

3042-121

30/4.02

J. J. Klopfer 12-001473

Leuna Werke, den 23.11.1942 Dr. Or/Kl.

Schätzung der Hilfsstoff-Destillation zur Gewinnung von Leutol.

1) Angaben von Herrn Dr. Klopfer (Besprechung am 18.11.1942).

Ausgangsmaterial.

Zur Leutolherstellung wurde der zwischen 100 - 115°C siedende Anteil des HF-Benzins verwendet. Mengemäßig macht diese Fraktion etwa 22 % des HF-Benzins aus, der Aromatengehalt schwankt zwischen 70 - 84 %. Das erhaltene Raffinat enthielt 5 - 6, der Extrakt 90 % Aromaten, dabei wurde mit der vierfachen Menge schwefelige Säure extrahiert.

Hilfsstoffdestillation.

Nach Zusatz von 19,85 % Methanol wurde der Extrakt diskontinuierlich bei einem Rücklaufverhältnis 1:10 fraktioniert. Die verwendete Kolonne war 10 m hoch mit 15er Raschigringen gefüllt und hatte einen Durchmesser von 200 mm. Nachdem 26 % übergegangen waren, trat eine sprunghafte Steigerung der Kopf-temperatur von 66 auf 111°C auf und bei 92 % ein weiterer Sprung auf etwa 141°C. Die zwischen diesen Temperaturen übergehende Fraktion enthielt im Durchschnitt 98,4 % und max. 99,75 % Aromaten. Der verbleibende Sumpf (über 141°C siedend) enthielt wieder größere Mengen Nichtaromaten. 1.)

Würde man den Schnitt bei 45 Gewichtsprozenten legen, so enthielte der verbleibende Rest der Fraktion über 111°C 99 % Aromaten, entspräche also den Bedingungen, die Herr Dr. Klopfer als zu erstreben angibt.

2) Auswertung der Versuchsergebnisse:

Würde man einen Extrakt, wie er bei den Versuchen von Herrn Dr. Klopfer verwendet wurde, in eine kontinuierlich arbeitende Kolonne einsetzen, dann ergäbe sich für diese Kolonne der Zustand als stationär, wie er in der diskontinuierlichen Kolonne unmittelbar nach dem Sprung der Kopf-temperatur von 66 auf 111°C besteht. Das Sumpfprodukt dieser Kolonne könnte, wenn man es in einer weiteren Kolonne der Feindestillation unterwerfen würde, eine leichte Fraktion mit 98,4 % Aromaten liefern. Um 99 %ige Aromaten zu liefern, müßte man den Schnitt in der Hilfsdestillation bei 45 Gewichtsprozenten legen. Voraussetzung für die Richtigkeit dieser Überlegungen ist es, daß die ausgeführten Aromatenbestimmungen exakt richtig sind, schon geringfügige Abweichungen im Aromatengehalt könnten eine sehr erhebliche Verschiebung des Schnittpunktes notwendig machen. Wie weiter unten ausgeführt wird, ist die Lage des Schnittpunktes von erheblichem Einfluß auf den technischen Aufwand der für die Hilfsstoffdestillation notwendig ist. In einer kontinuierlichen Kolonne kann allerdings der Schnitt nicht oder nur unter einem unvermeidbaren technischen Aufwand an einer anderen Stelle als beim Temperatursprung in der Siedekurve vorgenommen werden. Nun kann es als praktisch sicher angesehen werden, daß der Sprung in der Siedekurve durch Zugabe von mehr Methanol in der Richtung des gewünschten Schnittes verschoben wird. Für die Zulässigkeit dieser Annahmen spricht es, daß die Konzentration der Aromaten im Destillat auch im Gebiet des Temperatursprunges von 66 - 111°C stetig verläuft. Aus der Siedekurve kann man entnehmen, daß eine Steigerung des Methanzusatzes um 50 % die gewünschte Wirkung besitzen müßte. Das anliegende Mengenschema wurde bereits für die größere Methanolmenge berechnet.

