

3516

Bad Sachsa

(B) Manufacture of Ethylene

3516-5  
Bad Sachsa

17.1.1940  
Dr. Hz/HU.

*Empf.:* 1. Feb. 1940

Notiz

Betr.: Vergleich zwischen der thermischen Athanspaltung in Sichromalschlangen nach Versuchen von Dr. Häuber und dem Sauerstoffverfahren nach Dr. Klein.

(Besprochen mit Herrn Dr. Klein am 15.1.1940).

Herr Dr. Klein war von Herrn Dr. Giesen, Leuna, aufgefordert worden, zur Frage der beim thermischen Kracken von Athan einerseits und bei der Athanspaltung mittels Sauerstoff andererseits erreichbaren Äthylenausbeute Stellung zu nehmen. Herr Dr. Klein hat zunächst auf Grund der Stockanalysen vom analyt. Laboratorium in Leuna und der Gasmengenmessung der Betriebskontrolle Leuna Vergleichsrechnungen für die nach beiden Verfahren erhaltenen Äthylenausbeuten durchgeführt:

1. Thermisches Verfahren.

Beim einmaligen Durchgang von Athan durch den Häuber-Ofen werden aus 100 Vol. Teilen Rohathan (96,3 %ig, Rest vorwiegend  $C_2H_4$  und  $C_3H_8$ ) erhalten:

a.) Bei niedrigerem Umsatz je Durchgang:

36,7<sup>+</sup> Vol. Teile Reinäthylen;  
an ungekracktem Restathan bleiben zurück  
52,7 Vol. Teile.

b.) Bei höherem Umsatz je Durchgang:

42,4<sup>+</sup> Vol. Teile Reinäthylen;  
an ungekracktem Restathan bleiben zurück  
40,7 Vol. Teile.

+) Hierin ist der bei der Lindetrennung eintretende Äthylenverlust (10 %) bereits berücksichtigt.

Von dem Restathan können im praktischen Betrieb erfahrungsgemäss gleichfalls nur etwa 90 % der Krackung wieder zugeführt werden. (10 % Abtrennungsverluste). Damit gehen im Falle a.) 47,4 Vol. % und im Falle b.) 36,6 Vol. % des eingesetzten Athans in die Krackung zurück.

Fall a.) 96,3 minus 47,4 = 48,9 Vol. Teile Äthan ergeben  
36,7 Vol. Teile Äthylen, d.s. 75,1 Vol. % Äthylen-  
ausbeute.

Fall b.) 96,3 minus 36,6 = 59,7 Vol. Teile Äthan ergeben  
42,4 Vol. Teile Äthylen, d.s. 71,0 Vol. % Äthylen-  
ausbeute.

Im Mittel errechnet sich also für das Häuberverfahren  
eine Äthylenausbeute von

73,1 Vol. % entsprechend 68,2 Gew. % bezogen auf Äthan.

Nimmt man sowohl beim Äthylen als auch beim Äthan  
bei der Lindetrennung eine Wiedergewinnung von 96 % an Stelle  
von 90 % an, so erhöhen sich die obigen Werte auf

78,8 Vol. % entsprechend 73,6 Gew. %.

2.) Sauerstoffverfahren.

$C_2H_4$ -Gehalt im Krackgas = 33,5 Vol. %, Volumenvermehrung  
= 1,7 fach. Dies entspricht einer Erzeugung von 56,0 Vol. %  $C_2H_4$   
je Durchgang. Hiervon gehen bei der Lindetrennung noch ab 10 %.

Somit werden beim einmaligen Durchgang von Äthan durch  
den Kleinofen aus 100 Volumenteilen Rohäthan (96,3 %ig; Rest vor-  
wiegend  $C_2H_4$  und  $C_3H_8$ ) erhalten:

50,4 Vol. Teile Reinäthylen; an ungekracktem Restäthan bleiben  
zurück 27,6 Vol. Teile.

90 % des Restäthans können in die Krackung wieder zurückge-  
führt werden, d.s. 24,85 Volumenteile.

96,3 minus 24,85 = 71,45 Vol. Teile geben 50,4 Vol. Teile Äthylen.

~~Es errechnet sich für das Kleinverfahren also eine Äthylenausbeute~~  
von

70,6 Vol. % entsprechend 65,9 Gew. % bezogen auf Äthan.

Nimmt man sowohl beim Äthylen als auch beim Äthan  
bei der Lindetrennung eine Wiedergewinnung von 96 % an Stelle  
von 90 % an, so erhöhen sich die obigen Werte auf:

74,8 Vol. % entsprechend 69,8 Gew. %.

