

BAG No. 3520

BAD SACHSA

5. ISOMERIZATION

OF

NORMAL BUTANE

C₄-Isomerisierung

BAG Target

Leuna, 12. 8. 1941.
Dr. Sche/M.

3520 BAD SACHS.

(Angaben Keinke/Pohl)

Isomerisierung von n- und iC₄.

Das Gas muss olefinfrei sein.

Durchmesser der Öfen 2 m; 14 Atm. Druck bei 100 - 105°C.

Ofenleistung 200 kg/Std. = 1600 jato.

Leuna rechnet jetzt mit 35% Umsatz und 95 - 98% Ausbeute.

Der Umsatz lässt sich auch auf 45 bis 50% steigern, dann verringert sich aber die Ausbeute.

Für Scholven wird gerechnet mit 5 Öfen für den Betrieb und 2 Öfen als Reserve. Es werden 12 500 to nC₄ zu 11 500 to iC₄ isomerisiert.

Faktor errechnet sich durch $\frac{\text{zu isomerisierendes nC}_4}{\text{Überschuss an nC}_4} = 0,52.$

Das AlCl₃ muss wasserfrei sein; handelsüblich.

Für Astra (Produktion 32 200 jato. Flubialkylat) wird gerechnet bei Isomerisierung von 6 000 bis 10 000 to nC₄ mit 60 bis 100 to = 1% AlCl₃-Verbrauch und 4 to HCl.

Für Leuna (BE) Leistung 1 500 - 2 000 jato iC₄.

Für 1 900 to iC₄ für die ersten 2 Jahre beträgt der AlCl₃-Verbrauch 40 to; der erste Einsatz ist 3 to AlCl₃.

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Stickstoff-Abteilung

BAG Target

I.G. Ludwigshafen (H.S.)

Büro Sparte I
Eingang:
1 JULI 1939

Büro Sparte I
z.Hd. Herrn Dr. Ringer

Cy-Isomerisierung

1.7. 1115	Zur Rckspr.	Zur Erl.	gds.
Dr. Ringer		1573	
Dr. Schellmann	X		
Dr. Hofeditz			
Akt.: Isomerisation von M. 200			
Erledigt:			

Ihre Zeichen	Ihre Nachricht vom	Unsere Zeichen	LEUNA WERKE, den	Fr
		S.-B./Hd.	29. Juni 1939.	

Betreff:

Normalbutan-Isomerisation (Kabel vom 16.6.39).

Wunschgemäß erhalten Sie nachstehend eine Zusammenfassung der Ergebnisse unserer Versuche zu oben genanntem Problem. Diese Versuche wurden im hiesigen Werk bereits vor Jahren begonnen, vor zwei Jahren nochmals aufgenommen, dann aber im Hinblick auf eine bald danach geplante Verarbeitung des n-C₄H₁₀ zu Butadien eine ganze Zeit lang wieder eingestellt. Wegen der Entwicklung der Butadien-Verfahren und der Rohstofflage auf dem Gebiet des synthetischen Kautschuks und im Hinblick auf den ständigen wachsenden Überschuß an n-C₄H₁₀ wird die Isomerisation des n-C₄H₁₀ nunmehr erneut in Angriff genommen.

Anfänglich wurde im Schüttelautoklaven mit wasserfreiem AlCl₃ nach Ipatiev gearbeitet. Die Ergebnisse waren wenig ermutigend. Später wurden die Versuche entsprechend den Betriebserfahrungen an Benzinen mit Sulfid-Katalysatoren im strömenden System durchgeführt und zwar im Laboratoriumsmaßstab mit Kontaktmengen von 80 ccm an drucklos und bei 200 atü und in Anwesenheit von Wasserstoff. Mit metallsulfidischen Kontakten trat bei 400 - 450° erhebliche Isomerisation ein. So konnte bei 200 Atm. und sehr hohem Partialdruck an n-Butan bei Kontaktbelastungen von 0,5 Vol. (flüssig)/Vol/h über Sulfiden der 6. Gruppe des periodischen Systems bis 40 % Umsatz des n-Butan bei 90%iger Ausbeute in i-Butan erzielt werden. Allerdings sinken Umsatz und Ausbeute innerhalb zweier Monate bis auf 10 % bzw. 70 %.

Als Nebenprodukte entstehen CH₄, Propan und Pentan neben Spuren von C₂H₆. Das Propan und Äthan entstehen vermutlich durch Hydrierung der bei der Krackung des Butans entstandenen Olefine.

Zwar sehen die damals erreichten Ergebnisse recht günstig aus. Von einer Betriebsreife der gewählten Arbeitsweise kann jedoch noch nicht gesprochen werden. Durch die geplante Wiederaufnahme dieser Arbeitsaufgaben hoffen wir, Ihnen in einiger Zeit eingehendere Ergebnisse und Stellungnahme mitteilen zu können.

Wir haben aber für die Fortführung der Arbeiten ein festes Programm für systematische Versuche zur Weiterentwicklung der Arbeitsbedingungen zu noch höheren Gesamtdrücken und gesteigerten Partialdrücken, sowie zur Katalysatorzüchtung und zweifeln nicht am Gelingen der Ausgestaltung zum betriebstechnischen Verfahren. Diese Arbeitsweise zur Umwandlung von niedrigen geradkettigen KW mit 4 oder mehr Kohlenstoffatomen in solche mit verzweigter Kette oder umgekehrt wurde von uns bereits vor einiger Zeit in Deutschland, Amerika, Kanada, Japan, Mandschukuo zum Patent angemeldet (O.Z. 10 616).

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

3-fach.

[Handwritten signature]

BAG Target
3520 BAD SACHSA

Leuna, den 22.11.1941.
Dr. Sche/M.

I s o m e r i s i e r u n g .

Anwesend: Dr. Kaufmann
Dr. Pohl

Dr. Schellmann.

