

天作

日

A

START

CODE DESIGNATIONS AND ROLL NUMBER

18

SENDING STATION
CODE DESIGNATION

ROLL
NUMBER

RECEIVING STATION
CODE DESIGNATION

DATE PHOTOGRAPHED

21 June 1945

Bag 3042

Target 30/4.02

Luna

(J. G. Farben)

BAC No. 3042 - TARGET No. 30/4.02 LEGNA.

- (A) Butane Dehydrogenation and Isomerization.
1. Equilibrium calculation for the dehydrogenation of butane.
 2. Memorandum on alkylation, dehydrogenation and isomerization problems.
 3. Memorandum on isomerization.
 4. Manufacture of dehydrogenation catalyst.
 5. Separation of butanes and butylenes by azeotropic distillation.
 6. Catalyst evaluation method.
 7. Design for dehydrogenation, isomerization and alkylation plant at Scholvent.
 8. Comparison of catalytic hydrogenation with chlorination dehydrochlorination.
 9. do. do. do. do.
 10. Status of development work on hydrogenation, isomerization, alkylation at Leuna.
 11. History of the development of dehydrogenation of isobutane, isomerization and alkylation at Leuna.
 12. Comparison of catalytic hydrogenation with chlorination-dehydrochlorination.
 13. Octane No. of fractions of alkylate.
 14. Dehydrogenation of propane by chlorination.
 15. Patent application for chlorination of paraffins.
 16. Design of dehydrogenation, isomerization and alkylation for Böhlen.
 - 16a. Design of dehydrogenation, isomerization and alkylation for Wesseling.
 17. Design
 18. do. do. for Politz.
 19. do. do. for Brax.
 20. Inspection data of alkylate blends.
 21. Exchange of experiences on alkylation and related subjects.
 22. Reworking of spent dehydrogenation catalyst.
 23. Analytical data on alkylate.
 24. Plant experiments on dehydrogenation of butane.
 25. Butane and propane dehydrogenation with fixed catalyst bed.
 26. Utilization of spent alkylation acid.
 27. New design of dehydrogenation furnace at Politz.
 28. Exchange of experiences with dehydrogenation and alkylation plants.
 29. Dehydrogenation of butane with fixed bed catalyst.
 30. Drying of dehydrogenation catalyst.
 31. Use of propylene in alkylation.
 32. Use of butylenes from Fischer-Tropsch for alkylation.
 33. Conference on isomerization 4/21/42.
 34. Experiments on the removal of butadiene from the reaction gases from butane dehydrogenation.
 35. Enrichment of lower aliphatic olefins from olefin-paraffin mixture by absorption in silver solution.
 36. Catalytic dehydrogenation of propane to propene.
 37. Method of dehydrogenation of gaseous hydrocarbons.
 38. Method of preparing valuable fuels (H_2SO_4 alkylation).
 39. " " " " (conc. of C_4).
 40. Solvent extraction of light olefins from olefin-paraffin mixtures.
 41. Hirschbeck, - Catalytic Dehydrogenation of isobutane.

(B) Miscellaneous.

42. First period of operation of Anobis Plant.
43. Kuckuck - Correspondence Codes.
44. Dehydrogenation of 1-1-3-dioxane to amylene glycol.
45. Report on visit to Leverkusen re Synol or Oxo alcohols (C_7-C_9).

45. Determination of sulfur and chlorine in tin-containing oils.
47. Determination of chromium and zinc in catalysts.
48. Determination of ~~carbon~~ disulfide in benzene.
49. Use of Raman spectre in analysis.
50. Method for recovering hydrogen-peroxide.
51. Breaking of crude oil emulsion.
52. Preparation of methylamine from methanol and ammonia by the use of pressure and a catalyst.
53. Experiments on preparation of adipic acid and alkyldipic acids.
54. Chemical equilibria in the Claus process.
55. Production of synthetic montmorillonite from generator slag for treatment of used lubricating oils.
56. Theory of electrolytic synthesis of sebacic acid from adipic acid.
57. Determination of neutral oil content of phenol oils and phenol waste liquor.
58. Solubility of cyclohexanone oxime in cyclohexane.
59. Dephenolizing phenolic water by means of flue gas from the boiler house.
60. Polyurethanes.
61. Triptane.
62. Method for refining waxy oils.
63. Method for preparation of aliphatic diamines.
64. Method of preparation of condensation products.
65. Preparation of amines from aldehydes and ketones by hydrogenation in the presence of ammonia.
66. Chemical Reports, April 1942.
67. Preparation of azeotropic amines by hydrogenation under pressure.
68. Preparation of Diesel Oil from coal middle oil through extraction with butane-SO₂.
69. CO₂ Washer Designs.
70. Paraffin nitration.

(C) Catalytic Cracking.

- 71a. Aviation Gasoline by catalytic cracking.
71. Reconstruction of K.A. - Experimental reactors.
72. A fluid catalyst process.
73. 40,000 ton/yr. catalytic cracking (K.A.) plant for Moosbierbaum.
74. Catalytic cracking experiments; comparison between moving and fixed bed operation.
75. Status of catalytic cracking of June 1942.
76. A method of converting hydrocarbons through heating in the presence of a catalyst.
77. Burning velocity of coke from catalyst in catalytic cracking process.
78. Catalytic cracking of pure hydrocarbons.
79. Catalytic cracking in a fixed bed - Report of Leuna pilot plant.
80. Aircraft fuel from catalytic cracking.
81. Fluid catalytic cracking.
82. Catalytic cracking of hydrocarbons.

(D) DHD and HF Processes.

83. Catalyst removal in HF-plant, Moosbierbaum, August 1943.
84. Preparation of catalyst for third filling, HF1.
85. Organization chart, mineral oil operations, Moosbierbaum July 1943.
86. Analysis of representative Moosbierbaum samples.
87. Turnaround of HF-plant, Moosbierbaum.
88. Catalyst samples, Moosbierbaum.
89. Samples of unstabilized product and circulating gas, HF, Moosbierbaum.
90. Observations on operations of HF.
91. Tests on HF product samples.
92. Monthly report on Moosbierbaum HF operation, November 1944.
93. Monthly report on Moosbierbaum HF operations, August 1944.
94. " " " " HF operations, July 1944.
95. " " " " HF operations, June 1944.
96. Method for conversion of hydrocarbons.

97. Method of dehydrogenating hydrocarbons.
 98. Method of obtaining antiknock gasoline.
 99. Method of preparing antiknock hydrocarbons.
 100. The hydrogenating (HF) process.
 101. Conference at Leuna on DHD and HF processes.
 102. Study of polymer bottoms from DHD and HF processes.
 103. Catalytic dehydrogenation in the presence of hydrogen.

(E) Refining Processes. Misc.

104. Refining of Gasoline from carbonization of coal.
 105. Deaning at Moosbierbaum.
 106. Antiknock project.
 107. Ethadiene from thermal cracking of naphthenes.
 108. Apollo refining, Pilsen.
 109. Use of leaded Aviation Gasoline for motor vehicles and tanks.

(F) Preparation of Aromatics.

110. Distillation curve for azeotropic distillation of aromatics with methanol.
 111. Patent application on a process for the manufacture of toluene from benzene and methanol.
 112. Patent application on the manufacture of aromatics by alkylation of aromatics.
 113. Preparation and properties of alkylbenzenes.
 114. Patent application on the manufacture of aromatics by alkylation.
 115. Patent application on the manufacture of aromatics by alkylation.
 116. Patent application on the separation of aromatics from other hydrocarbons by azeotropic distillation.
 117. Patent application on the preparation of pure n-xylene.

(G) Proposed Manufacture of Toluene.

118. German patent on the manufacture of benzene and toluene by demethylation of polymethylbenzenes.
 119. Memorandum on the distillation of aromatics for the recovery of toluene.
 120. Flow sheet for proposed manufacture of toluene.
 121. Toluene by azeotropic distillation of aromatic fraction.
 122. Proposed toluene manufacture at Leuna.
 123. ditto. ditto.
 124. Description and flow sheet of proposed toluene manufacture at Leuna.
 125. Economics of toluene manufacture by demethylation of higher aromatics.
 126. German sources and possibilities for the manufacture of toluene and xylene.
 127. Summary of the literature and patent references on the manufacture of toluene from heptane by Ruhrchemie.
 128. Manufacture and possible uses for xylene.
 129. Preparation of toluene by dehydrogenation of coking plant toluene.
 130. Estimation of the possibility of toluene manufacture at Leuna.
 131. Manufacture of toluene at Leuna from aromatic fractions from Pölitz.
 132. Preparation of toluene from boiling aromatics by catalytic treatment.

(H) Alcohols synthesis from CO and H₂

133. Report on use of zinc and chromium catalysts for the synthesis of methanol.
134. Report on improvement of the strength of catalysts for the methanol synthesis.
135. Report on the Synol synthesis.
136. Patent application on the manufacture of alcohols from CO and H₂.
137. do. do. do.
138. do. do. do.
139. do. do. do.
140. do. do. do.
141. Patent application on the separation of alcohols and hydrocarbons.
142. Patent application on the processing of the reaction products of the synthesis from CO and H₂.
143. do. do. do.
144. Patent application on the preparation of organic compounds containing oxygen (OXO synthesis).
145. Dicarboxylic acid half ester salts of long chain Synol and OXO alcohols.

(I) Reactors for catalytic processes.

146. Patent application for a reactor provided with tubes for temperature control.
147. do. do. do.
148. Patent application for a reactor with moving catalyst.
149. do. do. do.

(J) Fischer-Tropsch.

150. Progress report from Franz Fischer's Laboratory from April 1941 to March 1942.
151. Experiments on hydrocarbon synthesis at Leuna.
152. Hydrocarbon synthesis from mixtures of carbon monoxide and hydrogen, 11a.
153. do. do. 11b.
154. M. W. Kellogg report on Fischer-Tropsch, 13a.
155. do. do. 13b.
156. Conversion with Kuhlmann catalyst. - (a) *Pure cobalt catalyst*
157. C₉ conversion experiments under pressure.

(K) Catalyst Preparation and Properties.

158. Report on the absorption of gases on catalyst carriers and a hydrogenation catalyst.
159. Report on the catalytic preparation of butadiene from 1,4-butyleneglycol.
160. Patent application on the preparation of phosphoric acid catalysts.
161. Patent application on the manufacture of shaped catalysts.
162. Patent application on the regeneration of catalyst with oxygen containing gases.
163. Meeting report. Exchange of experiences with the manufacture of alumina catalysts.
164. Patent application on the preparation of surface active material suitable as catalysts.
165. Report on the effect of additives on the ammonia catalyst with respect to active centers.
166. Patent application on the manufacture of highly porous masses from silica gel and/or magnesium oxide.

(L) Patent Applications on the Manufacture of Aviation Gasoline.

167. Aviation gasoline by catalytic dehydrog. of alcohols.
168. Aviation gasoline high in aromatics by catalytic treatment of high boiling aromatic material

(U) Chemical Engineering Data and Control Apparatus.

169. Report on investigations on the efficiency of stirrers.
170. Pressure control for highly viscous solutions.
171. Patent application on a combination electro-hydraulic control valve.
172. Pressure and volume indicator.
173. Compressibility of industrial gases.
174. Report on meeting on technical thermodynamics and heat problems.
175. Investigation of a column with steatite plates.
176. Experiences with flat bubble caps.
177. Report on effect of direction of flow and the separation of liquid on distillation column plates.
178. Report on experiments with a novel flow meter.
179. Development of a plate for high flow rates.
180. Calculations for the design of hollow cylinders for high internal pressure at high temperature.
181. Patent application on a valve for the control of solids.
182. Report on tests to increase the throughput of a distillation column.

(A) - Butane D Hydrogen

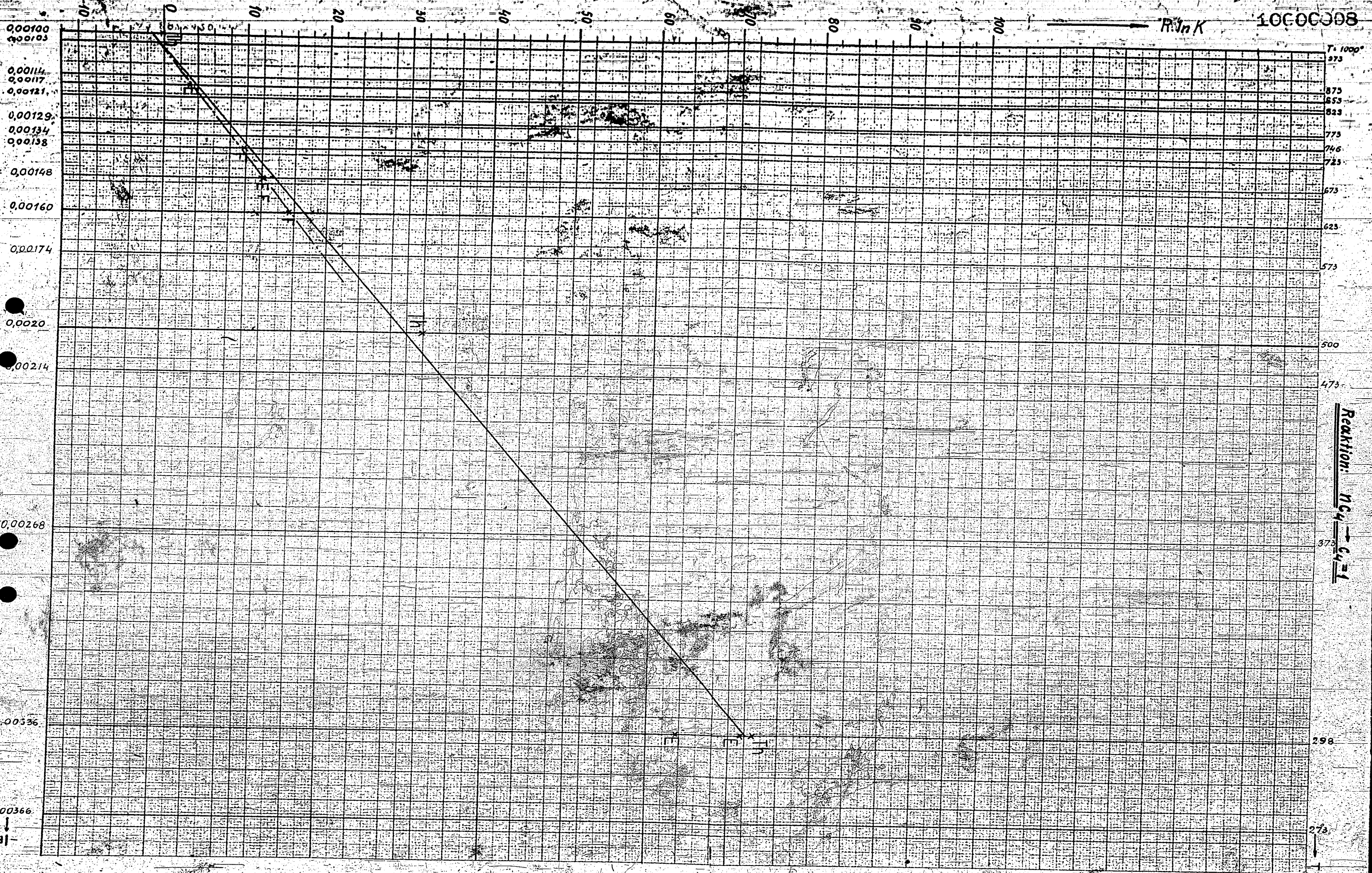
and Formulation

Day 42 - 1

Target 30/402

Learned

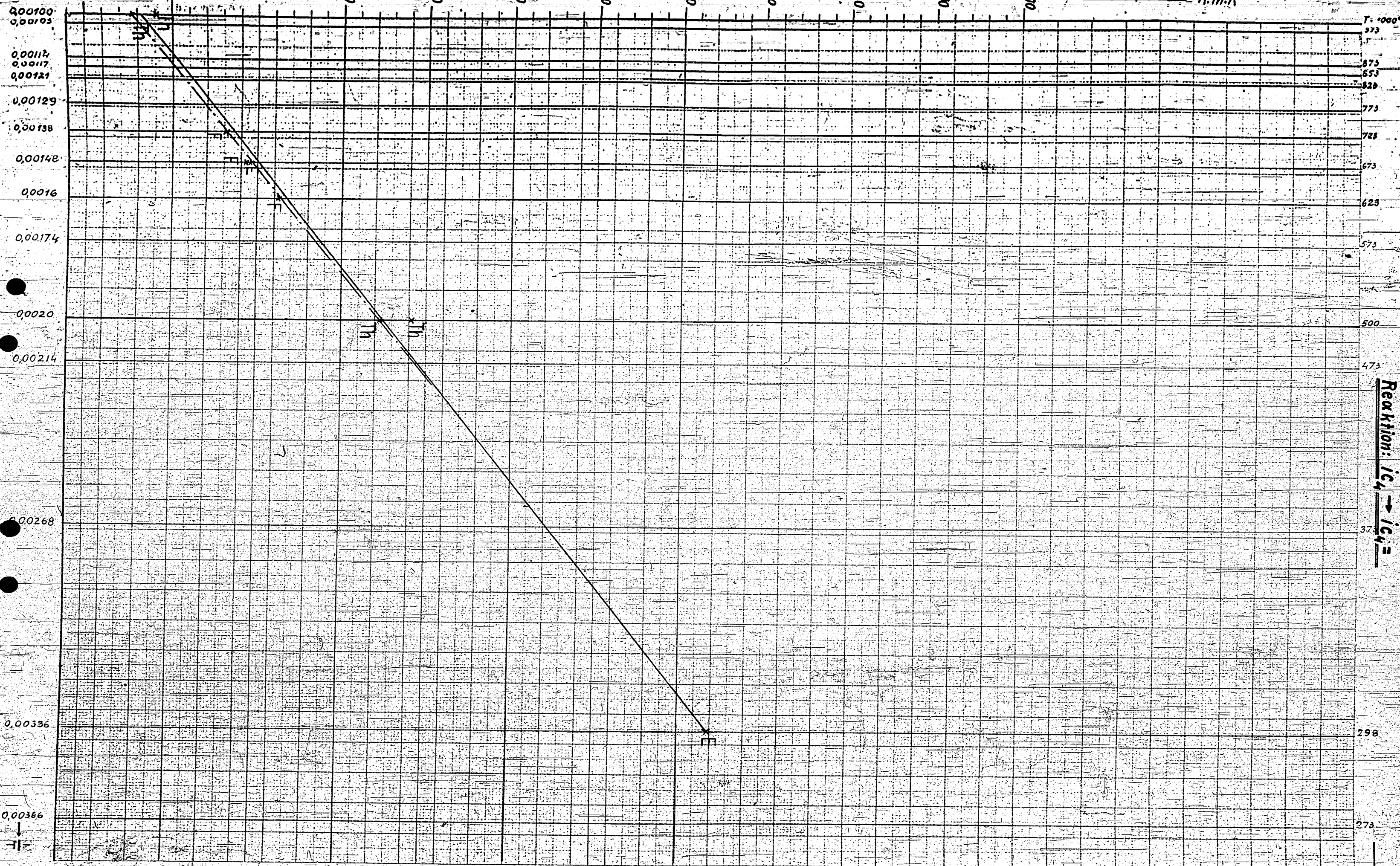
R_{in}K



Reaction: $NC_4 \rightarrow C_4 = 1$

T, 1000°
373
873
853
823
773
746
723
673
623
573
500
473

0.00100
0.00103
0.00114
0.00117
0.00121
0.00129
0.00134
0.00138
0.00148
0.00160
0.00174
0.0020
0.00214
0.00268
0.0036
0.00366

