

Geheim!

Büro Sparte I

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

Oppau, 22.10.42
Dr. Hg/Bd

AKT N N O T I Z

=====

3517-4
30/9.03

Betrifft: Katalyt-ische Dehydrierung von 1-Butan zur Gewinnung von ET 110. Verfahren des Ammoniaklaboratoriums Oppau (Dr. Wietzel, Dr. Conrad)

Bei dem in Oppau ausgearbeiteten Verfahren der Dehydrierung wird die Reaktionswärme durch Überhitzung des zu dehydrierenden Gasgemisches in 3 bis 4 Stufen vor bzw. zwischen den Kontakttöfen zugeführt. Der Kontakt muß deshalb nicht durch beheizte Kontaktrohre (Verfahren von Leuna) geschleust werden, sondern kann in ausgemauerten Öfen von üblicher Form angeordnet werden. Durch den Wegfall der vielen bewegten Teile der mechanischen Kontaktschleusung, durch Einsparung von etwa 1/3 des Sonderstahlbedarfs der Öfen und Vereinfachung der umfangreichen Meßwerte kann ein beachtenswerter Vorteil erzielt werden. Die Umschaltung des Reaktionsgases nach einer Betriebsdauer von ca 6 h auf inzwischen regenerierte Reserveöfen bedeutet demgegenüber keinen ins Gewicht fallenden Nachteil. Da das neue Verfahren auch durch größeren Umsatz (bei 1-Butanverarbeitung 35 % gegenüber 25 %^{*)} in Leuna) Vorteile aufweist, die sich in den nachgeschalteten Fabrikationsstufen auswirken, sollen dieselben im Vergleich mit der katalytischen Dehydrierung nach dem Kontaktschleusverfahren hinsichtlich der Anlage- und Betriebskosten im folgenden vorläufig abgeschätzt werden.

Die Rechnungsunterlagen stützen sich auf Versuche, die von Herrn Dr. Conrad seit Mai 1942 nach vorausgegangenen Laboratoriumsversuchen in einer halbtechnischen Versuchsapparatur in Op 339 durchgeführt wurden. Die Versuchsapparatur besitzt einen Kontaktraum von insgesamt 60 l in 4 Öfen, der Durchsatz betrug 25 bis 35 nm³/h Butan bzw. 1-Butan.

Im voraus ist zu bemerken, daß eine etwaige Eingliederung der neuen katalyt-ischen Stufendehydrierung in eine geplante T 52 oder AT 244 Anlage ohne Umänderungen der vorausgehenden oder anschließenden Fabrikationsstufen möglich ist, da dann nur die Kompressions- und Verflüssigungsanlage sowie die Stabilisierung schwächer belastet werden. Um im Falle der Planung einer Stufen-Dehydrierung bereits bestelltes oder vorhandenes Material verwenden zu können, wurden z.B. bei der Ermittlung der Zwischenüberhitzer dieselben Röhre angenommen, die auch beim Kontaktschleusverfahren als Kontaktrohre angewendet werden. Die von Herrn Dr. Conrad erhaltenen Ergebnisse wurden in wärmetechnischer Hinsicht von Herrn Dr. Kling (Technischer Prüfstand Op) bei der Übertragung auf eine Großanlage überprüft und die errechneten Heizflächenbelastungen mit einer angemessenen Sicherheit bei der Ermittlung der Apparatur bzw. der Anlagekosten berücksichtigt.

*) Die Apparatur wurde in Leuna nur für 20 % Umsatz berechnet.

Der Vergleich wurde für eine Verarbeitung von 47 500 jato Gasgemisch von der Zusammensetzung wie in Blechhammer durchgeführt, weil für diesen Durchsatz Vergleichszahlen mit anderen Anlagen zur Verfügung standen. Beim Vergleich wurde vorläufig in beiden Fällen die gleiche Ausbeute unterstellt.