Zu den für beide Verfahren oben berechneten Zahlen  
hob Herr Dr. Klein hervor, dass bei der Untersuchung des Krack-  
gases aus dem thermischen Verfahren die Stockanalysen häufiger

bis zu 15 % höhere Äthylenwerte ergeben hätten als dem bei den Betriebsanalysen gefundenen Äthylengehalt entsprach. Dagegen seien beim Sauerstoffverfahren Betriebsanalysen und Stockanalysen im Rahmen der Messgenauigkeit stets in Übereinstimmung gewesen. Es muss daher angenommen werden, dass die beim thermischen Verfahren errechneten Äthylenwerte noch einer entsprechenden Korrektur bedürfen. Beim thermischen Verfahren habe die Betriebskontrolle, Leuna, ausserdem beim Ausbau der Stauscheibe für die Endgasmessung festgestellt, dass 10 % der Durchgangsöffnung dieser Stauscheibe mit Naphthalin zugesetzt waren. Durch die hierdurch voraussichtlich zu hoch gemessenen Endgasmengen dürften die Äthylenwerte beim thermischen Verfahren vor allem gegen Ende der Fahrperiode zu hoch gefunden worden sein.

Unter Berücksichtigung der vorgenannten bei den Werten für das thermische Verfahren noch anzubringenden Korrekturen werden beide Verfahren hinsichtlich ihrer Ausbeute schätzungsweise keine nennenswerten Unterschiede mehr zeigen. In dieser Richtung liegen auch die Zahlen, die Herrn Dr. Klein seitens der A.W.P. für beide Verfahren genannt wurden. Herr Dr. Fritsche von der A.W.P., Leuna, gab in Gegenwart von Herrn Dr. Giesen am 13.1.40 hierfür folgende von der A.W.P. errechneten Werte an:

Für das thermische Verfahren (Gew. % C<sub>2</sub>H<sub>4</sub> bez. auf Äthan):

|  |   |
|--|---|
| Bei niedrigerem Umsatz je Durchgang<br>(niedere Kracktemperaturen) | Bei höherem Umsatz je Durchgang<br>(höhere Kracktemperaturen) |
| 68,0      61,5   | 65,3   60,0   67,5   56,8                                     |
| <u>Mittel = 64,25 Gew. %</u>                                       | <u>Mittel = 62,4 Gew. %</u>                                   |

Für das Sauerstoff-Verfahren (Gew. % C<sub>2</sub>H<sub>4</sub> bez. auf Äthan):

64,5   63,3   62,4  
Mittel = 63,45 Gew. %

Die Unterlagen, aus denen diese Zahlen von der A.W.P. errechnet wurden, waren Herrn Dr. Klein nicht zugänglich, so dass eine kritische Stellungnahme hierzu nicht möglich war. Herr Dr. Klein hob aber noch hervor, dass die im grosstechnischen Betrieb der Sauerstoffspaltanlage errechneten durchschnittlichen Ergebnisse in den letzten Monaten infolge häufigeren Wechsels des Ausgangsgases (mehrmalige Umschaltung von Äthan auf Propan und wieder zurück) sowie infolge zeitweiliger Überlastung der

Anlage zum Teil bis auf 58,5 % zurückgegangen seien. Diese Zahl dürfte selbstverständlich nicht als normale Leistung des Sauerstoffverfahrens angesehen werden.

Herr Dr. Klein will in einer gesonderten Aktennotiz zur Frage des Vergleichs der beiden Verfahren Stellung nehmen und an Hand einer auf gesicherte Betriebsdaten gestützten Rechnung, in der für beide Verfahren die gleichen plausiblen Annahmen für Äthan- und Äthylenverluste bei der Konzentrierung sowie durch Nebenreaktionen gemacht werden, nachweisen, dass beim thermischen Cracken von Äthan keine höheren Äthylenausbeuten erreicht werden können als bei der Spaltung mittels Sauerstoffs.

gez.: Hofeditz

Ø Herrn Dr. Klein  
Herrn Dr. Häuber  
Herrn Dr. Ringer, Bln. ✓

**Durchschlag**

Sticksstoffabteilung Oppau  
Versuche Dr. Fr. Winkler  
Kohlenwasserstoff-Vers. Sp 198/339  
(Dr. Häuber)

Oppau, den 8. Januar 1940. c.

Vorläufige Aktennotiz.

(No. 50)

Betr.: Äthylen aus Äthan durch thermische Spaltung nach Dr. Häuber

Anfahren des Großversuchsapparats in No. 924 x.

Ergebnisse der ersten Versuchsperiode vom 13.11.39 bis 17.12.39.

Der in der Aktennotiz vom 10.7.39 angekündigte „Schlangenkofen“  
in No. 924 x wurde am 13.11.39 mit 400 - 450 m<sup>3</sup>/h Äthangas in Betrieb genommen.  
Bereits nach einer Laufzeit von 2 Stunden konnte ein für die Weiterverarbei-  
tung geeignetes Spaltgas an die Produktion der „Äthangasverarbeitung“ ab-  
gegeben werden.

Der Schlangenkofen war vom 13.11.39 bis 17.12.39, also ungefähr 800 Std.  
in Betrieb und wurde ab 24.11.39 von Herrn Dr. Gericke, Leuna gefahren.