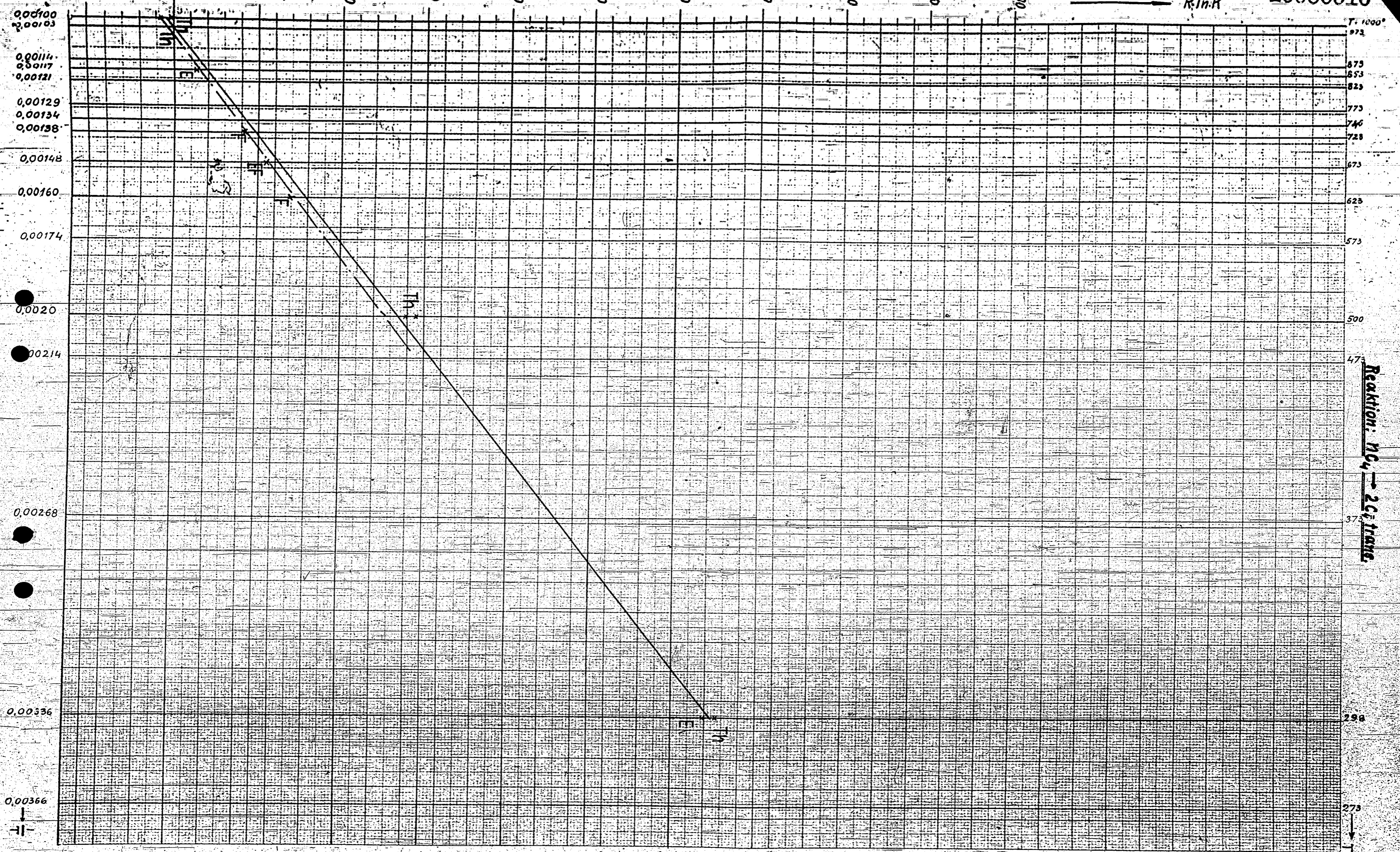


Reaction: $IC_4 \rightarrow IC_4 =$

Sk 12/1/8. R.ln-K

10000010

R.l.n.K



Reaktion: $\text{HC}_4 \rightarrow 2\text{C}_2$ trans.

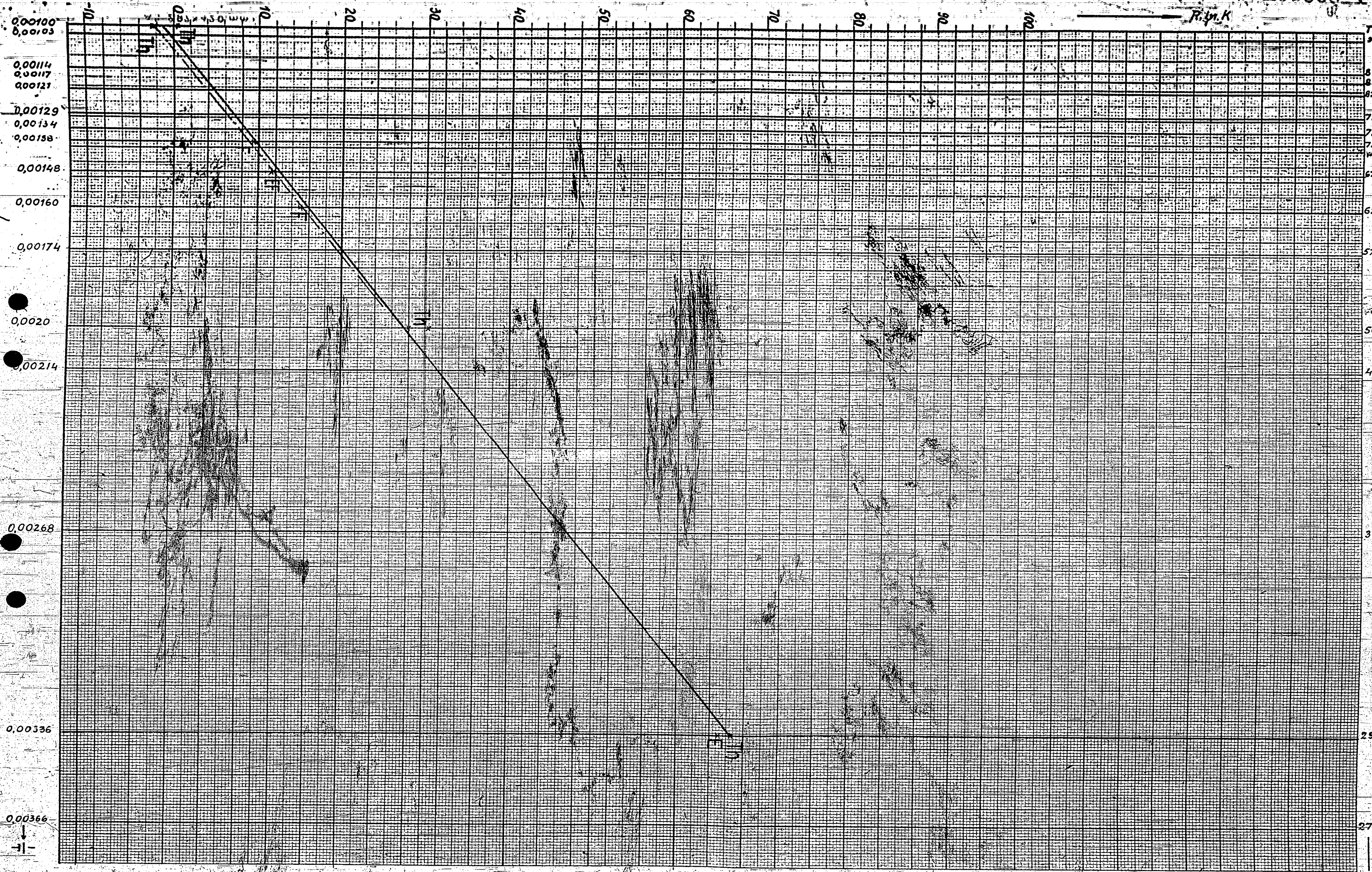
0,00100
0,00103
0,00114
0,00117
0,00121
0,00129
0,00134
0,00138
0,00148
0,00160
0,00174
0,0020
0,00214
0,00268
0,00336
0,00366

57

10000011

R. M. K

T: 1000°



Reaction: $NC_4 \rightarrow CC_4 = cis$

SK 1244/11/11/11

3042-1

AMMONIAKWERK MERSEBURG

10000007

Gesellschaft mit beschränkter Haftung
LEUNA WERKE (Kreis Merseburg)
Maschinentechnische Abteilung

30/4.02

Leuna-Werke, den 17.12.1941 Dr. Or/Fs.

Berechnung des Gleichgewichtes bei der Dehydrierung von Butan.

Es wurde aus der zugänglichen Literatur Angaben über die Gleichgewichtskonstanten und die Lage des Gleichgewichtes bei der Dehydrierung von Butan berechnet.

Bei der Dehydrierung von n-Butan sind 3 Reaktionen zu unterscheiden und zwar

1. die Dehydrierung zu Butylen 1.
2. die Dehydrierung zu Butylen 2 (trans)
3. die Dehydrierung zu Butylen 2 (cis).

Bei der Dehydrierung von i-Butan bildet sich stets i-Butylen. Von den Literaturangaben wurden die Zahlenwerte der freien Energien dieser Reaktionen verwendet, die in Ellis Band 2 angegeben sind.

Ferner wurden die Arbeiten von F.W. Frey und W.E. Huppke Ind. Eng. Ch. 25 55 und Ch. Thomas, H. Egloff, J.C. Monell Ind. Eng. Ch. 29 1260 verwendet. Auf den Diagrammen sind die Punkte, die aus den Werten von Ellis errechnet wurden mit E, die von Frey und Huppke mit F und Thomas und Egloff mit Th bezeichnet. In den anliegenden Diagrammen 1 - 4 ist der Zahlenwert von $-R \ln K$ gegen $1/T$ für die 4 genannten Reaktionen aufgetragen. In Tabelle 1 sind die Gleichgewichtskonstanten für die Temperatur von 550 und 580° C angegeben, die durch Interpolation aus den berechneten Werten längs der strichpunktierten Linien in den Kurvenblättern erhalten werden. Ferner sind die jeweiligen Gleichgewichtskonzentrationen des Olefins in Prozenten angegeben. Vorausgesetzt wurde dabei, daß der gesamte Druck 1 atm beträgt und daß das eingesetzte Gas aus 100%igem n- bzw. i-Butan besteht.

Reaktion zu	Temperatur °C	K (1.)	Konz. des Butylens in %
Butylen - 1	550	0,0989	23
	580	0,180	28
Butylen iso.	550	0,494	35
	580	0,904	41
Butylen - 2 Trans.	550	0,134	26
	580	0,220	30
Butylen - 2 cis.	550	0,144	26
	580	0,245	31

1.)

mit K ist die Gleichgewichtskonstante bezeichnet, die aus den Partialdrücken berechnet ist, die Dimension ist kg cm^{-2} .

Verteiler:

Herrn Dr. Herold
Dr. Kaufmann
Dr. Strätz

Herrn Dr. Sackmann
Dir. Dr. Strombeck
Dr. Novotny/Dr. Pohl
3-x Akten

Tom Fy Berlin
Vertraulich

Eingang: Stückzahl-Abt.
15.01.1942 00130 ✓

Berlin NW 7, den 16.1.19.
Dr. Sobbe/M.

H. Herald

A k t e n n o t i z

Betr.: Alkylierung, Dehydrierung, Isomerisierung.
Besprechung in Leuna am 8.1.1942.

Anwesend: Dr. Herald
Dr. Hanfisch
Dr. Käßing
Dr. Nowotny
Dr. Pohl

Dr. Ringer
Dr. Schellmann.

Alkylierung:

Mit dem RHM muss nochmals die Frage aufgenommen werden, ob die Erstellung einer besonderen Stabilisierkolonne für das entbutanisierte Alkylat im Hinblick auf den zusätzlichen Eisenbedarf und die masselichen Kosten gerechtfertigt erscheint. Das RHM verlangt in dem Vertrag einen Dampfdruck des fertigen Alkylats von 0,20 at. In Leuna wird in der technischen Butanabtrennkolonne ein Alkylat mit einem Dampfdruck von 0,16 bis maximal 0,21 erhalten. Dieses Alkylat enthält noch etwa 0,1 bis 0,2 % C₄. Nach Ansicht von Dr. Pohl ist in der technischen C₄-Abtrennkolonne ein höherer Dampfdruck als 0,25 atü mit Bestimmtheit nicht zu erwarten.

Die Oktanzahl (N.M.) des in Leuna hergestellten Reinalkylats beträgt nach wie vor 95. Die Überladefähigkeit der letzten dem DVL übersandten Alkylatproben hat sich gegenüber früheren Mustern um 1 - 1,2 at verschlechtert.

In den Lizenzverträgen für AT 244 (siehe Schreiben AWP Leuna an Rechtsabteilung Ia vom 5.11.41) soll die OZ (NM) des Reinalkylats mit 92 angegeben werden; ferner dabei sich aus dem Rohalkylat mindestens 95% Destillat erhalten lassen mit der in dem angezogenen Schreiben unter e) angegebenen Siedekurve (diese Siedekurve wurde bei einem Reinalkylat festgestellt, das in einer Ausbeute von 97% bezogen auf Rohalkylat erhalten wurde).

Es ist gegebenenfalls damit zu rechnen, dass in den Lizenzverträgen ein oberer Grenzwert für den Schwefelgehalt des Reinalkylats gefordert wird. Die Herren von Leuna glauben, dass die Angabe eines Schwefelgehalts von weniger als 0,1 % gerechtfertigt werden kann.

Isomerisierung:

Bei der Isomerisierung von Normalbutan wird mit 30 % Umsatz und einer Ausbeute von 95 % gerechnet. Der Salzsaureverbrauch wird auf maximal 1% bezogen auf eingesetztes Butan geschätzt. Es kann jedoch damit gerechnet werden, dass sich der HCl-Verbrauch etwa auf die Hälfte erniedrigen wird. Immerhin macht der Salzsäurebedarf den Transport grösserer Mengen wasserfreier Salzsäure erforderlich, für den zur Zeit geeignete grössere Behälter in der erforderlichen Anzahl nicht zur Verfügung stehen. Es wird der Vorschlag gemacht, die noch in Leuna befindlichen, damals für die Zeppelinfüllung benutzten Druckgasbehälter, die einen Inhalt von mehreren Kubikmetern aufweisen, für den Transport der wasserfreien Salzsäure zu verwenden.

Ca-Dehydrierung:

Die Schwierigkeiten betreffend Dehydrierung von Normalbutan, die in der Aktennotiz von Leuna vom 9.12.41 beim Fahren von 60er Rohren bei einer Belastung von 1000 beschrieben sind, lassen sich nach den neuesten Versuchen vermeiden, wenn man mit der Kontaktbelastung heruntergeht. Wie in der angeführten Aktennotiz schon angedeutet ist, sind Schwierigkeiten nicht mehr zu erwarten, wenn man 70er Rohre verwendet und eine Belastung von 650 einhält.

gez. Schellmann.

Verteiler:

Dr. Herold ✓
Dr. Hanisch
Dr. Käding
Dr. Nowotny
Dr. Pohl

3042-3

10000011

Abschrift

30/4.02

Abschrift aus Lichtkopie Astra Romans, Floesti, 34.1.1942

No.13

Aktennotiz

über die Besprechung mit Herrn Dr.Ringer und der Firma Uhde

4) Es hat sich bei unseren vielen Besprechungen klar herausgestellt, daß die AT-Anlage ohne die Iso-Anlage praktisch nicht in Betrieb genommen werden kann. Herr Dr.Ringer unterstrich deshalb, daß eine Verzögerung in der Fertigstellung der Iso-Anlage unter keinem Umstand gestattet werden kann. Dennoch würde Herr Palzer gebeten, folgende Fragen mit I.G. zu klären.

a) Herr Mijs wies auf die Gefahr hin, daß sich in der Mitte des 1700 mm Ofens zu hohe Temperaturen einstellen (wegen mangelnder Wärme-Abfuhr) wodurch viele Nebenreaktionen eintreten dürften. Herr Dr.Ringer bat Herrn Palzer diese Angelegenheit mit I.G. nochmals prüfen zu wollen. Mit dem Bau von mehreren Öfen mit kleinerem Durchmesser wäre Herr Dr.Ringer evtl. einverstanden, vorausgesetzt, daß hierdurch die Fertigstellung der Anlage nicht um einen Tag gefährdet wird.

b) Herr Mijs wies darauf hin, daß wegen der verhältnismäßig guten Löslichkeit von $AlCl_3$ in Butan kaum zu erwarten ist, daß die hinter dem Kondensator projektierten einen Nutzen haben. Da nun wesentliche Mengen $AlCl_3$ aus dem Ofen mitsublimieren werden s.E. nicht nur große $AlCl_3$ -Verluste eintreten, sondern man wird pro Mol $AlCl_3$ noch 6 Mol NaOH verwenden müssen, um das im Butan gelöste $AlCl_3$ zu entfernen.

