700	0,830	0,180	1,010	60 000 60 000	0,830	0,180	1,010	59 700 59 700
Isomerisierung	0,653	0,157	0,810	6 978 8 620	-	-	-	-	0,425	0,110	0,535	1 550 3 380	0,732	0,178	0,910	8 220 7 810	2,215	0,675	2,890	39 000 37 000	2,620	0,630	3,250	36 400 34 600
Butylengewinnung	5,415	2,078	7,493	39 530 25 100	5,250	1,650	6,900	30 400 11 500	6,350	1,650	8,000	32 850 22 250	4,360	1,240	5,600	28 180 25 625	7,000	1,900	8,900	59 000 53 400	7,000	1,900	8,900	57 900 53 250
Alkylierung	2,938	1,186	4,124	55 220 53 560	1,210	0,987	2,157	28 600 26 240	1,876	1,382	3,258	43 910 47 450	0,750	2,441	3,191	57 035 55 320	-	-	-	-	-	-	-	-
Polymerisation	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,566	0,150	0,710	53 400 53 400	0,566	0,150	0,710	53 250 52 200	
Reynoldsgamm	5,428	0,766	6,194	53 560 52 500	1,180	0,500	1,680	26 240 25 700	-	-	-	-	2,320	1,000	3,320	55 325 54 200	-	-	-	-	-	-	-	-
Rehydrolierung	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,560	0,820	1,320	53 400 53 400	2,500	0,820	3,320	52 200 51 900	
HCl-Abtrennung	-	-	-	-	7,800	2,000	9,800	57 300	6,150	0,826	7,076	50 540	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
HCl-Oxidation	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	6,900	2,600	9,500	72 100 65 250	6,900	3,600	10,500	72 100 65 250	6,900	3,600	10,500	72 100 65 250
Gesamt	15,933	4,304	20,237	60 000 59 700	15 870	4,157	20,027	47 500 25 700	22,616	5,778	28,394	22,250 19 900	16,157	4,628	20,785	60 000 57 800	21,633	7,642	29,275	60 000 53 400	21,638	7,597	29,235	60 000 51 900
					zusätzlich 1,000 ← Kraftwerk f. HCl-Elektrol. → 3,000								zusätzlich 0,450 ← für Fränkel-Linde-Anlage → 0,600				zusätzlich 0,450 ← für Fränkel-Linde-Anlage → 0,600							
													gesamt 22,335				gesamt 30,075				gesamt 29,835			

zusätzlich
2) 14 820 Butadien
11 573 Polychlorbutan

zusätzlich
7 620 Butadien
4 370 Polychlorbutan

22,4 Mio RM
nach Schätzung Oppau (ohne Schwefelsäurekonzentrierung und ohne den Vergleichsfall entsprechend Tanklager)

00001147

Tabelle II

Gestehkosten, Speserverteilung und Anlagekosten sowie Rohbutanbedarf

		für 100 kg n-Butylen						für 100 kg i-Butylen			
		Katal.Dehydr.		Chlordehydrierung				Chlordehydrierung Oppau			
				B ä h r		Oppau		Oppau		Leuna	
				ohne Isomerisierung erhöhte Butadienbildung	mit Isomerisierung maxim. Butylenbildung			Ausbeute-Angaben			
Rohbutanbedarf	in kg	117,6		264,3	148,5	109,2		112,2		112,7	
Ausbeute	in %	85,0		37,8	67,3	91,6		89,1		88,7	
		Rohmaterialien und Spesen RM	Anlagewert RM/t	Rohmaterialien und Spesen RM	Anlagewert RM/t	Rohmaterialien und Spesen RM	Anlagewert RM/t	Rohmaterialien und Spesen RM	Anlagewert RM/t	Rohmaterialien und Spesen RM	Anlagewert RM/t
RM 30,08 \$ kg Butan Rohbutaneinsatz		35,39		79,52	44,67	32,86		33,80		33,89	
Vorhydrierung		-	-	-	1,86 38,20	1,37 28,10		1,40 28,90		1,41 29,20	
n/i-Trennung		0,93 26,30		1,85 53,40	0,73 14,90	0,58 10,90		1,00 18,90		1,00 19,10	
Isomerisierung		-	-	-	-	-		3,98 68,80		3,77 64,20	
Butylengewinnung		14,75 298,50		26,50 600,00	25,29 359,90	9,08 223,70		7,54 181,60		7,53 181,70	
HCl-Elektrolyse		-	-	25,97 679,10	11,84 319,60	-		-		-	
HCl-Oxydation		-	-	-	-	7,72 262,30		5,92 196,60		5,94 201,00	
Spesen gesamt		15,68		54,32	39,77	18,75		19,84		19,65	
Summe ohne Berücksichtigung der Gutschriften		51,07		133,84	84,44	51,61		53,64		53,54	
Restgas		1,28		-	-	-		-		-	
Butadien		-		96,65	25,71	-		-		-	
Polychloride		-		14,83	2,33	-		-		-	
Gutschriften gesamt		1,28		111,48	28,59	-		-		-	
Gesteinpreis % kg Butylen		49,79		22,36	55,85	51,61		53,64		53,54	
Anlagewert gesamt je t Butylen		324,80		1 332,50	732,60	525,--		494,20		495,20	

Gestehkosten, Spesenverteilung, Anlagekosten und Rohbutanansatz
für 100 kg AT 244 bzw. ET 100

Tabelle III
00001148

	AT 244						ET 100				
	Katal. Dehydr.	Chlordehydrierung				Oppau		Chlordehydrierung Oppau		Ausbeutangaben von:	
		ohne Isomerisierung orbshite-Butadien-Bldg.	B & L r	mit Isomerisierung maxim. AT 244 Ausbeute			Oppau	Launa			
Rohbutanansatz in kg Ausbeute in %	114,3 87,5	184,7 54,1	129,0 77,5			110,7 90,3	112,4 99,0	115,6 86,5			
	Rohmaterialien und Spesen RM	Anlagewert RM/t	Rohmaterialien und Spesen RM	Anlagewert RM/t	Rohmaterialien und Spesen RM	Anlagewert RM/t	Rohmaterialien und Spesen RM	Anlagewert RM/t	Rohmaterialien und Spesen RM	Anlagewert RM/t	
RM 30,08 % kg Butan Butanansatz	34,73		55,60		33,85		33,30		33,80		
Verhydratung	-	-	-	-	1,62	33,30	1,39	28,50	1,40	29,90	
nfi-Trennung	0,99	28,00	1,29	37,30	-,68	12,90	0,58	11,10	1,00	18,90	
Isomerisierung	0,31	15,40	-	-	-,72	11,50	1,04	16,80	3,98	65,40	
Butylengewinnung	7,05	142,80	11,35	223,70	12,09	172,50	4,33	107,00	7,54	166,70	
Aktylierung	3,54	79,70	3,35	89,40	2,79	70,20	2,72	69,40	-	-	
Polymerisation	-	-	-	-	-	-	-	-	0,29	13,30	
Destillation	5,28	116,80	2,72	63,20	1,41	64,50	2,54	62,20	-	-	
Hydratierung	-	-	-	-	-	-	-	-	3,44	62,20	
HCl-Elektrolyse	-	-	11,62	311,00	5,62	152,20	-	-	5,92	196,60 ⁴⁾	
HCl-Oxydation	-	-	-	-	-	-	3,69	125,50 ³⁾	-	-	
Spesen gesamt	17,63 ¹⁾		21,03		26,06		16,09		24,17		
Summe ohne Berücksichtigung der Gutschrift	52,06		80,53		64,81		49,39		57,37		
Restgas	0,61		-		-		-		-		
Butadien	-		43,25		12,29		-		-		
Polychloride	-		6,64		1,38		-		-		
Gutschriften gesamt	0,61		49,89		15,67		-		-		
Gestehpreis % kg AT-244 bzw. ET 100	51,45 ²⁾		36,74		51,14		49,39		57,97		
Anlagewert gesamt je % AT 244 bzw. ET 100	379,70 ⁶⁾		766,40 ⁷⁾		517,30 ⁸⁾		420,50 ³⁾		552,00 ⁴⁾		

1) Die Spesen von RM 17,63 % kg AT 244 ergeben sich unter Zugrundelegung des von den Apparatebau-Firmen garantierten Dampfverbrauches von 82 t/h. Nach Ermittlungen von Launa ist ein Verbrauch von 55 t/h völlig ausreichend, wodurch sich die Spesen um RM 1,07 auf RM 16,63 % kg AT erniedrigen.
 2) Gemäß den unter Fußnote 1) angeführten Gründen erniedrigt sich der Gestehpreis auf RM 50,38 % kg AT 244.
 3) Bei Berücksichtigung einer Sauerstoffanlage nach Fränkel-Linde Zuschlag von ca. RM 9,20 % AT 244.
 4) Bei Berücksichtigung einer Sauerstoffanlage nach Fränkel-Linde Zuschlag von ca. RM 11,10 % ET 100.
 5) Bei Berücksichtigung einer Sauerstoffanlage nach Fränkel-Linde Zuschlag von ca. RM 11,50 % ET 100.
 6) Bei Berücksichtigung einer Kontaktfabrik für Dehydratierung Zuschlag von ca. RM 6,50 % AT 244.
 7) Bei Berücksichtigung eines Kraftwerkes für HCl-Elektrolyse Zuschlag von ca. RM 155,50 % AT 244.
 8) Bei Berücksichtigung eines Kraftwerkes für HCl-Elektrolyse Zuschlag von ca. RM 77,40 % AT 244.

Zusammenfassung der Tabellen I - IV

Tabelle IV

Einsatz: Anebeute, Anlagekosten und Gestehpreis

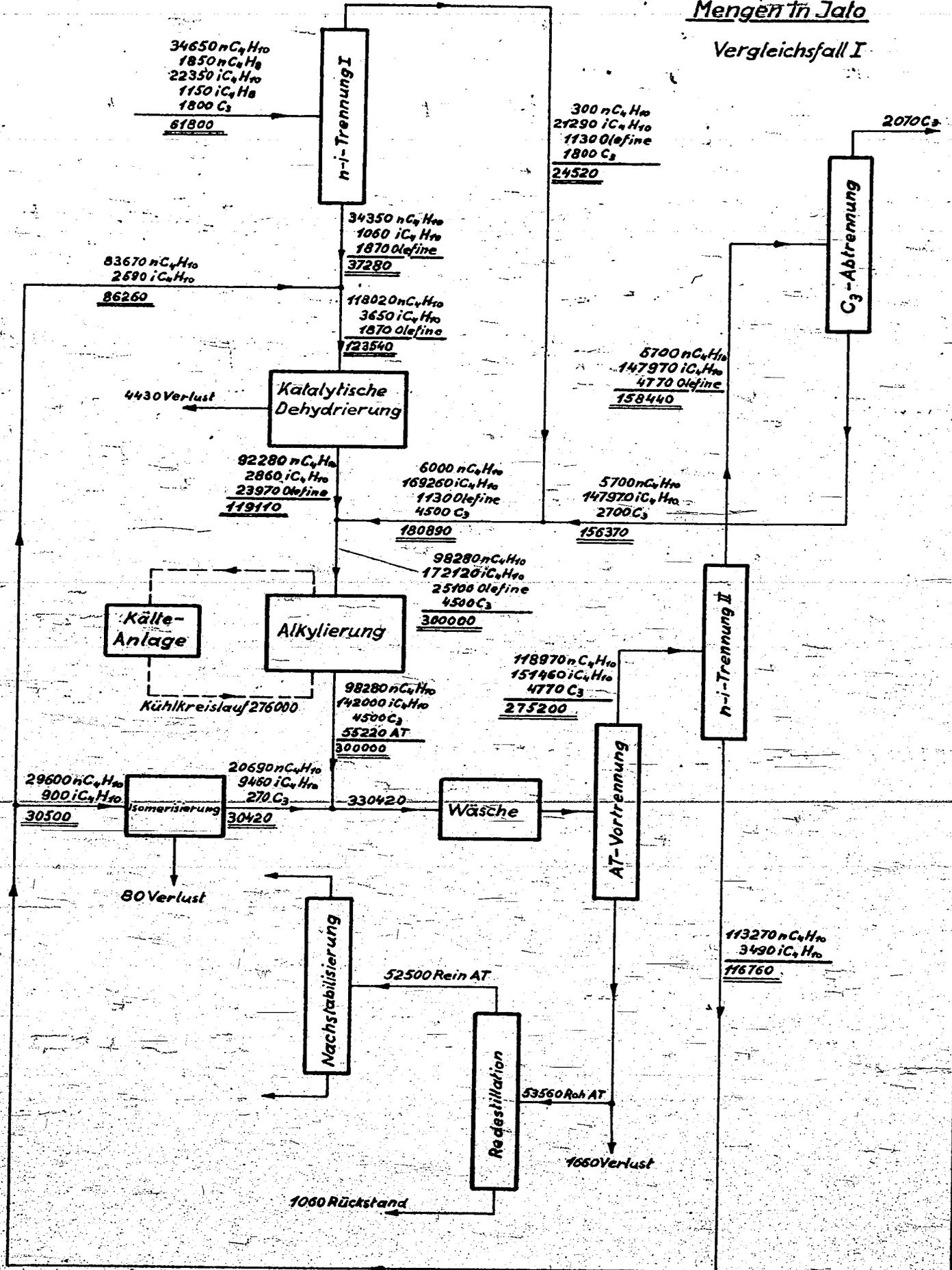
für AT 244 bzw. EP 100

00001149

	AT 244	EP 100	
Katal. Dehydrierung	Chlordehydrirung B h h r	Chlordehydrirung Oppau	Chlordehydrirung Oppau
	o. isomerisierg. m. isomerisierg. erhöht. C ₄ H ₆ -Mg max. AT 244 Ausb.		Ausbeuteangaben von : Leuna
Butaneinsatz	47 500	60 000	60 000
Treibstoff	25 700	46 500	53 400
Butadien	14 800	7 620	-
Polychloride	11 070	4 270	-
Treibstoffausbeute	54,1	77,5	89,0
Anlagekosten gesamt in Mio RM	19,732 (1) 4,000	24,014 (1) 3,600 (1)	29,475 (1) 0,600 (1)
Anlagewert	766,--	517,--	552,--
Rohtolaneinsatz RM % kg Treibst.	34,38	36,85	33,80
Gutschriften RM % kg "	-0,61 (3)	15,15 (4)	-
Spesen RM % kg "	16,61 (5)	27,44	24,17
Gestehpreis % kg AT 244 bzw. EP 100	50,38 (5)	51,14	57,97

- 1) Anlagekosten einer Kraftzentrale für den am HCl-Elektrolyse notwendigen Strombedarf.
- 2) Anlagekosten für eine Frenkel-Mirde-Anlage zur Gewinnung von Sauerstoff für die HCl-Oxydation.
- 3) Bestgas bei Dehydrierung.
- 4) Butadien, Polychlorbutan, Elektrolyse-Wassersstoff.
- 5) unter Berücksichtigung des geringeren Dampfdrucks (siehe Text).
- 6) Anlagekosten für Anteile an Kontaktfabrik (Dehydrirerkontakt)

00001150
Mengen in Talo
Vergleichsfall I



Mengenschema zur AT-Anlage mit
katalytischer Dehydrierung
60000 Talo C_4 Einsatz

Ammoniakwerk Merseburg
Konstr. Büro MfA.

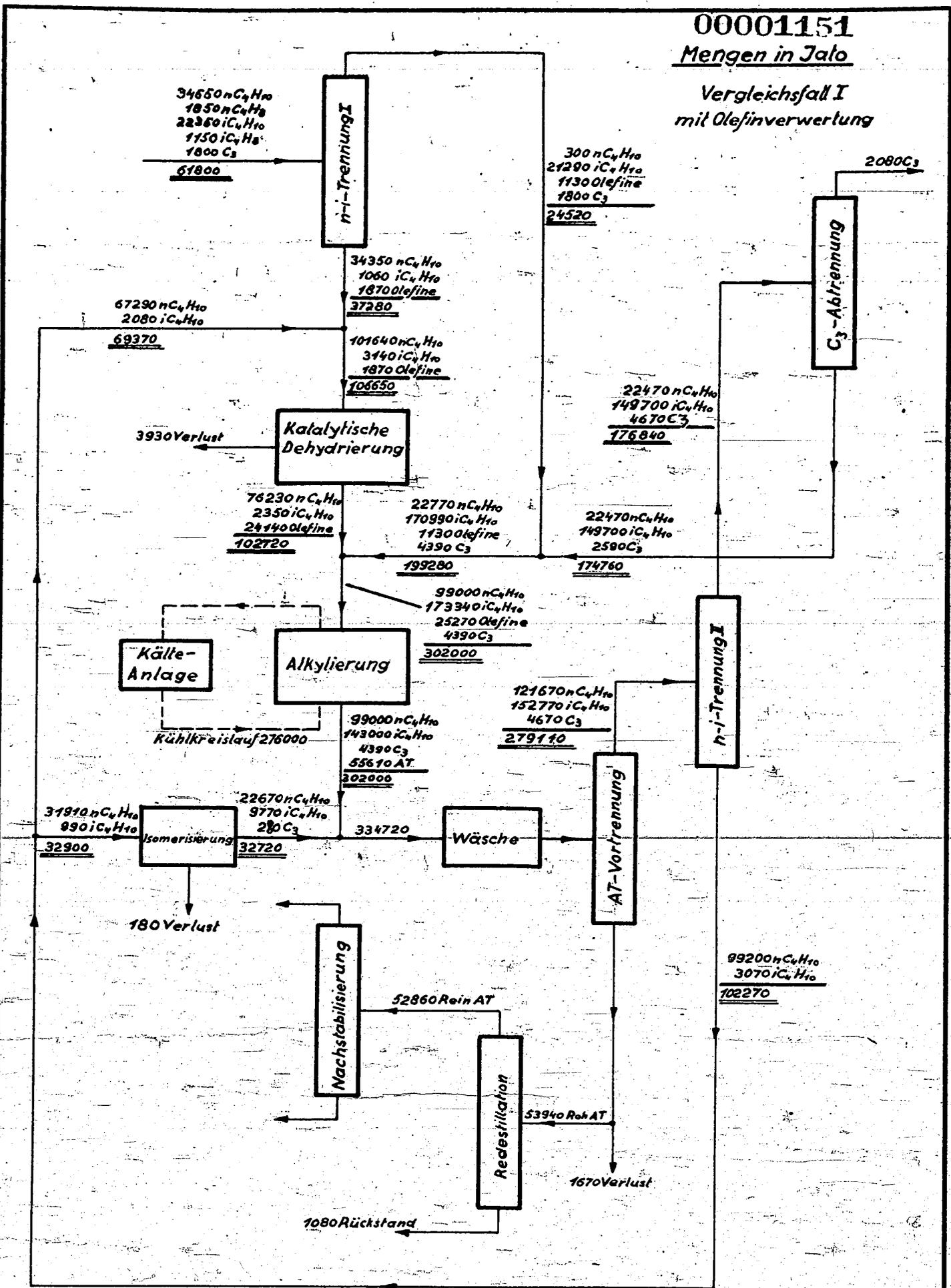
Dat. 3. 1952
Ges. 1. 1952
Gepf. 1. 1952

B.Sk. 44

00001151

Mengen in Tafe

Vergleichsfall I
mit Olefinverwertung



Mengenschema zur AT-Anlage mit
katalytischer Dehydrierung
60000 Tafe C₄ Einsatz

Ammoniakwerk Merseburg
Konstr. Büro Mta.

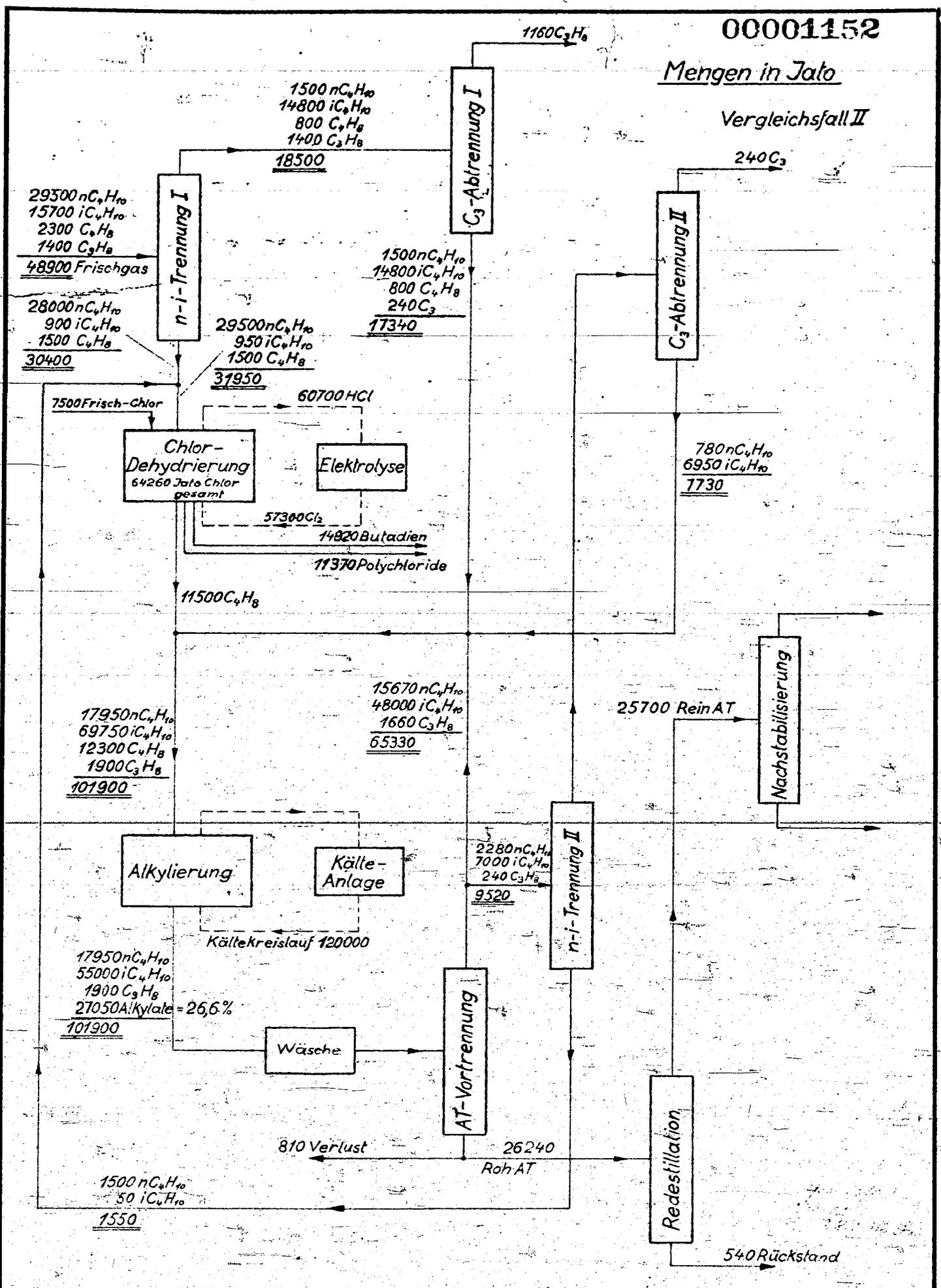
Dat. 7.11.52
Gez. [Signature]
Gepr. [Signature]

B.Sk.46

00001152

Mengen in Tajo

Vergleichsfall II

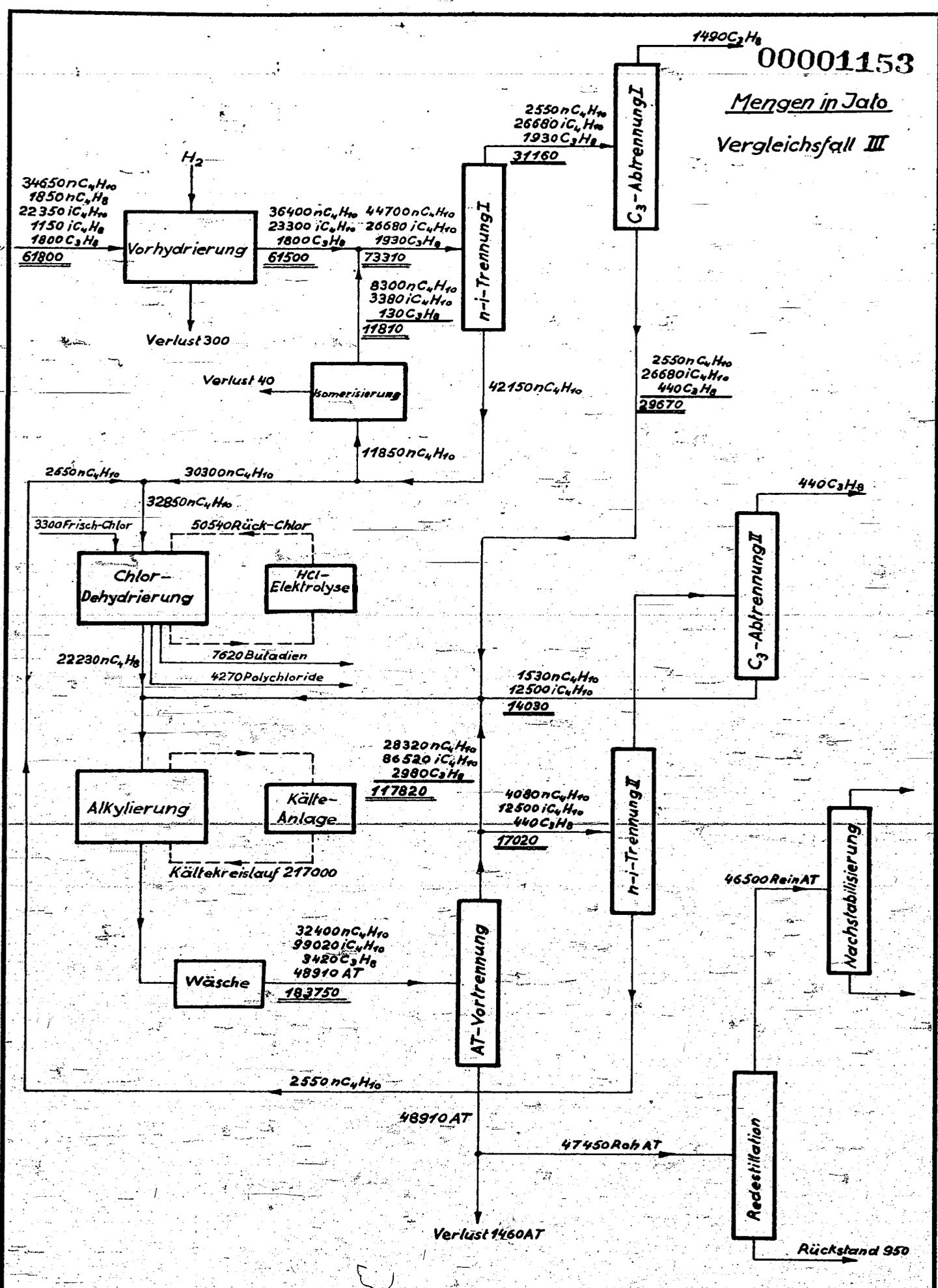


Mengenschema zur AT-Anlage mit Chlordehydrierung nach Bähr (ohne Isomerisierung) Einsatz 47500 Tajo C₄

Ammoniakwerk Merseburg
Konstr. Büro Mta.
Dat. 34. 9. 42
Ges. L. sch. 17. 42
Gepr. 17.
B.Sk. 35α

00001153

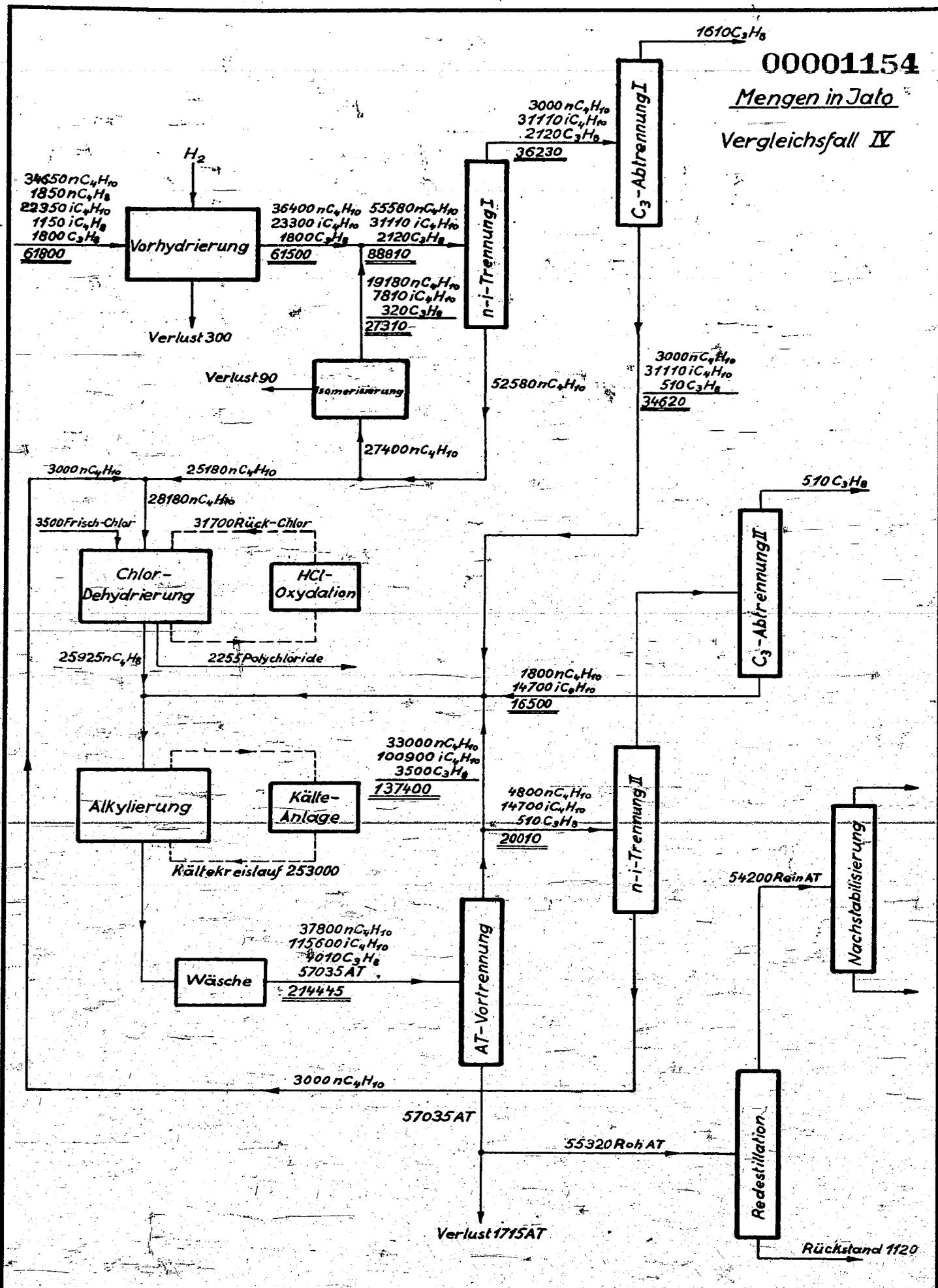
Mengen in Tafe
Vergleichsfall III



Mengenschema zur AT-Anlage mit Chlordehydrierung nach Bähr (mit Isomerisierung)
Einsatz 60000 Tafe C_4

Ammoniakwerk Merseburg
Kohstr. Büro Mta.
Dat. 2.11.52
Bez. Chem. 1.5.52
Gep. 1.5.52
B.Sk. 43

DIN-Format A 4

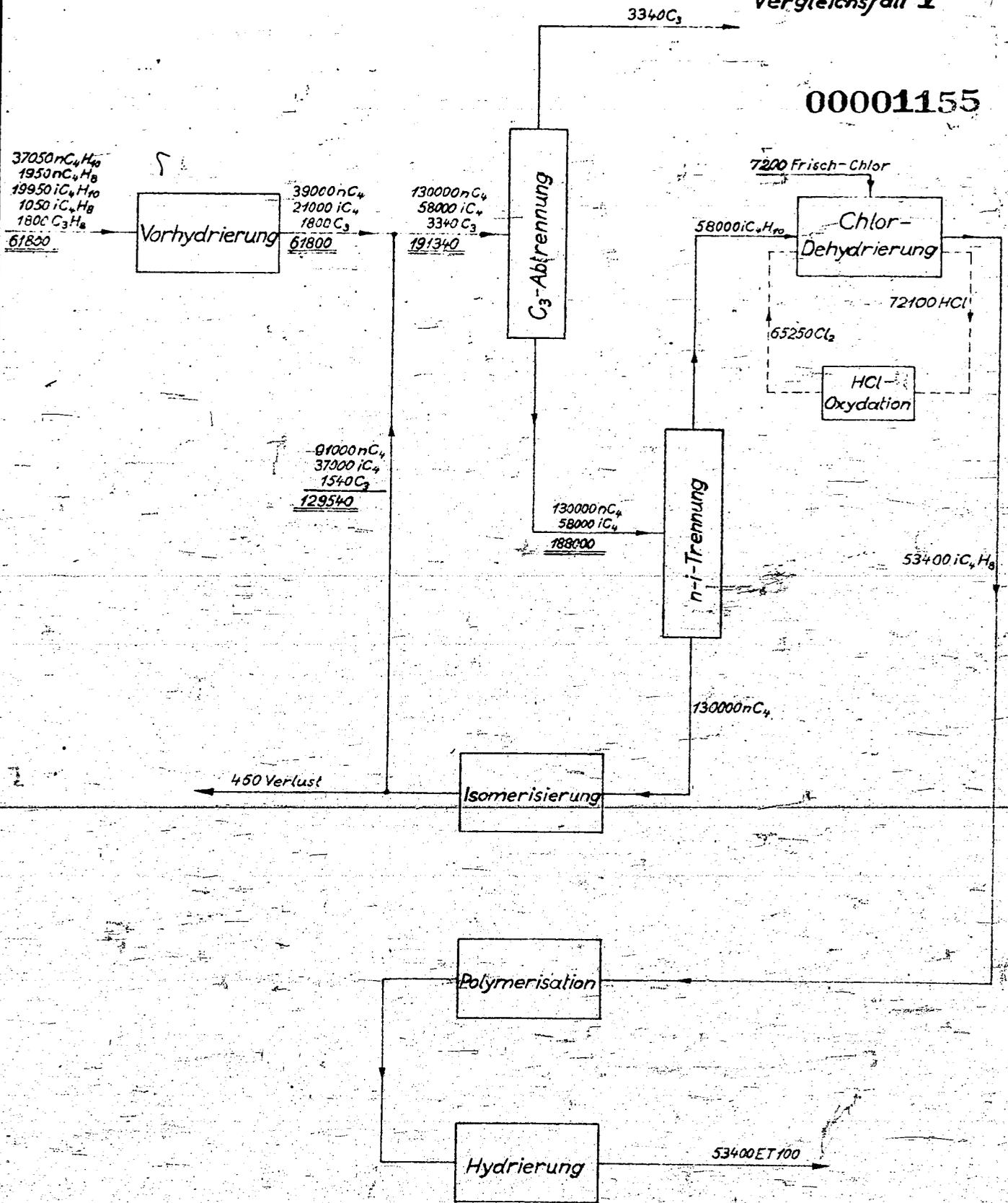


Mengenschema zur AT-Anlage mit
Chlordehydrierung nach M-C.
Einsatz 60000 Tajo C_4

Ammoniakwerk Merseburg
Konstr. Büro Mia.
Dat. P.P. 10.42
Gez. P. P. 10.42
Gepr. P. P. 10.42
B.Sk. 41a

Mengen in Jato
Vergleichsfall V

00001155

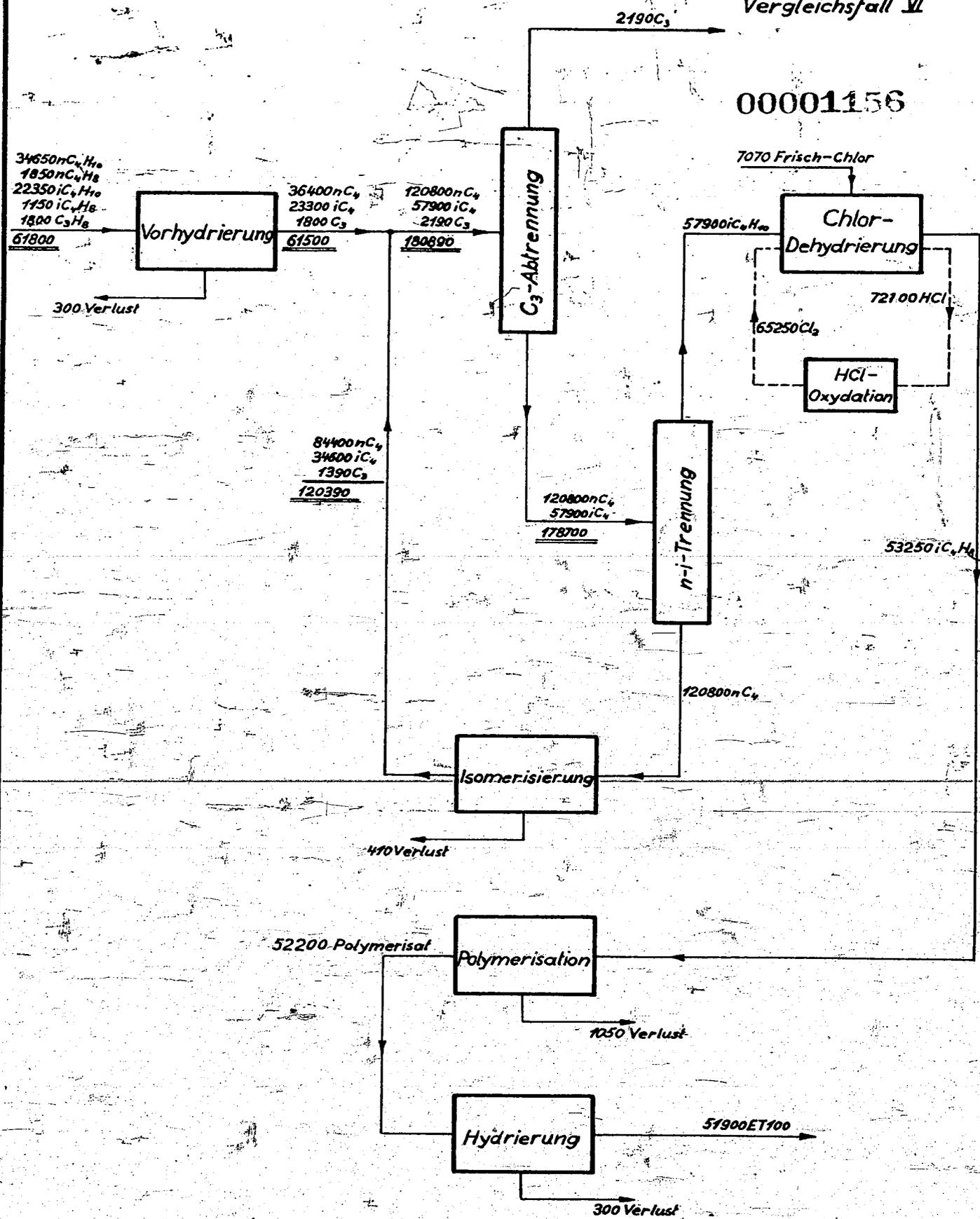


Mengenschema zur ET100-Anlage mit
Chlordehydrierung nach M-C.
Ausbeuteangaben Oppau - 60000 Jato C₄ Einsatz

Ammoniakwerk Merseburg
Konstr. Büro Mta.
Dat. 12.10.1952
Gez. [Signature]
B.Sk.37

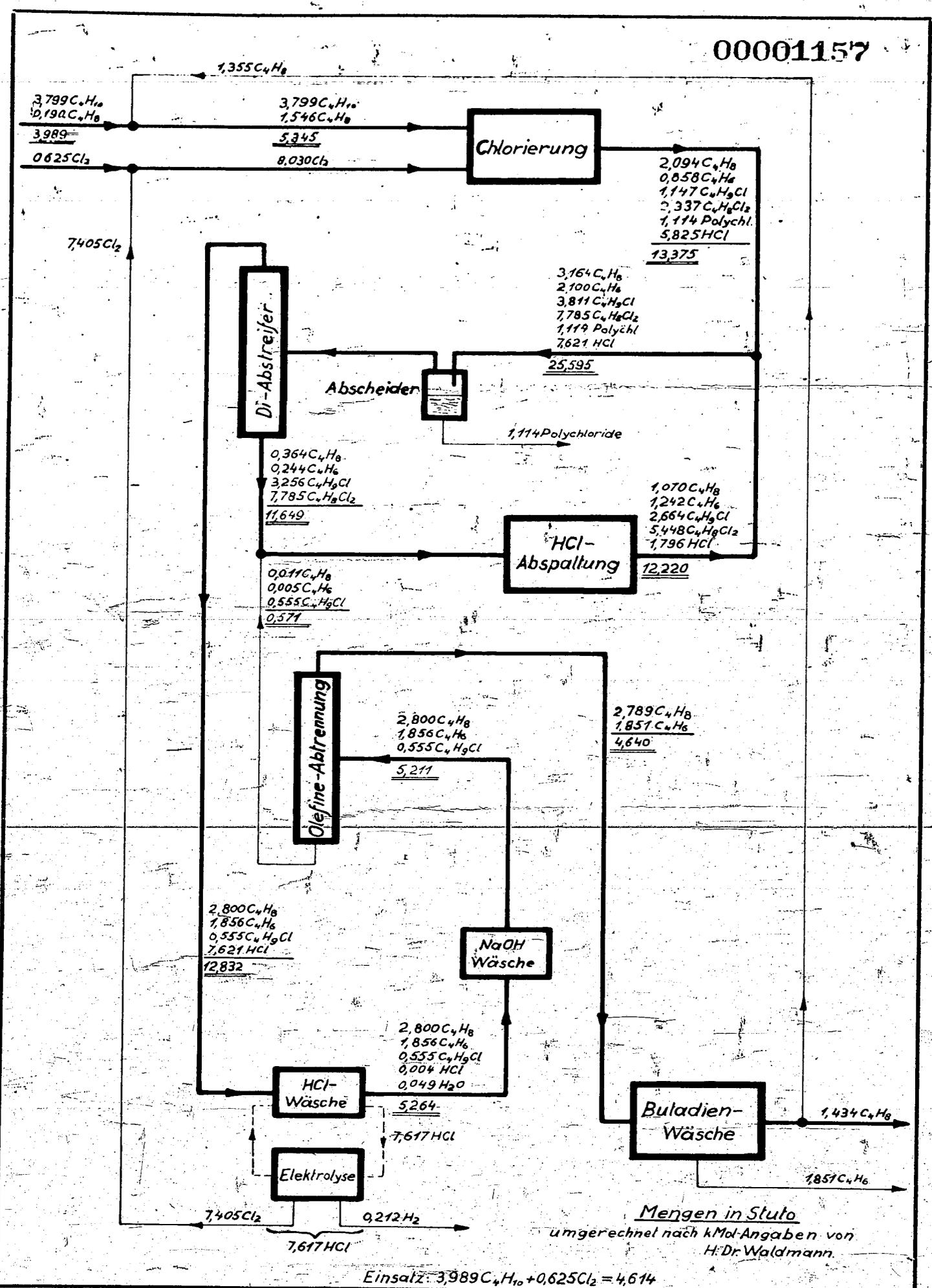
Mengen in Tonne
Vergleichsfall VII

00001156



Mengenschema zur ET100-Anlage mit
Chlordehydrierung nach M-C.
Ausbeuteangaben Leuna-60000 Tonne C₄-Einsatz

Ammoniakwerk Merseburg
Konstr. Büro Mta.
Dat.
Gez.
Gepr.
B.Sk. 42



Mengenschema zur Chlordehydrierung nach Bähr mit erhöhter C_4H_6 -Bildung

Ammoniakwerk Merseburg
Konstr. Büro Mfa.
Dat. 15.12.42
Gez. Russchick h. j.
Gepr.
B. Sk. 48

Aktennotiz

über eine Besprechung über das Oppauer katalytische Stufendehydrierverfahren

Anwesend die Herren Dir. Dr. Herold
Ober-Ing. Keinke
Dr. Strätz
Dr. Pohl
Dr. Nowotny
Leuna Dr. Conrath, Lu.