Da das anfallende Spaltgas in der Lindeanlage No. 387 gemeinsam mit dem  
Spaltgas der Sauerstoffvakuumanlage verarbeitet werden musste und diese Linde-  
anlage nur mit einem Gas beschickt werden konnte, welches in seinem Äthan-  
gehalt dem Spaltgas der Sauerstoff-Vakuumanlage entspricht, war es im Einver-  
ständnis mit Herrn Dr. Giesen erforderlich, den Spaltofen abweichend von den

- 1) Aktennotiz (No. 39), Dr. Häuber-Dr. Hirschbeck: „Herstellung gasförmiger  
Olefine durch thermische Spaltung von Propan. Ergebnisse der im „Schlangenkofen  
Dr. Häuber“ durchgeführten Versuche mit „Propangas Leuna“.

in Oppau ermittelten besten Reaktionsbedingungen zu fahren. So musste selbst bei einem Aethylengehalt von 35 Vol.% im Spaltgas der Spaltofen unter noch schärferen Bedingungen gefahren werden um lediglich den Aethangehalt des Spaltgases herunterzudrücken.

Abgesehen von dieser Bedingung fehlte es noch - durch die derzeitige Kriegslage bedingt - an einem geeigneten Umwälzgebläse (bis 600-700°C) und an einem Aethangebläse, das eine höhere Aethanbeschickung gestattet hätte, da das vorhandene Gebläse nur eine Druckerhöhung von ca. 30 % seiner Anfangsbelastung zulässt. Aus den gleichen Gründen stand ein Vorwärmer für das Aethangas auf Temperaturen über 180°C nicht zur Verfügung.

Trotz der sich aus diesen Mängeln ergebenden Gebundenheit in der Fahrweise, war der Spaltofen ohne Unterbrechungen oder Störungen im Betrieb; während der angegebenen Versuchsperiode wurde eine Drucksteigerung von ca. 15 % im Schlangeningen festgestellt. Aus diesem Grunde wurde eine Störung in der Aethangaslieferung am 17.12.39 zum Anlass genommen den Versuch zu unterbrechen und die Anlage zu untersuchen. Hierbei wurde die Abscheidung eines harten kohlenstoffhaltigen Materials in dichter schalenförmiger Anordnung an den Rohrwänden festgestellt in einer Menge von 1 kg pro 10000 cc durchgesetzten Aethangases, also in einer analytisch nicht mehr erfassbaren Größenordnung.

In Op 198 wurde festgestellt, dass diese Kohleabscheidung durch Ausbrennen bereits mit 2%igem Sauerstoff in einem Luft-Stickstoffgemisch, dessen Sauerstoffgehalt 1-2 % beträgt, leicht entfernt werden kann. Die Entfernung der Abscheidungen aus der Krackschlange in Me 924 x erfolgte auf Veranlassung von H. Dr. Gericke mit Luft, nachdem in Oppau FF30-Rohre bereits mit Luft ausgebrannt worden waren.

An der Versuchsanlage werden z.Zt. noch einige Abänderungen an der nachgeschalteten Kühlung vorgenommen und eine Ableitung des erzeugten Spaltgases zu anderen Verwendungszwecken angebracht, um bei den weiteren

Versuchen (ab Mitte Januar) von der Lindeanlage unabhängig zu sein.

Die Beschreibung der Versuchsanlage und der Versuchsbedingungen sind einer späteren Artennotiz zu entnehmen.

Aus den in der abgeschlossenen Versuchsperiode entnommenen Stockanalysen (siehe Anlage) ergaben sich folgende Ausbeuten:<sup>++)</sup>

Es werden erhalten:

|  |         |        |          |
|--|---------|--------|----------|
| Aus dem Spaltofeneingangsgas   |         |        |          |
| bei einmaligem Durchgang   | 38 - 56 | Gew.-% | $C_2H_4$ |
| bei 100%iger Rückführung von $C_2H_6 + C_2H_8$   | 77 - 85 | "      | $C_2H_4$ |
| Aus $C_2H_6$ bei 100%iger Rückführung des nicht umgesetzten $C_2H_6$ (nach $C_2H_2$ -Entfernung) | 80 - 89 | "      | $C_2H_4$ |

*H. H. H.*

(Dr. Häber)

(Dr. Hirschbeck)

*HW*

<sup>+) Probenentnahme u. Ausführung durch das Analyt. Lab. Merseburg.  
<sup>++) Die genaue Erfassung und Analyse der flüssigen Produkte wird in den weiteren Versuchen erfolgen.</sup></sup>