Um Verzögerungen in der Fertigstellung zu vermeiden, schlug Herr Dr.Ringer vor, die Anlage nicht zu ändern, jedoch genügend Platz frei zu lassen, daß die von Herrn Mijs in Aktennotiz No.5 genannte R.R.Kolonne evtl. später eingebaut werden kann. Leuna soll die Löslichkeit von $AlCl_3$ in Butangemischen studieren, um sich selbst ein Urteil über diese von Herrn Mijs geäußerten Befürchtungen bilden zu können.

c) Auf unsere Nachfrage, weshalb die großen Mengen Propan in Zirkulation gehalten werden, wurde von Herrn Dr.Ringer bestätigt, daß dies notwendig ist, um in der HCl-Kolonne Reflux bilden zu können. Herr Dr.Ringer wiente jedoch, daß man in der Praxis mit erheblich geringeren Mengen auskommen könnte.

dimensioniert

d) Wir wiesen darauf hin, daß u.E. die vorgeschlagene HCl-Kolonne viel zu groß ist und sogar bei Ausbaustufe II (Produktion von 3 Stuto C_4i) noch erheblich zu groß sein dürfte. Auch diese Angelegenheit wird mit Leuna besprochen.

e) Herr Dr.Ringer erklärte sich prinzipiell damit einverstanden, daß die Iso-Anlage bei Ausbaustufe I für 2 Stuto und bei Ausbaustufe II für 3 Stuto C_4i ausgelegt wird.

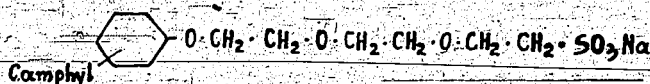
Die Kapazitätserhöhung von Ausbaustufe I (von 1 1/2 bis 2 Stuto) ist erwünscht, um die Extra- C_4i -Verluste zu kompensieren, die entstehen wenn wir nicht nur die Butan- und Propan-Kolonnen der AT-Anlage kleiner dimensionieren, sondern auch wie später erwähnt - die Butanvortrennungskolonne (für Grubengasolin, Komprimat und Kondensat).

Hilfsprodukte für die Textilindustrie
einschließlich Färberei und Druckerei

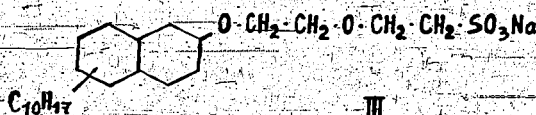
Netz-, Dispergier- und Emulgiermittel (Forts.)

kali kondensiert und dann mit einem Alkalisulfid umgesetzt.

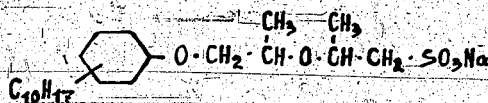
Z.B. wird Camphylphenol (o-p-Gemisch, dargestellt durch Kondensation von Borneol oder Campher mit Phenol) zunächst mit β -Chloräthoxy- β -diäthyläther und dann mit Natriumsulfid umgesetzt. Das erhaltene Produkt (II) kann direkt als Waschmittel verwendet werden. Einige andere ähnliche Produkte sind durch die Formeln III-V wiedergegeben.



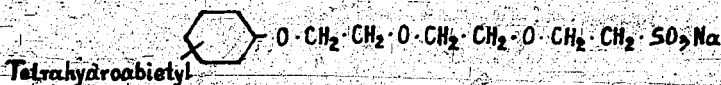
II



III



IV



(T. 417/39)

J.R. Geigy AG. Herstellung von Oxydiarylmethansulfosäuren mit
 E.P. Anm. aliphatisch gebundener Sulfogruppe.

25 910/38
 v. 5. 9. 38.

Schwz. Prior.
 v. 7. 9. 37.

(Forts. n. S.)

Man kondensiert die Reaktionsprodukte aus Alkalibisulfid u. einem ungesättigten aliphatischen Aldehyd od. Keton mit Phenolen, die am Kern durch Alkyl, Aralkyl od. Cycloalkyl substituiert sind

3042-4

10000015

30/4.02

Kontaktbesprechung - Dehydrierung am 19.2.1942

Anwesend die Herren:

Dr. Kaufmann

Dr. Hula

Dr. Nowotny

1.) Basis Aluminattonerde

Es war noch nicht möglich, einwandfreie Reproduktionen der guten AT-Aluminattonerdekontakte aus der Kontaktfabrik zu erhalten. Schwierigkeiten bestehen vor allem in der Verformung der AT-Tonerde in der Strangpresse. Dr. Hula wird versuchen, diesen Kontakt in der Kontaktfabrik herzustellen. Es muß dabei ein längeres Lagern der verkneteten Kontaktmasse vermieden werden wegen der Gefahr der Alterung der Tonerde. Nach Meinung von Dr. Hula können diese Schwierigkeiten durch Anwendung von Kolbenpressen überbrückt werden. (Siehe hierzu A.N. 99/41d vom 7.10.41, letzter Absatz.) Eine weitere Möglichkeit für die ungünstigen, mit AT-Proben aus der Kontaktfabrik erzielten Ergebnisse kann aber auch die Tonerde selbst sein, da die AT-Tonerde, die die Kontaktfabrik verwendet, nicht mit der im Versuchslabor. identisch ist. Die Versuche zur Klärung all dieser Fragen laufen bereits.

Aluminattonerde RT-Kontakte in ihrer Lebensdauer bei niederen Temperaturen durch Inertstoffzusatz zu verlängern, hatten noch keinen Erfolg. Die Arbeiten darüber laufen weiter. Vor allem wird die Fällung $Al(NO_3)_3$ durch MgO und umgekehrt eingehend bearbeitet.

Im Zusammenhang mit der Aluminattonerde wird nochmals auf den internen Gruppenbericht vom 30.10.41, Frage 2 hingewiesen. Die Frage wurde dahingehend beantwortet, daß durch Peptisation (AT) 1.) die Lebensdauer verlängert wird, 2.) länger bei niederen Temperaturen gefahren werden kann. Es besteht aber auch die Möglichkeit, daß das bessere Arbeiten der AT weniger an der Peptisation selbst, als an der weitgehenden, durch die thermische Denitrifizierung (Erhitzen auf 450°) hervorgerufenen Überführung in das γ -Oxyd, liegt. Reihenversuche mit thermisch verschieden vorbehandelten RT-Tonerden gehen dieser Frage nach.

2.) Basis Höschtonerde

Bisher wurde das beste Ergebnis mit einem 8 Stunden verkneteten und 4 Stunden bei 450° denitrierten Kontakt erhalten. Die mit diesem Kontakt erreichten Ergebnisse sind denen mit Aluminattonerde RT erzielten zum mindesten gleichwertig. Dieser Kontakt wurde aber noch nicht reproduziert. Die Versuche stehen noch am Anfang.

3.) Großversuche

Im Augenblick fährt der gasbeheizte Ofen 3 noch mit dem alten Kontakt 5530/517 aus dem Ofen 4, um die Einwirkung der Beheizungsart auf die Ausbeute feststellen zu können. Werte liegen noch keine vor.

Ø Herrn Dr. Kaufmann

" Dr. Hula

" Dr. Nowotny

3042-5

30/4.02

540000016

Leuna-Werke, den 24. April 42 Dr. Or/Pa

Berechnungen zur Trennung von Butan und Buten durch
Destillation mit Hilfsstoffen.

Aufgabe:

Es sollen Unterlagen für die Beurteilung des obigen Verfahrens in wirtschaftlicher Beziehung geschaffen werden, insbesondere im Hinblick auf einen Vergleich dieses Verfahrens mit der Abtrennung der Olefine durch Wäsche mit wässriger Silbernitratlösung.

Das zu trennende Gemisch soll 25% Olefine enthalten und zwar sollen davon 40% α - und 60% β -Buten sein.

Unterlagen der Berechnung.

1. Angaben von Herrn Dir. Dr. Herold.

Bei Gegenwart von Methylaminen geht aus einem C_4 -Gemisch bei minus 14° ein Aceotrop aus 50 Gew. % Butan und 50 Gew. % Amin über. Im Sumpf bleiben dann konstant siedende Gemische aus α und β Butylen, die gleiche Gewichtsmengen Olefin und Amin enthalten. Das Aceotrop des β Butylens siedet bei minus 10° , das des α -Butens bei minus 12° . Die flüssigen Kohlenwasserstoffamingemische sind im ganzen Konzentrationsbereich einphasig.

2. Die Angaben der Deutschen Patentschrift Nr. 559 437 vom 19.9.1932.

Bei der Destillation einer Mischung aus 18 Teilen Buten, 27 Teilen Butan und 55 Teilen Ammoniak bei $56^\circ C$ und 26 atm. erhält man ein aus 4,5 Teilen Buten, 26,5 Teilen Butan und 42 Teilen Ammoniak bestehendes Destillat. Der Rücklauf besteht aus 13,5 Teilen Buten, 0,5 Teilen Butan und 13 Teilen Ammoniak. Bei der Abkühlung des Destillats auf etwa $27^\circ C$ erhält man 2 Schichten. Die untere Schicht besteht aus einem Teil Buten, 2 Teilen Butan und 38 Teilen Ammoniak, während die obere Schicht aus 3,5 Teilen Buten, 25 Teilen Butan und 4 Teilen Ammoniak besteht. Als Rücklauf wird ausschließlich die ammoniakalische Schicht verwendet. Nach den Angaben der Patentschrift ist die Verwendung von weiteren Ammoniakmengen als zusätzlicher Rücklauf zweckmäßig.

3. Untersuchungen von Herrn Dr. Weber.

Auf Kurvenblatt 1 ist die Siedekurve eines Gemisches von Butan, Buten und Methylamin dargestellt. Die Rektifikation wird in einer Podbielniak-Kolonnen mit einem Druck von 270 mm Hg ausgeführt.

Berechnungen.

Auf Blatt 2 ist das Schema einer Rektifikationsanlage dargestellt, in der die Destillation unter Verwendung von Methylamin als Hilfsstoff ausgeführt wird. Man ersieht, daß für jedes überdestillierte kg Butan 1 kg Methylamin zu destillieren ist. Aus den Siedepunkten der Aceotrope ergibt sich ein Verhältnis der Dampfdrucke von 1 : 1,2. Unterstellt man, daß dieses Verhältnis auch beim Arbeitsdruck der Kolonne bestehen bleibt, dann ergibt sich aus der Figur ein Mindestrücklauf von 1 : 7,5. Ohne nun über den Reinheitsgrad der Produkte und damit die notwendige Bodenzahl der Kolonne Annahmen zu treffen, kann man das praktisch notwendige Rücklaufverhältnis auf 1 : 9 schätzen. Damit wäre die zehnfache Menge des abgezogenen Kopfproduktes im Sumpf zu verdampfen. Bei einer Kopftemperatur der Kolonne von etwa $90^\circ C$ entsprechend einem Druck von 13 ata, gibt sich folgender Wärmebedarf:

5 167

Stoff	Verdampfungswärme	Wärmebedarf
1 kg. Butan	70 kcal	10 x 70 = 700
1 kg. Methylamin	150 "	10 x 150 = 1500
		2200

Für jedes im Einsatzprodukt enthaltene kg. Butan sind demnach als Trennungsarbeit 2200 kcal aufzuarbeiten.

Ein weiterer Energiebedarf wäre für die Trennung der Kohlenwasserstoffe vom Amin einzusetzen. Da jedoch Annahmen über das Verfahren, daß zu dieser Trennung herangezogen werden sollte fehlen, wird auf eine Schätzung dieser Energie verzichtet.

Die bisherigen Versuchsergebnisse von Herrn Dr. Weber konnten bei der vorstehenden Berechnung nicht verwendet werden. Es scheint, daß die Trennwirkung der Kolonne nicht ausgereicht hat, die beiden Aceotrope voneinander zu scheiden. Diese Annahme wäre insofern plausibel, als die Berechnung gezeigt hat, daß für die Trennung etwa ein 9-facher Rücklauf notwendig ist, sodaß bei der allfälligen Unterschreitung dieses Rücklaufverhältnisses eine Trennung der beiden Aceotrope garnicht erwartet werden kann. Möglicherweise verschiebt sich aber auch bei dem angewandten verminderten Druck die Zusammensetzung der Aceotrope. Wenn dies in erheblichem Maße der Fall wäre, könnte allerdings auch aus den Versuchsergebnissen die bei 1 atm. gewonnen würden, nicht auf die Verhältnisse unter Druck geschlossen werden.

Rechnet man mit einer zulässigen effektiven Gasgeschwindigkeit von 12 cm/sec. in der Kolonne, dann ist für jedes mit dem Kopfprodukt pro Stunde abgezogene Kg. Butan ein Querschnitt von 0,3 dm² vorzusehen.

Unterstellt man die Richtigkeit des in der Deutschen Patentschrift Nr. 559 437 angegebenen Ausführungsbeispiels, dann würde eine kontinuierlich arbeitende Kolonne etwa unter den Bedingungen arbeiten, die in Abbildung, Blatt 2, dargestellt sind. Der Druck beträgt dabei 20 atm., die Temperatur im Kopf 40° C. Als Trennungsarbeit wäre für 1 kg in der Ausgangsmischung enthaltenes Butan folgende Energie aufzuwenden:

Für die Kohlenwasserstoffe	96 kcal.
Für das Ammoniak	460 "
insgesamt	556 kcal.

Würde man die Kohlenwasserstoffgemische durch eine Wasserwäsche vom Ammoniak befreien und aus der entstehenden Ammoniaklösung das Ammoniak durch Rektifikation zurückgewinnen, so würde das einen weiteren Energieaufwand von 360 kcal. erfordern. Für den Querschnitt der Kolonne ergibt sich, wenn man die zulässige Geschwindigkeit mit 9 cm/sec. annimmt, für jedes pro Stunde mit dem Kopfprodukt abgezogene kg. Butan 0,06 dm². Es muß noch besonders betont werden, daß die vorstehenden Zahlen unter der Annahme errechnet sind, daß zusätzliches Rücklauf-Ammoniak nicht verwendet wird.

Verteiler:

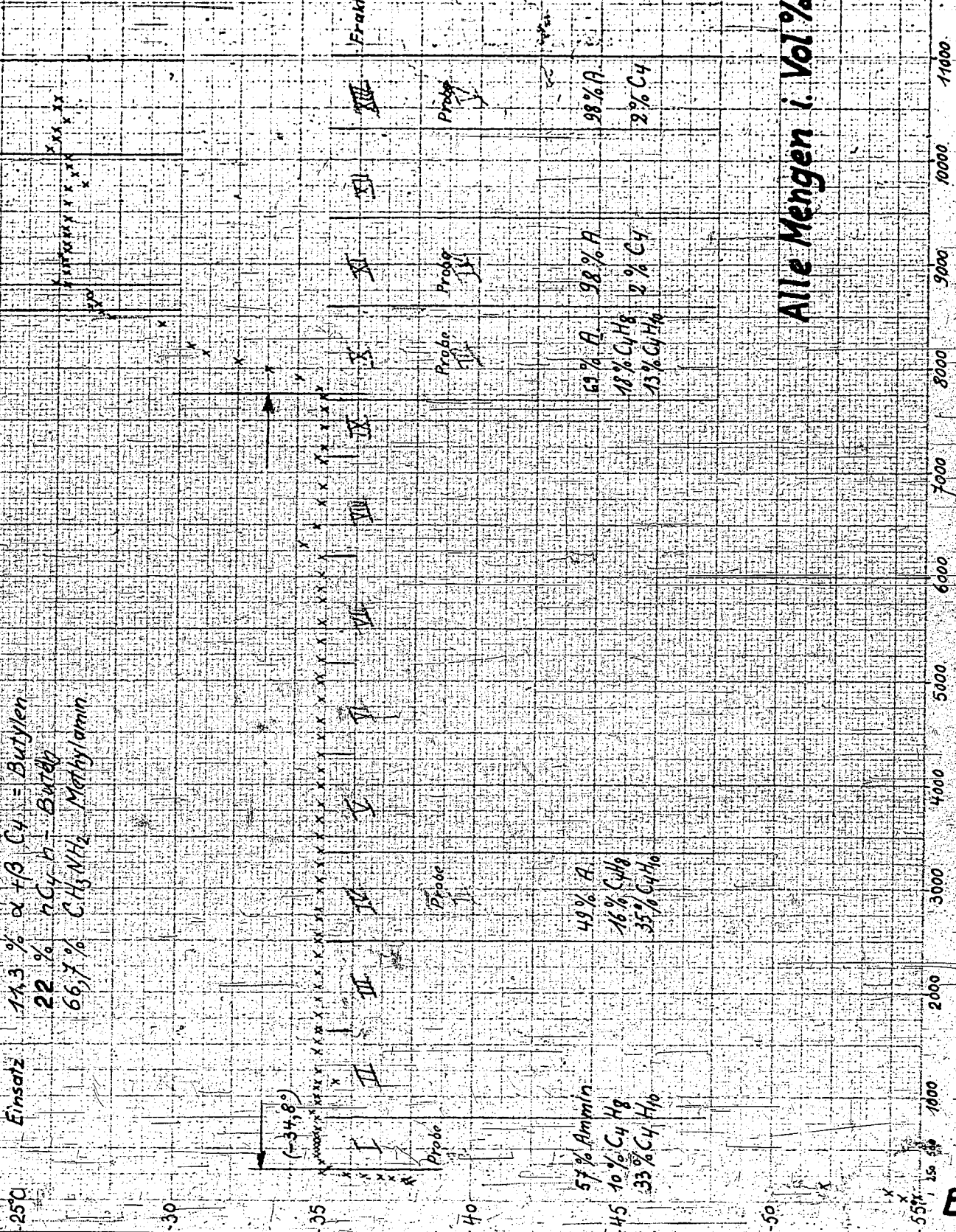
- 2 x Herrn Dir. Dr. Herold
- 1 x " Dr. Weber
- 1 x " Dr. Orlicek

