

3516-13
Bad Sachsa

Moosbierbaum / H. Aul. / Halm.
28. November 1942.
Dr. Sche/GB

HS

3516
Bad Sachsa

(D) Cyclization Plant at Moosbierbaum

3516-13
Bad Sachsa

Moosbierbaum / HF-Anl. / Hutter.
28. November 1942.
Dr. Sche/GB

Qualitätsanforderungen für Ausgangsbenzin HF-Anlage
Moosbierbaum.

(Nach Angaben von Dr. Kaufmann vom 27.11.1942).

Bisherige Anforderung:

AP unter 51°C
20% bis 100°C

Siedeendpunkt 165°C

Siedebeginn und Schwefelgehalt sind nicht von wesentlicher Bedeutung. Angaben über Dichte und Oktanzahl erübrigen sich durch Festlegung der obigen Spezifikationen.

Wegen des starken Mangels an geeigneten Benzinen können von den obigen bisherigen Anforderungen eventuell folgende Abweichungen zugelassen werden:

AP höchstens 53°C
30% bis 100°C

Siedeendpunkt 175-180°C mit Rücksicht darauf, daß der Endsiedepunkt sowieso höher gelegt werden soll.

Der 95%-Punkt soll nicht über 165°C liegen.

Müller

...anrungen und Schema-Zeichnung (Uhde-Büro, Hutter). Grundlage: 2-Ofengruppen, Zeitenverhältnis 1 : 1 (für Erdöl!!)
Betriebsdruck: 15 - 30 atü
Heißumschaltventile (Sackmann)
Raffination und Destillation (Ober, Wenzel Thomsen, Orth). Da es an Dampf fehlt, muß dieser aus der Verbrenn.-Wärme des Kokes gewonnen werden: deshalb Abhitzekeessel, zumal noch Dampfspülen vorgesehen war.

Anfang März Erster Überladebefund der DVL.: "Hochleistungs"-Benzin. Dadurch Ausweitung der Aufgabe: Statt "Flug"-Bi jetzt also "Hochleistungs"-Bi aus Erdölbenzinen. Stärkste Interessenahme des RLM und RWA.

Anfang April Erster Entwurf der Baureifeerklärung.
Ursprünglich eingesetzte Termine: Ab Auftragserteilung 10 - 12 Monate Gesamtbauteit, Ende der Bau- und Montagearbeiten 1.4.41 werden nach Rücksprache mit Dr. Bütefisch noch herabgesetzt auf 8 Monate; Voraussetzung: Äußerste Unterstützung seitens der Reichsstellen bei den Bestellungen. Diese blieb dann praktisch aus, dadurch die späteren Terminverschiebungen (s.u.)
60 - 66 000 tato "HF"-Bi, 8 - 9 000 tato Treibgas. Gesamtkosten 5 1/2 Mio.

15.1.1940

1. Besuch in Moosbierbaum (Kranepuhl, Keinke, Brigl, Hutter, Kaufmann)

Aug. 21 SEP 1942

Leuna Werke, den 17.9.1942
Dr. Kfm./Li.

Geheim!

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

Memorandum
zur Errichtung der
HF-Anlage Moosbierbaum

(Chronologischer Überblick)

3516-14
Bad Sachsa

He
Wu
R.

Januar 1940 Dir. Dr. Bütefisch gibt D. I. Keinke und Dr. Kaufmann Auftrag zur Planung einer "Hydroforming"-Anlage in der Ostmark an der Donau.
Aufgabe: "Flug"-Benzin aus klopf schlechten, paraffinischen rumän. straight run-Benzinen. (Ausweitung der Aufg. s. Anfang März 1940)
Unterlagen: vorerst nur die von Amerika mitgebrachten.

Eigene Versuche vorerst nur in Kleinöfen. Rumänische Benzine überhaupt noch nicht zur Verfügung. Es zeigt sich die leichtere Verarbeitbarkeit von Hydrierbenzinen (Naphthengehalt) gegenüber Erdölbenzinen.

