Gründe :

1) Phenolwasseranfuhr durch vorhandenen Kandel.
2) Vorhandene Klärbecken als Vor- und Nachklärbecken benutzbar.
3) Zur Überführung des extrahierten Phenolwassers in die II. Entphenolierungsstufe - adsorptive Behandlung - sind nur ganz kurze Leitungen (Heber) notwendig.

Rentabilitätsberechnung:

POOR COPY

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkten Haftung

Zu Progr.-Nr. 21363

Verzeichnis der Inventarzugänge

Bau- bzw. App.-Nr.	Gegenstand	Schätzung der Bau-Abt.	Masch.-Abt.
	Baukonto:		
	1 Pumpenraum	~~13 000~~ 6000	
	Behältergrube	6 400	
	Unterstützungsgerüst	18 000	
	Umänderung am Klärbecken (Me)	500	
	Kanäle für Rohrleitung und Abwässer	6 300	
		44 200	
	Apparate - Konto:		
	Schwelwasserleitung		25 000
	Unterdückerung Me BTA	~~25 000~~ 2 000	
	Trikresilbehälter (vorh.),		3 000
	2 Anstriche, Fundament-u.Erdarbeiten	960 570	
	2 Pumpen für Schwelwasser		1 400
	~~Fundament~~ Erdaushub	~~300~~	
	2 Elektromotore		1 600
	2 Ölschalter		300
	2 schmiedeeiserne Waschtürme, Anstrich	~~1 300~~ 1 500	~~20 000~~ 12 000
	1 Abscheider aus Schmiedeeisen, "	40	1 900
	~~2 Kühler und Anstrich~~	50	1 200
	1 Destillierkolonne ,		6 000
	Raschigringe 25 x 25		3 000
	Isolierung	1 200	
	2 Tripumpen und Fundament	50	700
		73 100	64 100
		73 100	64 100

1885 27

POOR COPY

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Zu Progr.-Nr. .....

- 2136 -

Verzeichnis der Inventarzugänge

Bau- bzw. App.-Nr.	Gegenstand	Schätzung der Bau-Abt.	Schätzung der Masch.-Abt.
	Übertrag	73 100	64 100
	2 Motoren		800
	2 Ölschalter	50	200
	1 Regenrator und Anstrich		500
	1 Röhrenkondensator und Anstrich	100	12 500
	1 Tauchtopf und Erdaushub	70	260
	1 Phenolabscheider aus Schmiedeeisen	230	3 300
	~~1 Penolbehälter 15 cbm und Anstrich~~	~~600~~ 300	1 800
	2 Vakuumpumpen	~~800~~ 200	10 000
	2 Motoren	~~400~~ 100	2 000
	2 Ölschalter		300
	1 Phenolverladepumpe	100	350
	1 Motor		400
	1 Ölschalter		150
	Rohrleitungen incl. Montage, Anstrich	~~4 000~~ 2 000	20 000
	Gesamte Isolierung	20 000	
	Absperrorgane , Anstrich	40	3 000
	Rohrunterstützung, Anstrich, Rohrsättel usw.	~~200~~ 100	1 000
	Transmission , Anstrich	10	550
	Riemen für Vakuumpumpe		200
	Tonrohrleitung	200	
	Elektrische Kraftleitung		2 700
	Beleuchtung	500	2 800
		99 900	126 910
		99 900	126 910

1885 27

POOR COPY 41

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Zu Progr.-Nr. .....

21365

Verzeichnis der Inventarzugänge

Bau- bzw. App.-Nr.	Gegenstand	Schätzung der Bau-Abt.	Schätzung der Masch.-Abt.
	Übertrag	99 900	126 910
	Heizung	1 000	
	Niederpsannung für Kraft		1 500
	Erdungsleitungen		500
	Niederspannung für Licht		500
	" für Verteilerleitungen	300	1 200
	Unvorhergesehenes		28 190
		101 200	158 800
	Mehrforderung	101.200	130.610
		260.000	
		30.000	
		290.000	

1885. 27

POOR COPY 41

Lw.den 15.8.30. Lstr.

Versuchsentphenolierung.

21336

Jn die Kolonne tritt ein:

150 kg 40° = 132,5 Tri + 15 kg Ph + 2,5 H_2O

1,5% Wassergehalt des Tri
10% Phenolgehalt

30 kg Dampf indirekt 16 ata 200°
17,5 " Sattdampf 1,5 ata 170°

Ausgang Kolonne:

Tri mit 0,5 Wasser 140°

Phenoldämpfe 130° besteht aus:

17,5 kg Dampf
13,9 " Phenol
1,5 " Wasser

Durchsatz 3000 kg Schwelwasser mit 0,5% Phenol.
Regeneriert werden 92,5%

also $\frac{92,5 \cdot 15}{100}$ = 13,9 kg Phenol

Fischer.

POOR COPY

Lw.den 15.8.30. Lstr.

Versuchsentphenolierung.

21367

In die Kolonne tritt ein:

150 kg 40° = 132,5 Tri + 15 kg Ph + 2,5 H_2O

1,5% Wassergehalt des Tri
10% Phenolgehalt

30 kg Dampf indirekt 16 ata 200°
17,5 " Sattdampf 1,5 ata 170°

Ausgang Kolonne:

Tri mit 0,5 Wasser 140°

Phenoldämpfe 130° besteht aus:

17,5 kg Dampf
13,9 " Phenol
1,5 " Wasser

Durchsatz 3000 kg Schwelwasser mit 0,5% Phenol.
Regeneriert werden 92,5%

also $\frac{92,5 \cdot 15}{100}$ = 13,9 kg Phenol

Reinluft.

POOR COPY

Kurz

Zweiter Bericht
des technischen Sachverständigen des Fachbereiches Phenol und Homologe

42

POOR COPY 42

Im April 1944

Zweiter Bericht des technischen Sachverständigen des Fachbereiches Phenol und Homologe

21368

Die Phenol-Erhebungen, deren Ergebnisse in dem 1.Bericht des Herrn Dir. Dr.v.Staden vom Dezember 1943 niedergelegt worden sind, hatten das Ziel, die Erzeugungs- und Verarbeitungsmöglichkeiten der deutschen Industrie für Phenol und dessen Homologe zu überprüfen und festzustellen, ob bezw. in welchem Umfange noch Produktionssteigerungen ohne Neuinvestierungen möglich sind.

Die Erhebungen hatten ergeben:

1.) Erzeugungs- und Verarbeitungsmöglichkeiten

Ende 1944 können in der gesamten deutschen Industrie aus Abwässern und Zwischenprodukten der Kokereien, Schwelereien und Hydrierwerke gewonnen werden:

	Saure Öle	161 085 Jato	
mit:	Phenol (Karbolsäure)	48 975 "	+ 14 600 Jato Synthese-Phenol
	Kresole	60 180 "	
	Xylenole	10 405 "	
	Summe C_6-C_8-Phenole	119 560 Jato; einschl.Synthese Phenole	134 160 Jato

Diese Zahlen weichen etwas von den im 1.Bericht niedergelegten Zahlen ab, da noch einige Erzeuger hinzugekommen sind, die seinerzeit noch nicht erfaßt worden waren.

2.) Möglichkeiten der Produktionssteigerung

Die Verarbeitungskapazitäten verschiedener Werke sind noch nicht voll ausgenutzt. Sowohl in der Verarbeitung von Phenolatlaugen auf Rohphenolöle als auch in der Destillation der gewonnenen Rohphenolöle ist bei einer genügenden Rohstoff-Zufuhr eine gewisse Produktionssteigerung möglich.

Aufgabe der weiteren, in dem vorliegenden Bericht zusammengestellten Erhebungen war es, festzustellen, ob und mit welchen Mitteln diese freien Kapazitäten zur Produktionssteigerung herangezogen werden können und wieweit darüberhinaus weitere Produktionsausweitungen möglich sind.

Zur Klarstellung dieser Fragen wurden folgende Punkte geprüft:

1.) Ermittlung der gesamten im Großdeutschen Reich vorhandenen Mengen an Phenol und Homologen, unabhängig davon, ob dieselben heute gewonnen werden, oder ob deren Gewinnung wirtschaftlich durchgeführt werden kann. Durch Ermittlung dieser Zahlen sollte festgestellt werden, welche Phenolmengen im günstigsten Fall überhaupt jemals zur Verfügung stehen.

2.) Überprüfung der Ausbaumöglichkeiten, die sich als Sofortprogramm durchführen lassen.

Geheim!

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

Mu 26/42 53/44 9

POOR COPY 42

Zu 1.) Ermittlung der gesamten im Großdeutschen Reich vorhandenen Mengen an Phenol und Homologen

Insgesamt sind in den Abwässern, sowie in den End- und Zwischenprodukten der Kokereien, Schwelereien und Hydrierwerke an phenolischen Bestandteilen enthalten:

627 515 Jato saure Öle

(wobei unter sauren Ölen Produkte verstanden werden, die phenolischen Charakter haben und in Natronlauge löslich sind)

davon	88 140 Jato	Phenol (Karbolsäure)
	152 925 "	Kresole
	92 740 "	Xylenole
	333 805 Jato	C_6-C_8-Phenole

Unter Berücksichtigung der obengenannten Produktionszahlen, die bereits Ende 1944 erreicht werden, verbleiben an bisher noch nicht verwerteten Phenolen folgende Mengen:

466 430 Jato	saure Öle	= 75%	der gesamten vorhandenen sauren Öle
39 165 "	Phenol	= 45%	des " " Phenols
92 745 "	Kresole	= 60%	der " " Kresole
82 335 "	Xylenole	= 90%	der " " Xylenole
214 245 Jato		ca. 65%	der gesamten vorhandenen C_6-C_8-Phenole.

In den phenolhaltigen Rohprodukten sind demnach noch bedeutende Reserven vorhanden. Selbst vom Phenol, dessen Nutzbarmachung am weitesten fortgeschritten ist, sind noch 45% der vorhandenen Mengen ungenützt. Bei den Kresolen und Xylenolen, vor allem aber bei den höhersiedenden Phenolen, sind diese Mengen noch wesentlich höher.

Die Nutzbarmachung dieser Produkte läßt sich z.Zt. in vollem Umfange nicht verwirklichen, einmal weil die erforderlichen Apparaturen fehlen und während des Krieges voraussichtlich nicht mehr erstellt werden können, vor allem aber, weil die meisten Hydrierwerke, deren Produkte für die Entphenolung an sich besonders geeignet wären, bei den heutigen hohen Anforderungen an die verschiedenen Spezial-Treibstoffe auf einen gewissen Gehalt an Aromaten angewiesen sind und deshalb eine Entphenolung überhaupt nicht, oder nur in begrenztem Umfange vornehmen können.

Unter Berücksichtigung dieser Schwierigkeiten sind nur die Möglichkeiten zur Produktions-Ausweitung erwogen worden, die mit einem Minimum an Neuinvestierungen als Sofortprogramm durchgeführt werden können.

Zu 2.) Überprüfung der Ausbaumöglichkeiten, die sich als Sofortprogramm durchführen lassen.

A) Ausnutzung der vorhandenen Kapazitäten zur Verarbeitung von Phenolatlauge.

In dem 1.Bericht wurde daraufhingewiesen, daß Ende 1944 etwa 20 000 Jato freie Kapazität in der Verarbeitung von Phenolatlaugen vorhanden sind, die z.T. wegen Mangel an Rohstoffen nicht voll ausgenutzt sind. Es wurde deshalb geprüft, ob bezw. mit welchen Mitteln sich zusätzliche Mengen an Phenolatlauge gewinnen lassen, die von den Werken mit freier Verarbeitungs-Kapazität aufgenommen werden können. Dabei mußte berücksichtigt werden, daß die Gewinnungsstätten einigermaßen frachtgünstig zu den Verarbeitungsstätten liegen, um die Wirtschaftlichkeit der Phenolgewinnung nicht durch zu lange Transportwege in Frage zu stellen. Es wurde deshalb der gesamte großdeutsche

POOR COPY 42

21370

Wirtschaftsraum in West- Mittel- und Ost-Deutschland unterteilt und jedes dieser Teilgebiete für sich getrennt betrachtet.

Die freie Kapazität verteilt sich dann wie folgt:

West-Deutschland	5 000	Jato Rohphenolöl in Form von Phenolatlauge
Mittel-Deutschland	13 000	" " " " " "
Ost-Deutschland	3 000	" " " " " "

1. West-Deutschland

Die Kapazität der westdeutschen Verarbeitungswerke setzt sich folgendermaßen zusammen:

Raschig, Ludwigshafen		1 000 to
Rütgers, Rauxel	ca.	2 000 "
G.f.T., Duisburg	"	2 000 "
		5 000 to

Bei der G.f.T. muß lediglich ein geringfügiger Engpaß in der Kaustifizierung durch Aufstellen einiger Apparaturen, die einen Eisenbedarf von 66 to Maschineneisen bedingen, beseitigt werden.

Zur Ausnutzung dieser freien Kapazitäten sind folgende Maßnahmen erforderlich:

Maßnahmen	Werk	Eisenbedarf	zusätzlich zu gewinnende Rohphenolmengen in Jato
Fertigstellung der bereits begonnenen Anlagen zur Entphenolung der Abwässer	Kokerei M. Stinnes	244,2 to das Eisen war für I/44 zum großen Teil zugeteilt, der Rest soll für das II/44 zugeteilt werden.	320
	Hydrierwerk Welheim		100
Fertigstellung der bereits begonnenen Anlagen zur Entphenolung der Abwässer	Kokerei Thyssen 4/8	110,0 to das gesamte Eisen ist bereits zugeteilt.	380
Entphenolung eines Teiles der Benzinproduktion in einer stillgelegten Anlage.	Hydrierwerk Scholven	es ist kein Eisen erforderlich	1 500
Entphenolung der Abwässer durch Errichten einer neuen Entphenolungs-Anlage	Hydrierwerk Gelsenberg	400,0 to Bauvorhaben ist noch nicht eingereicht.	1 200
	G e s a m t :	754,2 to	3 500

Durch die vorgeschlagenen Maßnahmen können zusätzlich 3 500 Jato Rohphenolöl erzeugt werden. Es bleibt dann noch eine freie Kapazität von 1 500 Jato, die voraussichtlich benötigt wird, um die bei der Steinkohlenschwelerei Marienau anfallenden phenolhaltigen Leichtteere aufzuarbeiten. Diese Möglichkeit wird z.Zt. noch geprüft.

- 4 -

POOR COPY 42

2. Mittel-Deutschland

Über den Hauptanteil an freier Kapazität verfügt das Hydrierwerk Brüx. Brüx entphenolt bekanntlich seine Hydrierabwasser und bestimmte phenolhaltige Ölfraktionen mit Natronlauge. Da hierbei bereits fast alle Karbolsäure gewonnen wird, können durch eine Ausnutzung der freien Kapazität in der Verarbeitung von Phenolatlauge zusätzlich nur noch Kresole gewonnen werden. Sollte eine stärkere Verknappung an Kresolen eintreten, kann von dieser Möglichkeit Gebrauch gemacht werden.

3. Ost-Deutschland

Die freie Kapazität von 3 000 Jato Rohphenolöl kann nicht voll ausgenutzt werden, ist aber als Reserve für Ausfälle in anderen Werken sehr erwünscht. So konnte in letzter Zeit ein Teil der in Erkner ausfallenden Produktion nach den Ostwerken verlagert werden. Außerdem wird geprüft, ob nach Inbetriebnahme der Steinkohlenschwelerei Myslowitz der dort anfallende Leichtteer, falls er nicht in Auschwitz verarbeitet wird, in einem dieser Ostwerke entphenolt werden kann.

B) Zusätzliche Gewinnungsmöglichkeiten in anderen vorhandenen Entphenolungs-Anlagen.

Durch Änderungen in der Fahrweise oder durch Errichtung einiger Zusatzapparaturen lassen sich noch folgende Phenolmengen zusätzlich gewinnen:

Maßnahmen	Werk	Eisenbedarf	zusätzlich zu gewinnende Rohphenolmengen in Jato
Entphenolung des Schwelbenzins mit NaOH und Karbonisierung der Phenolatlauge an Ort und Stelle. Apparatur kann aus vorhandenen Teilen zusammengestellt werden.	Hefrag Schwelerei Wölfersheim	kein Eisenbedarf	390
Entphenolung eines phenolhaltigen Kondensates, das bisher anderweitig ohne Gewinnung der Phenole eingesetzt worden ist	Hydrierwerk Pölitz	kein Eisenbedarf	550
Aufstärken des Hydrierabwassers durch Waschen einer phenolreichen Ölfraktion und Entphenolen des Wassers in der vorhandenen Phenosolvan-Anlage	Hydrierwerk Pölitz	100 t+)	3 000
Gesamt:		100 t	3 940 Jato

Mit einem sehr geringen Aufwand an Eisen können ca. 4 000 Jato Phenole zusätzlich erzeugt werden. Die Durchführung dieser Vorschläge ist s.Z. schon erfolgt.

+) vorläufige Schätzung, muß noch genau ermittelt werden.

POOR COPY 42

c) Zusätzliche Gewinnungsmöglichkeiten durch Errichtung neuer Phenosolvan-Anlagen zur Entphenolung von Abwässern.

Eine ganze Anzahl von Schwelereien läßt ihre phenolhaltigen Abwasser noch weglaufen oder vernichtet sie. Eine Überprüfung ergab, daß eine Gewinnung dieser Abwasserphenole durch Extraktion mit Phenosolvan an sich möglich ist; die Errichtung der Anlagen kann jedoch wegen des hohen Eisenbedarfes und Arbeitsaufwandes mit wenigen Ausnahmen zum jetzigen Zeitpunkt nicht empfohlen werden. Es wird deshalb vorgeschlagen, sich auf die Errichtung der folgenden Anlagen zu beschränken, die aus gewerbehygienischen Gründen unbedingt erforderlich sind bezw. bei verhältnismäßig geringem Eisenbedarf viel Phenole bringen.

Maßnahmen	Werk	Eisenbedarf	zusätzlich zu gewinnende Rohphenolmengen in Jato
Phenosolvan-Anlage zur Abwasser-Entphenolung	Steinkohlenschwelerei Myslowitz	ist im Rahmen der Schwelerei mit genehmigt 520 to	890
Phenosolvan-Anlage zur Abwasser-Entphenolung	Steinkohlenschwelerei Marienau geschätzt	ist im Rahmen der Schwelerei mit genehmigt 520 to	930
Phenosolvan-Anlage zur Abwasser-Entphenolung einschließlich Aufstärkung	Schwelerei Offleben	Bauvorhaben ist noch nicht beantragt 500 to	2 150
G e s a m t :		1 540 to	3 970

Insgesamt können mit einem Aufwand von 2 460 to Eisen, von denen 1 394 to bereits genehmigt und teilweise ausgeliefert sind, ca. 11 560 Jato Rohphenolöle mit 9 395 Jato C_6-C_8-Phenolen gewonnen werden.

Zusammenfassung:

In Großdeutschland sind in den Abwässern, im Benzin, in den Teerölen und anderen Produkten der Kokereien, Schwelereien und Hydrierwerke insgesamt an sauren Ölen enthalten 627 515 Jato, davon an verwertbaren niedrigsiedenden Phenolen (Karbolsäure, Kresol, Xylenol) 333 805 Jato. 119 560 Jato werden hiervon Ende 1944 verarbeitet, sodaß noch 214 245 Jato bisher nicht verwertet werden. Die zusätzliche Gewinnung größerer Phenolmengen scheitert z.Zt. an dem Mangel an Apparaturen und an den Schwierigkeiten, die heute der Errichtung neuer Anlagen entgegenstehen, vor

POOR COPY 42

Prüfungsergebnis.

Die Ermittlung der Rohstoffquellen für die Erzeugung von Phenol und dessen Homologen wurde so durchgeführt, daß in sämtlichen Steinkohlenteer-Destillationen, Braunkohlen- und Steinkohlen-Schwelereien, sowie in allen Hydrierwerken die gesamten, in den Abwässern und in den verschiedenen Produkten, wie Teerölen, Benzinen, Mittelölen usw. enthaltenen sauren Öle analytisch erfaßt wurden. In den meisten Fällen wurden außerdem Phenol, Kresol und Xylenol einzeln bestimmt, in wenigen Fällen die Mengen dieser Produkte auf Grund von Erfahrungszahlen geschätzt.

Im gesamten großdeutschen Raum stehen insgesamt zur Verfügung:

627 515 Jato saure Öle

mit 88 140 " Phenol
152 925 " Kresol
92 740 " Xylenol

333 805 Jato niedrigsiedende Phenole (Phenol, Kresol, Xylenol).

Von diesen Mengen entfallen auf die

Steinkohlenkokereien	12%	mit	41 295	Jato	Phenol + Kresol + Xylenol		
Schwelereien	23%	"	76 150	"	"	"	"
Hydrierwerken	65%	"	216 360	"	"	"	"

In den Abwässern der Kokereien, Schwelereien und Hydrierwerken sind von der gesamt ermittelten Menge enthalten:

13% mit 43 240 Jato

die restlichen 87% " 290 565 " finden sich in den Benzinen, Teerölen, Mittelölen u.a. Produkten der obengenannten Anlagen.

Die Mengen, die bei den einzelnen Werken vorhanden sind, ferner die Mengen, die bereits gewonnen werden bezw. durch ein Sofortprogramm noch zusätzlich gewonnen werden können, sind am Schluß des Berichtes in den Tabellen 1-4 und den dazugehörigen Schaubildern I-III zusammengestellt, und zwar sind die Phenole nach ihrer Herkunft in 3 Gruppen zusammengefaßt:

I. Phenole aus Steinkohlenkokereien Tabelle 1, Schaubild I
II. " " Schwelereien " 2, " II
III. " " Hydrierwerken " 3, " III
Zusammenfassende Übersicht über Tabelle 1-3 Tabelle 4.

In den Tabellen ergibt sich aus der Differenz zwischen "vorhandene Phenole" und den "bereits gewonnenen Phenolen" die Menge der "noch nicht verwerteten Phenole", deren Gewinnung jedoch aus den bereits geschilderten Gründen nicht ohne weiteres möglich ist. Schließlich sind noch die durch ein "Sofortprogramm gewinnbaren Phenole" gesondert aufgeführt, die nach dem augenblicklichen Stand nutzbar gemacht werden können. Es steht zu erwarten, daß sich auf Grund der weitergeführten Erhebungen noch zusätzliche Möglichkeiten zur Produktionsausweitung ergeben werden.

In den Tabellen sind die Abwasserphenole gesondert von den in Teerölen und Hydrierungsprodukten enthaltenen Phenolen aufgeführt. In den Schaubildern mußte der Übersichtlichkeit halber auf diese Unterteilung verzichtet werden. Die einzelnen Produkte sind als Säulen in Jahrestonnen dargestellt, wobei die bereits gewonnenen Phenole farbig, die noch nicht verwerteten Phenole nicht angelegt sind. Die durch das Sofortprogramm zu gewinnenden Phenole sind schräg schraffiert.

POOR COPY 42

Es bedeuten:

rot = Phenol (Karbolsäure)
blau = Kresole
violett = Xylenole
grün = Summe Phenol + Kresol + Xylenol

Im einzelnen hatten die Erhebungen folgende Ergebnisse:

I. Phenole aus Steinkohlenkokereien

Tabelle 1, Schaubild I

Hier werden praktisch die gesamten vorhandenen Mengen Phenol und Homologe bereits gewonnen. Irgendwelche Maßnahmen zur weiteren Phenolgewinnung sind deshalb nicht zu ergreifen.

An C_6-C_8 Phenolen (Phenol + Kresol + Xylenol) wurden ermittelt:

Angaben in Jato	vorhandene Phenole	bereits gewonnene Phenole Stand Ende 1944	noch nicht verwertete Phenole	durch Sofortprogramm gewinnbare Phenole
Abwasser-Phenole	5 700	5 000	700	700
Teer-Phenole	35 595	35 445	150	150
Gesamtphenole	41 295	40 445	850	850

Die Zunahme, die über die bereits gewonnenen Phenolmengen hinaus noch möglich ist, ist zurückzuführen auf eine Mehrerzeugung bei Skalley, bedingt durch das Anfahren der Kokerei Kattowitz und auf eine Mehrerzeugung bei der Emscher Genossenschaft durch die Entphenolung der Abwässer auf den Zechen Mathias Stinnes und Thyssen. Die Fertigstellung dieser Entphenolungs-Anlagen wird empfohlen.

II. Phenole aus Schwelereien

Tabelle 2, Schaubild II

Bei den Schwelereien wurden folgende Mengen an C_6-C_8 Phenolen (Phenol + Kresol + Xylenol) ermittelt:

Angaben in Jato	vorhandene Phenole	bereits gewonnene Phenole Stand Ende 1944	noch nicht verwertete Phenole	durch Sofortprogramm gewinnbare Phenole
Abwasser-Phenole	23 620	18 405	5 215	1 695
Teer-Phenole	52 530	9 970	42 560	1 070
Gesamtphenole	76 150	28 375	47 775	2 765

POOR COPY 42

1. Abwasserphenole

Bei den Schwelereien sind in den Abwässern verhältnismäßig viel Phenole enthalten. Die großen Schwelereien, wie die ASW., Brüx, Blechhammer usw. entphenolen heute bereits ihre Abwässer weitgehend. Dagegen werden die Schwelwässer bei den anderen Schwelereien meist noch vernichtet. Zum Teil werden sie in Zechstein versenkt, zum Teil in Kesselhäusern und Generatoren verbrannt oder biologisch abgebaut.

Diese Verfahren erfordern erhebliche Betriebskosten, ohne daß dafür ein Erlös für die Phenole erzielt werden kann, da diese ja dabei verloren gehen. Eine Entphenolung der Abwässer und Nutzbarmachung der Phenole würde daher, selbst bei relativ hohen Entphenolungskosten, immer wirtschaftlich sein. Die Möglichkeiten der Abwasser-Entphenolung sind daher schon eingehend geprüft worden, und es liegen für fast alle Schwelereien Angebote der Lurgi zur Abwasser-Entphenolung mit Phenosolvan vor. Die Angebote sind in der Tabelle 5 übersichtlich zusammengestellt.

Insgesamt könnten danach ca. 9-10 000 Jato Rohphenolöle mit 7 000 Jato C6-C8 Phenolen (Phenol + Kresol + Xylenol) aus den Abwässern der Schwelereien zusätzlich gewonnen werden. Die Errichtung der verschiedenen Entphenolungs-Anlagen ist jedoch z.T. mit relativ hohem Aufwand an Eisen verbunden, dessen Investierung unter den heutigen schwierigen Verhältnissen in den meisten Fällen nicht gerechtfertigt erscheint. In der folgenden Übersicht (siehe auch die letzte Spalte der Tabelle 5) ist der spezifische Eisenbedarf bezogen auf das Phenolausbringen eingetragen, ausgedrückt in to Eisen/Jato verwertbare Phenole (Karbolsäure + Kresol + Xylenol)

Anlage	spez. Eisenbedarf nach dem Angebot der Lurgi t Eisen/Jato C6-C8-Phenole
Schwelerei Offleben	0,24
" Profen	0,95
" Deutzen	0,33
" Wölfersheim	0,70
" Gölzau	0,90
" Regis	noch kein Angebot
Steinkohlenschwelerei Myslowitz	2,20
" Marienau	1,04

Wie man aus dieser Übersicht ersieht, ist der spezifische Eisenverbrauch bei der Schwelerei Offleben am geringsten, da hier für 1 Jato Phenole nur 0,24 to Eisen benötigt werden, während bei allen anderen Schwelereien z.T. wesentlich höhere Eiseninvestierungen erforderlich sind. Verhältnismäßig günstig liegen die Verhältnisse noch bei der Schwelerei Deutzen. Da jedoch der zu erreichende Entphenolungsgrad nicht genügt, um das entphenolte Abwasser in den Vorfluter, die Pleiße abzulassen, muß noch eine Nachentphenolung nachgeschaltet werden, wodurch das Projekt Deutzen wieder unrentabel wird. Ähnlich liegen die Verhältnisse bei der Schwelerei Regis. Unter Berücksichtigung dieser Umstände wird empfohlen, zunächst nur die Schwelerei Offleben im Rahmen eines Sofortprogrammes mit einer Entphenolungs-Anlage auszurüsten.

Die bereits im Bau befindlichen Phenosolvan-Anlagen von Myslowitz und Marienau bringen bei verhältnismäßig hohem Eisenaufwand nur wenig brauchbare Phenole; eine Errichtung dieser Anlagen kann deshalb nur befürwortet werden, weil die Abwasserverhältnisse in diesen Werken so ungünstig liegen, daß eine andere Beseitigung aus gewerbehygienischen Gründen nicht möglich ist.

POOR COPY 42

2. Teerphenole

Außer der Entphenolung der Abwässer besteht noch die Möglichkeit, die Schwelprodukte wie z.B. phenolhaltige Leichtöle, Benzinfraktionen usw. zu entphenolen.

Bei der Aktiengesellschaft Sächsische Werke (Prüfungsergebnis 1.Bericht, Seite 18, Abschnitt 19) werden die Hauptmengen an Karbolsäure und Kresol durch eine Natronlauge-Wäsche des Leichtöles, das bis zu einem Siedeende von 205° geschnitten wird, gewonnen. Darüberhinaus besteht die Möglichkeit, durch eine zweite Schnittlegung zwischen 205 und 230° weitere Phenolmengen, und zwar vorwiegend Kresole, zu gewinnen. Die Möglichkeit dieser Gewinnung ist bereits ins Auge gefaßt worden. An ihre Verwirklichung kann jedoch erst herangegangen werden, wenn die beim Anfahren befindliche Rohsäure-Fabrikation der ASW einwandfrei läuft und man besser übersehen kann, wie weit die vorhandenen Anlagen ausreichen und ob noch zusätzliche Investierungen erforderlich sind.

Auf der Schwelerei Deutzen (Prüfungsergebnis vorliegender Bericht, Seite 15, Abschn.1) wird die Entphenolung des Leichtöles zweckmäßig mit der Abwasser-Entphenolung kombiniert und muß deshalb bis zur Errichtung der Abwasser-Entphenolung zurückgestellt werden.

In Rositz (Prüfungsergebnis 1.Bericht, Seite 19, Abschn.22) werden Rohbenzine und Dieselöle bereits seit längerer Zeit mit Natronlauge entphenolt. Die aus dem Rohbenzin stammenden Rohphenolöle enthalten erhebliche Mengen störender Neutralölanteile. Da Rositz keine Klardampf-Anlage besitzt, konnten diese Rohphenolöle bisher nicht vom Neutralöl befreit werden und waren deshalb praktisch nicht zu verwerten. Inzwischen ist veranlaßt worden, daß Rositz die Phenolatlaugen nach Leuna liefert, wo sie durch Klardampfung von den störenden Beimengungen befreit und auf Phenol und Kresol weiterverarbeitet werden. Durch diese Maßnahme konnten 1 200 Jato wertvolle Phenole dem Verbrauchssektor zugeführt werden.

Das Schwelwerk Gölzau (Prüfungsergebnis 1.Bericht, Seite 20, Abschn.23) wäscht das bei der Teerdestillation anfallende Rohbenzin mit Natronlauge. Die gewonnenen Phenolatlaugen wurden in Leuna auf ihre Verwertbarkeit geprüft. Leider enthalten sie soviel Verunreinigungen, vor allem Schwefelverbindungen, daß eine Gewinnung von brauchbaren phenolischen Produkten nicht möglich ist.

In Offleben (Prüfungsergebnis vorliegender Bericht, Seite 16 Abschn.2) wird die Entphenolung des Leichtöles mit der Abwasser-Entphenolung kombiniert und wird zweckmäßig mit dieser Anlage gleichzeitig errichtet. Der Bau dieser Anlage wird, wie schon oben erwähnt, empfohlen.

Das bei den Anhaltischen Kohlenwerken (Prüfungsergebnis vorliegender Bericht, Seite 16, Abschn.3) in Köpsen anfallende Leichtöl wird mit Natronlauge extrahiert. Die Verwertbarkeit der Phenolatlauge wird z.Zt. in Leuna geprüft.