Orlicek

Siedekurve zur

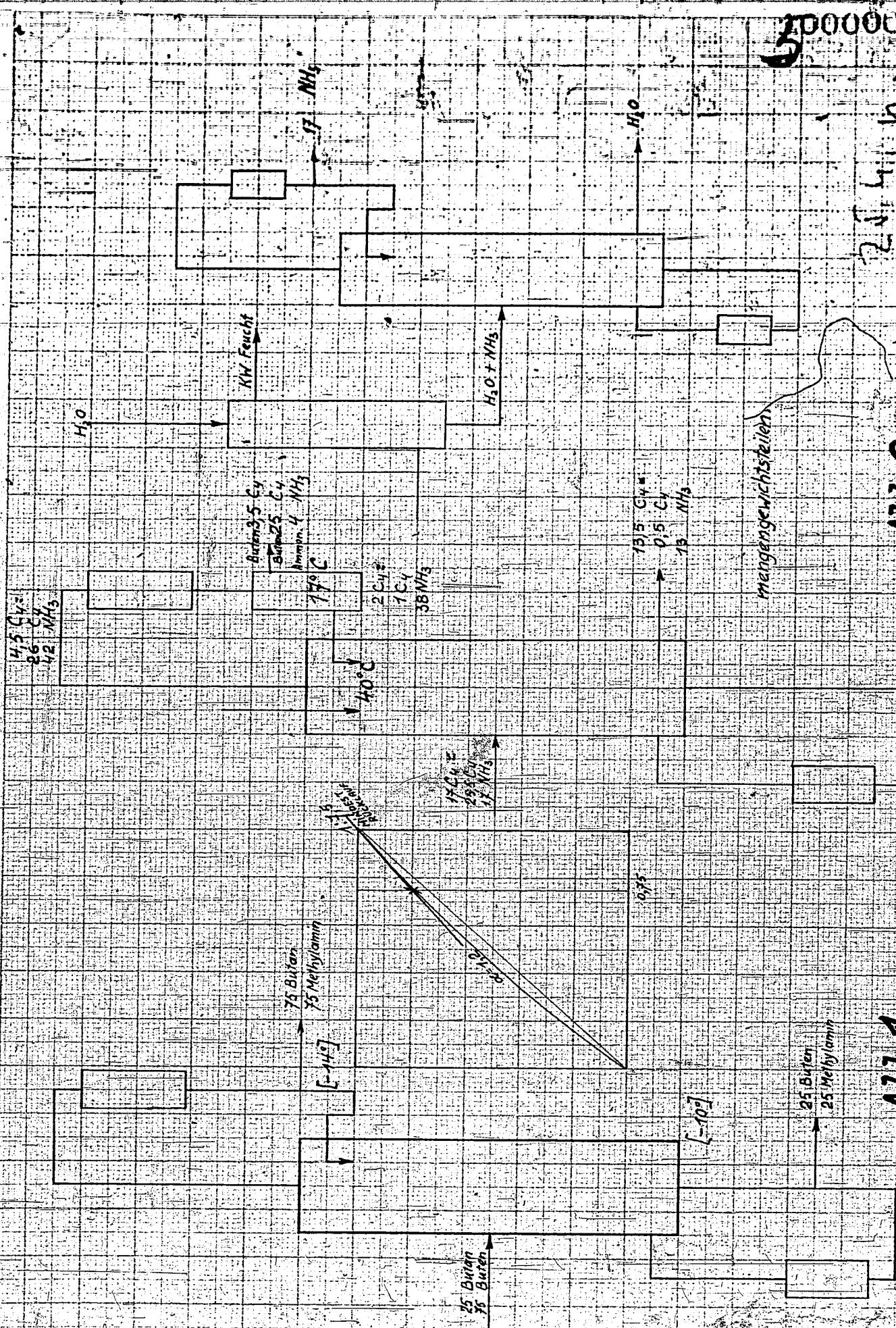
Destillation von Buten-Butan-Methylamin-Gemisch (C₄-Amin: ca. 1:2) in der Paddeltrieb-Kolonne

Einsatz 14,3% α + β C₄ = Butylen
 22% n-C₄-b-Butan
 66,7% C₄H₉N Methylamin



20000018

25.4.43 Bury



25.4.43 Bury

Abb. 2.

Abb. 1.

HAUPTLABORATORIUM
Versuchsgruppe Me 219
A.N. 49/42 c

304 2/6

30/4.02

60000019

Leuna Werke, den 18. 5. 1942
Dr. Now. / wa.

Artennotiz

Bestrahlung über ein einheitliches Prüfverfahren für Butan-Dehydrierkontakte

Anwesend die Herren:

Dr. Conrad Oppau

Dr. Pohl

Dr. Nowotny Leuna

Im Zuge der Dehydrierarbeiten wurden in Oppau und Leuna zwei verschiedene Kleinversuchsöfen herausgebracht.

Das Ofenmaterial ist bei beiden Öfen Quarz, die Beheizung elektrisch.

Beschreibung der Öfen:

1. Oppau: Lichte Weite 30 mm. Kontaktfüllung 50 bzw. 25 ccm. Gasmessung durch 2 Gaszähren (Eingang und Ausgang). Temperaturmessung an 2 Meßstellen, eine 1 cm vor Beginn der Kontaktschicht, die zweite am Ende der Kontaktschicht. Der Temperaturverlauf innerhalb der Kontaktschicht von oben nach unten ansteigend um 30-40°C.
2. Leuna: Lichte Weite 14 mm. Kontaktfüllung 25 ccm. Eingangsgasmessung durch geeichte Meßflüsse. Das Ausgangsgas wird nicht gemessen. Temperaturmessung an 3 Meßstellen innerhalb der Kontaktzone. Innerhalb der Kontaktschicht weitgehend konstanter Temperaturverlauf. Während der Fahrperiode wird die Temperatur nicht gesteigert. Eine solche erst dann, wenn der Durchschnittsumsatz über eine Periode unter 30 % liegt.

Diskussion: Der Oppauer Ofen kann infolge seiner größeren Weite mit ganzen Kugeln gefüllt werden und kommt so der technischen Fahrweise näher. Außerdem kann die mechanische Festigkeit der Kugeln gegenüber Temperatur- und Regenerationswirkung verfolgt werden. Die Gasengenmessung mit Gaszähren, auch am Ausgang, läßt die Ermittlung des tatsächlichen Zuzehmfaktors zu, wodurch die Umsatzberechnung genauer wird.

1939
1900

FRIEDRICH UHDE

Ingenieur-Büro
und Fabrik für chem. Apparate

Geheim!

3042/7
70000521

Verfasser:

3042/7

Aktennotiz

über die Besprechung mit:

Hydrierwerk Scholven

In: Leuna

am:

1. und 2.6.42

Anwesend: die Herren:

von Scholven	DI Ihlenburg 2.6.
Dir. Dr. Urban	Uhde-Dtmd. zeitw.
Obering. Stärker	Ing. Arimont 2.6.
DI Fabian	Borsig-Bln zeitw.
DI Schnittka	Dr. Hoffmann) 2.6.
vom Ammoniakwerk:	Dr. Löhr) zeitw.
Obering. Keinke)	Uhde-Lenna
Dr. Fischer	DI Falzer
Dr. Pohl	DI Ewald 2.6.
DI Weidmann	Ing. Liebscher 2.6.
	DI Reichardt

die Herren:

Durchscholven)	DI Weidmann
Dr. Kranepuhl RWA)	DI Palaer
Dir. Dr. von Staden)	DI Ewald
Dir. Dr. Strenbeck)	Ing. Liebscher
Dir. Dr. Giessen	
Dir. Dr. Herold)	DI Reichardt
Obering. Dr. Köhler	1 x Akte
Dr. Ringer I. G. Bin	
Obering. Dr. Sackmann	
Obering. Keinke	
Dr. Langheinrich AWP	
Dr. Fischer/Dr. Strätz	
Dr. Kaufmann/Dr. Nowotny	
Dr. Pohl	

AT 244/Scho
Dr. Kö/Pz/Eld.

Tag: 4. Juni 1942

Betrifft: AT 244/Scho - Überholung der Baureifeerklärung

Wegen der Auflage des Reichsamt für Wirtschafts-
sueben, die Baureifeerklärungen der AT-Anlagen zu überholen
und noch weitergehende Einsparungen an Eisen und Bauvolumen
vorzunehmen, wurde die gesamte AT 244-Anlage Scholven durch-
gesprochen und die in folgenden aufgeführten Einsparungen
bzw. Änderungen festgelegt. Die Änderungen gegenüber der
ersten Baureifeerklärung sind vor allem bedingt durch die
chemischen und betriebstechnischen Erfahrungen, die in ver-
gangenen Jahr in den T 52 - Anlagen Leuna, Scholven und
Stettin gesammelt wurden.

Betriebsstunden:

Bei dem heutigen Stand der Entwicklung und den vor-
gesehenen Reserven ist mit längerem Stillstand der AT-Anlagen
bzw. ganzer Anlageteile nicht mehr zu rechnen. Als Mindest-
Betriebszeit in Jahr werden deshalb 8000 Stunden = 330 Be-
triebstage gegenüber ursprünglich 7000 Stunden festgelegt.
Der stündliche Durchsatz der Anlage verringert sich dadurch
in Verhältnis 8 :

Eingangsprodukt:

Die Vertrennung des Eingangsproduktes in den Iso-
butananlagen Scholven und Gelsenberg ist bisher unzureichend
und hat eine Verschlechterung der Ausbeute zur Folge. Die

Rdt/z.

Schwierigkeiten in der Vortrennung in Scholven werden mit Ude-Dortmund gesondert behandelt. Das Eingangsprodukt von Gelsenberg wird, da die dortige Vortrennanlage von Lurgi weder im Kopf noch im Sumpf die verlangten Reinheitsgrade liefert, für die AT 244-Anlage ungetrennt bezogen und in die Butankolonnen der "reislaufdestillation" gefahren. Ein Umbau der Vortrennanlage bei Gelsenberg entfällt damit zumindest für die Dauer des Krieges.

Der Olefingehalt des Eingangsproduktes beträgt im Mittel 2,25% beim IC_4 und 4,5% beim nC_4 , somit 3,4% bezogen auf den Gesamteinsatz. Die Olefine reagieren bei der Dehydrierung nicht. Sie erhöhen somit die scheinbare Gesamtausbeute. Diese Tatsache bleibt bei der Berechnung unberücksichtigt.

Dehydrierung:

In der Spaltanlage wird mit einer Ausbeute von vorerst 80% später 85% und einem Umsatz von 25% gerechnet. Ausbeuten von über 80% sind in Leuna schon vorübergehend im Dauerbetrieb mit dem jetzigen Kontakt erreicht worden. Mit dem endgültigen für die nC_4 -Dehydrierung vorgesehenen Kontakt wurden bei Versuchen schon Ausbeuten von über 90% erreicht. Die Schwierigkeiten im Ofenbetrieb, die in Scholven durch die FF-30-Rohre aufgetreten sind, und die die Ausbeute sehr ungünstig beeinflussen, sind in Stettin durch Berücksichtigung der in Scholven gesammelten Erfahrungen nicht mehr entstanden. In Leuna sind ebenfalls in der letzten Zeit keine Schwierigkeiten im Ofenbetrieb mehr aufgetreten. Da kann deshalb in Scholven nach Umbau sämtlicher Ofen auf 70-er Rohre ebenfalls mit störungsfreiem Ofenbetrieb gerechnet werden. Nach dem Übergang auf den endgültigen Kontakt wird daraus mit einer Ausbeute im Ofen von 85% gerechnet.

Die Kontaktbelastung wird bei den 70-er Rohren auf 1 : 700 festgelegt. Der rechnergemässige Kontaktraum im Ofen beträgt bei den 55-er Rohren 1,5 cbm und demzufolge bei den 70-er Rohren 56% mehr, d.h. 2,3 cbm. Bei der angenommenen Kontaktbelastung ergibt sich damit ein stündlicher Gasdurchsatz von 1600 Ncbm/h oder 4 t/h Butan / Ofen. Bei einer Ausbeute von 80 bzw. 85% und einem Umsatz von 25% kann ein Ofen also 800 bzw. 850 kg/h Olefine erzeugen. Bei einem Olefinbedarf von 4,4 t/h sind demnach 5,5 bzw. 5,2 d.h. 5 Ofen im Betrieb und 2 in Reserve erforderlich. Die Ofenzahl und Grösse des Ofenhauses bleibt also unverändert. Bei noch weitergehender Materialverknappung könnte notfalls auf einen Reserveofen vorerst verzichtet werden und die dafür vorgesehenen Röhrenbündel an eine terminmässig später liegende Anlage abgegeben werden.

Die Schlusszeiten bleiben die gleich, d.h. an den Schlusseinrichtungen wird nichts geändert. Demzufolge sind auch weiterhin 4 Reg-Ofen (3 im Betrieb und 1 in Reserve) erforderlich. Ein Umbau der Reg-Ofen, d.h. Ausbau der Kühltaschen ist vorerst nicht zu empfehlen, da dann stärkere Gebläse für 350 mm WS Gegendruck erforderlich wären. Sonstige Einsparungsmöglichkeiten in dem Ofenhaus bestehen nicht.

Der Gasbedarf / h beträgt in Leuna 1,6 Mill. WE/h, in Scholven 1,8 Mill. WE/h, wird aber bereits in der T 52-Anlage schon gedeckt. Es besteht nur ein zusätzlicher Gasverbrauch durch die H_2SO_4 -Konzentration, der in der Baureifeerklärung mit 2 Mill. WE/h angegeben wird. Trotz der angespannten Gaslage in Scholven kann dieser Bedarf gerade noch gedeckt werden. Neues Bauvolumen ist also dafür nicht erforderlich.

Der Filterbau fällt weg. Die Gasreinigung erfolgt auf Vorschlag von Scholven durch eine kleine Heißblase mit Kohleabstreiferöl, das bei $320^\circ C$ siedet. Hinter dem Verdampfer ist noch ein Glabscheider vorzusehen.

Der Gasometer ist mit 5000 cbm Inhalt reichlich gross. Er wird aus Luftschutzgründen nur mit 1500 cbm gefahren. Die damit gegebene Puffermöglichkeit für max. 10 Minuten hat sich bisher als ausreichend erwiesen.

Gas Kondensation

Bei vorerst 80 % Ausbeute beträgt die Gasmenge vor den Ufen $5,5 \times 1600 \text{ Norm/h} = 8800 \text{ Norm/h}$. Die von den Kompressoren anzusaugende effektive Gasmenge beträgt dann rund 16700 cbm/h . In Scholven sind aufgestellt bzw. neu vorgesehen:

5	22VL 332	mit 270 U/min und 2750 cbm/h	=	13750	cbm/h
2	22VL 342	mit 214 " " 4400 " "	=	8800	"
				<u>22550</u>	<u>cbm/h</u>

Es stehen also entweder ein grosser oder zwei kleine Kompressoren in Reserve. Diese Reserve ist angemessen, Einsparungen sind nicht möglich.

Die Glabsche reicht aus. Es sind lediglich einige Kühler ungenutzt. Eine frei werdende 25 atü Kolonne wird als Reservekleines Bauvolumen.

In der Kälteanlage wird ein weiterer Tammwasserspeicher aufgestellt, um mit Hochkühlwasser fahren zu können. Es wird festgestellt, dass man bei einem Neubau der Anlage nur noch eine Kälteanlage aufstellen würde.

Die Stabilanlage entfällt. Die Kolonne für 30 atü mit $1400 \text{ mm } \varnothing$ und 40 Stufen kann u.U. als HCl-Kolonne in der Isot-Anlage, die für ebenfalls 30 atü und mit $1300 \text{ mm } \varnothing$ und 25 Stufen vorgesehen ist, verwendet werden.

Mischeranlage

Die Vermischung erfolgt für beide Leuten gemeinsam in der Mischzentrifuge (bei 820) ohne den ursprünglich geplante Office-Mischer.

Die Rührwerke werden stärker belastet durch eine Erhöhung des Flüssigkeitsspiegels von 1,50 m auf 2 m und eine Verkürzung der Reaktionszeit von 60 auf 50 Minuten (nach den Vorschriften sind mindestens 40 Minuten erforderlich).

Hierdurch ist eine Mehrbelastung von fast 50 % möglich. Festgelegt wird eine solche von 30 %. Damit erhöht sich der Durchsatz von 6 cbm/h = 3,5 t/h auf 8 cbm/h = 4,5 t/h. Für den Durchsatz von 54 t/h sind also nur noch 12 Rührwerke erforderlich. Einschl. 2 Einheiten in Reserve werden noch 14 statt 20 Rührwerke aufgestellt.

Da ein Mischerbau für 10 Behälter im Bau schon zu weit fortgeschritten ist, wird dieser Bau in der alten Größe ausgeführt, erhält aber nur noch 8 Behälter. Der zweite Bau wird nur noch für 6 Behälter wie besprochen gebaut.