Anmerkung 1.)

Nach Ansicht von Herrn Dr. Klopfer können die noch vorhandenen höher siedenden Anteile bei der Vordestillation (Schnitt 100 - 115°C) nicht gefaßt werden, weil die Paraffine mit den Aromaten als konstant siedende Gemische höhere Flüchtigkeit übergeben.

Bei der Berechnung der Kreisläufe wurde angenommen, daß die Reinheit der Aromatenfraktion gewährleistet ist, sofern 45 % des Einsatzes aus der Hilfsstoffdestillation als Kopfprodukt abgezogen werden. Müßte man mehr abziehen, so hätte das eine Steigerung der von der Hilfsstoffdestillation nach der Extraktion zurückgeführten Mengen zur Folge und wegen dieses erhöhten Kreislaufes würde sowohl die aufzuwendende Energie als auch der notwendige Kolonnenquerschnitt ansteigen.

Zu erwägen ist auch ob es zweckmäßig wäre, vor der Hilfsstoffdestillation die höher siedenden Paraffine aus dem Extrakt zu entfernen. Es ist möglich, daß dadurch eine Steigerung der Aromatenkonzentration der Fraktion über 111°C erzielt würde. An sich ist aber, so weit es durch den einen ausgeführten Versuch belegt werden kann, die Abtrennung der schweren Paraffine zugleich mit der Trennung von den höheren Homologen des Leutols durchführbar und könnte also im Rahmen der Feindestillation ausgeführt werden.

Aus den Versuchen von Herrn Dr. Klopfer geht auch hervor, daß das eingehaltene Rücklaufverhältnis 1:10 offenbar höher als notwendig war. Mit besonderer Deutlichkeit kann das aus der Siedekurve entnommen werden, deren scharfe und fast rechtwinklige Knickpunkte auf eine Trennschärfe der Destillation hinweisen, wie sie für den erstrebten Zweck gar nicht notwendig wäre. Auch aus der Siededifferenz der zu trennenden Fraktionen von 45°C muß man auf einen Mindestrücklauf von 1:1 bis 1:3 schätzen.

Hinsichtlich der Ausführung der Versuche wäre noch zu bemerken, daß es vermutlich richtiger ist, das Methanol kontinuierlich in den Sumpf der Kolonne einzublasen und mit dem Methanolzusatz solange fortzufahren, bis die Paraffinkonzentration im Sumpf hinreichend klein bzw. konstant geworden ist. Diese Arbeitsweise wurde schon anläßlich der ersten Fühlungnahme mit Herrn Dr. Klopfer vorgeschlagen. Dabei könnte es auch nicht eintreten, daß das Methanol überdestilliert, bevor der Sumpf genügend reich an Aromaten geworden ist, wie es beim vorliegenden Versuche der Fall war. Auch bei der kontinuierlichen Arbeitsweise wäre es natürlich zweckmäßig, das Methanol möglichst tief, gegebenenfalls in dem Sumpf der Kolonne einzuspritzen.

3) Ergebnis der Schätzung.

Für die im Mengenschema eingesetzten Mengen ergibt sich rechnermäßig auf Grund der z.Zt. vorliegenden Unterlagen der notwendige Querschnitt der Füllkörperkolonne für die Hilfsstoffdestillation mit 4,15 m² (in diesem Wert sind Sicherheitszuschläge oder Reserven nicht inbegriffen). Eine Schichthöhe der Füllkörper von 20 m, müßte man nach dem Versuchsergebnis als reichlich ansehen. Dabei wurde noch mit dem Rücklaufverhältnis von 1:10 gerechnet und ferner angenommen, daß die in der Vordestillation gewonnene Fraktion von 100 - 115°C 70 % Aromaten enthält. Der Wärmeaufwand in der Hilfsstoffdestillation kann mit 7,6 Millionen WE angenommen werden.

Anlagen:

- 1 Siedekurve (folgt nach)
- 1 B.Sk. Nr. 47

M. Klopfer