Die durch die Stufendehydrierung erzielbaren Vorteile sind hauptsächlich folgende:

- 1.) Einfache Bauart der Öfen ohne bewegte Teile, geringer Kontaktverschleiß, geringere Ansprüche an die Kontaktfestigkeit, größere Freiheit in der Auswahl hochwertiger Kontakte und dadurch Ermöglichung hoher Ausbeuten.
- 2.) Die Anlagekosten für die Stufen-Dehydrierung sind erheblich geringer als für das Kontakt-Schleusverfahren. Für den genannten Durchsatz sind ohne Reserve beim Kontakt-Schleusverfahren 7 Kontaktöfen erforderlich, die allein etwa 24.5 t Sichromal erfordern. Für die gleiche Leistung sind bei der Stufendehydrierung etwa 17 t Sichromal erforderlich.
- 3.) Durch den höheren Umsatz sind bei gleicher Leistung bei der Stufen-Dehydrierung stündlich über 6 t, d.s. ca 38 % weniger Rückgas umzuwälzen, als beim Kontakt-Schleusverfahren. Dementsprechend vermindert sich die zu verdampfende Flüssiggasmenge um ca 28 %, das Ansaugvolumen der Kompressoren um ca 22 %, die Destillatmenge bei der Stabilisierung um ca 38 % gegenüber dem Vergleichsverfahren. Dies bedeutet einen entsprechend geringeren Energieverbrauch und bei Neuanlagen eine Verringerung der Investierung der Energieanlagen. (Vgl. Anlage 1 und 2)

Zusammenfassung. Nach vorläufiger Schätzung läßt sich eine Neuanlage zur Gewinnung von ET 110 über das Stufen-Dehydrierungsverfahren bei vergleichbaren Bedingungen insgesamt mit ca 20 % geringeren Anlagekosten und Eisenmengen erstellen als über das Kontakt-Schleusverfahren. (Vgl. Anlage 1) Bei der eigentlichen Dehydrierstufe ist der Unterschied noch wesentlich größer. An Energiekosten werden bei Energiepreisen wie in Heydebreck ca RM 0.60 je 100 kg ET 110 eingespart. Das Stufen-Dehydrierungsverfahren zeigt sich damit als der z.Zt. billigste Weg zur Herstellung von ET 110 aus i-Butan. Die genannten Vorteile gelten in etwas geringerem Maße auch für die Dehydrierung von n-Butan.

*) In beiden Fällen ohne die Gasvorheizer.

Büro Sparte I

Reichmann

ET 110 über katalyt-ische Dehydrierung.
=====

Gegenüberstellung der Anlagekosten. (Einsatz 47 500 tato Butan)
Die eingesetzten Zahlen sind vorläufig, ohne Annahme eines bestimmten Standortes. Der Hauptwert wurde auf die Vergleichbarkeit der Zahlen gelegt.

a) Stufendehydrierg. b) Schleusverfahren
(Oppau) (Leuna) T 52

	Mill. RM	t Eisen	Mill. RM	t Eisen
1) Vorhydrierung	0.60	700	0.60	700
2) Isomerisierung	2.00	2 000	2.00	2 000
3) C ₃ -Trennung	0.24	230	0.24	230
4) i-n-Trennung	1.20	1 020	1.20	1 020
5) <u>Dehydrierung</u>	<u>3.95</u> 1)	3 950	<u>7.35</u> 2)	7 350
6) Kompression u. Verflüssig.	0.67 3)	650	0.80 3)	770
7) Ölwäsche	0.52	510	0.52	510
8) Propan u. C ₂ -Kolonne	0.16	155	0.18	175
9) Polymerisation	0.50	500	0.50	500
10) Stabilisierung	0.32	310	0.42	410
11) Hydrierung	2.00	2 500	2.00	2 500
<hr/>				
Summe 1 bis 11	12.16	12 525	15.81	16 165
<u>Nebenanlagen</u>				
12) Dampferzeugung	2.04	2 040	2.28	2 280.
13) Stromversorgung	1.04	1 040	1.19	1 190
14) Rückkühlwerk	0.66	350	0.72	385
15) Tanklager u. Sonstige Anlagen, vorläufig zu 50 % geschätzt	4.77	4 110	6.00	5 180
<hr/>				
Summe 12 bis 15	8.51	7 540	10.19	9 035
<hr/>				
Summe 1 bis 11	12.16	12 525	15.81	16 165
<hr/>				
Summe 1 bis 15	20.67	20 065	26.00	25 200.

