

000832

Bag 2075

Item 101

Condition in 1942 of
Paraffin Removal Plant
in Zeitz

Aktennotiz

zum heutigen Stand der Entparaffinierungsanlage in Zeitz.

In der Entparaffinierungsanlage in Zeitz bestehen z. Zt. zwei Schwierigkeiten: erstens beträgt die Filterleistung nur 50% des projektierten Wertes, und zweitens hat die Verschlechterung des gewonnenen Paraffins bei Annäherung an die TFM-Fab-weise eine Umstellung auf RMH notwendig gemacht, wofür durch einen Ausfall an Schmelzöl entsteht, das dem RMH nicht tragbar erscheint. Im folgenden sollen die möglichen Ursachen dieser beiden Störungen und die eventuellen Abhilfen besprochen werden; eine Zusammenfassung befindet sich am Schluss dieses Berichtes.

I. Filterleistung.

Die Filteranlage in Zeitz besteht aus 10 Filtern von je 28 m^2 Fläche, von denen etwa 3,5 in der ersten, 5 in der zweiten Stufe der Entparaffinierung eingesetzt sind, während 1,5 in Reserve bzw. in Reparatur sind. Die Filterleistung beträgt in der ersten Stufe $80 \text{ kg/m}^2/\text{h}$, in der zweiten $34 \text{ kg/m}^2/\text{h}$, wodurch in der ersten Stufe bei $8,1 \text{ t/h}$ Durchsatz $4,7 \text{ t/h}$ Gatsch + $3,4 \text{ t/h}$ Öl, in der zweiten $3,3 \text{ t/h}$ Rohparaffin + $1,4 \text{ t/h}$ Öl erhalten werden; der Gesamtdurchsatz beider Stufen beträgt 92 t/h . Demgegenüber war geplant eine Filterleistung von $143 \text{ kg/m}^2/\text{h}$ in der ersten, $103 \text{ kg/m}^2/\text{h}$ in der zweiten Stufe bei Einsatz von 5 Filtern in der ersten, 4 in der zweiten Stufe, deren Leistung also besonders stark hinter dem Soll zurückbleibt. Der Gesamtdurchsatz sollte 150 t/h betragen, sodass die ganze Anlage knapp 50% der Soll-Leistung erreicht.

Die Planzahlen basieren auf Versuchsdaten, die in Ludwigshafen mit Leuniger TFM-Rückstand angestellt worden waren. Hierbei wurden durchschnittliche Filterleistungen von $170 \text{ kg/m}^2/\text{h}$ in der ersten,

000834

105 - 110 kg/m²/h in der zweiten Stufe erreicht. (Zatsächlich betrug der Gesamtdurchschnitt für die 2. Stufe nur 80-90 kg/m²/h doch beruhte das auf äußeren technischen Störungen.) Der Leunser Rtokstand war länger als der derseitige in Zeits (40% gegen rund 35%) und daher sicher besser filtrierbar, doch ist das wohl nur zum Teil für die heutigen schlechten Filterleistungen in Betracht zu ziehen.

Zur Abhilfe ist zunächst eine Vergrößerung der Filterfläche vorgesehen worden: 2 neue Filter befinden sich in Montage; 2 weitere sind bestellt; für diese insgesamt 14 Filter würde der vorhandene Bau gerade ausreichen. Darüber hinaus ist von Leuna vorgeschlagen worden, das ursprüngliche Projekt zu verdoppeln, um auch mit 50% Leistung die geforderte Produktion zu erreichen, also im ganzen 20 Filter aufzustellen. Die Kosten dieser Anlage betrügen 2 Millionen RM bei einer Lieferzeit von etwa 2 Jahren; sehr schwer würde die Beschaffung des benötigten Eisens sein. Es ist aber zu erwägen, ob man nicht doch schon, ungeschadet anderer Abhilfen, vorzorglich die Filter nach den Leunser Vorschlag bestellen sollte; sie stünden dann für eine Erweiterung des Betriebes oder für andere Propan-Anlagen bereit.