Die Isomerisierungsanlage Leuna ist für einen Einsatz von 4 000 to nC₄ ausgelegt. Nach der Planung sind nur 1 300 to nC₄ zu isomerisieren. Es werden 3 Öfen erstellt, davon 2 in Betrieb und einer als Reserveofen. Das Kontaktvolumen beträgt 780 Ltr./Ofen entsprechend etwa 1 to AlCl₃, so dass für den ersten Kontakteinsatz in Leuna 3 to AlCl₃ erforderlich sind.

Nach diesen Angaben scheint die Leistung eines Ofens 2 000 jato nC₄-Einsatz zu betragen.

Der für Scholven benötigte Kontaktraum errechnet sich bei einer vorgesehenen Belastung von 2:1 wie folgt:

$\frac{12\ 500\ \text{jato nC}_4}{7\ 000\ \text{Stunden}} = 1,8\ \text{stato} = 3\ \text{m}^3/\text{Stunde}$ entsprechend 1,5 m³ Kontaktvolumen.

Das Eingangsgas in die Isomerisierung hat folgende Zusammensetzung:

55 % nC₄
5 % iC₄
25 % C₃
15 % HCl.

Der relativ hohe Propangehalt soll in dem Isomerisierungsöfen die Wärmeabfuhr erleichtern und in der HCl-Kolonne die einfache Wasserkühlung des Kopfproduktes anstelle einer sonst notwendigen Solekühlung ermöglichen.

Analyse des	Kopfprodukts %	Boßenprodukts %
nC ₄	10	66
iC ₄	10	32
C ₃	50	1,5
HCl	30	

Bei der Isomerisierung wird eine geringe Menge Propan gebildet.

Die Trocknung der zur Alkylierung kommenden Gase aus dem Kreislauf und aus der Dehydrierung geschieht durch das anwesende Propan, das mit Wasser ein azeotropes Gemisch gibt.

Bei der Angabe des Kontaktbedarfs soll sicherheits- halber mit einem Verbrauch von 1% anstelle der in der Bespre- chung vom 13.11.41 angegebenen 0,5 - 0,6% gerechnet werden.

W. Hellmann

BA.G Target
3520 BAD SACHS

Berlin NW 7, den 15.11.1941.
Dr. Sche/M.

A k t e n n o t i z

über eine Besprechung in Leuna am 13. 11. 1941.

Betr.: Isomerisierung.

Anwesend: Dr. Kaufmann
Dr. Pohl
Dr. Nowotny

Dr. Ringer
Dr. Schellmann.

Die neuesten Versuchsergebnisse ergeben folgendes Bild vom jetzigen Stand des Isomerisierungsverfahrens:

Die Ergebnisse stammen aus Versuchen mit einem 250 mm Ofen, der 4 m hoch ist, zu 2 m mit Füllkörpern und darüber zu 1 m mit Kontakt gefüllt. Es wurde mit Belastung n_{C_4} : Kontaktvolumen = 1:1 und 2:1 gefahren, wobei die Belastung 2:1 einer Belastung Gesamtkohlenwasserstoffe:Kontaktvolumen = 3:1 entspricht. Der HCl-Zusatz betrug 15% bezogen auf Gesamtkohlenwasserstoffdurchsatz.

Es wurde ein Umsatz von 30 - 35% und eine Ausbeute > 95% (97-98%) erhalten. Der Kontaktverbrauch wurde zu 0,5 bis 0,6% festgestellt.

Für den technischen Betrieb soll der Isomerisierungs-ofen einen \emptyset von 1100 mm und eine Höhe von 4 m erhalten und ebenso wie der Versuchsofen zu 2 m mit Füllkörpern und darüber zu 1 m mit Kontakt beschickt werden. Um ein Überreissen und Heraussublimieren von $AlCl_3$ zu vermeiden, sollen im Kopf des Ofens gekühlte Bimssteinstücke eingebaut werden. Vor Übergang zum 1100 mm Ofen soll die Ofenkonstruktion erst noch in einem 550mm Ofen ausgeprüft werden.

Schellmann

Kontaktbedarf Isomerisierung nC₄ (to AlCl₃)

Start vom 27. 11. 41

	1 9 4 2		1 9 4 3					
	11	12	1	2	3	4	5	6
Erster Einsatz	3	1,6	2,0	2,2		1,2		
Reserve = Bedarf für 3 Monate	4	25	31	35		19		
Laufender Bedarf	1,1	9,5	19,9	31,4	31,4	37,7	37,7	37,7 u.s.f
Gesamtbedarf	8,1	36,1	52,9	68,6	31,4	57,9	37,7	37,7 u.s.f

27. 11. 1941
Dr. Sche/M.

BAG Target
3520 CAD SACHSA

Cy - Normenrechnung

27. 11. 41

Voraussichtlicher $AlCl_3$ -Bedarf der
Normalbutan-Isomerisierungsanlagen
in to

Hand vom 27. 11. 41

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 B. V. G.
2. Die Befugnis zur Weitergabe ist durch die Besondere Dienstvorschrift Nr. 1000 des Reichswirtschaftsministeriums vom 27. 11. 41 geregelt.
3. Die Befugnis zur Weitergabe ist durch die Besondere Dienstvorschrift Nr. 1000 des Reichswirtschaftsministeriums vom 27. 11. 41 geregelt.

Standort der Anlage	1 9 4 2		1 9 4 3					Bedarf in den folgenden Monaten wie im Mai 1943.
	Nov.	Dez.	Jan.	Febr.	März	April	Mai	
Leuna	8	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1	
Ploesti (Rumänien)		35	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	
Scholven			43,4	10,4	10,4	10,4	10,4	
Pölitz				9,8	2,3	2,3	2,3	
Böhlen				38,9	9,2	9,2	9,2	
Blechhammer						26,5	6,3	
	<u>8</u>	<u>36,1</u>	<u>52,9</u>	<u>68,6</u>	<u>31,4</u>	<u>57,9</u>	<u>37,7</u>	

BAG Target
 3520 JAD SACHSA
 G. Nowinski

Bln, den 3. 1. 42
Dr. Sche/M.

*17.2.41. Normierung
Winf. 1941
Whe*

Geheim!