Zweck der Besprechung: Ein in Oppau neu entwickeltes in Stufen und nur mit Vorheizung arbeitendes Dehydrierverfahren sollte an Hand von in einer halbtechnischen Anlage erreichten Ergebnissen mit dem Schleusverfahren verglichen werden.

Dr. Conrath beschreibt kurz das Verfahren und die halbtechnische Anlage. Danach wird in 4 Stufen gearbeitet. Der Kontaktraum bleibt unbeheizt und die notwendige Wärme wird allein in der Vorheizung aufgebracht. Nach jeder Dehydrierstufe wird das Reaktionsgas neu aufgeheizt, also im Ganzen 4 mal. Das Butan durchläuft folgenden Weg: Nach Vorheizen auf die gewünschte Reaktionstemperatur geht das Butan in die 2. Dehydrierkammer. Die durch die Wärmetönung der Reaktion verbrauchte Wärme wird dem Reaktionsgas in einer 2. Aufheizung wieder zugeführt und das Butan geht in die 2. Dehydrierkammer, welcher Vorgang sich viermal wiederholt.

Die in Oppau laufende halbtechnische Anlage besteht aus 4 Dehydrierkammern zu je 15 l Inhalt, wird also im Ganzen mit 60 l Kontakt beschickt. Die Vor- bzw. Aufheizung des Reaktionsgases wird in Schlangen aus FF 30 vorgenommen. Die erste Vorheizschlange, die den größten Temperatursprung zu überwinden hat, ist 22 m lang, die anderen 3 je 11 m. Die Dehydrierkammern haben einen Durchmesser von 35 cm und eine Höhe von 20 cm. Pro Stunde werden 25 cbm Butan durchgesetzt, was einer Belastung von 1 : 420 entsprechen würde. Die Verweilzeit in der Vorheizschlange beträgt je 0,2 bis 0,3 Sek., im Ganzen also 1 Sekunde. Rußabscheidung soll in den Schlangen nicht beobachtet worden sein.

Der verwendete Kontakt besteht aus Aluminattonerde AT mit 10 bis 12% Cr₂O₃ und 2% K₂O, Körnung 3 bis 4 mm.

Für n-Butan wurden über 300 Stunden folgende günstige Ergebnisse erreicht: Umsatz 30%, Ausbeute 92%, nur 1 % des ungesetzten Butans wurden zu C zer-
setzt.

In den einzelnen Dehydrierstufen wurden folgende Temperaturen und Olefingehalte festgestellt:

	1.	2.	3.	4.	Kammer
Temperatur-Eingang	564	561	564	574	
" Ausgang	484	509	512	523	
% Olefine	15	18	21,8	24,4	

Für iC₄H₁₀ sollen bei 580° 40 % Umsatz und 94 % Ausbeute erzielt werden sein. Gefahren wurde in 6-Stunden-Perioden, denen eine Regenerationsperiode von 6 Stunden angeschlossen wird. Das Regenerationsgas enthält 15 bis 2 % O₂ und wird nur durch Wärmeaustausch auf Temperatur gebracht. Die kurze Regenerationszeit ist durch die geringe C-Abscheidung bedingt.

00001159

Voraussetzung für diese Art der Dehydrierung ist das Vorhandensein von schon bei niedrigen Temperaturen von 520 bis 540° hochaktiven Kontakten, die sr. Zt. beim Ausbau der T-52-Anlagen noch nicht vorlagen. Die damaligen Reaktionstemperaturen von 500 bis 600° verlangten Vorheiztemperaturen von 700°, bei welchen aber schon erhebliche Krackung stattfand, aus welchem Grund dem Schleusverfahren der Vorzug gegeben wurde.

Ein wesentlicher Vorzug des Stufenverfahrens besteht darin, daß die beim Arbeiten im beheizten Rohr sich auf die Ausbeute ungünstig auswirkenden Wandüberhitzungen hier wegfallen. Außerdem können auch mechanisch weniger haltbare Kontakte verwendet werden. Ein Nachteil des Stufenverfahrens ist das sich nach 300 bis 400 Dehydrierstunden wegen des Kontaktwechsels wiederholende Abstellen der Anlage und der hohe Energieaufwand beim Wiederbeleben wegen des großen Widerstandes im Kontaktraum für die großen Wälzgasmengen.

Dr. Herold weist darauf hin, daß das Stufenverfahren vor allem für die Dehydrierung von Propan geeignet sei, da dessen thermische Beständigkeit einen weiten Spielraum zwischen Aufheiz- und Reaktionstemperatur zuläßt.

Nach Oppauer Kalkulationen würde das Stufenverfahren nur etwa die Hälfte des Eisens und der Anlagekosten des Schleusverfahrens verlangen, wobei aber zu berücksichtigen ist, daß es sich bei den zum Vergleich herangezogenen Zahlen beim Schleusverfahren um tatsächliche Verbrauchszahlen handelt, wogegen die Zahlen für das Stufenverfahren rein kalkulatorisch ermittelt sind.

Ergebnis der Besprechung:

Durch den schon so weit fortgeschrittenen Ausbau der A-T-Anlagen würde der Umbau einer Anlage auf das Stufenverfahren zu dessen technischer Ausprüfung nur durch eine Verschiebung des Anfahrtermines möglich sein, was bei der heutigen angespannten Treibstofflage aber nicht vertretbar ist. Dafür soll das Stufenverfahren aber bei eventuellen weiteren Planungen (Moosbierbaum) in Erwägung gezogen werden.

Verteiler:

- Dir. Dr. von Staden
- " " Giessen
- " " Herold
- Obering. Keinke
- Dr. Strätz
- AWP. 2 x
- Dr. Kaufmann
- Dr. Pohl
- Dr. Nowotny

DE

30 %ig ist, kann rechnermässig in der nachgeschalteten Alkylierung ein AT-Spiegel von 22,2 % eingehalten werden gegenüber 18,4 % AT-Spiegel bei der katalytischen Dehydrierung Leuna mit etwa 24 %igem Butylen. In der vorliegenden Aktennotiz sind das Schleus-Verfahren (Leuna) und das (periodische) Festbett-Kontakt-Verfahren (Oppau) einander gegenübergestellt.

Katalytische Dehydrierung mit Schleus-Kontakt (Leuna)

Das Verfahren wird als bekannt vorausgesetzt. Die bei Verwendung von "Zwischenkontakt" erzielbare Ausbeute beträgt 85 % Butylen bei 25 % Umsatz. Nach vorhandenen Versuchsunterlagen kann die Ausbeute auf mindestens 88 % gesteigert werden. In dem vorliegenden Vergleich ist jedoch nur mit 85 % Ausbeute gerechnet. Die im Rohbutan enthaltenen Olefine werden bei der Ausbeute-Berechnung berücksichtigt. Als Einsatz wurde angenommen:

60 000 jato Butan mit 39 % i-C₄ und 61 % n-C₄ einschliesslich 4,8 % Olefine und zuzüglich 3 % Propan.

Entsprechend der Unsicherheit der Kontaktlebensdauer wurden für den Fall der Festbett-Kontakt-Dehydrierung 2 Grenzfälle mit 1 000 und 400 Kontakt-Dehydrierstunden angenommen.

Die Anlagekosten für beide Verfahren wurden durch das Konstruktionsbüro Leuna geschätzt. Die Anlagekosten schliessen nur die eigentlichen Fabrikationsbetriebe sowie Eingangs- und Schlussbehälterlager für 7 Tage nebst den zwischen den einzelnen Verfahrensstufen nötigen Lagern für eine Betriebszeit von ca. 20 Stunden ein, während Beträge für Geländeaufschluss, Energie-Erweiterung, Hilfs- und Nebenbetriebe usw. nicht enthalten sind.

Eine Zusammenstellung der für die einzelnen Verfahrensstufen aufzuwendenden Anlagekosten ergibt Tabelle I, aus der auch die Durchsatzmengen und der Eisenbedarf in den Teilstufen ersichtlich sind. Die Mengenschemen BSk 46 und BSk 55 zeigen den Produktfluss für die Herstellung von Alkylat in beiden Verfahren. Das bereits erwähnte Schema BSk 50a gibt die Apparateanordnung für die Festbett-Kontakt-Dehydrierung. Die hierbei angegebenen Zahlen gelten für eine kleinere Produktion von 47 500 jato Rohbutan, als sie dem Vergleichsfall von 60 000 jato Butaneinsatz entspricht.

Gestehkosten.

Für die Gestehkosten wurde einheitlich ein Einstandspreis für Rohbutan von RM 30,08 % kg zugrunde gelegt. Der Kontaktpreis für die Butylen-Gewinnung nach beiden Dehydrier-Verfahren wurde mit RM 400,-- % kg angenommen. In Tabelle II sind zunächst die Gestehkosten für die Herstellung des Butylens ermittelt, während Tabelle III die für AT 244 sich ergebenden Gestehkosten enthält. Eine Zusammenstellung der wichtigsten Zahlen aus den Tabellen I - III bringt Tabelle IV.

x) Die Gestehkosten für AT 244 gehen bei Zugrundelegung einer Ausbeute von 88 % in der Dehydrierung um ca. 1,5% zurück (von RM 50,77 auf ca. RM 50,00) s.3.3. In diesem Zusammenhang sei auch darauf hingewiesen, dass seit ca. 1/2 Jahr laufende Versuche hinsichtlich Umsatzsteigerung zu der Hoffnung berechtigen, dass es in Kürze auch technisch möglich sein wird, Kontakte herzustellen, die bei verbesserter Ausbeute einen hohen Umsatz ergeben.

Abteilung für
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr. Gohm/K.

Lehrstuhl für

Tabellen

00001164

Gesamtkosten, Spesenverteilung, Anlagekosten u. Rohbutan-Einsatz
für die Gewinnung von 100 kg n-Butan durch katalytische Dehydrierung mit:

Verfahren	Schlüss-Kontakt	Festbett-Kontakt	Anlagewert RM/t	Anlagewert RM/t
Rohbutan-Einsatz 12 kg	117,6	115,1		
Butylen-Ausbeute 4	85,0	87,0		
	Rohmaterial u. Spesen in RM	Rohmaterial u. Spesen in RM		
RM 30,08 5 kg Butan	35,39	34,62		
Rohbutan-Einsatz	1,93	0,91		
Fraktionieren-Trennung	14,92	11,43		
Butylen-Gewinnung	15,85	12,34		
Spesen gesamt:	51,24	46,96		
Summe ohne Gutschrift	1,28	1,00		
Restgas-Gutschrift	40,96	45,96		
Gestehpreis RM 1 kg Butylen				
Anlagewerte ges. Anlage	338,70	400 Kontakt- anlagen		269,90

00001165

Abteilung für
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr. Schue/K.

Leuna-Werke, don 16.2.1943

Tabelle III

Gestehkosten, Spesen-Verteilung, Anlagenkosten und Rohbutan-Einsatz
für die Gewinnung von 100 kg AT 244 mittels katalytischer Butan-Dehydrisierung nach:

Verfahren	Schlens-Kontakt	Festbett-Kontakt	Anlage-wert RM/t AT
Rohbutan-Einsatz Ansbente	in kg " % 113,5 88,1	1.000 400 Kontaktdehydrisie- Stunden	
RM 30,08 % kg Butan Rohbutan-Einsatz	Rohmaterial u. Spesen in RM	Rohmaterial u. Spesen in RM	Anlage- wert RM/t AT
Frischbutan-Trennung	34,14	33,84	25,10
Isomerisierung	0,91	-,89	19,70
Butylen-Gewinnung	1,19	1,19	103,10
Alkylierung	6,28	4,83	66,40
Destillation	3,52	3,10	98,70
Spesen Gesamt:	5,27	4,47	
Summe ohne Umschri ft	17,17	14,48	15,745
Restgas-Umschri ft	51,31	48,32	49,58
	-,54	-,42	-,42
Gestehpreis RM % kg AT 244	50,772	47,904	49,16 6)
Anlagewert ges. Anlage AT 244	368,70		313,-

Anmerkung: 1)-6): Die Spesen ergeben sich unter Zugrundelegung des von den Apparatebau-Firmen garantierten Dampfverbrauches.
Nach Ermittlungen von Leuna ist dieser Dampfverbrauch überhöht. Bei Berücksichtigung des effektiven Dampfverbrauches erniedrigen sich die Spesen bzw. Gestehkosten im Falle des

Schlenskontakt-Verfahren um RM 1,-% kg AT
Festbett-Kontakt-Verfahren um RM -,90 % kg AT

a u f

1) RM 16,17

2) RM 49,77

3) RM 13,58

4) RM 47,-

5) " 14,84

6) " 48,26

Abteilung für
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr. Schm/K.

Leuna-Werke, den 16.2.1943

Tabelle IV.

Zusammenfassung der Tab. I - III.

Einsatz, Ausbente, Anlagekosten, Eisenbedarf und Gestehkosten
für die Gewinnung von A T 244 durch katalytische Dehydrierung mit:

Verfahren:		Schleuskontakt	Festbett-Kontakt
Butan-Einsatz	jato	60 000	60 000
Treibstoff	"	52 860	53 356
Treibstoff-Ausbente	%	88,1	88,9
Anlagekosten ges.	Mio RM	19,494	16.700
Anlegewert RM/jato Treibstoff		368,70	313,00
Eisenbedarf	in t	18 470	15 650
Eisenbedarf t/jato Treibstoff		0,349	0,293
Hohbuten-Einsatz	RM % kg Treibstoff	34,14	b. 1 000 Kontakt-Dehydrierer-Stunden 33,84
Cutschriften	RM % kg	54	b. 400 Kontakt-Dehydrierer-Stunden 42
Spesen	RM % kg	16,171	13,581
Gestehpreis RM % kg Treibstoff		49,771	47,1

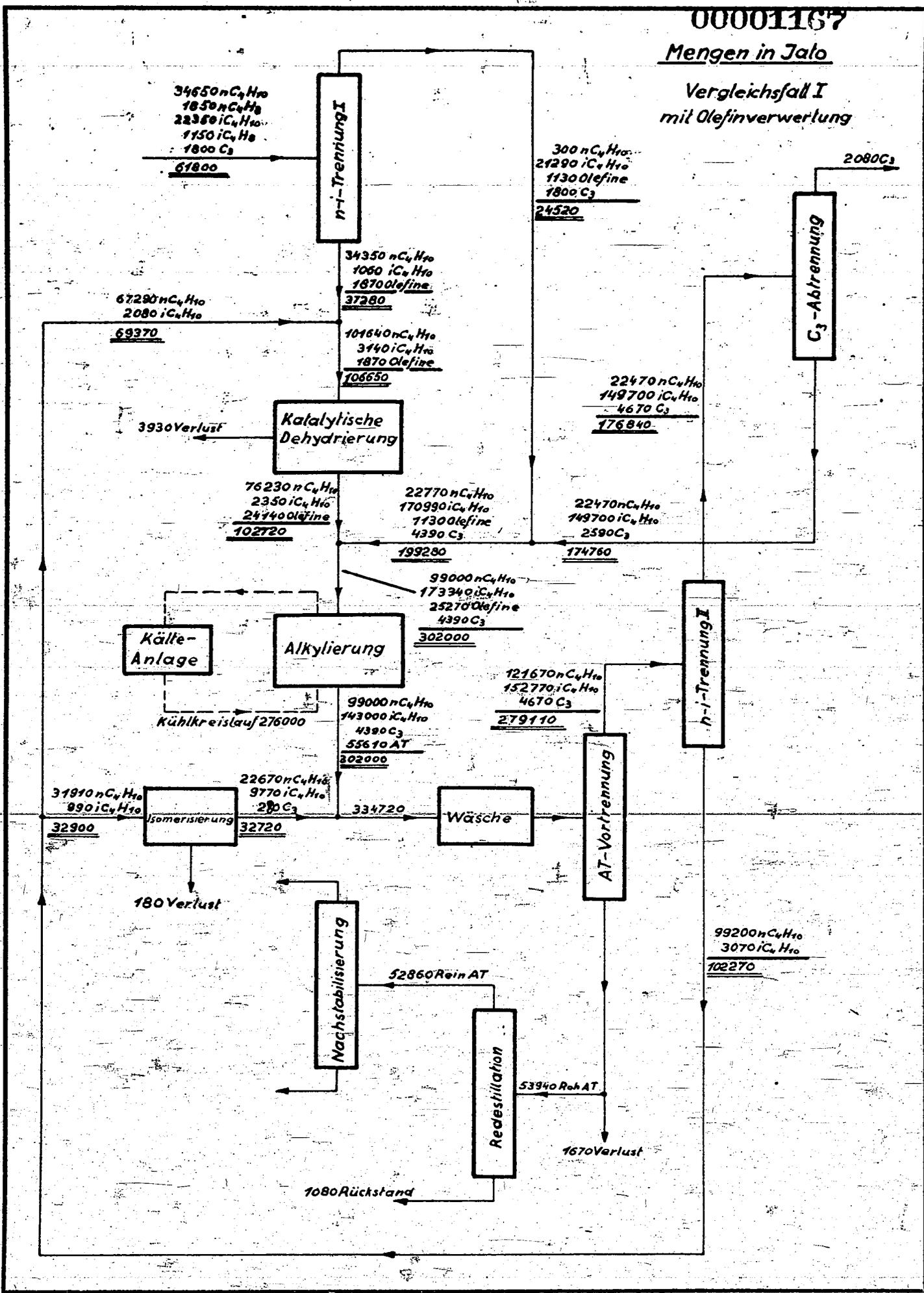
1) Bei Berücksichtigung des geringeren Dampf-Bedarfes (s. Text)

00001166

00001167

Mengen in Tonne

Vergleichsfall I
mit Olefinverwertung



Mengenschema zur AT-Anlage mit
katalytischer Dehydrierung
60000 Tonne C₄ Einsatz

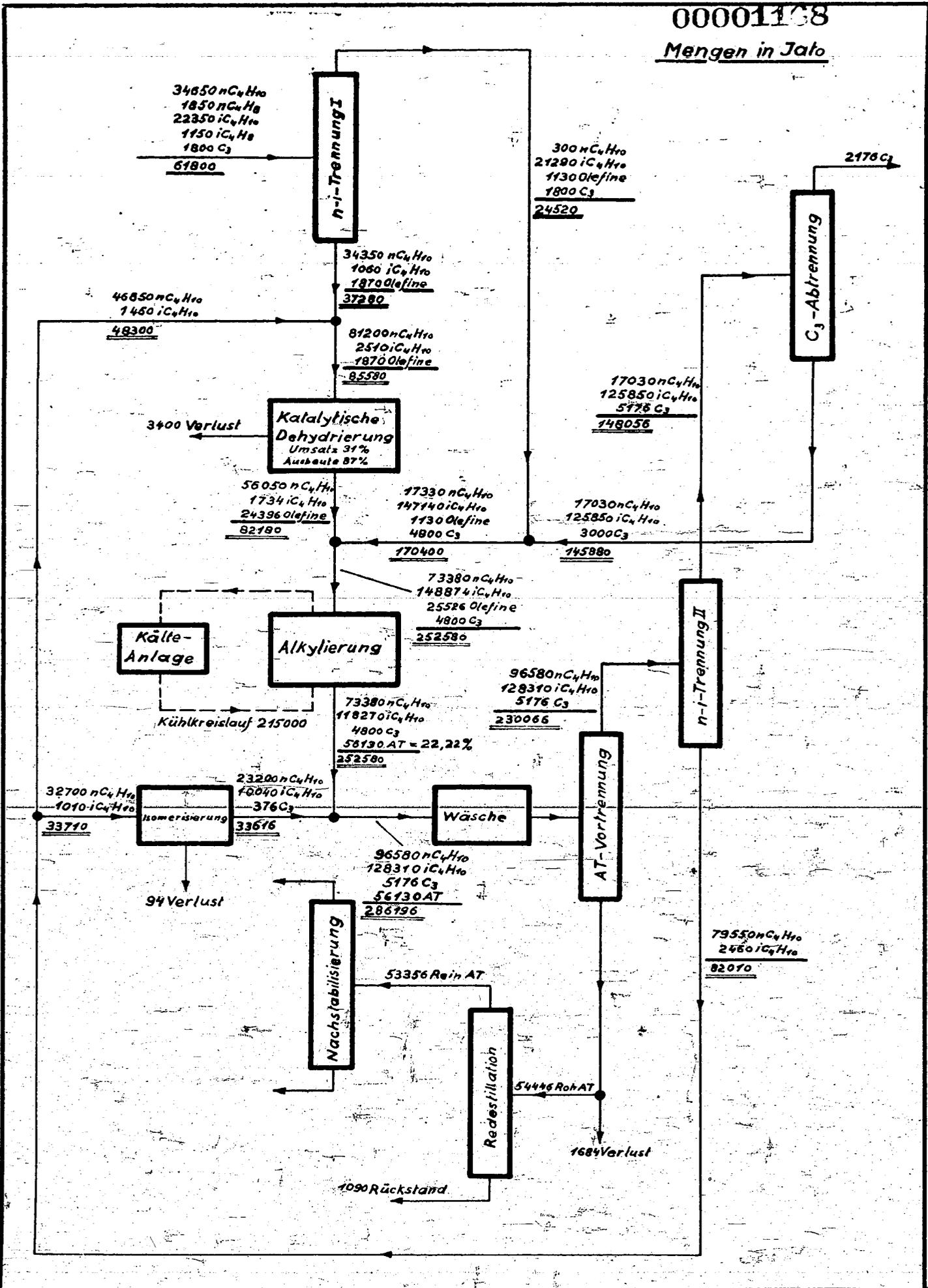
Ammoniakwerk Merseburg
Konstr. Büro Mta.

Dat. 7
Gez. 10
Gepr.

B.Sk. 46

00001138

Mengen in Talo

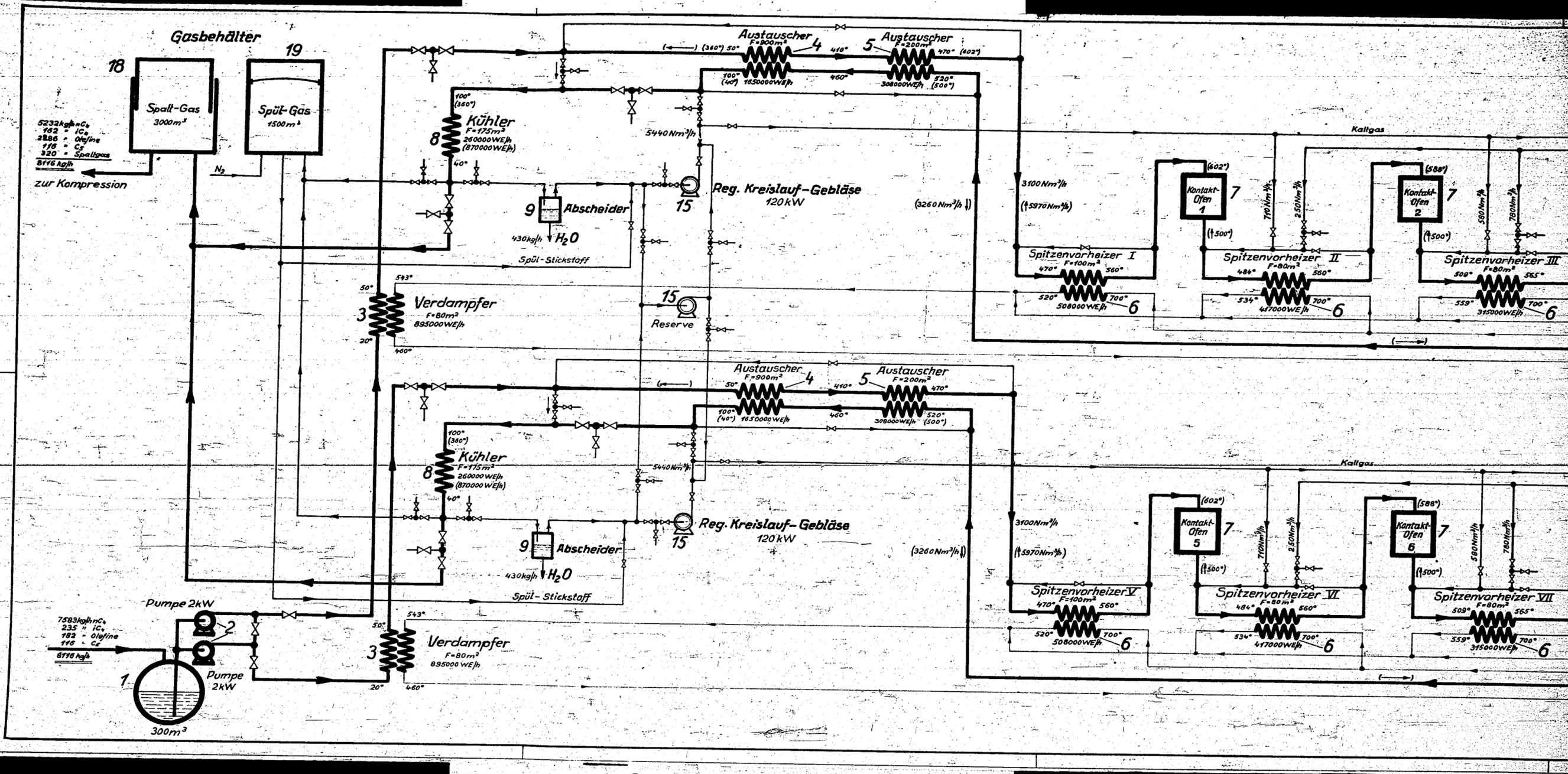


Mengenschema zur AT-Anlage mit
katalytischer Dehydrierung nach Dr. Conrad
60000 Talo C₄ Einsatz

Ammoniakwerk Merseburg
Konstr. Büro Mta.

Dat. 1.2.43
Gez. R. 1.15
Gepr.

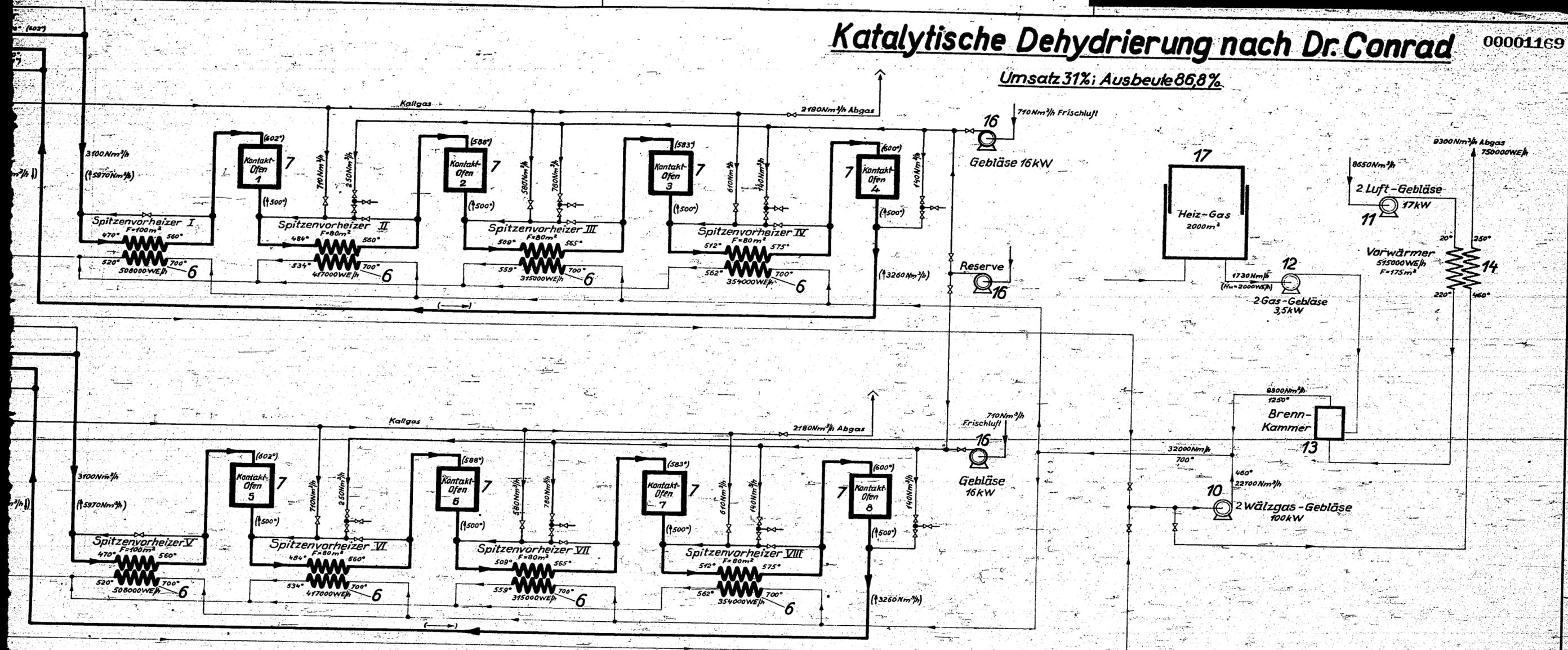
B. Sk. 55



Katalytische Dehydrierung nach Dr. Conrad

00001169

Umsatz 31%; Ausbeute 86,8%



Die eingeklammerten Zahlen beziehen sich auf die Regeneration

Ammoniakwerk Merseburg
 Konstruktionsbüro Mta.
 Dat. 27. 7. 43
 Gez. 1/16
 Sep. 1/16
B. Sk. 50a

Früh. Bag Target Lewis-Boeing, Jan 28, 7. 45 Mo

3043 -30/4.02

Aktuelle

*mit mir
Abteilung*

In der Besprechung am 26. 7. 43 wurde festgestellt, daß eine Umkehrung der Vorrichtung auf das Feststoffsystem z.Zt. noch nicht vorgenommen werden kann, da die Vorrichtung dieses Systems noch nicht vollständig herausgestellt sind. Insbesondere ist noch nicht geklärt, wie weit der Kontakt bei dem heutigen Stand der Beschleunigerstellung während einer Regenerationsperiode in allen Hochspannungen gleichmäßig beschleunigt werden kann. Es soll daher ein solches Feststofftechnisches Versuch in Lewis ein Ofen beschleunigt auf das Feststoffverfahren umgestellt werden.

Zur Verlegung der großen Kammer bei der Regenerationsperiode sind folgende Maßnahmen erforderlich:

Der Hochdruckfall in der gesamten Kammer beträgt etwa 5 - 6 atü. Es ist daher ein Kompressor für 2000 - 4000 cfm und 5 - 6 atü für das Fliegen erforderlich, ein zweiter für 300 - 500 cfm und 3 - 6 atü für die Hochdruckstufe nicht belastet werden soll. Die Hochdruckstufen müssen gegen die großen Hochdruckfälle abgeschaltet werden. Da die Betriebsausstattung unter dem Hochdruckfall nur für 0,5 atü Betriebsdruck ausgelegt sind, darf die Kammer nur so groß sein, daß der Druck an dieser Stelle 0,5 atü nicht übersteigt, d.h. während des Versuches sollten die Regenerationszeiten entsprechend auf etwa 8 - 12 Stunden verlängert werden.

Für den ausreichenden Schutz wird die Kammer mit einem Schutzblech versehen.

Für den Versuch ist die Kammer für 100000 psi. Druck ausgelegt. Es ist die Schaltung der Apparatur und die Schaltungsführung konstruieren.

- Spezialisten für die Herren:
- Dr. Dr. Simpson
 - Dr. Dr. Harold
 - Dr. Dr. Robinson
 - Dr. Cochrane
 - Dr. Spence
 - Dr. Smith
 - Dr. Harkness
 - Dr. Stewart
 - Dr. Ford
 - Dr. Smith
 - Dr. Robinson
 - Dr. Smith

Bag Target

00001171

3043 -30/4-02

Leuna-Werke, den 14.9.1943 Bg.

Aktennotiz

Botr.: Dehydrieren von Eutan im Festbettofen

Bei der Besichtigung des Versuchsrohres in Me 52 ergab eine kurze Übersichtsrechnung, daß es bei den erreichten Werten von 25 bis 26 % Umsatz und 87 % Ausbeute nicht möglich ist, bei einer Jahresproduktion von 64 000 Tonn Alkylat wie nachstehend beschrieben und bisher als möglich angenommen, zu fahren. Die bisherigen Planungen sahen vor, daß die Reaktionsperiode genau so lang ist, wie die Regenerationsperiode. Da während der Regenerationsperiode der Sauerstoffgehalt im Regenerationsgas gesteigert werden sollte, mußten alle drei Öfen zur gleichen Zeit mit der Regeneration anfangen und aufhören. Sollte man dies nicht, müßte für jeden Ofen ein gesondertes Kreislauf-Gasgebläse vorgesehen werden.

Der jetzt abgeschlossene Versuch von Herrn Dr. Novotny ergab, daß die Regenerationsperiode kürzer sein kann als die Reaktionsperiode um auch die geforderte Alkylatleistung zu erreichen. Legt man die genannten Zahlen, also 26 % Umsatz, 87 % Ausbeute und eine Kontaktbelastung von 800 zugrunde, müßte bei der oben geforderten Produktion die Reaktionsperiode 6 Stunden und Regenerationsperiode 4 1/2 Stunden dauern, was nach Rücksprache von Herrn Dr. Novotny ohne weiteres möglich wäre. Hierbei tritt nun, wenn man wie früher vorgesehen fährt, folgende Schwierigkeit auf: Siehe Bild 1:

3 Öfen fahren 6 Stunden in Reaktion und die anderen 3 Öfen 4 1/2 Stunden in Regeneration. Während 1 1/2 Stunden müssen dann aber gleichzeitig 6 Öfen in Reaktion fahren. In diesen 1 1/2 Stunden fällt nun ein Überhang von 9 800 m³ Spaltgas an, die gespeichert werden müßten. Der Gasometer faßt nur 5 000 m³. es müßte also ein Gasometer von etwa 15 000 m³ Fassungsvermögen neu aufgestellt werden.

Wesentlich günstiger wäre die auf dem Bild 2 dargestellte Fahrweise, bei der die 6 Öfen immer 1/6 Periode verschoben, arbeiten. Wie auf Bild 2 ersichtlich, sind dann immer abwechselnd 4 bzw. 3 Öfen in Reaktion und 2 bzw. 3 in Regeneration. Der Gasometer hätte nur ein Überhang von ungefähr 800 m³ zu speichern; er ist also bei einem Fassungsvermögen von 5 000 m³ vollkommen ausreichend.

Diese Fahrweise bringt es aber mit sich, daß nunmehr alle Öfen mit demselben Regenerationsgas mit niedrigem Sauerstoffgehalt fahren müssen, wenn man mit einem Regenerationsgas-Kreislauf auskommen will. Eine Steigerung des Sauerstoffgehaltes gegen Ende der Periode wäre nicht mehr möglich. Falls diese Steigerung doch notwendig oder erwünscht wäre, müßte für jeden Kontaktöfen ein gesondertes Kreislauf-Gasgebläse vorgesehen werden, möglicherweise würde es auch genügen, 2 Kreisläufe in Gang zu halten, einen mit etwa 2 % Sauerstoff und einen mit etwa 4 %, was allerdings die Schaltung wieder verkomplizieren würde. Diese Frage müßte in einer Besprechung noch einmal geklärt werden.

*hatte von dem
5.10.43 auf
mit Org. Böttg.*

Verteiler: O.I. Dr. Sackmann/D.I. Weidmann
Dir. Dr. Herold
Dr. Novotny
Dr. Hanisch/Dr. Fischer/Dr. Strätz
O.I. Keinke

gez. Keinke

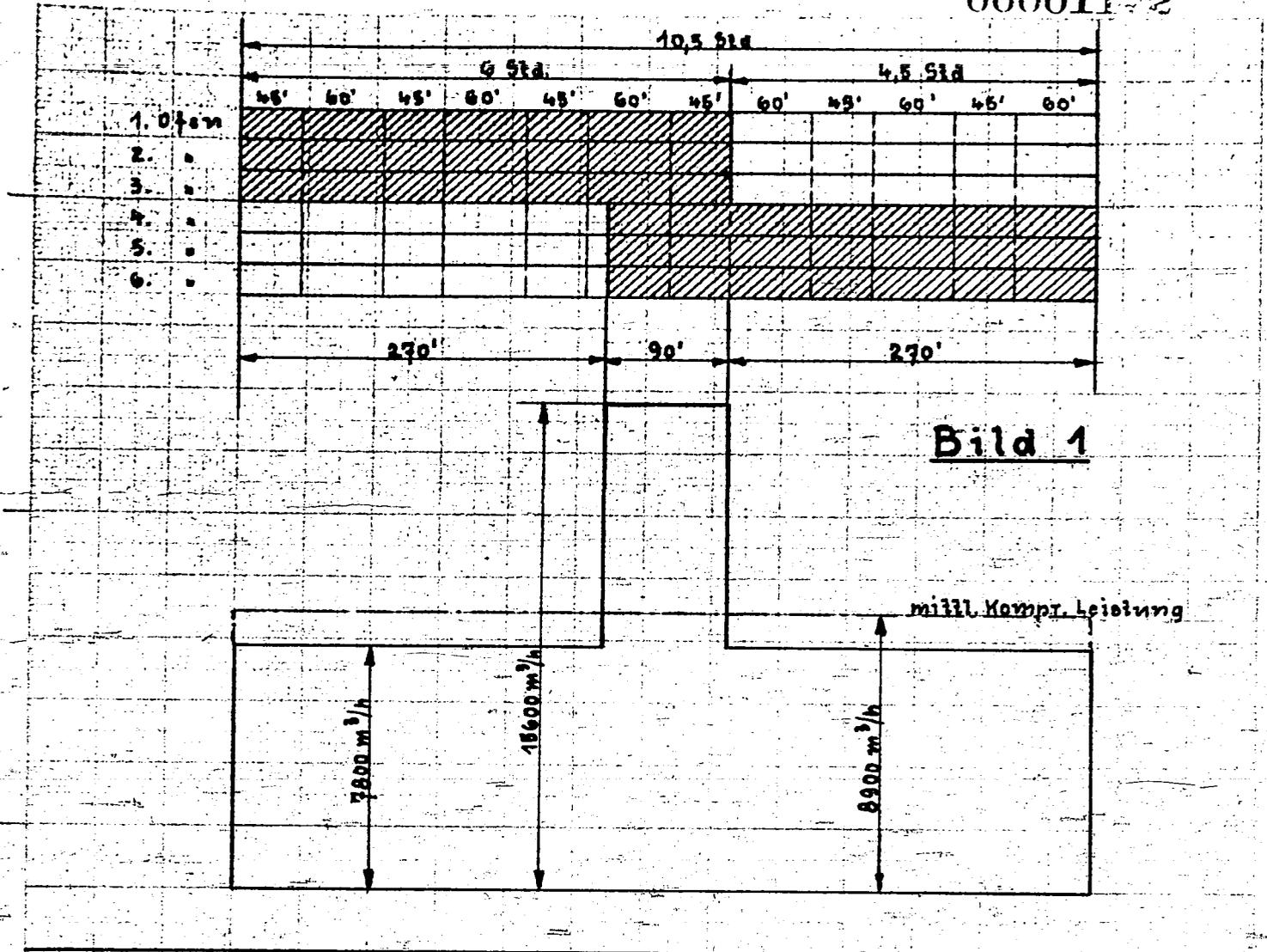


Bild 1

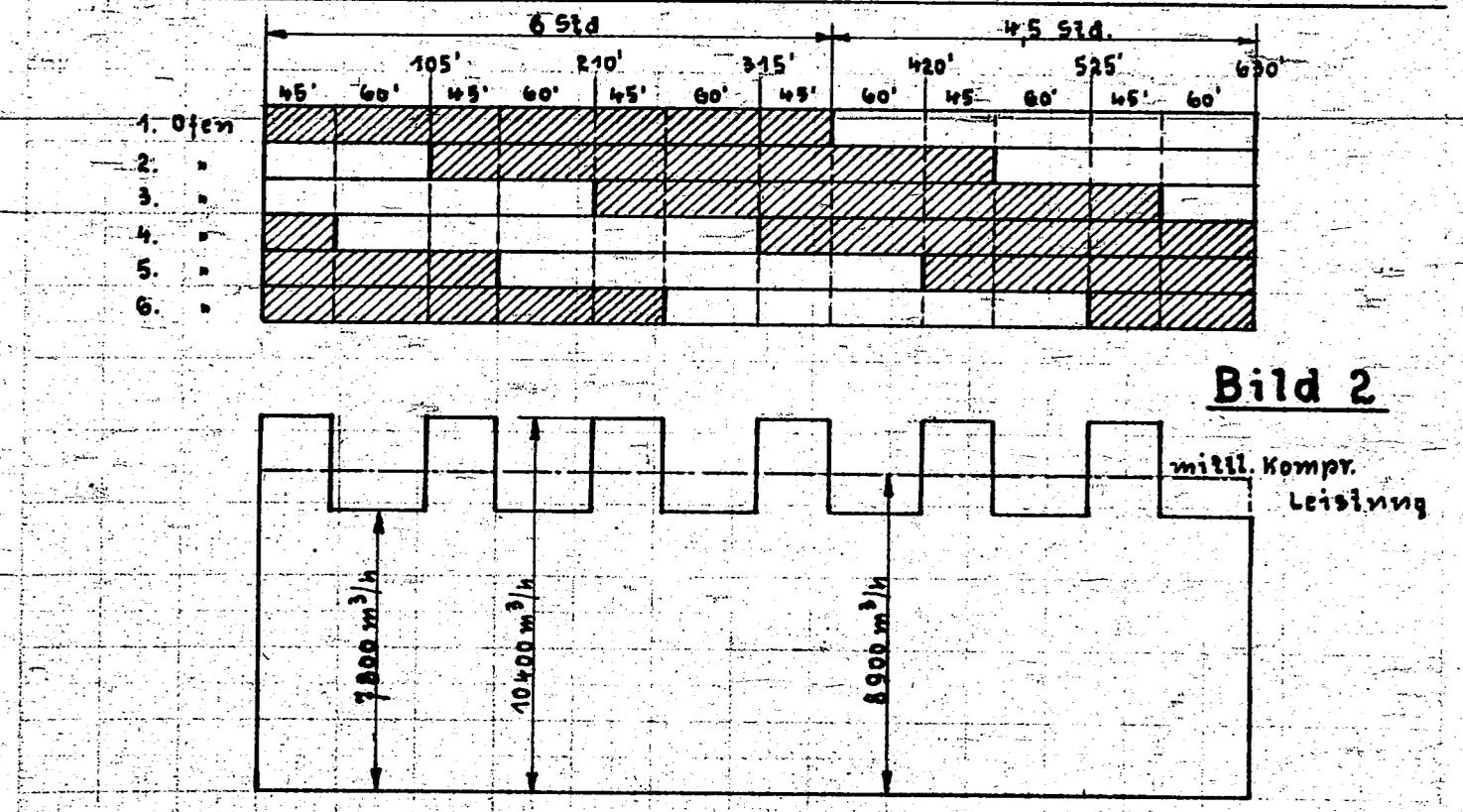
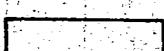


Bild 2

Ammoniakwerk  **Reaktion**  **Regeneration** L. d. 14.9.43
 Merzbach G.m.b.H. *Rgn* *tip*
 z. Aktennotiz v. 14.9.43 (Festbettöfen) M Sk 456/1-

Aktennotiz

Verarbeitung von Propylen bzw. Propan in AT-Anlagen

Zum Schreiben des Gebechem vom 12.5.1944.

Im Folgenden sei Stellung genommen zu der Frage des Gebechem, in den AT-Anlagen anstelle von Butylen als Olefinkomponente Propylen einzusetzen.