Die Frage, ob zu hohe Viskosität des Gatsches I an der schlechten Filterleistung der Stufe 2 schuld sei, ist zu verneinen denn in Zeits brachte ein Zusatz von 10% Dieselöl keine Verbesserung. Auch frühere Versuche in Leuna mit dünnem MTH-Abstreifer zeigten keine relative Verbesserung.

Zu prüfen ist, ob in Zeits hinreichende Mengen an Filterhilfe, Parafflow, zugesetzt werden. Es ist in Leuna und Ludwigshafen festgestellt worden, daß Parafflow durch Vergrößerung der Paraffinkristalle und Verringerung der Filterkuchenschärfe neben einer Senkung des Ölgehaltes in Paraffin auch eine Verbesserung der Filtrationszeit bewirkt; die optimale Menge war dabei 0,5% Parafflow. In Zeits ist ursprünglich, beim Anfahren, dem sehr gut filtrierbaren MTH-Abstreifer nur 0,3% zugesetzt worden. Aus Sicherheitsgründen sollte man heute 0,6-0,7% rechnen. In Ludwigshafen werden Versuche angestellt, um die Beziehung von Filterkuchenschärfe zu Parafflowzusatz festzustellen. Ferner soll geprüft werden, ob das mit dem Parafflow in die Filtration gehende

Problem — Parafflow-Handelsware ist eine Lösung von 16% Parafflowfluid in 84% Maschinenöl — etwa eine Störung des Filtriervorgangs bewirkt.

Ferner wurde die Frage erhoben, ob die Filtriertemperatur von Einfluß auf die Filtriergeschwindigkeit sein könne. An sich ist dies, nach Versuchen von Dr. Hühn, zu verneinen; vielleicht bewirkt aber ein durch die Druckdifferenz am Filter auftretender Temperatursprung eine Ölabscheidung im Filtertuch. Da die Temperaturmessung in der Filterwanne wegen Paraffinansatzes an der Hülse des Thermoelementes unsicher ist, wäre es aus Sicherheitsgründen zweckmäßig, einen Kältestrom durch die Filterwanne im Kreislauf zu führen, etwa durch Abpumpen von Propan, das durch Zuführen von frischem Kaltpropan ausgeglichen würde.

Die mit dem erst kürzlich ad hoc entstandenen "TTH"-Fahrweise anfallenden Abstreifer-Rückstand erzielbare Filterleistung ist hier noch nicht untersucht worden. Erst damit würde man beurteilen können, ob die schlechte Filterleistung am Produkt oder am Verfahren liegt, denn es scheint nicht ausgeschlossen, daß die Störungen auf die mit der Änderung von der TTH-Anfahrperiode auf TTH-Fahrweise stets zunehmenden Mengen von Eingangsprodukt in die Entparaffinierung und damit auf möglicherweise verringerte Propan-Anmisch- und -Nachwasch-Qualitäten zurückzuführen sind.

II. Paraffinverschlechterung.

Für die Brauchbarkeit eines Paraffins zur Oxydation stellt Oppau folgende Richtlinien auf: Paraffin mit Schmelzpunkt 51-52°C soll nicht über 0,780 bei 70°C spindeln und der S-Gehalt soll unter 0,02 liegen. Ferner gilt folgende Schmelzpunkt-Nichte-Beziehung:

Für Sap. °C	wird gefordert:
40	0,70
50	0,775
60	0,775
	0,778

Eine Standardprobe von Zeit hatte die unten angeführten Daten; im Juni 1942, bei Annäherung an die TTH-Fahrweise, war demgegenüber die folgende Verschlechterung eingetreten (nach Untersuchung in Oppau):

