

3517

30/4.03

(E) Alkylation, Isomerization,
~~and Dehydrogenation~~

Ludwigshafen

1) Alkylierung, 2) Co. Schmelze
2) ...

172

Abt. Mineralöl
[17 APR 1943
[Signature]

Abteilung für
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr. Schm./Me.

Gehört
1. ...
2. ...
3. ...
Empfangs- und ...

Leuna Werke, den 10.II.1943
Aktennotiz Nr. 2384
Exemplar Nr. : 5

Aktennotiz

Betr.: Gesteckkosten-Ermittlung für Alkylat-Treibstoff bei Gewinnung von Butylen durch katalytische Dehydrierung mit Schleus- und Festbett-Kontakt.

Von Herrn Dr. Conrad, Oppau, wurden Leuna Einzelheiten des seit einigen Jahren von ihm bearbeiteten Verfahrens der (periodischen) katalytischen Butan-Dehydrierung mitgeteilt (Festbett-Kontaktverfahren). Dieses Verfahren hat eine Aktivität des Kontaktes zur Voraussetzung, die bisher nicht gegeben war. Hierdurch wird eine Reaktionstemperatur ermöglicht, die so niedrig liegt, dass eine Vorheizung des zu dehydrierenden Butans und besonders eine Zwischenheizung des Butylenhaltigen Gases auf eine Temperatur erfolgen kann, die noch unter der Zersetzungstemperatur liegt und dabei zur Deckung des Wärmeverlustes der endothermen Reaktion bei einer wirtschaftlichen Anzahl von Dehydrieröfen ausreicht. Das Fehlen eines genügend aktiven Kontaktes war übrigens der Grund dafür, dass Leuna gezwungen war, das vor Jahren bearbeitete Festbettverfahren im unbeheizten Ofen aufzugeben und zu dem beheizten Röhrenofen überzugehen, der es allein erlaubte, mit den Kontakten wirtschaftlich zu arbeiten, die seinerzeit zur Verfügung standen.

Katalytische Dehydrierung mit Festbettkontakt-Verfahren (Oppau).

Nach diesem Verfahren wird Butan nach dem in der Anlage beigefügten Fließ-Schema BSk 50a nacheinander in 4 Kontaktöfen eingeführt, die mit fest angeordnetem Kontakt gefüllt sind, wobei die Gaseintrittstemperatur vom 1. bis 4. Ofen von 560° auf 575° gesteigert wird. Zur Regeneration des durch Koks-Abscheidung inaktivierten Kontaktes wird die in Reaktion gewesene Ofengruppe abgeschaltet, gespült und mit Heissluft geblasen, während die Dehydrierung in einer 2. Ofengruppe vorgenommen wird (HF-Fahrweise). Die Reaktionszeit beträgt 6 Stunden, die reine Regenerationszeit ca. 4 Stunden zuzüglich etwa 2 Stunden Spülzeit, sodass die beiden Ofengruppen alle 6 Stunden zwischen Reaktion und Regeneration wechseln.

Die Öfen sind nach Vorschlägen von Herrn C.I. Keinke so geplant, dass der etwa alle Monate notwendige Kontaktwechsel (bei 400 Kontakt-Dehydrierstunden) innerhalb der Periodendauer von 6 Stunden vorgenommen werden kann. Während des Kontaktwechsels arbeitet also die auf Reaktion geschaltete Ofengruppe weiter, sodass der Betrieb der Gesamtanlage nicht unterbrochen wird. Bei Umschaltung ist die andere Ofengruppe bereits neu gefüllt und vorgeheizt, sodass die in Reaktion gewesene Gruppe in Regeneration oder Umfüllung gehen kann.

Für dieses Verfahren der Butandehydrierung mittels Festbettkontakt wird eine Butylenausbeute von 87 % bei einem Umsatz von 31 % angegeben. Für die Kontaktlebensdauer sind endgültige Unterlagen noch nicht vorhanden; nach dem augenblicklichen Stande beträgt sie jedoch mehr als 300 Stunden Dehydrierzeit. Da das anfallende Butylen etwa

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.²⁾ 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.S.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.