Allgemein sei vorausgeschickt, daß über Alkylierung des Isobutans mit konzentriertem Propylen hier keine genügenden Erfahrungen vorliegen. Aus amerikanischen Mitteilungen und aus eigenen Versuchsergebnissen über Alkylierung mit propylenhaltigem (bis 15 %) Butylen und über Alkylierung von Isopentan mit Propylen glauben wir jedoch den Schluß ziehen zu können, daß die Schwefelsäure-Alkylierung bei Anwendung von Propylen zu sehr hohen Säureverbräuchen (50 % vom Alkylat und mehr) führt und daß die Alkylierung selbst bei höheren Temperaturen (25° und höher) durchgeführt werden muß, wofür unsere Betriebsapparaturen (10 stü zulässiger Druck) nicht vorgesehen sind. Hinsichtlich der angezogenen Mitteilung aus der amerikanischen Treibstoffindustrie über Herstellung von Dimethylpentan aus Isobutan und Propylen wäre es interessant zu wissen, ob in diesem Falle überhaupt Schwefelsäure angewandt wird als Katalysator.

Im Einzelnen - das Technische und Apparative wurde mit Herrn O.I. Keinke besprochen - haben wir Folgendes zu sagen:

1.) Dehydrierung von Propan

Da sicher nicht genügend C₃- und C₄-Olefin zur Verfügung stehen wird, müssen die entsprechenden Paraffin-Kohlenwasserstoffe dehydriert werden. Wenn alles n-Butan zu i-Butan isomerisiert wird, so handelt es sich also nur noch um eine Dehydrierung des Propan.

Auf Grund unserer Propan-Dehydrierversuche müssen wir folgende Daten zugrundelegen:

Fahrperiode 6 Stdn., Regenerationszeit ca. 4 Stdn. (bei gleichbleibendem O₂-Gehalt im Blasegas etwa 1 1/2 %).

Belastung 800 Volumen, Umsatz 20 %, Ausbeute 88 %, Koksbildung 3 % vom eingesetzten Propan.

Festbettfahrweise im beheizten Röhrenofen.

Bei Zugrundelegung dieser Daten würde beispielsweise die Leunaer Anlage bei 6 im Betrieb befindlichen Öfen eine Jahresproduktion von 20 000 t_a Propylen ergeben. (Schleuskontaktfahrweise würde wahrscheinlich zu hohen Kontaktverbräuchen führen.)

Technisch ergibt sich dabei Folgendes:

Da alle Butanbehälter und der Verdampfer nur für Betriebsdrücke bis zu 10 atm ausgelegt sind, muß das Propan gekühlt werden. Es darf an keiner Stelle über 25° kommen (Sicherheitsventile!).

Die Wärmeaustauscher und Ofen können unverändert übernommen werden. Das für die in den Öfen selbst stattfindende Wiederbelegung des Kontaktes notwendige Blasegas (etwa 20 000 cbm/Std.) müßte durch 3 neu zu erstellende einstufige Umlaufkolbenpumpen (für 5 atm) umgewälzt werden.

Bei Betrachtung des weiteren Weges ergeben sich bei der Kompression und bei der Ölwäsche beachtliche notwendige Umstellungen. Da die Kompression nur auf 9 atm ausgelegt ist, müßte also mit Kälte statt Wasser gekühlt werden. Das nicht kondensierte Dehydriergas geht zu einem sehr großen Teil (mindestens 35 %) in die Ölwäsche. Diese ist für derartige Mengen viel zu klein. Ein flüchtiger Überschlag ergab eine notwendige Ölmenge von etwa 50 cbm, was einen zusätzlichen Eisenbedarf von ca. 2 bis 300 t_a Eisen bedeutet.

Um allzu große Verluste an C₃ hier zu vermeiden, ist man gezwungen, einen größeren Prozentsatz an Inertgas (H bis C₂) im Öl-gewaschenen Kondensat zu belassen und diese in einer nachfolgenden Stabilisationskolonne herauszuholen. Es sei darauf hingewiesen, daß die in Leuna vorhandene Kolonne hierfür ausreichen würde, daß aber in den übrigen AT-Anlagen an dieser Stelle überhaupt keine Stabilisation vorgesehen ist. Für den notwendigen reichlichen C₂-Rückfluß ist eine Kältekühlung erforderlich. Außerdem muß für die höheren Drücke eine neue Einspritzpumpe (für etwa 30 atü) beschafft werden. Im Interesse der nachfolgenden Alkylierung muß hier auf rein C₃-Sumpf gearbeitet werden, was einen gewissen Ausbeuteverlust mit sich bringen dürfte.

Um in den vorhandenen nachgeschalteten Alkylierapparaturen überhaupt eine Alkylierung des Propylens durchführen zu können, ist eine vorherige Abtrennung des Propans vom Propylen erforderlich, weil andernfalls die entstehenden Betriebsdrücke zu hoch würden und insbesondere der Innere Kühlkreislauf mit Propan nicht durchführbar ist (Kompressoren, Drücke, Kondensatoren).

Wenn entgegen der eingangs gemachten Annahme auch noch überschüssige n-Buten mit dehydriert werden muß, so müßte die Dehydrierung dieser beiden Paraffin-Kohlenwasserstoffe schon aus dem Grunde getrennt geschehen, weil eine Herausnahme des Propans mit Rücksicht auf seine Siedelage nur durch 2 große getrennte Kolonnen möglich wäre.

Im übrigen erscheint uns eine gemeinsame Dehydrierung mit einem selbst konzentrierten Propylen-Butylen-Gemisch undurchführbar mit Rücksicht auf die für die beiden Olefine verschiedenen optimalen Alkylierbedingungen.

2.) Alkylierung

Essentielle Apparaturen dieser Stufe sind für 10 Atm. Höchstdruck ausgelegt. Dieser Druck würde ausreichen, wenn also, wie schon gesagt, für Abwesenheit nennenswerter Mengen Inertgas (Propan) gesorgt wurde. Zu dem eingangs erwähnten, wahrscheinlich sehr hohem Säureverbrauch ist zu bemerken, daß dieser in der Hauptsache dadurch begründet ist, daß die Propylschwefelsäure im Gegensatz zur Butylschwefelsäure sehr viel schwerer in die Alkylierreaktion eingeht und somit einen hohen Säureverbrauch auch Propanenverleib mit sich bringt. Die propylschwefelsäure unterscheidet sich in der Dichte nicht sehr stark von der des Alkylats, so daß auch bei der Abscheidung dieser große Schwierigkeiten zu erwarten sind.

Da die meisten verfügbaren Destillatfraktionen auf ein Erdöl basieren, so sind die n-Buten- und Propylschwefelsäuredestillationen, die in der Kolonne vor dem Propylschwefelsäureabscheider durchzuführen sind, als nachteilig anzusehen. In einer detaillierten Kalkulation sollte die Möglichkeit untersucht werden, ob die n-Buten- und Propylschwefelsäuredestillationen durch andere Verfahren ersetzt werden können.

Die jetzigen Propylkolonnen müßten nachträglich durch geeignete Kolonnen ersetzt werden, die auch für die nachfolgenden Mengen Propan verwendet werden können. Das Sumpfpentan (Propan) ist in die Dehydrierung einzuführen.

Zusammenfassend ist zu sagen, daß die Verarbeitung von Propan in den vorhandenen AT-Anlagen nur nach ausreichenden und längeren Zeitdauer während intensiven Untersuchungen und eingehenden Nachprüfungen der Anlagen durchführbar werden kann. Außerdem sind eingehende betriebliche Betriebsanalysen erforderlich. Es erscheint uns an der Wahrscheinlichkeit, daß der Schwefelsäurebedarf im Rahmen des Erträglichem gehalten werden kann. Über Gesamterträge des Prozesses (bezogen auf Propan) und über Qualität des Endproduktes können wir genauere Angaben nicht machen.

Dr. Herren Dir. Dr. Giesen, Dir. Dr. Herold, O. I. Keinke,

AWP. 3x, Dr. Kaufmann, Dr. Nowotny

00001175

Alkylation

Bag 3043 - 9

Target 30/4/02

00001176

Stand der Arbeiten über die Schwefelsäure-Alkylierung in Leuna

Nachdem die Hauptreaktionsbedingungen sowie der Säureverbrauch bei der Alkylierung von Isobutan mit n-Butylen und i-Butylen erkannt und durch Versuche im kleintechnischen Maßstab erhärtet waren, beschäftigten wir uns vor allem mit der Alkylierung von n-Butylen in Gegenwart bestimmter Alkylat-, Isobutan- und n-Butankonzentrationen im Reaktionsraum, sowie mit der Entwicklung für die Alkylierung besonders geeigneter und leicht ins großtechnische zu übertragende Reaktionsräume.

Die Höhe des Alkylat- und n-Butanspiegels bestimmen die Größe der Stabilisation sowie deren n-Butan-Isobutandestillation, deren Kosten die Alkylierung wirtschaftlich stark belasten. Man wünscht deshalb mit möglichst hoher Alkylatkonzentration und vor allem hoher n-Butankonzentration zu arbeiten, ohne zu große Einbuße in Produktmenge und Produktqualität. In der Tabelle sind Werte aufgeführt, die den Einfluß des n-Butanspiegels bei verschiedenen Säurekonzentrationen auf die Produktbeschaffenheit zeigen.

Temp.	Führbedingungen Analyse des K. V. im Reaktor			Siedeanalyse des Alkylates				Okt. zahl	Säureverbr.
	Säurekonz.	Alkylat	n-Butan	98°	98-120°	120-170°	170°		
0°	97,9	1,5	3,9	1,8	90,9	3,7 X	4,1	97,0	
0°	97,0	2,0	14,4	4,5	86,6	4,5 X	4,4	97,0	
0°	96,8	3,3	38,0	6,1	80,2	7,6	6,1	96,0	
0°	92,8	0,2	42,7	10,9	71,8	9,2	8,1	94,5	
0°	91,4	0,2	35,7	13,7	69,7	9,0	8,1	94,0	
0°	89,0	0,7	37,0	13,8	64,4	11,1	10,7	10%	
0°	83,3	1,5	32,0	14,2	58,2	12,0	15,6	92,5	

X Siedepunkte 130 140°

Man erkennt deutlich, daß mit steigendem Butanspiegel und fallender Säurekonzentration die Produkte hinsichtlich ihres Siedeverhaltens und ihrer C₄-Anteile ungünstig beeinflusst werden. Gleichzeitig kann man erhöhten Säureverbrauch feststellen.

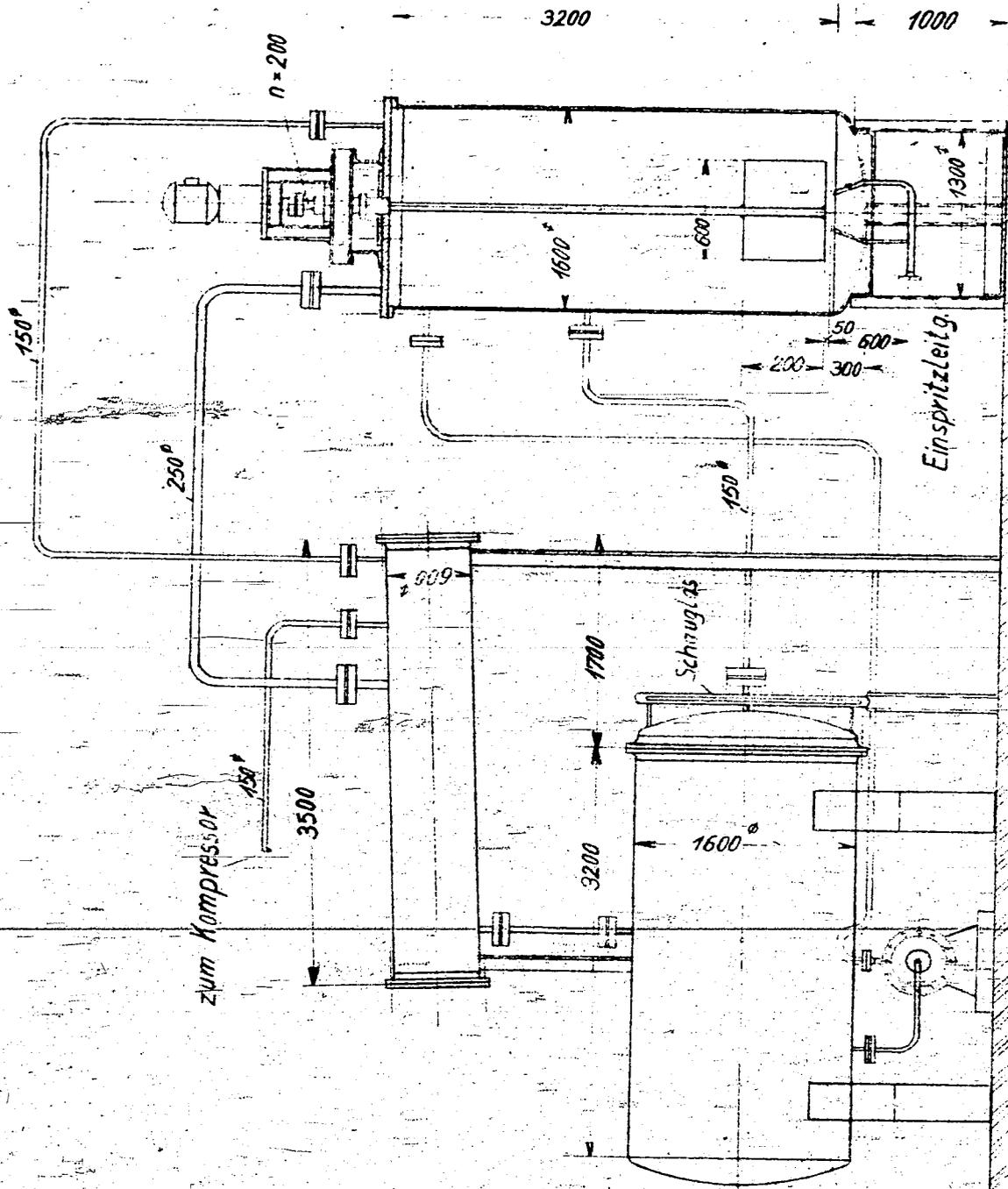
Die Destillation beruht auf eingestelltem n-C₄H₁₀ betragen bei einer Fahrweise mit durchschnittlich 15% Alkylat und 40% n-Butanspiegel im Mittel 213%.

Die Weiterentwicklung der Alkylierung wird vor allem dahingehen, daß n-Butylen von n-Butan vor der Alkylierung durch Hilfsmitteleinsatz zu trennen.

Bag Target

3043 -30/4.02

00001177



Bag Target
3043 - 30/4.02

M: 1:50

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.	AT 244 - Versuchsanlage.	0/1059
------------------------------------	-----------------------------	--------

DIN-Format A4

14. 3. 1941.

Versuchsprotokoll
AM 32/48 B

Eag. Target
3048, -30/4.02

00001178

Der in der Vorgang...
Verwendbarkeit...
zeigen...
ausgetestet...
dagegen...
bis zum...
1-C₄H₈...
An...

100...
verkleinert...
aus...
0,5...
genommen...

mit 110...

mit 200...

Bei...
von 200...

Das...

Nach...

Im folgenden wurde die Rührplatte, um die wirklich notwendige Größe der Platten zu finden, wieder verkleinert. $h = 200$, $\phi = 500$. Bei einer Fahrzeit von über 12 Std. konst. Einspritzung von 220 l $i-C_4H_8/h$ wurden folgende Ergebnisse erzielt.

-98	98-120°	120-170°	170°	O.Z. Motormeth.
13,0%	69,1%	9,1%	8,8%	95,5

Das Ende des Versuches wurde durch zu starkes Überreißen der Säure bestimmt. Der stündliche Stromverbrauch dieses Rührers war bei 0° Emulsionstemperatur 2-3 kW.

Die Ergebnisse lassen erkennen: daß im großen Rührbehälter mindestens die gleich guten Ergebnisse erzielt werden, wie in kleinen Rührbehältern.

g Herrn Dr. Herold
" Dr. Kaufmann
" DI. Weidmann
" Dr. Pohl

Leuna Werke, den 9. Juni 1942

00001180

Besprechung in Ludwigshafen am 15.-16.3.1942

Stand der n-Butan-Dehydrierung in Leuna

Zwei Kontakte wurden entwickelt. Kontakt 5530 auf Basis unpeptisierte Aluminattonerde und Kontakt 3675, Basis peptisierte Aluminattonerde. Beides Knetkontakte mit 10 % Cr₂O₃ und 2 % K₂O. 5530 ist schon jetzt großtechnisch herstellbar. Für die großtechnische Herstellung von 3675 sind die Arbeiten im Gange.

Ergebnisse im Labor-Versuchssofen

Durchmesser 14 mm, Kontaktvolumen 25 cm. Laufzeit 400 Dehydrierstunden, Belastung 1 : 1000.

	Umsatz	Ausbeute	C-Abscheidung bez. auf ^{eingeführtes} n-Butan
Kontakt 5530	30 %	88 - 90 %	1 % - 1,2
" 3675	33 %	92 - 94 %	1 %

Bei Kontakt 5530 muß die Temperatur schon nach 30 - 60 Dehydrierstunden auf über 560° genommen werden, während bei Kontakt 3675 erst nach 300 Stunden auf über 560° gesteigert zu werden braucht, welcher Umstand sich auf die Ausbeute sehr günstig auswirkt.

Im halbtechnischen Versuchssofen

(60 mm Rohr, gasbeheizt) wurden mit Kontakt ⁵⁵³⁰ ~~3675~~ bei Belastung 650-700, 25 - 27 % Umsatz bei 81 - 82 % Ausbeute erreicht. Der Abrieb war sehr gering und betrug nur 0,2 - ~~0,5~~ % pro Schleusung.

Im technischen Betrieb wird für Kontakt 5530 mit 25 % Umsatz und 80 % Ausbeute bei Belastung 650 gerechnet, für 3675 mit 25 % Umsatz und 85 - 88 % Ausbeute bei Belastung 800.

Zusammensetzung des Dehydrier-Butylens:

Es sollte festgestellt werden, aus wieviel α - und β -Butylen das Dehydriergas besteht. Aus dem Dehydriergas wurde nach Abtreiben der niedersiedenden Anteile das Butylen mit AgNO₃-Lösung ausgewaschen. Die Siedeanalyse des nunmehr reinen Butylens in einer Tieftemperaturkolonne nach Koch und Hilberath ergab 43 % α - und 57 % β -Butylen, welche Werte mit den aus den theoretischen Gleichgewichten errechneten ungefähr übereinstimmen.

Stand der Alkylierung

Die Reaktionsbedingungen und deren Einflüsse auf Ausbeute, Qualität der Alkylate, sowie auf den Säureverbrauch wurden nochmals an Hand von Tabellen und Kurven im Lichtbild gezeigt und besprochen. Unter technischen Bedingungen werden Ausbeuten von 220 %, bez. auf n-C₄H₈ erreicht bei einem H₂SO₄-Verbrauch von 6 - 10 %. Die Oktanzahl des technischen Produktes beträgt 94 - 95 nach der C.F.R.-Motormethode gemessen. Anschließend wurde die technische Ausgestaltung der Produktionsanlage besprochen. Eine nochmals durchgeführte Rechnung ergab, daß eine teilweise Aufkonzentrierung des Butylens in der Ag-Wäsche bei gleichzeitiger Destillationsverkleinerung keine Erhöhung der Isobutankonzentration bringt. Zum Schluß wurde die Notwendigkeit weiterer motorischer Qualitätsprüfungen (Siedeende) besonders betont.

Stand der Isomerisierung

Die chemischen und technischen Unterlagen zum Bau der Isomerisieranlagen wurden vorgetragen. Die Isomerisierung arbeitet mit einem Umsatz von 30 % bei einer Ausbeute von 95 - 98 %. Der Kontaktverbrauch beträgt 0,5 - 0,7 % bez. auf hergestelltes Isobutan, falls das Eingangsbutan frei von Olefinen und höheren Kohlenwasserstoffen ist. Der H₂O-Gehalt soll nicht über 0,02 Gew% betragen. Der HCl-Gehalt im Ofeneinspritzprodukt beträgt 10 - 15 %. Der Isomerisierofen, ein Schachtofen, wird bei 100° und 16 atm und einer Belastung von 3 Vol (flüssig) bez. auf die eingefüllte Kontaktmenge betrieben. Bei einer Kontakthöhe von 1 000 beträgt die Füllkörperhöhe 2 000 mm. Als Kontakt wird eisenhaltiges AlCl₃ eingesetzt. Letzteres ist gegenüber eisenfreiem wesentlich aktiver. Bisher wurde in einem Ofen von 250-Ø gearbeitet. Versetzungen durch AlCl₃ konnten durch einen über dem Kontakt gelegenen freien Ofenraum vollständig vermieden werden. Anfängliche Schwierigkeiten in der Förderung des HCl-Butangemisches und der HCl-Destillation wurden behoben. Der Wärmehaushalt soll nochmals in einem Ofen von 500 Ø geprüft werden. Dieser Versuch ist inzwischen durchgeführt worden. Zwischen Ofeneingang und der Höchsttemperaturzone (in der untersten Kontaktschicht, oberhalb der Füllkörper) wurde ein Temperaturunterschied von 5 - 10° gemessen. Die Ofenmitte liegt 1 - 2° höher als die Kontakttemperatur an der Ofenwand. Es können danach Schachtofen beliebigen Durchmessers für die Isoanlagen verwendet werden!

Stand der Butylenkonzentrierung (Ag-Wäsche)

Es wurden Isothermen, Isobaren und Gleichgewichtskurven der Butylenaufnahme- und -abgabe gezeigt. Das Henry'sche Gesetz wird weitgehend befolgt. Eingehende Versuche in statischen und dynamischen Systemen, in denen mit gasförmigen und flüssigen Butan-Butylengemischen gearbeitet wurde, ergaben als günstigste Arbeitsweise die der reinen Flüssigphase. Eine 50 %ige AgNO₃-Lösung wird bei 0° möglichst intensiv mit den Kohlenwasserstoffen in einem Rührbehälter vermischt. Bei einer Verweilzeit von 5 sec. im Rührbehälter konnte ein Wirkungsgrad von nahezu 100 % erreicht werden. Zur technischen Durchführung wurde deshalb die Kaskadenanordnung gewählt. Eine halbertechnische Anlage mit 10 Kaskaden (5 in der Butylenaufnahme und 5 in der Butylenabgabe) wurde gebaut und wird in Kürze angefahren.

Poll

00001181

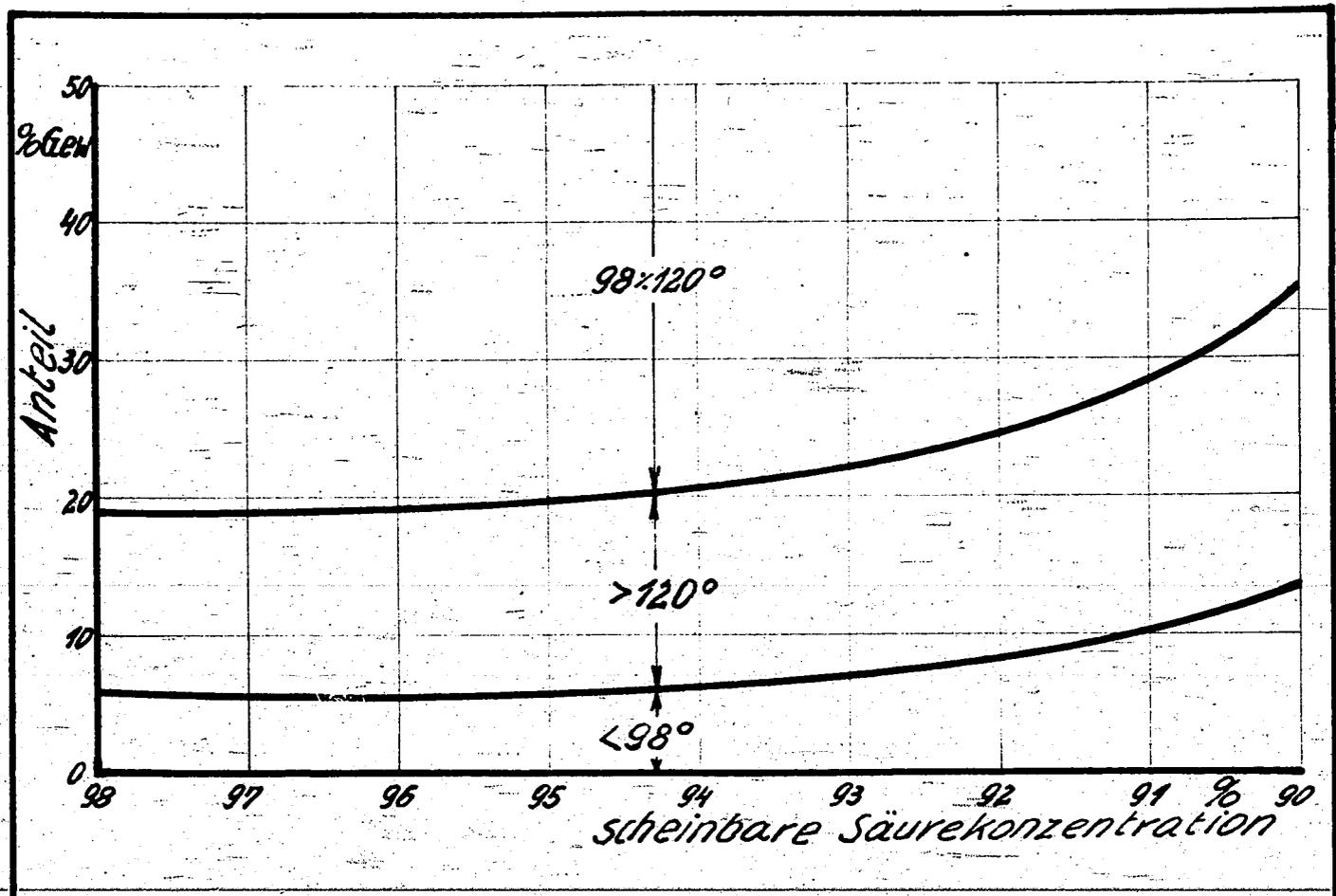
Aus Bericht Nr. 360, Dr. Pohl II, über die Herstellung klopfester isoparaffinischer Treibstoffe durch Alkylierung aliphatischer Kohlenwasserstoffe.

Kohlenwasserstoffe	Alkylat aus n-Butylen		Alkylat aus	T 52- Prod.	Siede- punkte der KW	Oktanzahl der Kohlen- wasserstoffe (Motormetho- de)
	70-80 Vol% Isobutan	45-50 Vol% Isobutan	Isobutylen 70-80 Vol% Isobutan			
	Anteile der nachgewiesenen KW					
2-Methylbutan	-	2,5	4	-	27,95°	90
2,3-Dimethylbutan	-	3,5	3	-	58 °	95
2,4-Dimethylpentan	-	2,0	2,0	-	80,7 °	80
3,3-Dimethylpentan	-	-	1,5	-	86 °	98
2,3-Dimethylpentan	-	-	0,5	-	89,8 °	
2,2,4-Trimethylpentan	35	30	35	55	99,3 °	100
2,3,4-Trimethylpentan	25	22	12	9	113,5 °	97
2,3,3-Trimethylpentan	32	25	15	15	115,5 °	99
Nicht sicher best. Kohlenwasserstoffe	5	5	2	3	99-113°	?
2,2,5-Trimethylhexan	-	-	5	-	124 °	91,2
C ₉ und höher	3	10	20	18	über 120°	?

bag 1 a i s t
3043 -30/4.02

00001182

1



Versuchslabor 1947	AT244 Siedeverhalten und Säurekonzentration	50800
-----------------------	---	-------

Bericht Dr. ...

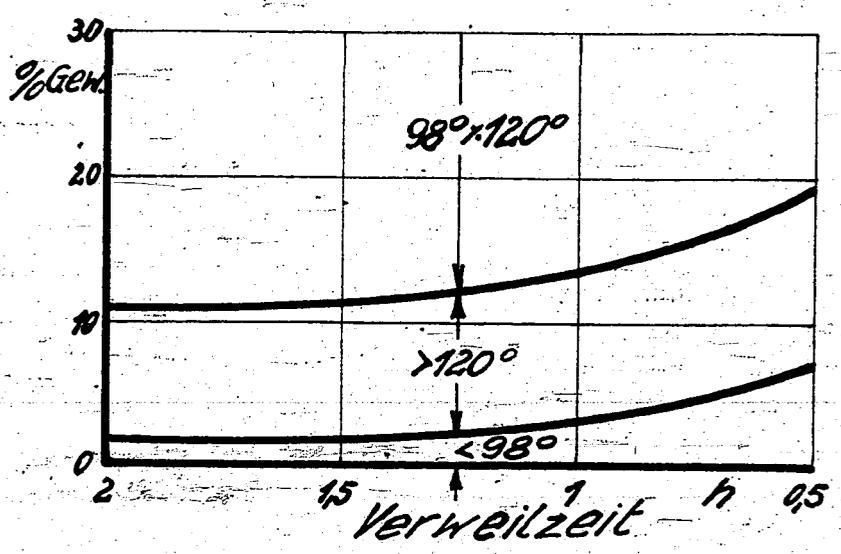
0/1077/1

17. April 1947

2

Bag Target
3043 -30/4.02

00001183

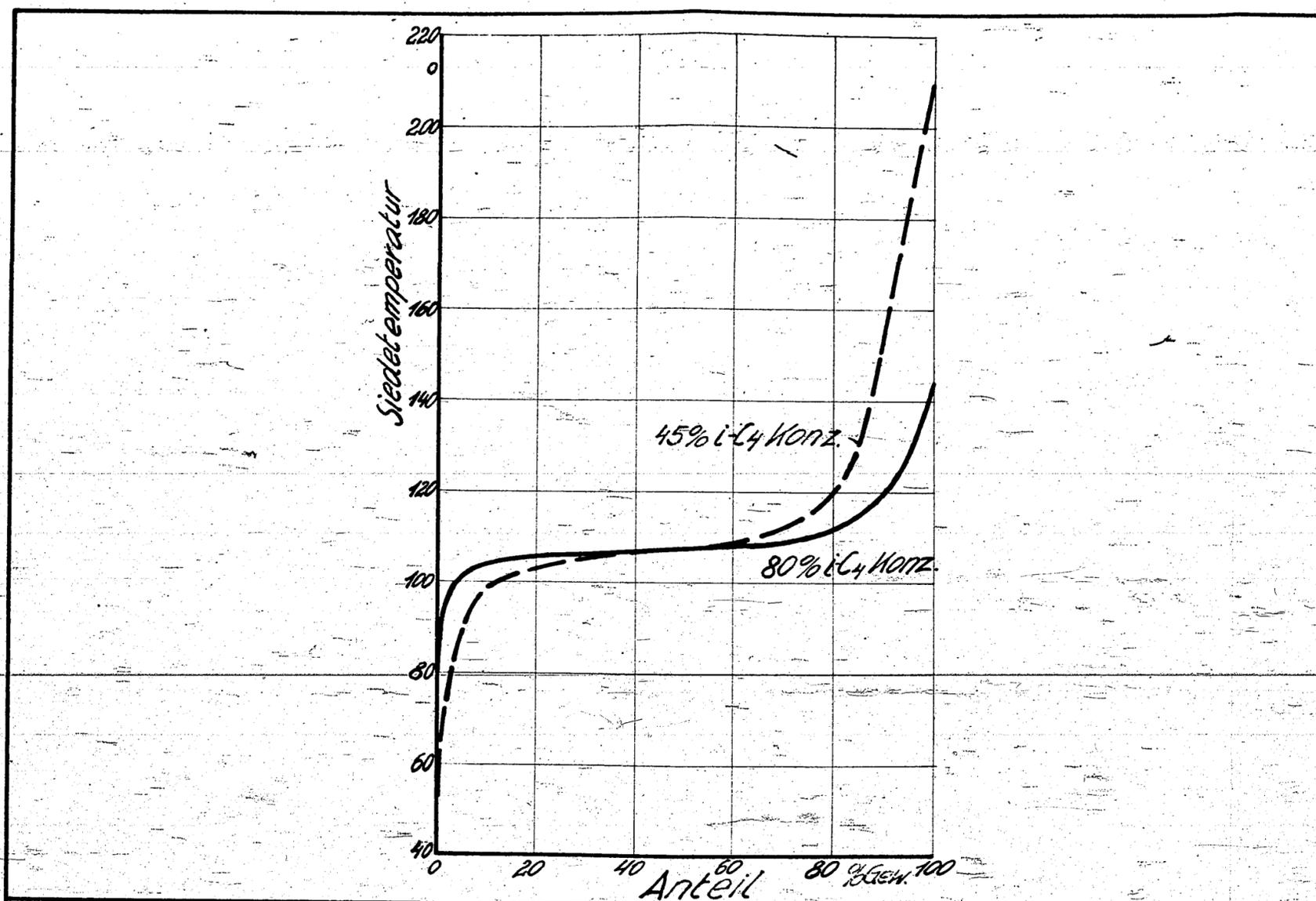


Versuchslabor 1941	AT 244 Siedeverhalten und Verweilzeit	50805
-----------------------	--	-------

Berlin

0/1077/6

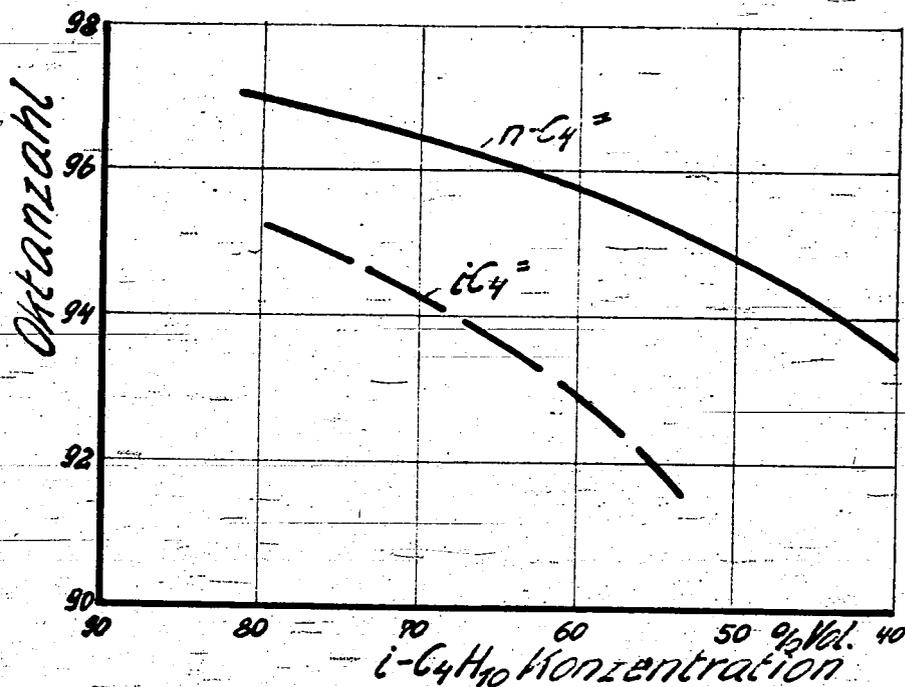
17.4.41



Versuchslabor 1941 AT244 Siedeverhalten v. Alkylaten 50802

Bag Target
3043 30/4.02

0/1077/3
17.11.41



Versuchslabor
1941

AT244

Oktananzahl und
i-C₄-Konzentration

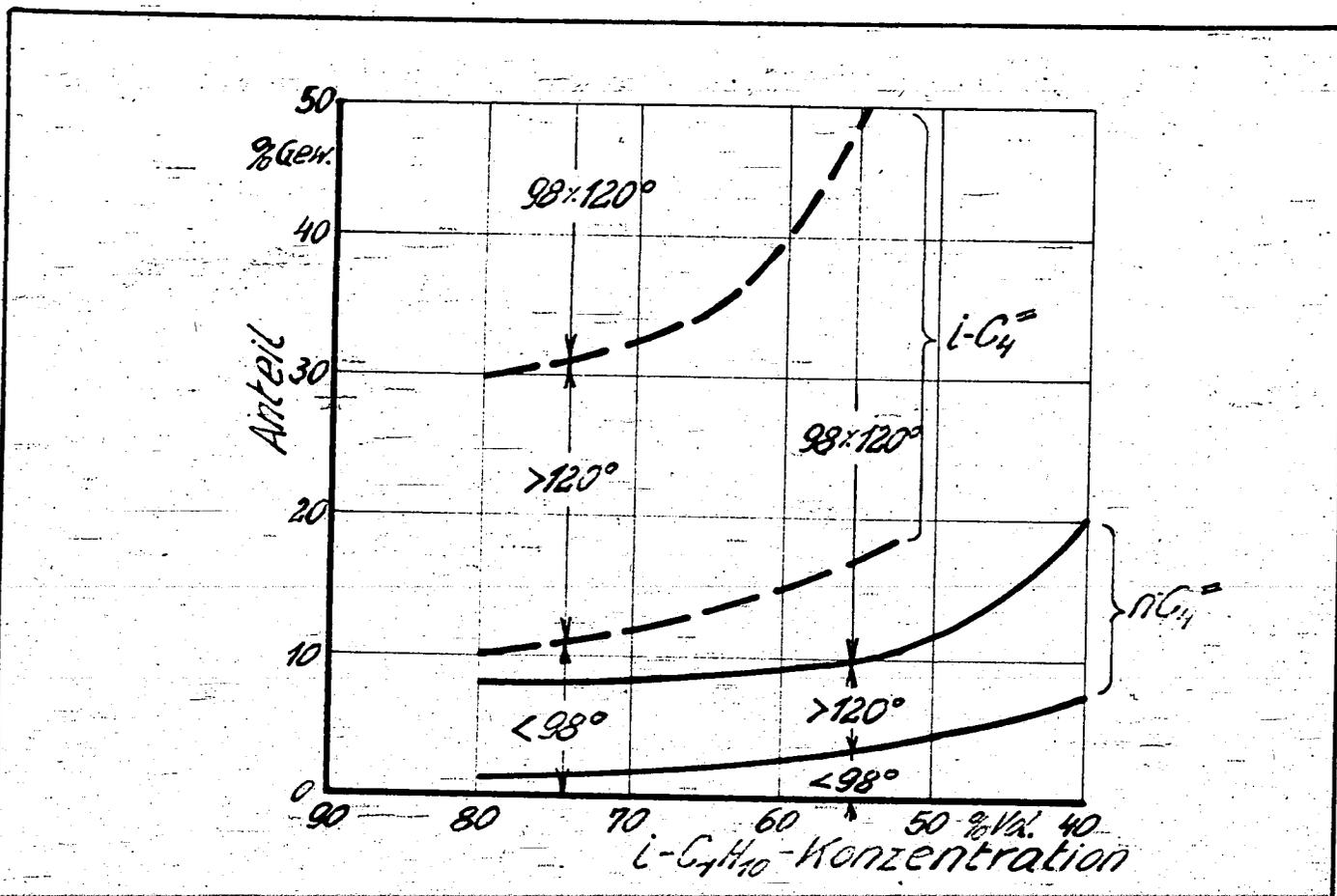
50803

Barion...

0/1077/4

1941...