Die Kühlturanlage ist für 45 t/h entsprechend 18000 Norm/h bzw. 17000 cbm/h bei 1,1 at auszuliegen. Dafür sind 4 Kompressoren S2V 12 für 400 cbm/h erforderlich, einschl. 2 Reservereinheiten werden 6 Kompressoren aufgestellt. Eine Maschine wird abbestellt. Die Anzahl der erforderlichen Kondensatoren wird von Herrn Dr. Keinke und Ude nochmals nachgeprüft.

Feinabscheidung und Laugewäsche

Die Feinabscheidung bleibt in derselben Größe, da die Iso-Anlage (s. unten) eine eigene Laugewäsche erhält, wird eine ausreichende Verweilzeit von 20 Min. auch noch mit einer Laugewäsche erreicht. Die zweite Laugewäsche entfällt also. Aus luftschutzes-technischen Gründen erhält jedes Gebäude eine Stufe der Laugewäsche. Nach den günstigen Erfahrungen mit Or-Fine-Mischern in Schmelzen, über die unausgeschwemmte noch Unterlagen zugesandt werden, können die Mischgruppen entfallen. Sie werden also nicht montiert. Die Antriebspumpen für Lauge sind dafür aber für einen Differenzdruck von 4 at auszuliegen.

Iso-Anlagen

Die Iso-Anlage hat bei 2000 Betriebsstunden 200 t Iso zu liefern. Damit ergeben sich 12 cbm/h Isoleistung und sind 6 cm Durchmesser erforderlich. Es werden deshalb 5 Öfen mit 1700 mm Ø (3 in Betrieb und 2 in Reserve) aufgestellt. Die Öfen sind bei Hoesig bestellt. Die HCl-Kolonne für 30 atü vorerst bei Ereda in Holland. Da in Schmelzen in der Nähe der Iso-Anlage Lauge vorhanden ist und die eigentliche Laugewäsche sehr weit entfernt liegt, erhält die Iso-Anlage eine eigene 2-stufige Laugewäsche mit 50 cm Behältern. Die Mehrkosten dafür werden durch Regeneration von HCl-Einheiten und Dampferparnis in der Destillation wieder teilweise ausgeglichen.

Die erforderlichen Mengen an Chlorwasserstoff und Aluminiumchlorid (je max. 115,5 t/Jahr) werden von Ludwigshafen geliefert, und zwar der Chlorwasserstoff hauptsächlich in 250 kg Flaschen, das Aluminiumchlorid in 200 kg Fässern. Flaschen und Fässer bleiben Eigentum von I.G. Ludwigshafen.

AT - Kreislaufdestillation

Das Produkt aus der Iso-Anlage wird nicht mehr in die AT-Vordestillation sondern unmittelbar in die Butantrennung gegeben. Dadurch werden 1,9 t/h Dampf gespart. Das unter Umständen noch Salz enthaltende Produkt aus der Iso-Anlage wird immer in dieselbe Kolonne gegeben. In die gleiche Kolonne wird das Bin-angsp. von Gelsenberg, das noch Olefine enthält, gefahren, während die beiden restlichen Butankolonnen nur Kreislaufprodukt trennen.

Da die beiden erstgenannten Produkte einen höheren nC-Spiegel haben als das Kreislaufprodukt, ist von Bötzig erst noch zu untersuchen, wieviel Kreislaufprodukt nachzusätzlich in die erste Butankolonne gegeben werden muss, um die gleichmäßige Belastung aller 3 Kolonnen zu erhalten. Jede der Kolonnen erhält ihr Bin-angsp. aus einem eigenen Lagerbehälter über eine eigene Zuleitpumpe. Das Bin-angsp. für die Iso-Anlage, darf nur aus dem Sumpf der Kolonnen II und III entnommen werden, da das Produkt der Kolonne I noch Olefine enthält. Die Schaltung der 3 Kolonnen wird demgemäß noch die C-Kohlenwasserstoffe aus der Spaltanlage über Kopf getrieben werden. Im übrigen bleibt Ansatz und Größe der Kolonnen unverändert.

H₂SO₄ - Konzentration

Das Verfahren und die Anordnung der Apparate der H₂SO₄-Konzentration wurde besprochen. Die Möglichkeiten der säurefesten Auskleidung der Apparate und der gefährdeten Teile des Schmelzebehälters. Einsparungsmöglichkeiten sind wegen der kurzen Lebensdauer einzelner Apparate nicht mehr möglich. Da über die beiden für Säureschutz geeigneten Kunststoffarten Igelit und Copparol wideraprechende Betriebsverfahren vorliegen, wird Scholven selbst beide Kunststoffarten auf ihre Eignung für den vorliegenden Fall untersuchen. Die erforderlichen Proben wird Herr Arimont von der Verkaufsgemeinschaft Chemikalien in Frankfurt für Scholven anfordern. Der Bau der H₂SO₄-Konzentration wird trotz der von der Bauabteilung Leuna geäußerten Bedenken, die von Scholven nicht geteilt werden, in Beton ausgeführt.

Die in der Regeneration aufzubereitenden Schwefelsäuremengen betragen normal 5 % und max. 10 % der erzeugten Fertigt-A-Menge. Der Bedarf an 2N-figen Oleum beträgt damit rund 1500 t/Jahr, das von I.G. Leverkusen geliefert wird. Die rund 200 t Säuretrere, die im Jahr anfallen, werden von Scholven nicht benötigt. Sie fallen unter die Anordnung 14 vom 6.2.42 der Reichsstelle für Mineralöle und sind laut Mitteilung dieser Stelle an uns dem Reichsluftfahrtministerium "Inspektion für Luftschutz" Berlin W 8, Leipziger Str. 7 anzubieten.

Über die Beschaffenheit der Säuretoere gibt Herr DI Ihlenburg
 keinen Aufschluss. Da die Säuretoere einen nicht angreifen,
 können sie in Kesselwagen befördert werden. Da die anfallen-
 den Mengen sehr klein sind, wird Uhdg einen besonderen Sammel-
 behälter für die Säuretoere mit aufstellen, von der aus die
 Verladung erfolgt.

Tanklager

Die Anzahl der aufzustellenden Behälter bleibt be-
 stehen. Die in der Anlage vorgesehenen Änderungen bedingen
 aber eine andere Aufteilung der einzelnen Behälter auf die
 verschiedenen Einkangs-, Zwischen- und Endprodukte. Für
 die Aufstellung des neuen Tanklagerplans wird festgelegt,
 dass in Schritten sämtliche Behälter von Westen nach Osten
 geschaltet und in jedem Tanklager geordnet nummeriert werden.
 Für die einzelnen Produkte sind folgende Behälter vorgesehen:

Im Zwischenlager III (Bau 745):

Behälter 1 - 4 für Spaltkondensation aus der Gaskondensation
 (hierzu können - solange noch vorhanden - 2 Behälter hinter
 die Stahlanlage geschaltet werden);

Behälter 5 und 6 für eisenfreie NO_2 für die Iso-Anlage

Behälter 7 und 8 für Frisch- NO_2 von Scholven

Behälter 9 - 11 für Kreislauf- NO_2 für die Spaltanlage.

(Behälter 11 hat abweichend von den übrigen 100 ccm Behältern
 145 ccm Inhalt.)

Im Zwischenlager IV Bau 805:

Behälter 1 und 2 (3 ccm Behälter) für AcH-AT aus der AT-Vor-
 destillation

Behälter 3 - 7 für ungetrenntes Frischbutan von Gelsenberg

Zwischenlager V Bau 808:

Behälter 1 für Eingangsprodukt der Butankolonnen I d.h. für
 Produkt aus Iso-Anlage, Produkt von Gelsenberg aus Lager IV,
 2 - 7 und für Kreislaufprodukt aus AT-Vordestillation (Kopf
 aus Lager IV, 2 und 3)

Behälter 8 und 9 als Eingangsbehälter der Butankolonnen II
 und III, für ungetrenntes Kreislaufbutan aus der AT-Vordestil-
 lation (Kopf)

Behälter 4 und 5 für instabiles Kreislauf- IC_4 aus dem Kopf
 der Butantrennung

Behälter 6 - 8 für stabiles IC_4 aus der Entpropanierung
 und aus der Iso-Butan-Anlage (also Kreislauf- IC_4 + Frisch- IC_4
 von Scholven)

Behälter 9 und 10 für Methylbutan

Lager 5 erhält jetzt einen Behälter mehr, der früher für La-
 ger 6 vorgesehen war.

Zwischenlager VI Bau 811:

Behälter 1 und 2 überirdisch für Frischsäure

Behälter 3 und 4 überirdisch als Zwischenbehälter für Verbrauchsäure

Behälter 5 - 10 unterirdisch für AT-Butangemisch aus der Laugewäsche

Für den Fall, dass die Behälter für Kühlbutan nicht ausreichen sollten, (z.B. durch Ausfall eines der beiden Behälter, ist eine Notleitung von diesen zur Laugewäsche vorzusehen, da das noch H_2SO_4 enthaltende Kühlbutan nicht in die anderen Behälter gefahren werden soll. Das Lager für Notentspannung Bau 817 bleibt unverändert.

Energie-Zahlen

Die Energiezahlen sind inzwischen von Herrn Obering. Keinke zusammen mit Ude noch einmal überprüft worden. Hierbei ergaben sich vor allem durch den Übergang auf 8000 Jahresbetriebsstunden noch einige Senkungen der Verbräuche. Bei dem wegen der angespannten Dampfverhältnisse in Scholven besonders interessierenden Dampfverbrauches wurde für die Destillation ein Dampfbedarf errechnet, der 20 t/h niedriger liegt als der von Borsig angegebene. Die Rücksprache mit den Herren von Borsig ergibt, dass ein Mehrbedarf von 6 t/h durch ein höheres Rücklaufverhältnis in der AT-Vordestillation (1 : 1 gegenüber 1 : 0,4) zur Erreichung eines C_{20} -freien Kopfproduktes entsteht, und der Rest, der Sicherheitszuschlag ist, den Borsig für die Einhaltung seiner Garantien braucht. Grundsätzliche Unterschiede in der Berechnung oder Berechnungsfehler können also nicht festgestellt werden.

Es wurde festgestellt, dass in jedem Fall bei Hiberna noch ein neuer Kessel aufgestellt werden muss. Es können somit ohne Bedenken in die endgültigen Energiezahlen die von Borsig angegebenen Dampfverbräuche eingesetzt werden. Der neue Bedarf an Dampf für die AT 244-Anlage beträgt dann 36 t/h (75 t ND und 11 t HD).

Beim Strombedarf sind für Kühlwerke und andere Zwecke (einschl. Beleuchtung) noch weitere 2000 kW einzusetzen.

Der Wasserbedarf liegt im Rahmen der alten Baureifeerklärung

Die obigen Änderungen werden in unserer Aufstellung der Energiezahlen noch berücksichtigt und diese Aufstellung dann der neuen Baureifeerklärung zugrundegelegt.

Leutebedarf

Als Bedarf an Arbeitskräften für die neuen Anlage-teile werden folgende Zahlen ermittelt.

Blatt zur Aktennotiz vom 15.42 - 12/2.

Anlage	Gesamt	Leutebedarf / Schicht zusätzlich
AT-Destillation	120	0 kommen aus T 52
Kreislaufdestillation	12	12
Kühlbratankompressoren	3	3
2 x Mischerbau	12	12
2 x Feinstabscheidung	6	6
H ₂ SO ₄ -Konzentration	3	3
Ice-Anlage	4	4
4 Tanklager	9	9
Mischzentrale	1	1
Labor-Anteil	1	1

Schalthebe
Kühlwerk, Enthärtung

47 Betriebsar-
beiter
3 techn. Arb.
2 Meister

Für Reparaturzwecke sind erforderlich

30 Schlosser, 20 Helfer u. 1 Meister

Der Gesamtbedarf beträgt also

141 Betriebsarbeiter
9 technische Arbeiter
30 Schlosser
20 Hilfsarbeiter
200 Leute
+ 7 Meister

Aus der Polymerisation und Hydrierung der T 52 Anlage werden 5 Mann je Schicht frei

Der zusätzliche Bedarf beträgt also

195 Leute und 9 Meister

Für Nebenanlagen werden noch benötigt:

Kälteanlage für Entbensinierung
Treibgas-Stabilanlage
Rückkühlwerk Nord

2
3
3
5 x 3 = 15 Mann

Die Stärke der Belegschaft der T 52 Anlage wird uns von Schelven noch mitgeteilt.
In die Ausrüstungsplanung wird der Gesamtbedarf an Leuten für die AT 244-Anlage eingesetzt und dann die vorhandenen Leute wieder abgesetzt, um keine falschen Vergleichsgrundlagen mit anderen vollkommen neu zu erstellenden AT-Anlagen zu schaffen.

3.5.12. 116/2.

Notizen:

Bei Aufstellung der ersten Baureifeerklärung wurden die
Gesamt MTA-Kosten geschätzt auf RM 13 000 000,-

Nach dem augenblicklichen Stand der Arbeiten ist mit
folgenden Kosten für die neue Baureifeerklärung zu rechnen:

MTA + EIA-Kosten

durch Ude bestellt:	RM 7.245.000,-
durch Scholven bestellt:	RM 5.735.000,-
somit insgesamt bestellt:	RM 10.980.000,-
schätzungswies noch zu bezahl.	2.380.000,-
Voraussichtliche Gesamtkosten (ohne Iso-Anlage)	RM 13.360.000,-
Iso-Anlage (MTA + EIA + Montage)	RM 700.000,-
	RM 14.060.000,-

Montage

nach den Erfahrungen von T 52
geschätzt auf RM 3.500.000,- = 4 Mill. RM

Projektiertung und Verwaltung

für Ude und Scholven geschätzt mit RM 1.500.000,-

Anlagenoberkosten

RM 3.600.000,-

EIA-Kosten ohne Iso-Anlage

RM 7.000.000,-

für " " RM 300.000,-

Voraussichtliche Gesamtkosten

RM 29.660.000,-

Kosten für Hilfsanlagen

RM 800.000,-

Bei der Gegenüberstellung der jetzt ermittelten Kosten mit den Kosten der ersten Baureifeerklärung ist zu berücksichtigen, dass in dieser die Kosten für die später notwendig gewordenen Geländeerweiterung und die nachträglich aus luftschutztechnischen Gründen verlangte Aufteilung der Anlage nicht enthalten sind.

EinsparungenEingespart werden:

6 Rührwerke à RM 110.000,-	RM 660.000,-
1 Kompressor à RM 80.000,-	RM 80.000,-
1 Laugewäsche (Differenzbetrag)	RM 40.000,-
insgesamt	RM 780.000,-

Ausserhalb der Baureife Scholven wird noch die Erweiterung der Destillationsanlage bei Geisenberg eingespart.

Eisenbedarf

Das für Scholven vorgesehene Baueisen reicht aus, Einsparungen sind nicht erreicht worden.

Der Bedarf an Maschinenisen beträgt nach den vorgenannten Änderungen noch... 14 057 t, es besteht ebenfalls gegenüber der alten Baureifeklärung ebenfalls keine Einsparungsmöglichkeiten.

Bei den Sammelaufträgen werden Scholven und Stettin in Zukunft nicht mehr belastet, zum Ausgleich der anfänglich stärkeren Belastung.

Für die Anlieferung des Produktes von Gelsenberg sind bisher 6 Kesselwagen vorhanden. Für die T-Produktion besteht der doppelte Bedarf. Für die Beschaffung der neuen Wagen muss sich Unit noch mit BWA in Verbindung setzen.

Reinhardt

2670
2722a

80000031 T 52

Abteilung für
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr. K.H./Gs.

Leuna-Werke, den 4. Juni 1942
Akt.Nbtiz. Nr. 2125
Exemplar: 9

3042-8
30/4.22

Aktennotiz.

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 80 R. St. G. B.
2. Weitergabe nur beschaffen, bei Deckbedeckung als Empfänger!
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter palldischem Verchluss.

Besprechung im Reichsaussch. für Wirtschaftsausbau, Berlin, am 29.5.1942.

Anwesend:

Herr	Dr. Kranepuhl (Vorsitz)	RWA
"	Dr. Hofedits	"
"	Dir. Dr. Müller-Conradi	Ludwigshafen
"	Dr. Ringer	"
"	Dr. Bähr	"
"	Dr. Waldmann	"
"	Dr. Cox	"
"	Dr. Krekele	"
"	Dr. Krekele II	"
"	Dr. Wengler	"
"	Dr. Cantzler	"
"	Dr. Schellmann	"
"	Dr. Hübener	"
"	Dr. Giehne	"
"	Dir. Dr. v. Staden	Leuna
"	Dir. Dr. Glesen	"
"	Dir. Dr. Herold	"
"	Dr. Dr. Sackmann	"
"	Dr. Keinke	"
"	Dr. Köhler	"
"	Dr. Palzer	"
"	Dr. Langheinrich	"
"	Dr. Köding	"

ix d. d. d. d. d. d. d.
ix d. d. d. d. d. d. d.

Bef.: Vergleich von Alkylat-Verfahren mit katalytischer Dehydrierung
und Herstellung von ET 100 mit Chlorierung nach Vorschlag von
Herrn Dir. Dr. Müller-Conradi.

An
Co
Hy
Ku
KW
Pa
Wa
Fa
Ing

Herr Dr. Kranepuhl eröffnet die Sitzung und stellt fest, dass laut
Beschluss der Besprechung vom 20.5. im Reichsaussch. folgende 3 Punkte
zu behandeln seien:

- 1.) Die Verlegung der Alkylat-Anlage Blechhammer als solche nach
Heydenbeck. (Vorschlag Dr. Langheinrich)
- 2.) Die Herstellung von Alkylat auf Basis von Blechhammer - Butan
mit Gewinnung des Butylen durch Chlorierung von Butan.
(Vorschlag Dr. Ringer)
- 3.) Die Vorteile, die sich daraus ergeben, wenn die Anlage Brück
und Blechhammer zu einer Anlage zusammengefasst werden.