1) Vgl. Apparateverzeichnis, Anlage 4

2) Entsprechend den Angaben aus Besprechungsbericht Reichsamt Berlin vom 22.5.42 (ohne Ofenreserve)

3) Nach Unterlagen von Obering. Futterer.

ET 110 über katalytische Dehydrierung

nach dem Verfahren des Ammon. Labor. Op

Stündlicher Energiebedarf der ganzen Anlage bei 47 500 t zu verarbeitendem Butan.

	Strom KW/h	Hdr. Dampf t/h	Ndr. Dampf t/h	Heizgase Mio kcal/h	Wasser m ³ /h
Vorhydrierung	150	-	-	-	100
C ₃ -Trennung	17	-	2.2	-	30
i-n-Trennung	18	-	5.1	-	470
Isomerisierung	60	-	4.0	-	200
Dehydrierung	500	-	5.0	7.50 +)	230
Kompression u. Verflüssigung	1 000	-	-	-	300
Ölwäsche und Kälteanlage	75	-	2.8	-	45
Propen- und C ₂ -Kolonnen	15	-	2.0	-	65
Polymerisation	80	3.0	1.0	-	200
Stabilisierung	17	-	5.5	-	150
Hydrierung	200	-	-	-	200
Allgem. Verbrauch f. Lager, Raum- heizung, Beleuchtung usw.	356	0.6	3.4	-	408
	2 488	3.6	31.0	7.50	2 448
d.s. je 100 kg ET 110	51 KW	73 kg	630 kg	152 300kcal	50 m ³
bzw. RM je 100 kg ET 110	1.23	0.28	1.89	0.76	1.-

Sa. 5.16

+) Hiervon kann ein großer Teil aus dem Heizwert des Dehydrierabgases (H₂ und CH₄) gedeckt werden.

ET 110 über katalytische Dehydrierung
 nach dem Verfahren des Ammon.Laboratoriums Oppau.
Stündlicher Energiebedarf der Dehydrierung.

	Strom KW	Hdr.Dampf t	Ndr.Dampf t	Heizgas Mio-kcal	Wasser m ³
Verdampfer	3.0	-	3.3	-	-
Dampfverwärmer	-	-	1.4	-	-
Spitzenverweiser	390.0	-	-	750	50
Geckühlung	3.0	-	-	-	175
Kontakt-Regeneration	80.0	-	-	-	-
Allgem. Verbrauch	24.0	-	0.3	-	5
Summe, ohne Unvorhergesehenes	500.0	-	5.0	7.50	230
Gutschrift für Dampf aus den Abhitzeesseln	-	-	2.0	-	-
(in Anlage 2 vernachlässigt)					

Dehydrierung nach dem Verfahren des Ammoniaklaboratoriums Oppau.
Einsatz 47 500 jato Gasgemisch.

Vorläufige Schätzung der Anlagekosten.