## Aethylen aus Aethan durch thermische Spaltung nach Dr. Häuber.

| Datum:  | 14.11.39. |          | 16.11.39. |          | 20.11.39. |          | 30.11.39. |          | 15.12.39. |          | 16.12.39. |          |
|---|-----------|----------|-----------|----------|-----------|----------|-----------|----------|-----------|----------|-----------|----------|
| Analysen-Bezeichnung:   | Hk 88     | Hk 89    | Hk 92     | Hk 93    | Hk 94     | Hk 95    | 3603      | 3604     | 4293      | 4292     | 4435      | 4436     |
| Gasbezeichnung:   | Rohgas    | Spaltgas |
| Stoßanalysen in Vol.-% 1)   |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |
| H <sub>2</sub> .....  |           | 24,08    |           | 30,63    |           | 32,01    | 0,03      | 28,10    | 1,01      | 32,30    | 0,03      | 30,22    |
| C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> .....   |           | 0,10     |           | Sp.      |           | 0,68     |           | 1,33     |           | 0,58     |           | 0,15     |
| C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> .....   | 6,34      | 30,29    | 2,21      | 35,31    | 3,20      | 38,90    | 2,43      | 37,90    | 3,40      | 33,99    | 3,57      | 32,95    |
| C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> .....   |           |          | 2,42      |          | 3,00      |          | 1,60      |          | 1,67      | 0,97     | 1,72      | 0,95     |
| C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> .....   |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |
| C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> , höhere Olefine   |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |
| CH <sub>4</sub> .....   | 2,79      | 6,40     | 1,55      | 8,22     |           | 10,31    | 0,78      | 5,78     | 4,42      | 8,83     | 4,24      | 10,50    |
| C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> .....   | 89,80     | 38,31    | 92,66     | 25,70    | 89,25     | 17,82    | 94,61     | 26,60    | 87,89     | 22,28    | 89,54     | 24,91    |
| C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> .....   | 1,07      | 0,32     | 1,18      | 0,14     | 3,35      | 0,28     | 0,55      | 0,29     | 1,55      | 1,05     | 0,90      | 0,32     |
| C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> .....  |           |          |           |          | 1,20      |          |           |          |           |          |           |          |
| C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> , höh. Paraffine   |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |
| Vol.-Faktor (aus Stoßanalyse):  | 1,357     |          | 1,524     |          | 1,611     |          | 1,457     |          | 1,516     |          | 1,485     |          |
| Ausbeuten in Gew.-% des Eingangsgases   |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |
| bei einmaligem Durchgang:   |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |
| an Aethylen .....   | 38,7      |          | 49,5      |          | 56,0      |          | 51,2      |          | 48,8      |          | 46,1      |          |
| " Olefinen gesamt   | 38,8      |          | 49,5      |          | 56,2      |          | 52,9      |          | 51,7      |          | 48,3      |          |
| bei 100%iger Rückführung v. C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> + C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> : |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |
| an Aethylen .....   | 84,8      |          | 82,1      |          | 77,1      |          | 84,3      |          | 82,8      |          | 79,5      |          |
| " Olefinen gesamt   | 85,1      |          | 82,1      |          | 78,4      |          | 87,2      |          | 83,6      |          | 79,0      |          |
| Umsatz d. eingeführten C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> bei einmaligem Durchgang in Gew.-%:    |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |
|   | 41,4      |          | 57,8      |          | 67,8      |          | 59,0      |          | 61,5      |          | 58,7      |          |
| Vom verbrauchten C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> werden umgesetzt:                            |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |
| zu C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> (+H <sub>2</sub> ) .....                                   | 92,5      |          | 91,6      |          | 87,4      |          | 92,0      |          | 88,6      |          | 86,1      |          |
| " Olefine gesamt..  | 92,5      |          | 91,6      |          | 89,2      |          | 95,5      |          | 90,2      |          | 86,5      |          |
| " CH <sub>4</sub> u. a.   | 7,4       |          | 8,4       |          | 10,8      |          | 4,5       |          | 2,8       |          | 7,5       |          |
| Ausbeuten in Gew.-% d. umgesetzten C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>                            |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |
| bei 100%iger Rückführung:   |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |           |          |
| an C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> vor C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> -Entfernung .....        | 86,1      |          | 85,6      |          | 81,6      |          | 85,9      |          | 82,1      |          | 80,4      |          |
| " " nach C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> " 2) .....   | 86,5      |          | 85,6      |          | 83,2      |          | 89,1      |          | 84,2      |          | 80,8      |          |

Bemerkungen: 1) Die angegebenen Stoßanalysen sind luftfrei gerechnet. Ausserdem sind die in mehreren Analysen angegebenen CO-Mengen (< 0,1 Vol.-% CO) herausgerechnet, da genaue Analysen mittels Hämoglobin kein CO ergaben.

2) Die Ausbeute nach C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>-Entfernung ist rechnerisch ermittelt.

23.11.1939

3516-7

Notiz Bad Sachsa

52 JAN 1940

Betr.: Kracken von Äthan zu Äthylen nach Häuber.

Nach Angaben von Herrn Dr. Häuber am 23.11.1939 läuft der Grossversuchsofen in Leuna seit Montag, den 13.11.1939 mit Äthan einwandfrei. Die Krackung findet statt in einer 140 m langen und 80 mm weiten FF 30-Schlange. Das Kennzeichen der Arbeitsweise von Herrn Dr. Häuber ist die Aufrechterhaltung hoher Strömungsgeschwindigkeit und Verwendung von Krackschlangen mit weiten Rohrwindungen. Durch beide Massnahmen soll Koksabscheidung verhindert werden. Krackschlangen von engen Rohrwindungen sollen nach Häuber infolge Ausschleudereffekt schneller zur Koksabscheidung neigen.