30./31.1.1940 1. Besuch in Korneuburg (Gasolin)

20.2. Auftrag Dr. Bütefisch: 80 000 jato-Anlage

Febr./März Dr. Langheinrich schlägt Moosbierbaum vor. (Korneuburg zu sehr hochwassergefährdet).

Beginn der Konstruktionsarbeiten (Uhde-Büro, Hutter). Grundlage: Erfahrungen und Schema-Zeichnung der Standard Oil und Kellogg. 2 Ofengruppen, Zeitenverhältnis 1 : 1 (für Erdöl!!)
Betriebsdruck: 15 - 30 atü
Heißumschaltventile (Sackmann)
Raffination und Destillation (Ober, Wenzel, Thomas, Orth). Da es an Dampf fehlt, muß dieser aus der Verbrenn.-Wärme des Kokes gewonnen werden. Deshalb Abhitzekeessel, zumal noch Dampfspülen vorgesehen war.

Anfang März Erster Überladebefund der DVL.: "Hochleistungs"-Benzin. Dadurch Ausweitung der Aufgabe: Statt "Flug"-Bi jetzt also "Hochleistungs"-Bi aus Erdölbenzinen. Stärkste Interessenahme des RLM und RWA.

Anfang April Erster Entwurf der Baufreifeerklärung.
Ursprünglich eingesetzte Termine: Ab Auftragserteilung 10 - 12 Monate Gesamtbauteit, Ende der Bau- und Montagearbeiten 1.4.41 werden nach Rücksprache mit Dr. Bütefisch noch herabgesetzt auf 8 Monate; Voraussetzung: Äußerste Unterstützung seitens der Reichsstellen bei den Bestellungen. Diese blieb dann praktisch aus, dadurch die späteren Terminverschiebungen (s.u.)
60 - 66 000 jato "HF"-Bi, 8 - 9 000 jato Treibgas. Gesamtkosten 5 1/2 Mio.

15.4.1940 1. Besuch in Moosbierbaum (Kranepuhl, Keinke, Brigl, Hutter, Kaufmann)

Ende April

Wir erfahren von "DHD" in Ludwigshafen. Vorschlag Dr. Pieri: Angliederung an bestehende Großanlagen. Kohlehydrierbenzine als Rohstoff! Plan "DHD"-Pöhlitz. Namengebung? (Brief Dr. Sauer) "DHF"?

25.5.

Aufnahme der HF-Mbb-Anlage in die Tot-Liste. Bedeutet: Inbetriebsetzung noch vor dem 1.1.41! (Hasselblatt, Köhler, Brigl, Kaufmann beim RWA und Wifo)

3.5.

Große Besprechung mit sämtlichen Behördenvertretern in Mbb. Dr. Kranepuhl: "Das Werk muß laut Anordnung des RLM Anfang Januar 1941 betriebsreif sein."

2.7.

Größere Aktennotiz über unsere Versuchsergebnisse (auch an Dr. Schunck). Bisher immer noch Versuche nur i außenbeheizten Kleinöfen.

Juli

Erste Versuche im unbeheizten 150 l-Ofen in Me 499.

September

Erste Versuche im beheizten 125 l-Röhrenofen in Me 499.

Beauftragung von Dr. Münzing

5.6.11.

Erfahrungsaustausch HF - DHD in Ludwigshafen

25.11.

Dr. Köhler verständigt Dr. Bütetisch, daß die Gesamtkosten sich von 5,5 Mio auf ca. 9 Mio erhöhen und daß die Ferme bei der augenblicklichen Eisanlage sich wesentlich hinausziehen würden. Dr. Bütetisch veranlaßt Ausbau Mbb (Mbb II) nur um 50 % der anfangs geplanten Menge.

17.12.

Dr. Strombeck entscheidet: Röhrenofen für Mbb II.

18.12.

Keinke: Alle Heißventile (Mbb I) doppelt.

HF-Anlage Leuna.

27.1.1941

Große Besprechung bei Dr. Bütetisch mit Dr. Strombeck, Dr. Schunck, Dr. Pichler, Dr. Köhler, Keinke, Thomsen, Dr. Deiters, Dr. Kaufmann: Röhrenofen für Mbb II, Schachtofen für Leuna. 3 Arbeitsprinzipien also später nebeneinander; vorteilhaft für die Entwicklung. Einfluß des Produktes.