	<u>Standardprobe</u>	<u>Juni 1942</u>
d70	0,771 - 0,774	0,788 - 0,791
Paraffin nach Holde	92-95%	65-72%
Oxydationszeit	24 Std.	120 Std.
Carbonylsahl im Prod. (= Ketosäuren)	4-6	50-60
Farbwert	25-35	600-800
Ausbeute an Fettsäuren	50%	38%
Vorlauf	5%	10%
Sodagehalt in Rohseife	2%	>10%

Diese Qualitätsminderung wurde in Oppau erst ziemlich spät bemerkt, weil die aus Zeitz kommenden Lieferungen in einen grossen Vorratstank zu noch vorhandenem guten Paraffin gefüllt wurden und so nur eine ganz allmähliche Verschlechterung des in die Oxydation gehenden Paraffins bewirkten. Auf die Beschwerde Oppaus hin wurde in Zeitz wieder auf TTH-Fahrweise umgestellt; dadurch entsteht ein schwerwiegender Ausfall an Schmieröl und auch ein grosser Teil des im Ausgangsteer vorhandenen Paraffins wird zerstört. Eine Rückkehr zur TTH-Fahrweise ist dringend erwünscht.

Zur Prüfung der Frage, ob das TTH-Paraffin an sich schlechter sei als das TTH-Produkt, wurden in Leuna und Ludwigshafen Propan-Raffinationsversuche im Kippfilter mit dem TTH-Erzeugnis von Zeitz angestellt, und zwar in Leuna durch Aufschwemmen mit, in Ludwigshafen durch Auflösen in Propan. In völliger Übereinstimmung erhielten beide Stellen ein testgerechtes Paraffin. Die Ludwigshafener Ergebnisse zeigt folgende Gegenüberstellung:

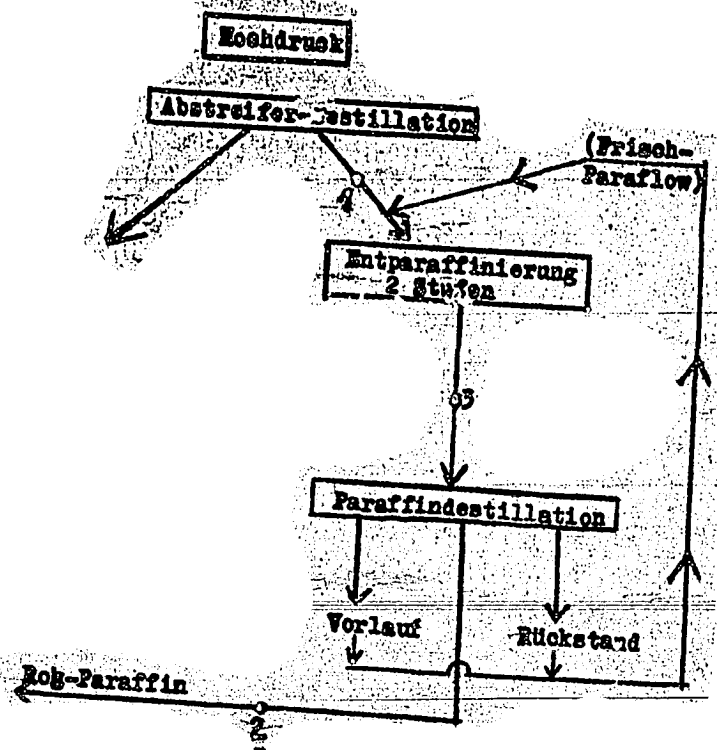
<u>Schlechtes TTH-Paraffin</u>		<u>Im Kippfilter erhält</u>	
d70	0,787	Öl	12%
Schmelzpunkt	49,6°	d70 des Öls	0,8425
Anilinpunkt	+109,5°	Paraffin	88%
Ölgehalt	18,7%		0,778
Smp.d.Ölfreien	52,6°		51,400
Paraffins			111,500
		Smp.d.reinen Paraffins	7,06%
			52,200
		Welchpar.im Öl	
		Schmelzpunkt	27,6%
		Nach AlCl3-Raffination:	+3200
		d70	
		Schmelzpunkt	

In Oppau konnte durch AlCl_3 -Raffination allein das schlechte Paraffin nicht auf die geforderten Daten gebracht werden. Damit ist gezeigt, dass das TTH-Paraffin als solches gut ist, und dass ferner das in Zeitz angewandte Aufschwemmungsverfahren keine schlechteren Resultate seigt als die Wiederauflösung in Propan. Die Qualitätsminderung des Zeitzer Produktes lag also an der Entparaffinierung.