Die Belastung des Ofens beträgt zurzeit 420 cbm/Stunde Äthan. Höhere Belastung wäre an sich möglich, doch wegen des dabei in Kauf zu nehmenden höheren Äthangehalts im Spaltgas kann dieses Spaltgas nicht mehr in der vorhandenen Linde-Anlage, die für ein gegebenes Äthan/Äthylen-Verhältnis gebaut ist, verarbeitet werden.

Die Ausbeuten betragen 32 Vol% Äthylen bzw. 36 Vol% Gesamtolefine. Volumenvermehrung 1:1,54. Hieraus errechnet sich eine Äthanaufspaltung von ungefähr 50 % je Durchgang. Wenn das ungespaltene Äthan wieder zurückgeführt wird, sollen Ausbeuten von 85 Gew.% Äthylen bezogen auf eingesetztes Äthan möglich sein.

Nach den Zahlen, die Herr Dr. Häuber von Leuna für das Klein'sche Sauerstoff-Verfahren erhalten hat, werden bei diesem Maximalausbeuten von 66 bzw. bei Äthanrückführung 70% Äthylen erwartet. Leuna erhalte zurzeit 56% im Betrieb, halte jedoch eine Ausbeute von 60 Gew.% für erreichbar.

Bezüglich Propanverarbeitung sollen die zu Gunsten des Häuber-Verfahrens sprechenden Vorteile vor dem Sauerstoff-Verfahren insofern geringer sein, als beim Häuberverfahren der gesamte Methananfall aus dem gekrackten Propan erhalten wird, während dieser beim Klein'schen Verfahren vorwiegend verbrannt wird.

Ø Herrn Dr. Häuber  
Herrn Dr. Klein

Dr. Lunge

gez. Hafelich

3516-8  
Bad Sachsa

Stickstoffabteilung Oppau  
Versuche Dr.-Fr. Winkler  
Kohlenwasserstoff-Versuche  
Op 198

Oppau, den 5. April 1939

|                         | Zur<br>Rückspr. | Zur<br>Erl. | ges. |
|-------------------------|-----------------|-------------|------|
| Dr. Ringer              |                 |             |      |
| Dr. Schellmann          |                 |             | lll  |
| Dr. Hofeditz            |                 |             | lll  |
| Akt.: Chlorierung       |                 |             |      |
| Erledigt: $\frac{1}{2}$ |                 |             |      |

Büro Sparte I  
Eingang:  
11. APR. 1939

Y. Dr. Ringer

Aktennotiz

Herstellung von ausförmigen Olefinen nach Dr. Häuber

Ergebnisse des in der Versuchsanlage Nr. 125 durchgeführten Versuches  
zur Spaltung eines Aethan-Propangemisches im FF30-Rohr, 80 mm i. W.  
mit Spiraleinsatz

Entsprechend der Vereinbarung der Herren Dr. Giesen und Dr. Häuber wurde in  
der Versuchsanlage Nr. 125 x (Aethanverarbeitung) ein Versuch zur Spaltung des  
dort zur Verfügung stehenden Aethan-Propangemisches im FF30-Rohr, 80 mm i. W.  
mit FF30-Spiraleinsatz durchgeführt.

Absprachegemäß war der Versuch mit einem Olefingehalt von 30-32 Vol.-% im  
Spaltgas zu fahren. Die Versuchsdauer wurde auf 7 Tage beschränkt, da durch die  
Entwicklung eines „Schlangensofens“ die Weiterentwicklung eines „Röhrenofens“  
nicht mehr vordringlich erscheint.

Der Versuch ist von 12.3. - 19.3.39 störungsfrei verlaufen. Drucksteigerung  
im Rohr ist nicht eingetreten. Im Reaktionsraum war das Versuchsrohr frei von  
Kohlenstoffabscheidungen; lediglich im unteren Teil des Rohres waren Ver-  
krustungen festzustellen, die aber bei der von Dr. Häuber neuerdings entwickelten  
Ofenbauart hätten entfernt werden können.

Die Versuchsarbeiten mit dem Röhrenofen sind durch vorliegenden Versuch  
vorläufig zum Abschluss gebracht worden. Weitere Versuche (Spaltung von Aethan-  
gas) werden in der von Dr. Häuber entwickelten „Schlangensofen“ durchgeführt.  
Mit der Aufstellung eines vertikalen Ofens mit einem Durchsatz von ca. 200 m<sup>3</sup>/h  
Leftungsgas bei Nr. 624 ist bereits begonnen worden.

-/-

Ergebnisse:

Durchsatz . . . . . : ca. 27 m<sup>3</sup>/h (0°, 760 mm) Aethan-Propan-  
gemisch. Das zu verarbeitende Gasgemisch,  
das entsprechend den in Op 339 gemachten  
Erfahrungen vor der Spaltung durch T-Kohle  
geleitet wurde, enthielt

75-80 Vol.-% C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>  
12-17 " C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>  
5-8 " C<sub>2</sub>H<sub>4</sub> + C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> und  
0,2-1 " C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>.