Bag Target
3043 -30/4.0

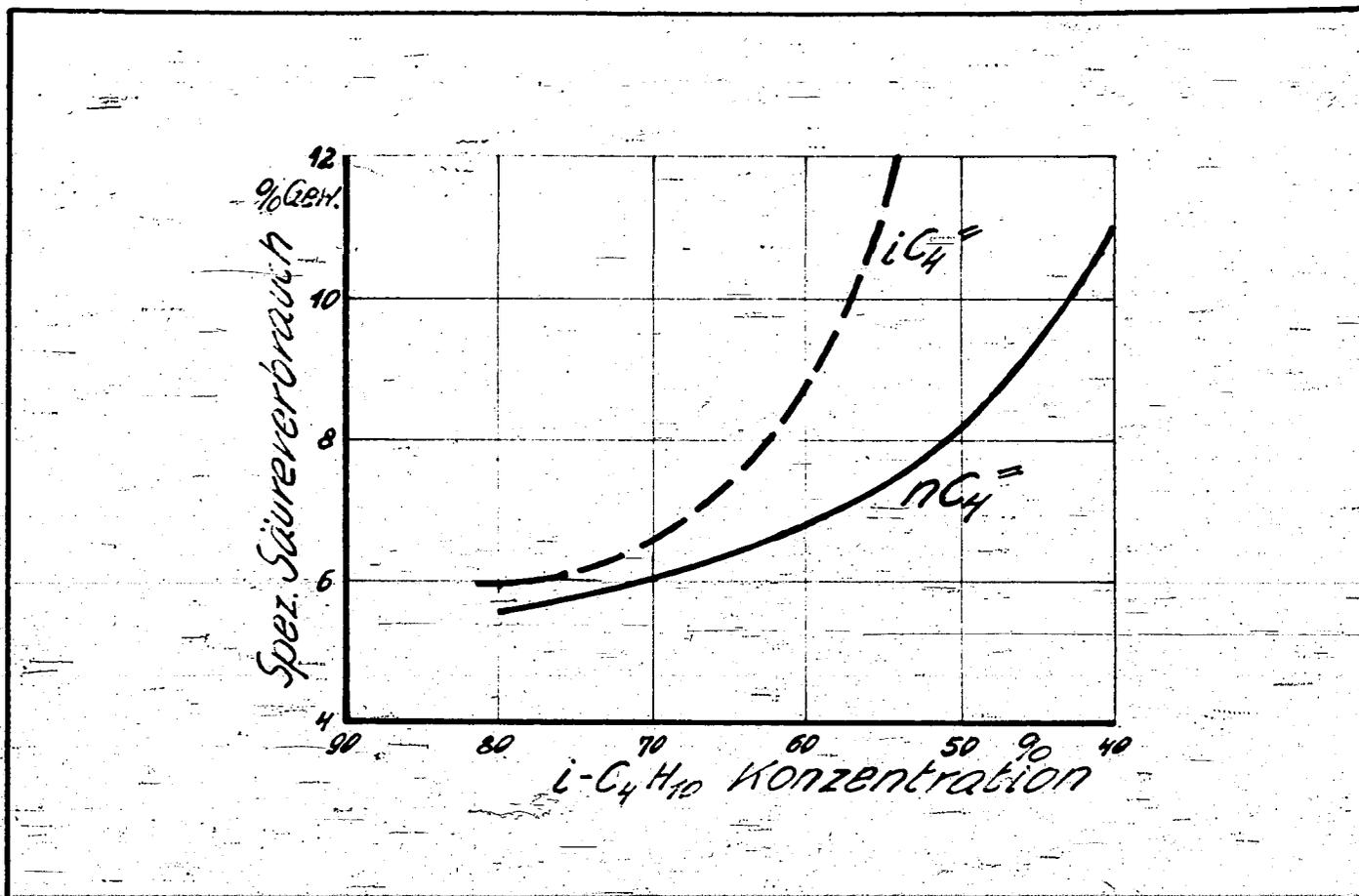


Versuchslabor 1941	AT244	Siedeverhalten und $i-C_4H_{10}$ -Konzentration	50802
-----------------------	--------------	--	-------

0/1077/12

00001137

Bag Target
3043 -3074.0

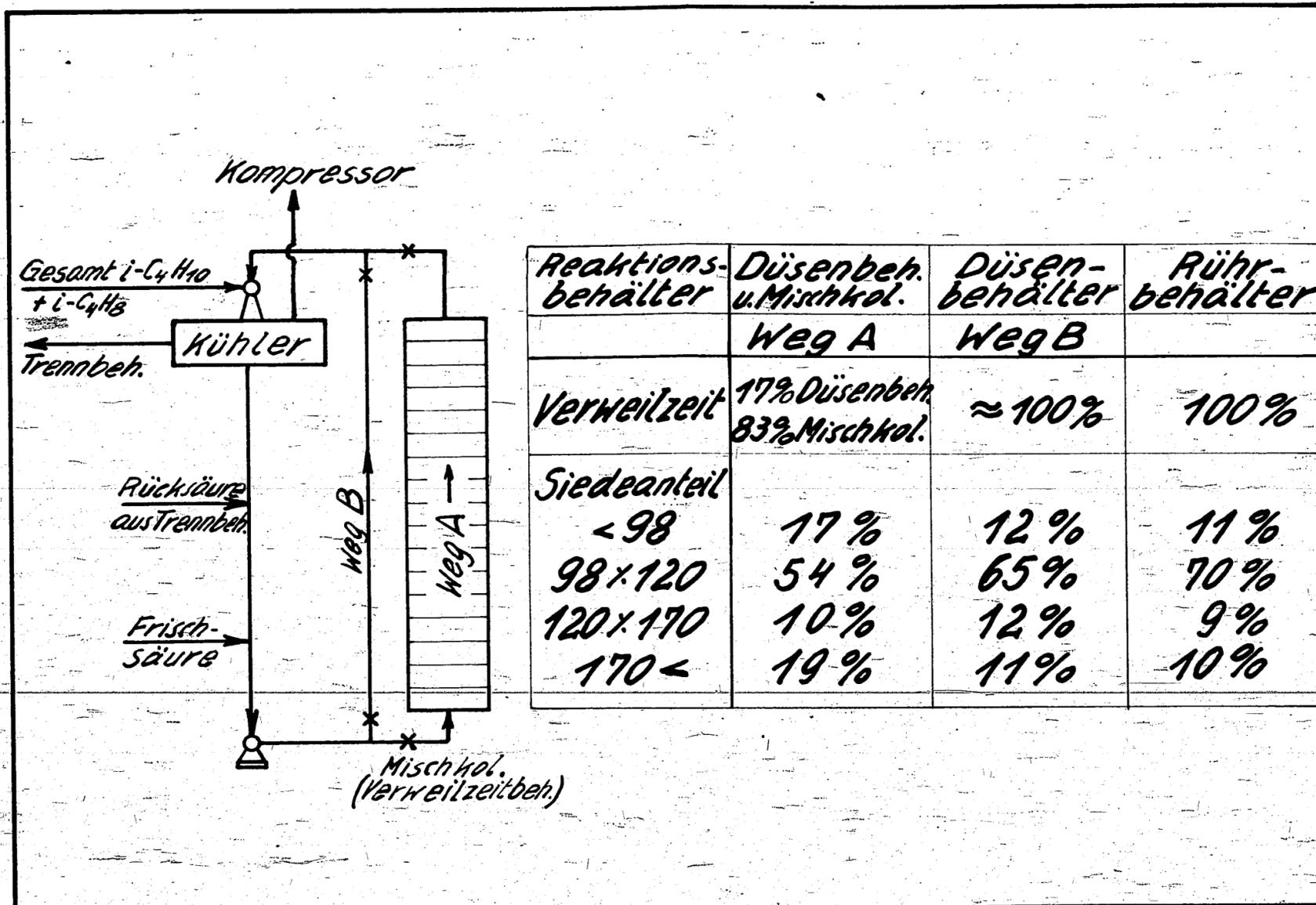


Versuchslabor 1947	AT244	Säureverbrauch (% Geh.) bez. auf AT-244-Rohprodukt.	50804
-----------------------	-------	--	-------

0/07-15
15000

00001188

Bag Target
3048 - 30/4.02



Reaktions-behälter	Düsenbeh. u. Mischkol.	Düsen-behälter	Rühr-behälter
	Weg A	Weg B	
Verweilzeit	17% Düsenbeh. 83% Mischkol.	≈ 100%	100%
Siedeanteil			
< 98	17%	12%	11%
98 x 120	54%	65%	70%
120 x 170	10%	12%	9%
170 <	19%	11%	10%

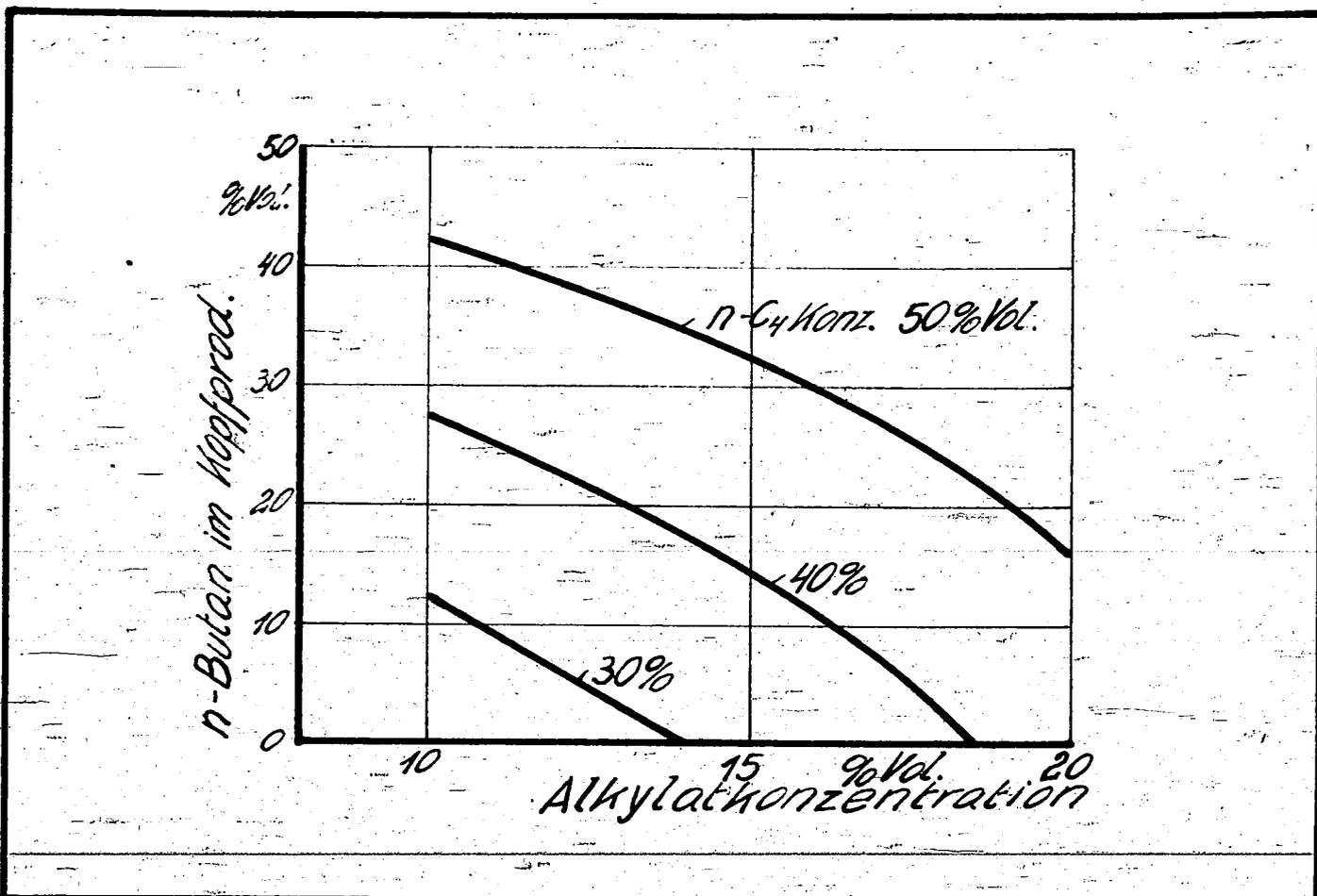
Versuchslabor 1941 **AT244** Verteilung d. Wärmeabfuhr 50806

0/1077/17
182

00001189

8

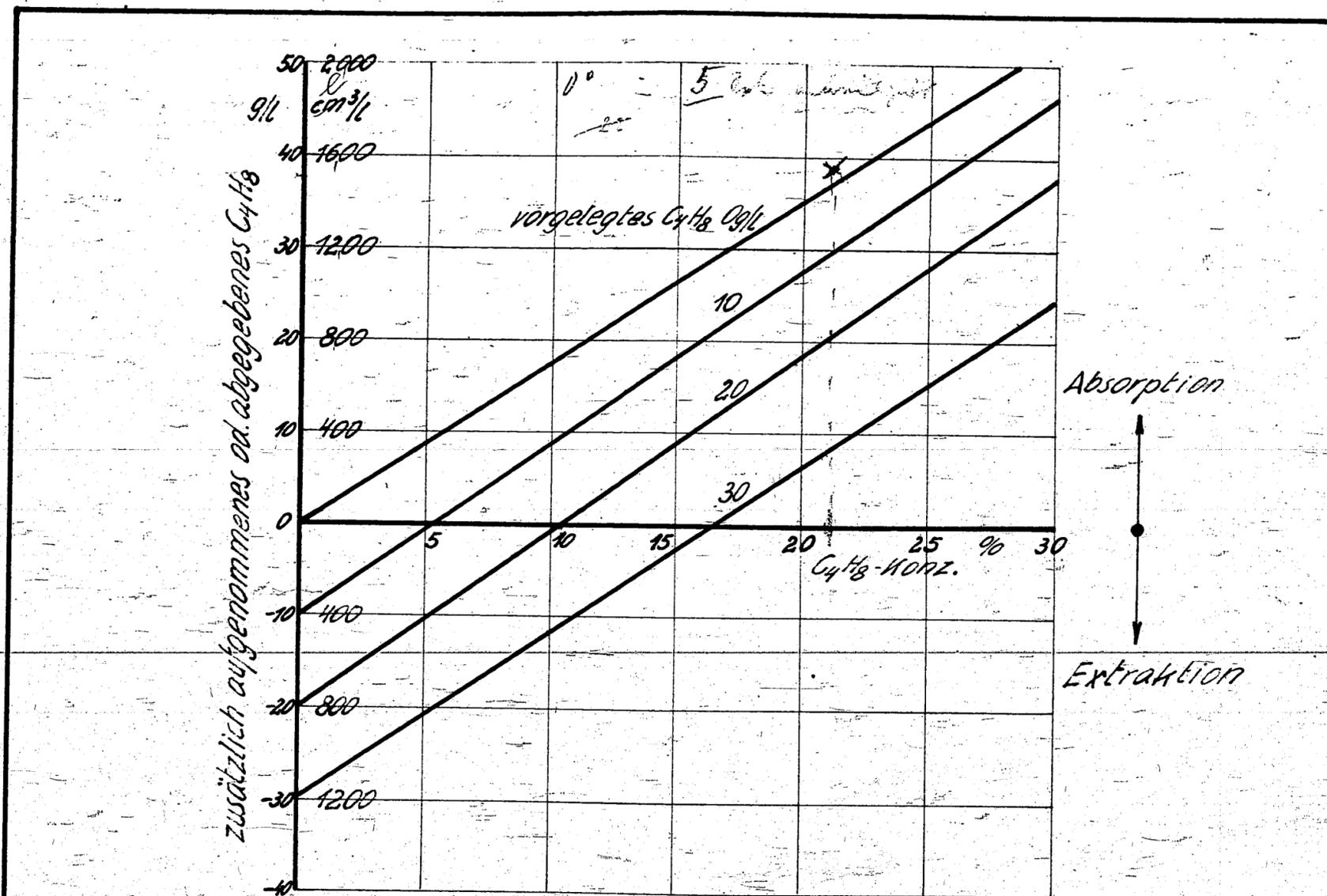
Bag Target
3043 - 3074



Versuchslabel 1941	AT244	t-Butankolonnen, Reinheit des Kopfprod.	50807
-----------------------	-------	--	-------

Bericht Dr. D. J. ...

0 / 1077/8



Bag Target
3043 30/4.02

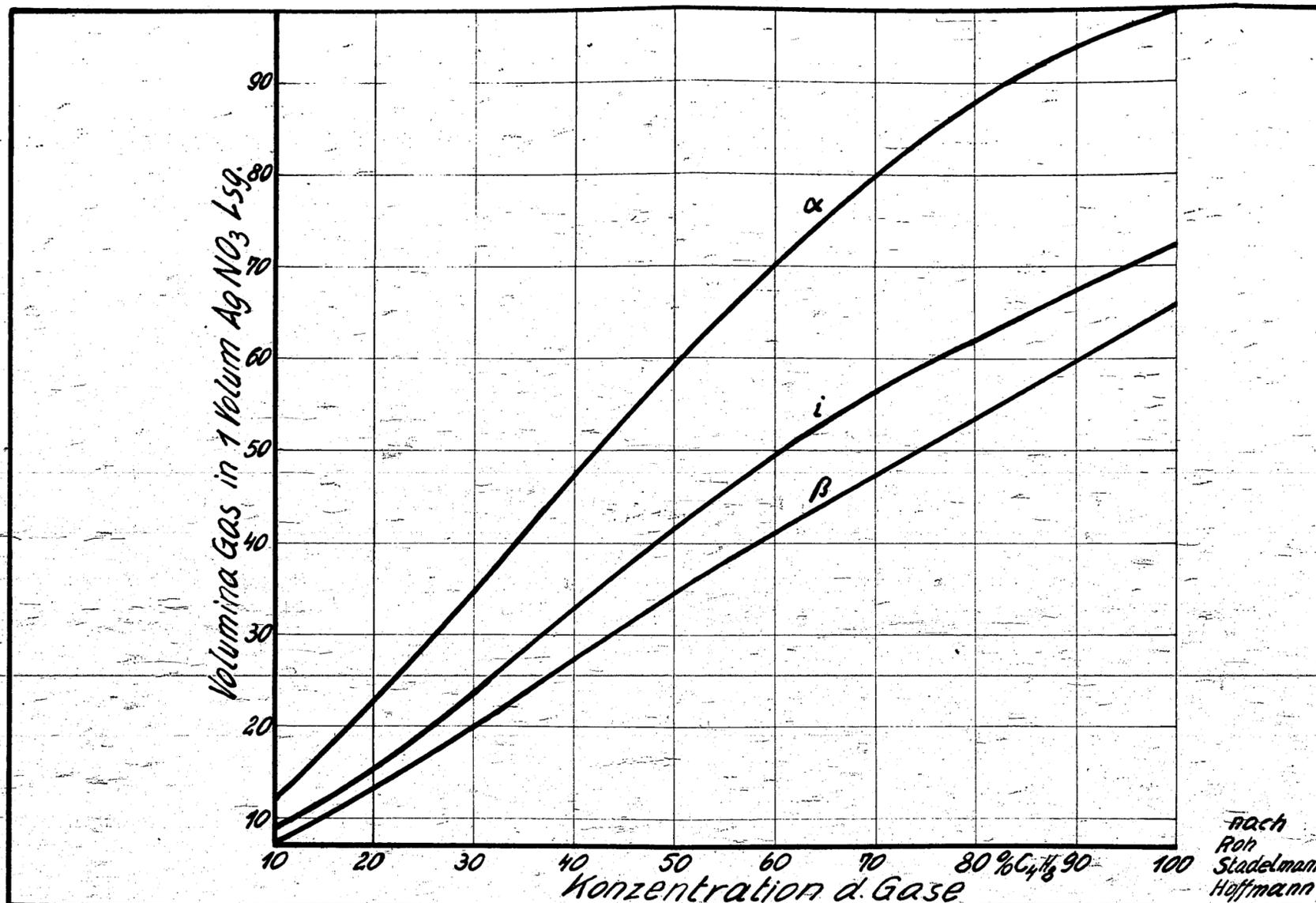
Bag Target
3043 30/4.02

Versuchslabor
1941

AT244 Butylenwäsche

50808

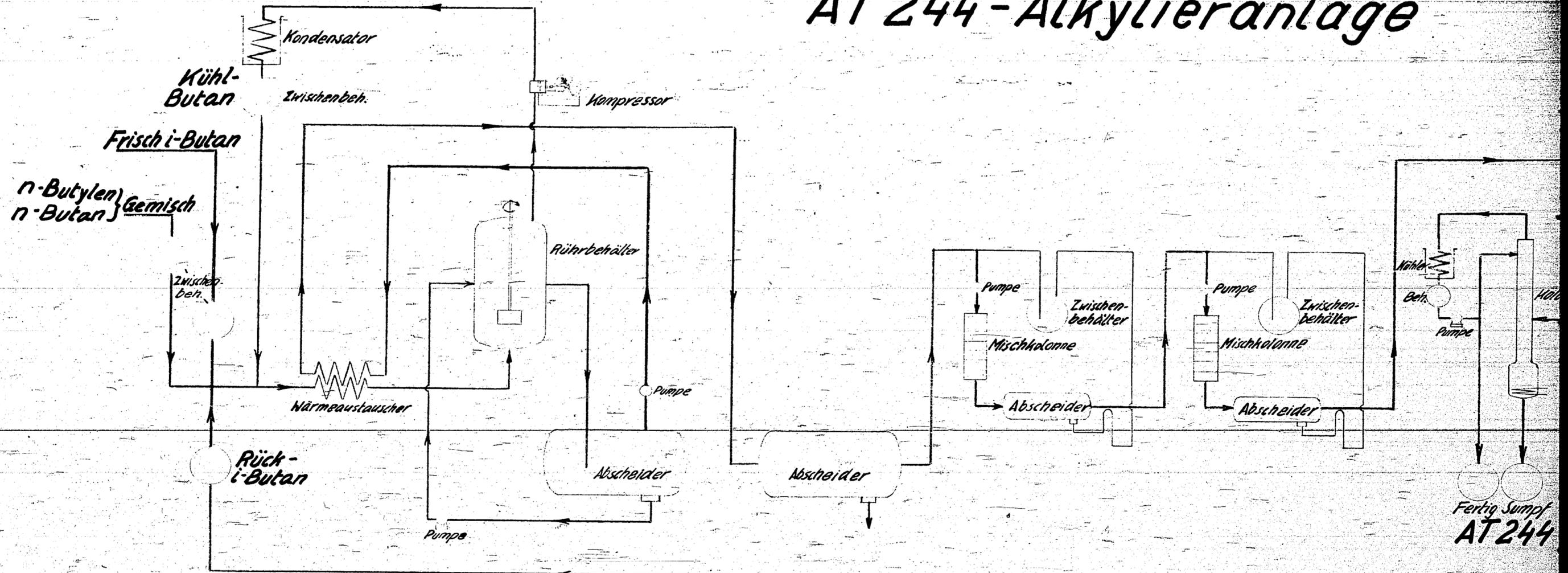
0/1077/9



Versuchslabor 1941	AT244	Löslichkeit d. Butylene in 50%iger AgNO ₃ -Lsg. t=2 x 3°	50809
-----------------------	-------	--	-------

0/1077/10
18.4.41. F. L. ...

AT 244 - Alkylieranlage



i-Butan, Butylen
Zwischenlager

Alkylieranlage mit Kälte-
erzeugung

Natronlauge-Wäsche | Wasser-Wäsche

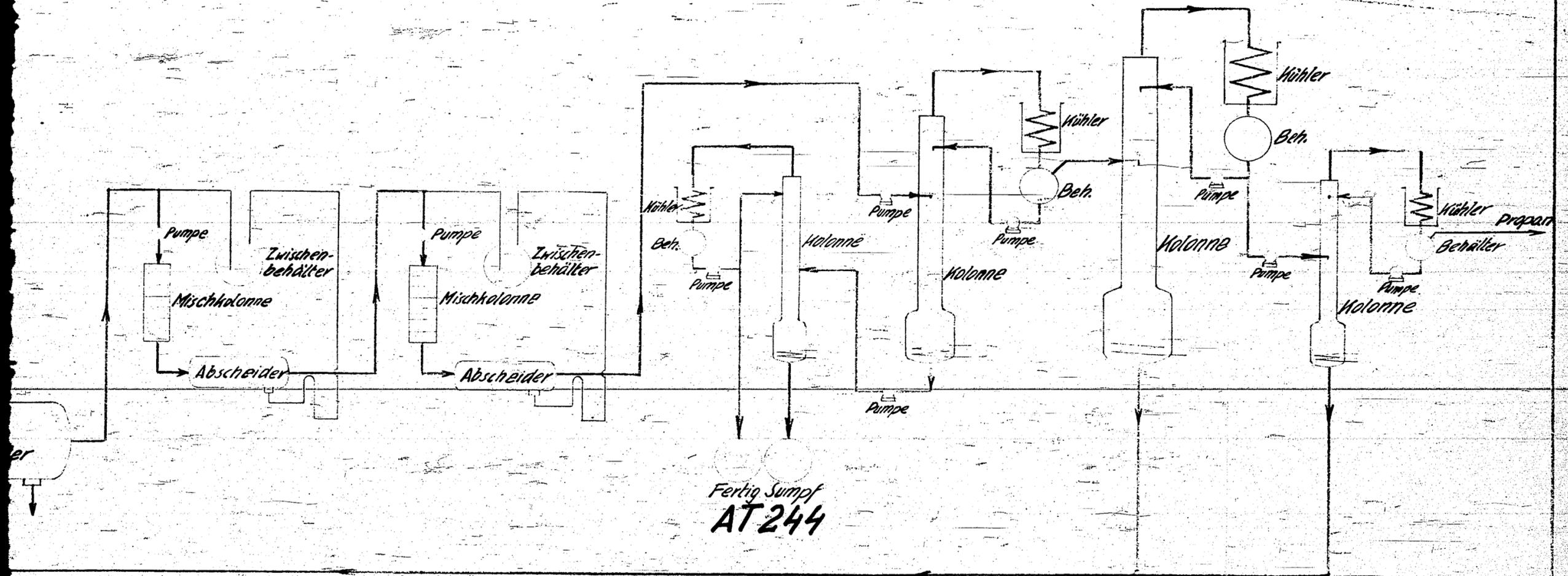
Redestillation

n

T 244 - Alkylieranlage

00001192

Bag Target
3048 - 30/4.02



Natronlauge-Wäsche | Wasser-Wäsche

Redestillation

n-Butan ^{zur Dehydrierung}

Destillationen

Stabilisation

n-i-Butan-Trennung

Propan-Trennung

011077hs

277
747

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

LEUNA WERKE (KREIS MERSEBURG) 00001193

POSTANSCHRIFT DES ABSENDERS Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung, Leuna Werke (Kr. Merseburg)

DRAHTWORT
Ammoniakwerk
Merseburg

FERNRUF
Merseburg
3831

GESCHÄFTSZEIT 7¹/₂-16³/₄ Uhr
Sonnabend 7¹/₂-13 Uhr
BESUCHE 9-12 Uhr außer Sonnabend

Herren

Dir. Dr. Burster - Du
Dir. Schaaf - Berlin
Dir. Dr. Köhler - Se i. Pa. Unde

Jan 1 Kurier Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 RStGB.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postförderung als „Einschreiben“.
3. Ausbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter gesichertem Verschluss.

J. Köhler 27. 7. 42
LEUNA WERKE
(Kr. Merseburg)

Ihre Zeichen

Ihre Nachricht vom

Unsere Nachricht vom
Brs./Kr.

Unsere Zeichen

22. Juli 1942

Betreff

Alkylat-Benzin.

Sir beziehen was auf die Mitteilung unseres Herrn Dr. Braus in der obigen Angelegenheit auf der letzten Sitzung der Sulfur Uko und die hierbei getroffene Vereinbarung und übersenden Ihnen mit der anliegenden Tabelle die Neuberechnung des Schwefelsäurebedarfs für die Alkylat-Benzin-Anlagen, welche die inzwischen eingetretenen Änderungen und Verfahrensverbesserungen berücksichtigt. Da Sie aus der Tabelle entnehmen, hat sich der Schwefelsäurebedarf auf nahezu die Hälfte (56 %) des früher veranschlagten ermässigt. Dies geht zu einem Teil darauf zurück, dass eine geringere Menge von Alkylat-Benzin erzeugt wird und zum anderen Teil darauf, dass es sich gezeigt hat, dass der Sulfurenbau anstatt auf 12,7 % vom Reibenzin (12,0 % vom Rohbenzin) auf 10 % vom Reibenzin ermässigt werden kann, wodurch sich ausserdem ein spezifisch kleinerer Säureverlust ergibt. Wir nehmen an, dass auch bei der heutigen Lage auf dem Schwefelsäuremarkt als gesichert gelten kann, dass die Alkylat-Anlagen mit der benötigten Schwefelsäure versorgt werden können. Wir möchten noch darauf verweisen, dass diese Angelegenheit besonders geheim behandelt werden muss.

Heil Hitler!

Anlage:

AMMONIAKWERK MERSEBURG
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Ø Herren

Dr. v. Staden ohne Anlage
 Dr. Herold " "
 Dr. Braus mit "
 A.W.P. (3 x) ohne "

Bag Target
3043, 304.02

Sämtliche Schriftstücke mit einem Durchschlag, Rechnungen mit zwei Durchschlägen erbeten.

Konten: Deutsche Länderbank Akt.-Ges. Berlin NW 7 Reichsbank-Giro Merseburg Nr. 186/81 Postscheck Berlin 122433

Me 26

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

00001194

I.G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft
Büro Sparte I
z.Hd.v.Herrn Dr. Ringer

Ludwigshafen a/Rh.

Dr.Ri/CB 23.4.41

Me 26/Dr.Hd. 29.4.41 Sch.

Protokoll zur ersten Mineralöl-Kommissionssitzung.

Dem von Herrn Dr. Ringer unserem Herrn Dr. Herold mitgeteilten Wunsche entsprechend senden wir Ihnen in der Anlage ein kurzes Referat über den Vortrag des Herrn Dr. Herold auf obiger Sitzung zur Aufnahme in das Protokoll.

Anlage!

gez. Groh

gez. Herold

Bag Target

3043, -30/4.02

Wa.	
Ku.	
Co	
An.	
Ph.	
Hy.	
KW.	

Durchschlag für:

Ø H. Dr. Herold

Durchschlag

158
Geheim!

Leuna Werke, den 29. April 1941
Dr.Ed./Sch.

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 Nr. 10.
2. Kopie nur zu stellen, bei Postbezug nur als "Landpost".
3. Kopie nur zur Unterrichtung des Chemischen Reichsausschusses zulässig.

00001195

Referat über den Vortrag auf der ersten Mineralöl-Kommissionsitzung
am 22. April 1941 in Berlin über den Stand der Alkylierung.

Nach kurzer Einleitung über die Entwicklung der Herstellung von Isooktan oder isooktanähnlichen Sondertreibstoffen vom reinen Isobutylene aus dem Isobutylalkohol der Kohlenoxydwasserstoff-Katalyse bis zur Verarbeitung von Normalbutylene und Isobutan mit Hilfe der Alkylierreaktion wird an einer Tafel das Schema des AF 244-Verfahrens geschildert. Es gliedert sich in die eigentliche Alkylierreaktion, die in Rührbehältern mit innerer Verdampfung durchgeführt werden soll, in die Nachwäsche der Rohalkylat-Lösung und die Aufarbeitung derselben auf dem Wege der Destillation einerseits zu einem redestillierten Alkylat, andererseits zu einem normal-butanhaltigen Rücklauf-Isobutan und einem reinen Normalbutan als Rückfluß zur Dehydrierung.

Im Anschluß daran werden an Hand von Diagrammen die Gründe dargelegt, die zu dieser Art Verfahrensausgestaltung geführt haben. Im einzelnen werden nach kurzem Eingehen auf die vorgeschaltete Dehydrierung behandelt die Beziehungen zwischen

- 1) Schwefelsäure-Konzentration und Alkylat-Zusammensetzung,
- 2) Einfluß des Phasenverhältnisses (Schwefelsäure zu Kohlenwasserstoffgemisch) auf Alkylat-Beschaffenheit und Ausbeute,
- 3) Einfluß der Art der Abfuhr der Reaktionswärme,
- 4) der Vermischungsart auf Alkylat-Zusammensetzung,
- 5) ihre Abhängigkeit von der Verweilzeit,
- 6) die Beziehungen von Alkylat-Konzentration und
- 7) von Isobutan-Konzentration zur Alkylat-Beschaffenheit,
- 8) die Abhängigkeit der Oktanzahl und
- 9) des Schwefelsäureverbrauchs von der Isobutan-Konzentration,
- 10) der Einfluß der Reaktionstemperatur auf Schwefelsäure-Verbrauch und Alkylat-Beschaffenheit.

Auf die Beziehungen der Destillationsmaßnahmen zu den Alkylier-Bedingungen wird an Hand von Diagrammen näher eingegangen und wiederholt auf die Nachteile der Durchführung des unumgesetzten Normalbutans aus der Dehydrierung auf die Verhältnisse bei Alkylierung und Destillierung hingewiesen.

Im zweiten Teil werden die Vorteile einer vorhergehenden Abtrennung des durchlaufenden Normalbutans hervorgehoben und die Auswirkung eines solchen unter Benutzung einer Wäsche mit 50 %iger Silber-Nitrat-Lösung in einem Falle auf Beschaffenheit des Alkylats, im anderen Falle auf Energie-Verbrauch und Anlage-Kosten an anschaulichem Beobachtungsmaterial geschildert. Zum Schluß werden noch Angaben über Rohprodukt-Anforderungen, Ausbeuten und Produkt-Eigenschaften sowie Art der vorgesehenen Schwefelsäure-Rückgewinnung gebracht und Einzelheiten über Größe der Einheiten, Kapazitäten der geplanten Anlagen und Termine mitgeteilt.

Dr. Herold

Me 26
00001197

Vortrag
über
" den Stand der Alkylierung "

zur 1. Mineralöl - Kommissionssitzung am 22.4.41 in Leuna

A. Einleitung

1.) Geschichtliches zur Isooktan-Herstellung bzw. zur Herstellung Isooktan ähnlicher Sondertreibstoffe in Leuna.

Die Herstellung ~~von~~ Isooktan oder Isooktan-ähnlichen

Sondertreibstoffen nahm ihren Ausgang in der I.G., im

Gegensatz zu den Erdölländern, vom reinen Isobutylen

aus Isobutylalkohol der CO-H₂-Katalyse. Sie ging ihre

eigenen Wege, sowohl in Bezug auf Polymerisation, wie

Hydrierung des Oktylens.

Bald danach begannen dann die Arbeiten zur Umstellung

auf das Isobutan des Druckhydrier-Prozesses. Sie führ-

ten zur Entwicklung des sogenannten T52-Verfahrens, das

sich vom Alkohol-Verfahren durch die vorgeschaltete ka-

talytische Dehydrierung des Isobutans bei Teilumsatz

und durch die Durchführung der Polymerisation in flüssi-

ger Phase und in Gegenwart von viel überschüssigem

i-Butan unterscheidet.

Bag Target
3043 -30/4.02

2.) Alkylierung: Anlaß und Ursache

Die verfügbaren i-Butan-Mengen sind beschränkt/gemessen, verglichen am Bedarf an Isooktan-Sondertreibstoffen. Das Bestreben, zu ihrer Herstellung auch andere Kohlenwasserstoffe als Isobutan bzw. Isobutylene heranzuziehen, war also groß. Eine Möglichkeit dazu bot die/aus der angelsächsischen Literatur bekannt gewordene Alkylierung von Isokohlenwasserstoffen mit Clefinen. Sie kann bekanntlich auf verschiedene Weise durchgeführt werden, sowohl thermisch, wie katalytisch mit festen Katalysatoren, wie auch mittels konz. H₂SO₄.

a) Beschränkung auf C₄

Da die für diesen Zweck verfügbaren Mengen Athylen und Propylen viel knapper und unvorteilhafter gewinnbar sind als n-Butylen, beschränkten wir uns in Leuna auf die Beschäftigung mit der Alkylierung mittels n-Butylen. Das führte zwangsläufig auch zur Beschränkung auf Isobutan als zu alkylierender Komponente.

b) Beschränkung auf H₂SO₄ als Hilfsmittel

Weiter ergab sich daraus eine nochmalige Einengung unseres Arbeitsgebietes auf Schwefelsäure als Alkylier-Hilfsmittel. Die bereits erwähnten anderen beiden Wege

der Alkylierung eignen sich vornehmlich für die Umsetzung mit Äthylen und Propylen, z.B. Neohexan-Herstellung, liefern aber bei Anwendung auf C₄-KW weniger definierte Produkte mit ungünstigeren Ausbeuten als Schwefelsäure.

B. Arbeitsweise als Grundlage für Planung

Diese umfangreichen und nachdrücklich bestriebe-nen Arbeiten zur Alkylierung von C₄-K.W. mittels Schwefelsäure in Leuna, bei wiederholtem Erfahrungsaustausch mit den Bearbeitern in Oppau und Ludwigshafen und unter Berücksichtigung des von Herrn Dr. Ringer beigeschafften Materials führten schließlich zu einer Arbeitsweise, wie sie nunmehr der Planung zugrunde gelegt wird und die auf der aufgehängten Tafel in ihren Grundzügen dargestellt ist.

Sie unterscheidet sich von derjenigen der bisher bekanntgewordenen Auslandsanlagen durch die größeren Anteile indifferenten n-Butans, das die Anlage durchläuft. Das wird bewirkt durch den Teilumsatz der vor-geschalteten n-Butan-Dehydrierung, die nur ein 22%iges n-Butylen liefert. In U.S.A. geht man von den olefin-reichen Krackgasfraktionen aus, die zwar meist durch Feldgaszusatz mehr oder weniger verdünnt sind, aber ^{dann} vimmer

noch ein günstigeres n-Butylen/n-Butan-Verhältnis aufweisen.

Dies wirkt sich natürlich bei uns unvorteilhaft auf die nachgeschaltete Trenndestillation aus. Darauf und auf wesentliche Unterschiede in der Durchführung der eigentlichen Alkylier-Reaktion komme ich noch zu sprechen. Erläuterung der-Tafel:

C. Erläuterungen zur Auswahl der Arbeitsbedingungen

Die Gründe, die gerade zu dieser Art der Ausführung dieses Verfahrens führten, schildere ich Ihnen am besten an Hand von ausgewähltem Beobachtungsmaterial.

1. Dehydrierung

Zunächst sind noch einige Angaben über die Ausgestaltung der vorgeschalteten Dehydrierung des n-Butan angebracht. Sie unterscheidet sich in einigen Punkten von der i-Butan-Dehydrierung für das T52-Verfahren. Es wird mit einem aktiven Chrom-Tonerde-Kontakt mit höherem Chromgehalt bei etwas niedrigerer Temperatur (580°) mit höheren Durchsätzen (1000faches Stunden-Vol.), höheren Umsätzen (25%) und besseren Ausbeuten (88%) gearbeitet. Die apparate-technische Seite ist dieselbe wie beim T52-Verfahren. Ich darf sie wohl als bekannt voraussetzen.

zur Alkylierungs-Reaktion falls es notwendig sein mag:

2. Alkylierung

a) Schwefelsäure-Konzentration (Lichtbild 1)

Die Alkylierungsreaktion bringt mit der Zeit eine Konzentrationsverminderung der H_2SO_4 mit sich, teils durch ^{Wasser} H_2O -Bildung infolge ihrer Oxydationswirkung, teils durch Eintritt von C infolge von Sulfidreaktionen.

Zur Ermittlung des Gehaltes an aufgenommenem Kohlenstoff wurde eine eigene Methode mittels Bichromat-Schwefelsäure unter Zusatz von Ag-Bichromat und Nachverbrennung über CuO entwickelt.

Senkung ist - Hauptursache Konzentration
Sinkende Konzentration hat Verschlechterung der Alkylat-Beschaffenheit und seiner Ausbeute zur Folge, vermindert jedoch den H_2SO_4 -Verbrauch.

b) Phasen-Verhältnis

Das Vol.-Verhältnis von H_2SO_4 zu K.W.-Reaktions-Gemisch wurde empirisch auch in größerem Maßstab in halbtechnischen Versuchen ausprobiert. Es zeigte sich überraschend, daß am zweckmäßigsten mit gleichen Volumina gearbeitet wird. Die Grenzen liegen bei etwa 2:1 bzw. 1:2. Darüber hinaus sinkt Alkylat-Beschaffenheit und -Ausbeute.

c) Abfuhr der Reaktionswärme

Die hohe Reaktionswärme von 250 Cal/kg Alkylat soll ^{hier} innere Verdampfung ~~des~~ ^{von} n-Butan/ i-Butan-Gemisches abgeführt werden und zwar unmittelbar am Orte ihrer Entstehung bei innigster Vermischung. Das hat sich nach unseren Erfahrungen als äußerst wichtig herausgestellt.

d) Vermischungsart

Daher sind wir schließlich dazu gekommen, die Reaktion restlos im Rührbehälter durchzuführen. Wir befinden uns damit im Gegensatz zur derzeit herrschenden Auffassung in U.S.A., wonach Vermischen in Turbomischer, Nachreaktion im Verweilzeitbehälter und Außenkühlung in räumlich davon getrennten Kühlern vorgesehen ist.

Zunächst noch einen Hinweis auf den Einfluß der Verweilzeit, der zeigt, daß die Reaktionszeit doch länger ist, als vielfach angenommen wird.

Erläuterung Bild 2

Welchen starken Einfluß aber bei an sich gleicher langer
Verweilzeit, Vermischungsweise und Art der Wärmeabfuhr
haben, veranschaulicht das nächste Lichtbild.

Bild 3

Erläuterung

Verfahren mit i-Butylen anzureichern

Hinweis auf qualitativen Unterschied
und solcher im Energie-Verbrauch.

→ Mehr Pumpen-Energie und damit auch mehr Kompressions-
arbeit.

f) Alkylat-Konzentration

Wichtig für die Beschaffenheit des anfallenden Alkylat-
tes ist auch seine Konzentration in Reaktionsgemisch
des K.W.. Bis zu einem Schwellenwert ist der Einfluß
unbedeutend. Bei Steigerung darüber verschlechtert sich
die Zusammensetzung. Die Höhe dieses Schwellenwertes
hängt praktisch nur von der Isobutan-Konzentration im
K.W.-Reaktionsgemisch ab und läuft gleichsinnig.
Bei der untersten, praktisch noch in Betracht kommenden
Isobutan-Konzentration von 45% liegt er bei 15%, also

etwa $\frac{1}{3}$ davon, bei 67% i-Butan-Konz., ^{liegt-en} doppelt so hoch,
bei 30%; also etwa die Hälfte der i-Butan-Konz.

f) i-Butan-Konzentration

Wie stark sich die i-Butan-Konz. selbst auf die Eigen-
schaften des Alkyltes auswirkt, zeigt Ihnen das näch-
ste Lichtbild.

Bild 4

Erläuterung

Es ist ersichtlich, daß mit sinkender i-Butan-konz.
der Anteil der Isoktanfraktion fällt und Vor- und
Nachlauf so stark steigen, daß uns damit die Grenze
für das Arbeiten in der Praxis gegeben schien. Die Ver-
dünnung des Alkylierungsgemisches durch das Durchlauf-
n-Butan muß also bei einem Spiegel von 40% gehalten
werden.

Hinweis auf die andersartigen Verhält-
nisse bei Verarbeitung von i-Butylen.

Dieselben Verhältnisse treten in folgendem Lichtbild noch schärfer hervor.

Bild 5

Es stellt den Siedeverlauf von 2 Alkylatproben dar; die eine bei 45% i-Butan-konz., die andere bei 80% i-Butan-Konz. gewonnen.

Unterschiede im Siedebeginn des Vorlaufs und im Siedeende des Nachlaufs.

→ Der entsprechende Einfluß kommt auch in der Oktanzahl zum Ausdruck.

Bild 6

Auch auf den Verbrauch an Schwefelsäure wirkt sich die ISO-
butan-Konzentration stark aus, wie das nächste Bild veranschaulicht.

Bild 7

Bei dem gewählten n-Butanspiegel für das Durchlauf-n-Butan (= 45% i-Butan Konz.) muß mit 10% Schwefelsäure-Verbrauch je Gewichtseinheit Alkylat gerechnet werden.

g) Temperatur

Auf dem Schwefelsäure-Verbrauch hat auch die Temperatur der Alkylier-Reaktion großen Einfluß. Die genannte Verbrauchszeit gilt für ein Arbeiten bei 0° . Sie wächst erheblich bei Temp.Anstieg. Ein merkliches Absetzen, ^{Immer} was danach erstrebenswert wäre, verbietet sich in der Praxis wegen der raschen Zunahme der Zähigkeit der Säure und der dadurch beträchtlich erschweren innigen Vermischung.

h) n-Butylen-Zufuhr

Als vorteilhaft zur Erzielung günstiger Reaktionsverhältnisse hat sich auch die möglichst weitgehende Verdünnung des Einsatz-Butylens herausgestellt, bevor es mit dem Schwefelsäure-Alkyliergemisch zusammengebracht wird,

Deshalb die vorherige Vermischung aller Zusatz-K.W.

Eintritt → **3) Destillation** → 4. Arbeitsgänge

a) Alkylat-Kolonnen - Füllkörperkolonne.

Ihre Größe ist durch den hohen n-Butan-Spiegel und die dadurch niedere Alkylat-Konzentration bestimmt. Sie würde bei Wegfall des Durchlauf-n-Butans viel kleiner sein. ^{→ Später}

So hat sie das 4,5fache Gewicht des erzeugten Alkylates an Butan abzudestillieren.

b) n-Butan-Abtrenn-Kolonne

6 Lockenböden

Ausschlaggebend für den Umfang der Destillations-Anlage ist aber die n-Butan-Abtrenn-Kolonne. Nur etwas mehr als 1/3 des eingespeisten Butan-Gemisches ist als n-Butan im Sumpf zu gewinnen.

Wie sehr die Destillationsverhältnisse dieser Trennaufgabe auch mitbestimmend gewirkt haben auf die Konzentrationsbedingungen der ^{eigentlichen} Alkylierung, zeigt das nächste Lichtbild.

Bild 8

Man erkennt, daß das zulässige Gebiet, in dem gearbeitet werden kann, ziemlich beschränkt ist, wenn nicht erhebliche Mehr-Belastung für die Destillation in Kauf genommen werden soll.

c) Propan-Kolonne

In den n-Butan-Spiegel ist noch ein gewisser Spiegel für Propan einzurechnen, das abgetrennt werden muß, weil es mit dem Dehydrier-Gemisch in geringeren ^(< 1%) Anteilen eingeschleppt wird. Er wird bei 3-6% Propan gehalten. Die Propan-Kolonne kann also sehr klein sein.

a) Redestillation

Die Redestillation des Produktes war ursprünglich hauptsächlich deswegen vorgesehen, um den Siedeschwanz von etwa 10-15% über 165° abzuschneiden. Wie beim E.T. 110 soll aber vorläufig alles, also bis 210° siedend, abgeliefert werden. Eine Redestillation wird aber doch wahrscheinlich nötig sein, weil die Glasscholenteste meist über 50 mg liegen. Das muß umso mehr beachtet werden, weil in letzter Zeit unerklärliche Beanstandungen in der Lagerbeständigkeit gebleiter C₃-Kraftstoffe vorgekommen sind.

b) n-Buten-Abtrennung vor Alkylierung

Die vorangegangenen, etwas ausführlicher geschilderten Verhältnisse, sowohl bei der eigentlichen Alkylierung, wie bei der anschließenden Destillation haben Sie erkennen lassen, wie ungünstig sich an allen Stellen das durchgeschleppte n-Butan auswirkt.

Es lag daher nahe, sich mit Möglichkeiten seiner vorhergehenden Abtrennung zu beschäftigen. Wir sehen eine zeitlang einen solchen Weg in der Überführung des n-Butylen in Dibutylsulfat. Wir haben ihn etwas näher bearbeitet, da er in verschiedener Hinsicht Vorteile bot. Es würde aber zu weit führen, darauf einzugehen.

Wir wandten uns vor einiger Zeit der Wasche mit 50%iger AgNO₃-Lösung zu, die, wie schon länger bekannt, bei ausgezeichneter Selektivität ein verhältnismäßig hohes Lösevermögen für Olefine besitzt.

In Lu hat man sich schon früher mit derartiger Abtrennung der Butylene aus Gasgemischen befaßt, hat sie aber für die Praxis nicht sonderlich günstig beurteilt.

a) Löslichkeitsbeziehung

Aus diesen Arbeiten stammt das Kurvenbild,

Bild 9

das Ihnen die von der Volumeneinheit der Lösung bei Sättigung aufgenommenen Menge Butylen bei 2-3°C in Abhängigkeit von Partialdruck vermittelt.

Interessant für uns war die bessere Aufnahmefähigkeit für α -Butylen. Das Dehydrier-Butylen besteht nämlich zum größten Teil aus α -Butylen.