15.2.41

Antrag zur Erteilung der Baureifeerklärung für Mbb II an RWA: Erhöhung der Kapazität von 80 - 100 000 auf 130 - 150 000 tato Rohbi. Termin: Inbetriebnahme Anfang 1942, Vollproduktion Frühjahr 1942.

21.2.41

Richtfest in Moosbierbaum.

3.4.

Dr. Schunck interveniert wegen Korrosion hinter Raffination. (s. Februar 1940)

- 24.6. Im Schreiben Dr.Kranepuhl: Anfahrtermin für Mbb I Sept. 1941, für Mbb II Juli 1942.
- 4.7. Dr.Köhler nennt folgenden Termin: Anfahren der Ofengruppe Anfang Sept. 1941
- 1.8. Dr.Köhler: Alle Heißgasschieber können trotz Einschaltens des Reichsamts frühestens bis Ende Oktober geliefert werden.
- 6.7. Antrag zur Erteilung der Baureifeerklärung für Mbb III:
- 18.7. Auftrag Gebechem: 345 000 DHD-Leuna
 350 000 Rohöl } aus Rußland
 150 000 Rohbi } Mbb aus Rumänien
 130 000 Rohbi } aus Rußland
 Alkylatanlage
- August Nachdem bisher alle Erfahrungen und Planungen der Hydrierung zur Kenntnis gebracht wurden, wendet sich jetzt Hy Me fast nur noch an Hochdruck Lu; Konstruktionsbüro Me und Versuchslabor. Me werden nicht mehr hinzugezogen. (Große Besprechung in Me 870 zwischen Hochdruck Lu und Hydrierung Me 22.8., Dr.Deiters wiederholt in Lu.
- August Beauftragung von Dr.Ober
- 12.9. Neue Termine Mbb I: Dezember Vordestillation, Ende Januar 42, Ofengruppe.
- Winter 41/42 Frost und Schnee behindern die Arbeiten in Mbb.
- 11./12.2.42 Kaufmann und Welz besichtigen DED-Pölitz. Eindruck: HF für alle Rohbenzine, DHD für Hydrierbenzine. Ausweichmöglichkeiten!
- 27.3. Dr.Ober teilt mit: 20.4. Druckprobe der Ofenanlage; 28.4. Einspritzung.
- ~~Mitt-Mai 42~~ ~~Montage beendet. Probeäufe. Abpressen. Große Undichtigkeiten. Herstellungsfehler an den Dichtungsringen. Ausbau sämtlicher Ringdichtungen.~~
- 18.6. Dr.Ober: Aufnahme der Erzeugung erst im Juli (Schr. an Asyn)
- 15.7. Beginn der Einspritzung
24. - 27.7. Störungen durch die Abhitzekeessel. Reparatur
3. - 6.8. Anfahren und Einspritzversuche. Störungen. Wälzgasregeneratur innen undicht. Abhitzekeessel III wieder stark undicht.
- 6.8. Anlage abgestellt. Große Reparatur.
- Bisher produziertes HF-Benzin ist gut. Gewähltes Arbeitsprinzip sowie neuartige Konstruktionselemente (Heißventile, Automatik, Rhombendichtungen) haben 1. Bewährungsprobe bestanden. Störungsursachen haben nichts mit Verfahren zu tun.

Kaufmann

Geheim!

3516-15
Bad Sachsa

HAUPTLABORATORIUM
Versuchsgruppe Me 2192
A.N. 54/42e

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 StGB.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postbeförderung als „Einschreiben“.
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter gesichertem Verschluss.
- Leuna Werke, den 18.6.1942
Dr. Wlz./El.

eing 10. JUL 1942

Besprechungsnotiz

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. Nonnenmacher
Dr. Ober
Dir. Dr. Herold
Dir. Dr. Schunck
OI. Keinke
Dr. Kaufmann
Dr. Welz
Dr. Motz
Dr. Barkow
DI. Otto
Dr. Deiters
Dr. Nottes
Dr. Keding
Dr. Schmidt