Vol.-Faktor . . . . . : ca. 1,4

Olefine im Spaltgas . . . : 27-30 Vol.-% C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>  
30-32,5 " Gesamtolefine ohne Acetylen.

Olefine aus C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> + C<sub>3</sub>H<sub>8</sub> :

Bei einmalig. Durchg. : 33-37 Gew.-% C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>  
35-38 " Gesamtolefine

Bei 100%ig. Rückföhrg.

d. nicht unges. C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> + x)

C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>

74-78 Gew.-% C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>

78-81 " Gesamtolefine

Anlage 1: Einzelheiten der Versuchsbedingungen.

Anlage 2: Stockanalysen .

Anlage 3: Ergebnisse eines Versuches mit einem FF30-Rohr, 30 mm I.W.  
mit Spiraleinsatz, welcher in der Zeit vom 27.2. - 5.3.39  
in der gleichen Anlage mit gleichen Ergebnissen als Vor-  
versuch störungsfrei gefahren wurde.

X x) Um vergleichbare Werte bei der Ausbeuteberechnung mit Rückföhrung zu erhalten  
setzen wir diese stets mit 100%igem Wirkungsgrad in die Rechnung ein.

Zusammenfassung:

Vorliegender Versuch hat gezeigt, dass

- 1) die Zusammensetzung des Spaltgases und die Olefinausbeuten bei der Spaltung in Rohren größeren Durchmessers mit Spiraleinsatz die gleichen sind wie bei den Spaltversuchen in Rohren kleineren Querschnittes,
- 2) das Vorhandensein wesentlicher Olefinmengen (z.B. 7 Vol.%) und sogar von Acetylen (bis zu 1%) im Ofeneingangsgas bei Vorschaltung einer Aktiv-Kohlebehandlung zu Störungen keinen Anlass geben.

*Seiner*

*H. A. A.*

*H. A. A.*

Anlage 1.

Versuchsbedingungen für Versuch mit FF30-Rohr, 80 mm l.W.

- 1.) Reaktionsrohr: Beheizte Länge = 6,2 m  
Wandstärke . . = 5 mm  
Spiraleinsatz im beheizten Rohr = 5,5 m
- 2.) Vorwärmer : FF30-Schlange, 25 mm l.W., 20 m lang.
- 3.) Heizanlage : Siehe Skizze I  
Beheizung durch Gasfeuerung mit Wälzgasgebläse.  
40 % des Reaktionsrohres wurden im Gegenstrom,  
der Rest im Gleichstrom beheizt. Die Vorwärmung  
erfolgte im Gegenstrom.
- 4.) Temperaturverteilung:  
Vorheizung des Ofeneingangsgases auf 580°C.  
Erhitzung im Gegenstrom auf 935° (gemessen im  
Heizgasraum, Rohrtemp. nach Pyroptomessung  
= 865°C). Temperaturabfall in dem im Gleichstrom  
beheizten Teil des Ofens auf 820°C.

Anlage 2.

Spaltung im FF30-Rohr, 80 mm l.W. mit Spiraleinsatz.

|                                | Stockanalysen vom 16.3.39. |                         | Stockanalysen vom 19.3.39. |                         |
|--------------------------------|----------------------------|-------------------------|----------------------------|-------------------------|
|                                | Vor Spaltofen<br>Vol.%     | Nach Spaltofen<br>Vol.% | Vor Spaltofen<br>Vol.%     | Nach Spaltofen<br>Vol.% |
| H <sub>2</sub>                 | -                          | 22,06                   | -                          | 20,02                   |
| C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>  | 0,51                       | 1,17                    | 0,34                       | 1,62                    |
| C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>  | 3,33                       | 29,78                   | 1,85                       | 27,36                   |
| C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>  | 3,03                       | 2,26                    | 2,77                       | 2,52                    |
| C <sub>4</sub> H <sub>8</sub>  | -                          | 0,27                    | -                          | 0,29                    |
| C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> | -                          | 0,11                    | -                          | -                       |
| CH <sub>4</sub>                | 1,68                       | 8,21                    | 2,37                       | 10,01                   |
| C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>  | 77,20                      | 33,81                   | 80,01                      | 35,31                   |
| C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>  | 14,25                      | 2,23                    | 12,66                      | 2,76                    |
| C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> | -                          | 0,10                    | -                          | 0,11                    |
|                                |                            | 32,42                   |                            | 30,17                   |

Bemerkungen:

- 1.) Während der Versuchsdauer wurden die Temperaturen der Anlage konstant gehalten. Da aber die Zusammensetzung des Ofeneingangsgases Schwankungen unterlag, ergaben sich somit die Unterschiede in den Spaltgasanalysen.
- 2.) Auf die Acetylenentfernung aus dem Spaltgas (selektive Acetylenhydrierung nach Dr. Häuber) wurde verzichtet, da die bisherigen diesbezüglichen Versuche stets einwandfrei verliefen und die Acetylenentfernungsanlage daher für andere Versuche benützt worden ist.