Zur Abhilfe sind folgende Vorschläge erwogen worden:

Durch Heraufsetzen der Filterdrehzahl würde der Kuchen dünner und beim Nachwaschen besser entölt werden; die gleiche Wirkung wäre durch Zugabe von mehr Paraffin zu erreichen. Dr. Wille in Zeitz hat gefunden, dass die Dichte des Paraffins bei längerer Verweilzeit des Gatsches I im Maischbehälter um 0,002 zurückgeht; es ist daher die Aufstellung weiterer Maischbehälter geplant. Ob das den erhofften Erfolg bringt, erscheint fraglich, weil dann schon die viel intensivere Durchmischung in den neuen Orifice-Mischern in Zeitz eine Besserung gebracht haben sollte, was nicht der Fall ist. Ferner sind in Ludwigshafen Raffinationsversuche mit AlCl_3 bzw. H_2SO_4 in Propanlösung beabsichtigt.

Andererseits könnte an geeigneter Stelle eine Hochdruck-Wasserstoff-Raffination eingeschaltet werden. In Leuna wurde gezeigt, dass TTH-Paraffin bei 13-14 mV über 5058 ohne Spaltung raffiniert werden kann, wobei für die Fettsäurefabrikation brauchbares Paraffin entsteht; nach Ludwigshafener Ergebnissen beträgt die Ausbeute 92-93%. Hierzu werden weiterhin mit verschiedenen Produkten in Ludwigshafen Versuche angestellt. Die Anwendung der H_2 -Raffination müsste im untenstehenden Zeitzer Terarbeitsganges an den 1 oder 2 erfolgen, also entweder vor der Paraffinzugabe zur Entparaffinierung oder nach dem Heraus-schneiden der 5-95%-Fraktion des Paraffins. Die an sich beste Möglichkeit 3 scheidet aus, da hierbei entweder das teure Paraffin (rund RM 3 je kg) versetzt oder eine Zwischendestillation zu seiner Abtrennung erforderlich würde. (Paraffin versetzt sich bei 360° , die H_2 -Raffination arbeitet bei etwa 400°).

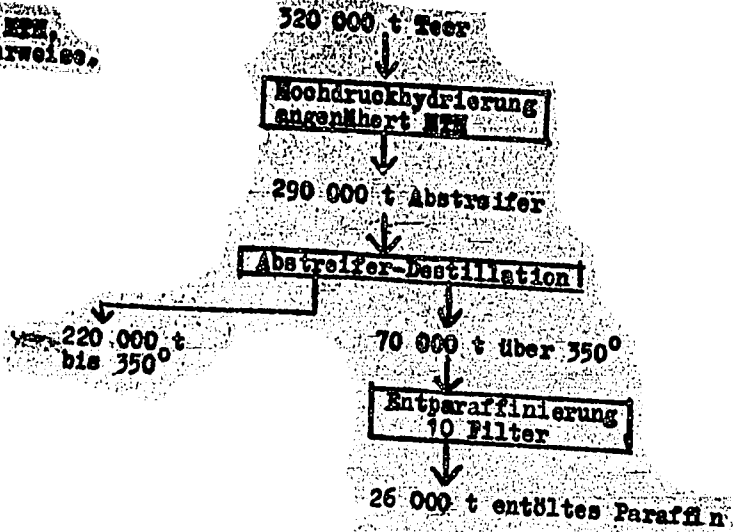


Von den Möglichkeiten 1 und 2 ist 1 vorzuziehen, weil eine Wasserstoff-Raffination VOR der Entparaffinierung wahrscheinlich die Filterleistung und damit die Kapazität der Anlage verbessern dürfte.