*Kriegsverh. Pat. Abh. v. 29.12.41
mit Akt Alkylierung/Patente.*

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 1 Abs. 1 Nr. 1 des Gesetzes über den Schutz von Erfindungen.
2. Weitergabe an Unbefugte, u. i. d. Beförderung als „Geheimnis“.
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter geheimer Verwahrung.

22. Dezember 1941 J/21.

Laufende deutsche Schutzrechte betr. die Alkylierung von Isobutan mit aliphatischen Olefinen.

BAG Target

A) Fremde Schutzrechte. 3520 BAD SACHSEN

Bezeichnung Anmeldung	Anmeldetag	Gegenstand
N 40917 (Bataafsche)	5.7.37 (Niederländ. Prior.v. 16.7.36)	Isobutan mit Propylen oder Butylenen, die sich nicht im Überschuss befinden, bei -10 bis +30° mit 90-100%iger Schwefelsäure umgesetzt.
W 104 474 (Wilke-Werke)	7.10.37	Als Katalysator für Polymerisationen, Kondensationen u. dgl. wasserfreies AlCl ₃ oder AlBr ₃ , das aus einem organischen Lösungsmittel auf eine mit starken Mineralsäuren vorbehandelte u. sorgfältig getrocknete Bleicherde niedergeschlagen wurde.

B) Eigene Schutzrechte.

Bezeichnung O.Z.	Anmeldetag	Gegenstand
10859	27.6.38	Polymerisation v. Olefinen, gegebenenfalls zusammen mit gesättigten Kohlenwasserstoffen, mit Phosphorsäurekatalysatoren, die auf silikatische Träger mit faseriger Struktur aufgebracht sind.
12533	8.1.41	Tonerde, die durch Fällen einer Aluminiumsalzlösung mittels einer basischen Magnesiumverbindung u. Trocknen u. Erhitzen des Niederschlags auf Temperaturen oberhalb 250° hergestellt wurde, als Katalysator oder Träger bei verschiedenen Umsetzungen, darunter auch der Alkylierung.

Bezeichnung O.Z.	Anmeldetag	Gegenstand
12594	24.2.41	Zus. zu OZ. 12533. Die Tonerde wird in feuchtem oder bei Temperaturen unterhalb 250° getrocknetem Zustand mit einer oder mehreren Metallverbindungen versetzt u. dann auf höhere Temperaturen erhitzt.
12733 g	28.4.41	Zus. zu OZ. 10859; Umsetzung der gasförmigen Olefine mit Isoparaffinen bei Temperaturen zwischen 140 und 400°.
12864 g	2.7.41	Verwendung v. Olefinen, die durch Abtrennen aus ihren Gemischen mit normalen Paraffinen mittels Schwermetallsalzlösungen erhalten werden. Die gelösten Olefine werden mit Isoparaffinen ausgetrieben.
12882 g	10.7.41	Olefine werden mit 80-90%iger Schwefelsäure in der Weise extrahiert, dass neben Monoestern Diester gebildet werden; die Diester lösen sich in der kohlenwasserstoffhaltigen Schicht und werden nach Verdampfen der Kohlenwasserstoffe mit Isoparaffinen umgesetzt.
12994 g	17.9.41	Zusatz v. solchen Emulgiermitteln z. Schwefelsäure, die durch Einwirkung v. Alkylenoxyden, insbes. Äthylenoxyd, auf höhermolekulare OH-Gruppen enthaltende organische Verbindungen insbes. Säuren, Phenole oder Alkohole mit mindestens 6 C-Atomen erhältlich sind.

C) Von uns verwaltete Schutzrechte der Standard und Polyco.

Bezeichnung OZ.	Anmeldetag	Anmelderin	Gegenstand
11248	29.12.38	Standard (Indiana)	Umsetzung gasförmiger Olefine mit Paraffinen (einschl. Isoparaffin) im flüssig. Zustand mit Al_2O_3 , dem 10-50 % $AlCl_3$ zugesetzt sind.
11890	2.12.39	Standard Developm.	Alkylierung in Gegenwart von Uranverbindungen.

Bezeichnung OZ.	Anmeldetag	Anmelderin	Gegenstand
11937	29.12.39	Standard Developm.	Zurückdrängung der Bildung unerwünschter Anteile der Produkte durch Zusatz solcher Anteile bei der Umsetzung.
11938	29.12.39	"	Wirksamkeit d. Schwefelsäure wird aufrecht erhalten durch Zusatz von Schwefeltrioxyd.
12018	15.2.40	"	Als Katalysator Tetraphosphorsäure.
12420	31.10.39	"	Den Katalysatoren, die Phosphorsäure auf Trägern enthalten, werden fortlaufend oder in zeitlichen Abständen geringe Mengen Phosphorsäure zugeführt.
12495	14.12.40	"	Nickelfreier Katalysator, der durch Einwirkung v. Borfluorid auf Wasser erhalten wurde.
12799	29.5.41	"	Aus Gasgemischen, die Olefine mit normalen Paraffinen u. gegebenenfalls Isoparaffinen enthalten, werden die Olefine mit starken Mineralsäuren extrahiert. Der gebildete Extrakt wird dann mit Isoparaffinen umgesetzt.

D) Von den Patentanwälten der Standard geführte Standard-Anmeldungen.

St. 56197 entspr. Ser. 141004	12.5.37		Die katalytische Wirksamkeit von Phosphorpentoxyd bei Umsetzungen v. Kohlenwasserstoffverbindungen, darunter auch der Alkylierung, wird erhöht durch Zusatz kleiner Mengen, vorzugsweise unter 1 Gew.-% v. Wasserstoffverbindungen der Metalloide.
St. 58468 entspr. Ser. 240120	1.3.39		Olefine werden mit mindestens der vierfachen Menge Isoparaffin in feiner Verteilung in ein mit Schwefelsäure gefülltes Gefäß gepresst. Der eingehaltene Druck ist gleich dem Dampfdruck des Isoparaffins bei der Umsetzungstemperatur.