Das in der Schwelerei Wölfersheim (Prüfungsergebnis vorliegender Bericht, Seite 17, Abschn. 4) anfallende Leichtöl wird destilliert, wobei eine Schwerbenzin-Fraktion mit einem Siedeende von 200° herausgeschnitten wird. Die Fraktion wird auf unseren Vorschlag mit Natronlauge extrahiert. Das daraus durch Karbonisierung gewonnene Rohphenolöl ist bereits von Leuna und der G.f.T. untersucht worden und kann auf Karbolsäure und Kresol verarbeitet werden; hierdurch sind zusätzlich 390 Jato Rohphenolöl zu gewinnen.

POOR COPY 42

21376

Die auf den Schwelereien Deuben und Nachterstedt (Prüfungsergebnis vorliegender Bericht, Seite 18 Abschn. 5 und 6) anfallenden phenolhaltigen Leichtöle werden z.T. in Leuna, z.T. bei der Brabag verarbeitet. Die in diesen Produkten enthaltenen Phenole werden in den beiden Hydrierwerken teilweise schon gewonnen. In Deuben ist geplant, aus dem Waschöl eine phenolhaltige Fraktion zu schneiden und zur Aufstärkung der Schwelwässer heranzuziehen.

Die bei den Sudetenländischen Treibstoffwerken Brüx (Prüfungsergebnis 1.Bericht, Seite 14, Abschn.11) anfallenden Schwelbenzine werden zusammen mit Hydrierungsprodukten entphenolt. Da diese Produkte nicht getrennt verarbeitet werden, sind sie unter dem Abschnitt Hydrierungs-Phenole aufgenommen.

Bei den Oberschlesischen Hydrierwerken Blechhammer (Prüfungsergebnis 1.Bericht, Seite 15, Abschnitt 12) enthält das anfallende Schwelbenzin nur geringe Mengen Karbolsäure, sodaß eine Entphenolung zunächst wenig Anreiz bietet.

Die in Auschwitz anfallenden Teeröle sollen durch eine Extraktion mit Methanol gewonnen werden. Auf diese Pläne wird zu einem späteren Zeitpunkt noch zurückgegriffen werden.

Die in der Steinkohlenschwelerei Myslowitz (Prüfungsergebnis vorliegender Bericht, Seite 18, Abschnitt 7) anfallenden Leichtteere sollen entweder in Auschwitz oder auf einem der Oberschlesischen Teerdestillationen entphenolt werden. Die Prüfung ist noch im Gange.

Der in Marienau anfallende phenolhaltige Leichtteer wird u.U. bei der G.f.T. im Rahmen der Karbolöl-Verarbeitung mit verarbeitet werden. Das Prüfungsergebnis steht noch aus, die eingesetzten Zahlen stellen eine vorläufige Schätzung dar.

III. Phenole aus Hydrierwerken

Tabelle 3,Schaubild III

Die Hauptmengen an phenolischen Bestandteilen sind, wie aus dem Schaubild III ersichtlich, zweifellos bei den Hydrierwerken zu holen, die in ihren A-Mittelölen noch über außerordentlich große Phenolreserven verfügen. Eine Entphenolung dieser Öle würde wesentlich mehr bringen, als bei den verschiedenen Schwelereien möglich ist. Das Haupthindernis, das einer Nutzbarmachung dieser großen Phenolreserven entgegensteht, ist der Umstand, daß für die Herstellung hochwertiger Benzine ein gewisser Gehalt an Aromaten erforderlich ist. Durch einen Entzug der phenolischen Bestandteile würde jedoch der Anteil an Aromaten im Benzin so weit absinken, daß dessen Eigenschaften (Oktanzahl, Überladekurven usw.) in untragbarem Maß verschlechtert würden. Bei den heutigen besonders hohen Anforderungen an die Spezial-Hochleistungstreibstoffe würde schon durch einen teilweisen Entzug der phenolischen Bestandteile eine so starke Verschlechterung des Benzins bedingt, daß die geforderten Normen nicht eingehalten werden könnten. Außerdem wirken sich im Augenblick die Schwierigkeiten auf dem Eisenmarkt und die Verknappung an Arbeitskräften sehr ungünstig und hemmend aus.

Sollte jedoch der Bedarf an Phenolen für besonders kriegswichtige Zwecke noch weiter ansteigen, so wäre erneut zu prüfen, ob unter diesem Gesichtspunkt nicht doch eine Teilentphenolung bei den Hydrierwerken durchgeführt werden kann, wie dies ja bei einzelnen Werken wie z.B. Leuna, Brüx und Blechhammer schon in bedeutendem Umfange der Fall ist.

POOR COPY 42

Insgesamt sind in den Hydrierwerken folgende Mengen C_6-C_8 Phenole (Phenol+ Kresol + Xylenol) ermittelt worden:

Angaben in Jato	vorhandene Phenole	bereits gewonnene Phenole Stand Ende 1944	noch nicht verwertete Phenole	durch Sofortprogramm gewinnbare Phenole
Abwasserphenole	13 920	12 640	1 280	1 280
Teer-Phenole	202 440	38 100	164 340	4 500
Gesamtphenole	216 360	50 740	165 620	5 780

Die Mengen Phenol und Homologe in den Hydrierabwässern sind im Verhältnis zu den in den Mittelölen und Benzinen enthaltenen Phenolen gering. Ihre Hauptmenge wird bereits gewonnen. Die Gewinnung der restlichen Mengen ist im Sofortprogramm vorgesehen.

Im einzelnen ist zu den Gewinnungsmöglichkeiten folgendes zu bemerken:

Leuna (Prüfungsergebnis 1.Bericht, Seite 13, Abschn.10). Die im A-Mittelöl enthaltenen Phenole werden zum größten Teil bereits schon heute mit Natronlauge extrahiert. Eine Gewinnung der restlichen im Mittelöl enthaltenen Phenole wäre durchführbar, würde jedoch die Errichtung zusätzlicher Apparaturen erfordern. Vor allem müßten die Aufarbeitungsanlagen der gewonnenen Phenolatlaugen, die heute ohne jede Reserve fahren, erweitert werden. Eine für diesen Zweck bereits früher vorgesehene Dorr-Anlage konnte aus Mangel an Arbeitskräften nicht errichtet werden.

Bei den Sudetenländischen Treibstoffwerken (Prüfungsergebnis 1.Bericht, Seite 14, Abschn.11) werden die im Schwelbenzin und im Mittelöl enthaltenen Phenole bereits teilweise durch Extraktion mit Natronlauge nach Koppers gewonnen. Eine zusätzliche Gewinnung von 10 000 Jato Phenolen kann dadurch erreicht werden, daß die zu entphenolende Benzin-Fraktion, die bisher bei einem Siedeende von 205° abgeschnitten wurde, bis 230° geschnitten wird. Die dadurch mehr zu gewinnenden Phenole bestehen dann allerdings in der Hauptsache aus Kresolen. Bei einer weiteren Verknappung an Kresolen kann auf diese Möglichkeit zurückgegriffen werden.

In Pölitz (Prüfungsergebnis 1.Bericht, Seite 15, Abschn.13 u.d.vorl.Bericht Seite 19, Abschn.9) ist die vorhandene Entphenolungsanlage so reichlich bemessen, daß sie noch stärker belastet werden kann. Dies soll dadurch erfolgen, daß weitere phenolhaltige Wässer, die bisher anderweitig eingesetzt waren, der Entphenolung zugeführt werden. Darüberhinaus soll das Hy-Abwasser durch Waschen mit einer phenolhaltigen Fraktion, die aus dem Mittelöl geschnitten werden kann, aufgestärkt werden. Durch diese beiden Maßnahmen können 3 550 Jato Rohphenolöl mit 3 000 Jato C_6-C_8-Phenolen zusätzlich gewonnen werden. Eine Gewinnung weiterer Phenolmengen ist an sich möglich, soll aber wegen der Gefahr der Benzinverschlechterung vorläufig zurückgestellt werden.

Bei den Brabagwerken Böhlen, Magdeburg und Zeitz (Prüfungsergebnis 1.Bericht, Seite 16-17, Abschn.15,16,17) werden die im Benzin enthaltenen Phenole durch eine Natronlaugewäsche bereits gewonnen. Z.Zt. wird geprüft, ob durch Entphenolung der von verschiedenen Schwelereien angelieferten Leichtöle das Ausbringen an Phenolen noch gesteigert werden kann. Wesentliche Phenolmengen sind hier jedoch nicht mehr zu erwarten, da ein Teil der Leichtöle bereits von der ASW. entphenolt wird.

POOR COPY 42

In den westdeutschen Hydrierwerken Wesseling (Prüfungsergebnis 1.Bericht, Seite 18, Abschn.18) Welheim (Prüfungsergebnis vorl.Bericht, Seite 20, Abschn.10) Scholven (Prüfungsergebnis vorl.Bericht, Seite 20, Abschn.11) Gelsenberg (Prüfungsergebnis vorl.Bericht, Seite 21, Abschn.12) könnten z.T. noch ganz erhebliche Mengen an Phenolen gewonnen werden. Die Gewinnung scheitert jedoch aus den oben dargelegten Gründen an der Verschlechterung des Benzins. Das Hydrierwerk Scholven hat sich jedoch auf unseren Vorschlag hin bereit erklärt, eine Teilentphenolung durchzuführen, durch die 1 500 Jato C_6-C_8 Phenole zusätzlich zu gewinnen sind.

Die Entphenolung der Hydrierabwässer wird bei den Werken Wesseling und Scholven bereits durchgeführt. Die Abwässer von Welheim sollen auf der Zeche Mathias Stinnes mit den dortigen Abwässern entphenolt werden. Für die Abwässer von Gelsenberg liegt ein Entphenolungsprojekt vor.

Schlußfolgerung.

Zusammenfassende Übersicht Tabelle 4

Auf Grund der im vorliegenden Abschnitt besprochenen Erhebungen ergeben sich folgende Möglichkeiten zur Gewinnung von Phenolen (Phenol+Kresol+Xylenol):

Angaben in Jato	vorhandene Phenole	bereits gewonnene Phenole Stand Ende 1944	noch nicht verwertete Phenole	durch Sofortprogramm gewinnbare Phenole
Phenole aus Kokereien	41 295	40 445	850	850
Phenole aus Schwelereien	76 150	28 375	47 775	2 765
Phenole aus Hydrierwerken	216 360	50 740	165 620	5 780
Gesamt:	333 805	119 560	214 245	9 395
davon:				
Abwasserphenole	43 240	36 045	7 195	3 675
Teer- u.Hydrier-Phenole	290 565	83 515	207 050	5 720

Wie aus diesen Zahlen ersichtlich, befindet sich die Hauptmenge der Phenole in den Produkten der Hydrierwerke. Der Hauptanreiz zur zusätzlichen Phenolgewinnung ist deshalb zweifellos bei diesen Werken gegeben, da mit verhältnismäßig geringen Eiseninvestierungen große Phenolmengen zu gewinnen wären. Dem gegenüber sind die heute noch nicht verwerteten Phenolmengen aus Schwelereien von geringerer Bedeutung. Bei den Steinkohlenkokereien ist mit einem zusätzlichen Phenol-Anfall praktisch nicht zu rechnen, da hier bereits sämtliche phenolhaltigen Produkte entphenolt werden. Eine geringfügige Zunahme ist durch einen Mehranfall an Teerölen bedingt.

POOR COPY 42

21379

Mit den Hydrierwerken, die bisher noch keine Phenole gewinnen, ist wegen der Entphenolung des A-Mittelöles bereits verschiedentlich Fühlung genommen worden. Eine Gewinnung in größerem Maßstab scheitert jedoch an der bereits erwähnten Tatsache, daß durch eine Entphenolung und dem damit bedingten Entzug von Aromaten eine untragbare Verschlechterung der Eigenschaften des Benzins bezw. der verschiedenen Spezial-Treibstoffe bewirkt wird. Eine Entphenolung der Hydrierprodukte kann deshalb, so verlockend sie an sich erscheint, vorläufig nur in geringem Umfang durchgeführt werden.

Das vorgeschlagene Sofortprogramm muß sich deshalb darauf beschränken, nur die Phenolmengen zu gewinnen, die ohne Beeinflussung der Benzinqualität den Hydrierprodukten entzogen werden können.

Dagegen sind die Abwasserphenole, die bisher noch vernichtet wurden, nach Möglichkeit vollständig zu gewinnen. Heute werden etwa 84% aller phenolhaltigen Abwässer nutzbringend verwertet. Nach Errichtung der im Sofortprogramm vorgesehenen neuen Entphenolungs-Anlagen steigt das Phenolausbringen aus den Abwässern auf etwa 92% an. Die Gewinnung der restlichen Mengen ist mit zu großen Eiseninvestierungen verbunden und muß deshalb auf spätere Zeit verschoben werden.

Nach Durchführung des Sofortprogrammes ist mit folgenden zusätzlichen Phenolmengen zu rechnen:

Steinkohlenkokereien:		
Abwasser-Phenole	700 Jato	C_6-C_8 Phenole
Teer-Phenole	150 "	C_6-C_8 Phenole
Schwelereien:		
Abwasser-Phenole	1 695 Jato	C_6-C_8 Phenole
Teer-Phenole	1 070 "	C_6-C_8 Phenole
Hydrierwerke:		
Abwasser-Phenole	1 280 Jato	C_6-C_8 Phenole
A-Mittelöl-Phenole	4 500 "	C_6-C_8 Phenole
	9 395 Jato	C_6-C_8 Phenole

POOR COPY 42

Durchführung der Erhebungen bei den einzelnen Werken

I. Teerphenole der Steinkohlenkokereien

Die Gewinnungsmöglichkeiten sind bereits im ersten Bericht besprochen worden. Neue Gesichtspunkte haben sich nicht ergeben, sodaß keine weiteren Erhebungen durchzuführen waren. Nach Mitteilung der Wirtschaftsgruppe Chemische Industrie sind an Phenolerzeugern ergänzend noch aufzunehmen:

1.) Chemische Werke Worms, Weinsheim

Produktion 1944: Phenol 130 to, Kresol + Xylenol 370 to

2.) Schliemann Teerchemie, K.G., Berlin-Britz

Produktion 1944: Phenolgemische 156 to

3.) Döbelner Chemische Fabrik Oswald Greiner, Döbeln i.Sa.

Produktion 1944: Phenol 15 to, Kresol + Xylenol 60 to.

II. Phenole aus Schwelereien

1. Braunkohlenwerk Salzdethfurth, Werk Kraft Deutzen

geprüft: 30. März 1944
durch: anwesend von der Firma:
Herrn Dr. Korn Herr Dir.Dr. Hager

In der Braunkohlenschwelerei Deutzen fallen täglich 23 cm³ Schwelwasser mit etwa 7,5 g in Ltr. Phenole an. Da das Schwelwasser aus gewerbehygienischen Gründen nicht in die Pleiße abgelassen werden darf, wird es in die Dampfkessel-Feuerung eingespritzt und auf diese Weise vernichtet. Es wurde geprüft, ob sich eine Entphenolung des Schwelwassers mit Phenosolvan wirtschaftlich durchführen läßt. In Zusammenarbeit mit der I.G. sind durch die Lurgi bereits mehrere Angebote gemacht worden, die vorsehen, nicht nur das Schwelwasser zu entphenolen, sondern darüberhinaus einen phenolreichen Älteer-Vorlauf mit dem entphenolten Wasser zu waschen, wodurch weitere Mengen Phenole extrahiert werden können. Die Menge des anfallenden Rohphenolöles beträgt ca. 2 050 Jato, der Eisenaufwand ca. 900 to. Bei der schwierigen Lage auf dem Arbeits- und Eisenmarkt kann der Bau der Anlage zunächst nicht empfohlen werden, besonders im Hinblick darauf, daß der zu erreichende Entphenolungsgrad nicht genügt, die Abwässer in den Vorfluter abzulassen, sodaß trotzdem noch eine Verbrennung oder biologische Nachreinigung des entphenolten Wassers durchgeführt werden muß.

POOR COPY 42

2. Braunschweigische Kohlenbergwerke, Schwelwerk Offleben

geprüft: 21. März 1944
durch: anwesend von der Firma:
Herrn Dr. Korn Herr Dir. Krämer (zeitweise)
" OI. Knöfler

Offleben gewinnt durch Schwelung von Braunkohlenbriketts Teer und Leichtöle, die nach dem Brabag-Hydrierwerk Magdeburg geliefert werden. Bei der Schwelung fallen insgesamt 410 m³/Tag Schwelwasser mit 8 g/Ltr. verwertbaren Phenolen an. Die Schwelwässer werden z.Zt. durch Versenken in einer Tiefbauschachtanlage vernichtet. Da die Aufnahmefähigkeit dieser Anlage in letzter Zeit stark nachgelassen hat und der Wasserspiegel dauernd im Steigen ist, kann eine Vernichtung der Schwelwässer auf diese Weise auf lange Sicht nicht mehr durchgeführt werden. Hieraus ergibt sich die Notwendigkeit, eine andere Vernichtung oder Verarbeitung der Schwelwässer durchzuführen.

Offleben hat sich bereits mit der Lurgi in Verbindung gesetzt und Versuche durchgeführt, die Schwelwässer mit Phenosolvan zu entphenolen.

Es lassen sich 1 660 Jato Phenosolvanextrakt
mit 500 " Phenol
300 " Kresol
und 160 " Xylenol gewinnen.

Außerdem besteht die Möglichkeit, aus dem bei der fraktionierten Kondensation des Teeres anfallenden Mittelöl eine phenolreiche Benzinfraktion herauszuschneiden, durch die das Schwelwasser noch bedeutend aufgestärkt werden kann, sodaß insgesamt mit einem Ausbringen von

2 150 Jato Phenosolvanextrakt
mit 985 " Phenol
535 " Kresol
und 160 " Xylenol

zu rechnen ist. Die Anlage erfordert nach dem Lurgiangebot einen Eisenbedarf von 410 to Eisen. Durch erforderliche Zusatzapparaturen, Verlegen von Leitungen usw. erhöht sich dieser Betrag auf 500 to und ein Anlagekapital von 1,2 Mill.RM. Für 1 Jato Phenolöl werden 0,24 to Eisen nach dem Lurgiangebot, 0,3 to insgesamt benötigt. Im Vergleich zu anderen Anlagen sind die investierten Eisenmengen, bezogen auf das Ausbringen an verwertbaren Phenolen, verhältnismäßig gering. Es wird deshalb empfohlen, vor allem im Hinblick auf die ungünstigen Abwasserverhältnisse, eine Phenosolvan-Anlage in Offleben zu errichten.

3. Anhaltische Kohlenwerke, Köpsen, Groitzschen, Profen.

geprüft: 13. März 1944
durch: anwesend von der Firma:
Herrn Dr. Korn Herr Dir.Dr. Munderloh

Zu den Anhaltischen Kohlenwerken gehören vier Schwelereien, von denen nur noch die Schwelerei Groitzschen und Profen in Betrieb sind, während sich in Köpsen die Teeraufbereitung befindet. Die in den einzelnen Schwelereien anfallenden Schwelwasser-Mengen sind so gering, daß sich ihre Aufarbeitung in keinem Fall lohnt, und man am besten die Wässer wie bisher verbrennt oder in leerstehende Gruben abläßt. Bei der Aufarbeitung des Teeres fällt eine Leichtölfraktion an, die zur Entfernung der phenolischen Anteile mit Natronlauge gewaschen wird. Die Phenolatlauge, die bisher für die Verarbeitung auf Phenole nicht eingesetzt werden konnte, wird z.Zt. in Leuna geprüft. Nähere Angaben über Menge und Einsatzfähigkeit dieser Phenole können erst nach Vorliegen der Analysen gemacht werden.

POOR COPY 42

GB 21382

4. Braunkohlenschwelkraftwerk Hessen "Hefrag", Wölfersheim

geprüft: 25. November 1943
durch: Herrn Dir.Dr. Seidler, " Dr. Korn
anwesend von der Firma: Herr Dir.Dr. Petereit, " Dr. zur Linden, " Dr. Hofmann

Wölfersheim gewinnt durch Schwelung von Braunkohle Teer, aus dem eine Schwerbenzinfraktion mit einem Siedeende von 200° geschnitten wird. Das bei der Schwelung anfallende Abwasser wird vernichtet. Es sind verschiedentlich Versuche durchgeführt worden, das Schwelwasser zu entphenolen; s.Zt. wird geprüft, das Schwelwasser mit Phenosolvan zu extrahieren. Dabei können 600 Jato Rohphenolöl gewonnen werden. Das Rohphenolöl enthält erhebliche Mengen Neutralöl und bereitet deshalb bei der Weiterverarbeitung Schwierigkeiten. Bis zur Klärung dieser Fragen muß die Errichtung einer Anlage zurückgestellt werden. Außerdem beträgt der Eisenbedarf für die Entphenolungs-Anlage ca. 500 to. Bei dem verhältnismäßig geringem Ausbringen von nur 600 Jato Rohphenolöl ist die Wirtschaftlichkeit der Anlage in Frage gestellt.

In dem durch Destillation gewonnenen Schwelbenzin sind ca. 390 Jato saure Öle enthalten. Es wurde Wölfersheim vorgeschlagen, dieses Schwelbenzin mit Natronlauge zu entphenolen und die Phenolatlauge zur Aufarbeitung an eines der Werke mit freier Verarbeitungskapazität abzugeben. Wölfersheim hat entsprechende Versuche durchgeführt und beabsichtigt, das Benzin mit Natronlauge zu waschen, die Lauge selbst zu karbonisieren und das abgeschiedene Rohphenolöl an die Weiterverarbeiter abzugeben. Das Rohphenolöl, das inzwischen in Leuna und bei der G.f.T. untersucht worden ist, kann ohne Schwierigkeit weiterverarbeitet werden.

5. I.G. Bergwerke, Schwelerei Deuben

geprüft: 26. April 1944
durch: Herrn Dr.Korn
anwesend von der Firma: Herr Dr. Krafft.

Deuben erzeugt in Lurgi-Schwelern Teer- und Leichtöle, die in den Hydrieranlagen der I.G. in Leuna und in dem Brabag-Werk Magdeburg auf Benzin weiterverarbeitet werden. Das Schwelwasser enthält:

	1 500	Jato	saure Öle
mit	500	"	Phenol
	200	"	Kresol
	170	"	Xylenol
	870	Jato	C6-C8 Phenole

Das Schwelwasser soll in einer Phenosolvan-Anlage, deren Bau bereits begonnen worden ist, entphenolt werden.

Weiterhin ist beabsichtigt, aus dem Leichtöl und dem Ölteer eine phenolreiche Fraktion herauszuschneiden und diese zum Aufstärken des Schwelwassers mit heranzuziehen. Insgesamt kann dann mit folgendem Anfall an Phenolen gerechnet werden:

	2 300	Jato	saure Öle
mit	850	"	Phenol
	310	"	Kresol
	530	"	Xylenol
	1 690	Jato	C6-C8 Phenole

POOR COPY 42

In dem 1.Bericht war diese Aufstärkung noch nicht berücksichtigt, sodaß die damals angegebenen Zahlen entsprechend niedriger liegen.

Der Bau d. Phenosolvan-Anlage ist durch Mangel an Arbeitskräften so stark verzögert worden, daß mit einer Gewinnung der Phenole nicht vor Ende des Jahres gerechnet werden kann.

6. I.G. Bergwerke, Schwelerei Nachterstedt

geprüft: 26. April 1944
durch: anwesend von der Firma:
Herrn Dr. Korn Herr Dr. Krafft

Die auf der Schwelerei Nachterstedt erzeugten Teere und Leichtöle werden, wie die Deubener Teere, in Leuna und in Magdeburg verarbeitet. In den Schwelwässern sind

600 Jato saure Öle
mit 250 " Phenol
180 " Kresol
50 " Xylenol
480 Jato C_6-C_8 Phenole

enthalten, die durch Entphenolung in einer Trikresylphosphat-Anlage gewonnen werden. Die im Leichtöl enthaltenen Phenolmengen werden z.Zt. noch nicht gewonnen. Es wird jedoch geprüft, ob diese Leichtöle zusammen mit den Leichtölen anderer Schwelereien in dem Hydrierwerk Magdeburg einer gemeinsamen Entphenolung unterworfen werden können.

7. Bergwerksverwaltung Oberschlesien G.m.b.H. d. Reichswerke Hermann-Göring Steinkohlenschwelerei Myslowitz und Jawischowitz

geprüft: 17. Dezember 1943
durch: anwesend von der Firma:
Herrn Dir.Dr. Lang Herr Dir. Hofmeister
" Dr. Korn " Dr. Tietze

In Oberschlesien war der Bau von zwei Steinkohlenschwelereien, und zwar in Myslowitz und Jawischowitz geplant. Nach dem neuesten Stand soll jedoch nur noch die Steinkohlenschwelerei Myslowitz errichtet werden. Bei der Schwelung der Steinkohle fällt ein phenolhaltiges Abwasser an, das ca. 890 Jato saure Bestandteile enthält. Das Abwasser soll mit Phenosolvan entphenolt werden. Der Bau der Anlage ist beschlossen. Der Eisenbedarf für die Anlage beträgt nach dem Angebot der Lurgi 520 to. Die Durchführung des Bauvorhabens soll so beschleunigt werden, daß die Anlage noch Ende 1944 in Betrieb kommt. An sich ist der Aufwand an Eisen im Vergleich zum Phenolausbringen unverhältnismäßig hoch, vor allem, da der Phenosolvanextrakt nur wenig verwertbare Phenole enthält. In den 890 Jato Extrakt sind nur 235 Jato C_6-C_8 Phenole enthalten. Die Errichtung der Anlage kann nur verantwortet werden, weil die Abwasserverhältnisse bei Myslowitz so ungünstig liegen, daß auf die Entphenolung nicht verzichtet werden kann.

Der Schwelteer selbst soll durch fraktionierte Kondensation in einen Leichtteer und einen Schwerteer getrennt werden. Der Leichtteer enthält die wertvollen, niedrigsiedenden Phenole vom Phenol bis zum Xylenol. Eine genaue Zusammensetzung liegt noch nicht vor und kann erst nach Anfahren der Anlage gegeben werden. Auf Grund von Kleinversuchen ist jedoch mit nur wenig Phenol zu rechnen, sodaß es noch fraglich ist, ob eine Entphenolung des Leichtteeres lohnt. Falls eine Entphenolung vorgenommen werden soll, so wird man zweckmäßig aus dem Leichtteer eine phenolreiche Zwischenfraktion herausschneiden und diese

POOR COPY 42

entweder in Auschwitz oder Tyrow aufarbeiten oder aber in einer der oberschlesischen Teerdestillationen mit Natronlauge extrahieren. Eine Entscheidung über die Verarbeitung kann erst zu einem späteren Zeitpunkt getroffen werden.

8. Marienau

Wird noch geprüft.

III. Phenole aus Hydrierwerken

9. Hydrierwerk Pölitz

geprüft: 28. Januar 1944
durch: anwesend von der Firma:
Herrn Dr. Korn Herr Dir.Dr. Wissel (zeitweise)
" Dr. Hüttner
" Dr. Diepenbruck
" Dr. Wicke

Bei den ersten Erhebungen am 22.10.1943 in Pölitz waren die Möglichkeiten, zusätzliche Phenolmengen zu gewinnen, besprochen worden. Bei der Besprechung am 28.1.44 wurden die zu ergreifenden Maßnahmen festgelegt.

a) Sofortmaßnahme:

Pölitz setzt zur Erleichterung der Destillation des A-Mittelöles Wasser zu, das bei der Kondensation wieder abgeschieden wird und ca. 20 g/Ltr. Phenole enthält. Dieses Kondensat, das bisher im Betrieb wieder eingesetzt wurde, soll in Zukunft direkt in der Phenosolvan-Anlage mit entphenolt werden. Hierdurch können ohne Neuinvestierung zusätzlich 550 Jato Phenole gewonnen werden. Die Umschaltung ist nur mit geringen Leitungsänderungen verbunden und konnte inzwischen durchgeführt werden.

b) Aufstärkung des Hy-Abwasserst

Pölitz kann bei der Destillation seines A-Mittelöles durch Aufstellen einer Nebenkolonne eine phenolreiche Fraktion abziehen, die für die Aufstärkung geeignet ist. Durch diese Maßnahme lassen sich schätzungsweise 3 000 Jato Phenole gewinnen, die in der vorhandenen Phenosolvan-Anlage mit aufgearbeitet werden können. Eine Neuinvestierung ist lediglich durch Aufstellen der Zusatz-Kolonne erforderlich. Der Eisenaufwand ist vorläufig auf 100 to geschätzt. Genaue Angaben können erst nach Durchführung verschiedener Versuche gemacht werden. Man kann jedoch schon jetzt übersehen, daß diese zusätzliche Gewinnung so lohnend ist, daß sie durchgeführt werden sollte.

POOR COPY 42

10. Hydrierwerk Welheim

geprüft: 24. November 1943
durch: Herrn Dir.Dr.Seidler, Herrn Dr. Korn
anwesend von der Firma: Herr Dir.Dr. Broche, Herr Dr. Thomas, Herr Dr. Freese

Welheim extrahiert Steinkohle und hydriert den Extrakt zu Benzin. In dem anfallenden Rohbenzin sind etwa 1 200 Jato verwertbare Phenole enthalten, von denen etwa die Hälfte bereits auf Inhibitoren verarbeitet wird. Das Rohbenzin wird mit Natronlauge gewaschen, die Phenolatlauge karbonisiert und aus dem gewonnenen Rohöl die für die Inhibitoren günstigste Fraktion herausgeschnitten. Der Rest des Rohphenols wird an die G.f.T. bezw. an Raschig zur Weiterverarbeitung geliefert. Da die zur teilweisen Entphenolung des Rohbenzins vorhandene Anlage sehr reichlich bemessen ist, könnte man die Entphenolung auf das gesamte Rohbenzin ausdehnen und den für die Inhibitoren-Herstellung nicht benötigten Anteil der Phenolatlauge an die G.f.T. oder nach Rauxel zur Weiterverarbeitung schicken. Gegen eine weitere Herausnahme von Phenolen aus dem Benzin wurde jedoch von Herrn Dr.Broche eingewendet, daß dadurch der Wärmehaushalt der Hydrierung gestört wird, weil das entphenolte Produkt nicht genügend Reaktionswärme liefert. Außerdem ist eine untragbare Verschlechterung der Klopffähigkeit des Benzins zu erwarten. In den Hydrierabwässern sind etwa 100 Jato saure Öle enthalten. Es ist geplant, das Abwasser nach Zeche Mathias Stinnes zu leiten, wo eine Entphenolungs-Anlage der Emscher Genossenschaft zur Entphenolung der dortigen Abwässer in Aufbau begriffen ist. Das Reichsamt für Wirtschaftsausbau, das die Anlage eisenmäßig betreut, sagte mir zu, daß die Auslieferung der restlichen Eisenmengen beschleunigt durchgeführt werden soll.

11. Hydrierwerk Scholven

geprüft: 23. November 1943
durch: Herrn Dir.Dr. Seidler, Herrn Dr. Korn
anwesend von der Firma: Herr Dir.Dr. Jost, Herr Dr. Urban

Scholven hydriert Steinkohle und erhält dabei ein Mittelöl, in dem insgesamt 40 000 Jato saure Anteile enthalten sind, davon

3 000 Jato Phenol
7 000 " Kresol
und 10 000 " Xylenol

Eine Gewinnung dieser relativ großen Phenolmenge würde sich außerordentlich lohnen. Gegen eine Herausnahme des Phenols aus dem Mittelöl bestehen jedoch seitens Scholven starke Bedenken, da eine untragbare Verschlechterung der Oktanzahl und der Überlademöglichkeit des Benzins befürchtet wird. Außerdem sind die Platzverhältnisse in Scholven sehr ungünstig, da keine Erweiterungsmöglichkeiten mehr bestehen. Scholven erklärte sich jedoch bereit, eine vorhandene stillgelegte Waschanlage in Betrieb zu setzen und jährlich etwa 1 500 to Phenole zusätzlich zu gewinnen. Eisenanforderungen sind für diese Maßnahme nicht erforderlich.

Das Abwasser von der Hydrierung enthält ca. 800 Jato Phenol, die in einer Waschanlage der Emscher Genossenschaft entphenolt werden. Die Anlage wurde z.Zt. der Erhebungen gerade angefahren.