4 Vorratsbehälter je 50 m ³ Inhalt, 3.5 ata Betr.Druck, Eisen mit Fliegerschutzwänden	60 000.-
1 + 1 Pumpen je (26.1 m ³ /h) 30 m ³ /h, 3.5 ata Betr.Druck, ca 10 m FH	2 000.-
1 + 1 Motoren z.d. Pumpen je 3 KW	1 400.-
1 Verdampfer 18 m ² Heizfläche, 3.5 ata, Eisen, isoliert	6 000.-
1 Vorwärmer 85 m ² Heizfläche, 3.5 ata Betr.Druck, Eisen, isoliert, von 23.5° auf 110°C, dampfbeheizt	7 000.-
1 Vorwärmer 70 m ² Heizfläche, 3.5 ata Betr.Druck, Eisen, isoliert, hochdruckdampfbeheizt(als reserve)	6 500.-
1 Wärmeaustauscher 200 m ² , 3.5 ata Betr.Druck, Eisen, isoliert, von 110 auf 400° C	15 000.-
1 Wärmeaustauscher +)130 m ² d.s. 96 Rippenrohre je 121 x (2/3 d.Rohre Eisen, 1/3 Sichr.6, Ummauerung) 133 mm ø	105 000.-
4 Spitzenvorwärmer 71 m ² beheizt, bruttfläche 80 m ² ohne Sammelrohre, Rohre Sichr.8, Größe 56.5 x 63.5 mm mit Brenner und Muffel	360 000.-
4 Gebläse für Heizgase je 1.700 m ³ /h, 3 m WS	8 000.-
4 Motoren z.d. Gebläsen je 26 KW	12 000.-
4 Frischluftgebläse 5 100 m ³ /h, 3 m WS	24 000.-
4 Motore zu den Frischluftgebläsen je 80 KW	22 000.-
8 + 2 Ofenaggregate je 2.5 m l ø, 2.2 r hoch (ca 3 ata Betr.Dr.D.52 m Kontaktfüllhöhe ca 2.55 m ³ Kontakt je Ofen, Ofen ausgemauert, Temp. bis 600°C, Eisenmantel gut isoliert	250 000.-
1 Zusatzbrenner	4 000.-
1 Einspritzkühler 2.2 m ø, 12 m hoch, Eisen, mit Raschigring-Füllung, drucklos	16 000.-
1 Abscheider 10 m ³ , Eisen	4 500.-
1 + 1 Pumpen für Kreislaufwasser je 45 m ³ /h	2 000.-
1 + 1 Motoren je 4 KW	1 600.-
1 Kühler für Kreislaufwasser 150 m ²	8 000.-
1 Gasometer 10 000 m ³ Inhalt	210 000.-
2 Abhitzekeessel je 150 m ²	72 000.-
1 Speisewasservorwärmer 6 m ³ Inhalt mit 10 m ² Heizfläche	5 000.-
1 + 1 Ventilatoren f. Abgase je 40 000 m ³ /h, 0.3mWS(ca 250°C)	20 000.-
1 + 1 Motoren je 60 KW	7 000.-
1 + 1 Ventilatoren f. Regeneriergas je 40 000 m ³ /h, 0.3mWS (530° C)	23 000.-
1 + 1 Motoren je 60 KW	7 000.-

+) Der Rippenrohrvorwärmer wird voraussichtlich durch eine billigere Bauart ersetzt. Übertrag 1 259 000.-

	Übertrag	1 259 000.-
1 Abhitzekeessel 30 m ²		12 000.-
1 Zusatzbrenner		4 000.-
1 Trockengasometer für Inertgas 5 000 m ³ Inhalt		150 000.-
1 Blechschlot für Abgase		10 000.-
1 Kontaktbunker 20 m ³ Inhalt mit Abfüllvorrichtung		12 000.-
Einrichtung zur Kontaktaufbereitung		12 000.-
1 Demagzug 500 kg Tragkraft mit Laufbahn		6 000.-
Rohrleitungen und Isolierungen		450 000.-
Bautchnische Beihilfe		145 000.-
Elektr. Installation		100 000.-
Meßinstrumente und Geräte		150 000.-
Unvorhergesehenes		240 000.-