Zu 1.) wird festgestellt, dass Blechhammer das Butan, entgegen der Mitteilung von Herrn Dr. Müller-Cunradi in der Besprechung vom 20.5., nicht abgeben will (siehe hierzu Protokoll v. 20.5.42 Seite 1 - Absatz 3). Eine solche Butan-Abgabe kommt nur dann in Frage, wenn entscheidende Vorteile damit verbunden wären (Eisenersparnis, Erhöhung der Produktausbeute usw.). Herr Dr. Müller-Cunradi erklärt ausserdem, dass die Herren von Oppau sich mit diesem Projekt nicht weiter befasst hätten, da er Dr. Müller-Cunradi - von vornherein dagegen gewesen wäre und er den Vorschlag von Herrn Dr. Langheinrich, die Alkylat-Anlage nach Blechhammer zu stellen, nur als eine von verschiedenen Möglichkeiten diskutiert wissen wollte. Hierzu ist jedoch zu sagen, dass Herr Dr. Langheinrich seinen Vorschlag deshalb gemacht hatte, weil uns 1. von Oppau angegeben, dass Blechhammer keinen Wert auf seine Butan-Verarbeitung legt und dass uns 2. mitgeteilt war, dass in Heydebreck zahlreiche Nebenanlagen vorhanden sein sollen, wodurch erhebliche Eiseneinsparungen zu erwarten gewesen wären. Herr Dr. v. Stöcken stellt diesen Punkt noch einmal richtig.

Zu 2.) (Alkylierung mit Gewinnung des Butylens auf dem Chlorweg) setzt Herr Dr. Binger auseinander, dass wegen des kurzen Terrains eine exakte Prüfung nicht möglich gewesen ist. Eine Fühlungsnahme innerhalb der IG hat ergeben, dass für die Dehydrierstufen folgende Angaben gemacht werden können:

Katalytische Dehydrierung:

<u>Anlagekosten</u>	RM 6,8 Mill. entsprechend 6 000 t Eisen (1 Reserve-Ofen)
	6,3 t Dampf
	1 495 KW Strom
	9 200 cbm Wasser
	1,8 Mill. WE Heizgas
<u>für den Chlorweg</u>	RM 6,4 Mill. entsprechend 6 600 t Eisen
	15,5 t/b Dampf
	1 850 KW Strom
	1 000 cbm Wasser
	1,9 Mill. WE Heizgas

Daraus ergibt sich, dass beide Verfahren offenbar dicht beieinander liegen. Es muss jedoch erst intern eine eingehende Prüfung vorgenommen werden. Es ist vermutlich aber keine Möglichkeit vorhanden, die rechtfertigen könnte, die Butan-Verarbeitungs-Anlage von Blechhammer nach Heydebreck zu verlegen. Herr Dr. Kranzpuhl stellt hierzu weiterhin fest, dass demnach auch kein Ansteppen der AT-Anlage in Frage käme.

Die Diskussion entzweit sich darüber, ob eine Olefin-Wäsche mit Schwefelsture, eine Hydrierung oder eine Chlorierung für die Entfernung des Rohbutans aus dem Olefin vorteilhaft ist. Letztere ist zweifellos die beste, da das Rohbutan wie im Falle der Alkylierung und der katalytischen Dehydrierung direkt in die eigentliche Alkylierung gegeben werden kann. Bei letzterem Verfahren gehen dann die Vorteile gossenteils verloren, die durch die Gewinnung von konzentriertem Butylen auf dem Chlorweg für den Alkylierungszykluslauf vorhanden sind. Grössenordnungsmässig werden beim Fabrik mit hohem Alkylatspiegel (ca. 33 Gew.%) gegenüber der Fahrweise mit niedrigem Alkylatspiegel (ca. 18 Gew.%) etwa 2 Mill. RM eingespart. Dieses Ersparnis wird zum erheblichen Teil wieder vermindert, wenn das Rohbutan direkt in die Alkylierung zur Olefin-Entfernung gegeben wird. In diesem Falle wird gegenüber der Fahrweise mit einem Alkylatspiegel von 18 Gew.% nur ein Rührwerk entsprechend RM 70 000,- in der Destillation werden etwa RM 500 000,- eingespart, d.h. statt einer Einsparung von 2 Mill. RM ist nur eine solche von ca. RM 400 000,- möglich.

Herr Dr. Binger erwähnt noch, dass für den Chlorweg auch noch das Chlorierungsverfahren nach Blar infrage käme; auch dies wird intern zur Zeit geprüft.

Zu 3.) von Leuna werden unächst Angaben über die Gesamtkosten für die Errichtung einer Anlage auf Basis von Blechhammer- und Bräuer-Butan angegeben.

Im Anschluss daran teilen die Oppauer Herren die von ihnen zusammen gestellten Unterlagen für die Herstellung von ET 100 aus der gleichen Butanmenge mit. Es ergibt sich, dass diese Grossanlage ca. 65 000 t Eisen gegen etwa 43 200 t bei der Herstellung von Alkylat aus derselben Butanmenge erfordert.

Die näheren Angaben sind folgende:

BT 100 Heydebreck
 Energie Bedarf
 Dampf Strom Wasser Gas
 MW MW MW MW

Energie Bedarf
 Dampf Strom Wasser Gas
 MW MW MW MW

Werte
 Mio RM

Werte	Energie Bedarf	Dampf	Strom	Wasser	Gas	Werte	Energie Bedarf	Dampf	Strom	Wasser	Gas
Mio RM	MW	MW	MW	MW	MW	Mio RM	MW	MW	MW	MW	MW
1700	1700	1700	1700	1700	1700	1700	1700	1700	1700	1700	1700
11500	11500	11500	11500	11500	11500	11500	11500	11500	11500	11500	11500
4600	4600	4600	4600	4600	4600	4600	4600	4600	4600	4600	4600
4900	4900	4900	4900	4900	4900	4900	4900	4900	4900	4900	4900
800	800	800	800	800	800	800	800	800	800	800	800
4500	4500	4500	4500	4500	4500	4500	4500	4500	4500	4500	4500
2300	2300	2300	2300	2300	2300	2300	2300	2300	2300	2300	2300
2400	2400	2400	2400	2400	2400	2400	2400	2400	2400	2400	2400
600	600	600	600	600	600	600	600	600	600	600	600
4500	4500	4500	4500	4500	4500	4500	4500	4500	4500	4500	4500
1400	1400	1400	1400	1400	1400	1400	1400	1400	1400	1400	1400
500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500
4000	4000	4000	4000	4000	4000	4000	4000	4000	4000	4000	4000
6000	6000	6000	6000	6000	6000	6000	6000	6000	6000	6000	6000
1970	1970	1970	1970	1970	1970	1970	1970	1970	1970	1970	1970
43200	43200	43200	43200	43200	43200	43200	43200	43200	43200	43200	43200

Werte
 Mio RM

BT 100 Heydebreck

Für die Chlorbilanz in Heydebreck werden folgende Zahlen mitgeteilt:

vorhanden:

1 Elektrolyse für	17 000	Jato
davon Verbrauch von Glycerin	8 800	"
bleiben x)	8 600	" Chlor,
Verbrauch für Chloräthyl	3 700	"
bleiben x)	4 500	" Chlor,
dazu aus Bleinatrium-Elektrolyse	1 700	" Chlor
ergeben	6 200	" Chlor,
die verfügbar sind.		
Für die Verarbeitung von Blechhammer- und Brüxer-Butan auf ET 100 sind	3 300	" erforder-
lich, sodass immer noch ein Rest von	2 900	" Chlor
übrig bleibt.		

x) (nach Abzug der HCl-Oxydation)

Zusammenfassend stellt Herr Dr. Kranepuhl fest, dass nach früheren Angaben von Herrn Dr. Müller-Gunradi 102 000 t ET 100 mit 42 000 t Eisen gebaut werden könnten, wobei 50 000 t ET 100 (Anteil aus Brüxer-Butan) mit einem zussätzlichen Eisenaufwand von nur 17 000 t errichtet werden sollten. Dies ist offenbar also nicht möglich. Ferner liegt der eindeutige Protest der Werke Blechhammer und Brüx vor, die sich entschieden gegen eine Abgabe dieses Butans wenden; ausserdem besteht die Behauptung, dass nach Auffassung des Reichsluftfahrtministeriums das Alkylat in seiner Qualität schlechter als das ET 100 sei, nicht zu Recht. Der Vorschlag, eine grosse ET 100-Anlage in Heydebreck zu errichten, kann vom Amt nicht weiter vertreten werden.

- Herr Dir. Dr. Schneider
- Herr Dir. Dr. Bütefisch
- " Dir. Dr. v. Staden
- " Dir. Dr. Giesen
- " Dir. Dr. Herold
- " OI. Dr. Sackmann
- " OI. Ksinke
- " Dr. Köhler
- " DI. Palzar

AWP Me
" Bl

9 00000036

T. 2

Abteilung für
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr. Schick, /30

Leuna Werke, den 9. Juni 1942.
Aktennotiz-Nr.: 2124
Exemplar-Nr.: 10

3042-9
30/4.02

Aktennotiz

Geheim!
1. Dies ist ein Schutzgeheimnis im Sinne des § 83 R. St. G. B.
2. Weitergabe nur beschaffen, bei Postbeförderung als Einschreiben!
3. Aufbewahrung unter Verschlussung des Empfängers unter geschlossenen Verschluss.

Bericht über eine Besprechung am 28.5.1942
in der Länderbank Berlin.

Betr.: Verfahrensvergleich von Alkylat mittels katalytischer Dehydrierung und mittels Dehydrierung mit Chlor.

- Teilnehmer: Herren
- Dr. Ringer (Vorsitz) } Berlin
 - Dr. Schellmann }
 - Dr. Krekeler I }
 - Dr. Cantzler }
 - Dr. Krekeler II } Oppau
 - Ol. Giehne }
 - Dr. Bähr }
 - Dr. Waldmann } Ludwigshafen
 - Dr. Corr }
 - Dr. Köhler }
 - Ol. Falzer } Ufa e-Büro He
 - Dir. Dr. Glaser }
 - Dir. Dr. Herold }
 - Ol. Kainke }
 - Ol. Dr. Sackmann } Leuna
 - Dr. Fischer }
 - Dr. Langheinrich }
 - Dr. Käding } ANP
 - Dr. Schmidt }

1x Dr. Kaufmann
1x Dr. Koff

An
Co
Hy
Ku
KW
Ph
Wa
Pat
Ing

Dr. Ringer eröffnet die Sitzung mit der Bekanntgabe der Verhandlungsthema:

- 1) Stellungnahme zu dem Vorschlage von Oppau betr. RT 100-Herstellung aus Butylen, das auf dem Wege der Chlorierung von Butan und durch HCl-Abspaltung des getrierten Chlorbutans zu gewinnen ist.
- 2) Zusammenlegung der Verarbeitung des in Brüx und Bleichhammer anfallenden Butans in Heydebreck.

Dr. Ringer gibt dazu bekannt, dass die dem 2. Punkt der Tagesordnung zu Grunde liegende Annahme von Oppau, nämlich dass Dir. Josenhans keinen Wert auf das in Blechhammer anfallende Butan legt, nicht zutreffend ist. Dir. Josenhans hat in einer mündlichen Aussprache ausdrücklich zu erkennen gegeben, dass Blechhammer von sich aus nicht gewillt ist, das Butan der I.G. zu überlassen. Dr. Krekeler I. erklärt hierzu, dass trotzdem von seiten der I.G. dieser Fall durchgerechnet werden sollte, da die Zusammenlegung der Produktion von Blechhammer und Brück nach Heydebreck auf jeden Fall lohnend sei.

Auf Wunsch der Herren von Oppau gibt Lemme Zahlen über die Alkylierung des durch katalytische Dehydrierung gewonnenen Butylens (gemäss Schema B-3K 12). Auf Befragen über die physikalischen Konstanten von AT 244 zeigt Dr. Langheinrich Siedekurven und nennt Siedepunkte 97 ° bei 120°, Klopffzahl = 93.

Von den Herren OI. Sienne und Dr. Krekeler II wurden über die Chlordehydrierung folgende Angaben gemacht:

Butan wurde in der folgenden Zusammensetzung angenommen:

29 500	jato n-Butan	} 95,16 % KW im Verhältnis $\frac{n}{i} = \frac{52}{35}$
13 700	" i-Butan	
1 500	" n-Butylen	} 4,84 % Olefine
600	" i-Butylen	
47 500	" Butan.	

100 kg n-Butan ergeben nach den Ausführungen von Dr. Krekeler II 154,6 kg Chlorbutan (96,9 % der Theorie). Diese wiederum geben durch HCl-Abspaltung 92 kg n-Butylen (98,5 % der Theorie bezogen auf Chlorbutan bzw. 95,2 % bezogen auf eingesetztes Butan). Da die HCl-Abspaltung lt. Angaben mit 65 % Umsatz erfolgt, verringern sich die angegebenen Verluste auf 2/3 pro Umlauf, so dass die Butylengewinnung aus Chlorbutan mit nur 1,2 % Verlust der theoretischen Ausbeute vor sich geht. Lemme äusserte stärkste Bedenken über die Angabe dieser überraschend hohen Ausbeute. Dr. Krekeler II erklärte daraufhin, dass man in Oppau seit 4 Jahren an diesem Problem gearbeitet habe und dass es Vorbedingung für seine Durchführbarkeit sei, praktisch verlustfrei zu arbeiten, um Belastung und Korrosion durch HCl zu vermeiden. Neuartig ist die Ausführung der HCl-Abspaltung, die im Gegensatz zu früher (Dr. Bähr) unter Druck bei 15 atü durchgeführt wird, wobei für n-Butylchlorid Temperaturen zwischen 400 und 500° nötig sind. Auf Befragen über das bisher verwendete Material für die Chlorierung gibt Dr. Krekeler II an, dass ein Versuchsofen aus Eisen seit 4 Jahren ohne Anstande fährt. Man glaubt auch, für eine Grossanlage die HCl-Abspaltung aus Eisen bauen zu können, doch seien die Versuche hierüber noch nicht abgeschlossen. Oppau hat gelegentlich auch Sphéronal verwendet. OI. Keinke weist auf die Erfahrungen der Materialprüfung von Me hin, demzufolge Eisen für HCl bei Temperaturen oberhalb 300° nicht anwendbar ist. Für die Chlorierung und Dechlorierung nach dem Bähr'schen Chlorhydrat-Verfahren könne zwar Eisen voraussichtlich verwendet werden, jedoch nur, weil hierbei durch das als Nebenprodukt anfallende Butadien eine Schutzschicht gebildet wird, während bei der Chlorierung nach Müller-Gunradi keine Butadienbildung erfolgen soll.

01. Giehne gibt Zahlen eines von Oppau berechneten AT-Fliebschemas bekannt. Die hierbei gewählten Einsatzmengen an Butylen und i-Butan werden allerdings nicht dem in der Alkylierung erforderlichen Verhältnis (1 : 1,2) gerecht. Für den von Oppau angenommenen Einsatz werden von Lemna nachstehende Zahlen angegeben, wobei angenommen ist, dass das Rohbutan in die Alkylierung direkt eingesetzt wird. Hierbei fällt ein olefinfreies Butanemisch für die anschließende Chlorierung und Isomerisierung an.

Zu dehydrieren	20 000 gato n-Butan;
sie ergeben nach der von Oppau angegebenen Ausbeute von 92 %	18 400 gato Butylen,
zusätzlich der (bereits) vorhandenen	2 300 gato Butylen.
Dies sind insgesamt	20 700 gato Butylen.
Die 1,2-fache Menge davon =	24 840 gato Isobutan
ergeben sich durch Isomerisierung der verbleibenden	9 500 gato n-Butan,
die bei einer Ausbeute von 95 %	9 025 gato i-Butan
bilden.	
Mit den bereits vorhandenen	15 700 gato i-Butan
sind dies mithin	24 725 gato i-Butan.
Es werden also in die Alkylierung eingesetzt	45 425 gato i-Butan
Butylen, welche bei einer Ausbeute von 97%	44 100 gato Rohalkylat
ergeben, das nach Redestillation mit 2 % Verlust	43 150 gato AT 944.
entsprechend einer Ausbeute von 90,8 %, bezogen auf ein molates Butan, ergibt.	

01. Giehne gibt für Chlorierung und HCl-Abspaltung sowie Salzsäureoxydation für einen Durchsatz von 20 000 gato-Butan folgende Zahlen an.

20 000 gato Butan-Durchsatz	Anlagekosten in Mio. \$	Einsatzbedarf in t	Wasser	Energiekosten		Werkstoffe
				Mio. kWh	Mio. kcal	
Chlorierung	1,5	1 600	8,5	700	500	-
HCl-Abspaltung	2,2	2 500	5,0	300	1,2 Mio	-
Redestillation	2,7	2 500	2,0	900	200	-
Butylen-Oxidation durch Chlorierung	6,4	6 600	15,5	1 500	1 000	1,2 Mio
dem stehen entgegen die Zahlen für Butylen-Oxidation durch Katalyt-Dehydrierung	6,8	6 000	6,3	1 400	920	1,2 Mio.

Dr. ... tritt trotz ... in die Diskussion ...

Dr. ... entstehendes ... mit Vorheiz ...

Dr. ... abschließend ... dass für beide Verfahren ...

Dr. ... noch dazu ... dass der von Leuna ...

Anmerkungen zu Seite 3:

- 1) Die Energie-Angaben ...
2) Durch die HCl-Abgabe ...