Auffallend ist die weitgehende Proportionalität, d.h., die Gültigkeit des Henry'schen Gesetzes, vor allem in Hinblick auf die Nähe des Kondensationspunktes. Wir fanden die feststellungen auch bestätigt beim Arbeiten in flüssigem Zustand.

Durch Abwandlung der Arbeitsweise in zweierlei Hinsicht kamen wir zu einer viel günstigeren Beurteilung als die Bearbeiter in Lu. seinerzeit.

Wir führten die Masche in flüssigem Zustand durch, was ja bei unseren Arbeitsbedingungen nahe lag. Und dann arbeiteten wir nicht auf hochprozentiges Butylen hin, wofür ein Austreiben durch Erhitzen der Lösung erforderlich ist, sondern wir begnügten uns mit der Herstellung einer Lösung von n-Butylen in i-Butan, einfach durch bloße Extraktion bei der gleichen Temperatur.

b) Gegenstrom-Verhältnisse

Eine ungefähre Vorstellung, wie vorteilhaft sich eine solche Arbeitsweise auch in der Praxis nach dem Gegenstromprinzip bei den dafür nur in Betracht kommenden kurzen Verweilzeiten durchführen läßt, gewinnen Sie am nächsten Lichtbild.

Bild 10

Es stellt die Sättigungsverhältnisse unter innigem Mischen bei 5 Sek. Berührungszeit bei 0°C, sowohl für Absorption, wie Extraktion dar und zeigt, daß trotz dieser kurzen Zeitspanne die statische Sättigung für beide Maßnahmen fast erreicht wird.

Erläuterung am Bild

c) Technische Ausgestaltung

Diese günstigen Zustände lassen sich allerdings nur bei inniger Vermischung erreichen. Eine Sieb-boden-Kolonne reicht dafür nicht aus.

Wir denken uns die technische Ausgestaltung in je 3-4 Stufen im Gegenstrom in Rührgefäßen mit Stopfbüchse in Gasraum bei fallender AgNO₃-Lösung und einer einzigen Pumpe zum Heben der Lösung. Alles, um Lösungsverluste möglichst zu vermeiden und die einzusetzende Menge klein zu halten. Es wird mit Einsatzm. 0,3 kg/l Jato Alkylat gerechnet. Als Belastungs- Material kommt V17 F oder wahrscheinlich Auskleiden mit Perbunan in betracht.

d) Vorteile vor Destillation

Eine solche Arbeitsweise hätte vor der bisher vorgesehenen mit Abtrennung durch Destillation beachtliche Vorteile, die sich nach zwei Richtungen hin zeigen. Sie sind in der Tabelle des folgenden Lichtbildes gegenüber gestellt.

Bild 11

d) Vorteile vor Destillation

Eine solche Arbeitsweise hatte vor der Destillation in bisheriger Art in zweierlei Hinsicht Vorteile. Dabei sind zwei Fälle zu unterscheiden.

Bis vor kurzem noch galt die Forderung an die Beschaffenheit des Alkylates, daß sein oberes Siedeende bei 165°C liegen müßte. Das hätte zur Folge gehabt, (vgl. Lichtbild 5), daß 10-15% des gewonnenen Alkylates abzutrennen und damit als Hochleistungs-Kraftstoff verloren waren.

Für diesen Fall I, also Siede-Ende; 165° , bringt der Einsatz der Silber-Nitrat-Wäsche eine Kapazitätssteigerung um diese 10-15%.

Denn die Alkylierung ließe sich dann bei gleicher Alkylat-Konzentration (15%) mit einem n-Butan-Spiegel von 15%, d.h., bei einer i-Butan-Konzentration von 70% betreiben (vgl. Lichtbild 5).

Dann liegt aber das gesamte erzeugte Produkt unter dieser Siedegrenze.

Außerdem würde Arbeits- d.h.; Energieaufwand bei der Destillation und zwar bei Alkylat-Abtrennung und i- n-Butan-Zerlegung zusammen auf etwa die Hälfte zurückgehen.

Die Destillations-Anlage würde kleiner werden. Da aber die Silbernitrat-Waschapparatur dazu kommt, tritt keine Ersparnis von Anlagekosten ein.

Der Fall II betrifft den letzten Stand der Forderung an die Alkylat-Beschaffenheit. Danach kann, wie bei S.T.110, das Siedende bei 210° liegen.

In diesem Falle braucht nicht, wie im Falle I, der Vorteil der Arbeitsmöglichkeit mit höherer Isobutan-Konzentration ausgenutzt zu werden. Man würde, wie für die bisherige Planung vorgesehen, bei 45% Isobutan-Konzentration verbleiben, den n-Butan-Spiegel bei 15% halten, dafür aber die Alkylat-Konzentration bis auf etwa 35-40% ansteigen lassen.

Das hätte zur Folge, daß die abzudestillierenden ^{die} und zu zerlegenden Mengen Lösungsbutan ganz erheblich zusammenschrumpfen. Der Energie-Aufwand der Destillation für Alkylat-Abtrennung und Butanzerlegung sinkt dadurch um mehr als 80%.

Die Apparaturen dafür werden erheblich kleiner. Auch die eigentliche Alkylier-Anlage braucht nur noch die Halfte der Rührbehälter und Abscheider, und damit sinken die Anlagekosten recht beachtlich.

Wir haben daher für Leuna vor, eine Ag-Nitrat-Wäsche für die volle Leistung unserer Anlage zu erstellen und auszuprobieren und sie dann als Betriebsreserve für die Destillationsanlage zu benutzen.

00001214

D) Produktbeschaffenheit

Das auf dem Destillationswege erhaltene Alkylat hat eine $d_{20} : 0,69 - 0,72$. Es siedet von $60-210^{\circ}$; besitzt eine C.Z. ^{85-90% bis 165°} 94, Jodzahl $< 0,2$, Dampfdruck 0,4 ata.

Seine Überladefähigkeit ist nach vorläufigen Feststellungen, die noch ergänzt und gestützt werden sollen, etwas besser als diejenige von E.T. 110.

Es wird in einer Ausbeute von 97-98% erhalten, bezogen auf die Summe an eingesetztem n-Butylen und i-Butan.

Die Ausbeute auf Butylen allein bezogen liegt bei 220%.

E) Planungen im Einzelnen

Geplant werden nach dem AT-244-Verfahren 4 Anlagen mit

folgender Leistung:

1) Leuna (mit Böhlen)	ca. 45 000 jato
2) Scholven	50 000 "
3) Pölitz	25 000 " mit Ausbau auf 40 000 "
4) Blechhammer	44 000 "

Für die Alkylierstufe (ohne Dehydrierung) mit Destillation wird mit Anlagekosten in Höhe von 200-250 RM/jato Alkylat gerechnet.

b) Größe der Einheiten

Das Rührgefäß mit Abscheider wird als Einheit gebaut und wird einer Leistung von 4-5000 jato Alkylat entsprechen.

Die ^{Kolben-}Kompressoren werden voraussichtlich eine Leistung von je 25 000 jato ^{besitzen} entsprechen, falls nicht durch einen Rotationskompressor die ganze Leistung bewältigt werden wird. Die Alkylatabtrennung wird voraussichtlich in allen Anlagen in einer einzigsten Kolonne vorgenommen, während die Butan-Zerlegung ^{halbiert} ~~doppelt~~ ~~ausgeführt~~ wird.

c) Rohproduktanforderungen *falls möglich nicht erfüllt*

Das beizustellende n-Butan soll im Hinblick auf die Verunreinigungsfahr in der Dehydrierung höchstens 0,5% Pentane enthalten; das i-Butan nur 1% Propan. Dagegen darfen ~~diese~~ ~~isomere~~ ~~je~~ bis zu 15% ^{an n-Butan} des anderen Isomeren aufweisen.

H₂SO₄
d) Schwefelsäure-Rückgewinnung

Um den Bedarf an Frischschwefelsäure klein zu halten, soll der laufende Anfall von ausgeschiedener Schwefelsäure (10% des Alkylatgewichtes) weitgehend rückgewonnen werden. Sie ist, wie erwähnt, etwa 92-93%ig und enthält etwa 4% C. Durch Verdünnen auf 50% läßt sich etwa 90% des C-Gehaltes in Form von Säureschlamm abscheiden. Nach Ab-

*Wf in Pb f...
zum... 7*

trennung soll die Auf-Konzentrierung bis auf etwa 96% in Pauling-Kesseln vorgenommen werden. Die Ausbeute daran wird zu 80 bis 85% erwartet.

Der Zukauf an Schwefelsäure würde dann bei etwa 2% der Alkylat-Erzeugung liegen und soll in Form von Cleum erfolgen, um die noch C-haltige Pauling-Säure vor Einsatz noch etwas aufz. konzentrieren.

F) Schluss

Über die Bauzeiten lassen sich sichere Angaben schwerlich machen. Termin-bestimmend sind die Elektromotoren für die Kompressoren. Für Leuna würde der Betriebsbeginn vorläufig auf Anfang 1943 festgesetzt.

Auf die kalkulatorische Seite wurde absichtlich nicht eingegangen. Darüber steht Ihnen sicher Herr Dr. Langheinrich mit Auskünften zur Verfügung.

Abschließend ist noch erwähnenswert, das zur Ausweitung der Erzeugungsmöglichkeiten und zur Regelung des Verhältnisses von n- zu i-Butan die Isomerisierung des n-Butans zu i-Butan ^{• auch schon halbttechnisch} laufend bearbeitet wird, das aber ein betriebsreifes Verfahren dafür noch nicht vorliegt.

2292
1866

FRIEDRICH UHDE

Ingenieur-Büro
und Fabrik für chem. Apparate

und Fabrik für chem. Apparate
Zweignbüro Leuna Werke

00001217

Geheim!

verfasser: Dipl. Ing. Reichardt

AKTENNOTIZ

über ~~XXXXXXXXXXXX~~ T 52-Erfahrungsaus-
tausch

Durchdruck an: die Herren:

in: Leuna am: 4.9.42

anwesend: die Herren
vom Hy-Werk Scholven
Dr. Kauppe
Dr. Wensdorf
DI Fabian zeitweise
Ing. Droste
Hy-Werk Pölitze
OI Holste
Dr. Spillner
Ing. Georgias

I.G. Berlin
Dr. Schellmann
Ammoniakwerk
Dir. Dr. Kerold
OI Dr. Sackmann
OI Keinke
Dr. Fischer
Dr. Kauffmann
Dr. Strätz
Dr. Pohl
Dr. Pohl
DI Weidmann zeitw.
DI Friedrich

5 x Scholven
5 x Stettin
2 x I.G. Bln
Dir. Dr. Kerold
OI Dr. Sackmann
OI Keinke
Dr. Fischer
Dr. Kauffmann
Dr. Strätz
Dr. Pohl
DI Weidmann
DI Friedrich
Dir. Dr. Köhler
DI Palzer,
Dr. Oldenhage
DI Stanjek
DI Reichardt
1 x Akte

Uhde-Leuna 19.9.42
Dir. Dr. Köhler zeitweise
DI Palzer
Dr. Oldenhage
DI Stanjek
DI Reichardt
Zeichen:
AT 244/Allg.
Dr. Kö/Pz/sta.

T 52-Erfahrungsaustausch

In der Besprechung wurden die in der letzten Zeit in allen 3 T 52-Anlagen gesammelten Erfahrungen ausgetauscht und alle zur Zeit in einzelnen oder allen T 52-Anlagen schwebenden betriebstechnischen und konstruktive Fragen gemeinsam besprochen. Es wurden vor allem die Anlagenteile behandelt, die später auch in die AT 244 Anlage übernommen werden.

A) Produktion, chemische Ausbeute und Gesamtausbeute, Verluste

Leuna: Produktion 1800 moto
chemische Ausbeute des Ofens 78 - 80 %
Gesamtausbeute 67 % im Juli
70 % im August.

Scholven:
Produktion 1200 moto im Juli
1400 moto im August
chemische Ausbeute 80 %
Gesamtausbeute 45 - 52 % bis Mai
über 56 % seit Juni
60,7 % im August

Pölitze:
Produktion 900 moto
chemische Ausbeute 75 %
Gesamtausbeute über 50 %.

Die wesentlich höhere Gesamtausbeute in Scholven seit Juni wurde durch eine Durchführung einer schärferen Ofenhausüberwachung und auch einer schärferen Kontrolle sämtlicher Flanschverbindungen in der Gesamtanlage erreicht. Die geringere Aus-

Rat/z.

beute in Pölitz ist, wie auch schon die geringere chemische Ausbeute trotz der grösseren Reinheit des Einanproduktes zeigt, weniger auf Undichtheiten als auf Schwierigkeiten in der Kontaktregeneration, wodurch sehr viel Kontakt totgebrannt wird, zurückzuführen.

Die grossen Differenzen zwischen der chemischen Ausbeute des Ofens und der bilanzmässigen Gesamttausbeute der Anlage sind nur z.T. auf weitere chemischen Verluste in der Anlage, zum grössten Teil dagegen auf mechanische Verluste zurückzuführen. Eine genaue Abgrenzung der chemischen und mechanischen Verluste gegeneinander ist zur Zeit noch nicht durchführbar, da es sehr schwierig ist, eine Flüssiggasanlage messtechnisch einwandfrei zu erfassen. Der Verlust durch undichte Flanschen konnte schon sehr stark gemindert werden durch dauernde Überwachung durch Brennprobe und in Leuna neuerdings noch besser durch den in der Anlage entwickelten Butanschnüffler. Dauernde Undichtheiten treten jetzt nur noch an den heissen Flanschen an der Oberseite des Ofens auf. In Stettin wird ohne Spivo etwas kälter in den Ofen gefahren und sind Verluste durch Flanschen geringer, während dagegen in Leuna der ohne Spivo gefahrene Ofen praktisch gleiche Butanverluste hat wie die Ofen mit Spivo (30 - 40 t/20). An den Flanschschrauben sind in Leuna Temperaturen bis zu 360°C festgestellt worden. Die Temperaturen der Flanschen selbst an den entsprechenden Stellen wurden noch nicht gemessen. Ungünstig wirkt der durch die Ofentemperaturen hervorgerufene starke Luftzug längs des Ofens, durch den die Flanschen stärkeren Temperaturschwankungen ausgesetzt sind. Den Temperaturverhältnissen an den Flanschen ist in Zukunft noch weitere Aufmerksamkeit zuzuwenden.

Als konstruktive Abhilfe wird folgendes vorgesehen:

- 1) Einführung der in Hoosbierbaum erfolgreich angewendeten Flanschverbindungen mit sogenannter amerikanischer Dichtung. (Weichens-Keilring, Keilwinkel 46°)
- 2) Anwendung von Schraubenschrauben aus hochwertigerem Material als bisher.
- 3) Demgemäss Einbau wesentlich stärkerer Flanschen, um Deformation durch zu starken Schraubenzug zu vermeiden.
- 4) Beseitigung der stärkeren Temperaturschwankungen durch Abschirmen des Ofenoberteils oder Zumauern des Ofenhauses unten und Schutz vor Regen durch Jalousien im Ofenhaus oben.

Für die "amerikanische Dichtung" werden von Leuna (MTA) Massblätter ausgearbeitet, die anderen Anlagen zugeleitet werden. Herr OI Keinke weist aber nachdrücklich darauf hin, dass durch diese Dichtung nur dann ein Erfolg erzielt werden kann, wenn die zugelassenen Toleranzen genauestens eingehalten werden.

Für die Stopfbüchse der Schieber verwendet Leuna die Huhn'sche Weichpackung und oben und unten je 1 Graphitring. Diese Stopfbüchsen sind dicht. Als weitere günstige Verpackungen kommen Packungen mit Flockengraphit infrage, über die Uhde den einzelnen Werken Unterlagen zustellen wird.

Die Durchführung des Schleusenanzugs ist 100 % dicht. Die Undichtigkeiten gehen nur zu rund 60 % zu Lasten des Ofenhauses. Weitere wesentliche Verlustquellen sind die Stopfbüchsen der Butarpumpen, denen trotz der inzwischen erzielten Besserung noch viel Aufmerksamkeit zuzuwenden ist. Immerhin werden aber jetzt schon Laufzeiten bis zu 12 Wochen erreicht, während die normalen Laufzeiten jetzt 3 - 4 Wochen betragen. Als eine anscheinend für vorliegende Zwecke sehr geeignete Bauart wird die von Herrn DI Thyrock (Hydrierung Leuna) entwickelte Stopfbüchse besprochen.

Unter Beachtung der oben erwähnten betriebstechnischen und konstruktiver Gesichtspunkte soll die Gesamtausbeute der Anlage Leuna in den nächsten Monaten auf 75 % gebracht werden.

B) Spaltöfen

1) Rauchgasverteilung im Röhrenbündel

Bei der bisherigen Ofenausführung arbeiten in erster Linie nur die Innenrohre, während in den Aussenrohren nur wenig umgesetzt wird. Nach Leunaer Untersuchungen ist der Kontakt in den Innenrohren vollkommen schwarz, in den Aussenrohren dagegen weiß bis grau. In Scholven wurde der Temperaturverlauf über die einzelnen Rohre gemessen und dabei im Oktober Temperaturunterschiede von 40° zwischen Innen- und Aussenrohren festgestellt. Im Februar wurden bei erneuten Messungen höhere Unterschiede von $50 - 70^{\circ}$ gemessen, wobei allerdings Messfehler infolge schadhafter Thermoelemente möglich sein können. Daraufhin wurde in Scholven der obere Ringkanal erweitert und es wurden dann immer noch Unterschiede von $20 - 30^{\circ}$ festgestellt. Eine von Herrn OI Keinke veranlasste Nachrechnung des Temperaturverlaufs ergab folgendes:

Bei Annahme einer vollkommen gleichmäßigen Verteilung der Rauchgase über die Rohre fällt die Temperatur von den beiden innersten bis zu den beiden äußersten Rohren um 50°C . Der Umsatz beträgt dadurch vorne 21 %, dagegen hinten nur 12 %. Auf Grund dieses Ergebnisses wird jetzt in den Ringkanal eine Schürze mit Schlitzern eingebaut, die die Rauchgasmenge richtig auf die einzelnen Rohre verteilen soll. Das Material für diese Schürzen ist durch den Wegfall der inneren Schürzen, die nichts bringen, freigeworden. Die ersten inzwischen eingebauten Schürzen haben gleiche Schlitz für jedes Rohr. Da die oben erwähnten Untersuchungen über die Schwärzung des Kontakts aber in einem bereits umgebauten Ofen vorgenommen wurde, ist damit erwiesen, dass die Schlitzringe mit gleichem Schlitzquerschnitt noch nicht die richtige Wärmeverteilung bringen. Ein Grund dafür wird sein, dass die Gasgeschwindigkeit im Verteilerring nach hinten abnimmt. Ein weiterer sehr wesentlicher Grund aber ist die Tatsache, dass durch die Konstruktion der Kontaktverteilung auf dem Ofenoberteil bedingt - in die Aussenrohre nur ganze Kontaktkugeln laufen, während nach innen der Kontaktplat mitläuft. Hierdurch haben die Innenrohre einen erheblich höheren Strömungswiderstand und lassen weniger Butan durch. Die höheren Temperaturen und längere Verweilzeit ergeben also eine stärkere Verrussung des Kontakts.

Da diese Verhältnisse sich nicht mehr rechnerisch erfassen lassen, müssen die richtigen Schlitzquerschnitte experimentell bestimmt werden. Hierfür soll in einem oder mehreren Bündeln eine Vorrichtung geschaffen werden, mit der jedes Rohr einzeln analysiert werden kann.

Von Herrn Keinke ist dafür schon eine Konstruktion entworfen worden, die jetzt von Leuna-MTA durchgearbeitet wird. Die Schlitzringe werden auch in den unteren Ringkanal eingebaut.

Gleichzeitig mit der Schwärzung soll auch die Siebung des Kontakts in den einzelnen Rohren gemessen werden. Ausserdem soll versucht werden, die Splitterung des Kontakts zu vermeiden. (Auch Aufgabe der Kontaktherstellung). Der neue Kontakt hat anscheinend nach Schölvener Untersuchungen schon eine gewisse Riss-Struktur. Neuerdings werden aber schon in der Kontaktfabrik Stücke mit sichtbaren Rissen aussortiert. In Pölitz werden die Kontaktschleusen teilweise bis zu 95 % gefüllt. Es wird festgestellt, dass eine solche Füllung zu hoch ist und zuviel Abscherung ergibt.

2) Rauchgasverteilung auf die einzelnen Rohrbündel

Die ungleichmässige Rauchgasverteilung auf die einzelnen Rohrbündel scheint nach einer Gesetzmässigkeit vor sich zu gehen, die noch nicht erforscht ist. So ist z.B. an allen Öfen das Bündel 8 am besten beheizt. Durch Rauchgasdrosselung mit den dafür vorgesehenen Klappen kann die Verteilung auf die einzelnen Bündel verbessert werden, aber selbst bei der verbesserten Ausführung der Klappen wird keine vollkommene gleichmässige Verteilung erreicht.

3) Hängenbleiben des Kontakts

Für das Hängenbleiben des Kontakts wurden 2 verschiedene Ursachen erkannt:

In den Innenrohren bleibt der Kontakt durch Verrutschen hängen. Die Rohre müssen freigestossen werden. In den Aussenrohren dagegen tritt Brückenbildung ein, da Kugeln bis zum 10-fachen Kugel-/Brücken. Hier kann das Hängenbleiben, wenn es rechtzeitig erkannt wird, fast stets durch leichtes Klopfen beseitigt werden. In den mittleren Rohren passiert normalerweise nichts. Der Grund dafür ist darin zu suchen, dass hier neben den ganzen Kugeln schon Split auftritt und eine Brückenbildung nicht mehr möglich ist. Der in Schölvener vor kurzem angefahrne Ofen mit 70-er Rohren musste schon 3 x in mittleren Rohren freigestossen werden, obwohl bei dieser Rohrweite der 10-fache Kugel-/Überschritten ist. Andererseits sind auch schon in älteren Öfen Rohre ausgebaut worden, die oben stark eingeschnürt waren und keine Verbrückung zeigten. Aus diesen Tatsachen ist zu schliessen, dass die Verbrückung stets unten an den engeren Stellen vor der Schleuse beginnt.

In Leuna müssen durchschnittlich 3 - 4 Rohre je Tag freigestossen werden. Offene Rohre sind aber schon seit Monaten nicht mehr vorgekommen. Der erste Ofen mit 70-er Rohren läuft seit 5 - 6 Tagen. Erfahrungen liegen also noch nicht vor. An den Reg-Öfen ist ausser beim Anfahren noch kein Hängenbleiben vorgekommen.

4) Kontaktschleusen

An den Kontaktschleusen gibt es keine grundsätzlichen Schwierigkeiten mehr. Störungen treten nur noch auf, wenn die Kühlung nicht ausreicht, was vorkommt, wenn die Kaltgasleitungen verrussten und die zu schwachen Gebläse nicht mehr genügend fördern. Für die neuen AT-Anlagen sind deshalb erheblich stärkere Kaltgasgebläse für 0,5 atü vorgesehen.

5) Kontaktverbrauch

Der Kontaktverbrauch beträgt in Leuna 65 kg/Tag und Ofen
 in Scholv. 140 kg/Tag und Ofen
 in Februar 94 kg/Tag und Ofen im
 März 94 kg/Tag und Ofen im
 Juni 105 kg/Tag und Ofen im
 August in Pölitz 93 kg/Tag und Ofen.

Die Scholvener Zahlen sind ausschliesslich -- die Leunaer und Pölitzer Zahlen einschl. Anfahrzeit und Reserveofen. Eine Tonne Kontakt macht also in Leuna rund 200 t, in Pölitz rund 150 t Iso-Oktan. Der höhere Kontaktverbrauch in Scholven und Stettin ist höchstwahrscheinlich auch zum Teil durch das stärkere Schwingen der Siebe bedingt. Die Siebe sollen daraufhin noch einmal untersucht werden.

Die chemische Lebensdauer des Kontakts beträgt nach Versuchen 70 - 80 Betriebsstunden. Die mechanische dagegen bedingt durch Abrieb bis jetzt 500 - 600 Stunden. Der Abrieb müsste also noch vermindert werden. Eine merkliche Abnahme der Aktivität des Kontaktes im Kreislauf gegenüber neuem Kontakt tritt nicht ein, da der Kontakt höchstwahrscheinlich durch den längeren Umlauf spröder wird und deshalb stärker abreißt. Überhitzter Kontakt (rosa) ist inaktiv. Beim Zwischenkontakt liegt der Verbrauch jetzt bei 110 kg/Tag und Ofen und lag ursprünglich noch höher. Die Ausbeute liegt aber dafür höher bei 85 - 86 % und die Temperatursenkung beträgt 30 - 40°C im Kontakt und etwa 70°C im Wälzgas.

Leuna hat schon 2 Ofen mit dem Zwischenkontakt in Betrieb und es ist anzunehmen, dass die günstige Gesamtausbeute in Leuna zum Teil auch auf den Zwischenkontakt zurückzuführen ist. Durch die Reg-Ofen entsteht kein merklicher Verbrauch mehr, d.h. es kommt kein Staub mehr aus den Ofen.

Ausser durch Abrieb tritt aber noch Verbrauch durch reine Verluste auf, und zwar in erster Linie am Zulauf zum Becherwerk. So werden im Ofenhaus in Leuna täglich etwa 1 - 200 ltr Kontakt zusammenkehrt. In den anderen Anlagen sind es ähnliche Mengen. Da das Becherwerk öfter mal stehen bleibt, müsste noch eine automatische Steuerung eingebaut werden, die ein Überlaufen des Kontakts verhindert, da die Kontaktklappen öfter nicht schliessen.

6) Stickstoffverbrauch

Der Verbrauch an Sperr- und Spülstickstoff ist allgemein noch zu hoch. In Leuna beträgt der Gesamtverbrauch / Ofen und Stunde 150 - 200 cbm. Der Teil davon, der ins Spaltgas geht, beträgt rund 1 % der Spaltgasmenge, bezogen auf den Ofenausgang. Der Hauptverbrauch entsteht durch Undichte der Ventile und Stopfbüchsen. Da die Ventile leicht durch Kontaktstaub bzw. Kontaktstücke beschädigt werden können, wird vorgeschlagen, versuchsweise feine Drahtsiebe vor den Ventilen einzubauen.

Eine Ermäßigung des Stickstoffverbrauches ist auch zu erreichen durch Verengung der zu weiten Überdachleitungen auf 80 - 100 mm ϕ . In Pölitze wird statt N_2 CO_2 zum Spülen und Sperren benutzt, wobei sich keine Nachteile gezeigt haben. Nur muss das CO_2 entschwefelt sein.

7) Pressluft-, Öldruck- und Elektroschieber

Die pressluftbetätigten Armaturen zeigen nach den Stettiner Messungen (200 cbm/h und Ofen) einen zu hohen Pressluftverbrauch. In Leuna wurde dieser Verbrauch noch nicht gemessen, in Scholven wird Stickstoff genommen und ebenfalls noch kein Verbrauch festgestellt. Höchstwahrscheinlich sind die Steuermembranen nicht richtig gemessen. Die Öldruckschieber arbeiten in allen 3 Anlagen nicht einwandfrei, da überall die Öldruckanlage nicht in Ordnung ist. Als Hauptfehlerquelle werden die 3-Weghähne angesehen. Die Elektroschieber gehen immer und arbeiten einwandfrei.

8) Heizgasverbrauch

Der Heizgasverbrauch beträgt in Leuna ohne Luvos 1,5 - 1,6 Mio WE/h.

9) Luftvorwärmer

Leuna hat keinen Luvos in Betrieb, da sich auch der verkürzte Luvos zur Zeit nicht in betriebsfähigen Zustand befindet. Stettin fährt nur mit dem unteren Drittel des Luvos. Das Gas geht mit 280°C über Dach.

Scholven nimmt den oberen Teil des Luvos als Dampfvorwärmer. Korrosionen werden nicht mehr festgestellt und es bildet sich auch am Gasaustritt keine Dampffahne mehr. Um im Winter Korrosionen am Schornstein zu vermeiden, wird vorgeschlagen, den Schornstein zu isolieren und innen einen korrosionsfesten Kondensatablauf anzubringen.

10) Röhrenbündel

Die Verschweißung der Rohre an den Rohrböden beim Umbau auf 70-er Rohre wurde besprochen. Die Rohre sind mit dem Grundmaterial und nicht mit der Plattierung zu verschweißen und es ist durch eine Deckraupe die Verbindung der Plattierung herzustellen. Bei richtiger Verschweißung und gleichmäßiger Rauchgasbelastung dürfte die Abblätterung der Plattierung aufhören. Beim Umbau der Ofen werden deshalb die alten Böden weiter verwendet. Bei schadhafter Plattierung wird diese abgeschält und durch Auftragschweißung mit Sicromal 8 ersetzt. Bei den neuen Ofen bzw. bei Neubestellungen werden Böden ganz aus Sicromal 8 beschafft. Die Konstruktion wird allgemein wie in Leuna ausgeführt, d.h. unter Ring- statt Vollböden.

Die einzelnen Werke geben Uhde den Bedarf an neuen Böden auf. Für Pölitz wird noch ein ganzer Satz Böden beschafft, da nur ein Reserve Satz vorhanden ist. Ausserdem gibt uns Pölitz noch auf, was an sonstigem Siceromal-Material zur Sicherstellung des AT-Programms benötigt wird.

Über die Weiterverwendung von schadhafte Rohren teilt Pölitz mit, dass dort schadhafte Rohre auseinander geschnitten werden und ein neues Stück mit Rundnaht angeschweisst wird. Selbst aus 4 Stücken zusammengesetzte Rohre haben im Betrieb keine Schwierigkeiten gemacht. Die Scholvener FF-30-Rohre sind immer noch krank. Obwohl jetzt mit Butan statt N_2 angefahren wird, um den durch die verschiedenen spezifischen Wärmen hervorgerufenen Temperatursprung zu vermeiden, treten immer noch Schwierigkeiten auf.

Es genügt schon, wenn kalter Kontakt in die warme Rohre kommt, um Rohrreisser zu bekommen.

11) Anfahren und Abstellen

Die Frage des Anfahrens und Abstellens der Öfen ist zur Zeit nur noch für Scholven wegen der angekrankten Rohrbündel wesentlich. In Scholven wird deshalb sehr langsam hochgefahren, und zwar gleich mit Butan. Die kritische Zeit beim Anfahren liegt etwa 3 Stunden nach Erreichen der Vollast

12) Inchromierung

Die vorgesehenen Versuche mit inchromierten Rohren zwecks Chromeinsparungen sind noch nicht aufgenommen worden.

c) Reg-Öfen

1) Ofenbelastung

Leuna fährt mit 2 Hauptöfen auf 1 Reg-Ofen, Scholven bei ungerader Ofenzahl mit 3 Hauptöfen auf 1 Reg-Ofen und bei gerader Ofenzahl ebenfalls mit 2 Hauptöfen auf 1 Reg-Ofen. Pölitz kann wegen dauernder Schwierigkeiten an den Reg-Öfen immer nur mit 1 Reg-Ofen bei 3 Hauptöfen fahren.

2) Einbauten

Während Leuna nach wie vor um den Kontaktraum Streckmetallzylinder hat, sind in Scholven zur Zeit Siceromal-Draht-Netze eingebaut aus 1 mm Draht mit ursprünglich 2×2 mm jetzt $2,5 \times 2,5$ mm Maschenweite. Die Öfen laufen mit diesen Netzen 8 - 10 Wochen gut, dann verstopfen sich die Siebe langsam. Die Siebe müssen dann abgeklopft werden, da sonst wegen der schwächer werdenden Wälzung geholt werden muss. In Stettin wurde um die Streckmetallroste mit den zu weiten Schlitzten ebenfalls ein Maschensieb gelegt, das aber - da Siceromal nicht zu bekommen war, aus Eisendraht besteht. Diese Siebe haben sich nach 14 Tagen meist schon zugesetzt. Es kommt dann zu örtlichen Überhitzungen, wobei das Drahtgewebe sehr stark verzündert und ausserdem Kontakt tot gebrannt wird. Die Zerstörungen des Siebes treten aber nur auf der inneren Seite des Kontaktraums auf, während die äusseren Eisennetze nicht angegriffen werden und auch nach 3 - 4 Monaten nur eine dünne Oxidschicht zeigen.

Aus obigen Erfahrungen ergibt sich, dass ein Streckmetallrost mit etwas engeren Schlitzten doch die geeignetste Ummantelung des Kontaktraums ist. Es wurde angeregt zu versuchen, das Streckmetall mit zu weiten Schlitzten nachzuwalzen und so die Schlitzte etwas zusammenzudrücken. Für die neuen Reg-Öfen sind jetzt Maschensiebeinbauten vorgesehen, da für die Streckmetallherstellung in Deutschland nur eine Maschine vorhanden ist. Auf Grund der bisherigen Erfahrungen sollen aber diese Maschensiebe im Laufe der Zeit wieder durch engeres Streckmetall ersetzt werden.

Die neue Konstruktion der Reg-Öfen mit durchgehendem Kontakt-Regenerationsraum ist wieder fallengelassen worden, da diese Bauart erheblich mehr Gebläseleistung erfordert. Der untere Teil sollte nun in Lissa ausgeführt werden. Leuna wird versuchsweise seinen neuen Reg-Öfen auch so bauen, dass für den Fall eines Misserfolgs noch genügend Öfen vorhanden sind. In Pölitz wird übrigens in diesen Tagen ein Ofen mit Eiseneinbauten in Betrieb genommen, so dass in etwa 8 Wochen die ersten Versuchsergebnisse vorliegen können.

Für die anderen Anlagen können diese Eiseneinbauten aber noch nicht verantwortet werden. Für den Fall, dass der neue Kontakt vollständig durchregeneriert werden müsste, müssten sogar wieder Sicromal-8-Einbauten genommen werden. Nach den bisherigen Versuchen ist aber mit weniger Koks auf dem Kontakt zu rechnen, zumal er schwächer belastet wird. Der Zwischenkontakt zeigt gleichen Koksgehalt wie der T 52 Kontakt. Vorbehaltlich der Zustimmung der Leunaer Materialprüfung soll deshalb für die Einbauten das Genehmigungsfreie zunderfeste TS-53 genommen werden.

3) Sauerstoffdosierung

Es wird in der Regeneration mit folgenden Sauerstoffgehalten des Wälzgases gefahren:

Leuna max. 1,5 % O_2

Scholven max. 1,0 % O_2

Stettin 0,5 - 0,8 % O_2

Die Sauerstoffzufuhr erfolgt bei allen 3 Werken durch Regelung von Hand nach Sauerstoffschreibern, da sich die automatische Regelung nicht bewährt hat. In den neuen Anlagen sollen ebenfalls nur Sauerstoffschreiber und Handregelung vorgesehen werden.

4) Kontaktschleusen

Die Bauart der Kontaktschleusen hat sich überall bewährt.

5) Kühlung und Heizung

Leuna fährt ständig ohne Kühler und heizt sogar bis zu 50 cbm/h Gas hinzu. Scholven fährt 1 Ofen mit, 1 Ofen ohne Heizung. Pölitz lässt durch den ziemlich starken natürlichen Sog Kühlluft durch die Gaskühler streichen. Die Kühlluftgebläse werden nicht benötigt und für die neuen Anlagen nicht mehr bestellt. Die Kühler werden kleiner ausgeführt. In die Kühlluftleitung soll ein Schieber gesetzt werden.

6) Walzgasgebläse

Während die schweren Scholvenener Schiele-Gebläse vollkommen sicher arbeiten, mussten bei den sehr leichten Pölitzer Schilde-Gebläse Kompensatoren ein gebaut werden. Für die neuen Anlagen mussten die ebenfalls verhältnismässig leichten Gebläse von Rothemühle genommen werden, bei denen auch höchstwahrscheinlich Kompensatoren vorzusehen sind.

D) Gasreinigung

Nach den bisherigen Erfahrungen muss die Reinigung des Spaltgases vor die Verdampfer verlegt werden, da sich diese sonst leicht zusetzen. Scholven macht zur Zeit Versuche mit einer Schweröl-Gaswäsche mit 2 Damag-Kittelböden. In Leuna und Stettin sind vor den Verdampfern bzw. Kühlern Koksfilter (ohne Wassereinspritzung) eingebaut, die sich durchaus bewähren. Die ehemaligen Schlauchfilter sind in Pölitze ebenfalls mit Koks, in Scholven mit Raschigringen gefüllt. Für die neuen Anlagen werden ebenfalls Koksfilter vorgesehen. Bei Verdampfern mit Regeneration müssen die Filter isoliert werden. Das Filterhaus wird nicht mehr gebaut.

E) Gaskondensation

In Pölitze ist in jeder Stufe der Gaskondensation nur 1 Kondensator in Betrieb. bei einem Kondensatablauf von 35 - 40°C im Flusswasserkühler. Scholven führt bei 5 Öfenbetrieb mit 3 Kondensatoren in der Warmstufe und einem Kondensator und einem Nachkühler in der Kaltstufe. Dabei ist nur eine Kältemaschine in Betrieb, die ausserdem noch den Kühler der Athankolonne speist, wobei allerdings der Turmverflüssiger mit Frischwasser arbeitet. Leuna hat in der Warmstufe normalerweise 2 Kondensatoren, im Hochsommer von mittags bis nachts 3 Kondensatoren in Betrieb. In der Kaltstufe werden 1 bzw. 2 Kondensatoren gefahren. Das Kondensat aus der Warmstufe wird nicht nachgekühlt. Es laufen normalerweise 1 Kältemaschine, an warmen Tagen nachmittags 2 Maschinen. Die Turmverflüssiger werden mit Rückkühlwasser gefahren.

Der Wassergehalt hinter der Gaskondensation beträgt in Leuna rund 0,05 %. Da die Butylenstabilisierung in Zukunft fortfällt, entsteht durch den verbliebenen Wassergehalt ein Mehrbedarf an H_2SO_4 in der Alkylierung, der auf 10 - 15% des gesamten H_2SO_4 -Verbrauchs geschätzt wird. Es wird festgestellt, dass diese Butantrocknung in der Alkylierung die billigste Trocknung ist, da alle anderen möglichen Methoden auch nicht mehr bringen ausser der Destillation, die aber erheblich teurer wird.

F) Kompressoren

Schwierigkeiten an den Kompressoren sind seit Einbau der Koksfilter nicht mehr aufgetreten. Nur an der Leunaer Type sind die bekannten Schwierigkeiten mit den Ventilen noch nicht restlos behoben.

00001226

Die Arbeiten in dieser Richtung sind aber auch noch nicht abgeschlossen.

G) Destillationen

Es wird vorgeschlagen, die Destillationen in einer besondere Besprechung Anfang Oktober zu behandeln, zu der auch Borsig hinzugezogen werden soll. Ausserdem soll von Pülitz versucht werden, Unterlagen über die Pülitzer Koppers-Kolonne zu bekommen. In dieser Destillationsbesprechung soll auch die Pumpenfrage nochmals eingehend behandelt werden.

Handwritten signature

Handwritten signature

Abteilung für
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr. Schm./Me.

Bag

3043

Tafel

Leuna Werke, den 2. Nov. 1942

Aktennotiz Nr. 2272

Exemplar Nr. 5

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 00 U. St. G. D.
2. Weitergabe nur beauftragten, bei Postbeförderung als Geheimsache.
3. Aufbewahrung unter Verschluss des Empfängerunternehmens.

7.1.43
Aktennotiz

Betr.: Vergleich der Herstellung von AT 244 mit Butylen-Gewinnung durch katalytische Dehydrierung und durch Chlordehydrierung nach Bähr.

Anlässlich des letzten Erfahrungsaustausches über Dehydrierung von Kohlenwasserstoffen usw. am 16./17. III. 1942 in Ludwigshafen war auf Wunsch von Dr. Bähr festgelegt worden, durch die AWP Leuna die Gestehekosten des Bähr'schen Verfahrens zur Dehydrierung von Kohlenwasserstoffen mit Chlor zu ermitteln, um sie mit den Gestehekosten der katalytischen Dehydrierung zu vergleichen bzw. den Vergleich auf die nach beiden Verfahren herzustellenden Alkylat-Treibstoffe auszudehnen.

Das Bähr'sche Verfahren der Butylen-Herstellung (Chlordehydrierung) arbeitet in der Weise, dass Kohlenwasserstoffe in der Wärme chloriert werden. Die dabei entstehende Salzsäure und die Polychloride sowie das nicht umgesetzte Butan werden entfernt, während das gebildete Chlorid und Dichlorid in einem Spaltofen bei 550° dechloriert werden. Nach Entfernung der hierbei gebildeten Salzsäure gelangt das Reaktionsprodukt zur Trennung von Butylen und Butadien in eine Kupferlaugewäsche, in der sich das Butadien löst. Nach der Wäsche fällt fertiges Butylen und Butadien an, wobei jedoch noch zu prüfen ist, ob das Butadien in der vorliegenden Form zum Einsatz in den Kautschuksektor geeignet ist.

In der folgenden Betrachtung sind 3 Vergleichsfälle untersucht worden:

- 1) AT 244 mit katalytischer Dehydrierung,
- 2) AT 244 mit Butylengewinnung nach Bähr ohne Isomerisierung,
- 3) AT 244 mit Butylengewinnung nach Bähr mit Isomerisierung.

Den Vergleichsfällen 1 und 3 liegt ein Einsatz von 60 000 tato Rohbutan mit 39 % i-C₄ und 61 % n-C₄ zugrunde. Für den Vergleichsfall 2 ist ein Einsatz von 47 500 tato Rohbutan, welches 35 % i-C₄ und 65 % n-C₄ enthält, angenommen, da hierfür ein von Ludwigshafen fertig ausgearbeitetes Fließ-Schema vorgelegen hat und auf Wunsch von Herrn Dr. Bähr dessen Verfahren so berechnet werden sollte, dass eine Isomerisierung von überschüssigem n-Butan vermieden wird, um das Verfahren möglichst billig zu gestalten. In allen drei Fällen besitzt das Rohbutan einen Olefingehalt von 4,8 %, auf n- u. i-Butan verteilt, und einen Propangehalt von 3 % zusätzlich zu dem eingesetzten Butan.

Die beiliegende Tabelle I enthält die Anlagekosten, wie sie für die einzelnen Verfahren von Leuna ermittelt wurden¹⁾. Die Schätzungen enthalten nur die eigentlichen Fabrikationsbetriebe einschliesslich Eingangs- u. Schlussbehälterlager²⁾ für je 7 Tage sowie die zwischen

- 1) Siehe hierzu das ausführliche Apparateschema BSK 34a
- 2) s. Anmerk. 1) S. 2

den einzelnen Verfahrensstufen nötigen Zwischenlager¹⁾ für eine Betriebszeit von ca. 20 Stunden. Dagegen sind in der Aufstellung nicht enthalten Beträge für Geländeaufschluss, Energieerweiterung, Hilfs- und Nebenbetriebe usw. - Die im Anhang beigefügten Fließschemen zeigen die für die einzelnen Vergleichsfälle eingehaltene Fahrweise sowie die Durchsätze in den verschiedenen Verfahrensstufen:

Im einzelnen ist zu den verschiedenen Vergleichsfällen folgendes zu bemerken:

Vergleichsfall 1) stellt eine völlig durchkonstruierte Anlage dar. Die hier genannten Zahlen sind nicht, wie bei den beiden übrigen Fällen, Überschlagsschätzungen, sondern bilden das Ergebnis einer exakten Durchrechnung. Ferner liegen für die katalytische Dehydrierung ausgedehnte Betriebserfahrungen vor. Für die Alkylierung ist ein 18 %iger Alkylatspiegel vorgesehen, wodurch die Grösse der Kreislaufdestillation bedingt ist.