Ludwigshafen

Moosbierbaum

Leuna

AWP

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 unbelasteten SchachtOfen 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 zu 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° 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 ₄ -freiem Abstreifer	88,5	83,5	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	40	40	40	40	40
Durchsatz kg/l und Stunde	0,5	0,5	0,5	0,2	0,5
Temperatur Ofen 1	526/497 ³³	505/468 ³²	510/482 ²⁸	438/448 ⁴⁰	511
" " 2	515/490 ⁴⁰	512/487 ³¹	517/496 ³¹	473/486	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	0,05
Gew. % Aromaten	65	65	65	65	65
Jodzahl	2	3	1,5	1,5	1,5

2. bei 15 atm

Druck (ata)	16	16
Belastung	0,5	0,5
Temp. Ofen I	530-495	510
" " II	528-500	510
" " III	521-525	510
Anfall (60 Gew. % Aromaten)	84,5	83,3
Koks	0,15	0,15-0,2
Jodzahl	3	8

Es ist demnach zur Erzielung einer möglichst hohen Ausbeute an C₄-freiem 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 Einspeisung). 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 1-1-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	505/482
" 3	521/522	510	511/515
% Ausbeute C ₄ -freier Abstreifer	84,6	ca 83,3	ca 82,6
% Koks	0,15	0,15 - 0,2	0,08
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 Koksbildung und die höhere Jodzahl des Abstreifers gegenüber. Zu bemerken wäre, daß das verwendete Schwerbenzin einen Siedepunkt 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 Atm.	16 Atm.
% - 100°		26	19
ASTM % - 150°	79	81	75,2
% Aromaten		65	53

Während das Ausgangsmaterial nach der ASTM-Kurve 79 % - ... ist, und es bei dem 50 Atm.-Abstreifer 81 %, bei dem 16 Atm.-Abstreifer 75,2 %. Bei den höheren Druck wurden mithin von den höher siedenden Anteilen 5,5 % mehr als bei dem niedrigeren Druck heruntorgespalten. Die gleiche Gesetzmäßigkeit ergibt sich, wie folgende Tabelle zeigt, bei einem um etwa 20° höheren Siedepunkt des Ausgangsmaterials.

Druck und Redestillationsrückstand
Braunkohlenbenzin -1850

Ausgangs- material %	Neubildung ASTM	50-Atm.	15	50 - 15
0	% -100			
38	150	23	17	+ 5
75	180	27	18	9
93	200	9	0	9
		- 1	- 9	8

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

Eine größere Anzahl von Versuchen wurde zur Feststellung der für die Dehydrierung am besten geeigneten Temperatur 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 Temperaturabfalls von mehr als 250°C.
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 fahren.

Die Forderung 1 könnte entweder durch die Verwendung von Röhren-Ofen oder aber auch durch mehrfache Unterteilung des Reaktionsraumes erfüllt werden kann. 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-Ofen aus und es wurde die DHD-Einheitskammer gewählt, bestehend aus 5 Dehydrier-Ofen und 1 Raffinationsofen. (es wurde jedoch vorgesehen, in die DHD-Anlage Lu später anstelle des 1. Schachtofens an die Stelle der größten Wärmetönung einen Röhrenofen stationärhalber 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 Ofen 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 Kontakteinbauarten 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 und im 3. Ofen nur der letztere.

Im Falle a) wurde mit ansteigenden Ofeneingangstemperaturen, im 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 Aromatenneubildung auf die Öfen ist ungefähr folgende:

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

	Naphten. Bzn. A.P. max. 46	Gem. bas. Bzn. A.P. 48 - 49	Paraffinbas. Bzn. A.P. 51-52
<u>Arbeitsbedingungen</u>			
Temperatur (°C)	von 510 auf 530°	von 520 auf 540°	von 530 auf 550°
Günstigster Druck (atü)	um 30	um 15	um 15
Dauer der Reaktionsperiode in Stdn. bei einer Belastung von 0,5 kg/l und Stunde	bis zu 40	15 - 20	12 - 15
Verhältnis von Reaktions- zu Regenerationszeit bei 1 m Kontakt und Stunde und Wärmeabfüh- rung zwischen den Öfen	5 - 7,5 : 1		1,2 - 2,5 : 1
<u>Produktverteilung</u>			
HF-Fraktion mit 55-57 Gew. % Aromaten (HF-Fraktion = HF- Benzin - 1550) aus der einge- spritzten Fraktion	76,5 - 78,5	74 - 75	71 - 73
Koks	0,1 - 0,3 %		0,8 - 1,5
Gaszusammensetzung (Gew. %, bezogen auf Gesamtgas)	H ₂ 9 - 10 C ₁ 17 - 19 C ₂ 25 - 27 C ₃ 21 - 29 C ₄ 17,5 - 23,5		H ₂ 6 - 7 C ₁ 14 - 20 C ₂ 20 - 28 C ₃ 25 - 33 C ₄ 19,5 - 27,5

H ₂	11,5	
C ₁	26,2	
C ₂	22,9	Olefin 1,8 %
C ₃	19,0	
i-C ₄	7,6	
n-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 Moosberibaumer 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 naphthenischen Benzinen wird auch in Merseburg 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 Ausbeuteverminderung 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.P. 48,4°

<u>Lu</u> unbeheizter Ofen				<u>Me</u> außenbeheizter Ofen			
Druck	16	16	41			15	30
Belastung	0,5	0,5	0,5			0,56	0,77
Ofen Temp. 1	530 - 493	510	497 - 470	zu Beginn } der zu-Ende } Periode		470°	470°
" " 2	528 - 500	510	505 - 483			500°	500°
" " 3	521 - 522	510	514 - 516				
Abstreifer 55							
Vol.%(60 Gew.%)	84,6	83,3	82,6				
Aromaten							
Abstreifer 64						84,1	77,2
Vol.% Aromaten	-	-	-				
HF-Frakt. bis 165° mit 62	-	-	-			80,9	75,0
Vol.% Arom.							
Rückstand über 165°	-	-	-			3,18	2,2
Koks	0,2	0,15-0,2	0,09			0,2	0,2

Lu weistddarauf 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 300 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 atü 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 Siedendes, 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 Refraktion durch den nachgeschalteten Ofen möglich.

Andererseits wurde auf Rückfrage von Herrn Dr. Kaufmann (doch wohl im Gegensatz zur obigen Tabelle, dem in vorübergehenden Abschnitt und auf Seite 3/4 gesagten) von Lu abgegehen, daß auch dort für Erbsibenzin von der Qualität MBB neuerdings ein Druck von 25 atü angewendet wird. Die Frage, ob eine weitere Herabsetzung des Druckes bei paraffinischen Benzin geplant wäre, wurde dahingehend beantwortet, daß die Apparatur nur für Drücke von 25 - 50 atü 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 versetzen; aus solcher Rohstoff erhaltene Benzine haben nach dem jetzigen Stand aber auch eine als Hochleistungsbenzin unzureichende Qualität.

Die von Me erreichte Verteilung der Aromatenbildung im Schachtofen 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 Schachtofen mit Vorhydrierungsbenzin Leuna erhaltenen Ergebnisse (siehe nachfolgende Zusammenstellung) ergab jedoch eine praktische Übereinstimmung der Ausbeuten, flüssigem Anfall.

	Lu		Me	
Druck	50	15	30	
Belastung	0,37	0,37	0,45	
Ofen-Temperatur	525°	518°	520°	535° Steigerung während der Reaktionsperiode
Abstreifen 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 (RLM) der Gehalt an Monocolefinen 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 tritt, das mit einer SodaaLösung 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 Rieselkühler im Wälzgas vorgesehen, der mit schwach alkalischem Wasser betrieben wird).

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

gez. Welz

Verteiler:

I.G. Ludwigshafen 2 x
 Moosbierbaum 1 x
 Hydrierung 1 x
 Herrn Dr. Ringer, Berlin
 A.W.P. 2 x
 Herrn Dir. Dr. Herold
 " Dr. Kaufmann
 " Dr. Welz