Vor der Einrichtung einer solchen Raffination müssten noch Kleinversuche in Ludwigshafen angestellt werden, insbesondere mit TH-Abstreifer. Nun ist in Zeitz aber noch eine reine TH-Arbeitsweise angewandt worden, weil die Entparaffinierung nicht in der Lage war, die dann anfallenden grossen Rückstandsmengen aufzunehmen. Das sei in den folgenden Schemata verdeutlicht.

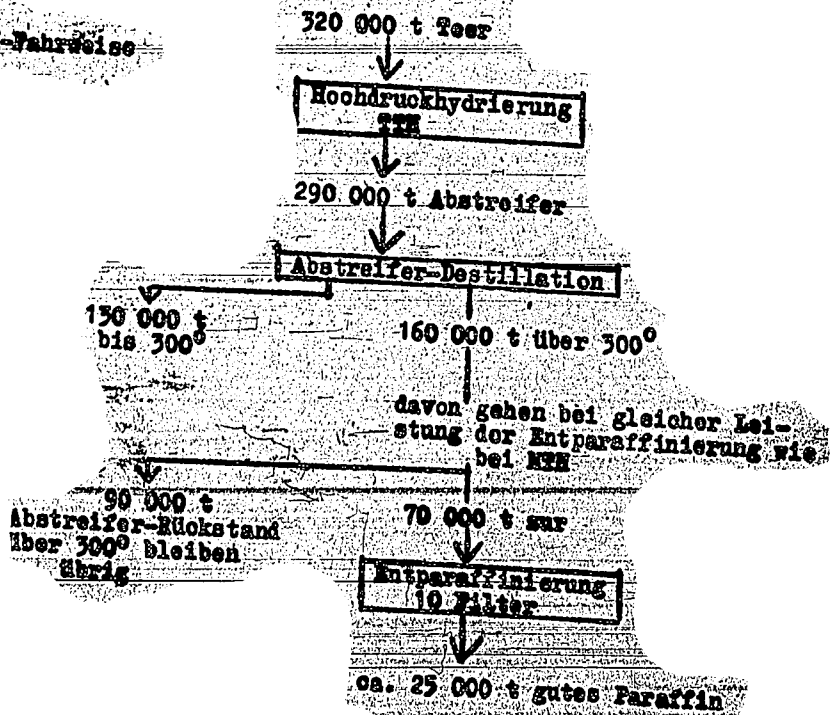
Schema 1

angenähert MTH,
heutige Fahrweise.