POOR COPY

21386

12. Hydrierwerk Gelsenberg

geprüft: 23. November 1943
durch: anwesend von der Firma:
Herrn Dir.Dr. Seidler — Herr Dir.Dr. Proß
" Dr. Korn — " Dr. Friemelt
" Dr. Jakob ,

Gelsenberg erhält durch Hydrierung von Steinkohle ein Mittelöl, in dem etwa

	54 000 Jato	saure Anteile
mit	5 000 "	Phenol
	8 000 "	Kresol
und	7 000 "	Xylenol

enthalten sind. Eine Gewinnung dieser großen Phenolmengen durch Extraktion wäre an sich möglich; es bestehen dagegen die gleichen Bedenken wie bei Scholven, nämlich, daß die Qualität der Hochleistungs-Treibstoffe durch Herausnahme von Aromaten verschlechtert wird. Außerdem bestehen Bedenken, daß der Wärmehaushalt bei der Hydrierung gestört und die Reaktionsöfen durch mangelnde Reaktionswärme zu kalt werden. Das Fabrikationsgelände ist soweit ausgenutzt, daß keine zusätzlichen Apparaturen aufgestellt werden können.

In den Abwässern sind 1200 Jato Phenole enthalten, die heute noch vernichtet werden. Es ist geplant, nach dem Muster von Scholven eine Entphenolungs-Anlage zu errichten. Es soll jedoch noch abgewartet werden, wie sich die Anlage in Scholven bewährt. Der Eisenbedarf für die Anlage beträgt nach Angaben der Emscher-Genossenschaft 400 to. Da die Aufarbeitung der hierbei anfallenden Phenolatlaugen in einem der weiterverarbeitenden Werke sichergestellt ist und eine verhältnismäßig große Menge an Phenolen gewonnen werden kann, ist die Errichtung der Anlage zu empfehlen.

POOR COPY 42

Tabelle 1 — 21387

Phenole aus Steinkohlenkokereien

Firma	Werk	Rohstoffquelle	Vorhandene Phenole					bereits gewonnene Phenole Stichtag Ende 1944					noch nicht verwertete Phenole					durch Sofortprogramm gewinnbare Phenole				
			S.Ö.	C_6	C_7	C_8	C_6-C_8	S.Ö.	C_6	C_7	C_8	C_6-C_8	S.Ö.	C_6	C_7	C_8	C_6-C_8	S.Ö.	C_6	C_7	C_8	C_6-C_8
Julius Rütgers	Mährisch-Ostrau	Karbolöle	2 700	1 000	1 400	200	2 600	2 700	1 000	1 400	200	2 600	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Kokerei-Vereinigung	Bismarckhütte	Karbolöle	1 800	400	900	–	1 300	1 800	400	900	–	1 300	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Borsig-Kokerei	Skalley	Teer, Phenolatlauge Karbolöle	1 650	710	840	–	1 550	1 500	640	760	–	1 400	150	70	80	–	150	150	70	80	–	150
Schaffgotsch	Odertal	Karbolöle	300	120	140	–	260	300	120	140	–	260	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Abwasser	350	130	160	10	300	350	130	160	10	300	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Raschig	Ludwigshafen	Karbolöle	2 500	575	1 150	575	2 300	2 500	575	1 150	575	2 300	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Emscher-Genossenschaft	Essen	Abwässer v. Kokereien	5 400	2 430	2 970	–	5 400	4 700	2 100	2 600	–	4 700	700	330	370	–	700	700	330	370	–	700
G.f.T.	Meidrich	Teeröle, Phenolatlauge	11 800	3 200	7 300	250	10 750	11 800	3 200	7 300	250	10 750	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Rütgers	Rauxel	Teeröle	10 400	2 950	4 750	1 500	9 200	10 400	2 950	4 750	1 500	9 200	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
	Erkner	Teeröle	7 800	2 050	4 500	350	6 900	7 800	2 050	4 500	350	6 900	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Chem. Werke Worms	Weinsheim	Karbolöle	500	130	370	–	500	500	130	370	–	500	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Schliemann Teer-Chemie	Bln.Britz	Karbolöle	160	80	80	–	160	160	80	80	–	160	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Chem. Fabrik	Döbeln	Karbolöle	75	15	60	–	75	75	15	60	–	75	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Gesamt Abwasser-Phenole			5 750	2 560	3 130	10	5 700	5 050	2 230	2 760	10	5 000	700	330	370	–	700	700	330	370	–	700
" Teer-Phenole			39 685	11 230	21 490	2 875	35 595	39 535	11 160	21 410	2 875	35 445	150	70	80	–	150	150	70	80	–	150
Gesamt:			45 435	13 790	24 620	2 885	41 295	44 585	13 390	24 170	2 885	40 445	850	400	450	–	850	850	400	450	–	850

POOR COPY

Tabelle 2 — 21388

Phenole aus Schwelereien

Firma	Werk	Rohstoffquelle	m³/Jahr bezw. Jato	Vorhandene Phenole					bereits gewonnene Phenole Stichtag Ende 1944					noch nicht verwertete Phenole					durch Sofortprogramm gewinnbare Phenole				
				S.Ö.	C_6	C_7	C_8	C_6-C_8	S.Ö.	C_6	C_7	C_8	C_6-C_8	S.Ö.	C_6	C_7	C_8	C_6-C_8	S.Ö.	C_6	C_7	C_8	C_6-C_8
A.S.W.	Böhlen	Schwelwasser	900 000	7 800	3 200	3 200	400	6 800	7 800	3 200	3 200	400	6 800	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
	Espenhain	Schwelbenzin	200-205°	10 000	4 000	4 000	500	8 500	10 000	4 000	4 000	500	8 500	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
	Hirschf.		205-230°	7 000	1 400	2 800	2 100	6 300	–	–	–	–	–	7 000	1 400	2 800	2 100	6 300	–	–	–	–	–
Salzdethfurt	Deutzen	Schwelw.	80 000	950	290	180	70	540	–	–	–	–	–	950	290	180	70	540	–	–	–	–	–
		Leichtöl	17 000	1 100	540	250	110	900	–	–	–	–	–	1 100	540	250	110	900	–	–	–	–	–
Deutsche Erdöl AG.	Rositz	Schwelw.	370 000	2 000	850	850	130	1 830	–	–	–	–	–	2 000	850	850	130	1 830	–	–	–	–	–
	Regis	Schwelb.	24 000	1 200	250	350	50	650	1 200	250	350	50	650	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Dieselöl		3 000	120	720	860	1 700	–	–	–	–	–	3 000	120	720	860	1 700	–	–	–	–	–
Kohleveredlungs-Ges.	Gölzau	Schwelw.	110 000	440	180	140	50	370	–	–	–	–	–	440	180	140	50	370	–	–	–	–	–
		Versch. Teeröle		4 430	100	370	500	970	–	–	–	–	–	4 430	100	370	500	970	–	–	–	–	–
Braunschw. Kohlenw.	Offleben	Schwelw.	140 000	1 250	500	300	160	960	–	–	–	–	–	1 250	500	300	160	960	1 250	500	300	160	960
		Leichtöl	20 000	900	485	235	–	720	–	–	–	–	–	900	485	235	–	720	900	485	235	–	720
Anhalt. Kohlenw.	Profen	Schwelw.	45 000	500	150	80	70	300	–	–	–	–	–	500	150	80	70	300	–	–	–	–	–
	Köpsen	Leichtöl	5 000	250	50	50	50	150	–	–	–	–	–	250	50	50	50	150	–	–	–	–	–
Hofrag	Wölfersheim (200°)	Schwelw.	96 000	600	235	145	100	480	–	–	–	–	–	600	235	145	100	480	–	–	–	–	–
		Schwerb.	5 500	390	250	70	30	350	–	–	–	–	–	390	250	70	30	350	390	250	70	30	350
		Heizöl	16 000	4 700	30	940	1 230	2 200	–	–	–	–	–	4 700	30	940	1 230	2 200	–	–	–	–	–
Riebeck'sche Montanw.	Deuben	Schwelw.	190 000	1 400	500	200	170	870	1 400	500	200	170	870	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Teer/L'öl	94 000	8 200	350	110	360	820	900	350	110	360	820	7 300	–	–	–	–	–	–	–	–	–
	Nachterstedt	Schwelw.	110 000	600	250	180	50	480	600	250	180	50	480	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Teer/L'öl	72 000	4 800	250	180	50	480	–	–	–	–	–	4 800	250	180	50	480	–	–	–	–	–
Sudetenl. Treibstw.	Brüx	Schwelw.	780 000	24 000	3 600	3 600	480	7 680	24 000	3 600	3 600	480	7 680	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Schwelbenzin: siehe Hydrierwerke!																					
Oberschl. Hy-Werke	Blechhammer	Schwelw.	470 000	3 300	550	850	100	1 500	3 300	550	850	100	1 500	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Schwelb.	90 000	29 800	140	9 400	4 100	13 640	–	–	–	–	–	29 800	140	9 400	4 100	13 640	–	–	–	–	–
IG.Farbenindustrie	Auschwitz	Schwelw.	147 000	1 200	525	400	150	1 075	1 200	525	400	150	1 075	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Teeröle	56 900	10 000	1 920	4 930	3 000	9 850	–	–	–	–	–	10 000	1 920	4 930	3 000	9 850	–	–	–	–	–
Reichsw. Hermann Göring	Myslowitz	Schwelw.	50 000	890	75	65	95	235	–	–	–	–	–	890	75	65	95	235	890	75	65	95	235
		Leichtteer	15 000)	9 000	300	1 450	850	2 600	–	–	–	–	–	9 000	300	1 450	850	2 600	Gewinnung der Phenole noch nicht geklärt.				
		Schwerteer	30 000)																				
	Marienau	Schwelw.	60 000	930	250	200	50	500	–	–	–	–	–	930	250	200	50	500	930	250	200	50	500
		Leichtteer	20 000)	10 000	300	1 500	900	2 700	–	–	–	–	–	10 000	300	1 500	900	2 700	Gewinnung der Phenole noch nicht geklärt.				
		Schwerteer	35 000)																				
Gesamt Abwasser-Phenole				45 860	11 155	10 390	2 075	23 620	38 300	8 625	8 430	1 350	18 405	7 560	2 530	1 960	725	5 215	3 070	825	565	305	1 695
Gesamt Teer-Phenole				104 770	10 485	27 355	14 690	52 530	12 100	4 600	4 460	910	9 970	92 670	5 885	22 895	13 780	42 560	1 290	735	305	30	1 070
Gesamt:				150 630	21 640	37 745	16 765	76 150	50 400	13 225	12 890	2 260	28 375	100 230	8 415	24 855	14 505	47 775	4 360	1 560	870	335	2 765

POOR COPY

Tabelle 3

21389

Phenole aus Hydrierwerken

Firma	Werk	Rohstoffquelle	m³/Jahr bezw. Jato	Vorhandene Phenole					bereits gewonnene Phenole Stichtag Ende 1944					noch nicht verwertete Phenole					durch Sofortprogram gewinnbare Phenole				
				S.Ö.	C_6	C_7	C_8	C_6–C_8	S.Ö.	C_6	C_7	C_8	C_6–C_8	S.Ö.	C_6	C_7	C_8	C_6–C_8	S.Ö.	C_6	C_7	C_8	C_6–C_8
IG.Farben-industrie	Leuna	Abwasser	700 000	3 200	1 300	900	400	2 600	3 200	1 300	900	400	2 600	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Mittelöl	620 000	110 000	8 000	18 000	9 000	35 000	24 000	5 800	8 300	3 200	17 300	86 000	2 200	9 700	5 800	17 700	–	–	–	–	–
Sudetenl. Treibstw.	Brüx	Hy-Wasser	375 000	3 000	2 400	600	–	3 000	3 000	2 400	600	–	3 000	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Mittelöl+ Gasbenzin	250 000	60 000	5 000	12 500	7 500	25 000	12 000	3 500	5 900	–	9 400	48 000	1 500	6 600	7 500	15 600	–	–	–	–	–
Oberschl. Hy-Werke	Blech-hammer	Hy-Wasser	230 000	1 050	500	400	100	1 000	1 050	500	400	100	1 000	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Mittelöl	260 000	36 300	8 400	11 000	8 400	27 800	7 650	2 950	2 500	650	6 100	28 650	5 450	8 500	7 750	21 700	–	–	–	–	–
Hy-Werk	Pölitz	Hy-Wasser	640 000	5 000	2 250	1 000	150	3 400	5 000	2 250	1 000	150	3 400	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Mittelöl	500 000	40 000	8 000	14 000	18 000	40 000	–	–	–	–	–	40 000	8 000	14 000	18 000	40 000	3 550	1 300	1 300	400	3 000
Brabag	Böhlen	Hy-Wasser	100 000	600	250	200	60	510	600	250	200	60	510	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Mittelöl	270 000	13 500	1 600	1 600	700	3 900	4 200	1 400	1 490	170	3 060	9 300	200	110	530	840	–	–	–	–	–
	Magde-burg	Hy-Wasser	90 000	500	210	170	50	430	500	210	170	50	430	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Mittelöl	216 000	13 000	1 100	1 400	1 300	3 800	1 500	500	600	100	1 200	11 500	600	800	1 200	2 600	–	–	–	–	–
	Zeitz	Hy-Wasser	140 000	800	350	250	100	700	800	350	250	100	700	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Rohbenzin	70 000	600	200	210	30	440	600	200	210	30	440	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Dieselöl	120 000	1 200	–	50	450	500	–	–	–	–	–	1 200	–	50	450	500	–	–	–	–	–
Union Rhein. Braunk.AG.	Wesse-ling	Hy-Wasser	280 000	1 400	350	500	150	1 000	1 400	350	500	150	1 000	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Mittelöl	240 000	43 000	3 200	11 300	8 500	23 000	–	–	–	–	–	43 000	3 200	11 300	8 500	23 000	–	–	–	–	–
Hydrier-werk	Welheim	Hy-Wasser	42 000	100	50	30	–	80	–	–	–	–	–	100	50	30	–	80	100	50	30	–	80
		Rohbenzin	15 000	1 200	800	200	200	1 200	600	400	100	100	600	600	400	100	100	600	–	–	–	–	–
		Mittelöl	45 000	1 800	–	800	1 000	1 800	–	–	–	–	–	1 800	–	800	1 000	1 800	–	–	–	–	–
Hydrier-werk	Scholven	Abwasser+)	180 000	800	450	250	50	750	800	450	250	50	750	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
		Mittelöl	200 000	40 000	3 000	7 000	10 000	20 000	–	–	–	–	–	40 000	3 000	7 000	10 000	20 000	1 500	1 000	500	–	1 500
Hydrier-werk	Gelsen-berg	Abwasser	275 000	1 200	750	450	–	1 200	–	–	–	–	–	1 200	750	450	–	1 200	1 200	750	450	–	1 200
		Mittelöl	360 000	54 000	5 000	8 000	7 000	20 000	–	–	–	–	–	54 000	5 000	8 000	7 000	20 000	–	–	–	–	–
Abwasser-Phenole Gesamt:				16 850	8 410	4 500	1 010	13 920	15 550	7 610	4 020	1 010	12 640	1 300	800	480	–	1 280	1 300	800	480	–	1 280
A-Mittelöl- u.Benzin-Phenole Gesamt:				414 600	44 300	86 060	72 080	202 440	50 550	14 750	19 100	4 250	38 100	364 050	29 550	66 960	67 830	164 340	5 050	2 300	1 800	400	4 500
Gesamt:				431 450	52 710	90 560	73 090	216 360	66 100	22 360	23 120	5 260	50 740	365 350	30 350	67 440	67 830	165 620	6 350	3 100	2 280	400	5 780

+) diese Abwasserphenole sind in den Zahlen der Emscher Genossenschaft in Tabelle 1 bereits enthalten.

POOR COPY 42

Tabelle 4

21390

Zusammenfassung der Tabellen 1, 2 und 3

		Vorhandene Phenole					bereits gewonnene Phenole Stichtag Ende 1944					noch nicht verwertete Phenole					durch Sofortprogramm gewinnbare Phenole				
		S.O.	C_6	C_7	C_8	C_6-C_8	S.O.	C_6	C_7	C_8	C_6-C_8	S.O.	C_6	C_7	C_8	C_6-C_8	S.O.	C_6	C_7	C_8	C_6-C_8
Steinkohlen-kokereien	Abwasser-Phenole	5 750	2 560	3 130	10	5 700	5 050	2 230	2 760	10	5 000	700	330	370	-	700	700	330	370	-	700
	Teer-Phenole	39 685	11 230	21 490	2 875	35 595	39 535	11 160	21 410	2 875	35 445	150	70	80	-	150	150	70	80	-	150
Schwelereien	Abwasser-Phenole	45 860	11 155	10 390	2 075	23 620	38 300	8 625	8 430	1 350	18 405	7 560	2 530	1 960	725	5 215	3 070	825	565	305	1 695
	Teer-Phenole	104 770	10 485	27 355	14 690	52 530	12 100	4 600	4 460	910	9 970	92 670	5 885	22 895	13 780	42 560	1 290	735	305	30	1 070
Hydrierwerke	Abwasser-Phenole	16 850	8 410	4 500	1 010	13 920	15 550	7 610	4 020	1 010	12 640	1 300	800	480	-	1 280	1 300	800	480	-	1 280
	Teer-Phenole	414 600	44 300	86 060	72 080	202 440	50 550	14 750	19 100	4 250	38 100	364 050	29 550	66 960	67 830	164 340	5 050	2 300	1 800	400	4 500
Abwasser-Phenole Gesamt:		68 460	22 125	18 020	3 095	43 240	58 900	18 465	15 210	2 370	36 045	9 560	3 660	2 810	725	7 195	5 070	1 955	1 415	305	3 675
Teer-Phenole Gesamt:		559 055	66 015	134 905	89 645	290 565	102 185	30 510	44 970	8 035	83 515	456 870	35 505	89 935	81 610	207 050	6 490	3 105	2 185	430	5 720
Abwasser- + Teer-Phenole		627 515	88 140	152 925	92 740	333 805	161 085	48 975	60 180	10 405	119 560	466 430	39 165	92 745	82 335	214 245	11 560	5 060	3 600	735	9 395

POOR COPY

Tabelle 5

Geplante Entphenolungsanlagen verschiedener Schwelereien

Firma	Werk	Extrakt Jato	C_6-C_8 Phenole Jato	Lurgi-Angebot				Gesamt-Bedarf einschließlich der zusätzlich erforderlichen Apparaturen auf den Schwelereien			
				Anlage-kosten	Eisenbedarf Masch. Eisen	Eisenbedarf Bau-eisen	Eisenbedarf t/Jato C_6-C_8 Phenole	Anlage-kosten	Eisenbedarf M	Eisenbedarf B	spez. Eisenbed. t Eisen pro Jato C_6-C_8-Phenole
Braunschweigische Kohlenbergwerke	Offleben	2 150	1 680	478 000,-	350	60	0,24	1 200 000,-	440	60	0,30
Anhaltische Kohlenwerke Halle	Profen	500	300	292 000,-	240	45	0,95				
Braunkohlenwerke Salzdethfurt	Deutzen	2 050	1 440	529 500,-	410	65	0,33	1 300 000,-	835	65	0,63
Hefrag	Wölfersheim	600	480	350 000,-	280	55	0,70	800 000,-	445	55	1,03
Kohleveredlungs-Gesellschaft	Gölzau +)	440	370	350 000,-	280	55	0,90	800 000,-	500	55	1,50
Deutsche Erdöl Aktiengesellschaft	Regis	2 000	1 830	liegt noch kein Angebot vor							
Reichswerke Hermann Göring	Myslowitz	890	235	561 000,-	450	70	2,20				
	Marienau ++)	930	500		450	70	1,04				
S u m m e :		9 560	6 835								

+) Anlagekosten und Eisenbedarf geschätzt nach den entsprechenden Zahlen von Wölfersheim

++) geschätzt nach den entsprechenden Zahlen von Myslowitz.

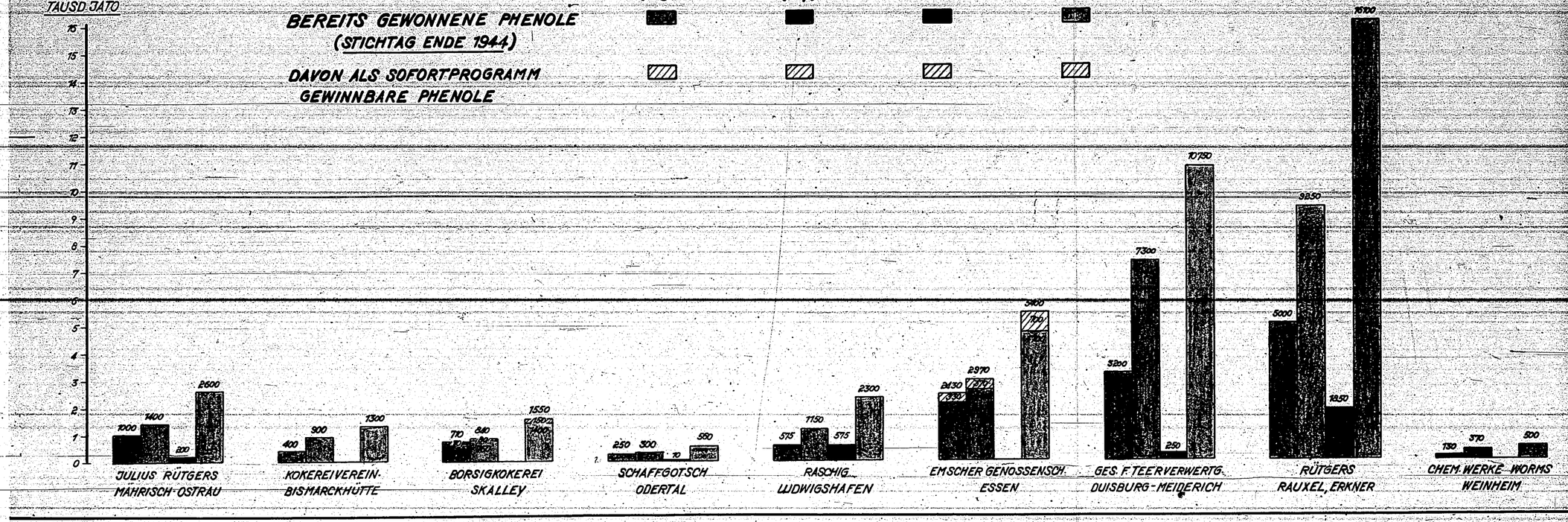
21391

POOR COPY

I

PHENOLE AUS STEINKOHLEKOKEREIEN.

GESAMTSÄULE = GESAMTMENGE DER VORHANDENEN PHENOLE. (IN JATO)



POOR COPY

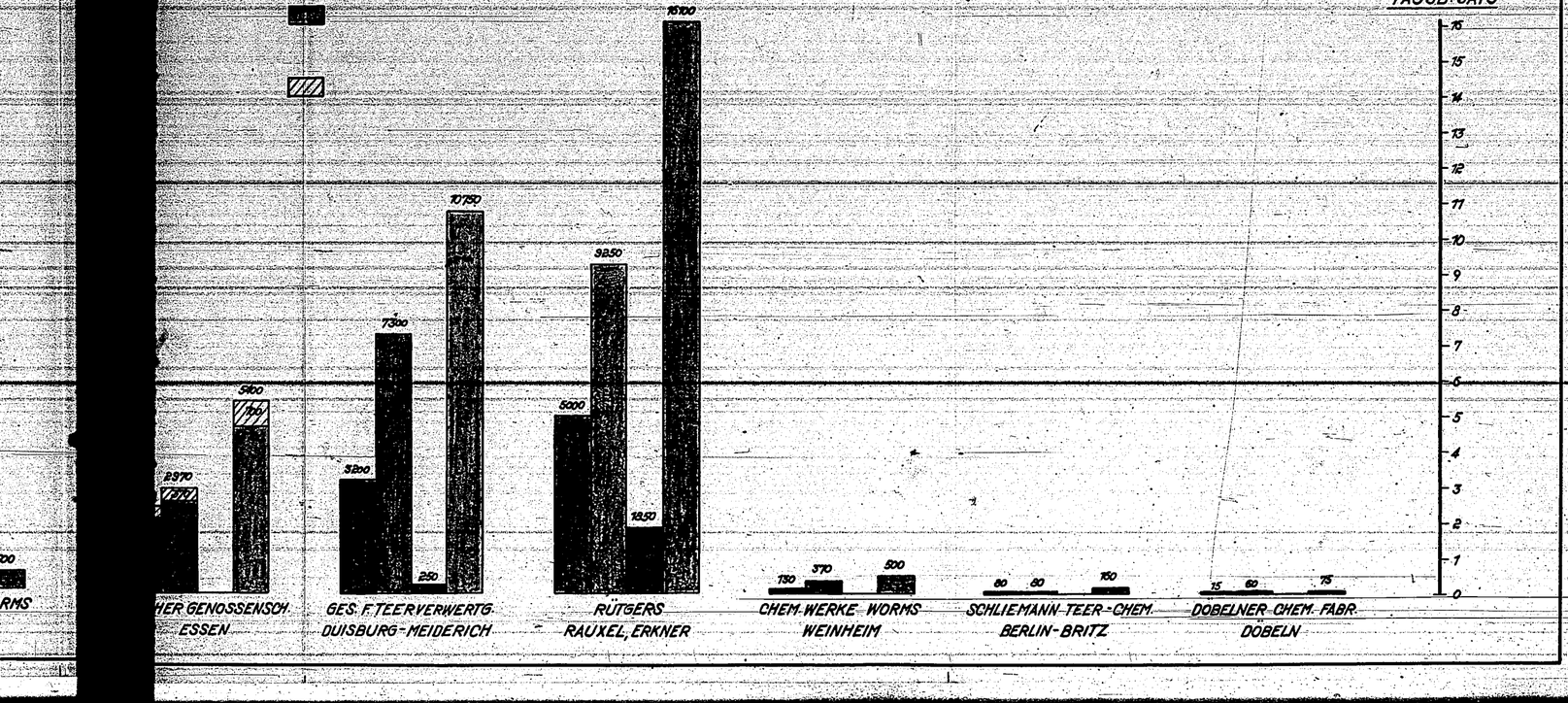
I

EINKOHLEKOKEREIEN.

GE DER VORHANDENEN PHENOLE. (IN JATO)

ALLE MENGEN IN JATO

OLE SUMME ($C_6 + C_7 + C_8$)



21392

I

PHENOLE AUS STEINKOHLEKOKEREIEN:

IN JATO

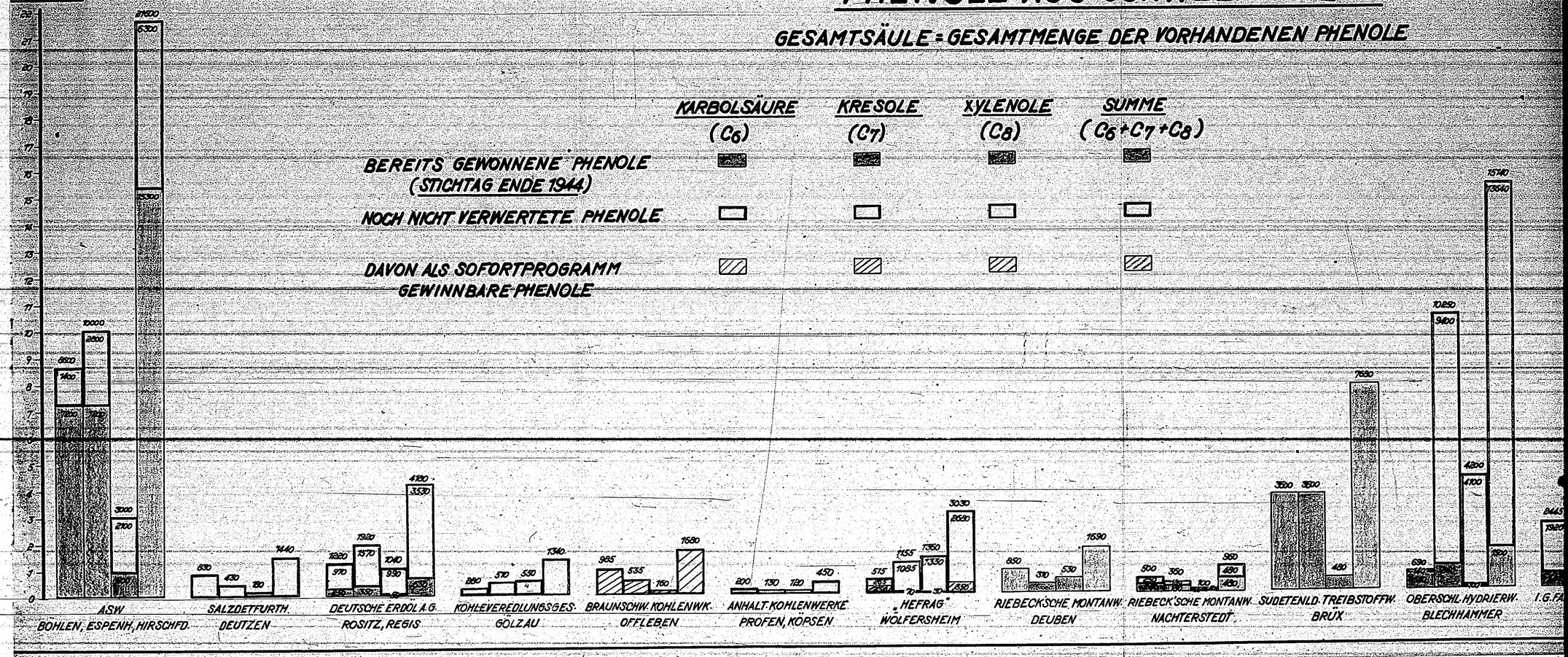
POOR COPY

II

PHENOLE AUS SCHWELEREIEN.

GESAMTSÄULE = GESAMTMENGE DER VORHANDENEN PHENOLE

	KARBOLSÄURE (C_6)	KRESOLE (C_7)	XYLENOLE (C_8)	SUMME ($C_6+C_7+C_8$)
BEREITS GEWONNENE PHENOLE (STICHTAG ENDE 1944)	▓	▓	▓	▓
NOCH NICHT VERWERTETE PHENOLE	□	□	□	□
DAVON ALS SOFORTPROGRAMM GEWINNBARE PHENOLE	▨	▨	▨	▨



POOR COPY

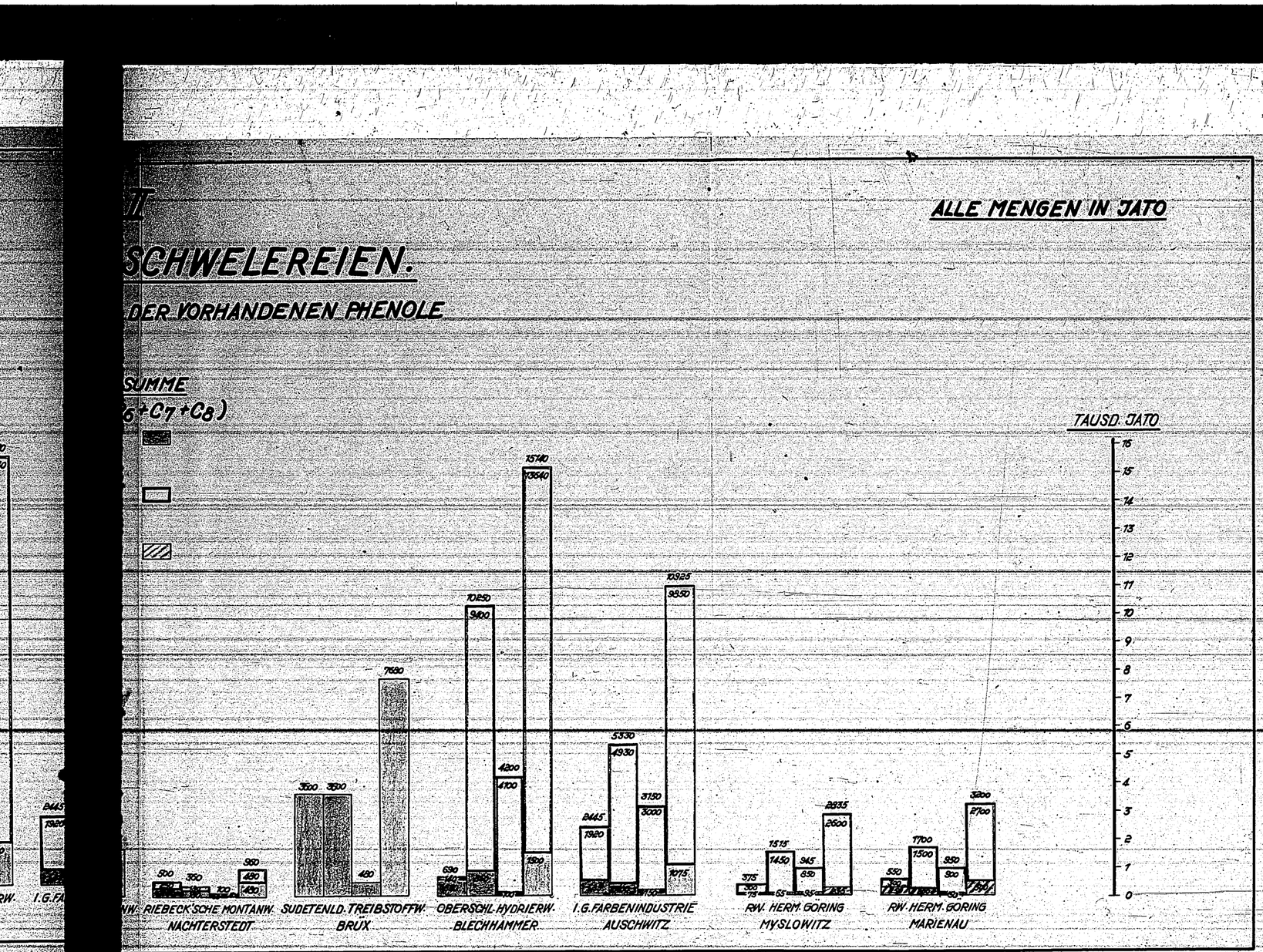
II

SCHWELEREIEN.