B.A.G. Target
3520 BAD SACHS

-4-

Bezeichnung OZ.	Anmeldetag	Gegenstand
St. 59158 entspr. Ser. 238966	12.10.39	Zu einer im Kreislauf geführten Dispersion gesättigter Kohlenwasserstoffe in einer starken Mineralsäure wird laufend ein Gemisch eines Olefins mit einem gesättigten Kohlenwasserstoff zugeführt.
St. 59218 entspr. Ser. 242572	10.11.39	Paraffine mit tertiärem Kohlenstoffatom werden mit Alkylierungskatalysator, gegebenenfalls unter Beigabe eines Dehydrierungskatalysators, behandelt.
St. 59746 entspr. Ser. 276798 u. 308959	31.5.40	Isoparaffine mit Olerinen in Gegenwart von Fluorsulfonsäure alkyliert.
St. 60052 entspr. Ser. 289786	18.9.40	Als Katalysator wird eine mit einem Borhalogenid gesättigte konzentrierte Phosphorsäure bei Temperaturen zwischen -1 und $+30^{\circ}$ u. solchen Drucken verwendet, dass Umsetzung in flüssiger Phase stattfindet.

- 2) Laufende deutsche Schutzrechte betr. die Isomerisation, insbesondere von n-Butan zu Isobutan.

A) Fremde Schutzrechte.

Bezeichnung Anmeldung	Anmeldetag	Gegenstand
N 43033 (Bataafsche)	8.3.39	Behandlung bei etwa 150° mit Doppelverbindungen von Aluminiumhalogeniden mit aromatischen Kohlenwasserstoffen.
U 13853 (Univ.Oil)	29.5.37	Isobutan aus n-Butan durch Behandlung bei etwa 150-200° u. mehr als 10 atü mit nicht mehr als 20 Gew.-% AlCl ₃ und bis zu 5 Gew.-% HCl
U 14715 (Univ.Oil)	29.5.37	Isopentan aus n-Pentan durch Behandlung bei etwa 200° u. mehr als 10 atü mit nicht mehr als 10 % AlCl ₃ und nicht mehr als 2 % HCl.

B) Eigene Schutzrechte.

OZ.10616 DRP.706934	15.3.38	Bei Verwendung sulfidischer Hydrierungs- oder Dehydrierungskatalysatoren wird d. Umsetzung unter hohem Druck u. in Gegenwart von H ₂ von geringem Partialdruck durchgeführt.
OZ.11889 DRP.708622	15.3.38	Arbeiten unter hohem Druck, in Gegenwart von H ₂ von geringem Partialdruck unter Verwendung schwerreduzierbarer oxydischer Hydrierungs- oder Dehydrierungskatalysatoren.
OZ.12533	8.1.41	Als Katalysator eine Tonerde, die durch Fällen einer Aluminiumsalzlösung mittels einer basischen Magnesiumverbindung u. Trocknen u. Erhitzen d. Niederschlags auf Temperaturen oberhalb 250° hergestellt wurde.
OZ.12594	24.2.41	Zus. zu OZ.12533. Die Tonerde wird in feuchtem oder bei Temperaturen unterhalb 250° getrocknetem Zustand mit einer oder mehreren Metallverbindungen versetzt u. dann auf höhere Temperaturen erhitzt.

C) Von uns verwaltete Schutzrechte der Standard und Polyco.

Bezeichnung OZ.	Anmelde- tag	Anmelderin	Gegenstand
11903	12.12.39	Standard Indiana	Flüssige Paraffinkohlenwasserstoffe isomerisiert mit Friedel-Crafts-Katalysatoren unter Zusatz v. Wasserstoff u. gasförm. Paraffinkohlenwasserstoffen, insbes. Propan, gegebenenfalls zusammen mit Butan oder Isobutan.
12328	26.8.40	Standard Developm.	Gemische von Friedel-Crafts-Katalysatoren mit Alkalihalogeniden.
12367	27.9.40	"	Als Katalysatoren verhältnismäßig geringe Mengen Aluminiumhalogenid mit verhältnismäßig grossen Mengen Halogenwasserstoff.
12420	29.10.40	"	Den Katalysatoren, die Phosphorsäure auf Trägern enthalten, werden fortlaufend oder in zeitlichen Abständen geringe Mengen Phosphorsäure zugeführt.
12476	6.12.40	"	α -Olefine zu β -Olefinen umgesetzt. Isomerisation mit 50-80%iger Schwefelsäure bei etwa 35-105° unter starkem Rühren. Abtrennung der gebildeten Kohlenwasserstoffe ohne Verdünnen der Schwefelsäure.
12518	24.12.40	"	Behandlung in Gegenwart eines Friedel-Crafts-Katalysators und eines anderen, alkylierend wirkenden Katalysators.
12540	13.1.41	"	Isomerisation v. Kohlenwasserstoffölen. Diese werden bei 370-485° u. 3-70 at in Gegenwart geringer Mengen H_2 über Kieselsäure oder Tonerde oder hitzebeständiges Aluminiumhalogenid geleitet.

D) Von den Patentanwälten der Standard geführte Standard-Anmeldungen.

St. 57682 15.7.38
entspr.
Ser. 158304

Gleichzeitige Isomerisation u. Polymerisation normaler Olefine mit 60-80%iger Schwefelsäure bei etwa 77-163° in flüssiger Phase. Man presst die flüssigen Olefine von unten in die Säure u. lässt sie in dieser hochsteigen.

3) Laufende deutsche Schutzrechte betr. die
Abtrennung von Butadien aus seinen Gemischen
mit Butylen.

A) Eigene Schutzrechte.