Versuch im FF30-Rohr, 30 mm I.W. mit Spiraleinsatz.

Versuchsordnung, Beheizung und Temperaturverteilung entsprechen den in Anlage 1 verzeichneten Angaben.

Durchsatz: 10,4 m<sup>3</sup>/h Aethan-Propangemisch.

Vol.Fakt.: 1,43.

Stoßanalysen in Vol.-%.

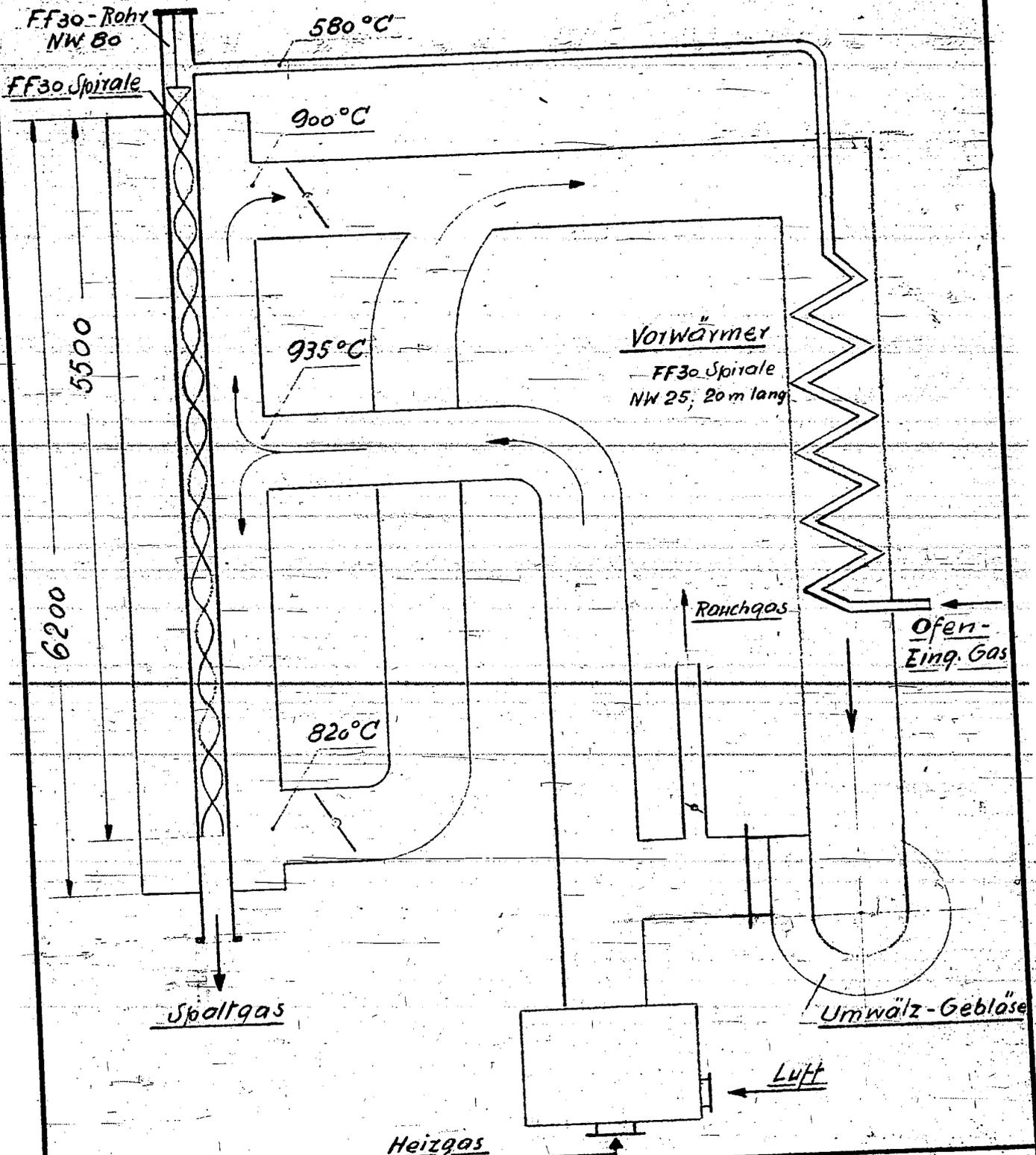
|                                | Vor Spaltöfen | Nach Spaltöfen |         |
|--------------------------------|---------------|----------------|---------|
| H <sub>2</sub>                 |               | 21,50          |         |
| C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>  | 0,23          | 0,06           |         |
| C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>  | 2,18          | 31,79          | } 34,95 |
| C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>  | 3,72          | 2,60           |         |
| C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>  |               | 0,38           |         |
| C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> |               | 0,18           |         |
| CH <sub>4</sub>                | 1,59          | 10,45          |         |
| C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>  | 77,59         | 30,32          |         |
| C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>  | 14,69         | 2,62           |         |
| C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> |               | 0,10           |         |

Ausbeuten an Olefinen aus C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> + C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>:

Bei einmaligem Durchgang . . . . . : 40,3 Gew.-% Aethylen  
 42,0 " Gesamtolefine.