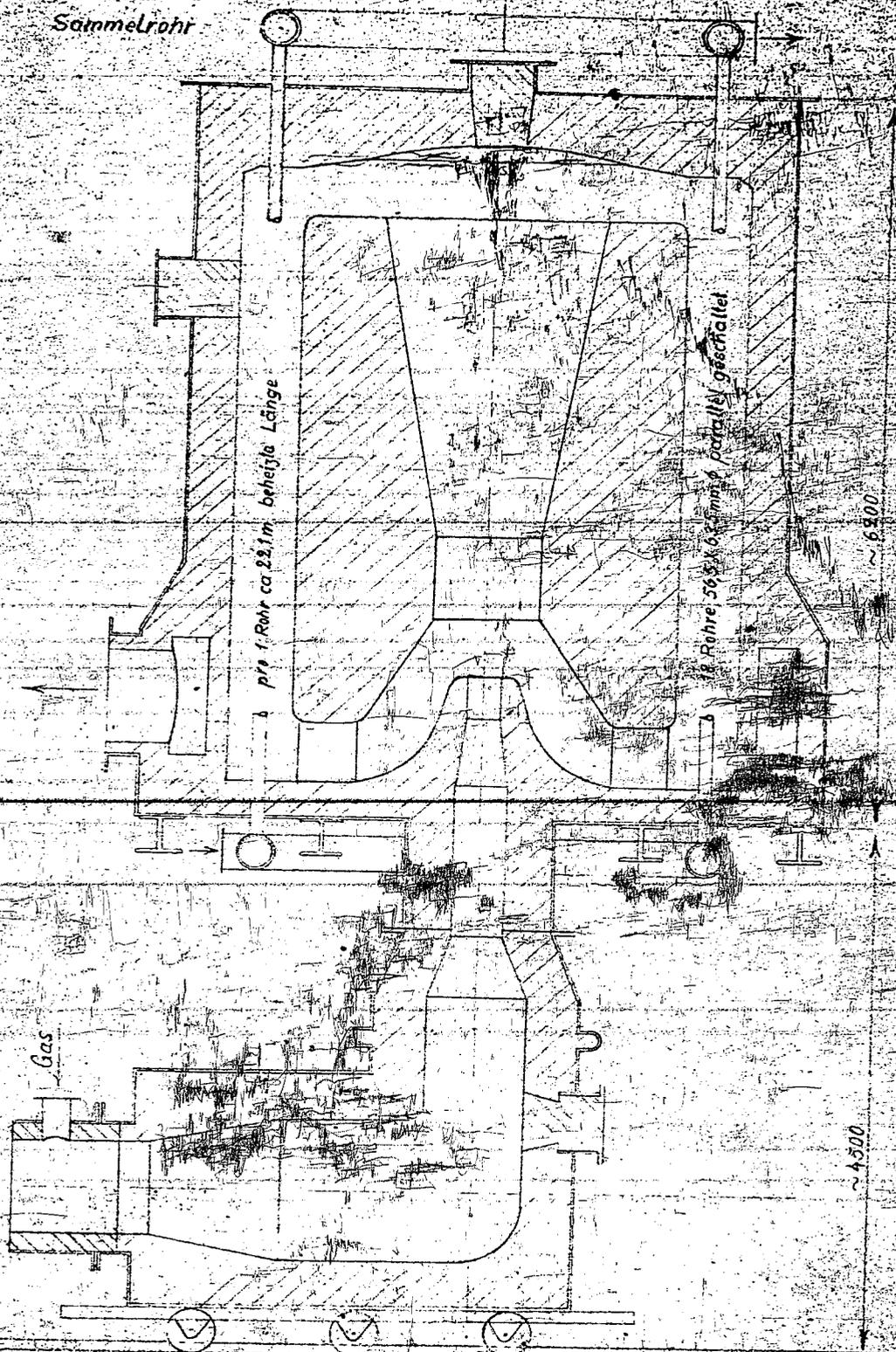
Apparatur 2 550 000.-

1 Gebäude 53 x 30 m Grundfläche, 18 m hoch
= 28 600 m³ umbauten Raum mit Kran 1 200 000.-

Mauerwerk und Betonierung für Luftschutz 200 000.-

Sa. Anlagekosten ohne Energiebetriebe und
allgemeine Anlagen RM 3 950 000.-

Sammelrohr



Zwischenüberhitzer in Anlehnung an Zeichnung L58885-1 der I.A.Lu.