DER VORHANDENEN PHENOLE

SUMME
$(C_6+C_7+C_8)$

ALLE MENGEN IN JATO



21393

I

PHENOLE AUS SCHWELEREIEN

IN JATO

POOR COPY

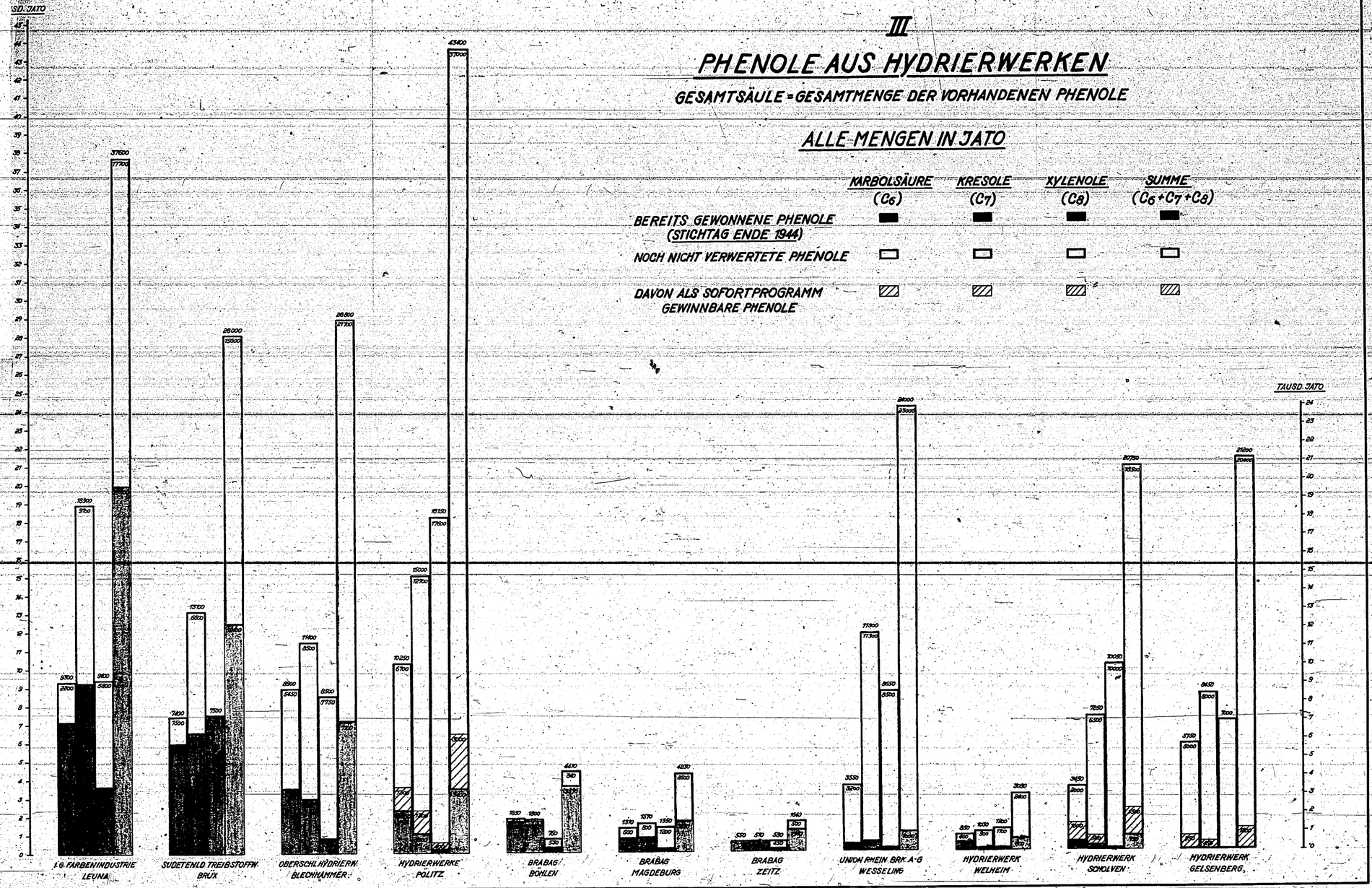
III

PHENOLE AUS HYDRIERWERKEN

GESAMTSÄULE = GESAMTMENGE DER VORHANDENEN PHENOLE

ALLE MENGEN IN JATO

	KARBOLSÄURE (C_6)	KRESOLE (C_7)	XYLENOLE (C_8)	SUMME ($C_6+C_7+C_8$)
BEREITS GEWONNENE PHENOLE (STICHTAG ENDE 1944)	■	■	■	■
NOCH NICHT VERWERTETE PHENOLE	▭	▭	▭	▭
DAVON ALS SOFORTPROGRAMM GEWINNBARE PHENOLE	▨	▨	▨	▨



POOR COPY

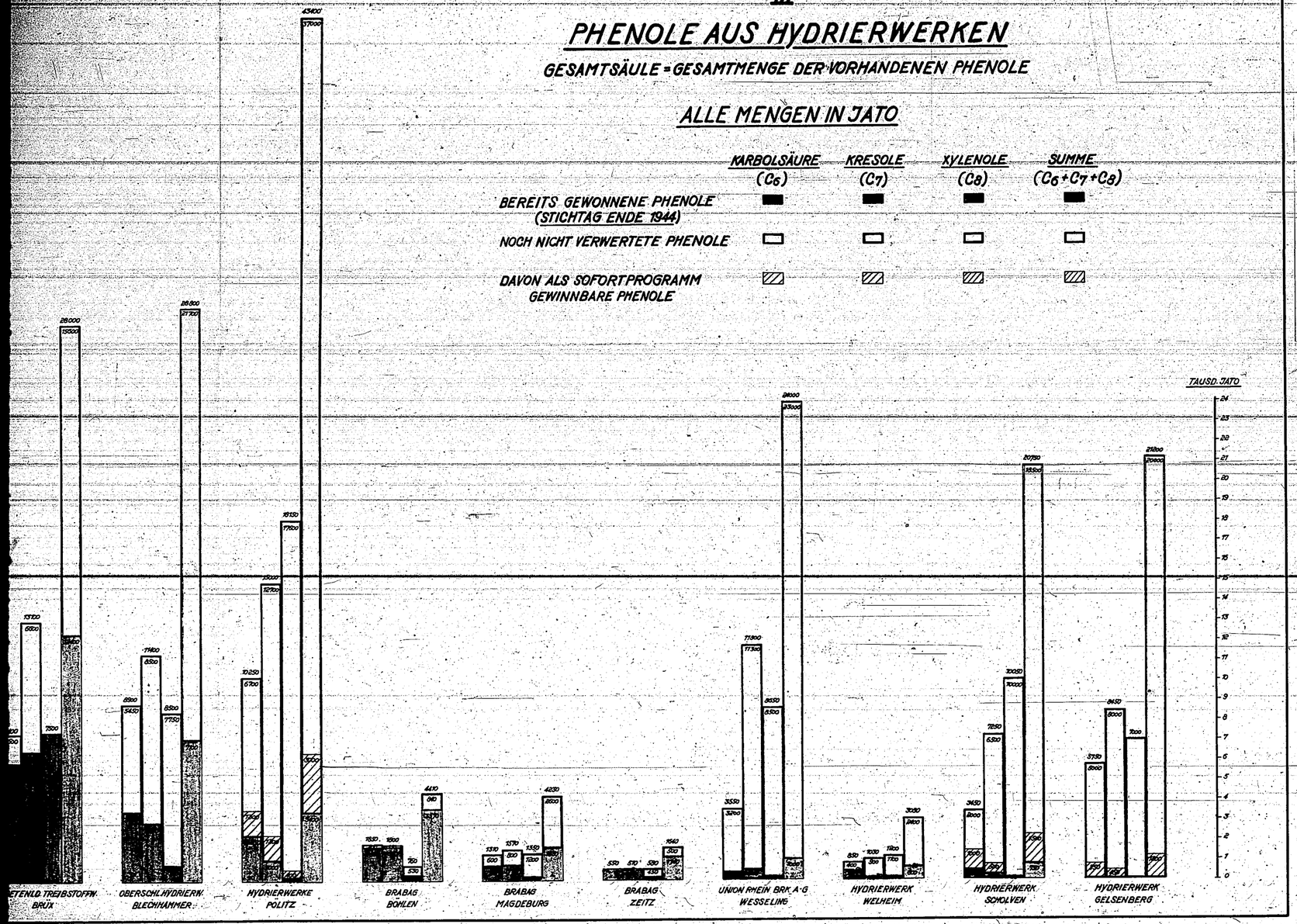
III

PHENOLE AUS HYDRIERWERKEN

GESAMTSÄULE = GESAMTMENGE DER VORHANDENEN PHENOLE

ALLE MENGEN IN JATO

	KARBOLSÄURE (C_6)	KRESOLE (C_7)	XYLENOLE (C_8)	SUMME ($C_6+C_7+C_8$)
BEREITS GEWONNENE PHENOLE (STICHTAG ENDE 1944)	■	■	■	■
NOCH NICHT VERWERTETE PHENOLE	□	□	□	□
DAVON ALS SOFORTPROGRAMM GEWINNBARE PHENOLE	▨	▨	▨	▨



21394

III

PHENOLE AUS HYDRIERWERKEN

IN JATO

POOR COPY

21395

Dr Kn/Fl.

Leunawerke, den 30.August 1939

A3

Versuche zur SO_2 -Herstellung.

(Referat nach dem Vortrag vom 28.6.1939)

Vor einigen Monaten trat an uns die Aufgabe heran, einen für unser Werk gangbaren Weg zur Herstellung von reinem SO_2 ausfindig zu machen. Unter den verschiedenen Verfahren erschien die Verbrennung von Schwefel mit Sauerstoff noch am aussichtsreichsten. Es wurden gleich 2 Methoden nach diesem Prinzip ausprobiert und durchgearbeitet:

A) Das Tauchverbrennungsverfahren, das auf eine Anregung von Dr. Augsten zurückgeht, und

B) Der Flammrohrofen, der von Dr. Ebel entworfen und gebaut wurde.

A) Das Tauchverbrennungsverfahren.

a) Apparaturen.

Nach den ersten Versuchen in großen Becherglas und in einem geschlossenen Eisenkasten mit Kühlschlangen, Prallblechen und Fenstern wurde mit gutem Erfolg ein Röhrenkühler (siehe Anlage 1) mit 8,6 m^2 Kühlfläche angewandt. An der einen Stirnseite brannte die Sauerstofflamme, an der andern wurde der Schwefel in flüssiger Form nachgefüllt. Trotz der mangelhaften Thermosiphonwirkung konnten im Dauerbetrieb neben einer ansehnlichen Menge Dampf pro Stunde 3 bis 5 m^3 reines SO_2 erzeugt werden. Mit dieser Apparatur erzielten wir die einwandfreisten Versuchsergebnisse.
Schließlich wurde in der Klausanlage ein geschlossener Eisenkasten (siehe Anlage 2) wie oben aufgestellt, wobei der Schwefel zur Kühlung zwangsweise umgepumpt wurde.

b) Die Düsen.

Es wurden ganz verschiedenartige Düsenformen ausprobiert. Sehr gute Ergebnisse hatten wir mit einem Quarztropfen über der Düse. Am besten bewährte sich unter den gegebenen Belastungsgrenzen eine Rohrdüse mit 20 mm Durchmesser und 55 mm hoch, die unten zwei 3mm-Löcher aufwies. Als Düsenmaterial verwendeten wir Quarzglas, weil gewöhnliches Glas der Innentemperatur nicht gewachsen war. Aber auch Eisen- und Aluminium-Düsen haben sich im Dauerbetrieb bewährt.

POOR COPY

Von anfangs 10 l/h kamen wir schließlich auf 10 m^3 reines SO_2. Die obere Grenze war durch ungenügende Wärmeabfuhr und die Klapprigkeit der Apparatur bedingt; denn bei 10 m^3/h gerät das ganze Gestell in unregelmäßige heftigste Schwingungen.

c) Reinheit des Gases.

Jede Rohrdüse hat ihren eigenen Belastungsbereich, in dem sie O_2- und SO_3-freies Gas liefert (siehe Anlage 3). O_2 und SO_3 sind sich gegenseitig treue Begleiter. Wenn das eine Null wird, verschwindet auch bald das andere; und an der oberen Grenze tauchen sie beide gemeinsam wieder auf. Wir haben mehrere Düsen, darunter die mit der 10 m^3-Leistung, deren obere Belastungsgrenze wir noch nicht kennen. Der Gehalt an elementarem Schwefel hielt sich dabei unter der Sättigungsgrenze des Schwefels, dessen Dampftension bei 120° C einem Gehalt von 420 mg/m^3 entspricht. In einer Versuchsreihe von 3 bis 7 m^3/h hatten wir im Mittel von 5 Bestimmungen 120 mg/m^3.

Nach dem Tauchverbrennungsverfahren kann also bei 4 bis mindestens 10 m^3 pro Stunde und Düse und bei einem Sublimatschwefelgehalt von etwa 0,1 g/m^3 ein vollständig O_2- und SO_3- freies SO_2 hergestellt werden.

B) Der Flammrohrofen von Dr. Elbel.

Bei der angegebenen Ausführung (siehe Anlage 4) und den beschränkten Versuchsdauern wurden Versuche mit 4 bis 11 $m^3 O_2$/h, allerdings nur mit 1 Flammrohr, durchgeführt. Es konnten folgende Feststellungen getroffen werden:

1) Bei 6 bis 8 m^3/h Belastung beträgt der O_2-Gehalt des SO_2 0,0 %.
2) In diesen Grenzen ist auch der SO_3-Gehalt gering, verschwindet jedoch in der Regel nie ganz. Von den 29 SO_3-Bestimmungen ergaben nur drei 0,000 %.
3) Der Sublimat-Schwefelgehalt schwankt außerordentlich. Er ist bei 7 m^3/h am niedrigsten. Die niedrigen Werte des ersten Verfahrens wurden jedoch nie erreicht.

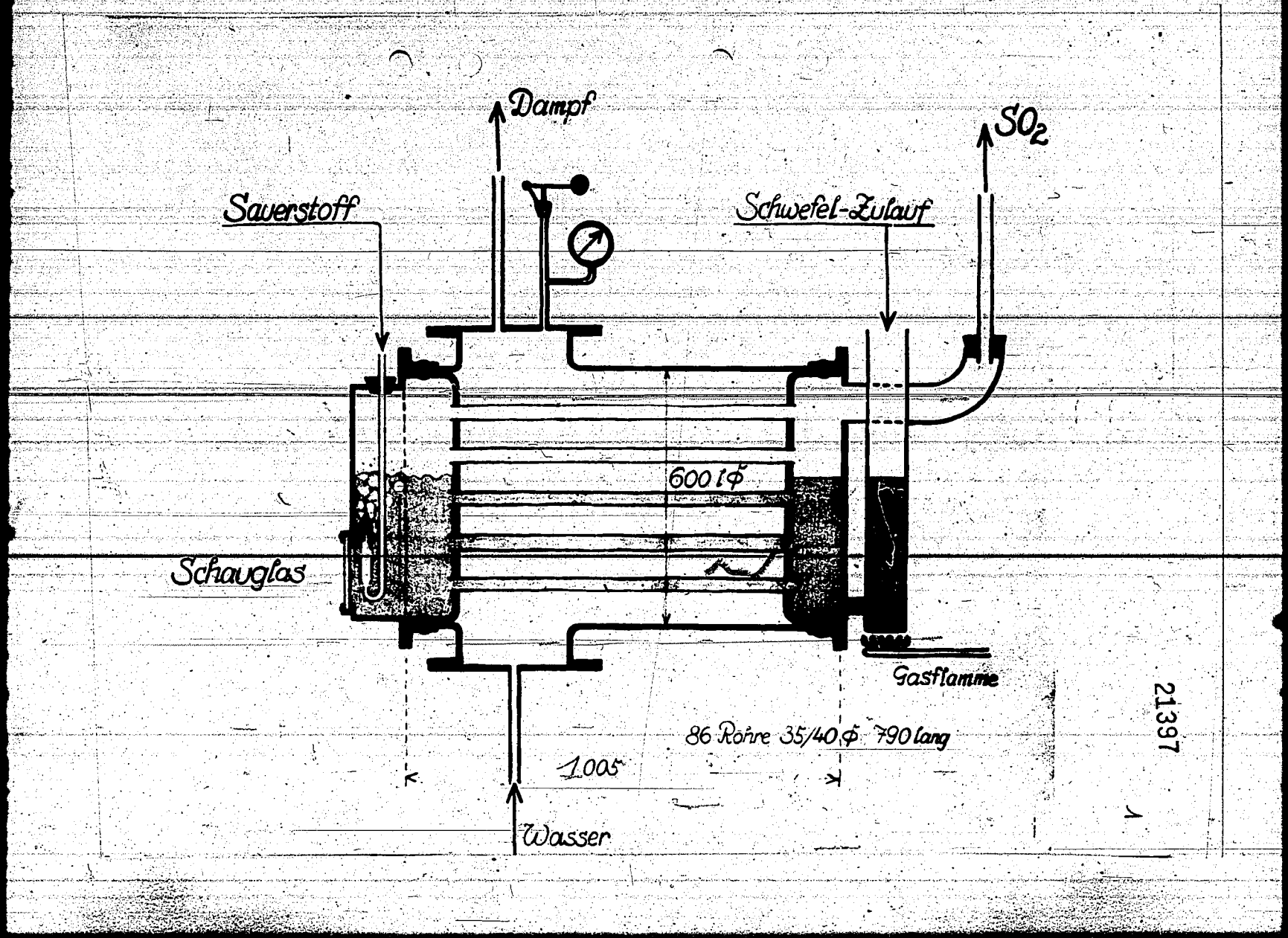
Ich bin überzeugt, daß bei längerer liebevoller Behandlung sich mit dem Flammrohrofen, der den Vorteil der einfacheren Wärmeabführung hat, noch bessere Werte erzielen lassen.

Wenn man zum Schluß die beiden Verfahren gegeneinander bewerten will, so ist so, wie sie beide zur Zeit stehen, dem sehr einfach zu bedienenden Tauchverbrennungsverfahren, wohl der Vorzug zu geben.

ø Herrn Dr.v.Staden
" Obering.Sabel
" Dr.Braus
" Dr.Augsten
" Dr.Elbel
" Dr.Jeltsch
" Dr.Grimm
" Dr.Koh

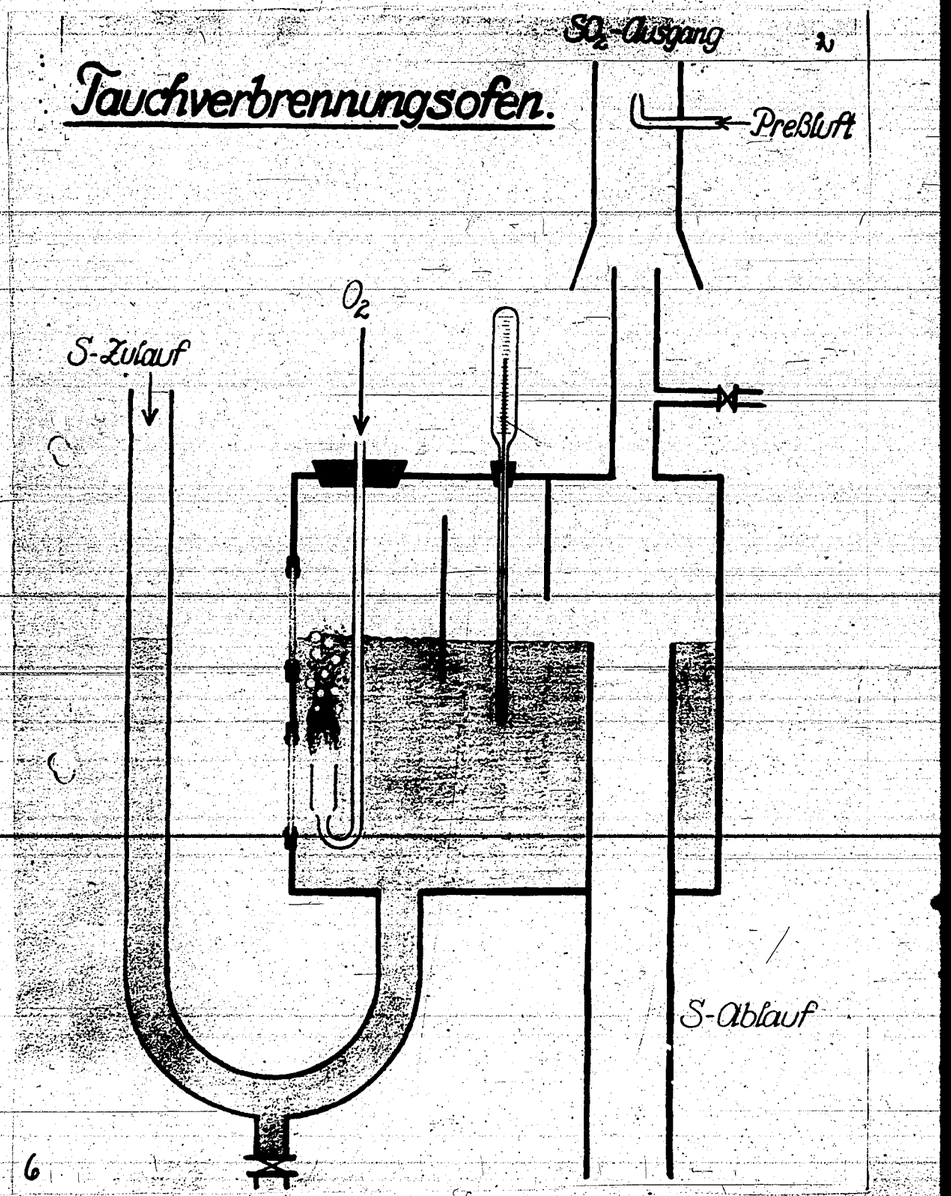
Kalw.

POOR COPY 43

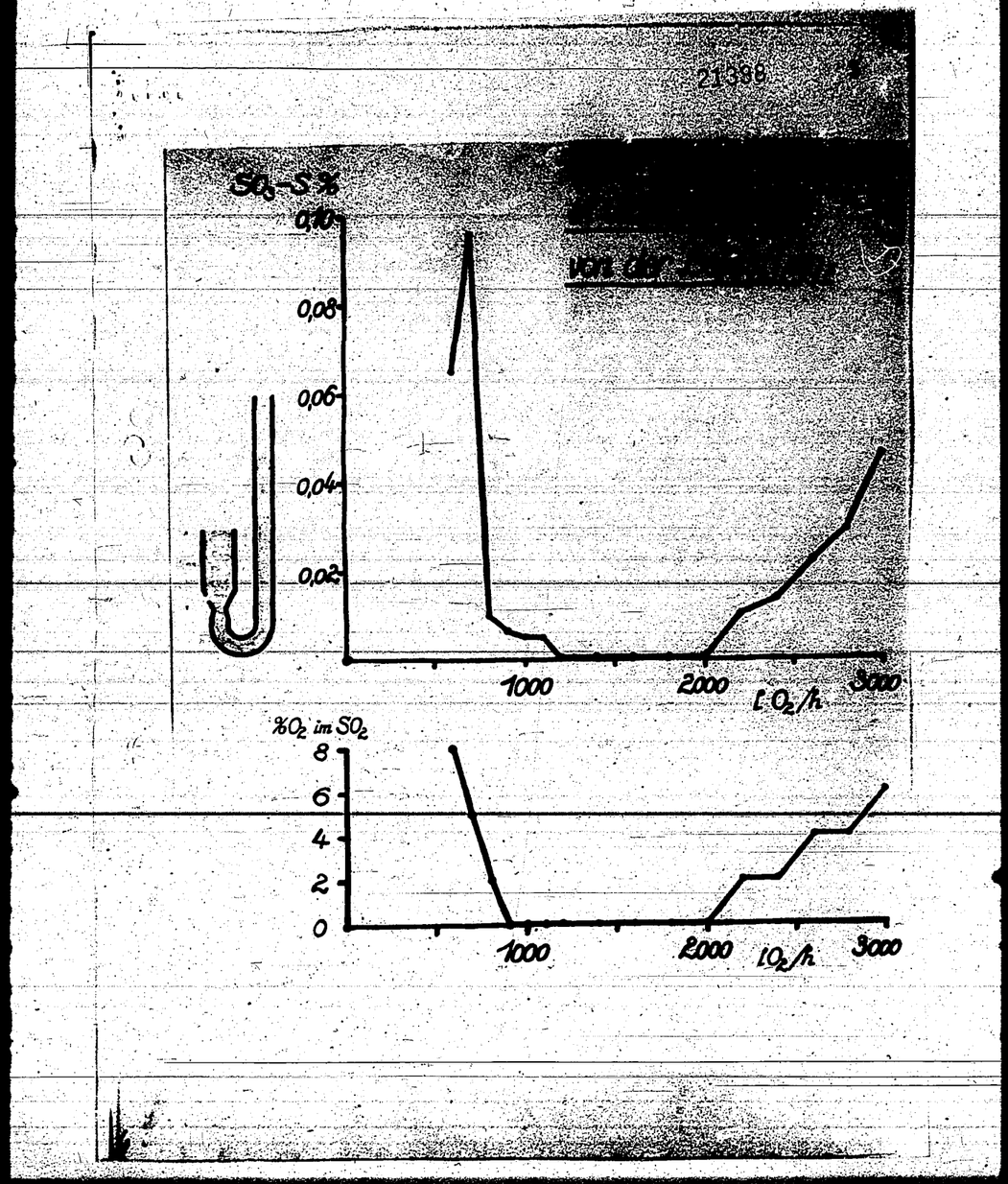

Dampf
SO_2
Sauerstoff
Schwefel-Zulauf
600 lang
Schauglas
Gasflamme
86 Rohre 35/40 Φ 790 lang
1005
Wasser
21397

POOR COPY

Tauchverbrennungsofen.



POOR COPY 43



POOR COPY 43

21399

und Schau

Heizmantel

Dampfausgang

Elbel-Ofen.

Maßstab 1:2

2300

Einspritz-Wasser

ND-Dampf zum Verheizen

Heizmantel

6

POOR COPY

POOR
COPY

21400

13. Mai 1938

Chefing. -Büro
Versuchsgruppe
Wbg/M.

Ammoniakwerk Merseburg
G.m.b.H.
Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro
Me Nr. 113 / IV C

Ffm.-Höchst, den 23. März 1938.

Versuche an der Pyridin-Extraktion.

Die Trennung von Zweistoff - Gemischen ist häufig schwierig wegen der kleinen Konzentrationsunterschiede zwischen Flüssigkeits- und Dampf-Phase. Wird der Konzentrationsunterschied zu Null, ohne dass eine reine Komponente als Bodenflüssigkeit vorliegt , spricht man von azeotropischen Gemischen. Bei ihnen ist eine saubere Trennung durch binäre Destillation fast nie zu erreichen.

Einen Ausweg aus dieser Schwierigkeit bietet :

a) die Extraktion der störenden Beimengung,

b) die Druckänderung bei der binären Destillation,

c) die Zuführung eines geeigneten dritten Stoffes und Destillation der Dreistoff-Mischung, oder schliesslich

d) eine Vereinigung von Extraktion und Destillation.

Bei Druckerniedrigung gelingt es z.B., Wasser-Alkohol -Mischungen durch Destillation sauber zu trennen. Wasserfreier Alkohol lässt sich auch durch Trocknung des bis zum azeotropen Punkt destillierten Gemisches mit Gips erzielen . In der Alizarin- Abteilung Höchst wird zur Erlangung wasserfreien Pyridins das binäre Gemisch Wasser-Pyridin durch Zugabe von Benzol in ein ternäres Gemisch verwandelt. Am Kolonnenende treten Wasser und Benzol im Verhältnis der Teildrücke aus, bei Atmosphärendruck also im Mol-Verhältnis 1 : 2,35 (Gewichtsverhältnis 1 : 10). In einem Scheidetrichter können diese beiden Komponenten getrennt werden. Das Benzol wird als Lutter der Kolonne zugeleitet , um das in der Blase mitverdampfte Pyridin möglichst vollständig auszuwaschen. Die periodische Destillation von 3 verschiedenen Pyridin - Sorten wird

176

mit einer Glockenboden-Kolonne von 42 Böden und 1 m Dm. durchge = führt. Der Dampfverbrauch wurde bei voller Belastung der Kolonne zu 5 kg Dampf je kg Reinpyridin ermittelt.Das abdestillierte Was= ser enthält 0,05 ... 0,1 % Pyridin . Für eine zu erstellende Neu= Anlage wurde die Auswaschung des Pyridins aus dem Wasser mit Ben= zol angeregt mit einer anschliessenden binären Destillation des nicht azeotropischen Gemisches Pyridin-Benzol. Das erscheint vor= teilhaft, da die Lösungsfähigkeit des Benzols für Pyridin 2 ...3 mal so gross ist wie die des Wassers, und da die Verdampfungswär= me nur etwa 1/5 der des Wassers beträgt. Die Auswaschung wird zweckmässig im Gegenstrom erfolgen.

Eine theoretische Untersuchung , die Herr Matz durchführte, liess erwarten,dass der Dampfverbrauch einer kontinuierlichen binären Destillation Pyridin - Benzol mit anschliessender Reindestillati= on des Pyridins auf etwa 1/3 sinken würde gegenüber dem Dampf= Verbrauch der periodischen ternären Destillation Wasser -Pyridin= Benzol. Bei dieser Berechnung wurde die Wirkungsweise der Extrak= tionskolonne ermittelt nach einem graphischen Verfahren, das Hun= ter und Nash[1]) ausgearbeitet haben. Danach ist es möglich , den Endzustand des Kolonnenablaufes (Benzol-Pyridin) aus dem einge= setzten Material (Wasser-Pyridin und Benzol) und deren Mischungs= verhältnis zu berechnen, wenn die Mischungslücke des ternären Ge= misches Pyridin-Wasser-Benzol gegeben ist (Abb.1). Es zeigt sich, dass ein ganz wasserfreier Ablauf des Pyridin-Benzol - Gemisches nicht zu erreichen ist. Um bei der nachfolgendenDestillation was= serfreies Pyridin zu erhalten, muss nur in dem Benzol - Pyridin - Ablauf das Verhältnis Benzol/Wasser > 10 sein.

