

118001467 Folio
 17.12.49
 Leuna Werke, den 12. Oktober 1942.KB.
 3042-119
 H. Kleyer
 H. Kumpke R
 H. Förschke J. S. K.

Ort: Leverkusen

Besprechungssteilnehmer: Dr. Casper, Dr. Metzger, Leverkusen.
 Dr. Elbel, Dr. Orlicek, Dr. Deiters, Leuna.

Betr.: Feindestillation von Toluol.

In Leverkusen werden 2 000 bis 2200 Moto Toluol für die Sprengstofffabrikation feindestilliert. Für die Gewinnung dieses nitrierfähigen Reintoluols stehen 2 Ausgangsprodukte zur Verfügung

- I.) BV-Reintoluol mit einem Gehalt an Benzol von 0,6 und an Xylol von 0,3 %.
- II.) Das Zechenprodukt "Gereinigtes 90er Toluol" (Siedebeginn etwa 107°. Bis 120° gehen 90 % über).

Dieses Rohprodukt enthält etwa 75 - 80 % Toluol und 10 - 15 % Benzol. Der Rest besteht aus Xylol und Naphthenen.

Das BV-Reintoluol wird seit etwa 1 1/2 Jahren in Leverkusen feindestilliert, es den Anforderungen der Nitrier-Fabrik noch nicht genügt. Die Analyse des zur Zeit verarbeiteten Rohtoluols ergibt sich aus der Mischung des Hauptanteiles I mit geringen Zusätzen des Produktes II.

Das Reintoluol wird vornitriert und durch Destillation vom Meta-Nitrotoluol befreit. Anschliessend wird es auf Tri-Nitrotoluol verarbeitet. Im Hinblick auf diese erforderliche Fein-Destillation der Vornitrierungsprodukte werden sehr hohe Anforderungen an den Reinheitsgrad des Toluols gestellt, denen z.B. das BV-Produkt mit seinem Siedebereich = 0,5 - 0,8° noch nicht genügt.

Das in Leverkusen durch Feindestillation gewonnene Toluol zeigt folgende Eigenschaften: Siedeintervall = 0,2°, Bromzahl = 0,013, Schwefelsäuretest = 0,1. Nach Angabe der Leverkusener Herren dürfte sich der Gehalt des BV-Produktes an Verunreinigungen auf etwa 0,5 % belaufen. Diese Begleitstoffe bestehen nur aus Paraffinen (im wesentlichen Octan), da durch die vorhergehende Schwefelsäurewäsche eventuell vorhandene Naphthene bereits ausgewaschen wurden.

Die früher periodisch betriebene Feindestillation wurde vor etwa 2 Jahren auf kontinuierlichen Betrieb umgestellt. Da Leverkusen noch keine Erfahrungen auf diesem Arbeitsgebiet besass, kann diese jetzt noch in Betrieb befindliche Anlage keinen Anspruch darauf erheben, als Vorbild für eine vorschriftsmässige kontinuierliche Toluol-Feindestillation zu dienen. Sie wurde wegen der Kürze der Zeit aus vorhandenen Apparateteilen zusammengestellt. Da sie gleichzeitig für periodische Aufarbeitung gewisser anderer Produkte zur Verfügung stehen sollte, wurde sie mit

Blase und Schlangenvorheizer ausgerüstet. Da es sich zeigte, dass der Durchmesser der Vordestillationskolonne (1 m) zu klein ist, soll sie bei Neubau auf 1 1/2 bis 2 Meter Durchmesser erweitert werden. Die Anlage besteht aus 2 hintereinander geschalteten Kolonnen. Die hierin abgeschnittenen Vor- und Nachläufe brauchen nicht frei von Toluol zu sein, da sie in nachgeschalteten Anlagen noch auf Reinbenzol und -Xylol verarbeitet werden. Bei einmaligem Durchsatz werden infolgedessen nur 85 % des eingesetzten Toluols als Reinprodukt gewonnen. Die Toluolfractionen der Vor- und Nachläufe werden in die Feindestillation zurückgeführt.

Als Beispiel für die Arbeitsweise der Anlage wurden Versuchszahlen für die beiden zu verarbeitenden Produkte genannt:

- 1.) Reintoluol S direkt aus 90er Rohtoluol
- 2.) Reintoluol S aus BV-Toluol.

I.) Rohtoluol.

<u>Vor</u>	<u>ne</u>	<u>Durchmesser</u>	<u>Bodenzahl</u>	<u>Einlauf</u>	<u>Eingangstemperatur</u>
		1 m 1)	50 2)	zwischen 3)	zwischen 90 u. 98°
				Boden 32 u. 38	

<u>Einspritzmenge</u>	<u>Vorlauf</u>	<u>Rücklauf</u>	<u>Sumpf</u>
3 000 l/h	600 l/h 4)	1 200 l/h	benzolfrei

- 1) Der Durchmesser erwies sich für die Verarbeitung des Rohtoluols als zu klein und soll bei der geplanten Neuausführung erweitert werden.
- 2) Die Böden werden von unten her gezählt.
- 3) Innerhalb dieses Bereiches zeigten sich keine wesentlichen Unterschiede.
- 4) Der Vorlauf wird aus dem Kondensator abgezogen.

Das Blasenprodukt der Vorkolonne wird direkt ohne Zwischenheizung in die Hauptkolonne 2 eingespritzt.