Vergleichsfall 2) wurde nach Unterlagen von Dr. Bähr vom Konstruktionsbüro Leuna durchgerechnet. Herr Dr. Bähr sieht den Hauptvorteil für sein Verfahren darin, dass die Isomerisierung in Wegfall kommt, wobei das überschüssige n-Butan in Butadien übergeführt wird. Damit verringert sich in entsprechender Masse die Ausbringung an Alkylat. Da in dem Verfahren 100 %iges Butylen anfällt, ist es möglich, mit einem Alkylatspiegel von 26 % zu fahren, wodurch sich die Anlagekosten sowohl für die Alkylierung als auch für die nachfolgende Destillation entsprechend verkleinern. Für die Aufarbeitung der anfallenden Salzsäure ist eine Elektrolyse vorgesehen, für deren Schätzung Angaben von Dr. Messner, Bitterfeld, benutzt werden konnten. - Vergleichsfall 2) 47 500 tate Butaneinsatz.

Vergleichsfall 3) berücksichtigt einen Butaneinsatz von 60 000 tate und stellt die Anwendung des Bähr'schen Chlordehydverfahrens für eine maximale Alkylatgewinnung dar. Die Anlagekosten für die Butylen-gewinnung wurden nach den ersten Angaben von Dr. Waldmann, Lu, errechnet und sind gemeinsam mit Dr. Bähr festgelegt worden²⁾. Aus diesen Unterlagen wurden die Anlagekosten für den vorliegenden Einsatz umgeschätzt. Zur Erzielung einer maximalen Butylenausbeute ist die Chlorierung eines olefinfreien Butans nötig. Aus diesem Grunde wurde der n/i-Trennung eine Vorhydrierung vorgeschaltet, für die Anlagekosten und Energien aus einer früheren Schätzung übernommen wurden. Im Vergleichsfall 1) wird das Rohbutan durch die Alkylierung geleitet, wobei die Olefine entfernt werden. Dieser Weg ist für Vergleichsfall 3) nicht wirtschaftlich, da damit die Vorteile eines 100 %igen Butylens - 26 % Alkylatspiegel - nicht ausgenutzt werden können.

Gestehkosten

Für die Gestehkosten wurde einheitlich ein Einstandspreis für Rohbutan von RM 30,08 / kg zugrunde gelegt. In Tabelle II sind zunächst die Gestehkosten für die Herstellung des Butylens ermittelt, Tabelle III zeigt die der Herstellung von AT 244. Eine Zusammenstellung der wichtigsten Zahlen aus den Tabellen I - III bringt Tabelle IV.

Tabellen s. Anhang.

- 1) Gemäss den für Leuna geltenden Luftschutzvorschriften mit RM 300,-/m eingesetzt.
- 2) A.N. 2134. Vergleich der Herstellung von Butylen durch Dehydrierung mittels Chlor und durch katalytische Dehydrierung und anschliessende Alkylatherstellung. (Bespr. Notiz v. 15.6.42).

Ergebnis.Vergleichsfall 2)

Auf Grund der oben angeführten Betrachtungen zeigt sich zunächst als billigste Herstellungsweise für Butylen und für AT 244 das Verfahren Bähr ohne Isomerisierung. Es darf aber nicht übersehen werden, dass hierzu ein Butan-Einsatz nötig ist, der das 1,6-fache des bei dem katalytischen Verfahren benötigten ausmacht. Für die Herstellung von Butylen beträgt der Verbrauch sogar das 2,3-fache von dem des Verfahrens mit katalytischer Dehydrierung. Dies ist darin begründet, dass bei der Herstellung

von 100 kg n-Butylen 129 kg Butadien + 99 kg Polychloride
bzw. " 100 kg AT 244 58 kg Butadien + 44 kg Polychloride
gebildet werden.

Damit geht dem Treibstoffsektor eine erhebliche Menge Produkt verloren. Gleichzeitig muss darauf hingewiesen werden, dass bei Anwendung des Bähr'schen Verfahrens (Vergleichsfall 2) und 3)] für die Chlorierung und Dechlorierung sowie für die Kupferlaugewäsche der Werkstoff-Frage zurzeit noch besondere Beachtung geschenkt werden muss, was im Falle der Butylenherstellung durch katalytische Dehydrierung nicht nötig ist, da hierfür Betriebserfahrungen vorliegen. Ausserdem ist zu berücksichtigen, dass der für die Salzsäure-Elektrolyse notwendige Strombedarf von ~ 13 000 kWh/h die Erstellung eines Kraftwerkes mit einem Kapitalaufwand von ca. RM 4,0 Mill. erfordert, das im vorliegenden Falle nicht berücksichtigt ist.

Der niedrige Gestehpreis von RM 22,36 % kg n-Butylen bzw. von RM 36,74 % kg AT 244 bei dem Chlordehydrierverfahren nach Bähr ohne Isomerisierung hat seine Ursache in dem überwiegenden Anfall von Butadien, das hierbei als Hauptprodukt angesehen werden muss.

Es bilden sich bei der Chlordehydrierung von 100 kg n-Butan im Vergleichsfall 2) :

48,8 kg Butadien	entspr. 39,3 %	(Bewertung RM 75,- % kg)
37,8 kg Butylen	" 30,5 %	
37,5 kg Polychloride	" 30,2 %	(Bewertung RM 15,- % kg)

124,1 kg Gesamtanfall entspr. 100,0 % gewinnbare Produkte.

Butadien und Polychloride tragen bei der vorstehenden Bewertung praktisch die gesamten Rohmaterialkosten. Vor Berücksichtigung der Gutschrift für Butadien und Polychloride betragen die

	<u>Spesen</u>	bezw.	<u>Gestehkosten</u>
RM	54,32	"	RM 133,84 % kg Butylen
RM	31,03	"	RM 86,63 % kg AT 244

Unter der Annahme eines maximalen Erlöses von RM 75,- % kg Butadien und RM 15,-- % kg Polychloride würden sich die voraussichtlichen Gestehepreise zwischen

RM 22,36 und RM 133,84 % kg Butylen
bzw. " 36,74 und " 86,63 % kg AT 244

je nach Bewertung der "Nebenprodukte" Butadien und Polychlorbutan bewegen. Der voraussichtliche Gestehepreis wird sich danach richten, ob Butadien in der anfallenden Form und Menge unmittelbar für den Kautschuksektor anwendbar ist und ob die Polychloride absetzbar sind.

Die Anwendung des Bähr'schen Verfahrens der Butylengewinnung ohne Isomerisierung mit erhöhter Butadienbildung würde - beispielsweise für die Planung der Alkylatanlage Brux eingesetzt - (55 000 jato Butix)

21 000 jato Mindererzeugung AT 244

ergeben. Daneben würden entstehen

ca. 20 000 jato Butadien

ca. 15 000 jato Polychloride.

Abgesehen davon, dass der Absatz der Polychloride in dieser Menge kaum möglich sein dürfte, und dass die Anlagen zur Herstellung von Butadien bereits bestehen, würde allein die Mindererzeugung von 21 000 jato AT 244 die Anwendung des Bähr'schen Verfahrens ohne Isomerisierung verbieten. Für den Ausfall der vorgenannten 21 000 jato AT 244 wäre eine Ersatzproduktion nötig. Da weitere Mengen an Butan für die Herstellung von Flugtreibstoffen nicht zur Verfügung stehen, käme hierfür die Herstellung von Di 1 000 in Frage, die von i-Butanol ausgeht. Zur Gewinnung von 21 000 jato Di 1 000 sind ca. 30 000 jato Isobutanol nötig, die selbst wieder die Gewinnung von etwa 240 000 jato Rohisobutylöl verlangen. Für diese Produktion wäre eine Neuinvestition von etwa RM 70 Mill. für Rohisobutylöl einschl. Di 1 000 mit einem Gesamteisenbedarf von etwa 70 000 t erforderlich.

Vergleichsfall 1) und 3).

Ein Vergleich der beiden übrigen Fälle, Alkylatherstellung mit katalytischer Dehydrierung und mittels Chlordehydrierung mit Isomerisierung (maxim. Butylenerzeugung) zeigt, dass hinsichtlich der Gestehepreise von

RM 51,14 % kg AT 244 u. RM 55,85 % kg Butylen-(Chlordehydrierung max.)
(Butylengewinnung)

RM 50,38 % kg AT 244 u. RM 49,79 % kg Butylen-(Katal.-Dehydrierung)

eine Differenz von 2 % für AT 244 bzw. 12 % für Butylen zugunsten der Fahrweise mit katal. Dehydrierung besteht.

Sofern man hierbei die Alkylatausbeute und die Anlagekosten in den beigefügten Tabellen betrachtet und die Tatsache berücksichtigt, dass die Herstellung von AT 244 mittels katal. Dehydrierung ein bereits praktisch erprobtes Verfahren darstellt, während die Chlordehydrierung noch mit gewissen Werkstoffschwierigkeiten (Kupferlaugewäsche)

behaftet ist, ist wegen der praktisch gleichen Gestehkosten ein besonderer Vorzug der Chlordehydrierung für die Alkylaterzeugung gegenüber der katalytischen Dehydrierung zurzeit nicht zu ersehen.

Dabei sind zwei weitere Vorteile der Butylengewinnung durch katal. Dehydrierung noch nicht berücksichtigt:

1) Auf Grund von Kleinversuchen darf eine Steigerung der Butylenausbeute von 85 auf 88 % erwartet werden. Damit erhöht sich im Falle der katal. Dehydrierung die Alkylatausbeute von 87,5 auf 89,0 %, während sich der Alkylat-Gestehpreis erniedrigt.

2) In den beiliegenden Tabellen ist fernerhin eine Kostensenkung nicht berücksichtigt, die sich durch Ausnützung der im Rohbutan enthaltenen Olefine bietet. Während im Falle der Butylengewinnung mittels Chlordehydrierung die im Rohbutan vorhandenen Butylene durch zusätzliche Aufwendungen - Vorhydrierung - mit Verlust an Butan entfernt werden müssen oder andernfalls Butadien ergeben, kann - wie aus dem beigefügten Fließschema 1 ersichtlich ist - im Vergl.-Fall 1), katal. Dehydrierung, ursprünglich vorhandenes Butylen in der Alkylierung umgesetzt werden, da es bei der katal. Dehydrierung keine Nebenreaktionen gibt. Damit ergibt sich für Vergleichsfall 1) eine entsprechend kleinere Dehydrierung und somit eine entsprechende Einsparung an Dehydrierungsverlusten.

Bei einem Olefingehalt von 4,8 % im Rohbutan wird eine Erhöhung der AT-Ausbeute um 0,6 % auf 88,1 % (52 860 jato AT) und eine Senkung des Gestehpreises um RM 0,50 % kg auf RM 49,88 % kg AT erzielt. Bei Annahme einer 88 %igen Dehydrierungsausbeute ergibt sich für den vorgenannten Fall eine weitere Ausbeuteerhöhung von 89,0 auf 89,4 % AT 244.

Da sichere Voraussagen über die Menge der im Rohbutan vorhandenen Olefine nicht gegeben werden konnten, wurde für die Gewinnung von AT 244 auf dem Wege der katal. Dehydrierung der Olefingehalt in den Tabellen und im Fließschema "Vergleichsfall 1", dem die in Tabelle I aufgeführten Durchsätze in den einzelnen Verfahrensstufen zugrunde liegen, nicht in Rechnung gesetzt. Die durch Berücksichtigung des Rohbutan-Olefingehaltes bedingten Änderungen sind dem korrekten Fließschema "Vergleichsfall 1 mit Olefinverwertung" zu entnehmen.

Herr Dr. Bähr gab in dem eingangs genannten Erfahrungsaustausch über Kohlenwasserstoffe einen in guter Übereinstimmung mit der vorliegenden Schätzung stehenden Gestehpreis für Butylen in Höhe von RM 46,- % kg. Auf Grund der in dieser Arbeit durchgeführten Vorausschätzungen ergibt sich nach Umrechnung auf gleiche Einsatzpreise und gleiche Gutschriften (Butan, Butadien) ein Gestehpreis von RM 46,60 % kg Butylen.

☞ Herrn Dir. Dr. Pier, Lu
" Dr. Bähr, Lu
" Dr. Ringer, Bln.
" Dir. Dr. v. Staden
" Dir. Dr. Herold
" OI. Keinke

AWP Bln
AWP Me

Anlagen

Schmitt

Zusammenfassung:

1) Es wurden nach den in der vorstehenden Notiz gegebenen Voraussetzungen die Gesteckkosten für die Herstellung von Butylen und von AT 244 nach den Verfahren der katalytischen Dehydrierung und der Chlordehydrierung von Dr. Bähr, Lu, und zwar mit erhöhter Butadienbildung und mit maximaler Butylenbildung ermittelt und gegenübergestellt.

2) Die Anlagekosten für Butylen betragen - wie aus Tabelle II ersichtlich ist - pro jato Butylen

RM 325 für katal. Dehydrierung

" 1 333 " Chlordehydrierung; erhöhte Butadienbildung
verringerte Treibstoffausbeute

" 733 " Chlordehydrierung; maxim. Butylenbildung.

3) Die Anlagekosten für AT 244 ergeben sich - wie Tabelle III u. IV zeigen - pro jato AT 244 zu:

RM 380 für katal. Dehydrierung

" 766 " Chlordehydrierung; erhöhte Butadienbildung
verringerte Treibstoffausbeute

" 517 " Chlordehydrierung; maxim. Butylenbildung.

4) Der Gestehpreis für Butylen ergibt sich - wie aus Tabelle II hervorgeht - zu:

RM 49,79 % kg bei 85,0 % Ausb. für katal. Dehydr.

" 55,85 % kg bei 67,3 % Ausb. für Chlordehydrierung
maxim. Butylenbildung

" 22,36 % kg bei 37,8 % Ausb. für Chlordehydrierung
erhöhte Butadienbildg.
bei Berücksichtg. der
sehr hohen Gutschriften

5) Der Gestehpreis für AT 244 stellt sich - nach den ins einzelne gehenden Angaben von Tabelle IV - auf:

RM 50,38 % kg bei 87,5 % Ausbeute für katal. Dehydrierung.

RM 51,14 " " " 77,5 " " " Chlordehydrierung
max. Treibstoffgewg.

und infolge der bedeutenden Gutschriften von RM 52,92 % kg Alkylat auf

RM 36,74 % kg bei 54,1 % Ausbeute für Chlordehydrierung;
erhöhte Butadienbildg.

6) Bei Durchführung des Bähr'schen Chlordehydrierungsverfahrens mit erhöhter Butadienbildung ist zum Ausgleich der Minderproduktion an Alkylat eine zusätzliche Treibstoffgewinnung über $CO + H_2$ erforderlich, durch die sich die Anlagekosten um RM 980,- /t Treibstoff (auf die Gesamtmenge bezogen) erhöhen.

Anlagekosten für die Herstellung von AT 244

Tabelle I

	AT 244 mit katal. Dehydr.				AT 244 m. Chlordehydr. nach Bähr o. Isomeris. m. erhöht. C ₄ H ₆ -Bildg.				AT 244 m. Chlordehydr. n. Bähr m. Isomeris. m. maxim. AT-Erzeug.			
	Anlagekosten			Eingang Ausgang jato	Anlagekosten			Eingang Ausgang jato	Anlagekosten			Eingang Ausgang jato
	MTA Mio RM	BTA Mio RM	Gesamt Mio RM		MTA Mio RM	BTA Mio RM	Gesamt Mio RM		MTA Mio RM	BTA Mio RM	Gesamt Mio RM	
Rohbutan - Vorhydrierung	-	-	-	-	-	-	-	-	1,228	0,317	1,545	60 000 59 700
Frischbutan n/i-Trennung	1,162	0,177	1,339	60 000 60 000	0,600	0,360	0,960	47 500 47 500	0,517	0,083	0,600	59 700 59 700
Isomerisierung	0,653	0,157	0,810	6 870 6 620	-	-	-	-	0,425	0,110	0,535	3 550 3 380
Butylengewinnung	5,415	2,078	7,493	29 330 22 100	5,250	1,650	6,900	30 400 11 500 ^{*)}	6,350	1,650	8,000	32 850 22 230 ^{*)}
Alkylierung	2,938	1,196	4,124	53 220 53 550	1,210	0,987	2,197	28 600 26 240	1,876	1,392	3,258	48 910 47 450
Destillation	5,428	0,706	6,134	53 560 52 500	1,120	0,500	1,620	26 240 25 700	2,070	0,930	3,000	47 450 46 500
HCl-Elektrolyse	-	-	-	-	7,000	1,055	8,055	57 300	6,150	0,926	7,076	50 540
Gesamt	15,596	4,304	19,900	60 000 52 500	15,180	4,552	19,732	47 500 25 700	18,615	5,398	24,014	60 000 46 500

zusätzlich 4,000 Kraftwerk f. HCl-Elektrol. 3,600

Anlagekosten an AT 244

87,5 %

54,1 %

77,5 %

*) zusätzl. 14 320 Butadien
11 370 Polychloride*) zusätzl. 7 620 Butadien
4 270 Polychloride

00001235

Tabelle II

Gestehkosten, Spesenverteilung und Anlagekosten sowie Rohbutanbedarf

für
100 kg n.-Butylen

	Katal. Dehydr.		Chlordehydrierung nach Bähr			
			ohne Isomerisierung erhöhte Butadienbildung		mit Isomerisierung maxim. Butylenbildung	
Rohbutanbedarf in kg	117,6		264,3		143,5	
Ausbeute in %	85,0		37,8		67,3	
	Rohmaterialien und Spesen RM	Anlagewert RM/t	Rohmaterialien und Spesen RM	Anlagewert RM/t	Rohmaterialien und Spesen RM	Anlagewert RM/t
RM 30,08 % kg Butan Rohbutaneinsatz	35,39	-	79,52	-	44,67	-
Vorhydrierung	-	-	-	-	1,86	38,20
n/i-Trennung	0,93	26,30	1,85	53,40	0,78	14,90
Butylengewinnung	14,75	298,50	26,50	600,00	25,29	359,90
HCl-Elektrolyse	-	-	25,97	679,10	11,84	319,60
Spesen gesamt	15,68	-	54,32	-	39,77	-
Summe ohne Berücksichtigung der Gutschr.	51,07	-	133,84	-	84,44	-
Restgas	1,28	-	-	-	-	-
Butadien	-	-	96,65	-	25,71	-
Polychloride	-	-	14,83	-	2,88	-
Gutschriften gesamt	1,28	-	111,48	-	28,59	-
Gestehpreis % kg Butylen	49,79	-	22,36	-	55,85	-
Anlagewert gesamt je t Butylen	-	324,80	-	1 332,50	-	732,60

Zusammenfassung der Tabellen I-III

Einsatz, Ausbeute, Anlagekosten und Gestehpreis

für AT 244

		Katal. Dehydrierung	Chlordehydrierung nach Bähr o. Isomerisierung erhöht. C ₄ H ₆ -Bildg.	m. Isomerisierung max. AT 244-Ausb.
Butaneinsatz	in jato	60 000	47 500	60 000
Treibstoff AT 244	in jato	52 500	25 700	46,500
Butadien	in jato	-	14 800	7 620
Polychloride	in jato	-	11 070	4 270
Treibstoffausbeute	in %	87,5	54,1	77,5
Anlagekosten gesamt	in Mio RM	19,900 ¹⁾ 0,300 ¹⁾	19,732 ²⁾ 4,000 ²⁾	24,014 ²⁾ 3,600 ²⁾
Anlagewert	RM/t AT 244	380,-	766,-	517,-
Rohbutaneinsatz	RM % kg AT 244	34,38	55,59	38,85
Gutschriften	RM % kg AT 244	-0,61 ³⁾	52,92 ⁴⁾	15,15 ⁴⁾
Spesen	RM % kg AT 244	16,61 ⁵⁾	34,07	27,44
Gestehpreis	% kg AT 244	50,38 ⁵⁾	36,74	51,14

1) Anlagekosten für Anteile an Kontaktfabrik (Dehydrier-Kontakt)

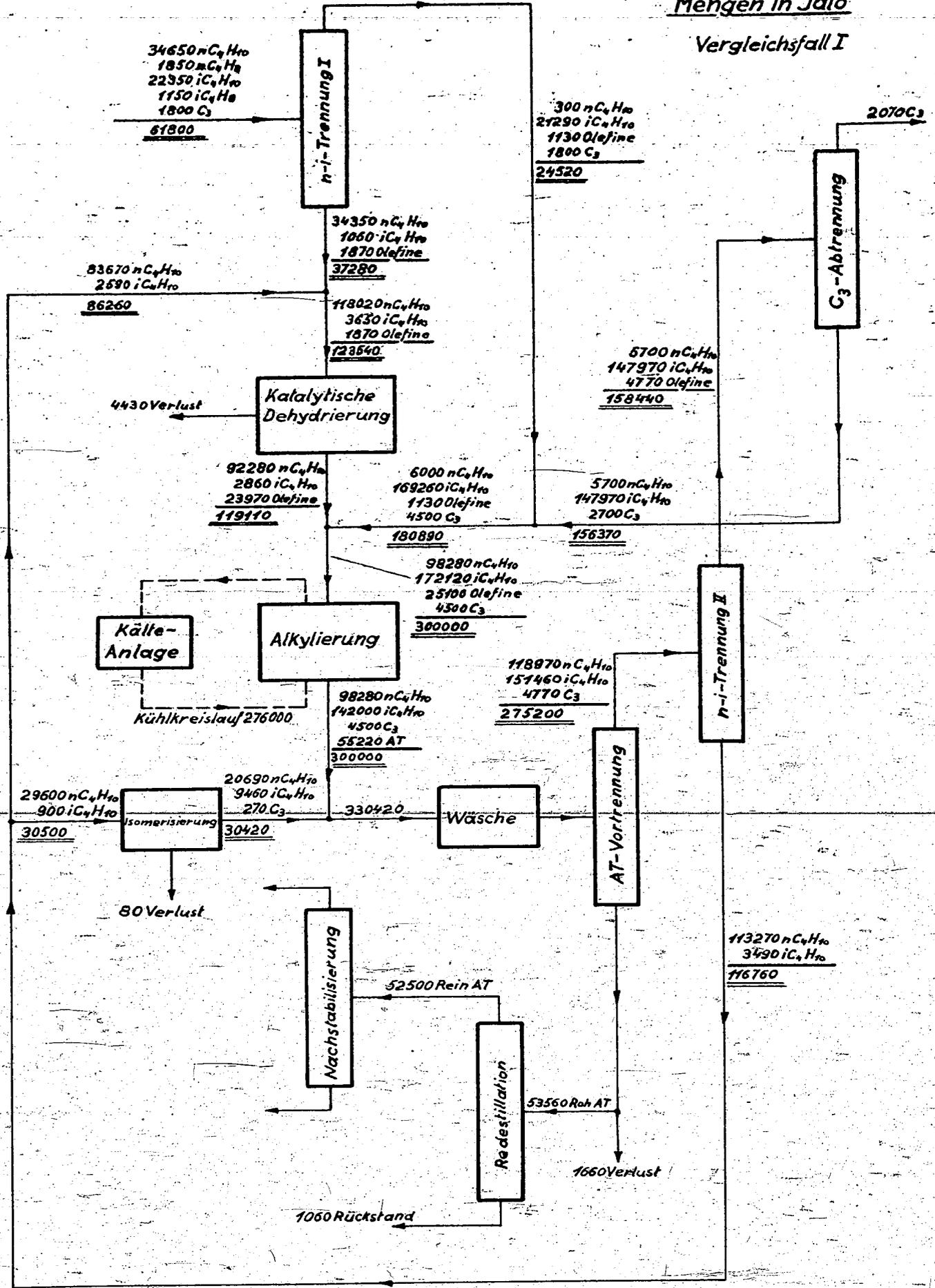
2) Anlagekosten einer Kraftzentrale für den zur HCl-Elektrolyse notwendigen Strombedarf.

3) Restgas bei Dehydrierung.

4) Butadien, Polychloride, Elektrolyse-Wasserstoff.

5) Unter Berücksichtigung des geringeren Dampfbedarfs (siehe Text).

00001238
Mengen in Tonne
Vergleichsfall I



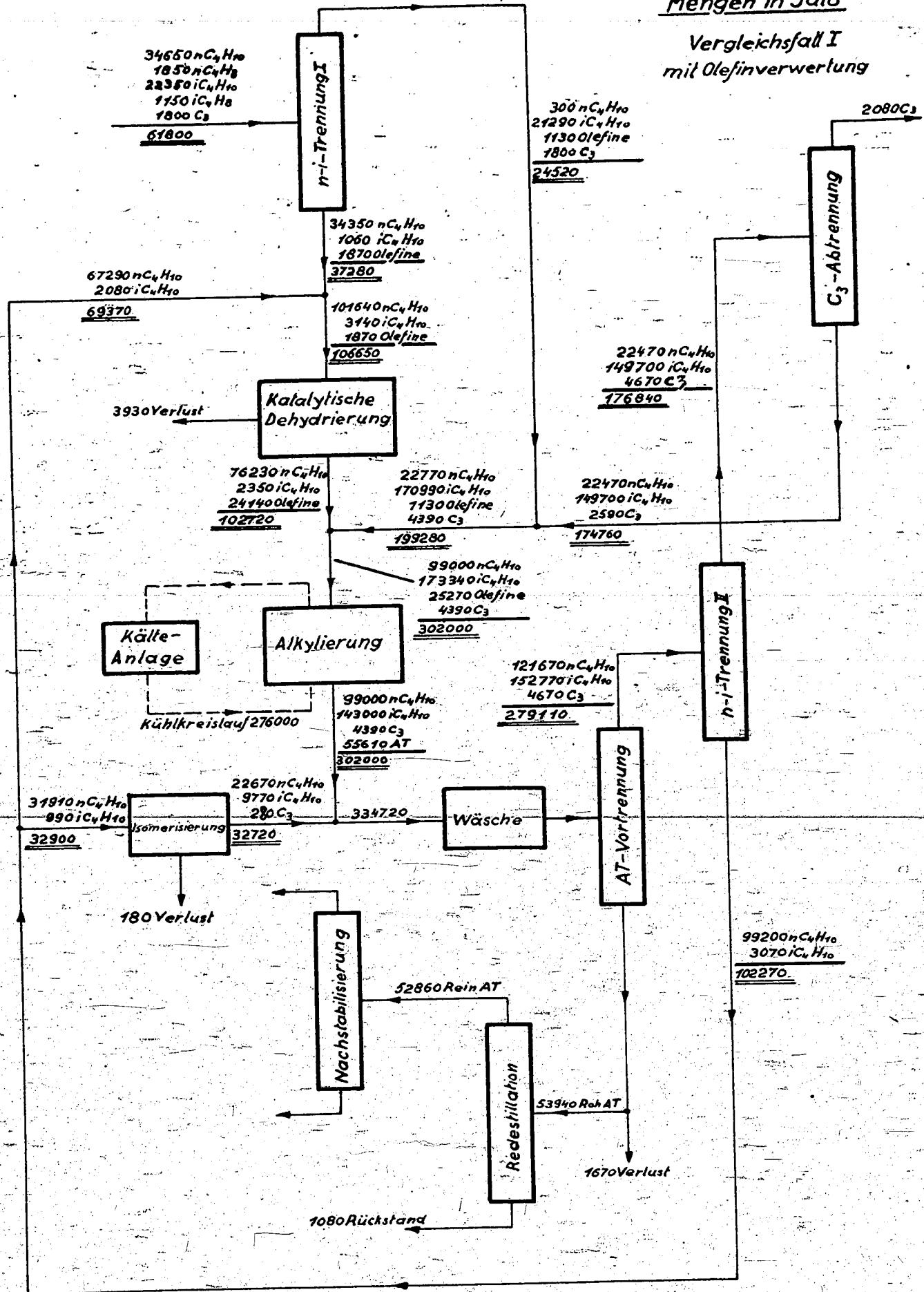
Mengenschema zur AT-Anlage mit
katalytischer Dehydrierung
60000 Tonne C₄ Einsatz

Ammoniakwerk Merseburg
Konstr. Büro Mfa.
Dat. /
Gez. /
Gepr. /
B. Sk. 44

00001239

Mengen in Talo

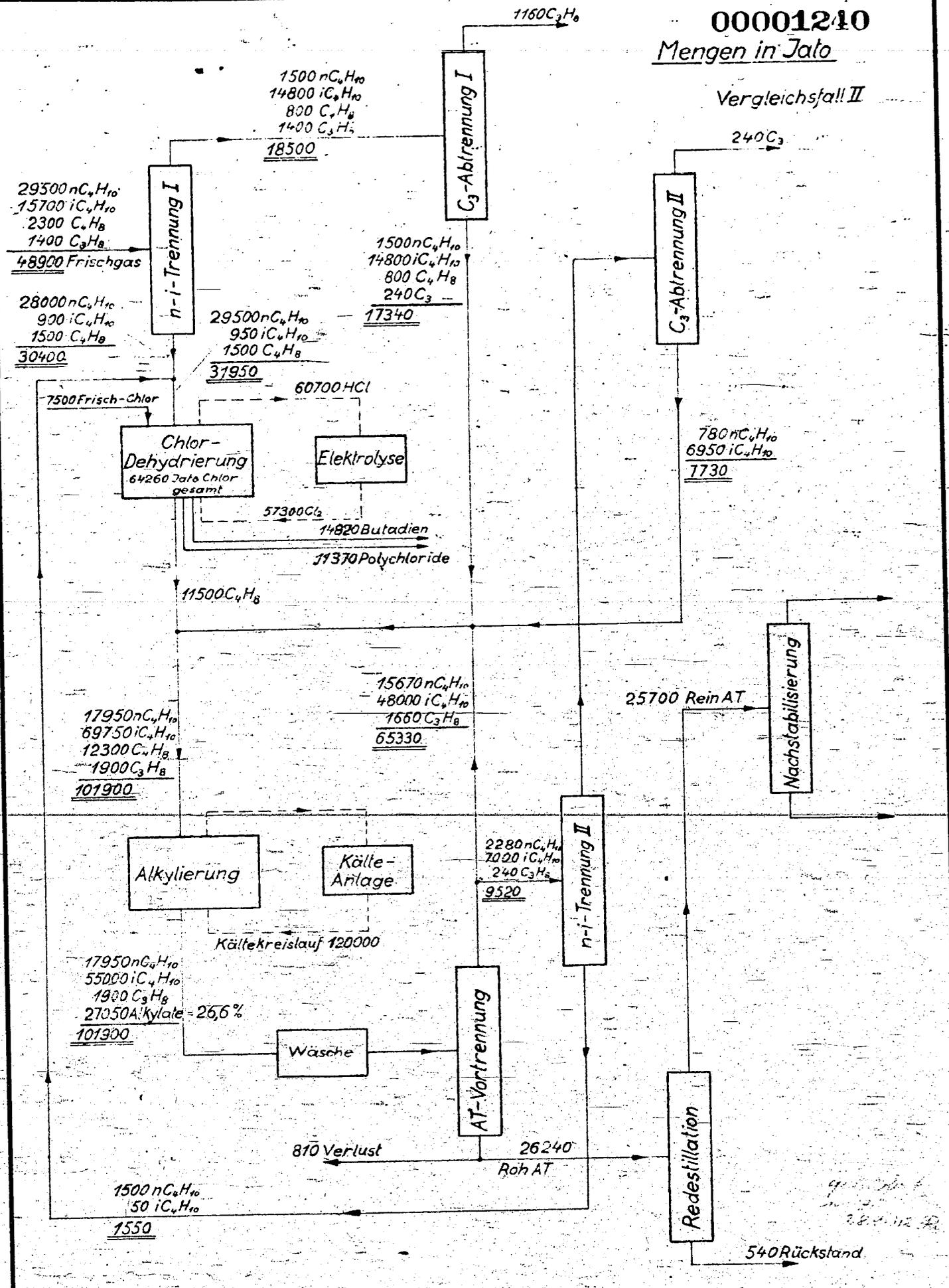
Vergleichsfall I
mit Olefinverwertung



Mengenschema zur AT-Anlage mit
katalytischer Dehydrierung
60000 Talo C₄ Einsatz

Ammoniakwerk Merseburg
Konstr. Büro Mta.
Dat. 9. 11. 1954
Gez. B. Sk. 46
Gepf.

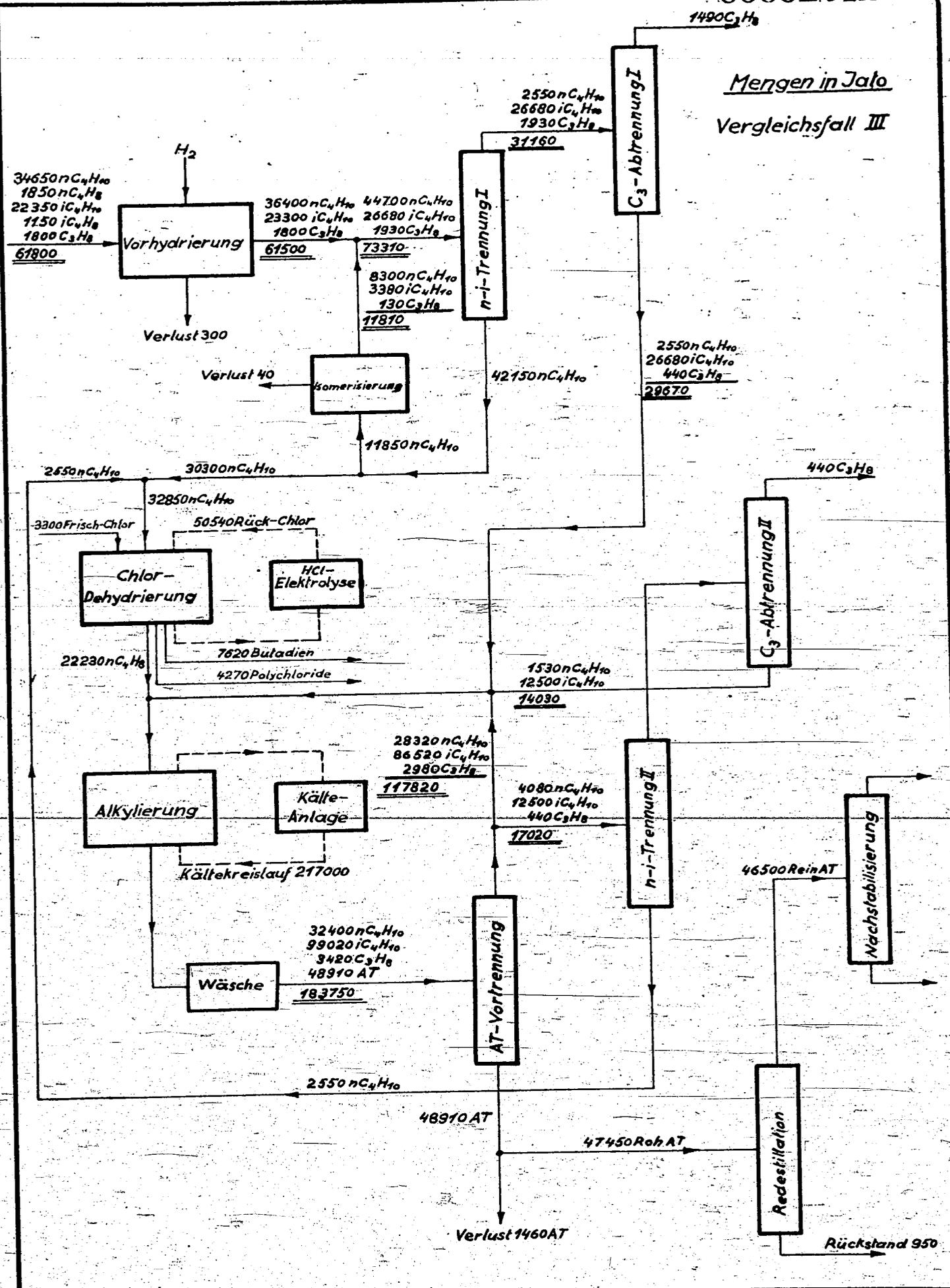
00001210
Mengen in Tajo
Vergleichsfall II



Mengenschema zur AT-Anlage mit Chlordehydrierung nach Bähr (ohne Isomerisierung)
Einsatz 47500 Tajo C₄

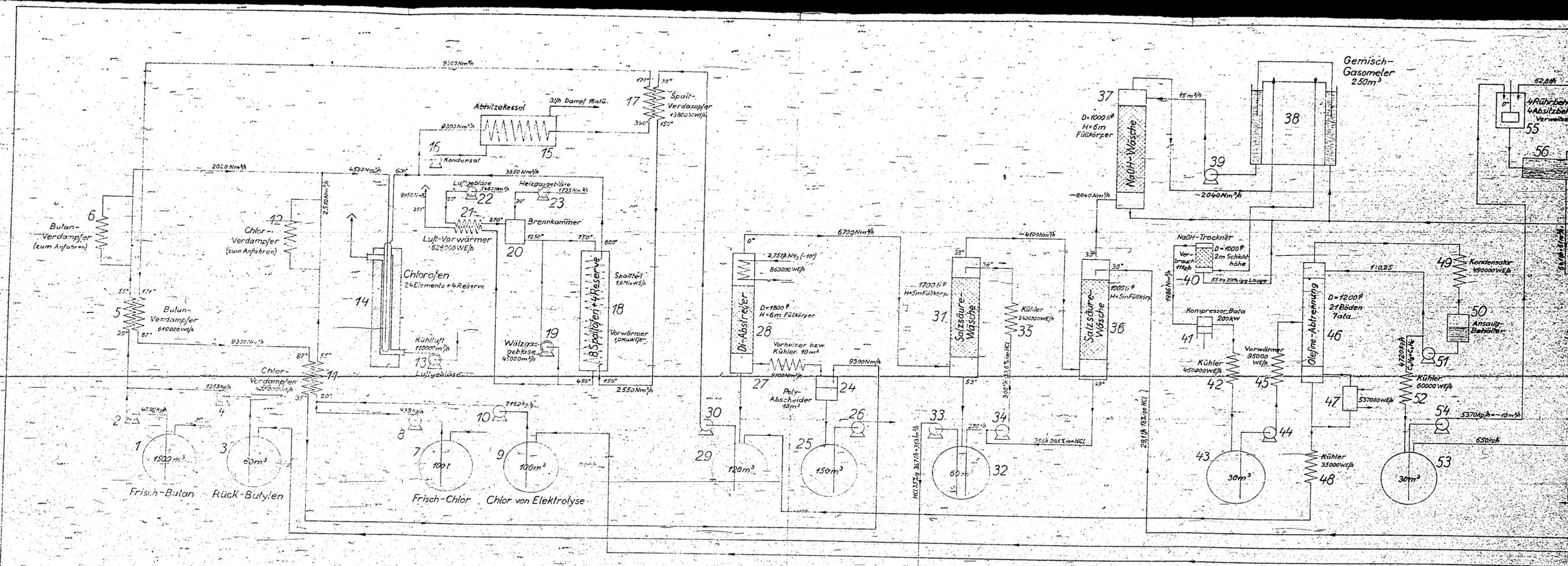
Ammoniakwerk Merseburg
Konstr. Büro Mfa.
Dat. 34.9.42
Gez. [Signature]
Gepr. [Signature]
B.Sk. 35α

Mengen in Tajo
Vergleichsfall III

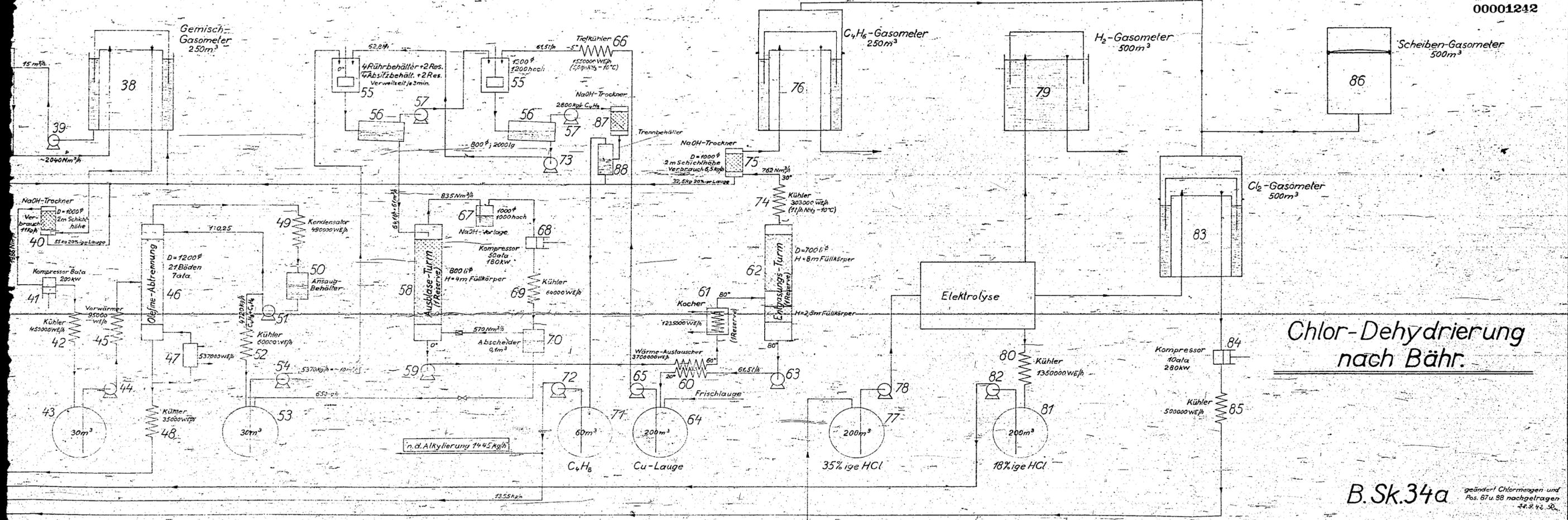


Mengenschema zur AT-Anlage mit Chlordehydrierung nach Bähr (mit Isomerisierung)
Einsatz 60000 Tajo C₄

Ammoniakwerk Merseburg
Konstr Büro Mta
Dat. 2.7.53
Gedr. 5.7.53
Gepr. 12.7.53
B.Sk. 43



24 Sep. 1947

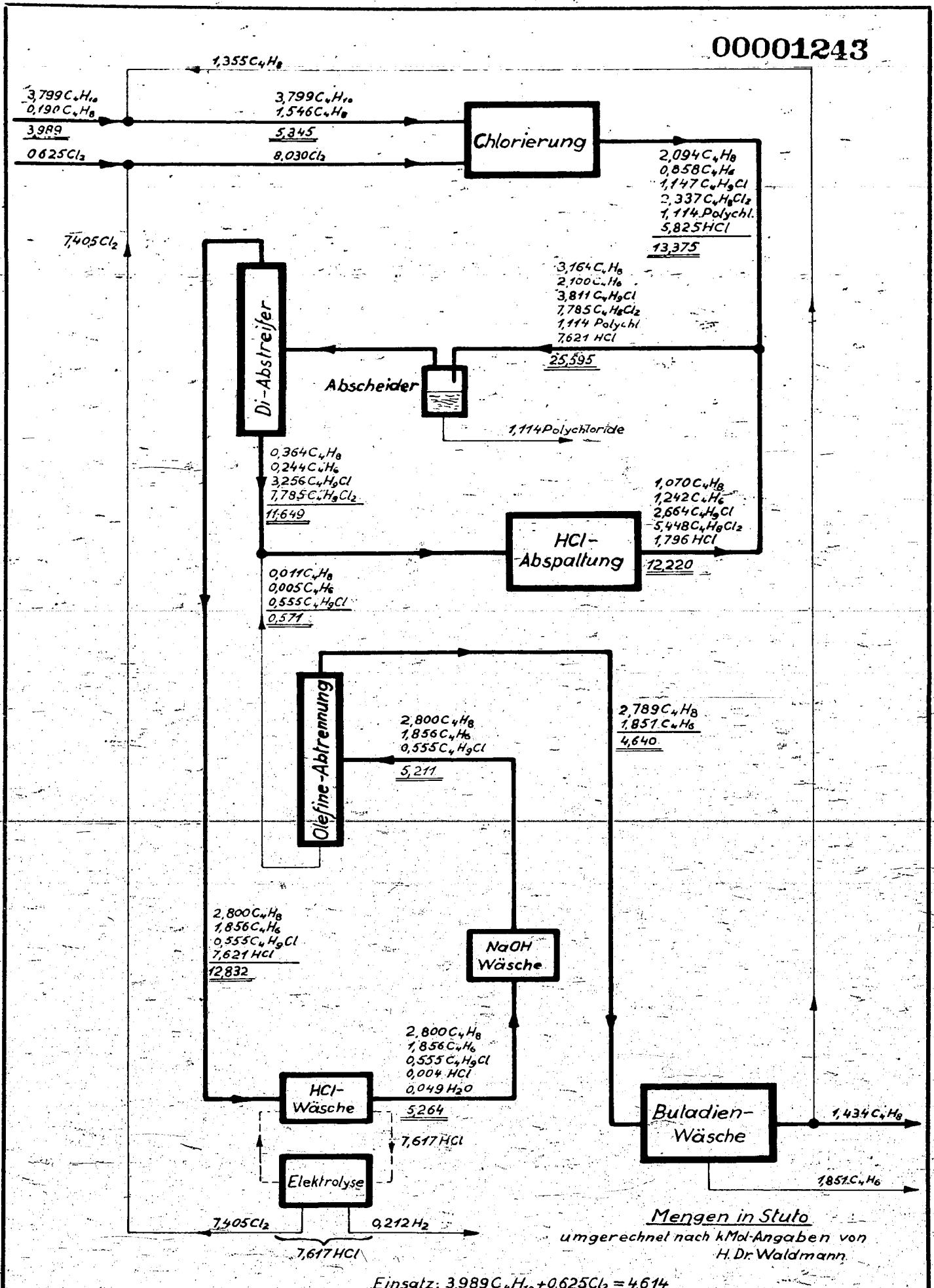


**Chlor-Dehydrierung
nach Bähr.**

B.Sk.34a geändert Chlormengen und
Pos. 67 u. 88 nachgetragen
22.9.42 50.