Bezeich- nung OZ.	Anmeldetag	Gegenstand
10248	7.10.37	Abtrennung von Diolefinen aus ihren Ge- mischen mit Olefinen u. Acetylenen durch Behandeln mit Schwermetallsalzlösungen, die in geringerer Menge verwendet werden als zur Bildung von Anlagerungsverbindun- gen der Diolefine mit den Schwermetallsal- zen erforderlich wären.
11253	31.12.38	Abtrennung ungesättigter Kohlenwasserstof- fe aus Gasgemischen mittels Schwermetall- salzlösungen, wobei die Lösung wiederholt ohne Abtrennung des sich bildenden Nie- derschlags in feinverteilter Form mit dem Gasgemisch in Berührung gebracht wird.
11286	12.1.39	Wasser- oder wasserdampfhaltige Gasgemi- sche destilliert man vorzugsweise unter Anwendung von Aussenkühlung bei tiefe- rer Temperatur in der Weise, dass man die kalten Innenflächen der Destillationsvor- richtung zeitweise oder dauernd mit den Gefrierpunkt des Wassers stark herabset- zenden organischen Flüssigkeiten in Be- rührung bringt.
12376	3.10.40	Auswaschen von Olefinen aus Gasen mittels einer wässrigen, Oxyalkylamine enthal- tenden Lösung von Cupronitrat, die in 100 ccm mindestens 10 g Kupfer enthält. Durch Ar- beiten bei verschiedenen Drucken in meh- reren Stufen kann man Butadien u. Butylen getrennt gewinnen.
12613	5.3.41	Entfernung v. geringen Mengen Dienkohlen- wasserstoffen aus Olefine u. Wasserstoff enthaltenden Gasgemischen. Diese werden unterhalb 250° über Katalysatoren geleit- et, die aus Chrom- u. Nickelverbindungen hergestellt sind u. vorwiegend Chromoxyd enthalten.
12960	26.8.41	Trennung von Monoolefinen u. Diolefinen. Die Gemische dieser Verbindungen werden unter Zusatz von Ammoniak oder durch nie- drigmolekulare aliphatische Kohlenwasser- stoffreste substituiertem Ammoniak destilliert.

*Es existieren 2 Patente von J.G. zur Abtrennung von Diolefinen von Monoolefinen mit
Hilfe von Kupfernitrat.*

BAG Target
3520 BAD SACHS

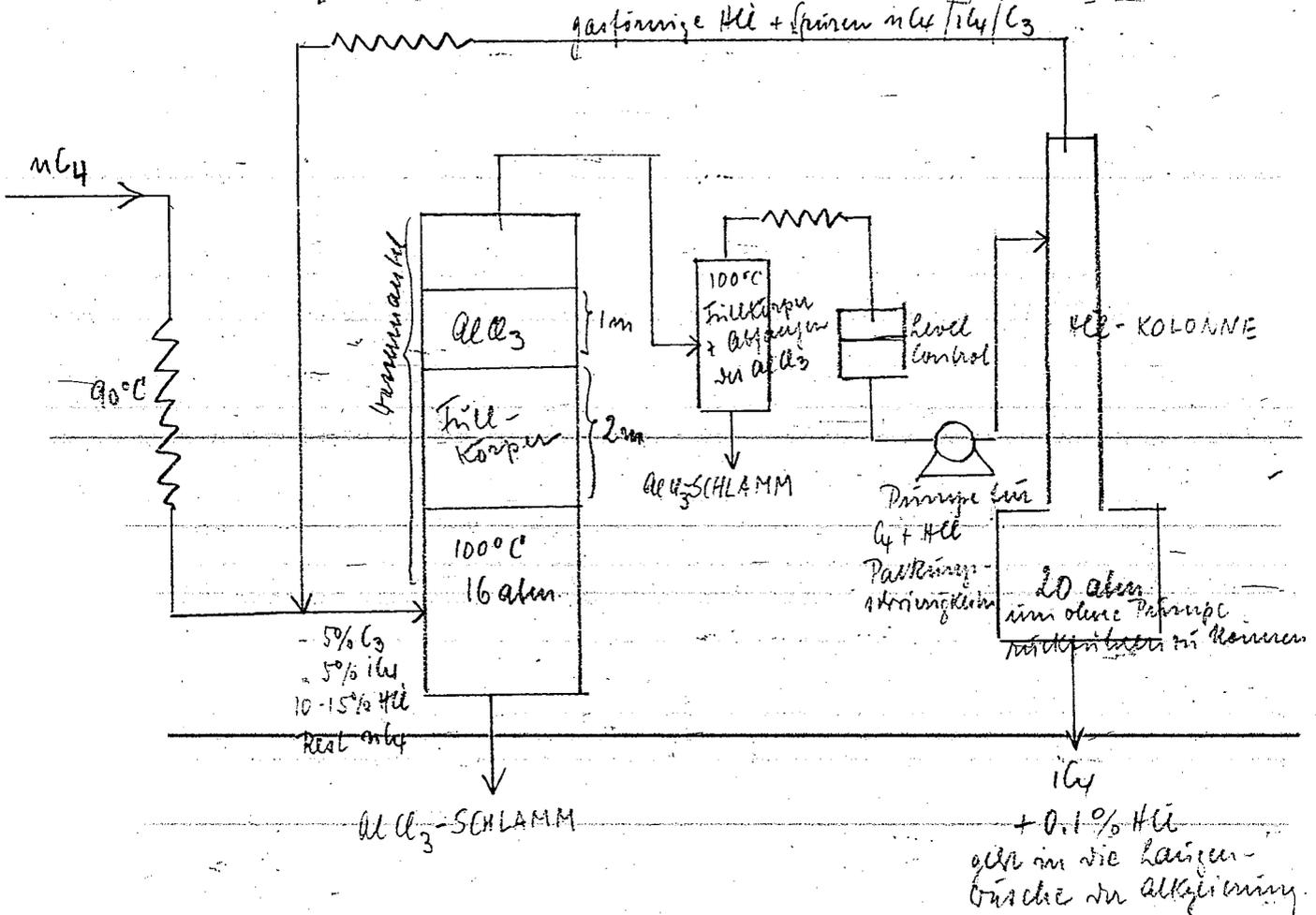
B) Von uns geführte Schutzrechte der
Standard Oil Dev.Co.