ET 110 über katalytische Dehydrierung nach dem Verfahren des Ammon. Laboratorium Op. (Dr. Wietzel, Dr. Conrad) Umsatz bei der Dehydrierung 35%

Gasgemisch 5,8 t/h

Kreislaufgas 10,31 t = 3882 Nm³/h ($\rho_g = 2,650 \text{ kg/Nm}^3$)

60% n-Butan
32% i-Butan
3% n-Butylen
1% i-Butylen
2% C₃ } -47500 Jato

15,68 t/h = 8018 Nm³/h

Kontakt Verbrauch
ca 60 g/h
H₂ 183 m³/h

Vorhydrierung

Kompr. u. Verflüssigung
8018 Nm³/h ca 7-8 atü
0,1760 mmHg

8,53 t/h n-Butan
3,47 t/h i-Butan
0,14 t/h C₃

C₃-Trennung

Kondensation

AlCl₃ 9,6 kg/h
ca 25% bz
auf i-C₄

Isomerisierung
30% Umsatz
95% Ausbeute

0,06 t/h Verlust

17,63 t/h

Gaskühlung

HCl 13,9 kg/h
ca 4% bz
auf i-C₄

12,2 t/h
n-Butan

i-n-Trennung

Ölwäsche

5,43 t i-Butan

Lagerbehälter

15,426 t/h

15,74 t/h = 5917 Nm³/h

Propan u. C₂ Kolonne

Verdampfer ca 23,5°C
3 atü Q ~ 1355000 kcal/h

15,18 t/h

Polymerisation

Vorwärmer von 23,5°C
auf 110°C, Q ~ 556000 kcal/h

Stabilisierung 10,31 t/h
gasförmig

Wärmeaustauscher von
110 auf 40°C (im Gegenstrom
mit Rückgas) Q ~ 2700000 kcal/h

H₂

Hydrierung

Vorwärmer (abgasbe-
heizt) von 400 auf 300°C
Q ~ 1228000 kcal/h

Verlust
≈ H₂ Einsatz

C₃ = 310 kg/h C₃H₆ = 775 kg
C₃H₈ = 156,9 "
C₂H₆ = 11,0 "
Sa = 245,4 kg/h

179,6 kg H₂
75,4 " CH₄
255,0 kg/h
= 5,514 mio kcal

Spitzenvorwärmer
bis 560°C
Q ~ 4 x 737000 kcal/h

in 4 Stufen
hintereinander
geschaltet

Kontakt

Analyse

H₂ 24,9% = 1998 Nm³
C₂H₄ 1,3 " = 105 "
C₂H₆ 0,1 " = 8 "
C₃H₆ 0,5 " = 41 "
C₃H₈ 1,4 " = 113 "
C₄H₈ 26,2 " = 2096 "
i-C₄H₁₀ 45,6 " = 3657 "
Sa 100,0% = 8018 Nm³

Reaktion 4 mal 2,55 m²
Kontakt Wärmeverbrauch 30
kcal/Mol Olefin, Umsatz 35%

ET 110 4872 kg/h

(ohne Undichtheits- u. Destillationsverluste)

Reaktionsgas mit 4872 kg/h Butylen nach Abzug des im Kreislauf vorhandenen Butylens
($\rho_g = 2,555 \text{ kg/Nm}^3$)

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.
DIN-Formal A 3 (297-420)