Bei Annahme einer 100%ig. Rückführung  
 des nicht umgesetzten C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> + C<sub>3</sub>H<sub>8</sub> : 79,3 Gew.-% Aethylen  
 82,5 " Gesamtolefine.

# Schema der Spaltanlage (Häuber-Ofen) in Me 125x



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen am Rhein

Tag 5/4.39 Name B

Maßst.

Urheberrechtsschutz nach DIN 34

Ko 719

3516-9

Bud Sachs R

fw

Einige Daten zur Krackung von Paraffinkohlenwasserstoffen nach dem Sauerstoff-Verfahren.

Mitgeteilt von Dr. Klein am 6. April 1938.

1. Krackung von Propan.

Bei Krackung von Propan nach dem Sauerstoff-Verfahren erhält man ein Gas folgender Zusammensetzung:

(Verhältnis Propan/Sauerstoff = 75/25)

|  |   |                  |                    |                        |
|--|---|------------------|--------------------|------------------------|
| CO <sub>2</sub>  | = | 1%               |                    |                        |
| O <sub>2</sub>   | = | 0,6% (höchstens) |                    |                        |
| H <sub>2</sub>   | = | 16,5%            |                    |                        |
| CO   | = | 11-12%           |                    |                        |
| C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>                                | = | 31%              | ) wenn auf Äthylen | 27%) wenn auf Propy-   |
| C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>                                | = | 3-4%             | ) gefahren wird.   | 8%) len gefahren wird. |
| CH <sub>4</sub>  | = | 24-25%           |                    |                        |
| C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> +C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> | = | 5-7%             |                    |                        |
| C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>                                | = | 0,7-0,8%         |                    |                        |

Die Volumenvermehrung des Gases bezogen auf Eingangspropan beträgt das 2,23fache. Somit erhält man aus 100 Teilen Propan 69,2 Teile Äthylen bei einem Durchgang. Das ist eine Umwandlung in Äthylen zu 43 Gew.% des Propans bei einem Durchgang.

2. Krackung von Äthan.

Bei Krackung von Äthan (95-96%ig, enthält ca 1% C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>, Rest CH<sub>4</sub> und wenig N<sub>2</sub>) erhält man ein Gas folgender Zusammensetzung:

(Verhältnis Äthan/Sauerstoff = 75/25.)

|                               |   |          |
|-------------------------------|---|----------|
| CO <sub>2</sub>               | = | 1-1,5%   |
| O <sub>2</sub>                | = | 0,6%     |
| H <sub>2</sub>                | = | 30%      |
| CO                            | = | 13-15%   |
| C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> | = | 31,6%    |
| C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> | = | 0,4%     |
| CH <sub>4</sub>               | = | 7,9%     |
| C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> | = | 14%      |
| C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> | = | 0,7-0,8% |

Die Volumenvermehrung des Gases bezogen auf Eingangs-  
äthan beträgt das 1,8fache. Somit erhält man aus 96 Teilen Äthan  
57 Teile = 59 Vol.% Äthylen bei einem Durchgang, entsprechend  
55,5 Gew.% des Äthans als Äthylen bei einem Durchgang.  
Rückgewinnbares nicht umgesetztes Äthan: Auf 96 Tle. Äthan 25,2 Tle.  
Äthan. Unter Berücksichtigung dieses sind somit 57 Tle. Äthylen  
aus 70,8 Tle. Äthan erhalten worden. Dies ergibt eine Volumen-  
ausbeute von 81% oder Gewichts- ausbeute von 75% Äthylen aus Äthan.

### 3. Krackung von Äthan-Propan-Gemisch.

Bei der Krackung von Äthan-Propan-Gemisch (3 Vol. Äthan  
+ 1 Vol. Propan) erhält man aus 100 Ltr. Gemisch 65,4 Ltr. Gesamt-  
olefine (60 Ltr.  $C_2H_4$ , 4,8 Ltr.  $C_3H_6$ ) entsprechend einer Gewichts-  
ausbeute von 54,7%  $C_2H_4$  und 6,1%  $C_3H_6$  bei einmaligem Durchgang.

### 4. Krackung von Propan-Butan-Gemisch.

Bei der Krackung von Propan-Butan-Gemisch (165 Vol.  
Propan + 250 Vol. Butan, d. i. Gewichtsverhältnis Propan:Butan =  
1:2) erhält man aus 100 Ltr. Gemisch 78 Ltr.  $C_2H_4$ , das sind 43,8  
Gew.%  $C_2H_4$  bezogen auf eingesetztes Gemisch bei einmaligem Durch-  
gang.

Dr. Klein

Hofelitz