Tabelle I

Anlagekosten und Eisen-Bedarf für AT 244

bei Butylangewinnung durch katalytische Dehydrierung mit:

| Verfahren | Schleus-Kontakt | | | | Eingang Ausgang in tate | Pastbett-Kontakt | | | | Eingang Ausgang in tate |
|--------------------------|----------------------------------|--------------|---------------|--------------------------|--|----------------------------------|--------------|---------------|--------------------------|--|
| | Anlagekosten in Mio RM MTA | BTA | Gesamt | Eisen- bedarf in t | | Anlagekosten in Mio RM MTA | BTA | Gesamt | Eisen- bedarf in t | |
| Frischbutan- trennung | 1,162 | 0,177 | 1,339 | 1 300 | 60 000 60 000 | 1,162 | 0,177 | 1,339 | 1 300 | 60 000 60 000 |
| Isomerisierung | 0,855 | 0,200 | 1,055 | 1 020 | 9 240 8 780 | 0,850 | 0,204 | 1,054 | 1 050 | 9 500 9 030 |
| Dehydrierung | 4,900 | 1,900 | 6,800 | 5 950 | 26 200 22 270 | 4,156 | 1,344 | 5,500 | 4 500 | 25 926 22 526 |
| Alkylierung | 2,960 | 1,190 | 4,150 | 4 150 | 55 610 53 940 | 2,520 | 1,020 | 3,540 | 3 540 | 56 130 54 446 |
| Destillation | 5,460 | 0,710 | 6,170 | 6 050 | 53 940 52 860 | 4,660 | 0,607 | 5,267 | 5 160 | 54 446 53 356 |
| Gesamt: | 15,317 | 4,177 | 19,494 | 18 470 | 60 000 52 860 | 13,348 | 3,352 | 16,700 | 15 550 | 60 000 53 356 |
| AT-Ausbaute | | | | | 88,1 % | | | | | 88,9 % |

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

| Verfahren | Schleus-Kontakt | | Feutbett-Kontakt | | |
|-------------------------------|-----------------------------------|-------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-------------------------|
| | 1 000 | | 400 | | |
| | Kontakt-Dehydrieren | | Kontakt-Dehydrieren | | |
| Rohbutan-Einsatz in kg | 117,66 | | 115,01 | | |
| Butylen-Ausbeute % | 85,0 | | 97,0 | | |
| | Rohmaterial u. Spesen in RM | Anlage- wert RM/t | Rohmaterial u. Spesen in RM | Rohmaterial u. Spesen in RM | Anlage- wert RM/t |
| für 30,08 % n-Butan | | | | | |
| Rohbutan-Einsatz | 39,39 | | 34,62 | 34,62 | |
| Butylen-Verdrängung | -0,93 | 26,30 | -0,91 | -0,91 | 25,70 |
| Butylen-Desorption | 14,32 | 308,40 | 11,43 | 14,31 | 244,20 |
| Spesen gesamt | 13,85 | | 12,34 | 13,32 | |
| ohne ohne Butylrifi | 50,24 | | 46,64 | 49,94 | |
| Verfahren-Gesamtwert | 1,26 | | 1,26 | 1,26 | |
| Gestehpreis RM für kg Butylen | 49,96 | | 45,96 | 47,02 | |
| Wahlverfahren gesamt | | 332,70 | | | 269,00 |

Verfahren zur Gewinnung von Isobutan und Schuten-Einsatz

100 kg AT 244 mittels katalytischer Butan-Dehydrierung nach:

| Anlageart | Schlenskontakt | | Festbett-Kontakt | | |
|-----------------------------|---------------------|-----------------|--------------------------------------|---------------------|-----------------|
| | in kg | | 1000 Kontaktdehydrier- Stunden | 400 | |
| Schuten-Einsatz Anlage | 113,5 | | 112,5 | | |
| | 88,1 | | 83,9 | | |
| | Rohmaterial | Anlage- wert | Rohmaterial | Rohmaterial | Anlage- wert |
| | u. Spesen | in RM | u. Spesen | u. Spesen | in RM |
| | | RM/kg AT | | | RM/kg AT |
| 100,00 kg Butan | | | | | |
| Schuten-Einsatz | 34,14 | | 33,84 | 33,84 | |
| Frischbutan-Trennung | 0,91 | 25,30 | -,89 | -,89 | 25,10 |
| Isomerisierung | 1,19 | 19,60 | 1,19 | 1,19 | 19,70 |
| Butylen-Gewinnung | 6,28 | 128,60 | 4,83 | 6,09 | 103,10 |
| Alkylierung | 3,52 | 78,50 | 3,10 | 3,10 | 66,40 |
| Destillation | 5,27 | 116,70 | 4,47 | 4,47 | 98,70 |
| Spesen gesamt: | 17,17 ¹⁾ | | 14,48 ³⁾ | 15,74 ⁵⁾ | |
| Summe ohne Gutschrift | 51,31 | | 48,32 | 49,58 | |
| Restgas-Gutschrift | -,54 | | -,42 | -,42 | |
| Seatchpreis RM % kg AT 244 | 50,77 ²⁾ | | 47,90 ⁴⁾ | 49,16 ⁶⁾ | |
| Anlagewert ges. jato 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 -0,90 % kg AT

1) RM 16,17

2) RM 49,77

3) RM 13,58

4) RM 47,-

5) " 14,84

6) " 48,26

Zusammenfassung der Tab. I - III.