Leuna 18.9.1942 *Ruschitzky H.*

00001243



Mengen in Stuto
umgerechnet nach kMol-Angaben von
H. Dr. Waldmann.

Einsatz: $3,989 C_6H_6 + 0,625 Cl_2 = 4,614$

Mengenschema zur Chlordehydrierung nach Bähr
mit erhöhter C₆H₆-Bildung

Ammoniakwerk Merseburg
Konstr. Büro Mta.
Dat. 15.12.42
Gez. *[Signature]*
Gepr. *[Signature]*
B. Sk. 48

455

00001244

Bag Target

Ø Hauptlabor. (Versuche)
Organische Abteilung

Anorgana G.m.b.H.
Werk G e n d o r f
G e n d o r f (Oberbayern)

3043 -30/4.02

Dir. / 01. 6. 1943

Stickstoff-Abt. 4. Februar 1943 Ul.
S.-B./Hd/Now.

Butylengemisch aus Acetylenhydrierung

An
Co
Hy.
Kv
KW.
Ph.
Wg.
Bst.
Hg.

Auf Grund Ihres obengenannten Schreibens und der Besprechung am 15.v.M. in Leuna mit Ihrem Herrn Dir. Dr. Wittwer, wurde uns mitgeteilt, daß das Gendorfer Butylengemisch identisch mit dem entsprechenden Schkopauer Produkt sei und neben dem butadienhaltigen Butylen noch 20 % C6- und C8-Olefine enthalten soll.

Wie wir aus Schkopau erfahren, erhalten wir aber von dort eine praktisch rückstandsfreie Butylenfraktion, aber ein Produkt, das sich durch den Wegfall der C6- und C8-Olefine beträchtlich von Ihrem Sumpföl unterscheiden würde, zumal neben dem Butadien auch die höheren C6- und C8-Olefine unter Umständen einen ungünstigen Einfluß auf die Weiterverarbeitung haben könnten.

Da wir unsere Alkylierversuche mit dem Schkopauer rückstandsfreien butadienhaltigen Butylengemisch durchführen, bitten wir Sie, eine Probe von ca. 10 - 20 kg Ihres Produktes an unsere Anschrift nach Station Großkorbetha (Abladestelle Me 225, Meister Wode) zu senden, damit wir auch mit diesem Sumpföl, entsprechend seiner anderen Zusammensetzung, Alkylierversuche über dessen Einsatzfähigkeit in das AT-Verfahren durchführen können.

Heil Hitler!

807

00001245

Herrn Dr. von Staden
" Dr. Giesen
Hauptlabor. (Versuchs)
AWP.

T 52

ft

Buna - Werke
G.m.b.H.
K - Abteilung
z.H. von Herrn Dr. Breuers

Schkopau
Krs. Merseburg

Stickstoff- bt.
S.-B./Ed/Now.

1. März 1943 Ul.

Einsatz von butadienhaltigem Buten in die AT-244-Anlage

Wie abgesprochen, führten wir Alkylierversuche im Labormaßstab mit Ihrem, bei der Acetylenhydrierung anfallenden butadienhaltigen n-Buten durch, um auszuwachen, in wie weit sich der Gehalt an Butadien steigend auf den H₂SO₄-Verbrauch auswirkt.

Beim Einsatz Ihres Produktes allein betrug der Säureverbrauch ca. 40 %, bezogen auf hergestelltes Alkylat.

Da aber, wie vorgesehen, Ihr Buten vor Eingang in die Alkylierung dem aus der n-Butan-Dehydrierung kommenden n-Butan- n-Buten-Gemisch zugesetzt werden würde und dann nur noch in einer Konzentration von maximal 8 %, bezogen auf das Gesamtbuten, vorliegt, wurden weitere Alkylierversuche mit einem Gemisch aus 92 % Buten rein, und 8 % Ihres Olefins durchgeführt.

Mit diesem, den Verhältnissen in der Produktionsanlage entsprechenden Gemisch war der Säureverbrauch in mehreren Versuchen um etwa 25 % höher, als mit reinem n-Butan. Da zu erwarten ist, daß die H₂SO₄-Auffbereitungsanlage diesen Mehranfall an verbrauchter Säure mit verarbeiten kann und diese Anlage zu Anfang noch nicht voll ausgenutzt wird, wollen wir auf jeden Fall Ihr Produkt mit verarbeiten, zumal genaue Resultate über das Verhalten des Butadiens erst beim Einsatz im Großen erhalten werden können.

Zur Zeit wird gerade mit der Umstellung des Betriebes auf Alkylaterzeugung begonnen. Wir rechnen damit, daß mit dem Einsatz Ihres Produktes etwa in einem Monat angefangen werden kann. Die Hereinnahme würde dann schrittweise gesteigert werden und sich anfänglich nach der jeweiligen Höhe unserer Produktion richten. Wir hoffen, daß dies flott geschehen kann. Hat sich dann der restlose Einsatz Ihres Produktes nach obigen Gesichtspunkten befriedigend entwickelt, so stünde dann einer ständig völligen Abnahme nichts im Wege. Über die Art der Verrechnung müßte dann bald eine Regelung vorgenommen werden.

An	
Co	
Hy	
Ku	
KW	
Ph	
Wa	
Pat	
Ing	

00001246 29 März 1943

ANORGANA

Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Werk Gendorf

Postamt Gendorf

29. MÄRZ 1943

POSTANSCHRIFT DES ABSENDERS
Anorgana G. m. b. H., Gendorf, Post Burgkirchen/Alz (Obb.)

DRAHTWORT
Anorgana
Burgkirchen

FERNSPRECHER
Alt-Neuötting
334

FERNSCHREIBER
O 63/68

RF Nr. 0/0818/0010

Ammoniakwerk Merseburg
G. m. b. H.

Merseburg

Abteilung Hydrierung

Sch. *[Signature]*

Ho. *[Signature]*

Ihre Zeichen
Abt. Hydrierung
Dr. Hg./Gr.

Ihre Nachricht vom
19.3.43

Unsere Nachricht vom

Unsere Zeichen
o.G./24/L.

GENDORF
24.3.43

Betreff: Butanlieferung an Deutsche Gasolin in München:

Wir bestätigen dankend den Eingang Ihres Schreibens vom 19.3.43.

Bezüglich der gewünschten Analyse bemerken wir, dass das bei uns anfallende Sumpflöl die gleiche Zusammensetzung hat wie das aus der Schkopauer-Acetylenhydrierung stammende Abfallöl. Und zwar besteht es zu:

- 70 - 85 % aus C₄-Olefinen,
- 25 - 10 % aus C₆-Olefinen,
- 2 - 5 % aus höheren Olefinen.

Der C₄-Anteil enthält neben ca. 8 % Butadien und Spuren Isobutylene ca. 40 % α-Butylene und ca. 40 % β-Butylene, der Rest besteht aus höheren Olefinen.

Über den Schwefelgehalt liegen eigene Untersuchungen nicht vor. Wir bitten Sie, sich hierüber mit Schkopau in Verbindung zu setzen.

Der voraussichtliche monatliche Gasanfall dürfte für die nächste Zeit 120 - 150 to Flüssiggas betragen.

Heil Hitler!

ANORGANA
Gesellschaft mit beschränkter Haftung.

[Handwritten signature]

1944
30 März 1943

7390

00001247

Ø Herrn Dir. Dr. Giesen
Hauptlabor. (Versuche) 2x
AWP.

Anorgana G.m.b.H.
Werk Gendorf

G e n d o r f
Post Burgkirchen /Alz
(Obbay.)

Stickstoff-Abt. 16. April 1943 Sr.
S.-B./ER Now.

Wie abgesprochen, führten wir Alkylierversuche im Labormaßstab mit Ihrem, bei der Acetylenhydrierung anfallenden, butadienhaltigen n-Buten durch, um zu überprüfen, inwieweit sich der Gehalt an Butadien und H₂Siedendem auf den H₂SO₄-Verbrauch auswirkt.

Gemäß unserer Analyse hatte Ihr Produkt folgende Zusammensetzung: 7 % Butadien, 15 % niedrigerer Rückstand über 20° siedend. Der Rest bestand zu ungefähr gleichen Teilen aus - und -Buten.

Die Alkylierversuche mit einem, den Verhältnissen in der Produktionsanlage entsprechenden Gemisch Ihres Sammfalles und reinem Buten ergaben einen ca. 25 % höheren Säureverbrauch als mit reinem Buten allein.

Wenn unsere Säure-Aufbereitungsanlage die zum Mehrerfall an verbrauchter Säure mit verarbeiten kann, werden wir Ihr Produkt mit einsetzen. Wir rechnen, daß in 1 - 2 Monaten mit dem Einsatz Ihres Produktes angefangen werden kann. Die Menge würde dann schrittweise mit unserer Produktion gesteigert werden. Hat sich dann der restlose Einsatz Ihres Produktes nach obigen Gesichtspunkten befriedigend entwickelt, so stünde denn eifer ständigen, völligen Abnahme nichts mehr im Wege.

Heil Hitler!

Au
Co
Hy
Kil
KW
Ph
Wa
Pat
Ing

26.5.43.
Dr. Sche/Fsch**Geheim!**C₄ aus Fischersynthese

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

Über C₄ von Rheinpreußen und Ruhrchemie ist bereits verfügt.

Annahme, daß bei sämtlichen Werken das Flüssiggas folgende Zusammensetzung hat:

ca 50 % C₄, davon etwa die Hälfte C₄=
 ca 50 % C₃, davon etwa 43 C₃=
 3 % C₁, C₂

Anfall von C₃ + C₄ 1944/45

	jato		moto		tato		stuto	
	<u>C₃</u>	<u>C₄</u>	<u>C₃</u>	<u>C₄</u>	<u>C₃</u>	<u>C₄</u>	<u>C₃</u>	<u>C₄</u>
Schaffgotsch	3.000	3.000	250	250	8.3	8.3	0.35	0.35
Krupp	4.080	4.080	340	340	11.3	11.3	0.47	0.47
Hoesch	2.280	2.280	190	190	6.3	6.3	0.26	0.26
Essener St.K.	6.600	6.600	550	550	18.3	18.3	0.76	0.76
Victor	3.480	3.480	290	290	9.7	9.7	0.40	0.40
Lützkendorf	4.800	4.800	400	400	13.3	13.3	0.55	0.55
	24.240	24.240	2.020	2.020	67.2	67.2	2.79	2.79

Müller

00001219

Besprechungsbericht über Versuche
zur Herabsetzung des Säureverbrauches in der AT244-Anlage.

Anwesend:

- Dr. Hanisch
Dr. Weidmann
Dr. Strätz Dr. Hill
Dr. Wiedemann Dr. Schneider
Dr. Nowotny
Dr. Pohl

Bisherige Versuche.

Dr. Nowotny und Dr. Pohl berichten über die Ergebnisse bezüglich des Säureverbrauches bei der Alkylierung in Kleinversuchen mit verschiedenen vorbehandelten Dehydriergasen.

E r g e b n i s s e

Vorbehandlung:	Dr. Nowotny Säureverbr. bezog. auf hergest. Alkylat	Dr. Pohl
k e i n e	25 - 30 %	26 %
festes NaOH	---	26 %
Wäsche bei Raumtemperatur in der Gasphase mit 15-20 %iger NaOH	20 - 15 %	23 %
Wäsche bei $\pm 0^\circ$ in der Gasphase mit 20 %iger NaOH	---	20 - 21 %
Wäsche bei 2 - 3° in Flüssigphase mit 20 %iger NaOH	16 %	15 %
partiell hydriert b. 250-300° u. Belastung 4000 m. Kontakt 4786 (Dr. Strätz)	17 - 15 %	noch nicht abgeschlossen
Natronlaugewäsche u. anschließende partielle Hydrierung (Dr. Strätz)	17 - 15 %	---
partiell hydriert b. 110-125° u. Belastung 100 m. reduziertem Kontakt 3076 (Dr. Wiedemann)	Versuche noch nicht abgeschlossen. Säure zeigt besonders gutes Aussehen (Keine Rotfärbung mehr). Es ist ein Säureverbrauch von ca. 10 % zu erwarten, da bei einer Säurekonzentration von ca. 93% schon soviel Alkylat gebildet ist, daß sich ein Säureverbrauch von 15 % errechnet.	

Ergebnisse bisheriger Halbtechnischer Versuche (Dr. Pohl)

Vorbehandlung:	Säureverbrauch:
k e i n e	28 %
Wäsche b. 2-3° in der Flüssigphase mit 15%iger NaOH	20 % (Versuch noch nicht abgeschl.)

umg Ca Cl₂ - Dampffalle

Dr. Strätz berichtet, daß in der Produktionsanlage durch Flaschen mit 20 Liter NaOH bei Außentemperatur sowohl in Gas- als auch in Flüssigphase bis jetzt keine Zin-
 derung des Ethylenverbrauches beobachtet wurde. Die Alkylierung mit in Flüssigphase
 gewaschenem Dehydriergas ist allerdings erst seit 2 Tagen in Betrieb, so daß end-
 gültige Ergebnisse noch abzuwarten sind. Die obige Argonphase erkennen lassen, so
scheint die partielle Hydrierung von Dehydriergas die beste und eleganteste Lösung
des Problems zu sein.

Zukünftig vorzugsweise durchzuführende Versuche:

- 1.) Dr. Weidemann wird bei der partiellen Hydrierung des Dehydriergases versuchen, den Kontakt 3076 stärker zu belasten.
- 2.) Dr. Strätz wird die bisher drucklos durchgeführte partielle Hydrierung bei 5 - 10 at = Druck hinter der Kompression, versuchen. Vorteile der Druckhydrierung: wahrscheinlich höhere Belastung möglich und Verfall zusätzlicher Gebläse.
- 3.) Dehydrierungsversuch (1 m³ Kontakt) wird der Kontakt 4098 eingesetzt und soll so belastet werden, daß genügende Hydrierung einsetzt.
- 4.) Die aus obigen Versuchen erhaltenen Proben werden wie bisher in rein- und halbtchnischen Alkylierungsversuchen geprüft.

Weitere noch in Aussicht gestellte Versuche sind:

- 1.) Vorpolymerisation des Dehydriergases mit normalem Phosphorsäurekontakt der 752-Anlage
- 2.) Behandlung des Dehydriergases mit Al₂O₃
- 3.) Behandlung des Dehydriergases mit A.-Kohle
- 4.) Erweichung des Dehydriergases mit CuCl · 2NH₃

Bei sicherer partieller Hydrierung von Dehydriergasen wurde ein Absinken des Ethylengehaltes von 0,8 auf 1,5 beobachtet und ein Absinken des Butadien-
 gehaltes von 4,5 auf 2,2. Letztere Werte dürfen nur als Vergleichswerte angesehen
 werden, da die Butadienbestimmung in solchen niedrigen Konzentrationen große Schwierigkeiten bereitet.

- Herrn Dr. Dr. Diewen
- Herrn Dr. Herold
- Dr. Aufmann
- Dr. Fischer
- Dr. Janisch
- Dr. Weidemann
- Dr. Strätz
- Dr. Weidemann
- Dr. Nowotny
- Dr. Pahl

29.12
1954

00001251

Eag Target
3043, -30/4

FRIEDRICH UHLE KG.
Ingenieur-Büro und
Fabrik für chem. Apparate
Zweibüro Leuna Werke

Verfasser: O. Reichardt

AKT. MICTIZ

Durchruck an: die Herren:

Über die Besprechung:
T 52- AT 244-Erfahrungsaustausch

- 5 x Pölitz DI. Friedrich
- 5 x Scholven Dir. Dr. Köhler
- Dir. Dr. Gieson Dr. Höhn
- Dir. Dr. Herold Dr. Milz
- OI. Keinke DI. Griephan
- OI. Ir. Sackmann II. Ewald
- Dr. Fischer II. Reichardt
- Dr. Hanisch 1 x Akte.
- Dr. Kaufmann OI. Palzer

in: Leuna He 24 f am: 19. u. 20. 8. 43

Anwesend: die Herren:

- von Pölitz Dr. Strätz
- OI. Holste Fr. Pohl 20. 8.
- Dr. Spillner Dr. Nowotny
- DI. Fischer Dr. Herbert
- Ing. Georgias DI. Weidmann
- von Scholven DI. Friedrich
- OI. Stärker von Uhde-Leuna
- Dr. Schönfelder Dir. Dr. Köhler 19. 8. ztw.
- DI. Kalbhenn OI. Palzer
- Dr. Höhn 20. 8.
- von Ammoniakwerk Dr. Milz
- Dir. Dr. Gieson DI. Griephan
- OI. Keinke DI. Ewald
- Dr. Hanisch DI. Reichardt
- Dr. Fischer

Tag: 27. 8. 1943

Geheim

Zeichen:
AT 244/Allg.
Dr. Kö/Pz/Rdt.

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 RStGB in der Fassung des Gesetzes vom 24. 4. 1934.
2. Die Verbreitung dieses Geheimnisses ist strafbar.
3. Die Befugnis zur Veröffentlichung dieses Geheimnisses unter geheimerem Vermerk.

Betreff: T 52- / AT 244-Erfahrungsaustausch

- 1.) T-52 - Erfahrungsaustausch
- A) Produktion, Umsätze, Ausbeuten

Die Produktion und Gesamtausbeute der für 1000 moto ausgelegten Pölitzer T 52-Anlage zeigt folgendes Bild:

Monat	T 52	Gesamtausbeute
März	1300 t	65 %
April	1387 t	67 %
Mai	1411 t	67 %
Juni	1740 t	69 %
Juli	1740 t	69 %

Hierbei wurden zeitweise Belastungen erreicht, die einer Produktion von 1900 moto entsprechen. Die Gesamtausbeute an Produkt vor dem Eingang in die Hydrierung ist auf reines Butan bezogen. Der Propangehalt beträgt 3 - 4 %. Es sind noch etwa 8 % ungedeckte Verluste vorhanden. Das Pölitzer T 52-Produkt hat eine Oktanzahl von 96-97.

Die Scholvenener Produktion wird durch häufige Ausfälle infolge Fliegerstörungen ungünstig beeinflusst.

Die höchste Produktion wurde im Juni mit 2130 moto T 52 erreicht. Die Durchschnittserzeugung beträgt zur Zeit 2000 moto bei einer Auslegung der Anlage für 1900 moto.

Die Gesamtausbeute liegt zur Zeit bei 64 % gegenüber 63 % in den früheren Monaten. Das dauernde Abstellen der Anlage bei Fliegeralarm hat erhöhte Undichtigkeiten zur Folge, daher die geringe Gesamtausbeute trotz Verwendung des neuen Kontaktes. Scholven hat zur Zeit noch 10 - 12 % ungedeckte Verluste.

In Leuna betrug die Gesamtausbeute an Fertigprodukt zuletzt mit altem Kontakt 65 - 68 %, mit neuem Kontakt 72 - 73 %, bezogen auf Butan einschl. Propan. Die höchste Produktion der Leunaer Anlage betrug 2300 moto T 52.

B) Dehydrierung

1) Spaltöfen

a) Flanschverbindungen

Pölitz hat jetzt sämtliche "Heiße Leitungen" am Spaltöfen außer der oberen Ringleitung in Eisen (ohne Ausmauerung) mit kleinen Nennweiten bis zu DN 100 verlegt. Die obere Ringleitung selbst ist jetzt geschweißt. Hierdurch sind die Undichtigkeiten weitgehend herabgedrückt. Die Eisenflanschen werden mit Pernac gedichtet. Verruungen sind in den Eisenleitungen nicht aufgetreten. Nach in Pölitz durchgeführten Versuchen (s. auch Pölitzer Bericht v. 8.6.43 mit Nachtrag vom 20.7.43 über die Verwendbarkeit von Eisen anstelle von Sicro-malstählen in der Dehydrierung) verhält sich Eisen bis zu etwa 500°C inaktiv gegenüber Butan (500°C bei i-Butan, 515°C bei n-Butan). Verruung setzt nach Laboratoriumsversuchen erst oberhalb 590°C ein. H₂S inaktiviert die Eisenoberfläche. Durch Zugabe von H₂S kann also auch oberhalb 590°C Verruung verhindert werden. Pölitz setzt deshalb seinem Spül-CO₂ geringe Mengen H₂S zu. Auf Grund obiger Feststellungen und bisher vorliegender Betriebserfahrungen hält Pölitz die Verwendung von Sicro-malstählen nur noch für die Röhrenbündel des letzten Wärmeaustauschers und des Ofens für erforderlich, und zwar Sicro-mal 8 nur für die Teile, die mit Rauchgas in Berührung kommen, während für die anderen Teile der Bündel Sicro-mal 3 oder FF 3 genügen müßte.

Leuna verwendet zur Flanschdichtung jetzt ebenfalls Pernac. Mit der "amerikanischen Dichtung" (s. Erfahrungsaustausch v. 4.9.42) wurden in Leuna noch keine Versuche gemacht. Herr OI. Keinke berichtet, daß in Lossbierbau diese Dichtungen an 300-er bis 600-er Flanschen noch nie undicht geworden sind. Die Dichtungen sind dort Drücken von 15 - 18 atü und Temperaturen bis zu 530°C ausgesetzt. Dabei sind statt der ursprünglich vorgesehenen Sechskant-Dichtungen aus Weichblei solche aus I eingebaut.

Herr Keinke erläuterte eine neue Flanschdichtung nach beiliegender Skizze. Der Dichtring wird aus nahtlosem Siederrohr hergestellt. Die Flanschschrauben werden hierbei mit kleinerer Vorspannung als üblich angezogen. Die Dichtung kann in vorhandene Rohrleitungen eingebaut werden. Wesentlich ist, daß die Keilflächen sauber bearbeitet sind und der Flansch und Dichtring den gleichen Winkel (22°) haben.

b) Rauchgasverteilung

Zur besseren Verteilung des Rauchgases auf die einzelnen Rohre des Röhrenbündels (s. Erfahrungsaustausch v. 4.9.42) wurden in Leuna in dem Ringkanal für Rauchgaseintritt bzw. -Austritt Schürzen mit Schlitzn eingebaut. Mit 2 parallelen Versuchsbündeln, von denen eines mit Luft statt mit Butan gefahren wird, wurden Messungen gemacht. Bei der Schürze in der ersten Ausführung mit gleich grossen Schlitzquerschnitten waren in dem Versuchsbündel mit Luft die Innenröhre 40° wärmer als die Außenröhre. In dem Versuchsbündel mit Butan hatten die Innenröhre 24% , die Außenröhre dagegen nur 12% Olefine trotz gleichmäßiger Kontaktverteilung und Ausbau der Schlitzröhre. (s.u.) Durch Schließen der Schlitzn auf der Innenseite wurde der obige Effekt umgekehrt. Durch Versuche wurden dann die Schlitzgrößen für jedes Rohr ermittelt, die eine praktisch gleichmäßige Belastung sämtlicher Rohre ergeben. In den anderen T 52-Anlagen müssen die richtigen Schlitzquerschnitte der Schürzen am besten ebenfalls durch Versuche ermittelt werden.

Für die gleichmäßige Rauchgasverteilung auf die einzelnen Röhrenbündel mit Hilfe der Rauchgasdröselklappen ist die Klappeneinstellung noch zu groß. In Pölitz werden die Röhrenbündel alle 3 Tage mit einem Wärmeleitfähigkeitsgerät nachgemessen und danach die Rauchgasklappen nachreguliert. Hierdurch konnten die Unterschiede im Olefingehalt der einzelnen Röhrenbündel auf $1 - 2\%$ herabgedrückt werden.

c) Kontaktverteilung

Nach Leunauer Untersuchungen erhielten infolge Entmischung des Kontaktes im Kontaktzulaufrohr die Innenröhre sehr viel Kontaktsplit, die Außenröhre dagegen bevorzugt die ganzen Kontaktkörner. Hierdurch hatten die Innenröhre einen größeren Strömungswiderstand und damit geringeren Gasdurchgang. Die durch die ungleichmäßige Rauchgasverteilung hervorgerufene Wirkung wird hierdurch noch verstärkt.

Durch einfache Einbauten in der Kontaktzulaufleitung ist sowohl in Leuna als auch in Pölitz eine gleichmässige Kontaktverteilung erreicht worden.

d) Schlitzröhre

Die Schlitzn der Schlitzröhre setzen sich langsam mit Kontaktsplit zu, und zwar die der Innenröhre, die mehr Split erhalten, stärker als die der Außenröhre. Es tritt also eine weitere Erhöhung des Strömungswiderstandes ein und damit eine noch ungleichmäßigere Rohrbelastung.

In Leuna und Pölitz werden die Schlitzrohre durch Trennkammern ersetzt und dadurch neben gleichmässiger Belastung der einzelnen Rohre wesentlich längere Laufzeiten der Ofen erzielt. Während in Scholven zur Zeit die Ofen mit Schlitzrohren nach etwa 100 Tagen abgestellt werden müssen, ist in Leuna ein Ofen ohne Schlitzrohre schon 200 Tage in Betrieb gewesen. In Pölitz hat der Fortfall der Schlitzrohre eine Ausbeutesteigerung von 2 % gebracht. Die Pölitzer-Trennkammer hat eine wesentlich einfachere Konstruktion als die Leunaer, dafür aber den Nachteil, dass die Rohre nicht mehr von unten durchgestossen werden können.

e) Fahren ohne Kaltgas

In Leuna und Pölitz werden die Spaltöfen zur Zeit ohne Kaltgas gefahren. Anstünde an den Schleusen (durch zu starke Staubabsetzung und Verschmutzung des Getriebes) haben sich nicht gezeigt. Voraussetzung ist allerdings, dass der Kontakt gut abgesehen wird. Leuna und Pölitz verwenden Siebe mit 3 x 8 mm - Schlitz.

f) Belastung, Umsätze, Ausbeuten

Die Spaltöfen sind in allen 3 Anlagen jetzt auf 70-er Rohre umgebaut. Betriebsstörungen durch Hängenbleiben von Kontakt in den Kammern sind nicht mehr aufgetreten.

Die Scholvenener Ofen können mit bis zu 2400 m³/h Gas belastet werden. Zur Zeit ist wegen Schwierigkeiten an der Ölvische nur eine Belastung von 1700 cbm/h möglich. Der Olefingehalt im Gas beträgt im Eingang etwa 1,8 %, im Ausgang 16 - 18 %. Die chemische Ausbeute beträgt laut Analysen 80 %. In Pölitz werden je Ofen und Tag 21 t (maximal 24 t) Benzin erzeugt. Der Olefingehalt beträgt im Eingangsgas rund 1,2 %, im Ausgangsgas etwa 20 %. Infolge der hohen Ofenbelastung ist in Pölitz die chemische Ausbeute etwas niedriger. Da aber gleichzeitig mit steigender Belastung die mechanischen Verluste relativ kleiner werden, bleiben die spezifischen Gesamtverluste an Buten praktisch gleich. Dabei ergibt aber die hohe Belastung der Anlage ziemlich gute Energieersparnisse. Es wurden in Pölitz z. B. je t erzeugten Benzins verbraucht:

<u>an Heizgas</u>	im Januar	4,4 Mio ME	
	im Februar	5,4 "	(kleine Produkt.
	im Juli	2,5 "	
<u>an Hochdruckdampf</u>	im Januar	4,8 t	
	im Juli	2,6 t	

g) Gasverbräuche

Der Heizgasverbrauch beträgt in Scholven
 bei 1700 cbm/h Ofenbelastung 230 cbm/h mit 4 400 ME/cbm
 bzw. bei 2400 " " " " " " " " " " " "

Pölitz braucht je Ofen und Stunde 1,72 Mio ME Heizgasenergie
 Scholven und Pölitz heizen mit Fremd-gas.

h) Kontaktverbrauch

Der Kontaktverbrauch liegt bzw. lag bei dem alten Kontakt 5063 bei allen 3 Anlagen zwischen 4 - 5 kg je t/Lensin.

2. Wärmetauscher

Pölitz führt jetzt die Ofen ohne Schlangenvorwärmer und Spitzenvorwärmer aus dem sehr spröden Sicromal 12. Hierdurch ergibt sich neben einer wesentlichen betrieblichen Vereinfachung ein geringer Druckverlust des Ofeneintrittsgases und kann damit der Druck im gesamten System herabgesetzt werden. Vor dem 1. Wärmetauscher beträgt jetzt der Druck nur noch 1,9 atü. Der niedrige Druck bringt geringere Undichtigkeitsverluste mit sich. Die Verringerung der Vorwärmerheizfläche wird z.T. durch das höhere Temperaturgefälle in den Vorwärmern ausgeglichen. Z.T. bringt sie eine Herabsetzung der Ofeneintrittstemperatur auf 420°C und damit Erhöhung des Heizgasverbrauches. Dem gegenüber steht aber auch eine höhere Eintrittstemperatur von 1560°C des dehydrierten Gases in den Vordampfer. Dieser wird jetzt infolge der Drucksenkung bei niedrigerem Druck (4 atü, wird anschließend auf 3 atü reduziert) und damit niedrigerer Verdampfungstemperatur gefahren. Die Gaswärme kann deshalb jetzt bis auf 63°C herab abgenutzt werden und wird etwa 1/2 t/h Dampf gespart und fast kein Kühlwasser mehr in den Gaskühler gebracht. Gaslehrverbrauch und Dampfersparnis gleichen sich kostenmäßig praktisch aus. (s. Pölitzer Bericht v. 20.6. über das "Fahren eines T 52-Dehydrierers ohne Spitzen- und Schlangenvorwärmer sowie den Einbau eines Gleichstrom-Zusatzluftvorwärmers".)

3. Luftvorwärmer

In Leuna wird die Verbrennungsluft durch einen Dampfvorwärmer zuerst auf 80°C und dann durch das Rauchgas, das mit 440°C aus dem Spive tritt, auf 110°C vorgewärmt. In Pölitz wird die Luft ohne Dampf nur durch das Rauchgas (bei Fahren ohne Spive) auf 325°C vorgewärmt. Das Rauchgas geht mit 300°C über Dach, da bei Unterschreitung von 300°C Rauchgastemperatur in Pölitz Abscheidung von saurer Eisenschmelze auftritt. Um keine zu hohen Rohrwandtemperaturen und damit Verzunderung der Eisenrohre zu erhalten, hat Pölitz versuchsweise vor den Gegenstromluftvorwärmer einen 25 cm Gleichstrom-Luftvorwärmer geschaltet. (Näheres s. ebenfalls obiger Bericht v. 20.6.)

4. Kontaktregeneration

a) Einsätze

Pölitz hat als Notbehelf in den Reg.-Ofen statt Einsätzen aus Streckmetall solche aus Flußstahl-Schlitzblechen eingebaut. Verzunderung tritt nicht ein, aber infolge des geringeren freien Querschnitts ergibt sich ein höherer Widerstand für das Walzgasgebilde. Es wird festgestellt, daß Streckmetalleinsätze die günstigste Form für vorliegenden Zweck darstellen.

Pölitz regeneriert seinen Kontakt von 7 % C-Gehalt auf 4 %, Leuna von 4 auf 2 %. Pölitz fährt bis zu 3 Hauptöfen auf 1 Reg.-Ofen.

b) Fahren ohne Schleuse

Nach Pölitz fährt jetzt auch Scholven ohne Kontaktschleusen an den Reg.-Ofen. Da sich diese Fahrweise bewährt, werden in die Reg.-Ofen der neuen AT-244-Anlagen keine Schleusen mehr eingebaut.

5) Gasreinigung

Scholven reinigt das Ofenausgangsgas jetzt ebenfalls mit Koksfiltern, die auch hier einwandfrei arbeiten. Die vorgesehene Ölwäsche zur Gasreinigung hatte sich nicht bewährt. Es wurde zuviel Öl durch das heiße Gas verdampft.

Pölitz wechselt seinen Koks alle 2 Monate nach einem Gasdurchgang von etwa 10 Mio cbm. Der Koks wird herausgenommen, umgeschauelt und wieder eingefüllt. Die Pölitzer Füllung besteht nur aus 50 x 70er Koks.

Leuna hat 20-er und 50-er Koks übereinander geschichtet und seine Füllung bisher noch nicht gewechselt.

In Pölitz werden die freien Gehäuse der Fealangenwärmere als Staubabscheider benutzt. In diesen Abscheidern fallen im Monat etwa 3 - 4 Ltr. Kontaktgries an und es setzt sich jetzt fast kein Kontaktstaub mehr auf den Heizflächen der Röhrenbündel-Wärmeaustauscher ab.

C) Kondensation

1) Kompressoren

Die Ventilschwierigkeiten an den Borsig-Butankompressoren Type SZVL 337 sind in Pölitz und Leuna noch nicht ganz behoben. Sie sind aber vor allem in Leuna wesentlich zurückgegangen. Nach Leunser Ansicht handelt es sich hier in erster Linie um eine Materialfrage. Die kleine Scholvener Type SZVL 332 bereitet wenig Ventilschwierigkeiten.

Pölitz schmiert die Butankompressoren mit einem normalen Kompressorenöl mit etwa 9° E bei 50° C, wobei es dem Zylinderöl etwa 2 + 3% Auto-Kollag zusetzt. Leuna verwendet zur Zylinder-schmierung ein Heizdampföl mit ungefähr 24° E bei 50° C, das sich ebenfalls gut bewährt hat. Schwierigkeiten an den Wülfelgetrieben sind bisher noch nicht aufgetreten.

2) Kondensation

In Pölitz werden aus dem Kondensatsammelbehälter täglich etwa 150 Ltr. Wasser abgezogen. Die Standregelung für den Kondensat-abzug erfolgt in Pölitz einfach durch Überlaufenlassen der Flüssigkeit in ein Einsteckrohr.

D) Bamag-Ölwäsche

In Scholven wird statt A-Mittelöl jetzt versuchsweise Tetra-Produkt als Waschöl benutzt, das C_4 besser löst. Wie stark die Verharzung bei Tetra ist, kann noch nicht gesagt werden. Das von Bamag empfohlene Einblasen von Dampf in den Stripper ist in Scholven versuchsweise gemacht worden, hat aber nichts gebracht.

Pölitz fährt jetzt mit einem Waschöl aus 30 % A-Mittelöl und 70 % B-Mittelöl oder DHD-Vorlauf. Außerdem wird der Stripper jetzt als Austreiberkolonne mit Rückfluss gefahren (0,7 cbm/h). Die Heizfläche des Strippers ist für diese Fahrweise zu klein und wird jetzt vergrößert.

Bei der neuen Fahrweise enthält das Abgas trotz 80 %iger Überlastung der Ölwäsche jetzt nur noch 0,8 % C_4 , während ohne A-Mittelölzusatz und Rückfluss 2 - 3 % C_4 im Abgas waren.

Die neue Ölwäsche für Pölitz wird von Bamag in der bisherigen Form aufgestellt und dann von Pölitz selber umgebaut.

Während bei allen in Pölitz und Scholven verwendeten Waschölen Verharzung auftritt, hat Leuna diese Schwierigkeiten bisher nie gehabt. Das Öl wird hier praktisch nur einmal im Jahr gewechselt. Es wird ein vorher destilliertes B-Mittelöl mit einem Siedebereich von 180 - 300 °C verwendet.

Die 3 Ölwäschen fahren mit folgenden Betriebswerten:

	Gas cbm/h	Waschöl cbm/h	C_4 im Abgas	Entgasung im Stripper
Leuna	1 500	8	0,3-0,4 %	0,5 %
Scholven	2 750	18	0,6 %	-
Pölitz	1 800	9	0,8 %	1,5 %

Der Wascheffekt liegt also in Leuna auch höher. Als wesentlicher Grund dafür wird die isotherme Fahrweise der Leunaer Ölwäsche angesehen. In Leuna werden die Waschtürme im Gegenstrom durch Kaltwasser gekühlt und so die Lösungswärme kontinuierlich abgeführt. Es wurde vereinbart, dass Leuna an Scholven und Pölitz Proben von seinem Waschöl gibt, damit dort Ölvergleiche durchgeführt werden können.

II) Diskussion über betriebliche und maschinentechnische Erfahrungen in der AT-Anlage Leuna

A) Schwefelsäureverbrauch und Aufbereitung

Der Schwefelsäureverbrauch in der Leunaer Alkylierung beträgt zur Zeit ungefähr 30 % gegenüber 10 % nach der Planung. Der hohe Verbrauch wird nach den jetzigen Untersuchungen in erster Linie durch Di-Olefine verursacht, die sich bei der Dehydrierung von Normalbutan bilden. Durch Einbau einer Nachhydrierung für die Di-Olefine soll dieser Verbrauch wieder gesenkt werden. Kleinversuche mit der Nachhydrierung haben einen H_2SO_4 -Verbrauch von 10-12 % ergeben. In Leuna wird die Nachhydrierung zur Zeit gebaut. In etwa 8-10 Wochen wird man Aussagen über den endgültigen Schwefelsäureverbrauch machen können. Bis dahin werden die Schwefelsäurekonzentrationen der anderen Anlagen weiterhin für 20 % Verbrauch ausgelegt. In Scholven, wo die Schwefelsäurekonzentration aus Platzgründen nach beiden Seiten um je 2 Paulingkessel erwei-

tert werden muss, wird vorerst nur eine Erweiterung um 2 Konzentrationskessel vorgenommen.

Die tatsächlichen Säureverluste in der Aufbereitung liegen zwischen 10 und 15 % der aufzuarbeitenden Säure, wie in der Planung vorgesehen. Ob die aufgearbeitete Säure noch von 96 % auf 98 % mit Oleum aufkonzentriert werden muss, ist noch nicht entschieden. Es steht aber fest, dass auch mit 96 %iger Einsatzsäure noch ein einwandfreies AT-Produkt gewonnen wird.

In der Schwefelsäurekonzentration war die vorgesehene Apparatur für die Teerabscheidung zu klein. Die abgeschiedenen Säureteere wiesen einerseits noch einen Säuregehalt bis zu 20 % auf, während andererseits sich in der nachgeschalteten Apparatur noch Teer setzte. Es ist aber noch nicht einwandfrei festgestellt, ob die später abgeschiedenen Teere sämtlich aus dem Teerabscheider mitgenommen sind oder ob sie sich evtl. erst später durch Zerfall von Sulfo-Säuren bei höheren Temperaturen bilden.

In Leuna wurde jetzt nachträglich für die Teerabscheidung ein 66 cbm-Behälter eingebaut und dadurch der Säuregehalt im Teer auf 2-3 % herabgedrückt. Die Menge der anfallenden Säureteere hängt stark von der scheinbaren Konzentration ab, mit der die Säure aus der AT-Anlage zurückkommt. Bei höherer Konzentration scheidet sich weniger Teer ab.

In den Pauling-Kesseln setzte sich Teer im Dephlegmator ab und verstopfte diesen. Die AT-Säure wird deshalb jetzt unmittelbar in den Kessel geführt und auf den Dephlegmator verdünnte reine Säure aufgegeben. Hierdurch geht die Nutzleistung des Konzentrationskessels von etwa 10 t auf etwa 6 t $\text{SO}_3/24$ h AT-Säure zurück.

Über die Verwertung der Säureteere kann zur Zeit noch nichts Endgültiges gesagt werden. Der Bau eines Verbrennungsofens für Säureteere ist deshalb für die neuen Anlagen vorerst zurückzustellen.

Für das Abführen der Abgase aus der Schwefelsäurekonzentration ist in Falle Schorven, wo die Anlage unmittelbar neben der Siedlung liegt, ist ein gemeinsamer grosser Schornstein den einzelnen Blechkaminen auf jeden Fall vorzuziehen.

20. 8. 1943

B) Aufahren der AT-Anlage Leuna

Zur Vereinfachung des Übergangs von der T 52- auf die AT-244-Herstellung wurde zuerst die Iso-Butan-Dehydrierung beibehalten und ein Alkylat aus Iso-Butan und Iso-Butylen (statt Normalbutylen) erzeugt. Dieses Produkt hat eine verhältnismässig hohe Oktanzahl von 96 (statt 94 bei Kleinversuchen).

Das Anfahren ging in folgender Reihenfolge vor sich:

Zuerst wurden die Rührwerksbehälter mit je 12 - 14 cbm gefüllt. Dann wurde die Säure umgepumpt, die Rührer in Betrieb gesetzt und langsam Iso-Butan zugegeben. Hierauf wurde die Kälteanlage angefahren. Da noch keine Reaktionswärme abzuführen war, betrug die Kälteleistung nur etwa 5 % Kühlbutan. Diese geringe Leistung konnte mit der Turbine anstandslos gefahren werden.

Jetzt wurde langsam in ein Rührwerk stabilisiertes Dehydrierungsprodukt zugegeben und das Rührwerk zuerst mit halber später voller Belastung gefahren. Mit dem hierbei anfallenden Butan-Alkylat Gemisch wurde langsam die nachgeschaltete Apparatur gefüllt. Von den Feinabscheidern wurde zuerst nur 1 Behälter, im Laufe der Zeit dann 3 gefahren. Die Laugewäsche wurde zuerst mit 50 cbm 15 %iger NaOH-Lauge gefüllt und dann das Butangemisch auf der Saugseite der Mischpumpe zugegeben.

Die Destillationskolonnen wurden vor der Inbetriebnahme mit Methanol ausgespült, was nicht den versprochenen Erfolg hatte. Die Stoßbüchsen der Pumpen wurden verdorben und ein großer Teil des Schmutzes in den Kolonnen wurde doch erst von dem ersten durchlaufenden Butan herausgespült. Als erste Kolonne wurde die AT-Vordestillation innerhalb von 2 Tagen angefahren.

Anschließend wurde dann langsam die Dehydrierung auf Normalbutan umgestellt. Die Umstellung dauerte 8 Tage, indem ohne zwischenzeitliches Abstellen statt Iso-Butan Normalbutan aufgegeben wurde und sich mit dem noch in der Anlage befindlichen Iso-Butan ein Gemisch bildete. Entsprechend dem Ansteigen des Normalbutangehaltes in diesem Gemisch wurde der Iso-Butanspiegel in der Alkylierung auf den vorgesehenen Stand gefahren. Mit zunehmendem Normalbutangehalt im Dehydrierergas stieg der Schwefelsäureverbrauch schnell an. Mit dem Entstehen eines Iso-Butan- und Normalbutangemisches wurde auch die Butantrennung, und zwar zuerst die Raschigringkolonne angefahren. Anschließend die Entpropanisierung, Vakuumkolonne (Re-destillation) und AT-Nachstabilisierung. Später wurde die Nachstabilisierung vor die Vakuumkolonne geschaltet, da der Verlauf im Vakuum nicht kondensiert werden kann und entweder ins Kühlwasser oder Abgas geht.

c) Betriebserfahrungen

1. Rührwerke

Die Regelung der Rührwerke mit Temperaturreglern arbeitet gut. Die Reaktion ist unempfindlich gegen Temperaturschwankungen zwischen -2° bis $+2^{\circ}$ C. Notfalls könnte man die Rührwerke auch ohne Regler fahren. Produkt von 30° C in die Rührwerke zu fahren war ohne weiteres möglich. Es stieg lediglich die Kühlbutanmenge entsprechend stark an. Die Rührer laufen mit 120 U/Min. Der Durchmesser der Rührblätter beträgt in Leuna 500, 800 (normal) und 1200 mm. Die Größe des Durchmessers hat keinen Einfluß auf das Produkt gehabt. Eine langsamere Drehzahl der Rührer ist durchaus möglich. Da die Motoren für die anderen AT-Anlagen schon ausgeliefert werden, ist aber eine Herabsetzung der Drehzahl nicht mehr durchführbar. Stellt man die Rührer ganz ab, dann schlägt das Olefin durch.