---

1) Hunter - Nash: Die Anwendung von physiko-chemischen Grundsä = tzen beim Entwurf von Flüssigkeit-Flüssigkeitskontakt-Appara= turen.
(J. of Soc. of Chem. Ind. 1932, 51, S. 285 - 97 und 1934, 53, S. 95 - 102).

Für das graphische Verfahren wurde das Mischungs - Verhältnis $\frac{\text{Wasser-Pyridin}}{\text{Benzol}} = \frac{1}{1}$ angenommen bei einem Gehalt von 40 % Pyridin in der zulaufenden Wasser-Pyridin-Mischung. Als Endprodukte erhält man für praktisch pyridinfreien Wasserablauf ein Pyridinbenzolgemisch mit ca. 2 % Wasser bei ca. 29 % Pyridin-Gehalt. Durch Salzzugabe verschiebt sich die Löslichkeitskurve. Bei Salzzugabe ist also für die gleichen Verhältnisse der Wasser- Gehalt im ablaufenden Benzol-Pyridin-Gemisch kleiner, oder aber das Mischungsverhältnis $\frac{\text{Wasser-Pyridin}}{\text{Benzol}}$ kann > 1 eingestellt werden.

Die aus der graphischen Ermittlung vorausgesagten Verhältnisse wurden durch die Versuche bestätigt . Aufgabe des Versuches ist es demnach , eine geeignete Extraktionskolonne zu ermitteln und die erforderliche Auswaschhöhe festzustellen.

Nach der allgemeinen Ansicht sind für die Extraktion Füllkörperkolonnen ungeeignet. Vorversuche mit einer Füllkörpersäule von ca. 0,7 m Auswaschhöhe bestätigten scheinbar auch diese Anschauung, denn das ablaufende Wasser enthielt stets 2 .. 4 % Pyridin. Daher wurden die Versuche mit einer Rührkolonne begonnen. Die Kolonne hatte eine Auswaschhöhe von etwa 1,1 m. Als Beruhigungszonen für den Ablauf der Benzol- und Wasser-Phase waren jeweils 17 cm vorgesehen. Der Kolonnenablauf war anfänglich klar, wurde aber nach etwa einstündigem Betrieb undurchsichtig. Das bedeutete , dass die in der Kolonne erfolgte emulsionsartige Durchmischung der Flüssigkeiten sich nur unvollkommen trennte. Auch nach längerem Stehen des aufgefangenen Ablaufes blieb die Trübung erhalten. Der Grund dafür wurde in kleinen Rostteilchen gesehen, die sich von dem eisernen Rührer loslösen und auf die Emulsion stabilisierend wirken konnten. Der Rührer wurde daher ausgebaut, um seine Oberfläche mit Phenytal zu überziehen. In der Zwischenzeit wurde die Versuchskolonne mit Raschig-Ringen gefüllt in Betrieb genommen. Die Versuche ergaben ein überraschend gutes Bild. Jedoch trübte sich nach mehrstündigem Betrieb auch bei dieser Versuchsanordnung der Kolonnenablauf.

Gleichzeitig wurde eine Verschmutzung der Raschig - Ringe besonders an der Stelle der Kolonne beobachtet, wo beim Betrieb Wasserschicht und Benzolschicht aneinander grenzen. Neue Versuche wurden durchgeführt mit vorher gefilterten Flüssigkeiten . Eine merkliche Trübung des Benzolablaufes konnte erst nach etwa einwöchigem Betrieb festgestellt werden . Der Wasserablauf blieb dauernd klar. Die im ablaufenden Benzol-Pyridin emulgierten Wassermengen blieben auch bei starker Trübung verhältnismässig klein. Durch eine Temperatursteigerung der ablaufenden Flüssigkeit von 20 auf 30°C konnte die Trübung zum Verschwinden gebracht werden, indem das Wasser sich im Benzol-Pyridin auflöste. Beim nachträglichen Abkühlen trat der ursprüngliche Trübungszustand wieder ein. Dieser Versuch bewies gleichzeitig, dass eine Temperatursteigerung für die Extraktion günstigenfalls nur einen scheinbaren Erfolg haben kann, da eben ein möglicherweise eintretender klarer Ablauf nur auf die gesteigerte Lösungsfähigkeit des Benzols für das Wasser zurückzuführen wäre.

An verschiedenen Stellen des Extraktionsrohres konnten Proben am Umfang entnommen werden. Der Gehalt des Pyridins in der Wasserphase der entnommenen Probe wurde durch Titration festgestellt. Die Ergebnisse wurden in einem Schaubild in Abhängigkeit von der Auswaschlänge aufgetragen (Abb. 2). Es zeigte sich, dass der Pyridingehalt im ablaufenden Wasser stets grösser war als derPyridingehalt in der Wasserphase einiger oberhalb des Ablaufs entnommenen Proben. Dieses Ergebnis ist nur zu erklären durch eine in der Randzone bessere Auswaschung. Das heisst also, dass die aufsteigenden Benzolblasen nach dem Kolonnenrande zu gedrängt werden. Diese Erscheinung liess sich auch sehr schön beobachten. Ausserdem wurde festgestellt, dass die Benzolblasen als verhältnismässig grosse zusammenhängende Gebilde von $0,1 - 0,2$ cm^3 sich durch die Raschigring-Füllung meist an den gleichen Stellen hindurchschlängelten.

Der Extraktionsverlauf hängt ab von der Konzentration der zu extrahierenden Substanz und von der Diffusionsgeschwindigkeit in den beiden Phasen, von der zum Austausch zur Verfügung stehenden

Zeit, von der Blasengrösse und von der mechanischen Durcharbei = tung beider Flüssigkeiten. Eine exakte theoretische Untersuchung erscheint daher aussichtslos.

Nimmt man an, dass der Bruchteil der extrahierten Substanz stets proportional der Auswaschlänge ist, so gilt die bekannte Absorp= tionsgleichung

$$dG_x = - k \cdot G_x \cdot dx$$

deren Integral mit $G_x = G_0$ für $x = 0$ lautet :

$$\ln \frac{G_x}{G_0} = - k \cdot x \text{ oder } G_x = G_0 \cdot e^{-kx} \text{ oder } \log \frac{G_x}{G_0} = - k \cdot x \cdot \log e$$

Dabei sind :

x = Auswaschweg,
G_x = Gewicht der zu extrahierenden Flüssigkeit in der zu rei = nigenden Phase,
k = Extraktionskoeffizient.

Damit ergäbe sich also im logarithmisch-linearen Diagramm eine gerade Linie als Darstellung des Pyridin-Gehaltes im Wasser in Abhängigkeit von der Auswaschlänge. Die Neigung dieser Geraden entspricht bis auf den konstanten Wert log e = 0,435 dem Absorp= tionskoeffizienten k. Es wäre daher vielleicht zweckmässig, den Neigungsfaktor der Geraden als kennzeichnendes Merkmal für die Güte einer Extraktionskolonne anzusehen.

Eine bessere Auswaschung erfordert demnach eine grössere Aus = waschlänge, die sich auf Grund der angeführten Versuche bei An = nahme einer der Auswaschlänge logarithmisch verhältnisgleichen Extraktion ermitteln lässt. Die nach dem Rande drängenden Ben = zolblasen müssen durch besondere Abweiser in gewissen Abständen wieder nach der Mitte geführt werden. Im Destillations- Betrieb haben sich für ähnliche Zwecke bereits dachrinnenartige Gebilde bewährt, von denen aus Leitungen nach der Kolonnenmitte führen. Dr. Kiesskalt schlug daher entsprechende Einbauten für die Ex = traktionskolonne vor (Abb.2). Zur besseren Durcharbeitung der

Benzolblasen erscheint es vorteilhaft, statt der Raschig - Ringe Berl -Körper einzufüllen. Nach diesen Gesichtspunkten wurde eine Extraktionskolonne von 68 mm Dm. und 3,40 m Gesamthöhe aufgebaut. Beruhigungszonen für den Ablauf und für die Einbauten beanspruchten eine Höhe von insgesamt 0,8 - 0,9 m, sodass eine reine Auswaschlänge von 2,5 m zur Verfügung stand. Die in verschiedener Höhe der Kolonne entnommenen Proben zeigten in der Wasserphase einen Pyridin - Gehalt, der stets grösser blieb als der im Wasserablauf festgestellte (Abb.2). Die durch die Einbauten erwartete Wirkung ist also eingetreten. Der Endgehalt anPyridin im ablaufenden Wasser entspricht der für den Extraktionsverlauf gemachten Annahme. Die Wirkung der Kolonnen - Einbauten zeigen die Photographien der mit Ind. Rotviolett RH gefärbten Benzolblasen (Abb. 3 und 4).

Versuche sollen noch klären, wie weit durch bessere Verteilung der eintretenden Stoffe und durch Einbau von Rührern die Extraktion verbessert werden kann. Den Aufbau einer Extraktions-Anlage mit anschliessender binärer Destillation zeigt Abb. 5 für den Fall Wasser-Pyridin-Benzol.

Die Trennung des Aethyl-Alkohols vom Xylol wird wegen der Unmöglichkeit eines sauberen Abscheidens durch binäre Destillation auf dem Umweg über die Extraktion mit Wasser durchgeführt. Die aus der Löslichkeitskurve (Abb. 6) gefundenen Verhältnisse wurden wieder durch die Versuche bestätigt . Die mit dem Extraktions-Rohr von 1,1 m Auswaschlänge und 0,06 m Dm. erzielten Ergebnisse sind in der Zahlentafel der Abb. 6 dargestellt. Der Spritgehalt im Xylol wurde durch Auswaschen mit Wasser ermittelt. Auch für diese Extraktion bewährte sich also die Gegenstrom-Füllkörperkolonne . Bisher konnte noch kein klarer Wasser-Spritablauf erzielt werden. Die emulgierten Xylolmengen blieben aber auch hier trotz zuweilen milchiger Trübung sehr klein und konnten durch Temperatursteigerung von 20°C auf ungefähr 40°C aufgelöst werden.

Zusammenfassung.

Zur Trennung des azeotropen Gemisches Wasser-Pyridin wird ein Verfahren vorgeschlagen, bei dem durch Extraktion des Pyridins mit Benzol ein Benzol-Pyridin-Gemisch mit geringem Wassergehalt entsteht.

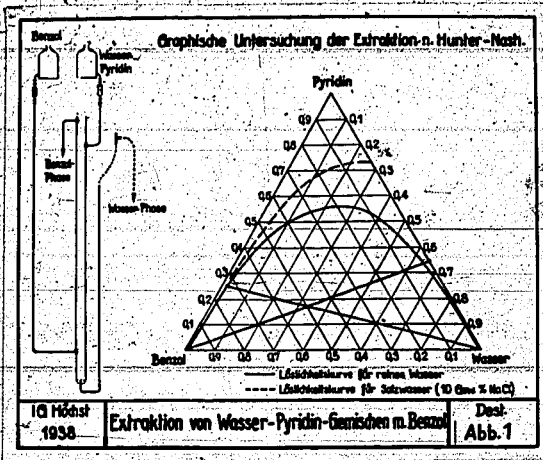
Die Destillation des Pyridins erfordert nach diesem Verfahren nur ~1/3 des Dampfverbrauches , der bei der bisher üblichen ternären Destillation Wasser-Pyridin-Benzol aufzuwenden ist . Die Extraktion lässt sich in einer Füllkörpersäule im Gegenstrom durchführen. Besondere Einbauten führen die aufsteigenden Benzolblasen in bestimmten Abständen wieder nach der Mitte . Die der Extraktionskolonne zugeführten Flüssigkeiten müssen sorgfältig gefiltert werden, um das Auftreten stabilisierter Emulsionen zu verhindern. Der Endzustand der Extraktion lässt sich mit der Löslichkeitskurve der drei Stoffe vorher bestimmen. Durch die bekannte Absorptionsgleichung $G_x = G_0 \cdot e^{-kx}$ kann der Verlauf der Pyridin -Extraktion dargestellt werden.

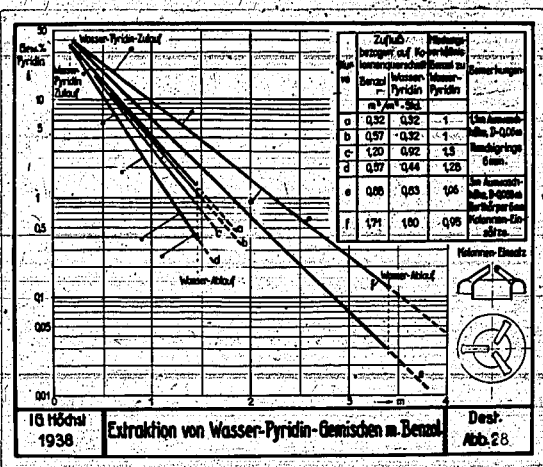
Die Verwendung anderer Flüssigkeiten als Waschmittel für die Pyridin -Extraktion scheiterte an chemischen Reaktionen mit dem Pyridin beim Kochen. Vorgeschlagen waren ausser Benzol (C_6H_6) mit 85° Siedetemperatur noch Trichloraethylen ($C_2 H Cl_3$) mit $t_s = 87°$ und Tetrachlorkohlenstoff ($C Cl_4$) mit $t_s = 77°$. Hexachloräthan ($C_2 Cl_6$), Trichlorbenzol ($C_6 H_3 Cl_3$)und andere Lösungsmittel mit Siedetemperaturen über der des Pyridins sind nicht zu verwenden, da der bei der Extraktion in Lösung bleibende Wassergehalt beim Destillieren im Pyridin zurückgehalten würde, wenn nicht besondere Verhältnisse vorliegen.

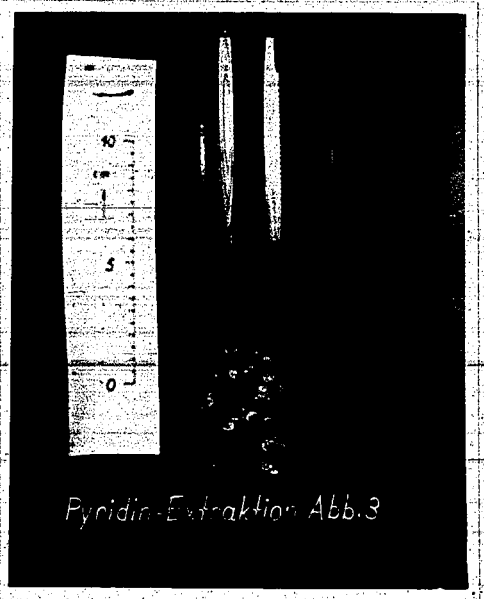
Die Gegenstrom-Füllkörperkolonne bewährte sich ausserdem noch bei der Extraktion von in Xylol gelöstem Aethylalkohol mit Wasser als Extraktionsmittel. Es ist daher zu erwarten, dass die Gegenstrom-Füllkörperkolonne entgegen der bisherigen Ansicht ganz allgemein für Extraktionsvorgänge mit Erfolg angewandt werden kann.

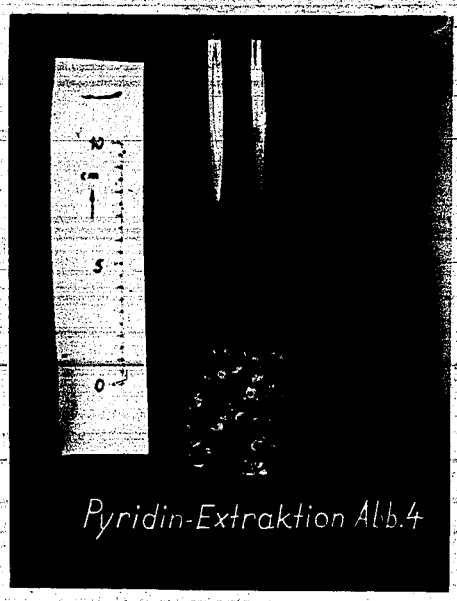
Schwarzenberg

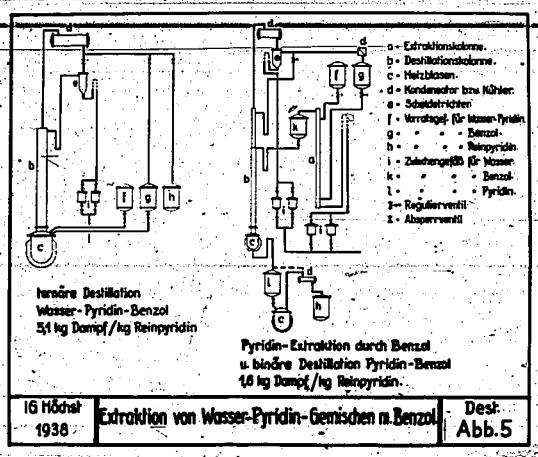
21407

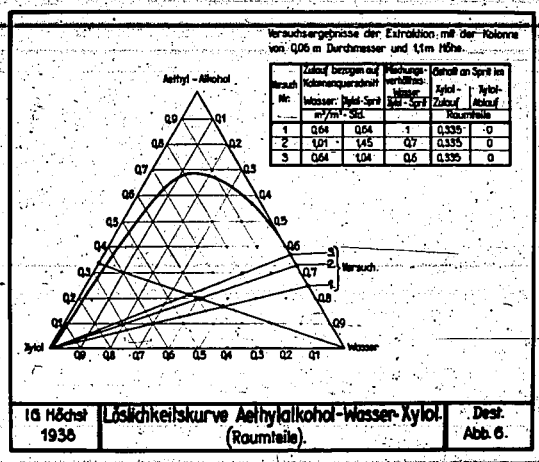

Graphische Untersuchung der Extraktion n. Hunter-Nash.
Benzol
Wasser-Pyridin
Benzol-Phase
Wasser-Phase
Pyridin
Benzol
Wasser
Löslichkeitskurve für reines Wasser
Löslichkeitskurve für Salzwasser (10 Gew.% NaCl)
IG Höchst 1938
Extraktion von Wasser-Pyridin-Gemischen m. Benzol
Dest. Abb. 1


Gew.% Pyridin
Wasser-Pyridin-Zulauf
Pyridin-Zulauf
Wasser-Ablauf
Benzol-Ablauf
Kolonnen-Einsatz
Zulauf bezogen auf Kolonnenquerschnitt: Benzol | Wasser-Pyridin
Rückgewinnung Benzol zu Wasser-Pyridin
Bemerkungen
a 0,32 0,32 1
b 0,57 0,32 1
c 1,20 0,92 1,3
d 0,97 0,44 1,25
e 0,89 0,83 1,05
f 1,71 1,80 0,95
IG Höchst 1938
Extraktion von Wasser-Pyridin-Gemischen m. Benzol
Dest. Abb. 2


Pyridin-Extraktion Abb. 3


Pyridin-Extraktion Abb. 4


a - Extraktionskolonne.
b - Destillationskolonne.
c - Heizblasen.
d - Kondensator bzw. Kühler.
e - Scheidetrichter.
f - Vorratsgef. für Wasser-Pyridin.
g - " " " Benzol.
h - " " " Reinpyridin.
i - Zulaufgefäß für Wasser-Benzol.
k - " " " Benzol.
l - " " " Pyridin.
x - Regulierventil
z - Absperrventil
ternäre Destillation
Wasser-Pyridin-Benzol
5,1 kg Dampf/kg Reinpyridin
Pyridin-Extraktion durch Benzol
u. binäre Destillation Pyridin-Benzol
1,8 kg Dampf/kg Reinpyridin.
IG Höchst 1938
Extraktion von Wasser-Pyridin-Gemischen m. Benzol
Dest. Abb. 5


Versuchsergebnisse der Extraktion mit der Kolonne von 0,06 m Durchmesser und 1,1 m Höhe.
Versuch Nr.
Zulauf bezogen auf Kolonnenquerschnitt: Wasser | Xylol-Sprit
Rückgewinnungsverhältnis: Wasser-Xylol-Sprit
Gehalt an Sprit im Xylol-Zulauf
Gehalt an Sprit im Xylol-Ablauf
Raumteile
1 0,64 0,64 1 0,335 0
2 1,01 1,45 0,7 0,335 0
3 0,64 1,04 0,6 0,335 0
Äthyl-Alkohol
Xylol
Wasser
Versuch
IG Höchst 1938
Löslichkeitskurve Aethylalkohol-Wasser-Xylol (Raumteile).
Dest. Abb. 6.

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro

Vertraulich!

21408

Bericht Nr.: 851 / II

Datum: 8.1.1943

Betrieb: Analyt.Laboratorium

Überschrift: Die Bestimmung von o-, m- und p-Kresol.

Verfasser: Dr. Mayrhofer

Reserve-Exemplar 1

Zurück an Referate-Büro
Me 24

3567 - 1000 - 360 DinA4

45

Ammoniakwerk Merseburg
Analyt. Laboratorium

Ammoniakwerk Merseburg
G.m.b.H.
Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro
Me Nr. 851 / II

Zusammenfassung.

Es wird über Versuche berichtet, die 3 Kresole im Gemisch mit Hilfe der U.V.-Absorption zu bestimmen.

Es ist möglich, die Summe von o- und m-Kresol zu bestimmen und den Gehalt an p-Kresol. Die Trennung von o- und m-Kresol ist z.Zt. durch U.V.-Absorptionsmessungen allein nicht möglich.

Die Untersuchungen wurden von den Herren J. Schostenko und A. Standel, von der Universität Charkow, unter der Leitung des Verfassers ausgeführt.

+) Ve

POOR COPY 45

Leuna-Werke, 8. Januar 1943.

Die Bestimmung von o-, m- und p-Kresol.

Die vorliegenden Untersuchungen wurden unter der Leitung des Verfassers von den Herren J. Schostenko und A. Standel, von der Universität Charkow, durchgeführt.

In der Literatur findet man in ständig wachsendem Maße Hinweise für die Brauchbarkeit der U.V.-Absorption als analytisches Hilfsmittel; besonders auf dem Treibstoffgebiet hat man sich wiederholt dieser Methoden bedient zur Bestimmung von Aromaten in Treibstoffen, zum Nachweis von Treibstoffen selbst, in Luftgemischen usw. +)

Diese Untersuchungen stammen meistens aus Hochschullaboratorien, die vor allen Dingen bezüglich der ihnen zur Verfügung stehenden Zeit nicht so beengt sind wie Industrielaboratorien und die auch die eine oder andere methodische Unebenheit ohne Beeinträchtigung der Untersuchungsergebnisse in Kauf nehmen können. Da die Erfordernisse, die ein Industrielaboratorium an solche Methoden stellt, doch wesentlich andere sind, so erschien es wünschenswert, einmal an Hand von einigen Beispielen die Methodik der ultravioletten Absorptionsanalyse auf ihre wirklich praktische Anwendbarkeit im Industrielaboratorium zu prüfen. Hier wird ja entweder Zeitersparnis oder erhöhte Genauigkeit gegenüber der bisherigen Arbeitsweise gefordert. Außerdem muß die Methodik, möglichst auch die Auswertung so einfach sein, daß technische Hilfskräfte damit gut reproduzierbare Resultate erzielen können.

Die Bestimmung von Benzol oder Phenol in Cyclohexan, überhaupt alle die Fälle, in welchen die Bestimmung des gesuchten Körpers an Hand einer typischen von anderen Bestandteilen nicht beeinflußten Absorptionsbande erfolgt, sind bereits als klassische Beispiele der ultravioletten Absorptionsanalyse zu betrachten und brauchen infolgedessen nicht mehr näher erörtert zu werden. Anders liegen die Verhältnisse bei Gemischen mehrerer Stoffe, die

+) Vergl. Lit.-Verz. am Ende des Berichtes Nr. 1, 2, 3, 4.

POOR COPY

unter Umständen alle im gleichen Wellenbereich absorbieren. Hier sind die Schwierigkeiten schon wesentlich größer, und aus diesem Grund wurden als 1. Versuchsbeispiel die 3 Kresole gewählt.

Die allgemeinen Grundlagen.

Um die Gesetzmäßigkeit, auf welche sich die Absorptionsspektralanalyse gründet nochmals ins Gedächtnis zurückzurufen, seien folgende Gleichungen angeführt:

$$\frac{J}{Jo} = 10^{-kd} \qquad (1)$$

Diese Gleichung ist bekannt als das Lambert'sche Gesetz und deshalb wichtig, weil die Gültigkeit dieses Gesetzes die Voraussetzung für die Analyse ist. An Stelle der Gleichung 1 kann man auch schreiben:

$$\log \frac{Jo}{J} = kd \qquad (2)$$

Hier ist Jo die Intensität des einfallenden, J die Intensität des austretenden Lichtes, d die Schichtdicke und k der Absorptionskoeffizient. Nun gilt aber

$$k = \varepsilon \cdot c \,, \qquad (3)$$

worin ε der molare Extinktionskoeffizient und c die Konzentration in Mol pro/l ist. Trägt man ε oder $\log\varepsilon$ gegen die Wellenlänge auf, so erhält man die Extinktionskurve der betreffenden Verbindung oder bezw. die log k-Kurve des betreffenden Gemisches. Da $\frac{Jo}{J}$ gemessen wird, d bekannt ist, so gestattet das Lambertsche Gesetz die Bestimmung von c. Bei Gemischen gilt das Additionsgesetz, d.h. der ermittelte Wert für k ist gleich der Summe der zu jeder Komponente gehörenden k-Werte.

$$k = \Sigma k \qquad (4)$$

$$k = \Sigma \varepsilon_i c \qquad (5)$$

Z.B. für 3 Komponenten k-Gemisch $= \varepsilon_1 c_1 + \varepsilon_2 c_2 + \varepsilon_3 c_3$ (5a)

Bestimmen wir nun aus der Absorptionskurve des Gemisches für drei verschiedene Wellenlängen die zugehörigen k-Werte, bezw. die dazugehörigen $\varepsilon . c$ -Werte der gleichen Wellenlängen für die reinen Verbindungen, so erhalten wir 3 Gleichungen, aus denen

POOR COPY

die C-Werte zu errechnen sind. Für die Ausrechnung wird weiter unten ein Beispiel gebracht. Die erste Voraussetzung für diese Methode ist die genaue Kenntnis der ε-Werte der reinen Komponenten.

Die Extinktionskurve der 3 Kresole.

Obwohl die Absorption der 3 Kresole in der Literatur bereits beschrieben ist+), so haben wir doch selbst die Absorptionskurve von o-, m- und p-Kresol bestimmt. Wir bedienten uns im Prinzip der Methode von Scheibe++). Als Lichtquelle verwandten wir das Kontinuum der Wasserstofflampe, die Aufnahmen wurden mit dem Spektralapparat 9 x 12 für Chemiker von Carl Zeiss, Jena, mit Quarz-Optik und Hüfner-Prisma hergestellt. Als Küvette wurde der große Satz mit 21 Küvetten nach Scheibe angewandt. Um die Kurven mit größerer Genauigkeit aufstellen zu können, wurde nicht nur mit dem Sektor 10% gearbeitet, sondern je nach Bedarf mit verschiedenen Sektorstellungen und Schichtdicken. Wir haben für die Werte log k von +1-1 in sehr engen Intervallen die verschiedenen Sektorstellungen und Schichtdicken errechnet und in Tabellen 1,2 und 3 zusammengestellt. In Tabelle 2 und 3 sind außer den log k-Werten noch die Werte von log ε wiedergegeben für die Konzentration 0,002 Mol.pro/l und 0,004 Mol.pro/l. Die Auswertung der Spektrogramme erfolgte teils mit dem Meßmikroskop, teils mit dem Spektrallinienphotometer der gleichen Firma. Als Lösungsmittel verwandten wir reines Cyclohexan, das so lange mit H_2SO_4 und Kaliumpermanganat geschüttelt und dann destilliert wurde, bis in dem in Frage kommenden Spektralbereich keine Absorption mehr festzustellen war. Die Kresole waren sorgfältigst nachgereinigte, reinste Präparate von Merck. Fig.1 und 2 zeigen die auf diese Weise erhaltenen log ε-Kurven. Gleichzeitig sind die Werte von Wolff und Herold+) eingezeichnet. Mit Rücksicht darauf, daß die Resultate von Wolff und Herold aus Heptanlösungen stammen, während unsere Werte mit Cyclohexanlösungen gewonnen sind, ist die Übereinstimmung befriedigend. Die gefundenen Maxima der Absorption sind in Tabelle 4 zahlenmäßig zusammengestellt.

+) Lit.-Verz. 6.
++) Lit.-Verz. 7.

POOR COPY 45

Tab. 1

21413

Logn.	d(n)	Zehntel	Logn.	d(n)	Zehntel
- 1,000	1	10	+ 0,000	11	10
- 0,956	3	20	+ 0,014	10	5
- 0,920	4	25	+ 0,045	13	20
- 0,900	2	10	+ 0,080	14	25
- 0,886	1	5	+ 0,100	12	10
- 0,855	4	20	+ 0,114	11	5
- 0,820	5	25	+ 0,145	14	20
- 0,800	3	10	+ 0,180	15	25
- 0,786	2	5	+ 0,200	13	10
- 0,755	5	20	+ 0,214	12	5
- 0,720	6	25	+ 0,245	15	20
- 0,700	4	10	+ 0,280	16	25
- 0,686	3	5	+ 0,300	14	10
- 0,655	6	20	+ 0,314	13	5
- 0,620	7	25	+ 0,345	16	20
- 0,600	5	10	+ 0,380	17	25
- 0,586	4	5	+ 0,400	15	10
- 0,555	7	20	+ 0,414	14	5
- 0,520	8	25	+ 0,445	17	20
- 0,500	6	10	+ 0,480	18	25
- 0,486	5	5	+ 0,500	16	10
- 0,455	8	20	+ 0,514	15	5
- 0,420	9	25	+ 0,545	18	20
- 0,400	7	10	+ 0,580	19	25
- 0,386	6	5	+ 0,600	17	10
- 0,355	9	20	+ 0,614	16	5
- 0,320	10	25	+ 0,645	19	20
- 0,300	8	10	+ 0,680	20	25
- 0,286	7	5	+ 0,700	18	10
- 0,255	10	20	+ 0,714	17	5
- 0,220	11	25	+ 0,745	20	20
- 0,200	9	10	+ 0,780	21	25
- 0,186	8	5	+ 0,800	19	10
- 0,155	11	20	+ 0,814	18	5
- 0,120	12	25	+ 0,845	21	20
- 0,100	10	10	+ 0,880	-	25
- 0,086	9	5	+ 0,900	20	10
- 0,055	12	20	+ 0,914	19	5
- 0,020	13	25	+ 0,945	-	20
+ 0,000	11	10	+ 0,980	-	25
			+ 1,000	21	10

Dem	N	Dem	N	Dem	N	Dem	N
10	1	3,15	5	100	11	0,357	16
7,94	2	2,51	7	0,794	12	0,251	17
6,31	3	2,00	9	0,631	13	0,200	18
5,02	4	1,58	10	0,502	14	0,158	19
3,98	6	1,26	8	0,398	15	0,126	20

Ammoniakwerk Merseburg
Gasanstalt
Lab.