7-80000040

Beweis für die vorläufigen Angaben, die vom seitherigen Leuna ge-
 schäftsbereich Dr. Eicken auf die vor kurzem in einem 10-Tage-
 Versuch als Zwischenbilanz erhaltene Dehydrierstufe von 82 % hin,
 die sich bei Benutzung des alten Kontaktes ergaben haben, der nur
 20 % Ausbeute ergeben sollte. Die Scholwaner-Anlage liefert zur
 Zeit bereits 78 % Ausbeute bei der Dehydrierung. Bei den gesamten
 Anlagen ist ein technischer Betriebsverlust von 3 % in Dehydrierungs-
 stufe eingeschlossen. Wenn Oppas dagegen nur 1 % Verlust hat, dann
 kann die gleiche Zahl auch für Leuna angenommen werden. Dadurch würde
 die Ausbeute von Leuna erwartetermaßen noch weiter erhöhen.

Dr. Arekster schlägt vor, dass auf jeden Fall eine Versuchsanlage
 für die Butylen-Herstellung durch Chlorierung erstellt werden soll,
 damit dieses Verfahren in grösseren Kapazitäten studiert werden kann.
 Der bisherige Nachlass dieses Möglichkeiten nicht aus dem Bereich Leubi,
 was kein Beweis dafür vorhanden sei, diese Versuche in Heydabreck
 durchzuführen. Es sei vielmehr zu empfehlen, dass dazu benötigte
 Anlagen in Blechhammer zu beschaffen, wo die Versuchsanlage erstellt wer-
 den soll.

Dr. Arekster I schneidet noch die Frage der Herstellung von ET 100 an.
 Dr. Harold weist auf Prüfberichte von Dvz, Op und We hin, denen zufolge
 die Mischung ET 100 mit AT 200 in der Praxis verwendeten Mischungen von
 30 % AT 200 und 70 % Grundchemie mit 20 % Leuchtgas keine Unterschiede fest-
 stellbar sind. Dr. Langheim gibt eine am 1.7.5. geäußerte Bemerkung
 des Reichsluftfahrtministeriums bekannt, wo-
 nach AT und ET gleichwertig seien und AT in Mischung Verbesserungen
 gegenüber ET.

Dr. Singer führt hierzu aus, dass bei ET und AT die Dehydrierstufe
 gleich ist, mit der Unterschied der doppelte Menge beim ET zu
 gleichen Kosten zu beschaffen ist. Da weiterhin bei der Herstel-
 lung von ET die Anlagenkapazitäten mehr zu durchschreiten sind als bei
 AT, liegt es auf der Hand, dass ET im Falle billiger ein-
 zeiler als AT der Verwendung von Öl. Gerade, dass bei dem ET evtl.
 die Verwendung des Rohmaterials in der Fall kommen könnte, gibt für ET
 einen gewissen Vorteil vor dem AT, da auch dem noch der Eisenbe-
 darf wesentlich niedriger liegt wird. Ausserdem müsste bei einer
 Herstellung aus Alkylierung in Blechhammer, die Dr. Seckmann ausführt,
 die AT-Verfahren der Teilnehmern veranschlagter Eisenmengen (11 000 t)
 gegenüber dem nicht sehr verwendbar ist. Dies wären schätzungsweise
 11 000 t Eisen, die in der ET-Anlage und in den Energiebetrieben

Dr. Arekster I weist auf die Diskrepanz im Eisenbedarf zwi-
 schen der neuen Technologie Blechhammer und der von Leuna letzthin
 benutzten Anlagen hin. Dr. Seckmann erklärt diesen scheinbaren Wider-
 spruch, da die Anlage Blechhammer vor dem Zeitpunkt der Bestellung
 im Jahre 1940 auf 60 000 t als berücksichtigt worden. Sofern das Reichs-
 amt eine Entscheidung trifft, dass Blechhammer nur für 40 000 t
 Eisen werden soll, sind ausser dem schon zum Bau verwendeten 11 000 t
 Eisen noch mindestens 29 000 t Eisen nötig, so lässt sich mit etwa
 40 000 t Eisen über 30 000 t Eisen auskommen wird. Nachdem
 die Anlage den Eisenbedarf für die ET-Herstellung mit 31 000 t Eisen
 angegeben hat, ist es - wie Dr. Seckmann angibt - nicht vorstellbar, dass das Reichsamt einer

Umstellung der Blechhammer-Anlage auf BT zustimmen wird, selbst wenn dafür nur 25 000 t Eisen benötigt würden. Dr. Kreckler I versucht noch mit der Argumentation, dass das Butan der I.G. erhalten werden soll und deshalb dem Amt vorzuschlagen wäre, in Heydebreck zu bauen, die Vorentscheidung für "das neue Treibstoffverfahren - Müller-Cannadi" zu gewinnen. Dr. Ringer macht ausdrücklich darauf aufmerksam, dass von seinem neuen Verfahren keine Rede sein könne und dass lediglich eine einzige Verfahrensstufe die Gewinnung von Butylen andersartig als bisher sei. Zudem wäre diese Herstellungsweise des Butylens lediglich den Heydebrecker Verhältnissen angepasst, da dort sowohl Chlor als auch Sauerstoff (für die Oxydation der Sulfolane) vorhanden sind. Im Augenblick besteht keinerlei Veranlassung, dem Amt eine Umstellung der schon in Bau befindlichen Anlage zu empfehlen. Für die I.G. sei der Weg der Butylen-Herstellung über das Chlorbutan interessant und deshalb sollte dieser Weg auch weiterhin bearbeitet werden, wobei an eine grössere Versuchsanlage, im Rahmen der Blechhammer-Anlage, gedacht werden könnte, worüber das Reichsamt zu entscheiden hätte. Dr. Kreckler I glaubt, dass eine Anlage mit weniger als 10 000 t Butan einsetz hierfür nicht in Frage kommt.

- Herr Dr. Ringer, IG Berlin
- " Dr. Schellmann, "
- " Dr. Kühler, Uds-Büro Ia
- " Dr. ...
- " Dir. Dr. Gieseler, IG
- " Dr. ...
- " Ch. ...
- " Dr. ...

3042-10

Leuna Werke, den 9. Juni 1942

1050000042

30/4.02

Besprechung in Ludwigshafen am 15.-16.3.1942Stand der n-Butan-Dehydrierung in Leuna

Zwei Kontakte wurden entwickelt. Kontakt 5530 auf Basis unpeptisierte Aluminattonerde und Kontakt 3675; Basis peptisierte Aluminattonerde. Beides Knetkontakte mit 10% Cr_2O_3 und 2% K_2O . 5530 ist schon jetzt großtechnisch herstellbar. Für die großtechnische Herstellung von 3675 sind die Arbeiten im Gange.

Ergebnisse im Labor-Versuchssofen

Durchmesser 14 mm, Kontaktvolumen 25 ccm. Laufzeit 400 Dehydrierstunden, Belastung 1 : 1000.

	Umsatz	Ausbeute	C-Abscheidung bez. auf eingeführtes n-Butan
Kontakt 5530	30 %	88 - 90 %	1 %
" 3675	33 %	92 - 94 %	1 %

Bei Kontakt 5530 muß die Temperatur schon nach 30 - 60 Dehydrierstunden auf über 560° genommen werden, während bei Kontakt 3675 erst nach 300 Stunden auf über 560° gesteigert zu werden braucht, welcher Umstand sich auf die Ausbeute sehr günstig auswirkt.

Im halbtechnischen Versuchssofen

(60 mm Rohr, gasbeheizt) wurden mit Kontakt 3675 bei Belastung 650-700, 25 - 27 % Umsatz bei 81 - 82 % Ausbeute erreicht. Der Abrieb war sehr gering und betrug nur 0,2 - 0,25 % pro Schleusung.

Im technischen Betrieb wird für Kontakt 5530 mit 25 % Umsatz und 80 % Ausbeute bei Belastung 650 gerechnet, für 3675 mit 25 % Umsatz und 85 - 88 % Ausbeute bei Belastung 800.

Zusammensetzung des Dehydrier-Butylens:

Es sollte festgestellt werden, aus wieviel α - und β -Butylen das Dehydriergas besteht. Aus dem Dehydriergas wurde nach Abtreiben der niedersiedenden Anteile das Butylen mit AgNO_3 -Lösung ausgewaschen. Die Siedeanalyse des nunmehr reinen Butylens in einer Tieftemperaturkolonne nach Koch und Hilberath ergab 43 % α - und 57 % β -Butylen, welche Werte mit den aus den theoretischen Gleichgewichten errechneten ungefähr übereinstimmen.

Stand der Alkylierung

Die Reaktionsbedingungen und deren Einflüsse auf Ausbeute, Qualität der Alkylate, sowie auf den Säureverbrauch wurden nochmals an Hand von Tabellen und Kurven im Lichtbild gezeigt und besprochen. Unter technischen Bedingungen werden Ausbeuten von 220 %, bez. auf $\text{n-C}_4\text{H}_{10}$ erreicht bei einem H_2SO_4 -Verbrauch von 6 - 10 %. Die Oktanzahl des technischen Produktes beträgt 94 - 95 nach der C.F.P.-Motormethode gemessen. Anschließend wurde die technische Ausgestaltung der Produktionsanlage besprochen. Eine nochmals durchgeführte Rechnung ergab, daß eine teilweise Aufkonzentrierung des Butylens in der Ag-Wäsche bei gleichzeitiger Destillationsverkleinerung keine Erhöhung der Isobutankonzentration bringt. Zum Schluß wurde die Notwendigkeit weiterer motorischer Qualitätsprüfungen (Siedeende) besonders betont.

Stand der Isomerisierung

Die chemischen und technischen Unterlagen zum Bau der Isomerisieranlagen wurden vorgetragen. Die Isomerisierung arbeitet mit einem Umsatz von 30 % bei einer Ausbeute von 95 - 98 %. Der Kontaktverbrauch beträgt 0,5 - 0,7 % bez. auf hergestelltes Isobutan, falls das Eingangsbutan frei von Olefinen und höheren Kohlenwasserstoffen ist. Der H₂O-Gehalt soll nicht über 0,02 Gew% betragen. Der HCl-Gehalt im Ofeneinspritzprodukt beträgt 10 - 15 %. Der Isomerisierofen, ein Schachtofen, wird bei 100° und 16 atm und einer Belastung von 3 Vol (flüssig) bez. auf die eingefüllte Kontaktmenge betrieben. Bei einer Kontakthöhe von 1 000 beträgt die Füllkörperhöhe 2 000 mm. Als Kontakt wird eisenhaltiges AlCl₃ eingesetzt. Letzteres ist gegenüber eisenfreiem wesentlich aktiver. Bisher wurde in einem Ofen von 250 Ø gearbeitet. Versetzungen durch AlCl₃ konnten durch einen über dem Kontakt gelegenen freien Ofenraum vollständig vermieden werden. Anfängliche Schwierigkeiten in der Förderung des HCl-Butangemisches und der HCl-Destillation wurden behoben. Der Wärmehaushalt soll nochmals in einem Ofen von 500 Ø geprüft werden. Dieser Versuch ist inzwischen durchgeführt worden. Zwischen Ofeneingang und der Höchsttemperaturzone (in der untersten Kontaktschicht, oberhalb der Füllkörper) wurde ein Temperaturunterschied von 5 - 10° gemessen. Die Ofenmitte liegt 1 - 2° höher als die Kontakttemperatur an der Ofenwand. Es können danach Schachtofen beliebigen Durchmessers für die Isoanlagen verwendet werden!

Stand der Butylenkonzentrierung (Ag-Wäsche)

Es wurden Isothermen, Isobaren und Gleichgewichtskurven der Butylenaufnahme- und -abgabe gezeigt. Das Henry'sche Gesetz wird weitgehend befolgt. Eingehende Versuche in statischen und dynamischen Systemen, in denen mit gasförmigen und flüssigen Butan-Butylengemischen gearbeitet wurde, ergaben als günstigste Arbeitsweise die der reinen Flüssigphase. Eine 50 %ige AgNO₃-Lösung wird bei 0° möglichst intensiv mit den Kohlenwasserstoffen in einem Rührbehälter vermischt. Bei einer Verweilzeit von 5 sec. im Rührbehälter konnte ein Wirkungsgrad von nahezu 100 % erreicht werden. Zur technischen Durchführung wurde deshalb die Kaskadenanordnung gewählt. Eine halbtechnische Anlage mit 10 Kaskaden (5 in der Butylenaufnahme und 5 in der Butylenabgabe) wurde gebaut und wird in Kürze angefahren.

Entwicklung des T52-Verfahrens in Leuna

- Ende 1934 Erste Versuchsarbeiten zur Dehydrierung von Isobutan mit dem Ziel Isooktanherstellung über Polymerisierung des entstandenen Isobutylens
Kontakte: Schwefelmetallsulfid und A-Kohle
- Ende 1935 Cr₂O₃-Kontakte, Zusätze von BaCl₂
- Mitte 1936 10-l-Ofen-Versuche
Beschließung des Baues einer technischen Versuchsanlage in No. 52 als letzte Vorstudie für eine Isooktauproduktionsanlage in Leuna
- Mitte 1937 Inbetriebnahme der Anlage in No 52 A-Kohle als Kontakt, da oxydischer Kontakt großtechnisch noch nicht herstellbar und durch Bariumchloridzusatz außerdem Materialschwierigkeiten eintrat
- Anfang 1938 Einbau einer Schlenuvorrichtung an großen Dehydrierofen (No 52) und Arbeiten mit wanderndem Kontakt (A-Kohle). (Anregung von Dr. Conrad Oppari)
Beschaffung der ersten Unterlagen für die Konstruktion der geplanten Großanlage
- Anfang 1939 Mechanische Festigkeit des Kontaktes, insbesondere Verformung zu Klüften (Gilial-Tonerde mit Cr₂O₃) Dadurch Sicherstellung des Schlenu-Verfahrens.
- 4.2.1939 Auftrag von Gebrüchern zur Errichtung der T52-Anlage
- Mitte 1939 Dehydrier-Fahrweise im Schlenuofen umgestellt auf Kurzperioden (A. S. Sid.) und hohe Belastung
- Anfang 1940 T52-Anlage in Leuna angefahren
Die Entwicklung der Isobutan-Dehydrierung wurde in ständigen Gedanken- und Erfahrungsaustausch mit unseren Vertragspartnern in Amerika durch Vermittlung Dr. Ringers durchgeführt. Auf Grund der Anregungen von dieser Seite erfolgte der Übergang von langen Fahrzeiten zu Kurz-, wodurch günstigere Ausnutzung der Kontakt-Aktivität bei hoher Belastung und höherem Umsatz erzielt wurden.
- Isomerisierung von Normalbutan
Beginn der Versuchsarbeiten zur Isomerisierung von n-Butan zu Isobutan mit dem speziellen Ziel, als Isobutanbasis zur Herstellung von Isooktan über Dehydrierung und Polymerisation zu vergrößern.
- Mitte 1939 Perfektion der Isomerisierungsarbeiten im Hinblick auf die inzwischen in Entwicklung befindliche Aktivierung (V52- oder AlCl₃-Kontakte)
Fortführung der Arbeiten siehe unter 22. 23.
- Polymerisierungsarbeiten
Mit Beschlußfassung der Errichtung einer technischen Versuchsanlage für das T52-Verfahren in No 52 intensive Bearbeitung der Polymeri-
sation des Isobutylens,
2-Stufen-Schwefelsäureverfahren

100000045

1938

1-Stufen-Schwefelsäureverfahren.

Diese Versuchsarbeiten basierten weitgehend auf den uns laufend übermittelten reichen amerikanischen Erfahrungen.

April 1939

Herstellung eines eigenen Phosphorsäure-Asbest-Kontaktes zur Festkontaktpolymerisation (200 Atm.).

1936 - 1939

Ausprüfung aller drei Polymerisierverfahren in technischen Aggregaten in Me 52 und vollständige Ausprüfung aller Verfahrensstufen des T52-Prozesses.

Entwicklung des At 244-Verfahrens in Leuna

1936

Erste Veröffentlichungen in der ausländischen Literatur über "Alkylierung."

1937

Patentveröffentlichungen über Alkylierung (Shell, Anglo Iranian, Standard Oil).

Mitte 1938

Dr. Ringer weist auf die amerikanischen Arbeiten hin und regt Interessenahme seitens Leuna für diese Arbeiten an.

Sept./Okt. 1938

Beginn der Versuchsarbeiten über Alkylierung von Isobutan mit Isobutylene in der Hydrierung und im Versuchslaboratorium.

November 1938

Erste eigene Anmeldungen über Alkylierung.

Frühjahr 1939

Im Hinblick auf die Möglichkeit der Einsparung der halben Dehydrier- sowie der gesamten Hydrier-Kapazität des T52-Weges Intensivierung der Alkylierarbeiten. Kleintechnische Anlagen.

August 1939

Alkylierung des Isobutans mit Normalbutylene statt Isobutylene. Dadurch etwa Verdopplung der Isooktan-Produktionsmöglichkeiten aus den vorhandenen Butanen, ohne nennenswerte Einschaltung einer Normalbutanisomerisierung (s.u.).

1939-41

Umstellung der Dehydrier-Versuchsarbeiten auf Normalbutandehydrierung aus obigem Grunde. Entwicklung eines spezifischen Normalbutan-Dehydrierkontaktes.

Herbst 1939

Versuchsergebnisse, sowie Nachrichten aus Amerika ermutigen zur Planung von Alkylierproduktionsanlagen unter Umstellung des T52-Verfahrens auf das Alkylierverfahren.

Dezember 1939

Aufahren einer halbertechnischen Anlage in Me 244 ("T 244") nach eigener, von der amerikanischen abweichender Arbeitsweise.

Februar 1940

Erste Alkylat-Proben-Untersuchung durch die DVL.

Ende 1940

Endgültige Beschlußfassung der At 244-Projekte.

März 1941

Durchführung eines Alkylier-Großversuches (7 tato) zur Sicherstellung der letzten konstruktiven Unterlagen.