Bezeichnung OZ.	Anmeldetag	Gegenstand
12372	4.10.40	Behandlung von Gasgemischen, die Monoolefine u. Diolerine enthalten, mit Absorptionsflüssigkeiten, die ein bevorzugtes Lösevermögen für Diolefine besitzen. Die aufgenommenen diolefinreichen Gase werden wieder ausgetrieben, erneut mit Absorptionsflüssigkeit behandelt und aus dieser das <u>Diolefin</u> wieder ausgetrieben.
12519	28.12.40	Abtrennung eines gasförmigen oder flüssigen Stoffes aus einem Absorptions- oder Lösungsmittel, wenn er <u>in geringen Mengen gleichzeitig mit einem anderen, zu gewinnenden Stoff aufgenommen wurde.</u> Man treibt ihn mit einem Teil des zu <u>gewinnenden Stoffes</u> oder eines daran <u>angereicherten Stoffes</u> aus und trennt dann den letzten von dem Absorptions- oder Lösungsmittel ab.

BAG Target

3520 SAD SACHS

Hydratisierung von $n\text{H}_2$ (Dr. Pohl/Küster)
 Supr. Gasverarbeitung im 16./17.3.42



maximal 0.02 Gew.-% H_2O im eingesetzten H_2

Wärmeabfuhr 30 Kal/kg im eingesetzten $n\text{H}_2 = 1.5 \text{ Kal/mol}$

Mischung 30-35% $i\text{H}_2$ + 2% C_3

Belastung 3 Vol. Flüss. Gesamtmenge prozent auf 1 Vol. eingesetztes AlCl_3

Austritt 98-99% H_2 auf eingesetztes $n\text{H}_2$

Lebensdauer einer Füllcharge ca 3 Wochen

Fournierierung von n G.

(Hand vom 26. März 1942)

BAG Target
3520 BAD SACHS

Kontaktbedarf der zunächst zur Ausführung kommenden Anlagen.

Kontakt $AlCl_3$ wasserfrei, eisinhaltig. Kontaktverbrauch 0,5% bez. auf eingesetzten n G.

Anlage	Inbetriebnahme der		Einsatz Jahre n G.	Ester Einsatz zu $AlCl_3$ Anzahl 20% Reserve ↓	Einsatz Einsch. Reserveplan	Laufender Jahre	$AlCl_3$ Bedarf t/Anlage	Reserve für 2 Jahre	Reserve = laufender Bedarf für 3 Monate t
	HT-Anlage	Form. Anl.							
Leina	Ende 1942	Ende 1942	1.300	3,0 ohne → Ja		6,5	0,5	1,0	1,6
Schellen	Feb. 1943	Mai/Juni 43	12.500	2,0 + 0,4	nein	62,5	5,2	10,4	15,6
Pölich	Mai 1943	Juli/Aug. 43	2.700	0,5 + 0,1	nein	13,5	1,1	2,2	2,8
Rumänien	Juli 1943	Aug./Sept. 43	6.500-10.000	1,6 + 0,3	nein	50	4,2	8,4	12,5
Böhlen	Oct. 1943	Nov. 1943	11.000	1,7 + 0,3	nein	55	4,6	9,2	13,8
Blechhammer	Nov. 1943	Nov. 1943	7.500	1,2 + 0,2	nein	37,5	3,1	6,2	9,4
			45.000	10		225	rd. 19		rd. 56

Der $AlCl_3$ -Bedarf für ersten Einsatz und Reserve für sämtliche Anlagen beträgt somit etwa 65 t und der laufende Jahresbedarf etwa 230 t.

BAG Target

3520 BAD SACHS Isomerisierung

C₄-Isomerisierung

Dr. R. W. ges.

(Stand vom März 1942)

Der Kontaktverbrauch beträgt 0,5 % AlCl_3 bezogen auf hergestelltes iC_4 , d.h. 1 kg AlCl_3 auf 200 kg iC_4 . Dies bedeutet, wenn sich sämtliche geplanten Isomerisierungsanlagen in Betrieb befinden, einen Kontaktverbrauch von 19 to/Monat.

Der Salzsäureverlust liegt noch nicht endgültig fest, er wird zwischen mindestens 0,2 und maximal 1 % betragen. Rechnet man mit einem HCl-Verlust von 0,5% bezogen auf eingesetztes Butan, so wären jährlich, wenn sich sämtliche geplanten Isomerisierungsanlagen in Betrieb befinden, 225 to HCl 100 %ig zu ersetzen. Dies würde bei einem Gasflascheninhalt von 30 kg den Hin- und Hertransport von 7 500 Gasflaschen bedeuten. Von Leuna wurde seinerzeit der Vorschlag gemacht, die noch in Leuna befindlichen, damals für die Zeppelinfüllung benutzten Druckgasbehälter mit einem Inhalt von mehreren Kubikmetern für den Transport der wasserfreien Salzsäure zu verwenden.

In Emeryville wurde 1939 in einem halbtechnischen Versuch über eine Zeitdauer von 100 Stunden ein Salzsäureverbrauch von 0,3% bezogen auf das Eingangsbutan festgestellt.

~~*x bei Planung mit 1% rechnen*~~

Anlagen.

Berlin, 26.3.42
Dr. Sche/M.

C₄-Immunität p

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LÜDWIGSHAFEN A. RH.

Büro Sparte I

Anorganische Abteilung,
Ludwigshafen am Rhein.

Berlin N.W. 7,
Unter den Linden 78.
BAG Target
352C AD SACHS.

Whe
Tg.

Dr. Sche/GB 31. März 1942.

Aluminiumchlorid für Treibstoffsynthese.

Mit unserem Schreiben vom 3.1.42 übersandten wir Ihnen die voraussichtlichen Aluminiumchlorid-Bedarfszahlen für die Normalbutan-Isomerisierungsanlagen. In der Zwischenzeit haben die Anfahrtermine der einzelnen Anlagen eine Verschiebung erfahren, die eine nochmalige Überprüfung des terminmäßigen Aluminiumchlorid-Bedarfes notwendig machte.

~~In Anlage 1 haben wir den Aluminiumchlorid-Bedarf zusammengestellt, mit dem wir zurzeit aufgrund unserer bisherigen Versuchsergebnisse rechnen müssen. Da jedoch die Möglichkeit besteht, daß sich bei weiteren Versuchen ein geringerer Kontaktbedarf ergibt, geben wir Ihnen in Anlage 2 auch die Zahlen des Minimalbedarfs an Aluminiumchlorid, die uns erreichbar zu sein scheinen. Genauere Verbrauchszahlen werden wir Ihnen in etwa 6 Wochen mitteilen können.~~

~~Wir bitten Sie um gefällige Äußerung, ob der Unterschied zwischen den Bedarfszahlen in Anlage 1 und 2 für Ihre Planung von wesentlicher Bedeutung ist, und ob diese Aluminiumchlorid-Mengen termingemäß geliefert werden können.~~

gez. Ringer

Anlagen.