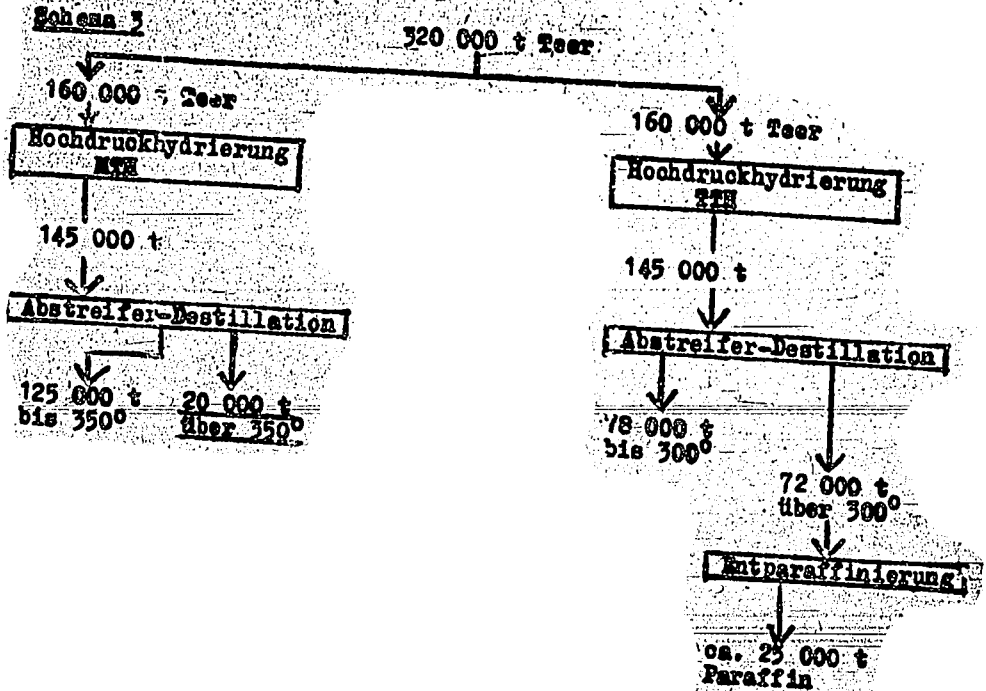
Schema 2

reine MTH-Fahrweise



Die nach Schema 2 übrigbleibenden 90 000 t Abstreifer-Rückstand sind schwierig unterzubringen; man könnte sie in 2 Kammern nach MTH-Fahrweise verarbeiten, behielte aber dann immer noch 15 000 t MTH-Abstreifer-Rückstand.

Es soll nun Zeits vorgeschlagen werden, einige Wochen nach folgendem Schema 3 zu arbeiten:



Durch die Aufteilung nach Schema 3 würde erreicht:

- 1) Oppau erhält sein Paraffin wie bisher, sofern mit genügender Propanmenge gearbeitet wird,
- 2) die Entparaffinierung erhält nicht mehr, als sie trotz 50% iger Leistung aufnehmen kann,
- 3) die erwünschten Produkte zur Prüfung der H₂-Refination in Kleinversuchen würden zugänglich.

Dagegen würden 20 000 to pro Jahr MTH-Abstreifer über 350° einige Wochen lang anfallen und also etwa 1 500 - 2 000 t davon gestapelt werden müssen, die sich später schon unterbringen ließen.

Falls die Raffinationsversuche mit Wasserstoff in Ludwigshafen die Anlage einer H_2 -Raffination für Zeitz empfehlenswert erscheinen lassen, so würden sich die Kosten auf etwa 1,2 Mill. RM - für Hochdrucköfen, Vorheizer, 500 m Leitung, aber ohne Tankraum - belaufen. Schwieriger ist die Eisenbeschaffung. Die Öfen wären notfalls am ehesten erhältlich, sodass zu prüfen wäre, ob man zwecks Leitungs- und Bau-Ersparnis in die Zeitzer Kammern zu den 3 vorhandenen einen vierten Ofen einbauen könnte. Übrigens würde die Einrichtung einer H_2 -Raffination in Zeitz letztlich nur eine Vergrößerung der Hochdruckkapazität bedeuten, die sich auch bei späterem 100%igem Arbeiten der Entparaffinierung oder bei Umstellung auf andere Fahrweise als nützlich erweisen könnte.

Zusammenfassung.

In Zeitz ist geplant bzw. begonnen:

- 1) Aufstellung weiterer Filter
- 2) " " " " " "

Maischbehälter

In Ludwigshafen wird untersucht:

- 1) die Beziehung von Filterkuchenstärke zu Paraflo-zusatz,
- 2) der Einfluß des Fremddöls im Paraflo
- 3) die Raffination mittels $AlCl_3$ oder H_2SO_4 in Propanlösung
- 4) die H_2 -Raffination von verschiedenen Produkten.

Zeitz soll vorgeschlagen werden:

- 1) Erhöhung der Filterdrehzahl
- 2) verbesserte Kühlung der Filterwanne
- 3) Zugabe von mehr Paraflo
- 4) Fahrweise einige Zeit nach Schema 3
- 5) Entweder die Verdoppelung der Filter oder die Einrichtung einer H_2 -Raffination

gez. Hölscher.