POOR COPY 45

Tab. 2 — 22.4.43

d in mm	Sorbose	Log c	Log c + 0,400 = K	Log c + 0,401 = K
N 20 (d=0,126 cm)	26%	0,620	3,378	3,428
N 20	24%	0,692	3,390	3,490
N 20	23%	0,705	3,403	3,503
N 20	22%	0,718	3,416	3,516
N 20	21%	0,731	3,429	3,529
N 20	20%	0,745	3,443	3,543
N 20	19%	0,758	3,456	3,556
N 20	18%	0,772	3,470	3,570
N 20	17%	0,786	3,484	3,584
N 20	16%	0,801	3,499	3,599
N 20	15%	0,816	3,514	3,614
N 20	14%	0,831	3,529	3,629
N 20	13%	0,847	3,545	3,645
N 20	12%	0,864	3,562	3,662
N 20	11%	0,882	3,580	3,680
N 20	10%	0,900	3,598	3,698
N 20	9%	0,920	3,618	3,718
N 20	8%	0,940	3,638	3,738
N 20	7%	0,963	3,661	3,761
N 20	6%	0,987	3,685	3,785
N 20	5%	1,018	3,712	3,812
N 20	4%	1,045	3,743	3,843

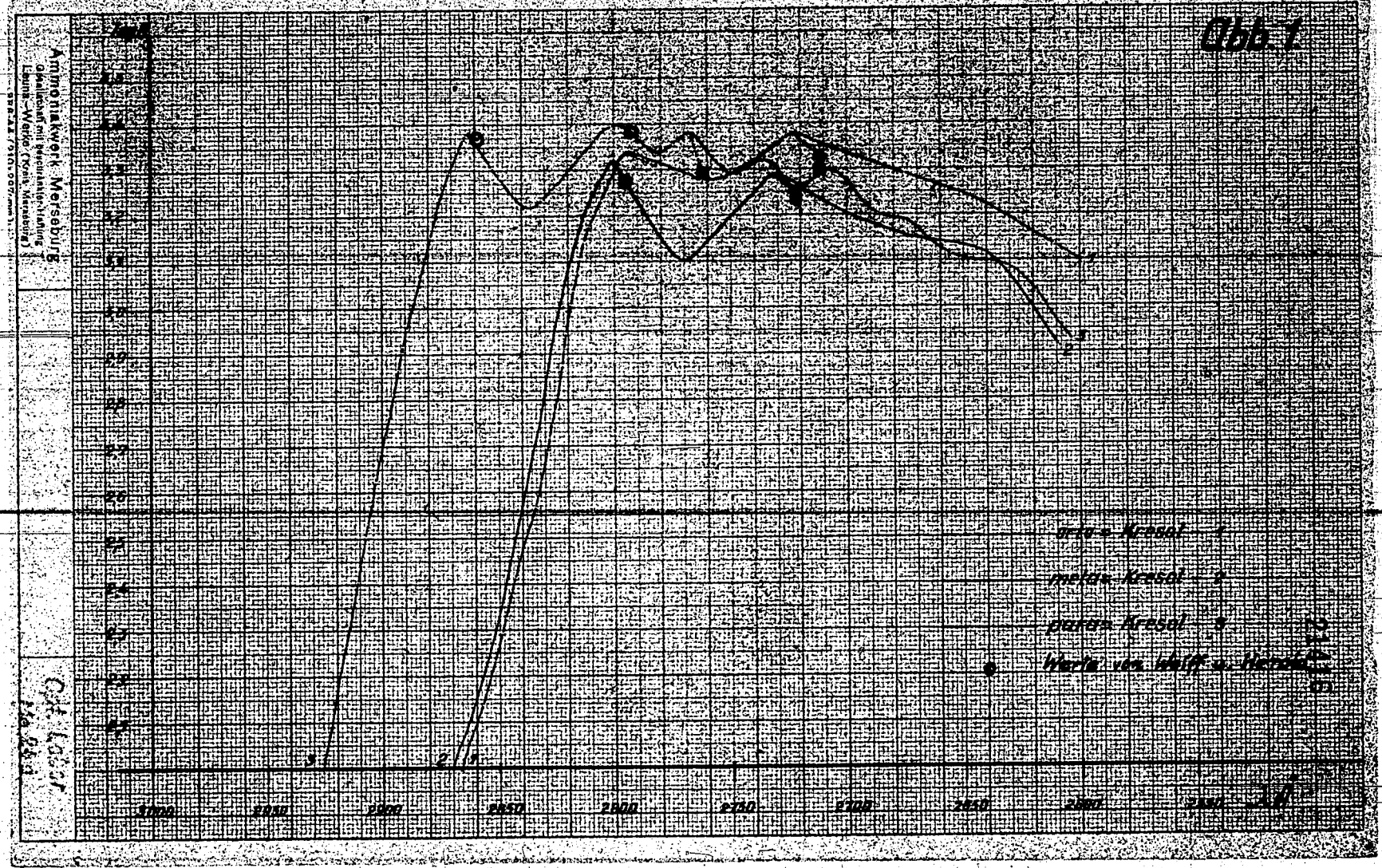
Ammoniakwerk Merseburg

POOR COPY

Zeit	Schicht	Typ	Ost Zone II	Ost Zone I
N17 d-225km	25%	0,380	3,018	3,118
N17	24%	0,393	3,031	3,131
N17	23%	0,405	3,043	3,143
N17	22%	0,418	3,056	3,156
N17	21%	0,431	3,069	3,169
N17	20%	0,445	3,085	3,185
N17	19%	0,458	3,096	3,196
N17	18%	0,472	3,110	3,210
N17	17%	0,487	3,125	3,225
N17	16%	0,501	3,139	3,239
N17	15%	0,516	3,154	3,254
N17	14%	0,531	3,169	3,269
N17	13%	0,548	3,186	3,286
N17	12%	0,564	3,202	3,302
N17	11%	0,582	3,220	3,320
N17	10%	0,600	3,238	3,338
N17	9%	0,619	3,257	3,357
N17	8%	0,640	3,278	3,378
N17	7%	0,663	3,301	3,401
N17	6%	0,687	3,325	3,425
N17	5%	0,713	3,351	3,451
N17	4%	0,740	3,378	3,478

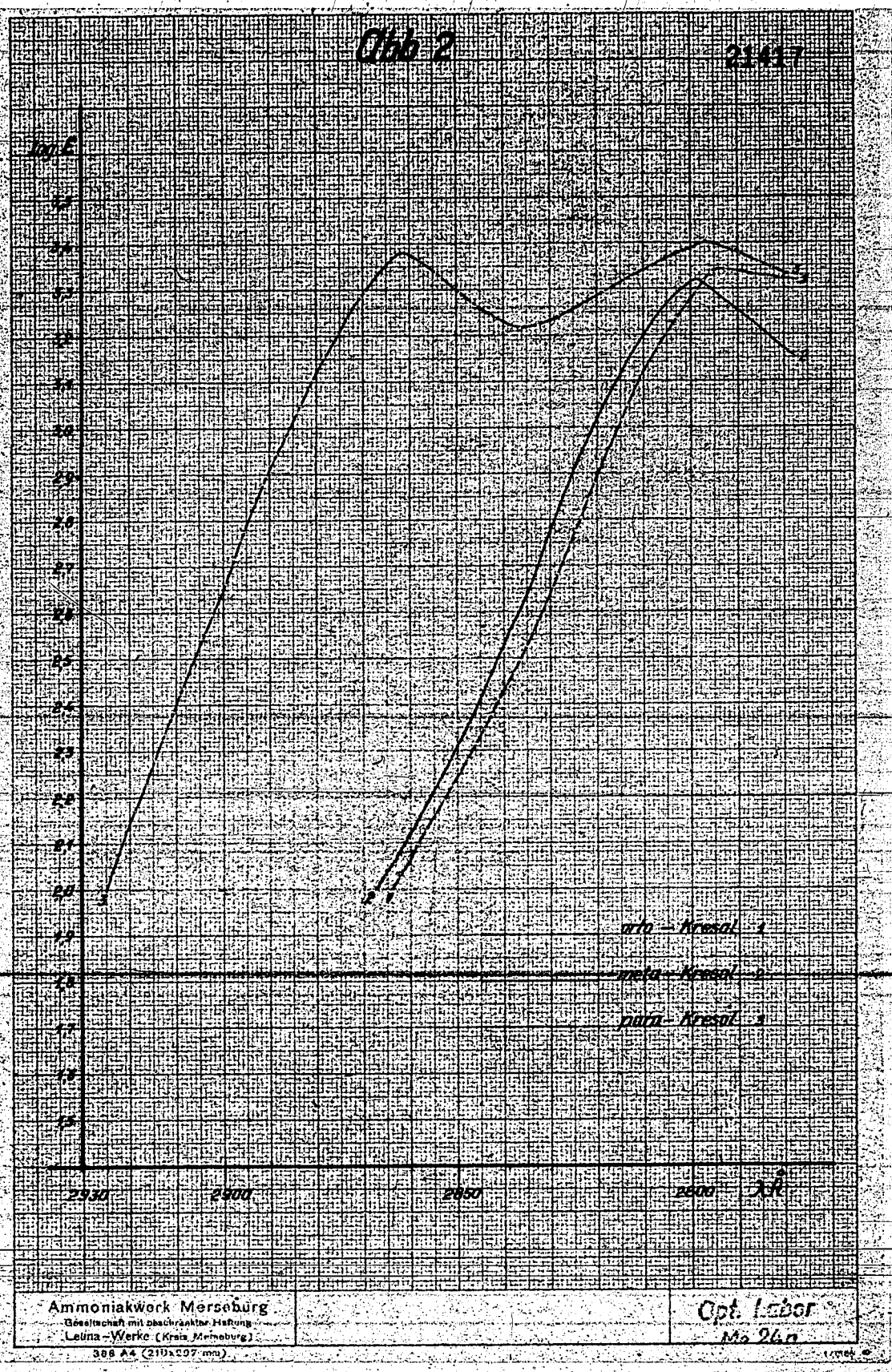
POOR COPY

Abb. 1



POOR COPY 45

Abb 2 2147



Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Kreis Merseburg)

Opt. Lobor
Mo 24a

388 A4 (210x297 mm)

POOR COPY

Tabelle 4.

	Eigene Werte Cyclohexan		Wolff u. Herold Heptan	
	α	log ε	α	log ε
o-Kresol	2794,5	3,34	2782	3,31
	2723	3,38	2712	3,33
m-Kresol	2799,5	3,32	2796	3,27
	2730	3,28	2722	3,25
p-Kresol	2862	3,38	2858	3,37
	2797	3,40	2792	3,39
	2767	3,38	2761	3,29

Die Kurve des p-Kresol liegt oberhalb 2850 Å, wesentlich höher als die Kurve der beiden anderen Kresole. Unterhalb 2800 Å liegen alle drei Kurven ziemlich nahe beieinander. Hieraus ergibt sich schon, daß es ohne weiteres möglich ist, die Konzentration von p-Kresol zu bestimmen und auf alle Fälle auch die Summe von o-und m-Kresol bestimmen kann. Wie Abb. 2, worin der langwellige Teil der drei Kurven in vergrößertem Maßstabe wiedergegeben ist, erkennen läßt, ist der geeignete Bereich für die Messungen zwischen 2950-2780 Å, wo die aufsteigenden Teile der Kurven und die langwelligen Maxima liegen.

Berechnung.

Um nun die Konzentration an p- und o+m-Kresol zu bestimmen, wird folgender Weg beschritten:

In der Gegend von 2880 Å kann man gegenüber der starken Absorption von p-Kresol diejenigen von o-und m-Kresole ohne weiteres vernachlässigen. Die Konzentration an p-Kresol ergibt sich aus

$$k_{2880\,Å} = p \cdot c_p \qquad (6),$$

d.h. $\log c_p = \log k_{2880\,Å} - \log p$

Hier wird die k aus der Kurve des Gemisches entnommen, p aus der -Kurve des reinen p-Kresol.

Zur Bestimmung von $c_o + c_m$ entnimmt man den Wert von k an derjenigen Stelle auf der k-Kurve des Gemisches, wo die beiden ε -Kurven von o-und m-Kresol sich schneiden, d.h. bei 2798 Å. Zur Auswertung benützt man folgende Gleichung:

POOR COPY 45

$$k_{2798} = \varepsilon_o c_o + \varepsilon_m c_m + \varepsilon_p c_p .$$

Da $\varepsilon_{o\,2798} = \varepsilon_{m\,2798} = \varepsilon_{om\,2798}$,

ist $k_{2798} = \varepsilon_{om\,2798}(c_o+c_m) + \varepsilon_{p\,2798} c_p$

$$= \varepsilon_{om\,2798} \cdot \Sigma + p\varepsilon_{p\,2798}$$

$$\Sigma = \frac{k_{2798} - p\,\varepsilon_{p\,2798}}{\varepsilon_{om}} \qquad (7)$$

Der Gesamtgehalt an Kresol ergibt sich dann aus

$$c_{o\,m\,p} = \Sigma + c_p \qquad (8)$$

Aus einer Reihe von Kurven, die mit den reinen Kresolen aufgenommen waren, ergaben sich für die Auswertung folgende günstigste Wellenlängen und die dazugehörigen ε-Werte.

Tabelle 5.

Für c_p	λ	= 2900 Å
	$\log \varepsilon_p$	= 2.50
	ε_p	= 316
Für c_{om}	λ	= 2789 Å
	$\log\varepsilon_o = \log\varepsilon_m = \log\varepsilon_{om}$	= 3.31
	$\varepsilon_o = \varepsilon_m = \varepsilon_{om}$	= 2.04
	$\log \varepsilon_{p\,2789}$	= 3.395
	ε_p	= 2.45 .

Unter Anwendung der "veränderlichen Justierung", die im nächsten Absohnitt behandelt werden wird, wurden folgende Werte erhalten:

Tabelle 6.

Für c_p	λ	= 2900 Å
	$\log \varepsilon_p$	= 2,59
	ε_p	= 389
Für c_{om}	λ	= 2798
	$\log \varepsilon_{om}$	= 3,315
	ε_{om}	= 2,06
	$\log \varepsilon_p$	= 3,40
	ε_p	= 2,48

Diese Werte sind auf die Konzentration in Millimol pro Liter bezogen.

Unter Anwendung der Gleichung (6) und (7) ergaben sich folgende Auswertungsformeln:

POOR COPY

λ 2900 Å $c_p = \frac{1000 \cdot k_{Q\,1}}{389}$ Millimol/L. p-Kresol (9)

λ 2798 Å $\Sigma = \frac{k_{Q2} - 2.48 \cdot c_p}{2.06}$ Millimol/L. o- und m-Kresol 9a.

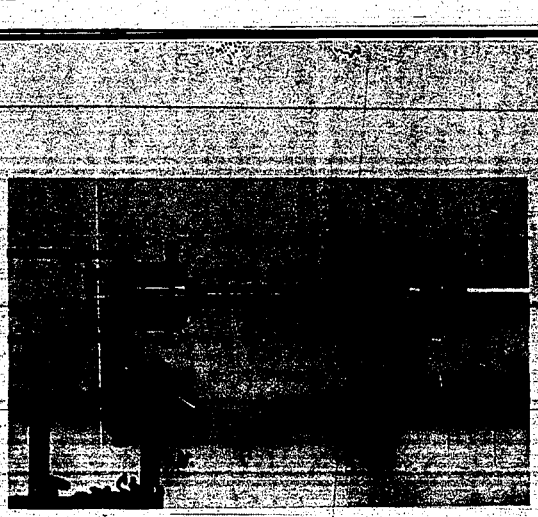
Die Justierung des Hüfner-Prismas.

Im Verlauf der Aufnahmen zur Aufstellung der Extinktionskurve der reinen Kresole traten mehrfach unerwartete Abweichungen in den Versuchsergebnissen auf, die den Verdacht begründeten, daß noch ein Fehler bei der Justierung des Hüfner-Prismas vorliegt. Zu Beginn einer Aufnahme wird regelmäßig in der 1.Zeile unter der Skala eine Aufnahme mit 2 gleichlangen Trögen mit reinem Lösungsmittel und Sektorstellung 100% aufgenommen, um festzustellen, ob der untere und obere Strahlengang gleichmäßig ausgeleuchtet ist. Im Hinblick auf den bestehenden Verdacht wurde diese Kontrollaufnahme mit mehreren Schichtdicken durchgeführt. Hierbei ergab sich, daß die"Feldgleichheit" nicht über sämtliche Schichtdicken bestehen blieb. Zur genauen Definition der Stellung des Hüfner-Prismas wurde an Stelle der Schraube (S) (über dem Spalt), die eigentlich das Prisma fixieren sollte (vergl.Abb.3), direkt unter das Prisma eine Stütze (St.) angebracht, die mit Nonius-Ablesung (N) versehen, eine sehr genaue und gut reproduzierbare Einstellung gestattet. Stellt man, nachdem man für eine Troglänge die optimale Nonius-Einstellung bestimmt hat, mit dieser Nonius-Einstellung eine Extinktionskurve auf, desgleichen auch mit den anderen Troglängen entsprechenden optimalen Einstellungen, so ergeben sich naturgemäß mehrere voneinander verschiedene Extinktionskurven,wie Abb.4 deutlich erkennen läßt, je nach der gewählten Noniusstellung.

Wie aus den Abb.4 und 5 hervorgeht, macht sich die Verschiebung eines gewissen Wertes von log k oder log c nach anderen Wellenlängen durch verschiedene Nonius-Einstellung sehr bemerkbar. (Vergl.Tab.7). Gerade aus dieser Tabelle bezw. dem Gang der gefundenen Wellenlängen geht deutlich hervor, daß für bestimmte Troglängen eine bestimmte Einstellung des Hüfner-Prismas nötig ist, um zu richtigen Werten zu gelangen.

Die Kurve 4 ist mit einem Kresolgemisch aufgenommen von 1,01 p-Kresol- 2,39 m-o-Kresol Millimol. Je nach der Nonius-Einste:

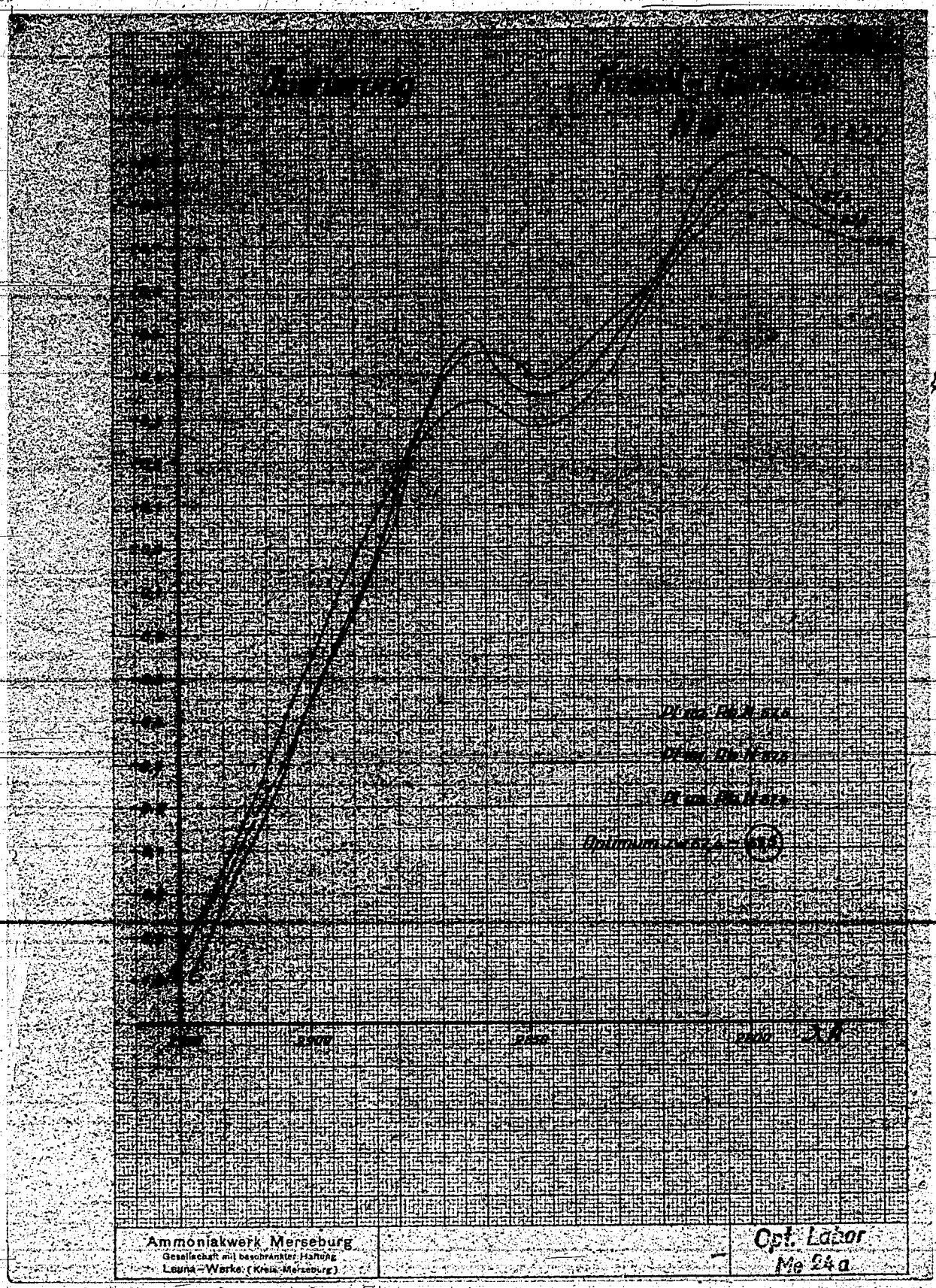
POOR COPY 45



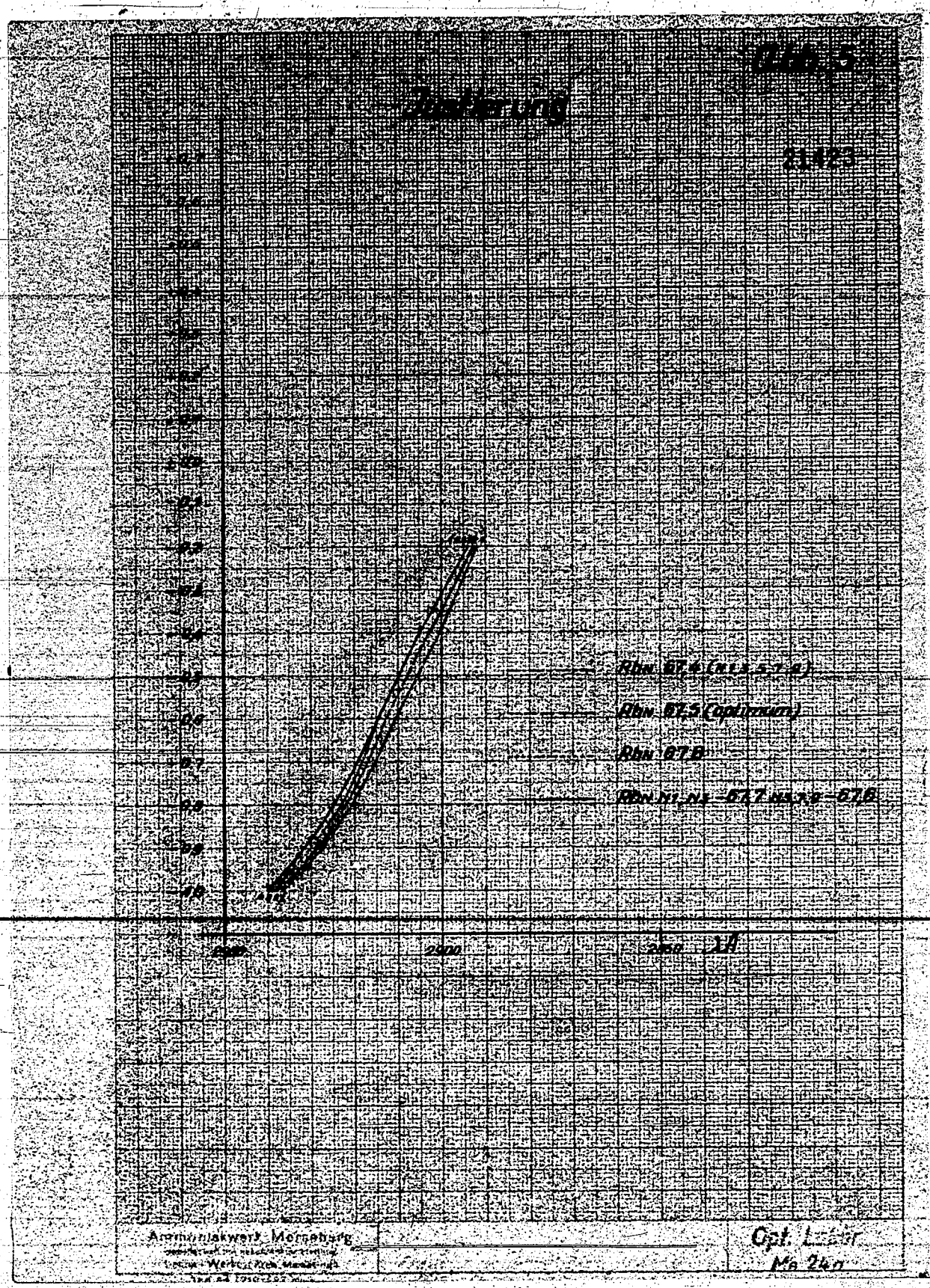
21421

A66-3

POOR COPY


Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Kreis Merseburg)
Opt. Labor
Me 24a

POOR COPY 45


Justierung
2423
Rbm 67,6 (Nr 1 5-7 a)
Rbm 67,5 (optimum)
Rbm 67,8
Rbm Nr. 1 Nr. 5 67,7 bis 67,8
2000
250 kN
Ammoniakwerk Merseburg
Opt. Lage
Mo 24m

POOR COPY

lung 67,4, 67,5 - 67,6 wurden 2,98, 3,28-3,65 Millimol Gesamtkresol gefunden. Weitere Kontrollaufnahmen mit Lösungsmittel gefüllter Tröge ergaben eine Abhängigkeit der für Feldgleichheit notwendigen Nonius-Einstellung von der Troglänge wie nachfolgende Tabelle zeigt.

Tabelle .

Trog Nr.	Nonius-Einstellung
1 - 3	67,7
4 - 5	67,6
6 -18	67,5

Wenn wir nun entsprechend den gefundenen Nonius-Einstellungen die Extinktionskurven eines Kresols oder die k-Kurve eines Gemisches aufnehmen, so zeigt sich, da. die Kurve etwas anders verläuft,als die früher mit konstanter Nonius-Einstellung erhaltenen. Vergl.Abb.5, Kurvenstück 4 im Gegensatz zu 1, 2 und 3.

Es ist durchaus möglich, daß diese Beobachtungen darauf zurückzuführen sind,daß der Abstand der Kondensorlinse von der Lampe noch nicht der richtige ist und infolgedessen das Licht,das durch die Tröge geht,nicht ganz parallel ist.Es ist denkbar, daß in diesem Falle bei grosser Schichtdicke eine merkliche und anderesartige Reflexion an den Trogwänden stattfindetals bei Verwendung von kleineren Schichtdicken. Vorläufig wurde diese Frage jedoch nicht weiter untersucht, sondern wir haben uns damit begnügt, für die verschiedenen Troglängen die empirisch ermittelten Optimalwerte der Nonius-Einstellung genauestens einzuhalten. Es sind Untersuchungen geplant, um festzustellen, ob es sich tatsächlich um genügende Ausleuchtung des Strahlenganges handelt (Kondensorstellung) oder um einen Fehler in der Konstruktion .

Tabelle 7.

Nonius	log k	k	Op-Kresol	
67,4	-0,39	0,407	1,07	Millimol/L.
67,5	-0,35	0,447	1,18	"
67,6	-0,31	0,490	1,29	"

67,4	Gesamtkresolgehalt:	2,94 Millimol/L.	
67,5		3,28 "	Soll 3,40
67,6		3,65 "	Millimol/L.

POOR COPY

Auswertung einer Kresolgemisch-Kurve.

Abb. 6 und 7 zeigen die log k-Kurve zweier Gemische von o-,m-und p-Kresol. In Abb.7 ist die Kurve vollkommen durchgemessen,während die Kurve 6 nur die zur Auswertung nötigen Spektralbereiche zeigt Die nachfolgenden Zahlenwerte sind aus der Kurve 7 entnommen:

λ 2900 Å $k = \Sigma p \cdot c_p$

$\log c_p = 3 + \log k - \log \Sigma p$ (Millimol/L.)

$\log k = 0{,}32$ (aus der log k-Kurve Abb.7)

$\log p = 2{,}59$ (aus der log Σ-Kurve für reinen p-Kresol)

$\log cp = 3 - 0{,}32 - 2{,}59 = + 0{,}09$

$cp = 1{,}23$ Millimol/L. (Soll 1,20 Millimol/L.)

λ 2789 Å $\Sigma = \frac{k - 2{,}48 \cdot cp}{2{,}06}$ siehe Formel (7)

$\log k = 0{,}695$

$k = 4{,}95$

$c_p = 1{,}23$

$\Sigma = \frac{4{,}95 \cdot 2{,}48 \cdot 1{,}23}{2{,}06} = 0{,}92$ Millimol/L. (Soll 0,80 Millimol/L.)

$c_{o,m,p} = 1{,}23 + 0{,}92 = 2{,}15$ Millimol/L. (Soll 2,00 Millimol/L.)