<u>Hauptkolonne</u>	<u>Durchmesser</u>	<u>Bodenzahl</u>	<u>Einlauf</u>	<u>Eingangstemperatur</u>
II	2 m	42	zwischen 13. u. 18. Boden	125°

<u>Einspritzmenge</u>	<u>Reintoluol</u>	<u>Rücklauf</u>
2 400 l/h	2 000 l/h	6 000 l/h 5)

- 5) Mit dieser Rücklaufmenge ist bereits die untere Grenze erreicht. Eine wesentliche Erhöhung der Rücklaufmenge war allerdings infolge der Bauart der Kolonne auch nicht möglich.

Die Siededifferenz des bei diesem Versuch erhaltenen Produktes betrug $0,15^{\circ}$.

II. BV-Toluol.

<u>Vorkolonne</u>	<u>Einspritzmenge</u>	<u>Vorlauf</u>	<u>Rücklauf</u>	<u>Einlauf</u>
	3 500 l/h	350 l/h	1 650 l/h	auf dem 35. Boden
<u>Hauptkolonne</u>	<u>Reintoluol</u>	<u>Rücklauf</u>	<u>Einlauf</u>	
	3 150 l/h	9-11 000 l/h	auf dem 19. Boden	

Die Siededifferenz des bei dieser Feindestillation gewonnenen Toluols betrug $0,15 - 0,20^{\circ}$.

Der Sumpf sammelt sich vor dem Ablauf in der vorhandenen Blase.

Zu den Destillationen ist folgendes zu bemerken:

Wenn Wert darauf gelegt wird, dass das abdestillierte Benzol bereits toluolfrei anfällt, so ist natürlich mit einer wesentlich höheren Bodenzahl oberhalb des Einlaufes und mit stärkerem Rücklauf zu rechnen. Dieser Fall könnte für Leuna, das keine Nachdestillation dieses Vorlaufes vorsieht, infrage kommen, wenn das im Aromatenbenzin enthaltene Toluol mit hoher Ausbeute zu gewinnen ist.

Das Schema der beschriebenen Destillationsanlagen ist kompliziert, da es sowohl für periodische als auch für kontinuierliche Destillation vorgesehen ist und da es ausserdem für die Verarbeitung verschiedener Produktgemische infrage kommen sollte. Auch wird die Übersichtlichkeit der Anlage dadurch gestört, dass sie aus vorhandenen Apparateteilen zusammengesetzt werden musste. Da die Anlage nach Ansicht unserer Ingenieure keine Abweichungen von der üblichen Ausführung aufweist, wurde von uns kein Schema angefordert.

Die mitgeteilten Versuchsergebnisse können nicht ohne weiteres als Grundlage für die in Leuna zu errichtende Anlage dienen, da nicht anzunehmen ist, dass bei uns ein derartig reines Aromatengemisch zur Verfügung stehen wird. Wir konnten zwar Auskunft über den ausserordentlich geringen Verunreinigungsgrad der in Leverkusen verarbeiteten Aromaten erhalten, doch stehen keinerlei Erfahrungen über einen eventuell störenden Einfluss von naphthenischen bzw. paraffinischen Begleitstoffen auf die Trennbarkeit der einzelnen Aromaten zur Verfügung. Von uns wurden die beiden Möglichkeiten in Erwägung gezogen, dass das in Leuna zu verarbeitende Aromatenprodukt

- 1.) einen sehr geringen Anteil an Begleitstoffen und
- 2.) einen starken Gehalt an Verunreinigungen aufweist.

Die dementsprechend notwendigen Vor- und Nachläufe wurden durch geschätzte Zahlen belegt. Jedoch konnte über den Einfluss der Begleitstoffe in diesen beiden Fällen auf das Rücklaufverhältnis usw. aus Mangel an Erfahrungen keine

Auskunft erteilt werden.

In Kürze soll in Leverkusen eine Neuanlage für die Feindestillation der gleichen Toluolmenge errichtet werden, doch ist das Projekt noch nicht so weit gediehen, dass es uns als Unterlage zur Verfügung gestellt werden könnte. Auf Grund der Auskünfte ist damit zu rechnen, dass für eine derartige kontinuierliche 2 000-Moto-Anlage (inclusive Benzol-Feindestillation), die aus 3 Kolonnen besteht, eine Bodenfläche von etwa 20 x 15 qm erforderlich ist.

Für den Fall, dass wir genauere Unterlagen über die Verarbeitung der bei uns anfallenden Aromatenprodukte brauchen, ist Leverkusen gern bereit, uns durch Versuchsdestillationen zu unterstützen. Allerdings müsste (auch bei diskontinuierlichem Betrieb) die beschriebene Anlage eine Einspritzung von mindestens 40 t erhalten. Jedoch wurde darauf hingewiesen, dass bei Herrn Dr. Siegwart Versuchskolonnen zur Verfügung stehen, in denen unter Umständen auch geringere Mengen feindestilliert werden können.

Verteiler:

Dir.Dr. Schunck / Dr. Becker

Dir.Dr. Herold, / Dr. Elbel

Dir.Dr. Ludwig, Leverkusen

Obering. Keinke / Dr. Orlicek / AWP

Obering. Cron / DI. Wenzel / DI. Thomßen

Dr. Pichler

Dr. Schick / Dr. Deiters

Akten Z.B.