Die Stopfbüchsen an den Rührwerken sind dicht. Die Alkylierung ist betrieblich einfach zu fahren. Betriebliche Schwierigkeiten traten nur einige Male durch Schäumen der Rührwerke auf. Es bildete sich hierbei eine ausserordentlich beständige Emulsion, die sich selbst in der Feinabscheidung nicht trennte. Durch Abstellen des Rührwerkes für einige Stunden trat wieder Beruhigung ein. Der Grund scheint stossweises Zufahren von Kühlbutan zu sein, weil der Regler durch Wasser im Kühlbutan korrodiert war und unregelmässig arbeitet. Bei schlechter Säurekonzentration neigen die Mischer auch leicht zum Schäumen.

2. Laugewäsche

Die Laugewäsche wird entgegen der Planung diskontinuierlich gefahren. Es wird 15 %ige Lauge eingefüllt und mit dieser gefahren, bis die Konzentration auf 1 % gesunken ist. Der Laugeverbrauch kann noch nicht genau angegeben werden. Er scheint aber nicht wesentlich von den im halbtechnischen Versuch ermittelten Werten abzuweichen. Im halbtechnischen Versuch betrug der Verbrauch an 15 %iger Lauge, wenn die Verbrauchtlauge mit 1 % freier NaOH abgezogen wurde, etwa 4,5 Ltr. je t Butanalkylat-Gemisch. Voraussetzung für niedrigeren Laugeverbrauch und einwandfreie Arbeiten der Laugewäsche ist eine genügend grosse Feinabscheidung. Die Mischung der Lauge mit dem Butangemisch in einer gemeinsamen Mischpumpe hat sich wegen der stark verschiedenen spezifischen Gewichte nicht bewährt.

Das Butangemisch und die Lauge werden jetzt durch getrennte Pumpen in den Orifice-Mischer gedrückt. Diese Fahrweise war bereits für die weiteren AT-Anlagen vorgesehen.

Versuchsweise wurde die Laugewäsche so gefahren, daß man das Butan durch ruhende Lauge durchlaufen ließ. Der Neutralisierereffekt bei dieser Fahrweise war sehr schlecht.

3. Destillation

Die Butantrennung besteht in Leuna zur Zeit aus 2 Kolonnen, und zwar je einer Raschigring- und einer Glockenbodenkolonne mit gleichem Durchmesser und gleicher Höhe. Es ist hier somit die Möglichkeit zu einem einwandfreien Vergleich zwischen Raschigring- und Glockenbodenkolonne gegeben. Der Betriebsvergleich ergab die eindeutige Überlegenheit der Glockenbodenkolonne. Bei gleichem Reinheitsgrad der Produkte verhält sich die Durchsatzmenge der Raschigringkolonne zu der der Glockenbodenkolonne wie etwa 6 : 10. Bei gleichem Rücklaufverhältnis von 1:5 bis 1:6 wird ein 96 - 97 %iges Sumpfprodukt und ein 85 %iges Kopfprodukt in der Raschigringkolonne bei 16 cbm/h Einspritzung in der Glockenbodenkolonne nach bei 26 cbm/h Einspritzung erreicht. Bei der Glockenbodenkolonne wurde bei 12 cbm/h Einspritzung und einem Rücklauf von 1:12 ein 97 %iges Sumpf- und Kopfprodukt gewonnen.

In der Glockenbodenkolonne werden Sumpf, Temperatur und Stand mit der "Kreuzschaltung" nach DL. 100 geregelt, d. h., der Dampf wird von dem Standregler und der Sumpfstand von einem empfindlichen Temperaturregler (s. beil. Skizze) gesteuert.

Diese Regelung ist sehr stabil. Die Siemens-Regelung der Maschig-ringkolonne ist betrieblich auch ohne weiteres zu fahren, nur muss öfters nachgeregelt werden.

Während das Produkt im Ausgang der Laugewäsche neutral ist, reagiert das Sumpfprodukt der Vordestillation wieder leicht sauer, anscheinend durch Zerfall von Sulfosäuren bei der hohen Sumpftemperatur von etwa 120°C. Zur Neutralisation werden deshalb nach dem Ausgang aus der Laugewäsche noch 5 Ltr./h 15%ige Natronlauge in das Produkt eingespritzt.

Die sich im Sumpf der Vordestillation absetzenden Salze werden durch Eindrücken von Wasser mit einer Pumpe während des Betriebes herausgespült.

4. Pumpen

Bei den Butanpumpen traten anfangs Schwierigkeiten an den Stopfbüchsen auf, die aber bald behoben wurden. Die Butanpumpen mit Drehzahlen bis zu 1500 U/Min. haben Stopfbüchspackungen aus Graphitringen. Die Graphitringe verbrauchen sich allmählich; beim Nachverpacken werden einfach neue Ringe nachgeschoben. Die wichtigste Voraussetzung für ein Dichthalten der Stopfbüchsen ist wie schon früher mehrfach betont wurde - ein tadellos ruhiger Lauf der Pumpe.

Die H₂SO₄-Pumpen werden mit Graphitringen ohne Bindemittel verpackt. (Bindemittel verursachen Gasentwicklung.)

5. Normalbutan-Dehydrierung

Infolge der Schwierigkeiten in der Alkylierung wird die Dehydrierung noch sehr vorsichtig gefahren. (Bei höheren Temperaturen stärkere Di-Olefin-Bildung). Die Ofentemperaturen liegen erheblich niedriger als bei der Iso-Butan-Dehydrierung. Die Rauchgastemperatur beträgt jetzt im Ofen oben 720°C statt 800°C und unten 600°C statt 650 - 680°C.

~~Auftretende sekundäre Reaktionen ergeben einen erhöhten Ölfall.~~
Die Ölmenge ist an sich gering, doch kondensiert das Öl gerade im ersten Wärmeaustauscher und setzt diesen langsam zu. Die Röhrenbündel werden deshalb jetzt alle 6 - 8 Wochen in heißem Zustand mit Mittelöl von oben durchgespült. Dabei werden gleichzeitig die Rohre von aussen mit Hochdruckdampf beheizt. Für die neuen Al-Anlagen wird eine Umfahrung des ersten Wärmeaustauschers vorgesehen, damit der Ofen während des Spülens nicht abgestellt werden muss. In den Kokafiltern ergeben sich durch das Öl keine Schwierigkeiten. Das restliche Öl kondensiert erst in den Gaskühlern. Hier werden bei einem Betrieb mit 4 - 5 Öfen im Monat etwa 1 cbm Öl abgeschieden.

Das Ofenhausprodukt wird zur Zeit noch stabilisiert, bis die Frage des H₂SO₄-Verbrauches endgültig gelöst ist. In der Stabilisierung werden etwa 50 Ltr., in der Gaskondensation 200-300 Ltr. Wasser täglich abgezogen.

6) Abhängigkeit der Qualität des AT-Produktes von der Säure-Konzentration

Die Qualität des AT-Produktes sinkt mit fallender Konzentration der Schwefelsäure nach ungefähr folgenden Werten:

<u>Schwefelsäure-Konzentration</u>	<u>Oktanzahl</u>
92 %	95
88 %	94
85 %	93,5 - 94
80 %	unter 92

Bei 88 %iger H₂SO₄ beträgt der Rückstand 2 % und ist praktisch noch kein Vorlauf vorhanden. Bei weiter fallender Konzentration steigen Vorlauf und Nachlauf erheblich an.

7) Ausbeute

Die bisher erzielte maximale Gesamtausbeute beträgt 73 %. Hierbei entstehen etwa 13,4 % unkontrollierbare Verluste.

8) Verschiebeleitungen

Die Verschiebeleitungen, die es gestatten, das Produkt von einem Behälter in den anderen zu fahren, haben sich in Leuna sehr bewährt.

9) Katastrophenschutz

Bei "In-sich-fahren" wird die Anlage weitgehendst von flüssigem Butan befreit. Das Butan aus dem Mischerbau (und der Feinabscheidung) wird in das Slopplager abgelassen. Infolge des geringen Drucks in den Mischern läuft das Produkt zu langsam weg. Es soll deshalb in Zukunft mit Stickstoff in das Slopplager gedrückt werden. Das Stickstoffventil wird neben dem Handrad für den Katastrophenschieber angeordnet. Vom Slopplager führen zur Entspannung des Produktes Leitungen zu den beiden Mührwerken, da dort ein ziemlicher Auftrieb herrscht, der das Butan nach oben fortleiten soll. Die Laugewäsche ist nicht an das Slopplager angeschlossen. Beim Wiederauffahren wird das Produkt mit Stickstoff in die einzelnen Mührwerke zurückgefahren. Die Destillation wird ebenfalls entspannt. Zur Abkühlung bei Nachbarbränden können sämtliche Destillationskolonnen berieselt werden.

10) Mengenschemata

Schölvén hat angeregt, in die Mengenschemata der AT-Anlagen die mechanischen Verluste mit einzusetzen, da die Schemata sonst Produktionszahlen angeben, die später nicht zu erreichen sind und dadurch evtl. Schwierigkeiten gegenüber dem RLM entstehen können. Hierzu wird festgestellt, dass auch dem RLM bekannt ist, dass solche Mengenschemata nur theoretische Werte angeben und dass das RLM bei Unterschreitung der theoretischen Produktionszahlen noch nie Schwierigkeiten gemacht habe. Es werden also auch weiterhin in die Mengenschemata nur die chemischen Verluste in der festgelegten Größe angesetzt.

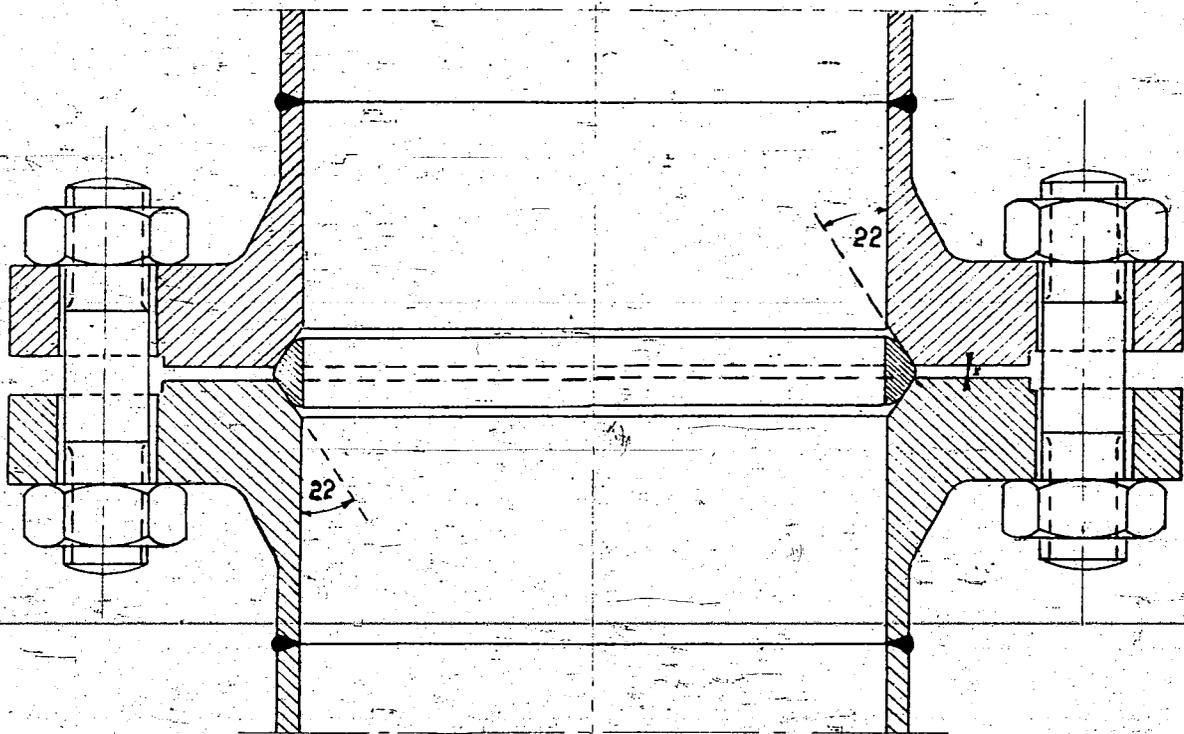
Handwritten signature

USK 123 R-16.

00001263

Flanschdichtungsring.

Ausführung nach der Verschraubung.

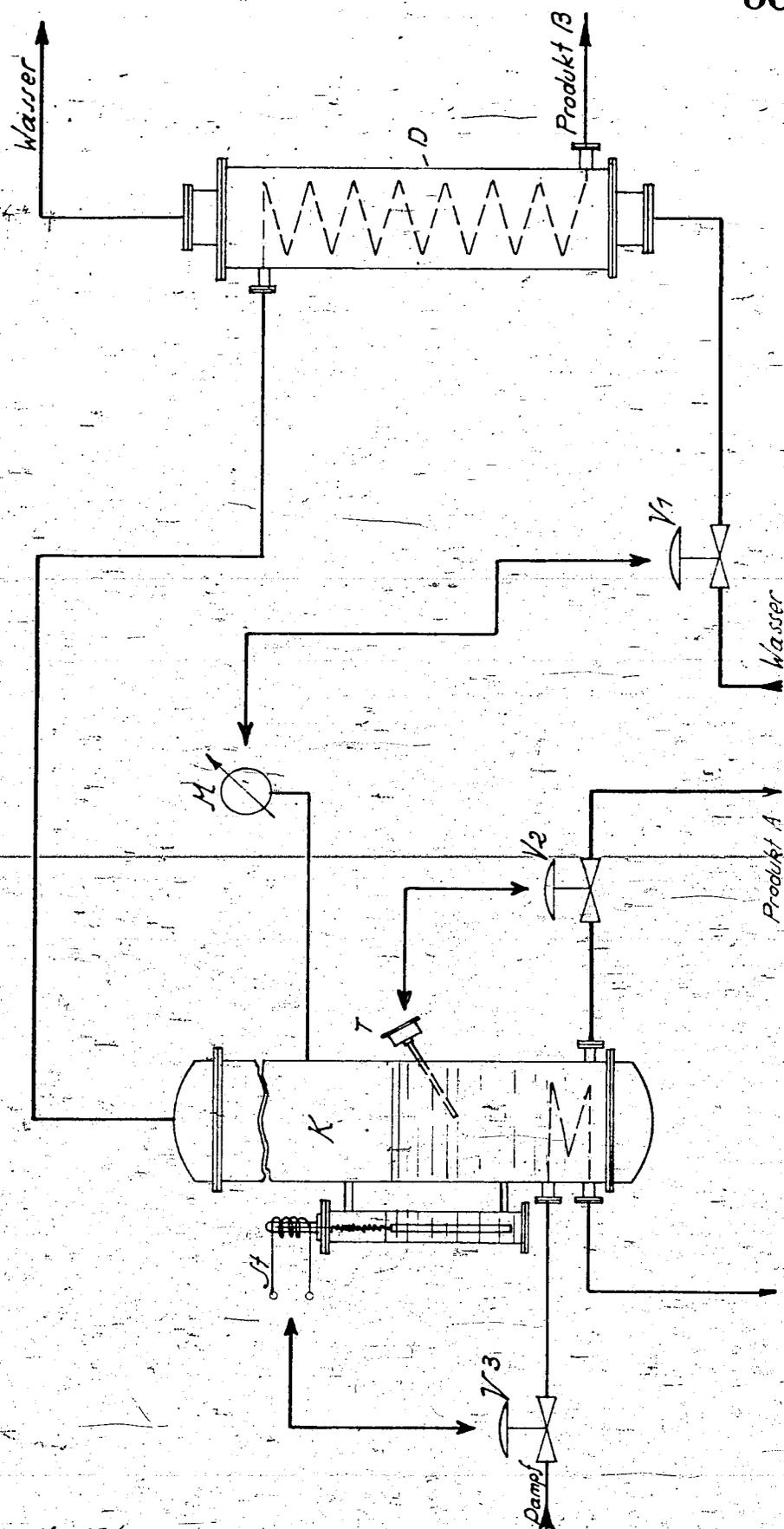


Datum: 14. II. 1943. Gezeichnet: [Signature]

Trennkolonnenregler, über Kreuz geschaltet
nach D.I. Weis.

USK 122 R

00001264



- T Temperaturregler
- V1 Wasserventil
- V2 Ventil für Produkt A
- V3 Dampferventil
- D Kühler
- K Kolonne
- M Druckregler
- St Standregler

Datum: 17. 8. 43 Name: Gugliandolo

L.V.B. Nr.:

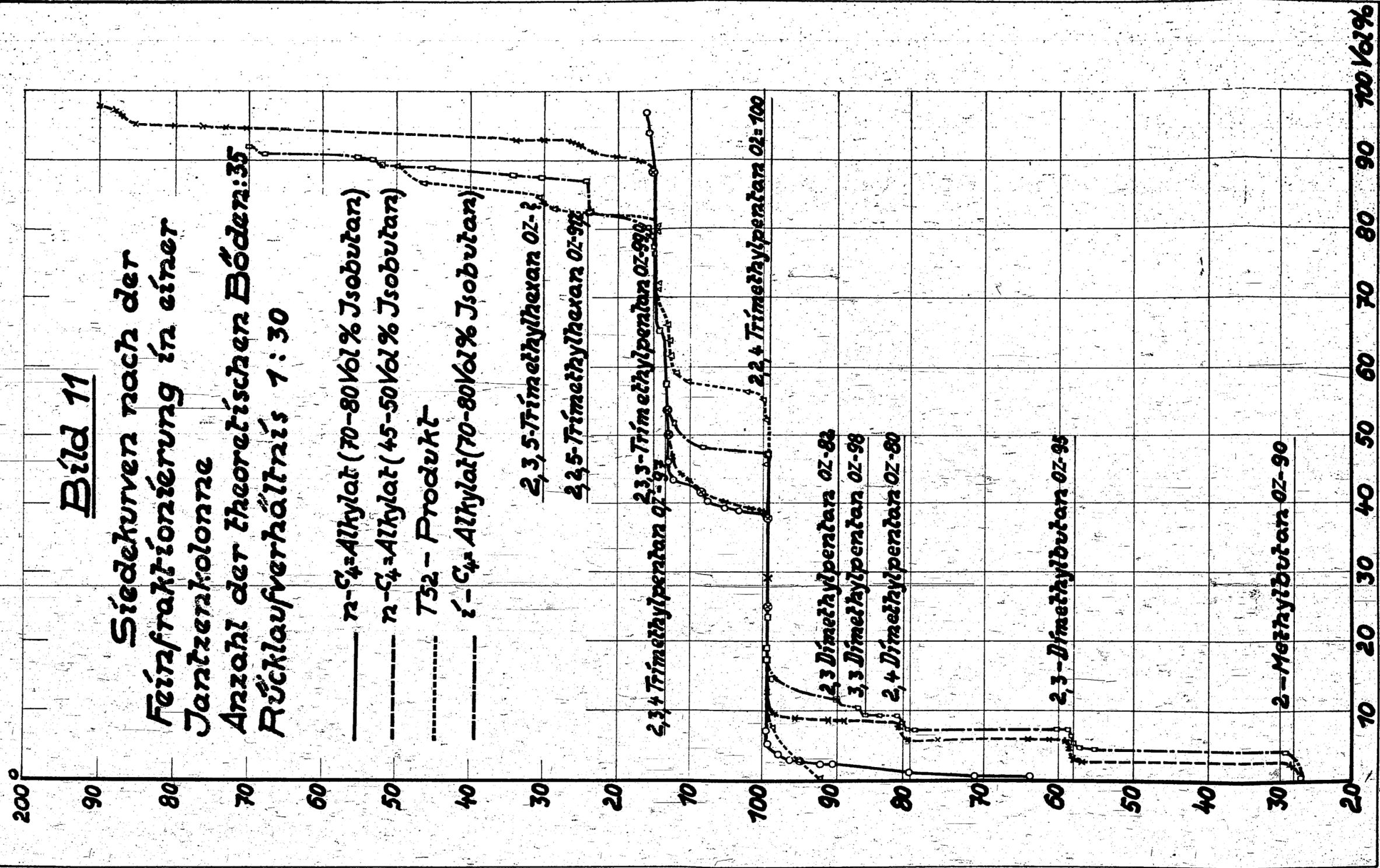
ETZ. 64 Jg. Nr. 19/20, 20.5.43

Friedrich Uhde, Ingenieurbüro u. Fabrik für Chem. Apparate

Zweigung
Leuna Werke

Bild 11

Siedekurven nach der
 Feinfraktionierung in einer
 Jantzenkolonne
 Anzahl der theoretischen Böden: 35
 Rücklaufverhältnis 1:30



Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.

M Techn. Büro
 Me 22 Ruf 8561
 12. Nov. 1943

DIN A3

Betrieb:

Fachgruppe: Bau-Nr. 8

5. 1. 42 L. 12. 11
 01297 11

00001266

Abschrift durch AWP v. 23.5.1944 P.

A b s c h r i f t

AWP. 39289
Angew.
Beantw.

Von: Der Beauftragte für den Vierjahresplan
Der Generalbevollmächtigte für Sonder-
fragen der chemischen Erzeugung

Berlin W 9, den 12.5.1944
Saarlandstr. 128

An : den Fachbeauftragten für Alkylaterzeugung
Herrn Dir.Dr. Giesen, Me

Zeichen: I Minöl Dr.Krp/Sa.
Tgb.Nr.: 3817/44 g

G e h e i m !

Me 972/11/44

Die Beeinträchtigung der Butanerzeugung, insbesondere des Isobutan-
anfalls, durch Änderungen in der Fahrweise der Hydrierwerke nötigt
zu Überlegungen, Ersatz für den Ausfall bereitzustellen.

Sie stellen in Aussicht, ein Projekt für den Einsatz des Butans
der Fischeranlagen für die Alkylaterzeugung vorzulegen, ferner Unter-
lagen zu liefern für die Verstärkung der Isomerisierung.

Die verstärkte J₂-Erzeugung kann einen noch stärkeren Rückgang des
verfügbaren Butans bringen. Ich bitte um Ihre Stellungnahme, wie weit
ein Ersatz von Butylen durch Propylen möglich ist, ob insbesondere
die bestehenden Alkylatanlagen gegebenenfalls für eine derartige
geänderte Rohstoffbasis verwendet werden könnten. Nach Mitteilungen
aus der amerikanischen Treibstoffindustrie wird dort in grösserem
Masstab ein Dimethylpentan aus Isobutan und Propylen hergestellt
mit O.Z. 89, wobei die erforderliche Isobutankomponente durch ver-
stärkte Isomerisierung gewonnen werden müsste.

Heil Hitler!
Im Auftrag
gez. Kranepuhl

D.: Herrn Dr. Käding
(He. Dr. Giesen erb. Rückspr.)

Verteilung d.AWP:

Herrn Dir. Dr. Herold
Dr. Kaufmann

00001267

HAUPTLABOR **AMMONIAKWERK MERSEBURG** Leuna Werke, 26.5.1944
 Versuchsgruppe Me 219 Gesellschaft mit beschränkter Haftung Dr. Kfm./Le.
 LEUNA WERKE (KREIS MERSEBURG)

Stickstoff-Abteilung
Aktennotiz

Verarbeitung von Propylen bzw. Propan in AT-Anlagen

Zum Schreiben des Gebechem vom 12.5.1944.

Im Folgenden sei Stellung genommen zu der Frage des Gebechem, in den AT-Anlagen anstelle von Butylen als Olefinkomponente Propylen einzusetzen.

Allgemein sei vorausgeschickt, daß über Alkylierung des Isobutans mit konzentriertem Propylen hier keine genügenden Erfahrungen vorliegen. Aus amerikanischen Mitteilungen und aus eigenen Versuchsergebnissen über Alkylierung mit propylenhaltigem (bis 15 %) Butylen und über Alkylierung von Isopentan mit Propylen glauben wir jedoch den Schluß ziehen zu können, daß die Schwefelsäure-Alkylierung bei Anwendung von Propylen zu sehr hohen Säureverbräuchen (50 % vom Alkylat und mehr) führt und daß die Alkylierung selbst bei höheren Temperaturen (25° und höher) durchgeführt werden muß, wofür unsere Betriebsapparaturen (10 atü zulässiger Druck) nicht vorgesehen sind. Hinsichtlich der angezogenen Mitteilung aus der amerikanischen Treibstoffindustrie über Herstellung von Dimethylpentan aus Isobutan und Propylen wäre es interessant zu wissen, ob in diesem Falle überhaupt Schwefelsäure angewandt wird als Katalysator.

Im Einzelnen - das Technische und Apparative wurde mit Herrn O.I.Keinke besprochen - haben wir Folgendes zu sagen:

1.) Dehydrierung von Propan

Da sicher nicht genügend C₃- und C₄-Olefin zur Verfügung stehen wird, müssen die entsprechenden Paraffin-Kohlenwasserstoffe dehydriert werden. Wenn alles n-Butan zu i-Butan isomerisiert wird, so handelt es sich also nur noch um eine Dehydrierung des Propans.

Auf Grund unserer Propan-Dehydrierversuche müssen wir folgende Daten zugrundelegen:

Fahrperiode 6 Stdn., Regenerationszeit ca. 4 Stdn. (bei gleichbleibendem O₂-Gehalt im Blasegas, etwa 1 1/2 %).

Belastung 800 Volumen, Umsatz 20 %, Ausbeute 88 %, Koksbildung 3 % vom umgesetzten Propan.

Festbettfahrweise im beheizten Röhrenofen.

Bei Zugrundelegung dieser Daten würde beispielsweise die Leunaer Anlage bei 6 im Betrieb befindlichen Öfen eine Jahresproduktion von 20 000 to Propylen ergeben. *(Wäre Kontaktkatalysator nicht ausprobiert zu sein Kontaktkatalysator zu prüfen)*

Technisch ergibt sich dabei Folgendes:

Da alle Butanbehälter und der Verdampfer nur für Betriebsdrücke bis zu 10 Atm. ausgelegt sind, muß das Propan gekühlt werden. Es darf an keiner Stelle über 25° kommen (Sicherheitsventile!).

Die Wärmeaustauscher und Ofen können unverändert übernommen werden. Das für die in den Öfen selbst stattfindende Wiederbelebung des Kontaktes notwendige Blasegas (etwa 20 000 cbm/Std.) müßte durch 3 neu zu erstellende einstufige Umlaufkolbenpumpen (für 5 atü) umgewälzt werden.

Bei Betrachtung des weiteren Weges ergeben sich bei der Kompression und bei der Ölwäsche beachtliche notwendige Umstellungen. Da die Kompression nur auf 9 atü ausgelegt ist, müßte also mit Kälte statt Wasser gekühlt werden. Das nicht kondensierte Dehydriergas geht zu einem sehr großen Teil (mindestens 35 %) in die Ölwäsche. Diese ist für derartige Mengen viel zu klein. Ein flüchtiger Überschlag ergab eine notwendige Ölmenge von etwa 50 cbm, was einen zusätzlichen

Durchschlag für Eisenbedarf von ca. 2 bis 300 to Eisen bedeutet.

Durchschlag

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

LEUNA WERKE (KREIS MERSEBURG)

Stickstoff-Abteilung

Um allzu große Verluste an C₃ hier zu vermeiden, ist man gezwungen, einen größeren Prozentsatz an Inertgas (H bis C₂) im Öl-gewaschenen Kondensat zu belassen und diese in einer nachfolgenden Stabilisationskolonne herauszuholen. Es sei darauf hingewiesen, daß die in Leuna vorhandene Kolonne hierfür ausreichen würde, daß aber in den übrigen AT-Anlagen an dieser Stelle überhaupt keine Stabilisation vorgesehen ist. Für den notwendigen reichlichen C₂-Rückfluß ist eine Kältekühlung erforderlich. Außerdem muß für die höheren Drücke eine neue Einspritzpumpe (für etwa 30 atü) beschafft werden. Im Interesse der nachfolgenden Alkylierung muß hier auf reinen C₃-Sumpf gearbeitet werden, was einen gewissen weiteren Ausbeuteverlust mit sich bringen dürfte.

Um in den vorhandenen nachgeschalteten Alkylierapparaturen überhaupt eine Alkylierung des Propylens durchführen zu können, ist eine vorherige Abtrennung des Propan vom Propylen erforderlich, weil anderenfalls die entstehenden Betriebsdrücke zu hoch würden und insbesondere der innere Kühlkreislauf mit Propan nicht durchführbar ist (Kompressoren, Drücke, Kondensatoren).

Wenn entgegen der eingangs gemachten Annahme auch noch überschüssiges n-Butan mit dehydriert werden muß, so müßte die Dehydrierung dieser beiden Paraffin-Kohlenwasserstoffe schon aus dem Grunde getrennt geschehen, weil eine Herausnahme des Propan mit Rücksicht auf seine Siedelage nur durch 2 große getrennte Kolonnen möglich wäre.

Im übrigen erscheint uns eine gemeinsame ^{Alkylierung} Dehydrierung mit einem selbst konzentrierten Propylen-Butylen-Gemisch undurchführbar mit Rücksicht auf die für die beiden Olefine verschiedenen optimalen Alkylierbedingungen.

2.) Alkylierung

Sämtliche Apparaturen dieser Stufe sind für 10 Atm. Höchstdruck ausgelegt. Dieser Druck würde ausreichen, wenn also, wie schon gesagt, für Abwesenheit nennenswerter Mengen Inerter (Propan) gesorgt wurde. Zu dem eingangs erwähnten, wahrscheinlich sehr hohem Säureverbrauch ist zu bemerken, daß dieser in der Hauptsache dadurch begründet ist, daß die Propylschwefelsäure im Gegensatz zur Butylschwefelsäure sehr viel schwerer in die Alkylierreaktion eingeht und somit einen hohen Säureverbrauch und auch Propylenverlust mit sich bringt. Die propylenreiche Schwefelsäure unterscheidet sich in der Dichte nicht mehr so stark von der des Alkylats, sodaß auch bei der Abscheidung sicher große Schwierigkeiten zu erwarten sind.

Für die nachgeschaltete Destillationsanlage ist auf Folgendes hinzuweisen: Da das i-Butan als Sumpfprodukt die jetzige n-i-Kolonne verläßt, würden kleine Mengen n-Butan, die sowohl mit dem Propan als auch mit dem i-Butan in den Prozeß eingeführt werden, sich im Alkylierkreislauf anreichern. In einer zusätzlichen n-i-Kolonne müßte dieses abgetrennt werden, wobei die große Menge i-Butan als Kopfprodukt überdestilliert werden muß.

Die jetzige Propankolonne müßte dann zur Abtrennung der noch niedriger siedenden Anteile von den zwar auch nur geringen Mengen Propan verwendet werden. Das Sumpfprodukt (Propan) ist in die Dehydrierung zurückzuführen.

Zusammenfassend ist zu sagen, daß die Verarbeitung von Propan in den vorhandenen AT-Anlagen nur nach umfangreichen und längere Zeit beanspruchenden apparativen Umänderungen und erheblichen Neuinvestitionen überhaupt durchgeführt werden kann. Außerdem sind erhebliche zusätzliche Betriebsmaßnahmen laufend erforderlich. Es erscheint uns unwahrscheinlich, daß der Schwefelsäurebedarf im Rahmen des Erträglichen gehalten werden kann. Über Gesamtausbeute des Prozesses (bezogen auf Propan) und über Qualität des Endproduktes können wir genauere Angaben nicht machen.

Herren Dir. Dr. Giesen, Dir. Dr. Herold, O. I. Keinke,
Durchschlag für Dr. Klinger, AWP. 3x, Dr. Kaufmann, Dr. Nowotny

Durchschlag

00001270

3) Isomerisierung: Da der Butangehalt im Fischertreibgas im wesentlichen nur aus n-Butan besteht, müsste die Isomerisierung in Leuna erheblich erweitert werden. Die Scholvener Isomerisierung mit 5-grossen Isomerisieröfen von je 1700 mm Ø soll dort nicht aufgestellt werden, diese Anlage wäre für Leuna bzw. für eine Verstärkung der AT-Anlagen Söhlen sofort greifbar. Der hierfür notwendige Eisenaufwand wäre also verhältnismässig klein und nur durch Anpassung an die Leunaer Verhältnisse bedingt. Der Eisenaufwand wird auf etwa 15 - 20 t geschätzt (Kosten ca. 20 000,-). Das Bauvolumen für die Aufstellung der Isomerisierungsanlage beträgt ca. 100 t Eisen.
Kosten ca. 300 000,-.
Dieser Posten wird zurzeit daraufhin geprüft, ob noch eine Einsparung möglich ist.

Der Gesamtaufwand beträgt nach hoerrechtigiger Schätzung demnach insgesamt an

Eisen ca. 250 t
Kosten ca. 360 000,-.

Die Durchrechnung ist deshalb für die Anlage Leuna durchgeführt, weil vorauszusetzen ist, dass in Mitteldeutschland immer zu wenig Butan vorhanden sein wird und die Leunaer Anlage demnach mit Hydrierungsbuten nicht beschäftigt werden kann. Den Berechnungen ist aufgrund gelegt, dass an Hydrierungsbuten maximal zur Verfügung stehen:

22 000 t i-Butan und
28 000 t n-Butan.

Zusammen mit dem als Einsatz angenommenen Fischerbuten würden damit

ca. 65 000 t Alkylat in der Anlage Leuna

hergestellt werden können.

Ich beabsichtige möglichst schnell einen Versuch mit Fischerbuten in Leuna zu machen. Entsprechung der Grösse der in Leuna jetzt fahrenden Isomerisierung wäre bei Regfall sonstiger Lieferungen

ca. 500 tete Fischertreibgas

infrage.

II. Auf Grund Ihres Schreibens vom 12.5.44 ist geprüft worden, welche Möglichkeiten bestehen, Butylen durch Propylen in Alkylat-Anlagen zu ersetzen. Allgemein ist hierzu zu sagen, dass eine Alkylierung von isobuten und Propylen wechsell-

Die Polymerisation von Propylen als Katalysator...
...wird sich bewähren nach unserem...
50%...
...bei...
...30%...
...sich...
...sich...

Die Polymerisation des Propylen...
...wird...
...in...
...produkt...
...be...

Bei...
...sich...

Die...
...in...
...die...
...auf...

Wieder...
...bei...
...für...
...auf...

Bei...
...nicht...
...die...
...sind...

Bei...
...lat...
...den...
...sich...

Das...
...von...
...das...
...ganz...
...ste...
...eine...
...möglich...
...vorf...

gez. Giessen

Herrn Dir. Dr. Herold
Dr. Kaufmann
OJ Keinke

twort a. 39598

HAUPTLABORATORIUM
Versuchsgruppe Me 219
A.N.57/44

Leuna Werke, 25. Juli 1944
Dr.Kfm./Sch. C

00001272

Besprechungsnotiz

am 17.7.1944, betr.: Herstellung von Triptan und
Alkylierung mit Flußsäure

Anwesend die Herren:

Dir.Dr.Giesen
Dir.Dr.Herold
Dr.Hanisch
Dr.Kaufmann

Versuchsarbeiten mit obigen Zielen werden als notwendig anerkannt. In der Treibstoffgruppe des Versuchslabors (KW-Gruppe) sind beide Aufgaben vor geraumer Zeit begonnen worden, aber infolge Schlossermangels seit den Angriffen zum Erliegen gekommen.

Unter Einschaltung der organischen Abteilg. (Dr.Herbert) wird folgende Arbeitsteilung festgelegt:

Organ.Abtlg. : Isooktanherstellung durch Alkylierung über H_2F_2 und F-Verbindungen. Thermisch katalytische Alkylierung (Druck) von Isobutan mit Propylen mit Ziel Triptan.

Versuchslabor.: Triptanherstellung durch Alkylierung von Isobutan mit Propylen über H_2F_2 und F-Verbindungen.

Unberührt von dieser Regelung bleiben die Isomerisierarbeiten (auch zur Bildung von Triptan) der Hy-Gruppe.

Ø Herren Dir.Dr.Giesen/Dr.Hanisch
Dir.Dr.Herold/Dr.Kaufmann

00001273

Butane isomerization

Bag 3043 - 10

Target 30/4.02

00001275

Füllkörper geschichtet wird und so langsam abriedelt. Die Füllkörperschicht wird so bemessen, dass der unten ankommende Kontaktschlamm völlig ausreagiert ist, wozu ein Verhältnis Füllkörper: AlCl_3 von 1:2 schon ausreichend ist. Der Kontaktschlamm ist niedrigviskos, so dass es zu keinen Versetzungen im Ofen kommt. Bei Belastung 2 kann mit einer Ofenfüllung bis 300 Stunden und mehr gefahren werden. Die Umsätze liegen dann bei 30 bis 35% die Ausbeute bei 94-96. Die erreichten Kontaktverbräuche schwanken zwischen 0,5-1 % bezogen auf hergestelltes i-Butan. ~~xxx~~ Dem AlCl_3 NaCl und andere Stoffe bei zu mischen mit denen es Verbindungen eingeht hat sich als unzweckmässig erwiesen, da durch den niedrigen Schmelzpunkt dieser Verb. Ein vorzeitiges Abschmieren begünstigt wird. Ein weiterer Vorteil ist dass bei reinem AlCl_3 das käufliche genommen werden kann, wodurch ein weiterer Arbeitsgang erspart wird.

0,4-0,5 kg/lit/St. Verweilszeit bei 100 Grad 15at. Bel 2-4-5 Sek.

Der erste Teil ist zu bedauern, daß sowohl die Herstellung solcher tragbaren
Leucht- als auch die Lagerhaltung der Leuchtgas-erleuchtung schwer sein dürfte, als
es in der Tat der Fall ist, und es ist nicht möglich, während der
Leuchtzeit der Leuchtgas-erleuchtung die Leuchtgas-erleuchtung vorzusetzen. Diese Nachteile
des Leuchtgas-erleuchtung sind durch die Lagerhaltung der Leuchtgas-erleuchtung durch den Leuchtgas-
erleuchtung der Leuchtgas-erleuchtung der Leuchtgas-erleuchtung.

Der zweite Teil ist zu bedauern, daß sowohl die Herstellung solcher tragbaren
Leucht- als auch die Lagerhaltung der Leuchtgas-erleuchtung schwer sein dürfte, als
es in der Tat der Fall ist, und es ist nicht möglich, während der
Leuchtzeit der Leuchtgas-erleuchtung die Leuchtgas-erleuchtung vorzusetzen. Diese Nachteile
des Leuchtgas-erleuchtung sind durch die Lagerhaltung der Leuchtgas-erleuchtung durch den Leuchtgas-
erleuchtung der Leuchtgas-erleuchtung der Leuchtgas-erleuchtung.

Der dritte Teil ist zu bedauern, daß sowohl die Herstellung solcher tragbaren
Leucht- als auch die Lagerhaltung der Leuchtgas-erleuchtung schwer sein dürfte, als
es in der Tat der Fall ist, und es ist nicht möglich, während der
Leuchtzeit der Leuchtgas-erleuchtung die Leuchtgas-erleuchtung vorzusetzen. Diese Nachteile
des Leuchtgas-erleuchtung sind durch die Lagerhaltung der Leuchtgas-erleuchtung durch den Leuchtgas-
erleuchtung der Leuchtgas-erleuchtung der Leuchtgas-erleuchtung.

Der vierte Teil ist zu bedauern, daß sowohl die Herstellung solcher tragbaren
Leucht- als auch die Lagerhaltung der Leuchtgas-erleuchtung schwer sein dürfte, als
es in der Tat der Fall ist, und es ist nicht möglich, während der
Leuchtzeit der Leuchtgas-erleuchtung die Leuchtgas-erleuchtung vorzusetzen. Diese Nachteile
des Leuchtgas-erleuchtung sind durch die Lagerhaltung der Leuchtgas-erleuchtung durch den Leuchtgas-
erleuchtung der Leuchtgas-erleuchtung der Leuchtgas-erleuchtung.

Herrn Dr. Kaufmann

Herrn Dr. Kaufmann

00001278

7234

FRIEDRICH UHDE

Ingenieur-Büro
und Fabrik für chem. Apparate
Zweigbüro Leuna Werke

00001279

Verfasser: Dipl.-Ing. Reichardt

Aktennotiz

Herrn Dipl.-Ing. Jaberg von der "Astra Ro-
manische Besprechung mit:

Durchdruck an:
"Astra Romana" 3 x

Herrn Dr. Köhler

" Dr. Herold

" O.I. Keinke

" Dr. Nowotny

" Dr. Pohl

" D.I. Weidmann

" D.I. Palzer

" D.I. Griepahn

" D.I. Happe

" I. Peplow

" D.I. Reichardt

2 x Akte

Leuna

20.3.42

in: die Herren:

von der "Astra Romana"

Herrn Dipl.-Ing. Jaberg

vom Ammoniakwerk Merseburg bzw. Uhde-Leuna

Dr. Herold D.I. Griepahn

Dr. Köhler stw. D.I. Orth

O.I. Keinke D.I. Weidmann

D.I. Palzer I. Peplow

Dr. Hoffmann stw. D.I. Reichardt

Dr. Lühr

Dr. Nowotny

Dr. Pohl

gez. I. V. Palzer

Zeichen: AT 244/Ruat

Dr. Kö/Pz/Gph.

Tag:

16.4.42

Betritt: Ruat - Isomerisierung - Anlage.

1.) Pentan - Gehalt.

Im Hinblick auf den nachträglich festgestellten Pentan-Gehalt im Eingangsbüchler der AT-Vordestillation hat Herr Dr. Hoffmann folgendes festgestellt:

Bei dem gewählten Rückflußverhältnis von 1 : 0,4 geht ein Drittel des C₅ über Kopf und mit dem n-C₄ durch den Dampf der Butankolonne in die Iso-Anlage, wo dann mit einem C₅ Gehalt bis zu 2 % zu rechnen ist. Eine scharfe Trennung von n-C₄ / 1 C₅ kann erst erreicht werden, wenn das Rückflußverhältnis auf 1 1/2, entsprechend der Kolonnenquerschnitt im Verhältnis 1,4 zu 2,0 und damit der Kolonnendurchmesser, im Falle Ruat, von 2,0 m auf 2,4 m vergrößert wird, dazu kommt ein entsprechend größerer Energieverbrauch.

Da nach Angaben von Herrn Herold die Anwesenheit von höheren K_W s bei der Isomerisierung einen höheren Kontaktverbrauch ergibt und dieser auch schon durch C₅ zu erwarten ist, wünscht Herr Jaberg wegen des hohen Preises für AlCl₃ in Rumänien eine C₅-freie C₄-Fraktion. Die Kolonne wird also auf 2,4 m Durchmesser vergrößert. Da allgemeines Interesse dafür besteht, wird Leuna durch Versuch die Abhängigkeit des Kontaktverbrauches von C₅-Gehalt ermitteln.

2.) Umsatz der Isomerisierung.

Zur Erzielung einer höheren Ausbeute und eines geringeren Kontaktverbrauches sollte auf Vorschlag von Leuna der Umsatz in der Isomerisierung von 35 % bzw. 32 % auf 25 % gesenkt werden. Die dadurch auftretende Mehrbelastung der AT-Vordestillation und vor allem der Butantrennung

Rdt/Nh.

Bäg Target

3048 -30/4.02