Mit zwei anderen Gemischen wurden folgende Werte erhalten:

c_o	0,40	0,80	gefunden 0,77	
c_m	0,40			
$\frac{c_p}{c_{comp}}$		$\frac{1{,}20}{2{,}00}$	$\frac{1{,}21}{1{,}98}$	Millimol/L.
c_o	1,00	1,20	gefunden 1,04	
c_m	0,20			
$\frac{c_p}{c_{comp}}$		$\frac{0{,}80}{2{,}00}$	$\frac{0{,}85}{1{,}89}$	

Mit Rücksicht auf die Wichtigkeit der Σ-Werte der reinen Kresole ist es vielleicht zweckmäßig, in Zukunft auf eine Platte gleichzeitig mit dem Gemisch noch einige Vergleichsaufnahmen der reinen Kresole anzufertigen. Hierzu genügen folgende Spektren:

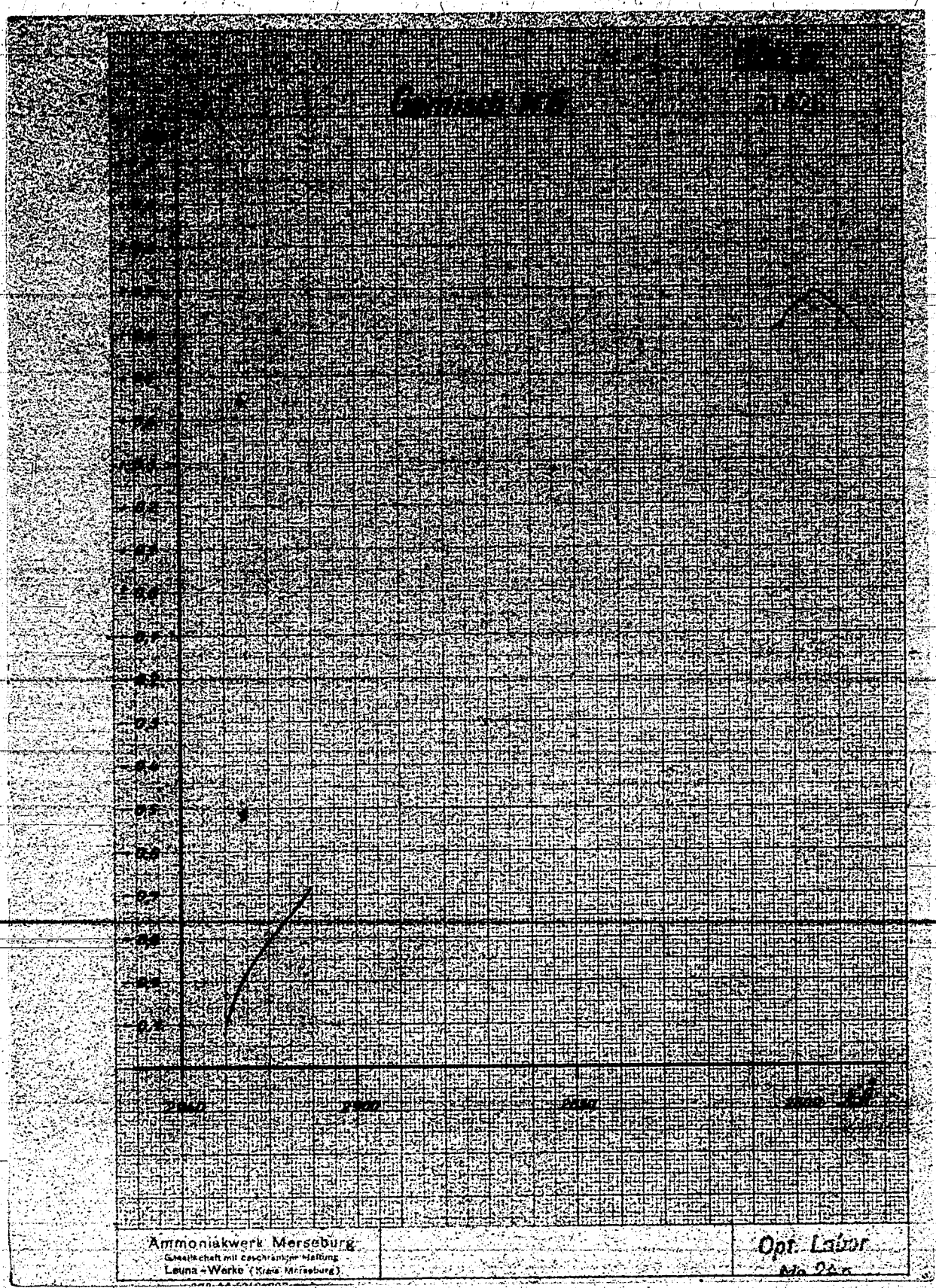
1a) p-Kresol 0,002 Millimol Sektor 10% d = 5,02 mm log = 2,50 bei der Wellenlänge λ 2907 Å

1b) log = 2,59 bei λ 2900 Å

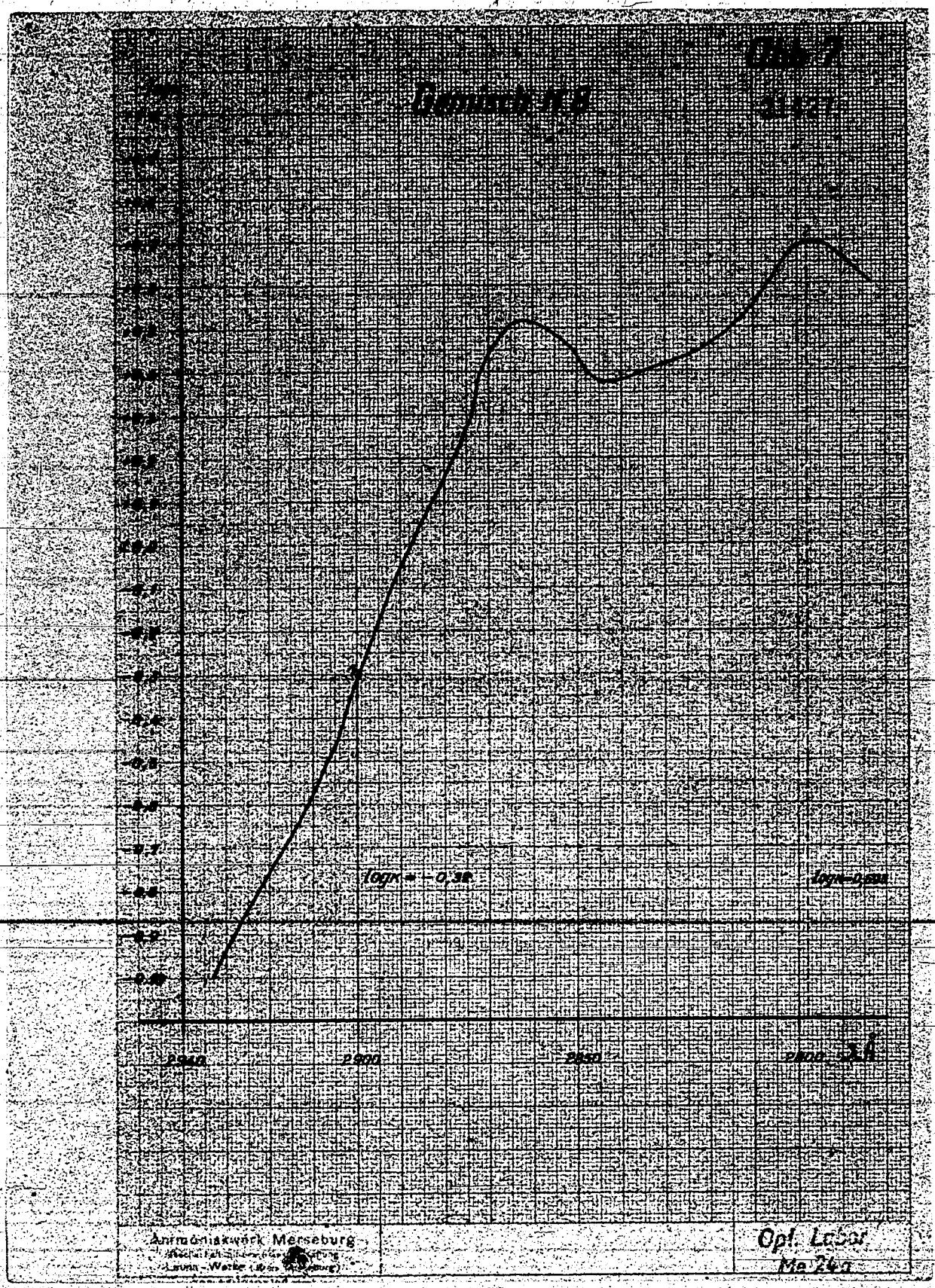
2) m-Kresol 0,002 Millimol Sektor 10% d = 2,51 Maximum bei 2799Å

3) o-Kresol 0,002 Millimol Sektor 10% d = 2,51 Maximum bei 2794Å

POOR COPY


Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Kreis Merseburg)
Opt. Lätzer

POOR COPY



POOR
COPY

Es mögen nun die photometrischen Ergebnisse dieser Vergleichsspektren folgende sein:

p-Kresol log ε = 2,5 bei λ = 2903 Å
log ε = 2,6 bei λ = 2897 Å
m-Kresol Maximum λ 2795 Å
o-Kresol Maximum λ 2791 Å.

In diesem Falle ist der Schnittpunkt der o-,m-Kurven um 4-5 Å nach dem kurzwelligen Teil des Spektrums verschoben. Für die Berechnung von muß man daher den log k-Wert des Gemisches nicht bei λ 2798 Å, sondern bei λ 2794 Å bestimmen. Für die Berechnung von c-p liegt der Wert von log k auf der Gemischkurve nicht bei λ 2900 Å, sondern bei λ 2897 Å. Stimmen die Differenzen von 2 und 3 nicht mit denen von 1 und 1a überein, so ist das ein Zeichen, daß eine Störung vorliegt und nach deren Beseitigung die Aufnahme wiederholt werden muß.

Folgerung aus den Ergebnissen.

Die Versuche haben gezeigt, daß entgegen den Erwartungen, ein Gemisch der 3 Kresole zwar der Summe nach zu bestimmen ist, nicht aber auf absorptionsspektroskopischem Wege in die 3 Komponenten zerlegt werden kann. Die Methode gestattet vorläufig nur die Bestimmung von p-Kresol und die Summe von o- und m-Kresol. Vielleicht ist es möglich, o-und m-Kresol auch quantitativ zu trennen bezw. nebeneinander zu bestimmen, wenn eine Apparatur mit größerer Dispersion verwendet wird. Versuche durch Bildung des "Hüfnerschen Quotienten" +) führten bisher zu keinem Ergebnis. Es ist beabsichtigt, bei Gelegenheit Messungen mit dem Qu 24 durchzuführen. Allerdings sei gleich hier darauf hingewiesen, daß natürlich mit einer größeren Dispersion eine starke Verflachung der Kurven Hand in Hand geht. Ziemlich sicher ist ein Fortschritt zu erwarten, wenn die Versuche mit dem z.Zt. im Aufbau befindlichen lichtelektrischen Spektralphotometer von Zeiss (2-Zellen-Spiegelmonochromator und während der Rotation verstellbaren Sektor) fortgesetzt werden können.

Die rechnerische Betrachtung des Problems zeigt xx) noch einen weiteren Weg, der eventuell auch beschritten werden kann. Um c_o und c_m zu berechnen, benötigt man noch einen weiteren Punkt.

x) Vergl. Lit.-Verz. Nr.8.
xx) Nach Vorschlag des Herrn A.Standel.

POOR COPY 45

Überträgt man die Gleichung für das Additionsgesetz der Absorption

$$k = \varepsilon_1 c_1 + \varepsilon_2 c_2 + \varepsilon_3 c_3 + \ldots\ldots \quad (10)$$

auf den Differentialquotienten von 1, 2, 3 und k nach λ, so ergibt sich:

$$\frac{dk}{d\lambda} = c_1 \frac{d\varepsilon_1}{d\lambda} + c_2 \frac{d\varepsilon_2}{d\lambda} + c_3 \frac{d\varepsilon_3}{d\lambda} \ldots\ldots \quad (11)$$

Kennen wir die Kurven für $\log \varepsilon_1 - \lambda$, $\log \varepsilon_2 - \lambda$ und $\log \varepsilon_3 - \lambda$ sowie $\log k - \lambda$, so können die Differentialquotienten als Tangenten des Neigungswinkels zur λ-Achse ermittelt werden.

$$tg\, \alpha_1 = \frac{d \log \varepsilon_1}{d\lambda} \text{ etc.} \ldots\ldots\ldots \quad (12)$$

Durch Multiplikation erhält man aus (11)

$$\frac{d\varepsilon_1}{d\lambda} = \varepsilon_1 \cdot \frac{d \log \varepsilon_1}{d\lambda} = \varepsilon_1\, tg\, \alpha_1 \quad (13)$$

Das "Tangentenverfahren" hat große Aussicht auf Erfolg bei sehr nahe beieinanderliegenden ε-Kurven, wie es bei o- und m-Kresol der Fall ist. Für ein abschließendes Urteil über dieses Auswertungsverfahren liegt noch nicht genügend Material vor.

Verzichtet man darauf, rein optisch zu arbeiten, wäre in Betracht zu ziehen nach der Bestimmung von p-Kresol und von o- und m-Kresol, mit Hilfe der Jod-oder Bromanlagerung m-Kresol chemisch zu erfassen x).

Obwohl bei den kommenden Untersuchungen in erster Linie die Aromaten-Bestimmung in Treibstoffen behandelt werden soll, so ist doch geplant, die optische Analyse der Kresole weiter zu verfolgen und eventuell auf Phenole und Xylenole zu erweitern.

Verteilung:
Dir. Dr. Herold.
Dr. Havemann.
Dr. Gaulrapp.
Dr. Korn.
3 HBS.
1 ABS.
2 Res.

Mayhofer

x) Vergl. Lit.-Verz. Nr. 9 und 10.

POOR COPY 45

Literaturverzeichnis.

1.)	F. Jostes.	Öl und Kohle	Jg. 14. S. 1012. 1938.
2.)	E. Hammer.	Abh. Gesamtgebiete Hyg.	Jg. 12. S. 1. 1933.
3.)	A. Luszczak.	Abh. Gesamtgebiete Hyg.	Jg. 22. S. 59. 1936.
4.)	A. Luszczak.	Mehrere Arbeiten in Öl und Kohle	Bd. 38
	und	Abh. Gesamtgebiete Hyg.	17. 21. 22.
5.)	R. Hauan	Dissertation. Berlin. T.H. 1939	
6.)	K. W. Wolf und W. Herold.	Z. phys. Chem. B.	Bd. 13. 1931. S. 201.
7.)	Scheibe, May, Fischer.	B. d. D. C. G.	57. 1924. S. 1325.
8.)	G. Hüfner	Engelmanns Arch. f. Anatom. u. Physiolog. Physiolog. Abt.	1900. S. 39.
9.)	W. Redman, A. Weight. F. Brok.	Journ. ind. ing. Chemist.	Bd. 5. S. 831. 1913.
10.)	Bence	Journ. ind. ing. Chem.	Bd. 4. S. 518. 1912.

POOR COPY

Item 46 Entitled "Entfernung von Russ und Staub aus Gasen mit dem Oppauer Schachtfilter" has been incorporated into the Appendix of the Naval Technical Report entitled "Gas Purification".

Item 47 Entitled "Entstaubung" has been incorporated into the appendix of the technical report entitled "Gas Purification".

$C_2H_4 - C_2H_2$

SEPARATION

C_2

PURIFICATION

48

POOR COPY 48

G-S-6 Abschrift. Kat

Oppau, den 25. Februar 1943.e.

Aethylen - Trocknung.

Es sollen 4000 Nm^3/h Aethylen unter einem Druck von ~130 atü auf eine Feuchtigkeit von 0,05 g/m^3 mittels Silikagel u. KOH getrocknet werde.

Die Regeneration des verbrauchten Trockenmittels soll höchstens alle 2-Tage erfolgen.

Eintritts - Gastemperatur ~ 25° angenommen

" - Nässe (gerechnet) 100 % = 0,177 g/m^3

" - " (gemessen) 5 x 0,177~0,9 "

Es enthalten 4000 Nm^3 vor Trocknung 4000 x 0,9 = 3600 g H_2O

" " 4000 " nach " 4000 x 0,05 = 200 g "

Stündlich zu entfernen 3600 - 200 = 3,4 Kg H_2O

Absorptionswärme 750 Kcal/Kg adsorb. H_2O.

Es entstehen im Gesamt - Trocknungssystem 3,4 x 750 ~ 2600 Kcal/h, das ist so wenig, dass bei möglichst geringer Strömungsgeschwindigkeit mit isothermer Adsorption gerechnet werden kann. (v = 4,5 cm/sek.)

Durchbruchsbeladung bei 25° 17 % = 170 g H_2O/kg Gel

Erforderliche Gelmenge A für 3,4 kg H_2O

$$G = \frac{3400 \cdot 1000}{170} = 20 \text{ kg Gel/h.}$$

1) In 6 Türmen sind 6 x 490 = 2900 Kg Gel

Die Trockenfüllung reicht $\frac{2940}{20} = 147$ h ~ 6 Tage

2) bei Füllung von 4 Türmen Gel u. 2 Türmen KOH als Sicherheit sind die Trockendauer

4 x 490 = 1960 kg Gel, $\frac{1960}{20}$ = 98 Stunden = 4 Tage

Da Gel B nur auf eine Nässe von 3,0 g/m^3 trocknet u. die Eintrittsnässe nur 0,9 g/m^3 beträgt, erscheint eine Vorschaltung von B (½ m Schicht) nur als Sicherheit gegen etwaige Wasserstösse notwendig. Alle Adsorptionswerte druckles.

Türme 536 mm lW
4 m hoch

Nutzinhalt 0,68 m³/Turm

für Leuna

Schüttgewicht Gel A (eng) = 0,72 kg/l
" B (weit) = 0,45 "
" KOH = 1,08 "

POOR COPY 48

G 5 4

Heydebreck, den 10.5.1944./Ku.

21433

A k t e n n o t i z

Betr.: Aethanlieferung aus Blechhammer.

Besprechung am 9.5.44 in Blechhammer.

Anwesend:	Herr Dr. Kimmerle		OHW
	" Dr. Lechner		"
	" Dr. Häuber		I.G. Heydebreck
	" Dr. Hirschbeck		" "
	" Dipl.Ing. Soldan		" "

1. Aethan-Analyse.

In der am 30.10.41 bei der Mineralölbau Berlin stattgefundenen Besprechung (Besprechungsbericht Dr. Sachsse) wurden für die in Blechhammer anfallenden Aethanmengen folgende Zahlen angegeben:

	Aus Treibgas-zerlegung:	Aus Armgas-zerlegung:
Aethan:	ca. 98 %	ca. 96 %
Propan u. höhere KW	" 1 %	" 3 - 2,5 %
Methan und tiefer siedende Anteile	" 1 %	" 1 - 1,5 %
O_2 und CO_2	unter 0,01 %	unter 0,01 %
CO	ca. 0,05 %	ca. 0,02 %
Wassergehalt	0,1 - 0,2 g/cbm	ca. 0,1 g/cbm

Beide Gase fallen in gleichen Mengen an, ersteres unter 25 atü letzteres unter 0,35 ata. Sie werden gemeinsam einer CO-Feinreinigung unterworfen (CO-Gehalt unter 0,005 %) und unter etwa 7 ata in einer hierfür vorgesehenen Leitung nach Heydebreck geliefert. (Besprechungsbericht Dr. Sachsse-Dr. Kimmerle vom 17.11.41 und Dr. Hirschbeck vom 13.5.42).

Bei der nun am 9.5.44 stattgefundenen Besprechung teilten die Herren der OHW mit, daß im Verlauf des Jahres erst die Armgaszerlegung in Betrieb kommen wird, welche ein Gas folgender Zusammensetzung liefern wird:

Aethan	etwa 94 %
Aethylen	" 3 %
Propan u.h.KW	" 2 %
Methan	" 1 %
Kohlenoxyd	" 0,2-0,3 %

Die Reichgaszerlegung wird erst im 1.Quartal 1945 angefahren werden können; anschließend kann erst die CO-Feinreinigung in Betrieb genommen werden. Hierzu teilte Herr Dr. Kimmerle noch mit, daß die Herren Dr. Zorn und Obering. Dr. Sackmann bei einer Besprechung in Blechhammer gesagt haben sollen, daß die vorgesehene CO-Feinreinigung nicht unbedingt erforderlich sei. Von dieser Stellungnahme haben die Sachbearbeiter der Aethylenanlage Heydebreck

- 2 -

POOR COPY 48

erst am 9.5.44 durch Herrn Dr. Kimmerle Kenntnis erhalten.

Nach den uns vorliegenden Unterlagen ist obiger CO-Gehalt für die SS-Öl-Herstellung zu hoch. Solche CO-Mengen können auch nicht entfernt werden mit der als Nachreinigung vorgesehenen Nickellaugewäsche, welche lediglich gelegentliche Stöße geringerer CO-Mengen abfangen kann.

Wie wir den Herren in Blechhammer andeuteten, werden wir versuchen, durch eine Vorreinigung das CO aus dem Aethangas mittels Kupferlauge zu entfernen. Hierzu ist zunächst, d.h. solange Blechhammer nur einen Teil der vorgesehenen Aethanmenge liefert und die Propylenherstellung noch nicht in Betrieb ist, die Verwendung eines der Waschaggregate von He 688 möglich. Ob jedoch die notwendigen Abänderungen (Neuverlegung von Rohrleitungen) anfahrtermingerecht durchgeführt werden können, kann noch nicht gesagt werden. Z.Zt. erfolgt die Prüfung durch das Konstruktionsbüro gemeinsam mit den Betriebsingenieuren.

Schritte von Heydebreck, eine frühere Erstellung der CO-Feinreinigung (Linde) zu erreichen, sind nach Dr. Kimmerle zwecklos, da die zwangsläufig vorgeschaltete Reichgaszerlegung nicht früher in Betrieb kommt.

2. Aethan-Menge.

Die Armgaszerlegung liefert zunächst ca. 1 Tonne pro Stunde von dem oben angegebenen Gas. Gleichzeitig fallen etwa 1-1,5 t/h Methangas an. Propangas, über welches nach Dr. Kimmerle bereits vertraglich verfügt ist, fällt erst nach Inbetriebnahme der Reichgaszerlegung an.

Die Aethan-Anlieferung wird ab November-Dezember 1944 erfolgen. Nach Dr. Kimmerle besteht Aussicht, daß vielleicht schon im Oktober Aethan anfallen wird.

Bis März 1945 soll die Reichgaszerlegung in Betrieb sein und zu diesem Zeitpunkt will Blechhammer die als Ausbau I vorgesehene Aethanmenge von 33 000 Jato (ca. 4 t/h) nach Heydebreck liefern. Bis zum Jahreswechsel ist voraussichtlich die Lieferung von ca. 50 % der vorgesehenen Menge möglich.

3. Aethan-Leitung.

Der für Blechhammer vorgesehene Lieferungsanteil ist nach Dr. Lechner verlegt. Die erforderlichen Gebläse sind vorhanden. I.G. Heydebreck wird die OHW schriftlich über den Stand der Leitungsmontage auf unserer Seite unterrichten, worauf Dr. Kimmerle ebenfalls die schriftliche Mitteilung über den Stand der den OHW zufallenden Arbeiten uns zukommen lassen wird.

Verteiler:

Herrn Dir.Dr. Sönksen
Herrn Dir.Dr. Wengler
Herrn Obering. Haupt
Herrn Dr. Häuber
Herrn Dr. Hirschbeck
Herrn D.I.Kiel/Soldan
Herrn D.I. Albert

AMMONIAKWERK MERSEBURG
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Maschinentechnische Abteilung

Briefzeichen: Hbl. Durchschlag für:

Betrifft: Preise von Destillier-kolonnen.

Merseburg, den 5. März 1935

Auftrag-Nr.:

Kontierung:

Herrn
Dr. S t r o m b e c k
Me 24.

1.) Maschinenfabrik Golzern-Grimma:
Kolonne 300 Ø, 6500 hoch, 30 Glockenböden, mit 600 Ltr.Blase, jeder Glockenboden hat Analysenentnahme, Material Eisen
Preis: 5900 RM
Gewicht: 2250 kg = 2,63 RM/kg.
bestellt.

2.) Maschinenfabrik Golzern-Grimma:
Kolonne 1650 Ø, 12000 hoch, 50 Glockenböden, kontinuierlich, Material Kupfer
Preis: 30300 RM
Gewicht 16250 kg = 1,86 RM/kg.

3.) Maschinenfabrik Golzern-Grimma:
Kolonne für Hochvakuum, 500 Ø, mit Blase 2200 Ø, 3500 lang, 13,5 cbm Jnhalt, 40 Glockenböden, Material Schmiedeeisen, betriebsfertig
Preis: 8060 RM
Gewicht: 9350 kg = 0,86 RM/kg

4.) Maschinenfabrik Golzern-Grimma:
Dieselbe wie unter 3 komplett betriebsfertig mit Jsolierung und Montage
Preis: 13470 RM
Gewicht: 12940 kg = 1,05 RM/kg
bestellt.

5.) Maschinenfabrik Wiegand-Merseburg:
Glockenbodenkolonne 1500 Ø, 50 Böden, mit Verdampfer, mit Leitungen, Pumpen und Eisenkonstruktion, Material Schmiedeeisen
Preis: 27600 RM
Gewicht: 18450 kg = 1,49 RM/kg
bestellt.

6.) Maschinenfabrik Wiegand-Merseburg:
Kolonne 500Ø, 40 Glockenböden, Blase 2200 mm Ø & 3500 mm lang, 13,5 cbm Jnhalt, Material Schmiedeeisen
Preis: 11000 RM
Gewicht: 8600 kg = 1,38 RM/kg.

7.) Maschinenfabrik Wiegand-Merseburg:
Kolonne wie 5.) zweite Bestellung
Preis: 27000 RM
Gewicht: 22000 kg = 1,23 RM/kg

8.) Angebot Linde auf Acetylen-Tiefkühlung, bestehend aus
1 Gegenstromkühler,
2 Kühler für Kühlung bis -35° C,
1 zweiteiligen Kühler für Kühlung bis -80° C,
1 dreistufigen Ammoniak-Kältemaschine 40 PS,

2067 - 7,5M - 364

21436

1 einstufigen Acetylen-Kältemaschine 8 PS,
Rohrleitungsmaterial zur Verbindung vorgenannter
Teile untereinander einschl. Armaturen,

Preis: 65000 RM
Gewicht: 16000 kg = **4,06 RM/kg**

Kriegsmarine

Preise

21437

Ps	Fa	Sorte E	Preis .RM	Preis/kg
4000	Ehl Schwabk.	217 +	367 000	1,70
3200	Rotzunge Lemon	180 (215)	210 000	1.17
1000	Seezunge Schwabk	56	93 000	1.65
500	Schwabk.	37	49 500	1.35
108	Seelachs 500 m/m	8,5	15 800	1,86
57	Schellfisch 350 m/m	3,8	6 500	1,72

7. 3. 35

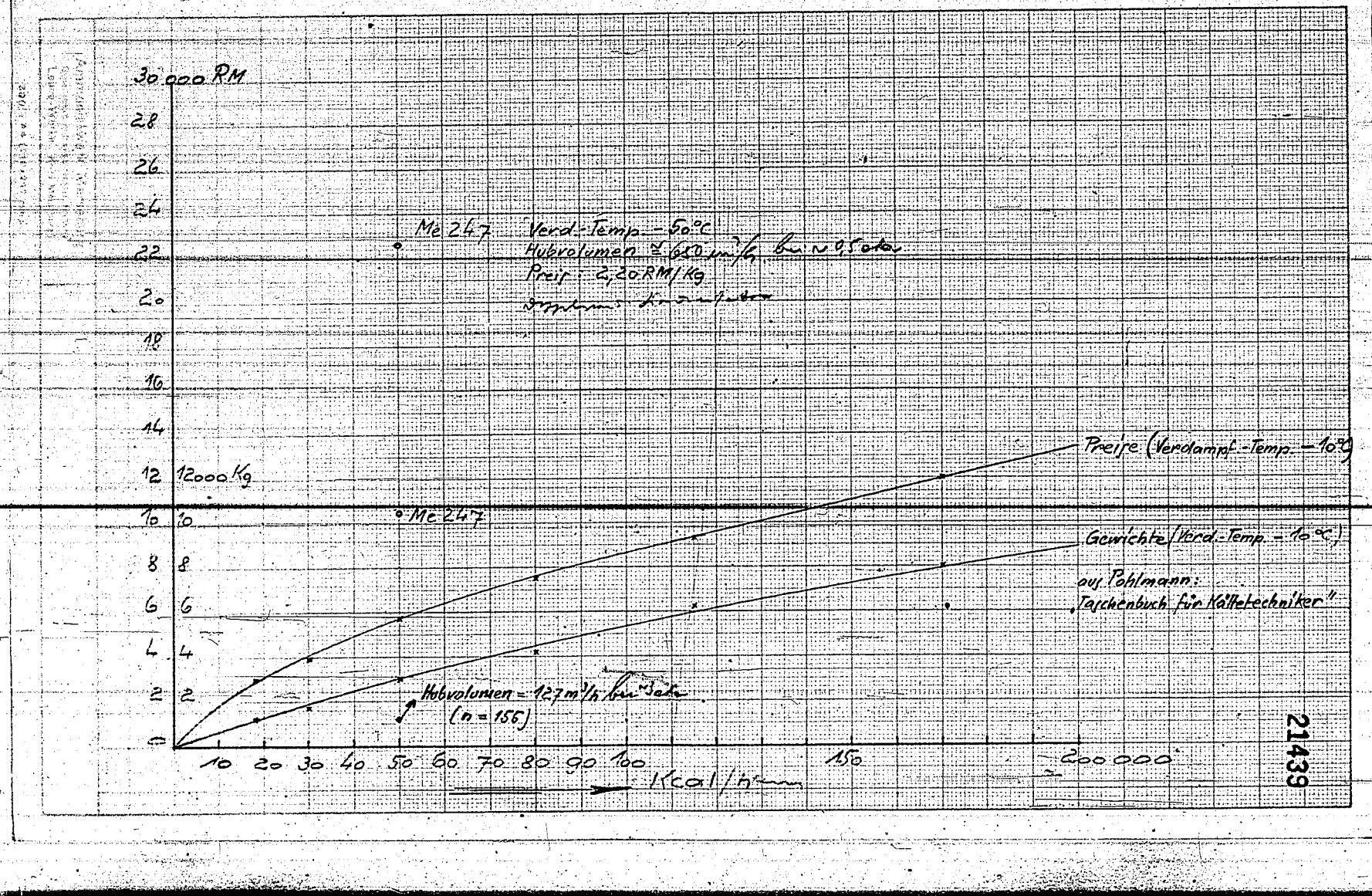
POOR COPY

I

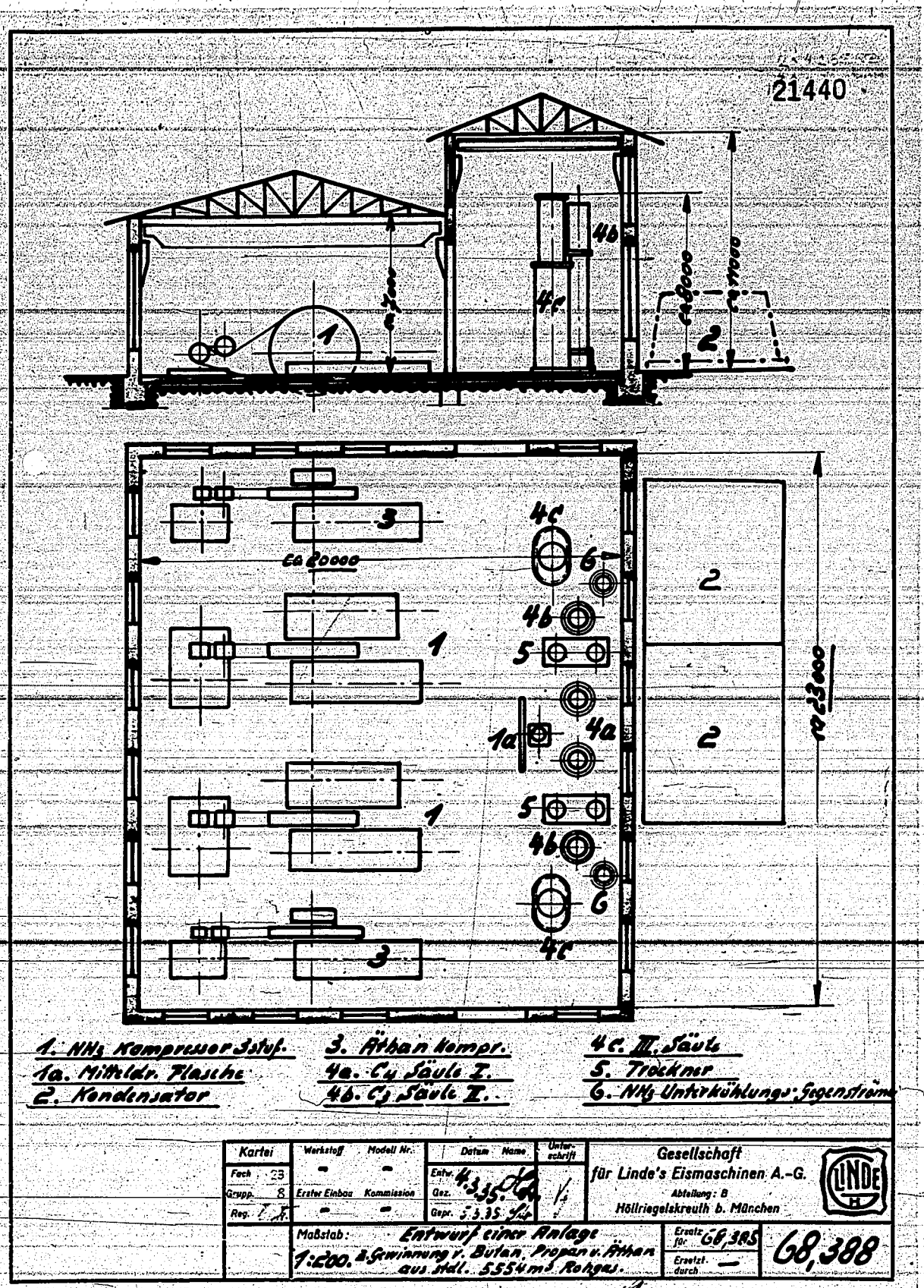
Preise verstehen sich ausschließlich aller Einbauten und Füllkörper, aber ohne Montage und Isolierung. Pro 6/3.35.