D.a. Herrn Dr. Kaufmann, Me.

Durchschlag

Maximaler AlCl₃-Bedarf der Normalbutan-Isomerisierungsanlagen.

(in to)

BAG Anlage

3520 BAD SACHSA

Standort der Anlage	1 9 4 2				1 9 4 3											
	Okt.	Nov.	Dez.	Jan.	Febr.	März	April	Mai	Juni	Juli	Aug.	Sept.	Okt.	Nov.	Dez.	
Leuna	5,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	
Scholven						23,2	10,4	10,4	10,4	10,4	10,4	10,4	10,4	10,4	10,4	
Pölitz								5,0	2,2	2,2	2,2	2,2	2,2	2,2	2,2	
Rumänien							18,7	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	
Böhlen											20,4	9,2	9,2	9,2	9,2	
Blechhammer												13,9	6,2	6,2	6,2	
insgesamt	5,0	1,0	1,0	1,0	1,0	24,2	30,1	24,8	22,0	22,0	42,4	45,4	37,4	37,4	37,4	

Minimaler AlCl_3 -Bedarf der Normalbutan-Isomerisierungsanlagen.

(in to)

Standort der Anlage	1 9 4 2			1 9 4 3											
	Okt.	Nov.	Dez.	Jan.	Febr.	März	April	Mai	Juni	Juli	Aug.	Sept.	Okt.	Nov.	Dez.
Leuna	4,0	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Scholven						12,8	5,2	5,2	5,2	5,2	5,2	5,2	5,2	5,2	5,2
Pölitze								2,8	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1
Rumänien							10,3	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2
Böhlen											11,2	4,6	4,6	4,6	4,6
Blechhammer												7,7	3,1	3,1	3,1
insgesamt	4,0	0,5	0,5	0,5	0,5	13,3	16,0	12,7	11,0	11,0	22,2	23,3	18,7	18,7	18,7

Cy- Isomer.

BAG Target
3520 BAD SACHS.

Betr: Isomerisierung

Besprechung: Leuna am 17. VI. 42.
mit Dr., Kaufmann
" " Pohl

	<u>Versuchsergebnisse</u>	<u>Richtzahlen für die Konstruktion</u>
Umsatz	35 - 40 %	30 %
Ausbeute	97 - 98 % (ohne mech. Verluste)	95 %
Belastung	1,5 Gew. je Vol	1,3 Gew. je Vol
Verbrauch an $AlCl_3$	0,6 - 0,7	1 %
" " HCl	~ ?	1% beim Anfahren Dauerverbrauch 0,1 %

BAG Target

Cy-Isomerisierung

3520 BAD SACHSA

Berlin NW 7, den 17. Juni 1942.
Dr. Sche/Fsch.

Altenrotiz

(Angaben Uhde 17.6.42)

Der Planung werden jetzt folgende Zahlen zugrundegelegt:

Umsatz 25%
Ausbeute 95%
Belastung 1:2
Leistung des Einheitsofens: 0,5 t

Einheitsofen hat 1700 mm ϕ , 1 m Kontaktschicht. Kontaktinhalt 2,2 m³ = 232 t

Die Isomerisierungsofen in Leuna haben 1000 mm ϕ , 1 m Kontaktschicht, Kontaktinhalt 780 l = 1 t. *Leuna wird nach der Fertigstellung 8000 gals = 1 Stück in 1000 l Kolonnen*

<i>Melchhammer</i>		<i>1.0 Stück = 2+1 Ofen</i>	<i>er</i>
Böhlen	erster Ausbau	1.4 Stück	0,5 t iC / Std in 1700 Ofen
	zweiter "	1.44 "	1 t in Diechhammer = 2+1 Ofen
Schnittstye		1.5 "	
Scholven		1.61 "	

Ofen 16 atm -
Kolonnen 20 atm

Gy-Monumentierung

FRIEDRICH UHDE

INGENIEUR - BÜRO

UND FABRIK FÜR CHEMISCHE APPARATE

ZWEIGBÜRO LEUNA WERKE

BAG Targov

8520 SAU STRAS

Wly 74

Empf.: 26. JUN 1942

Empfänger!

Firma

I.G. Farbenindustrie AG.
z.Hd. des Herrn Dr. Schellmann

Berlin NW 7

Unter den Linden 178

STAMMHAUS DORTMUND:
DEGGINGSTRASSE 12 POSTFACH 924
FERNSPRECHER SAMMEL-NR. 20031
DRAHTANSCHRIFT: UHDEINGENIEUR DORTMUND
BANKVERBINDUNGEN:
REICHSBANK, DORTMUND-KONTO-NR. 879
COMMERZ- UND PRIVATBANK, DORTMUND
POSTSCHECK DORTMUND KONTO-NR. 28160
ZWEIGBÜRO LEUNA WERKE:
FERNSPRECHER: MERSEBURG NR. 3831
DRAHTANSCHRIFT:
AMMONIAKWERK MERSEBURG UHDEBÜRO

In der Antwort bitte angeben!

Ihre Zeichen

Ihre Nachricht vom

Unsere Zeichen

AT 244/Allg.
Dr. Kö/Pz.

LEUNA WERKE (Kr. Merseburg)

den 24.6.1942

Betrifft: Iso-Anlage Böhlen.

Wir nehmen Bezug auf Ihre gestrige Rücksprache mit unserem Herrn Dipl.-Ing. Reichardt über die Auslegung der Iso-Anlage Böhlen und teilen Ihnen noch folgendes mit:

Die Anzahl der vorgesehenen Iso-Ofen wurde Ihnen irrtümlich mit 3 +1 angegeben, tatsächlich sind aber für Böhlen 3 +2 Ofen vorgesehen.