Büro Sparte I

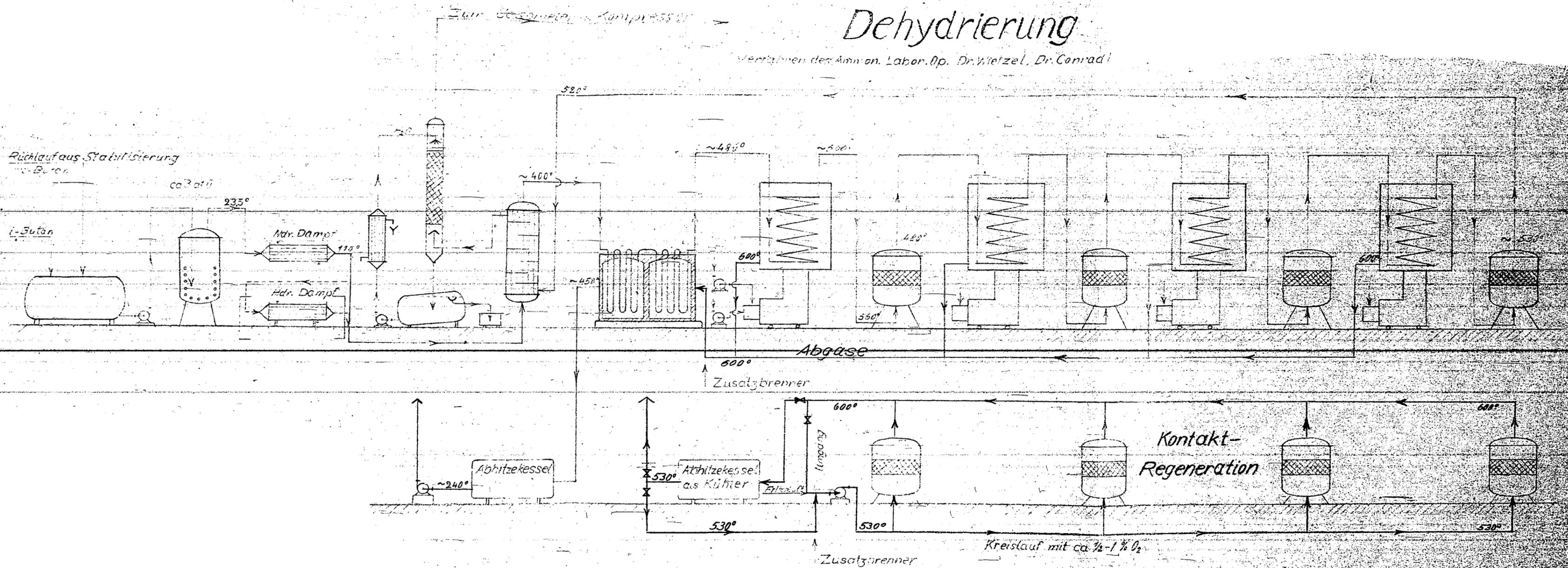
26.10.49
G.F.
P 276

Umschaltung alle 6h
zur Kontaktregeneration.
Kontakt hat nach
200 Betriebsstunden
noch volle Wirksamkeit.
C₃-Abscheidung:
~1 kg je 100 Nm³ Eingangsgas.

Anlage 6

Dehydrierung

Verfahren des Ammon. Labor. Op. Dr. Wietzel, Dr. Conrad



Rücklauf aus Stabilisierung

ca 3 at II

i-Butan

Ndr. Dampf

Hdr. Dampf

520°

235°

110°

~400°

~450°

~480°

~550°

450°

550°

600°

600°

~530°

Abgase

Zusatzbrenner

Abhitzekeessel

~240°

Abhitzekeesse! als Kühler

530°

600°

530°

Zusatzbrenner

Kontakt-Regeneration

Kreislauf mit ca. 1/2-1% O₂

600°

530°

Vorläufiges Fabrikationsschema