Angaben über die Kolonne	Entpro-panlage 5058	Entpro-panlage 3510	Gas-benzin-Anl.	Ben-zin-dest. Anl	Koh-le-dest. Anl.	Di-men.
Bau- und Anlageteile	887/4	887/2	887/3	821/4	888/1	–
Betriebsdruck (max)	8	8	20	1	1	atü
Höhe der Kolonne	28,3	25,5	27,5	35,1	42,1	m
Durchmesser d. Kol.	1,3	0,9	1,2	3,0	3,0	m
Gesamtinhalt d.	36,6	16,4	28,0	235	285	m^3
Inhalt der Füllung	23,4	12,5	23,0	147	175	m^3
Zahl d. Tragbodenböden	3	–	2	1-7	10	–
Preis der Füllung	3180	1560	2440	15500	18400	M
Preis der Böden	450	–	300	1000	10000	M
Preis der ganzen Kol.	16650	8650	17000	70000	79000	M
Preis der gefüllten Kol.	19680	10210	20340	86500	107400	M
Gewicht der Füllung	10,2	5,0	9,2	48	57	to
Gewicht der Böden	0,9	0,0	0,6	1,5	15	to
Gewicht der ganzen Kol.	21,5	11,3	27,3	100	121	to
Gewicht d. gefüllten Kol.	32,6	16,5	34,3	149,5	199	to
Preis je m^3 Kol.-Inhalt	535	622	712	370	375	M/m^3
Preis je to Kol.-Gewicht	605	620	580	575	540	M/to
Preis für ferrum Kalcinat W.K./Kg	0,75	0,75	0,69	0,70	0,63	

POOR COPY


30 000 RM
28
26
24
22
20
18
16
14
12 12000 Kg
10
8
6
4
2
0
Me 247 Verd.-Temp. – 50°C
Hubvolumen ≈ 650 m³/h bei ≈ 950 Upm
Preis – 2,20 RM/Kg
Preise (Verdampf.-Temp. – 10°C)
Me 247
Gewichte (Verd.-Temp. – 10°C)
aus Pohlmann:
„Taschenbuch für Kältetechniker"
Hubvolumen = 127 m³/h bei ≈ 3000 Upm
(n = 155)
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100 150 200 000
1 Kcal/h
21439

POOR COPY



1. NH_3 Kompressor 3stuf.
1a. Mitteldr. Flasche
2. Kondensator
3. Äthan Kompr.
4a. Cy Säule I.
4b. Cj Säule II.
4c. III. Säule
5. Trockner
6. NH_3 Unterkühlung: Gegenstrom

Kartei	Werkstoff	Modell Nr.	Datum	Name	Unterschrift
Fach 23	-	-	Entw. 4.3.35.	Ka	
Gruppe 8	Erster Einbau	Kommission	Gez.		
Reg.	-	-	Gepr. 5.3.35.	Hü	

Gesellschaft für Linde's Eismaschinen A.-G.
Abteilung: B
Höllriegelskreuth b. München

Maßstab: 1:200.

Entwurf einer Anlage z. Gewinnung v. Butan, Propan u. Äthan aus Mdl. 5554 m³ Rohgas.

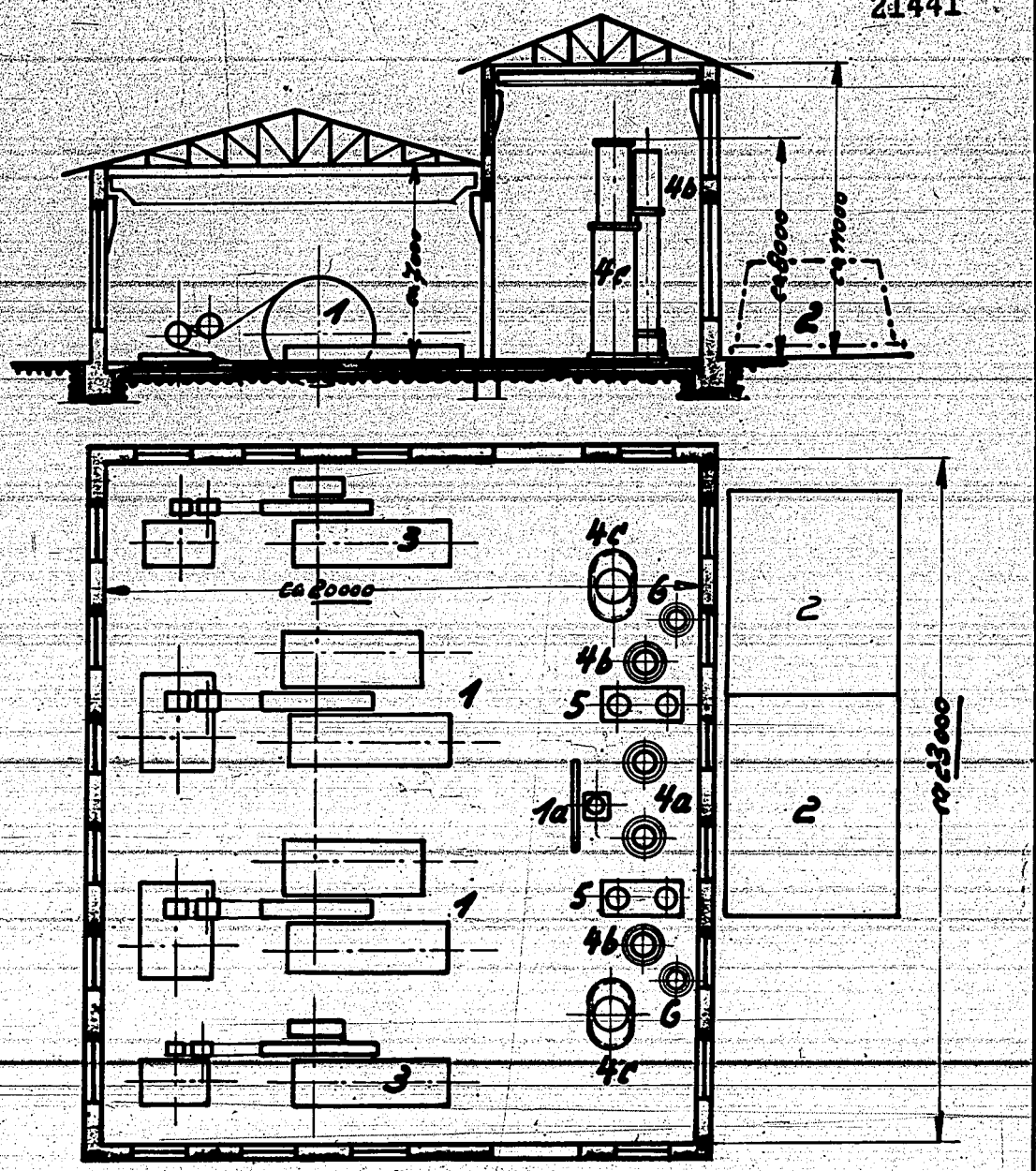
Ersatz für: 66,385
Ersetzt durch: —

68,388

POOR COPY

2.4.35 TP

21441



1. NH₃ Kompressor 3stuf.
1a. Mitteldr. Flasche
2. Kondensator
3. Äthan Kompr.
4a. Cy Säule I.
4b. Cy Säule II.
4c. III. Säule
5. Trockner
6. NH₃ Unterkühlungs-Gegenstrom

Kartei	Werkstoff	Modell Nr.	Datum	Name	Unterschrift
Fach 23	–	–	Entw. 4.3.35	Hb	
Gruppe S	Erster Einbau	Kommission	Gez.		
Reg.	–	–	Gepr. 5.3.35	Hb	

Gesellschaft für Linde's Eismaschinen A.-G.
Abteilung: B
Höllriegelskreuth b. München

Maßstab: 1:200.

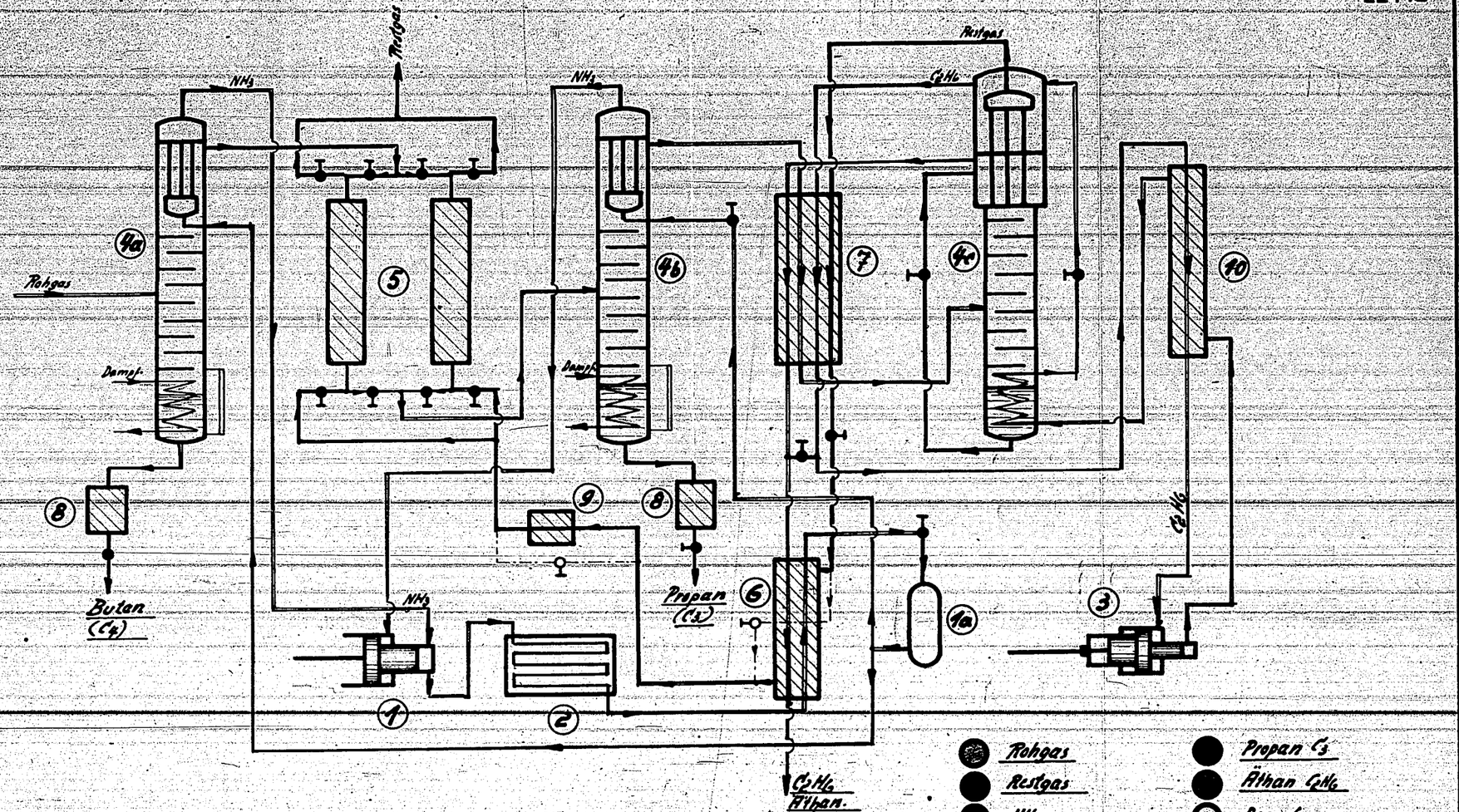
Entwurf einer Anlage z. Gewinnung v. Butan, Propan u. Äthan aus stdl. 5554 m³ Rohgas.

Ersatz für 68,385
Ersetzt durch –

68,388

Hb.

POOR COPY



1. NH_3 Kompressor
1a. Mdr. Flasche
2. Kondensator
3. Äthan-Kompressor
4a. Säule I. (C_4)
4b. Säule II. (C_3)
4c. Säule III.
5. Trockner
6. NH_3 Unterkühlg. Gegenströmer
7. Zwischen-Gegenströmer
8. Nachkühler
9. Anwärmer
10. Gegenströmer f. Äthan.

Rohgas
Restgas
NH_3
Butan C_4
Propan C_3
Äthan C_2H_6
Dampf

Kartei	Werkstoff	Rek-Nr.	Datum	Name	Gezeichnet
Fach S	—	—	Entw.		
Gruppe S	Ersatz für Zeichng.	Modell Nr.	Gez.	5.35	1/2
Bog. 1/2	—	—	Gepr.	6.3	

Maßstab: 1/

Schemaskizze einer Anlage zur Gewinnung von Butan, Propan u. Äthan aus Rohgas.

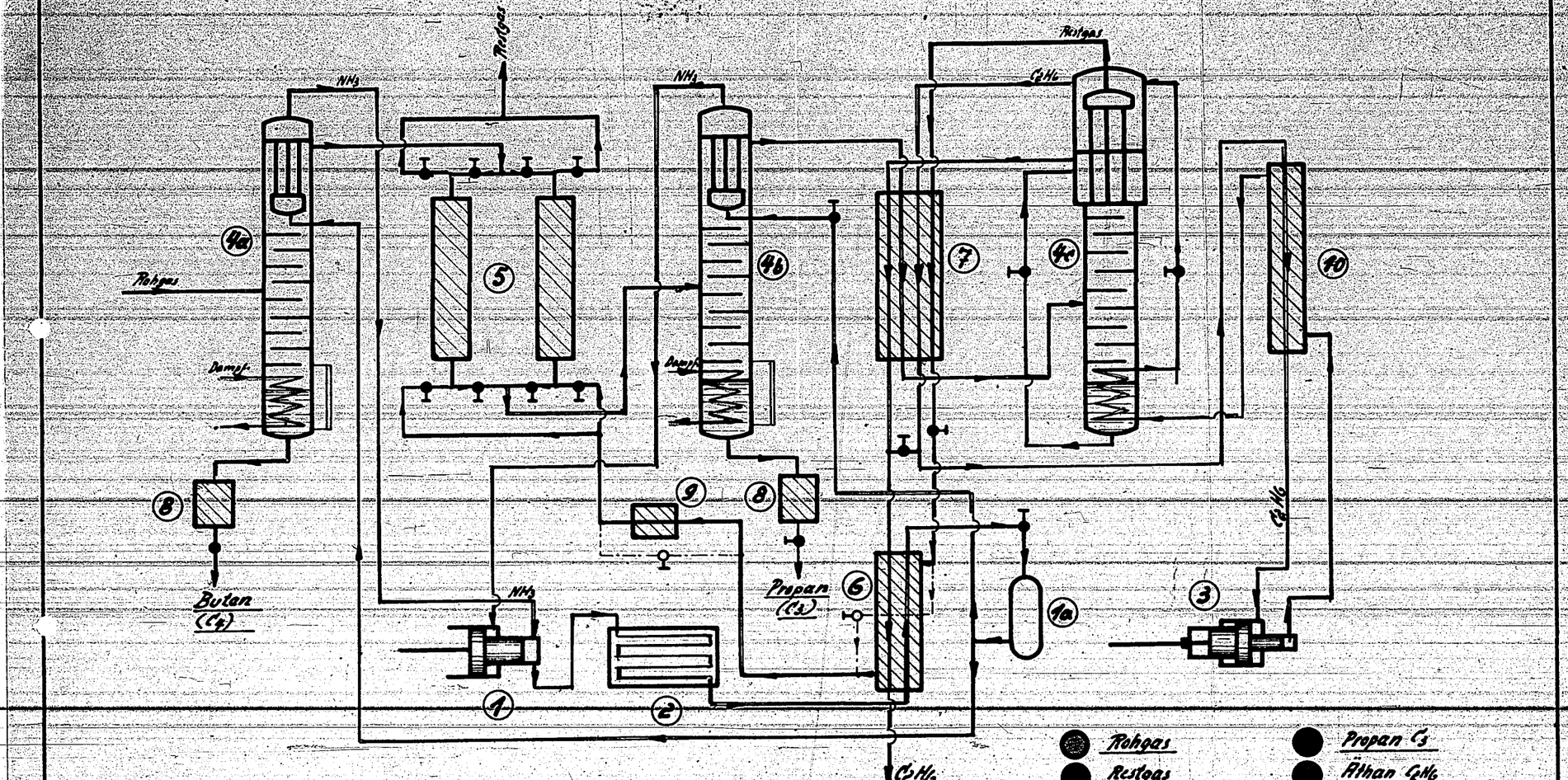
Gesellschaft für Linde's Eismaschinen A.-G.
Abteilung: B
Höllriegelskreuth b. München

Ersatz für —
Ersatzt durch —

45,227

POOR COPY

21443



1. NH_3 Kompressor
1a. Mdr. Flasche
2. Kondensator
3. Äthan-Kompressor
4a. Säule I. (C_4)
4b. Säule II. (C_3)
4c. Säule III.
5. Trockner
6. NH_3 Unterkühlg. Gegenströmer
7. Zwischen-Gegenströmer
8. Nachkühler
9. Anwärmer
10. Gegenströmer f. Äthan.

- Rohgas
- Restgas
- NH_3
- Butan C_4
- Propan C_3
- Äthan C_2H_6
- Dampf.

Kartei	Werkstoff	Roh-Maße	Datum	Name	Geändert
Fach S	—	—	Entw. 6.35	Hdl	
Gruppe S.	Ersatz für	Modell Nr.	Gez.		
Reg.	—	—	Gepr. 6.3	Hdl	

Gesellschaft für Linde's Eismaschinen A.-G.
Abteilung: B
Höllriegelskreuth b. München

Maßstab: 1/

Schemaskizze.
einer Anlage zur Gewinnung von Butan, Propan u. Äthan aus Rohgas.

Ersatz für: —
Ersetzt durch: —

45,227

Hdl.

POOR COPY

A.W.P.Berlin
Dr.Sch/O.
A.N.Nr.23.

Berlin, den 12.März 1937.

21444

A k t e n n o t i s .

Betr.: Äthylen-Anreicherung mit Kupferlauge.

Versuchsanlage Merseburg.

In Merseburg wird zurzeit eine Versuchsanlage gebaut für die Herstellung von Äthylen aus Äthan bezw.für die Herstellung von Äthylen und Propylen aus Propan nach dem Röhrenofen-Verfahren (Dr.Winkler/Dr.Häuber-Oppau). Der Durchsatz der Anlage soll 10 - 15 cbm/h Äthan bezw.Propan betragen. Die Anlage wird im April 1937 in Betrieb kommen.

Anschliessend an die Krackanlage wird eine Versuchsanlage zur Anreicherung des Äthylens mit Kupferlauge gebaut. Die Vorversuche sind von Dr.Häuber in Oppau gemacht.worden. Vor der Anreicherung mit Kupferlauge muss das im Krackgas enthaltene Acetylen (ca.0,5 Vol.%) restlos entfernt werden. Hierfür ist ein Verfahren von Dr.Häuber in Oppau ausgearbeitet worden (Hydrierung mit dem im Krackgas vorhandenen Wasserstoff zu Äthylen bezw.Äthan unter Verwendung von Kupferkontakten). Die Acetylen-Entfernung wird in Merseburg ebenfalls durchgearbeitet werden.

Vorläufige Kostenschätzung für die Äthylen-Anreicherung mit Kupferlauge (vgl.Anlage 1).

Auf Grund der bisher vorliegenden Versuchsergebnisse wurde eine vorläufige Kostenschätzung für die Äthylen-Anreicherung mit Kupferlauge ausgearbeitet. Hierbei wurde eine Äthylen-Produktion von 5000 Jato aus Äthan angenommen. Die Äthylen-Ausbeute ist mit 95% angesetzt (wie bei Linde). Die Äthylen-Konzentration wird mindestens 95% betragen.

Die Anreicherungskosten betragen nach dieser Voraus-

POOR COPY

schätzung einschliesslich der Äthylen-Verluste

etwa RM 5,-- ℳ kg Äthylen.

Nach Linde würden sie unter gleichen Voraussetzungen

etwa RM 9,-- ℳ kg Äthylen

betragen.

Das Anlagekapital für die Kupferlauge-Anlage beträgt bei voller Reserve

etwa RM 700 000,--.

Die Linde-Anlage würde unter gleichen Voraussetzungen

etwa RM 1 400 000,--

kosten.

Anwendungsmöglichkeiten der Kupferlauge-Anreicherung.

Für das Vacuum-Verfahren ist die Anreicherung mit Kupferlauge nicht anwendbar, da das Krackgas etwa 13% Kohlenoxyd enthält. Das Kohlenoxyd wird von der Kupferlauge besser aufgenommen als das Äthylen.

Für das Cowper-Verfahren ist die Anreicherung mit Kupferlauge anwendbar, wenn das konzentrierte Äthylen geringe Mengen von Kohlenoxyd enthalten darf.

Das Cowper-Krackgas hat etwa 0,5 Vol.% $C\theta$, sodass das konzentrierte Äthylen etwa 2 Vol.% CO enthalten würde.

Für die Verarbeitung auf Äthylenoxyd oder Styrol stört dieser CO-Gehalt nicht.

Für die Herstellung von Schmieröl nach Dr.Zorn ist dieser CO-Gehalt nicht tragbar. Für diesen Fall müsste das Äthylen wie beim Vacuum-Verfahren nach Linde konzentriert werden.

POOR COPY

Für das Röhrenofen-Verfahren ist die Anreicherung mit Kupferlauge in jedem Fall anwendbar, da das Krackgas völlig frei von Kohlenoxyd ist.

Eine allgemeine Voraussetzung für die Anwendbarkeit der Kupferlauge-Anreicherung ist natürlich die restlose Entfernung der geringen Acetylenmengen, die in jedem Krackgas enthalten sind.

Kostenvergleich für die Herstellung von konzentriertem Äthylen aus Äthan nach dem Vacuum-, Cowper- und Röhrenofen-Verfahren (vgl.Anlage 2).

Anlage 2 enthält einen summarischen Kostenvergleich für die Herstellung von verdünntem und konzentriertem Äthylen aus Äthan nach dem Vacuum-, Cowper- und Röhrenofen-Verfahren bei Anwendung des Linde- bezw.des Kupferlauge-Verfahrens für die Anreicherung des Äthylens. Auch die Anlagekosten sind angegeben.

In den Anlagekosten für das Vacuum-Verfahren sind die Kosten für die Sauerstoff-Anlage nicht enthalten.

Als Produktionsbasis sind 5000 Jato verdünntes Äthylen angenommen.

Das Äthan ist mit RM 8,50 % kg eingesetzt.

(11 300 WE/kg; RM 5,70/Mill.WE RM 6,45 % kg,
Trennungskosten " 2,05 " "
Gesamt RM 8,50 % kg.)

Zusammenfassung.

Die obigen Ausführungen zeigen, dass die technische Durchbildung der Kupferlauge-Anreicherung einen erheblichen Anreiz bietet.

Sowohl die Anlagekosten als auch die Betriebskosten liegen nach den vorläufigen Schätzungen weit unter denen des

POOR COPY 48

Linde-Verfahrens.

Die Kupferlauge-Anreicherung hat auch für das Cowper-Verfahren Bedeutung, wenn das Äthylen nicht auf Schmieröl verarbeitet werden soll.

Für den Röhrenofen ist die Kupferlauge-Anreicherung in jedem Fall das gegebene Verfahren.

gez. Schmidt

2 Anlagen.

POOR COPY

Anlage 1. 21448

Äthylen-Anreicherung mit Kupferlauge.

Äthylen aus Äthan nach dem Röhrenofen-Verfahren.

Produktion: 5 000 Jato verdünntes Äthylen, Äthanbedarf: 9250 Jato.
4 750 " konzentr. " .

Ausbeute: 54 % bei der Krackung,
" : 95% " " Konzentrierung.

		% kg Äthylen		
		Einheits-preise	Mengen	Kosten RM
Rohmaterial:				
Äthylen	kg	% 18,05	5,--	0,90
Heizwert-Gutschrift	WE	Mill. 5,70	55 000	0,31
Summe des Rohmaterials				0,59
Spesen:				
Energien				1,53
Hochspannung	kWh	% 13,--	84,--	1,09
Dampf	kg	" 2,--	50,--	0,10
Wasser	cbm	" 8,50	6,--	0,05
Niederspannung	kWh	" 18,--	16,--	0,29
Löhne und Gehälter				
2 Mann/Schicht	h	1,80	0,36	0,65
Reparaturkosten (Satz der Lindeanlage)				0,63
Amortisation, Feuerschutz, Steuern vom Anl.Kap. RM 700 000,--		11,32 %		1,66
Summe der Spesen				4,47
Anreicherungskosten Gesamt				5,06

POOR COPY

Anlage 2.

Herstellung von Äthylen.

Produktion: 5 000 Jato verdünntes Äthylen aus Äthan.

Äthan: RM 8,50 % kg.

Verfahren		Vacuum	Cowper	Röhrenofen
Ausbeute	%	52	45	54
Äthanbedarf	Jato	9 600	11 100	9 250
Rohmaterial	RM	10,08	10,15	9,85
Spesen	"	5,84	8,90	8,22
Gesamt	RM	15,92	19,05	18,05
Konzentrierung:				
nach Linde (95%)	RM	9,22	9,37	9,32
mit Kupferlauge (95%)		-	5,11	5,06
Konzentriertes Äthylen:				
nach Linde	RM	25,14	28,42	(27,37)
mit Kupferlauge	RM	-	24,16 ca.2% CO	23,11
Anlagekosten:				
Krackanlage	RM	800 000 1)	1 500 000	1 200 000
Konzentrierung				
Linde	RM	1 400 000	1 400 000	1 400 000
Kupferlauge	"	-	700 000	700 000
Gesamt				
mit Linde	RM	2 200 000 1)	2 900 000	(2 600 000)
mit Kupferlauge	RM	-	2 200 000	1 900 000

1) ohne Sauerstoff-Anlage.

POOR COPY

Eingang 24. JUNI 1937

Aethan-Spaltung - Versuchsanlage in Leuna

Röhrenofen Dr. Hüber Nr. 125x.

Die Auswertung der am 31.5.37 nach 430 stündiger ununterbrochener Versuchsdauer entnommenen Stockanalysen ergab folgende Resultate:

1.) Aethangehalt des Eingangsgases . . . . . 82,7 Gew.%

Durchsatz pro Stunde ca. . . . 13,8 m3

Volumvermehrung . . . . . 1 : 1,57

2.) Bei einmaligem Durchsatz werden umgesetzt:

vom Gesamtgas . . . . . 60,2 Gew.%

vom Aethan . . . . . 50,2 Gew.%

3.) Bei 100%igem Umsatz (Rückführung) werden umgesetzt:

vom Aethan zu Aethylen . . . . . 87,2 Gew.%

4.) Bei 100%igem Umsatz (Rückführung) werden erhalten:

an Gesamtolefinen aus Gesamtgas . . . . 79,5 Gew.%

an Gesamtaethylen aus Gesamtgas . . . . 76,3 Gew.%

an Aethylen aus Aethan . . . . . 81,2 Gew.%

Herrmann Hüber

i.V.

POOR COPY 48

Analysen:

	Äthangas: Vol.%		Nach dem Spaltofen: Vol.%	
H_2	0,05		31,02	
CO	0,02		0,03	
N_2	0,02		–	
C_2H_2	–		0,33	
C_2H_4	1,60		33,90	
C_3H_6	1,13		0,93	
C_4H_8	–		0,10	35,23
C_4H_6	–		0,19	
C_5H_{10}	–		0,11	
CH_4	3,78		10,90	
C_2H_6	85,08	93,40	21,40	22,25
C_3H_8	8,32		0,85	
C_4H_{10}	–		0,13	
C_5H_{12}	–		0,11	

Vol.-Zunahme aus Analyse errechnet = 1:1,57.

POOR COPY

Stoff-Bilanz.

	Aethangas: ltr./m³	Gew./m³	Gew.%	g C/kg Eingang	Nach dem Spaltofen: ltr./m³ Eingang	Gew./m³ Eingang	Gew.%	g C/kg Eingang
[illegible]	0,5	0,04	0,003	-	487,00	43,50	3,171	-
[illegible]0	0,2	0,25	0,018	0,08	0,47	0,59	0,043	0,18
[illegible]2	0,2	0,25	0,018	-	-	-	-	-
[illegible]2	-	-	-	-	5,18	6,00	0,436	4,03
[illegible]4	16,0	20,00	1,459	12,48	532,23	665,28	48,530	416,00
[illegible]6	11,3	21,18	1,545	13,22	14,60	27,40	1,996	17,10
[illegible]8	-	-	-	-	1,57	3,92	0,285	2,44
[illegible]6	-	-	-	-	2,98	7,19	0,524	4,67
[illegible]10	-	-	-	-	1,73	5,41	0,394	3,37
[illegible]4	37,80	27,00	1,970	14,77	171,20	122,29	8,913	66,82
[illegible]26	850,80	1139,46-	83,067	664,54	336,00	450,24	32,822	262,58
[illegible]8	83,20	163,40	11,920	97,51	13,35	26,25	1,913	15,65
[illegible]10	-	-	-	-	2,04	5,19	0,378	3,13
[illegible]12	-	-	-	-	1,73	5,56	0,405	3,37
Differenz	-	-	-	-	-	2,76	0,190	3,26
	1000,00	1371,58	100,000	802,60	1570,08	1371,58	100,000	802,60

25.4.52

POOR COPY

	Eingang g/1000 l	x) H_2	CO	Spaltgas N_2	C_2H_2	C_2H_4	C_3H_6	C_4H_8	C_4H_6	C_5H_{10}	CH_4	C_2H_6	C_3H_8	C_4H_{10}	C_5H_{12}	Differenz
[illegible]	0,04	0,04	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
[illegible]	0,25	0,61	0,25	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
[illegible]	0,25	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
[illegible]	-	0,93	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
[illegible]	20,00	40,18	-	-	-	20,00	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
[illegible]	21,18	-	-	-	-	-	21,18	-	-	-	-	-	-	-	-	-
[illegible]	-	0,28	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
[illegible]	-	0,80	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
[illegible]	-	0,39	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
[illegible]	27,00	2,99	-	-	-	-	-	-	-	-	27,00	-	-	-	-	-
[illegible]	839,46	-	0,54	-	6,00	562,15	-	3,92	7,19	5,41	47,79	450,24	-	5,19	-	-
[illegible]	163,40	0,30	-	-	-	83,13	6,22	-	-	-	47,50	-	26,25	-	-	-
[illegible]	-	0,18	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
[illegible]	-	0,24	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5,56	-
Differenz	-	2,54	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2,74
	1071,58	43,50	0,59	-	6,00	665,28	27,40	3,92	7,19	5,41	122,29	450,24	26,25	5,19	5,56	2,74

x) Die bei der Aethanspaltung freiwerdenden H_2-Mengen wurden jeweils in die dem Reaktionsprodukten entsprechenden Spalten eingetragen.

21453

POOR COPY

			% des Einganges		% des Athans	
			einmaliger Durchgang	100%iger Umsatz	einmaliger Durchgang	100%iger Umsatz
Eingangsgas	-	171,58	-	-	-	-
Gasstrom nach Kühlung	-	1224,0	-	97,3	-	-
Propan im Eingangsgas	-	163,42	-	11,9	-	-
Athan im Eingangsgas	-	139,46	-	82,7	-	-
Analyse:						
C_3H_8 zu C_2H_4	130,65	-	9,5	-	11,3	-
C_3H_8 zu C_4H_6	6,32	-	0,5	-	0,6	-
C_3H_8 - Umsatz	-	137,15	-	10,0	-	11,9
C_2H_6 zu C_2H_4	602,33	-	43,9	-	72,4	-
zu C_4H_6	4,20	-	0,3	-	0,5	-
zu C_5H_{10}	5,80	-	0,4	-	0,6	-
zu $C_2H_2+C_4H_6$	14,92	-	1,1	-	1,8	-
zu CH_4	44,80	-	3,3	-	5,3	-
zu $C_4H_{10}+C_5H_{12}$	11,17	-	0,8	-	1,3	-
zu CO+Fehler	5,00	-	0,4	-	0,6	-
C_2H_6 Umsatz		689,22		50,2		82,7
						100,0
Ausbeute:						
C_2H_4 aus C_2H_6	562,15	-	41,0	-	67,6	-
C_2H_4 aus C_3H_8	85,13	-	6,0	-	7,2	-
aus Eingang	20,00	-	1,5	-	1,5	-
Gesamtäthylen:		665,28		48,50		76,30
C_3H_6 aus C_3H_8	6,22	-	0,47	-	0,57	-
C_3H_6 aus Eingang	21,18	-	1,55	-	1,55	-
Gesamtpropylen		27,40		2,00		2,12
C_4H_6 aus C_2H_6	-	5,92	-	0,30	-	0,47
C_5H_{10} aus C_2H_6	-	5,41	-	0,40	-	0,58
Gesamtbilanz (ausser C_2H_6 u. C_3H_8)	-	702,01	-	51,20	-	79,47

POOR COPY 48