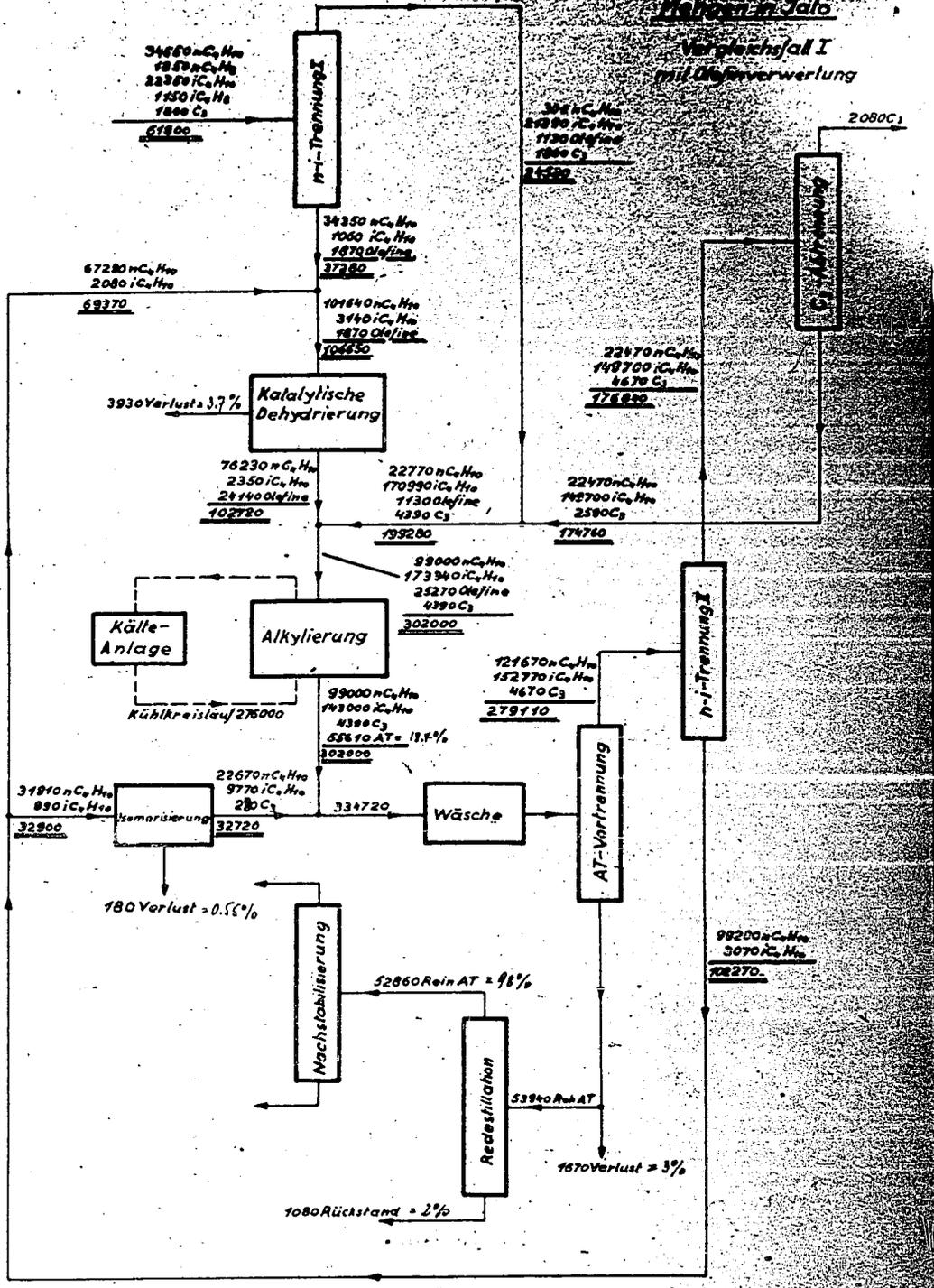
Einsatz, Ausbeute, Anlagekosten, Eisenbedarf und Gestehkosten
für die Gewinnung von 4 t 244 durch katalytische Dehydrierung mit:

| Verfahren: | | Schleuskontakt | Festbett-Kontakt |
|--------------------------------|--------------------|---------------------|--------------------------------------|
| Butan-Einsatz | jato | 60 000 | 60 000 |
| Treibstoff | " | 52 860 | 53 356 |
| Treibstoff-Ausbeute | % | 88,1 | 88,9 |
| Anlagekosten ges. | Mio RM | 19,494 | 16,700 |
| Anlagewert RM/jato Treibstoff | | 368,70 | 313,- |
| Eisenbedarf | in t | 18 470 | 15 650 |
| Eisenbedarf t/jato Treibstoff | | 0,349 | 0,293 |
| | | | b. 1 000 Kontakt-Dehydrierer-Stunden |
| Rohbutan-Einsatz | RM % kg Treibstoff | 34,14 | 33,84 |
| Gutschriften | RM % kg " | - 54 | - 42 |
| Spesen | RM % kg " | 16,17 ¹⁾ | 13,58 ¹⁾ |
| Gestehpreis RM % kg Treibstoff | | 49,77 ¹⁾ | 48,26 ¹⁾ |
| | | | b. 400 Kontakt-Dehydrierer - Stunden |

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

Materialen in Jato

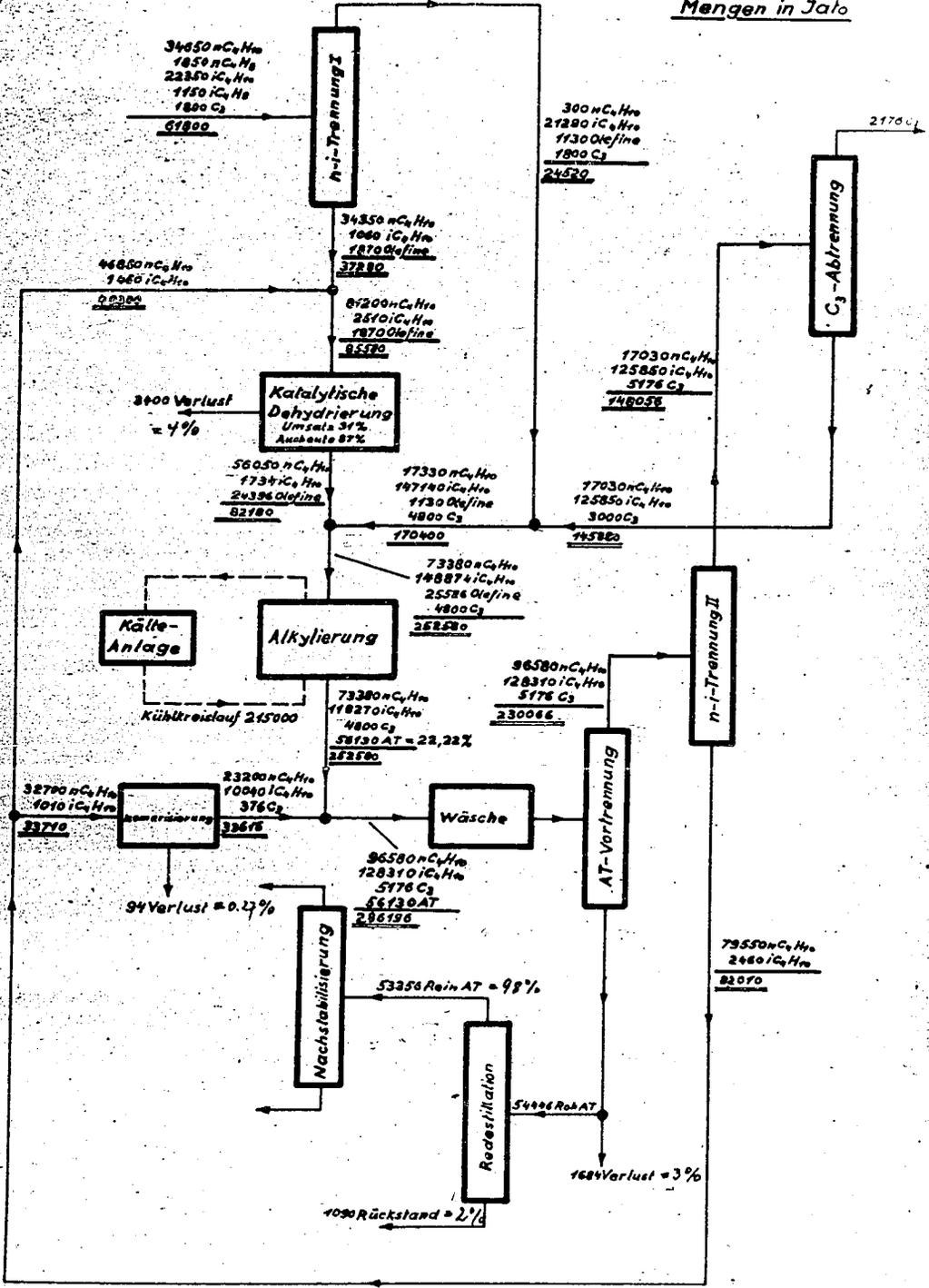
*Vergleichsfall I
mit Abgasverwertung*



**Mengenschema zur AT-Anlage mit
katalytischer Dehydrierung**
60000 Jato C₄ Einsatz

Arbeitswerk Merschburg
Kont. Büro 111
D. 9. 11. 52
B. Sk. 46

Mengen in Tajo

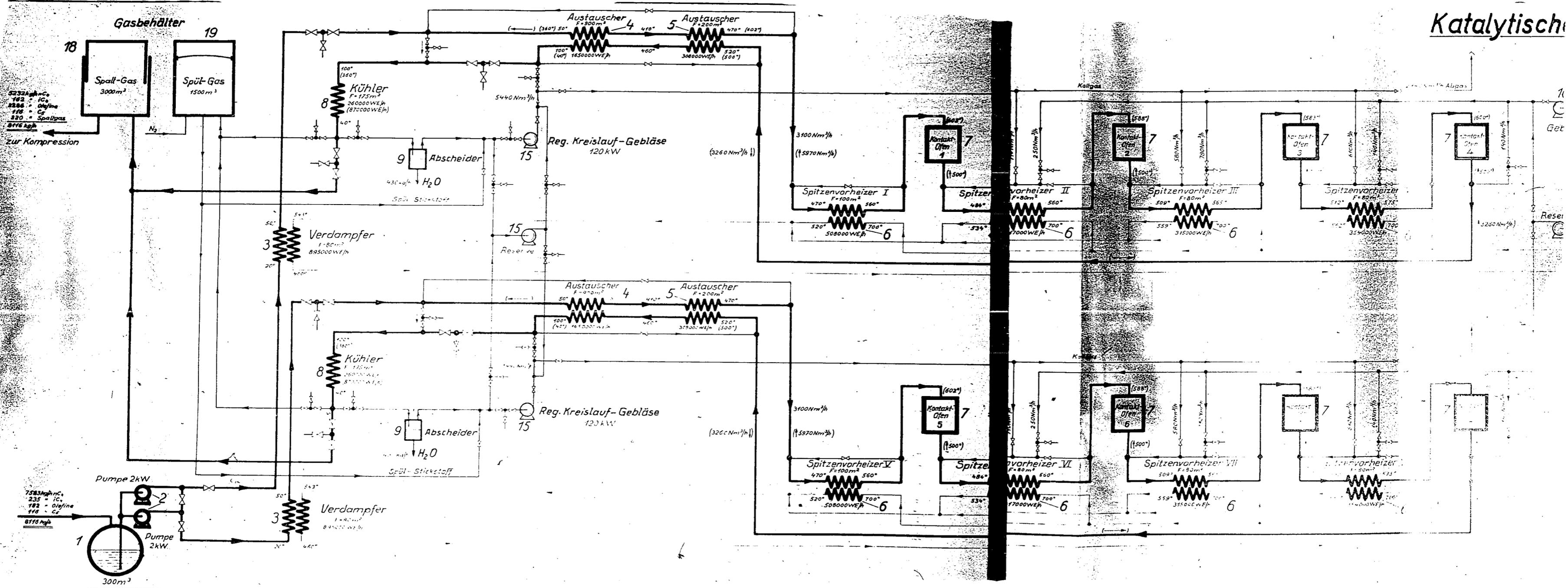


Mengenschema zur AT-Anlage mit katalytischer Dehydrierung nach Dr. Conrad 60000 Tajo C₃ Einsatz

Ammoniakwerk Merseburg
Konsol. B. u. S. M. A.
Dat. 1. 2. 43
Bez. S. L. 1/4
6 pr.

B. Sk. 55

Katalytische



52324 m³/h - C₂
142 - IC₂
2266 - O₂fine
116 - C₂
220 - Spaltgas
8776 m³/h

7583 m³/h - C₂
235 - IC₂
182 - O₂fine
116 - C₂
8776 m³/h

10
Get

Reser

tisch

Katalytische Dehydrierung nach Dr. Conrad

Umsatz 31%; Ausbeute 86,8%