Für die einzelnen Iso-Anlagen ergaben sich also folgende Ofenzahlen:

Rumänien	4 +2	(1700 Ø)	
Scholven u.			
Böhlen	3 +2	(1700 Ø)	
Schlesien	2 +2	(1700 Ø)	
Leuna	2 +1	(1000 Ø)	b.w.

Rdt/Nh.

Bitte beachten: Sämtlicher Schriftwechsel mit vollständigen Anlagen in dreifacher Ausfertigung erbeten!

L/0394

3000 2000 1000

Wir hoffen, Ihnen mit diesen Angaben gedient zu haben.

:~~1/2~~

Rdt/Nh.

D/H/Pz/Rdt.

Rdt.

Heil Hitler!

FRIEDRICH UHDE

Ingenieur-Büro

und Fabrik für chem. Apparate

1/1 Prof. Dr. Speiser

Cy. Jansen

BAG Target

A k t e n n o t i z

3520 DAD SACHS

Auf Mitteilung von Leuna, siehe Mappe Alkylierung / Dehydrierung
~~von gasförmigen Kohlenwasserstoffen~~, vom 23. Juli 42 sind die
Kosten für:

HCl flüssig	66.--	RM / kg
AlCl ₃	52,50	" "

Cy-Isomerisierung

BAG Target
3520 BAD SACHSA

Berlin, den 14. August 1942
Dr. Sche/Gg.

Isomerisierung
(8000 Betriebsstunden/Jahr)

Einheitsofen	1942		1943 (Memo Uhde 17.5.42) erwartete Zahlen
	Versuchsergebnisse Leuna	Richtzahlen für Konstruktion Allgem. Leuna	
Durchmesser, mm		1700	1000
Kontakthöhe, m		1	1
Kontaktinhalt m ³		2,2	0,78
" " t		2,82	1
Leistung t iC ₄ /Std.		0,5	0,178
" t iC ₄ /Jahr		4000	1400
<u>Eingangsgas</u>			
nC ₄ %		55	
iC ₄ %		5	
C ₃ %		25	
HCl %		15	
Temperatur °C		100 - 105	
Druck, Ofen, atm.		14 - 16	
" Kolonne, "		20	
Verbrauch AlCl ₃ % bzw. auf iC ₄	0,6 - 0,7	max. 1,0	
Verbrauch HCl % bzw. auf iC ₄ beim Anfahren	?	1,0	
Verbrauch HCl % bzw. auf iC ₄ Dauerbetrieb		0,1	
Kontaktbelastung, t nC ₄ :m ³ Kont.	1,5:1	1,3:1	1,3:1
Umsatz % bzw. auf nC ₄	35 - 40	30	
Ausbeute % bzw. auf nC ₄	97 - 98	95	97
	ohne mech. Verluste		

Alkylierung VI 1 54, Isomerisierung 923

BAG TAGPET Ludwigshafen

Ammoniaklaboratorium Oppau

Abt. Mineralöl			
Eing. 30 SEP. 1943			
Dr. Vogl	Dr. Gg.	Dr. W.	Dr. H.

An I.G. Farbenindustrie A.G. SAOHS

Abt. Mineralöle
z.Hd. Herrn Dr. Ringler
Berlin NW 7
Unter den Linden 78

Ihre Zeichen Ihre Nachricht vom Unsere Nachricht vom Unser Hausruf Unsere Zeichen
 Dr. Vogl/Gg. Ludwigshafen a. Rh.
 27. Sep. 1943

Betreff Isomerisierung von n-Butan.

Die Fortführung der Untersuchungen unseres Herrn Dr. Vogel hat in letzter Zeit zu weiteren wesentlichen Ergebnissen geführt, von denen wir Ihnen schon jetzt Kenntnis geben möchten, da die Versuche infolge Feindeinwirkung z.Zt. stillliegen!

Ein mit reinem Aluminiumchlorid und 7 Vol.% HCl bei 95 - 96° und einem Durchsatz von 0,5 durchgeführter Versuch ergab während der ersten 12 Tage um 60 % schwankende Ausbeuten an iso-Butan. Die Verluste durch Nebenprodukt-Bildung waren gering. Das Produktgas enthielt nach 60 Std. Kontaktbeanspruchung unter 1 % Propan. Leider war das Eingangsgas noch nicht gemessen, als hier der Angriff erfolgte. Immerhin dürfte auch bei diesem Versuch mit einer Nebenprodukt

./.

bildung von höchstens 3 % zu rechnen sein.

Wann wir die Versuche neu aufnehmen können, ist z.Zt. noch nicht abzuschätzen.

AMMONIAKLABORATORIUM OPPAU

P. W. J. G. L.

AT VI / C₄ - Isomerisierung

den 14. April 1943

BAG Target

3520 DAD SACH *Me*

Herrn

Dr. G. Wietzel
I. G. Farbenindustrie Akt. Ges.
Ludwigshafen am Rhein

Lieber Herr Dr. Wietzel !

Ich freue mich, dass die Versuchsarbeiten in Oppau zur Isomerisierung von Butan unter Verwendung von Tonerde-Aluminiumchlorid-Kontakten fortgesetzt werden, da ich - rein gefühlsmässig - noch immer befürchte, dass die Arbeitsweise mit Rein-Aluminiumchlorid uns Schwierigkeiten bringen wird.

Die bei mir vorhandene Literatur steht Ihnen gern mit den gebotenen Einschränkungen zur Verfügung. Ich darf Sie lediglich bitten, die Herren, die von dem Material Kenntnis erhalten besonders darauf hinzuweisen, dass in keiner Weise ausserhalb ihres Kreises davon Gebrauch gemacht werden darf. Ich möchte Ihnen empfehlen, die Literatur nach Ostern hier abzuholen, sobald Herr Dr. Schellmann, der darüber Bescheid weiss, aus Rumänien zurück ist. Herr Dr. Blümel könnte sich vielleicht direkt mit Herrn Dr. Schellmann in Verbindung setzen.

Mit besten Grüßen

Ihr

gez. Purjes