Isomerisierarbeiten

1939-1941

Zur Einstellung des notwendigen Normalbutan-Isobutan-Verhältnisses (1 : 1) zwecks Möglichkeit vollständiger Verarbeitung aller

vorhandenen Bitane, wurden, wie schon erwähnt, die Arbeiten zur Iso-
merisierung des meist überschüssigen ~~Normal~~butans zu Isobutan gleich-
zeitig mit der Durchführung der Alkylierarbeiten verstärkt und auch
im großtechnischen Versuchsmaßstab durchgeführt.

Die Hochdruckisomerisierung (450 als Kontakt) wurde mit Rücksicht
auf Bitanbedarf, Kontaktmaterial und Arbeitsaufwände beendet und der
Niederdruckkontakt mit Aluminiumchlorid als Kontakt weiterentwickelt.
Gegenüber der aus japanischen bekannt gewordenen amerikanischen Isome-
risierungsmethode (Shell) entwickelten war eine eigene Arbeitsweise hin-
sichtlich der Art des Aluminiumchlorid-Kontaktes und der technischen
Durchführung.

Dr. G. Müller
Dr. H. Zorn
Dr. H. v. Harbou
Dr. H. G. Müller
Dr. H. G. Müller
Dr. H. G. Müller
Dr. H. G. Müller
A. W. 2 x
Dr. H. G. Müller

3042-12

1250000047-752

Abteilung für
Wirtschaftlichkeitsprüfung
Dr. Schm./Bu.

Leuna Werke, den 23. Juni 1942.

A.N. -Nr.: 2150

Expl.-Nr.: 9

*Werte im Bericht über die
Genauigkeit der Messungen
an der Anlage
von Herrn
Dr. F. F. F. F. F.
Dr. F. F. F. F. F.
Dr. F. F. F. F. F.*

Interne Aktennotiz.

Bericht über eine Besprechung vom 2. bis 10.6.1942 in Leuna.

Anwesend:

OI. Giehne
Dr. Hegelmann
DI. Schröder

Op

OI. Keinke
Dr. Sackmann
Dr. Orlicek
Ing. Weith
DI. Reichert (Unbe)
Dr. Käding
Dr. Schmidt

Leuna

Betr.: Vergleich der Alkylat-Herstellung durch katalytische
Dehydrierung und Dehydrierung mittels Chlor.

OI. Giehne gibt einen rohen Überblick über die Herstellung von Butylen durch Chlorierung von Butan und Abspaltung von HCl aus dem gebildeten Butylchlorid und über die hierzu benötigten Anlagekosten gemäss Schema Kd 1603 vom 5.6.42. Als besonders bemerkenswert stellt sich die Angabe von OI. Giehne heraus, dass die in Op in Betrieb befindliche 10 tato-Apparatur bisher nur zur Chlorierung von Butylen unter Bildung von Butadien gedient hat. In dieser Anlage ist also weder Butan chloriert noch Chlorbutan gespalten worden.

Chlorierung.

Wichtig ist die Bauweise von Op, die für die Einzeloperationen fast keinen Zwischenbehälter vorsieht, so dass beispielsweise aus einer Destillationskolonne in die andere gefahren wird. Da nur die billigen Zwischenbehälter vorgesehen sind, scheint die Einstellung von Op nicht prinzipieller Art zu sein, sondern dürfte lediglich von der Kostenfrage abhängen.

Die Butantrennung erfolgt in einer Kolonne von 1 200 ϕ , bei einem Druck von etwa 5 atü, der durch die Temperatur des Kühlwassers festgelegt ist und je nach Jahreszeit schwankt. Die HCl-Abscheidung wird in einer Kolonne, oben 800 ϕ , unten 1 400 ϕ , mit Zwischenkondensation vorgenommen.

Bei der Chlorierung ist Russabscheidung an den Fenstern nur dann zu befürchten, wenn grössere Mengen Öl aus den Stopfbüchsen der

Butan in das Butan gelangen. In diesem Falle ist sogar ein Zuzucken der Pumpen beobachtet worden. Die Destillation des Butylchlorides erfolgt drucklos in einer Kolonne von 1800 ϕ .

Für die Berechnung der Heizflächen gibt OI. Giehne an, dass 350 Cal/kg reagierendes Chlor frei werden. Dies entspricht etwa 268 Cal/kg Butylchlorid.

HCl-Abspaltung.

Die Butylenherstellung erfolgt durch Dechlorierung von Chlorbutan bei 450° unter einem Druck von 16 atü ohne Kontakt in Gasphase in einem Ofen mit 180 m² Heizfläche, für deren Berechnung zugrunde gelegt ist, dass für die Abspaltung von HCl 130 Cal/kg Butylchlorid benötigt werden. Dabei ist die spezifische Wärme mit 0,44 Cal/kg für flüssiges und mit 0,22 Cal/kg für gasförmiges Butylchlorid angenommen worden. Der letztere Wert von 0,22 Cal/kg Butylchlorid gasförmig ist nach Ansicht von OI. Keinke zu niedrig. Für die Dechlorierung soll eine Verweilzeit von 1 bis 5 Sekunden nötig sein, doch beruht diese noch sehr ungenaue Angabe nur auf Versuchen in Laboratoriumsmaßstab. Eine Angabe für die Verweilzeit bei der Spaltung von Chlorbutan konnte OI. Giehne nicht geben (die Aufenthaltszeit muss den Temperaturen angeglichen werden). Zur Einhaltung einer Abspaltungstemperatur von 450° soll die Heizgastemperatur bei 600° liegen. (Für die HCl-Abspaltung aus Dichlorbutan hat sich bei der Herstellung von Butadien in 10 t-Ofen hierzu eine Gastemperatur von 700° ergeben, wobei die Messung am Ofenausgang an der nicht mehr geheizten Leitung vorgenommen wurde). - Die von OI. Giehne angegebenen Zahlen über die Größe der Heizfläche sind nach Ansicht von OI. Keinke zu hoch, da bei diesen Temperaturen was von OI. Giehne nicht berücksichtigt worden ist - bereits Wärmestrahlung einsetzt, die den K-Wert von 30 auf 50 heraufsetzt. Die Temperaturregelung für die einzelnen Spaltaggregate (aufgehängte Haarnadeln mit oberer Verschraubung) soll durch Klappen in Bewegung geregelt werden. Der Gasbedarf wird von OI. Giehne mit 0,8 Mio. WE/h angegeben. Über die Ausführung der Rohre besteht bei den Oppauer Herren noch keine Klarheit, da der Ofen "noch nicht durchkonstruiert" sei. Es wird die Möglichkeit offen gelassen, die Haarnadeln mit Heizrippen zu bauen. Als Material ist Stahl 7 von der Materialprüfung OI. vorgeschlagen worden.

Die Dimensionen der Kolonnen sind die folgenden:

HCl-Kolonne	über 800 ϕ , unter 1000 ϕ
Butylchloridkolonne	1400 ϕ
Butylenkolonne	1000 ϕ

Das Gas wird so geföhrt, dass ein 65%iger Umsatz erfolgt. Größerer Umsatz (90%) ist möglich, doch treten dann bei HCl-Abspaltung Nebenreaktionen in größerem Masse auf, die im einzelnen nicht bekannt sind. Es wird Reaktion von Butylen mit Chlorbutan und Cracking angenommen.

Einiges Patentanmeldung OI. 13 531 vom 15.4.42 ist für Butylchlorid eine Abspaltungstemperatur von 500-570° angegeben.

HCl-Oxydation.

Die Regeneration der entstehenden HCl erfolgt durch Oxydation zu Chlor und Wasser. OI.Giehne erklärte, dass dieses Verfahren von Lu als Geheimpatent angemeldet sei und dass er deshalb keine näheren Angaben machen könnte.

Butylen-Wäsche.

Die der Dechlorierung nachgeschaltete Wäsche wird an flüssigem Butylen vorgenommen, wobei eine Verweilzeit von 1/2 bis 1 h vorgesehen ist. Für den Natronlaugebedarf wird zugrunde gelegt, dass das ausgehende Butylen 0,1 bis 0,2 % HCl enthält.

Anlagekosten, Eisenbedarf und Energien.

Nach Angaben von OI.Giehne rechnet Op für die Gewinnung von 18 400 jato Butylen aus 20 000 jato Butan mit folgenden Zahlen:

Anlagekosten

Anteilige Kälteanlage	RM	240 000,-
Apparate-Konto	"	510 000,-
Rohrleitungen	"	150 000,-
Rohrbrücken	"	20 000,-
Messinstrumente	"	45 000,-
allgem.Rohrleitungen)	"	50 000,-
elektr.Leitungen	"	40 000,-
Verschiedenes	"	35 000,-
Unvorhergesehenes	"	150 000,-
Gebäudeanteil	"	160 000,-
(dazu RM 100 000,-, die in den obengenannten Zahlen mit enthalten sind)		
<u>Chlorierungsanlage</u>	RM	<u>1 400 000,-</u>

Anteilige Kälteanlage	RM	240 000,-
Rohrleitungen)	"	230 000,-
Rohrbrücken)		
allgem.Rohrleitungen	"	65 000,-
Messinstrumente	"	100 000,-
Verschiedenes	"	100 000,-
Unvorhergesehenes	"	212 000,-
Gebäude	"	220 000,-
Apparate-Konto	"	833 000,-

Dechlorierungsanlage RM 2 000 000,-

HCl-Oxydation

ohne Angabe

Butylengewinnung

RM 3 400 000,-

ohne HCl-Oxydation

Eisenbedarf:

Chlorierungsanlage 1 500 t Eisen

Dechlorierungsanlage 1 900 t Eisen.

Energieverbrauch

	Dampf t/h	Strom KW	Wasser m ³ /h	Heizgas WE/h
Chlorierung	6,2	260	475	-
HCl-Abspaltung	2,6	320	155	1,6 Mio.
HCl-Oxydation	2,0	?	?	?
Insgesamt:	10,8	580	630	1,6 Mio.

Der Personalbedarf beträgt, "reichlich geschätzt (?)", 10 Mann/Schicht und 4 Mann Tagschicht. OI.Giehne glaubt jedoch, mit 6 Mann/Schicht auszukommen (Kälteanlage: 2, Chlorierung: 2, Spaltfen: 2, Destillation: 4 Mann/Schicht). Hierbei ist der Personalbedarf für die HCl-Oxydation nicht enthalten.

Die Beteiligten sind sich darüber klar, dass die Alkylierung bei der Butylen-Erzeugung durch Dechlorierung kleiner wird als bei der katalytischen Dehydrierung ohne Silberwäsche. Röh geschätzt ist die Einsparung etwa folgende:

Alkylierung	ca. 30% weniger
Isomerisierungs-Anlage	bleibt
Laugewäsche u. Feinabscheidung	Durchsatz wird um 30% geringer
Vordestillation	15-20% kleiner
Butan-Destillation	etwa 30% kleiner
Propan-Destillation	} bleibt in beiden Verfahren gleich.
Re- " "	
Isomerisierung	

Auf Grund dieser speziellen Angaben wird die Chlorierung und HCl-Abspaltung von Leuna (von Ing. Weith) neu gerechnet.

Auf Befragen teilen die Oppauer Herren noch mit, dass für die Chlorierung und Dechlorierung Herr Dr. Soenksen zuständig ist. Dr. Sackmann fragt an, ob Op im Juli 10 bis 15 t n-Butylen liefern kann, wofür Leuna n-Butan zur Verfügung stellen könnte. OI.Giehne schlägt vor, sich an Herrn Dr. Cantzler zu wenden.

Von OI. Keinke werden Angaben über die in Leuna betriebene Butylen-Herstellung durch katalytische Dehydrierung gemacht, die an Hand des Schemas B-SK-15 erläutert werden.

Es wurden folgende Zahlen genannt:

Dehydrierung: (Kostenschätzung - Uhde - für Schlesien I mit
4 Öfen entsprechend 22 400 jato Butylen)

2,85 Mio MTA + 1,95 Mio BTA = insgesamt 4,8 Mio RM[†])

Eisenbedarf: 1 010 t Baueisen
+ 3 213 t Maschineneisen
4 223 t insgesamt.
=====

Alkylierung: Kostenschätzung für Anlage Leuna ca. 50 000 jato AF

	RM
Mischeranlagen (12 Rührwerksbehälter)	1 700 000
Wäscher	700 000
Maschinenhaus	700 000
Destillation	
Butantrennung	1 780 000
Stabilisation	502 000
Ent-Propanisierung	208 000
Redestillation	260 000
Nachstabilisation	206 000
	<u>2 956 000</u>

[†]) einschl. Montage

MTA + BTA insgesamt: ~ 6 400 000
=====

Ol.Giehne und Ol.Keinke gehen einig, dass sowohl die von Op als auch von Merseburg (bzw. Uhde) angegebenen Preise vergleichbar sind. Die Besprechung wurde ohne Anwesenheit der AWP bei Uhde fortgesetzt, worauf sich eine Betriebsbesichtigung anschloss.

Ø I.G.Bln, Herrn Dr. Ringer,
Herrn Dir. Dr. Giesen
" Dir. Dr. Herold
" Ol. Keinke
" Dr. Sackmann
AWP Bln
AWP Me

+) Die genannten 4,8 Mio umfassen nur die eigentliche Dehydrierung. Die Differenz von 2 Mio gegenüber den in AN 2110 genannten 6,8 Mio, die der gesamten Dehydrierung entsprechen, setzt sich aus Ölwäsche und Gaskondensation und den inzwischen erfolgten Abstrichen (1 Ofen mit Zubehör und Stabilanlage) zusammen.

2016
739a

AMMONIAKWERK MERSEBURG
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
LEUNA WERKE (Kreis Merseburg)
Stickstoff-Abteilung

752

130000052

3042-13

30/4.02

Braunkohle-Benzin
Aktien-Gesellschaft
Ing. Techn. Zentralstelle

B 8 h l e n , Krs. Leipzig
Postfach Nr. 5

1. Dies ist ein ...
2. Weitergabe nur ...
3. Aufbewahrung ...

Stickstoff-Abt.
S.-B./Hd./PII.

14. Juli 1942

Oktanzahl für AT-Produkt

Wir teilen Ihnen folgende Motor-Oktanahlen bei den gewünschten Schnittemperaturen mit:

- 1) Schnittemperatur 170°
Rückstand 7%
(93% des Rohalkylates) } O.Z. 95,5
- 2) Schnittemperatur 180°
Rückstand 5%
(95% des Rohalkylates) } O.Z. 95,5
- 3) Schnittemperatur 200°
Rückstand 2%
(98% des Rohalkylates) } O.Z. 95,0

Allgemein wurde festgestellt, daß durch Abdestillieren von 5 - 10 % Rückstand vom Rohalkylat nur eine O.Z.-Verbesserung von 0,5 erzielt wird.

Heil Hitler!

gez. Koppe gez. Herold

Ar
Co
Hv
Ku
KW
Ph
Wa
Pat
Ing

Einschreiben

An
Friedrich Uhde
Ingenieur-Büro
Zweigbüro Leuna-Werke

~~26905~~
3042-14
30/4.02

752
180000053

HAUPTLABORATORIUM
Versuchsgruppe Me. 219

LP 99
Dr. K8/Pz.

4. Juli 1942

Dr. Nowe/Wa.

14. Juli 1942

Katalytische Dehydrierung von Propan

Auf Ihr obiges Schreiben betreffs Propan-Dehydrierung, geben wir Ihnen unsere Stellungnahme wie folgt bekannt.

Seit unseren letzten Angaben über die katalytische Dehydrierung von Propan hatten wir wegen der Vordringlichkeit der Butan-Dehydrierungsarbeiten für die Treibstoffprojekte keine Gelegenheit mehr, uns mit der Propan-Dehydrierung experimentell zu befassen, sodaß hier keine neuen Erfahrungen mehr vorliegen. Unsere seit damals erzielten Fortschritte auf dem Gebiet der katalytischen Dehydrierung umfassen daher nur die Dehydrierung von Normal- und Iso-Butan. Eine einfache Übertragung unserer Erfahrungen von der Butan-Dehydrierung auf die des Propan ist insofern nur sehr beschränkt zulässig, da die einzelnen Kohlenwasserstoffe die Anwendung spezieller Kontakte erfordern, die von Fall zu Fall erst ansfindig gemacht werden müssen, und weil bei den für Propan, infolge der ungünstigen Lage des Gleichgewichts, notwendigerweise höheren Dehydrierungstemperaturen die Selektivität der Kontakte nachläßt. Auch von der Materialseite her dürfte durch diese hohen Ofentemperaturen bei den heute notwendigen Einsparungsmaßnahmen mit Schwierigkeiten zu rechnen sein.

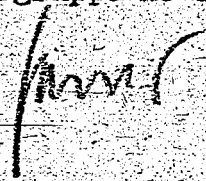
Wir halten gerade im Hinblick auf diese Umstände die Herstellung von Propylen aus Propan durch Dehydrierung mittels Chlor ohne Benutzung von Katalysatoren für vorteilhafter als die katalytische Dehydrierung. Wie wir hörten, wurde sie auf dem Wege über die Gasphase-Chlorierung auch neuerdings bei der Abteilung Hochdruckversuche Ludwigshafen durch Herrn Dr. Bähr wieder bearbeitet.

Außerdem hat man, wie Sie selbst wissen, in Oppau in letzter Zeit bei der Dehydrierung von n-Butan durch Chlorieren in flüssiger Phase und gewöhnlicher Temperatur Fortschritte erzielt.

Die Übertragung dieser Erfahrungen auf die Propanverarbeitung ist viel sicherer möglich, als im oben erwähnten Falle. Beim Vergleich beider Verfahren für die n-Butan-Dehydrierung hat zwar die katalytische Arbeitsweise den Vorzug erhalten. Für Propan dürfte aber u.ä. das Gegenteil zutreffen, und wir empfehlen Ihnen daher, Ihrer Planung diesen Prozeß zu Grunde zu legen und sich die nötigen Unterlagen von Ludwigshafen, bezw. Oppau einzuholen. Wir sind jedoch gern bereit, Sie bei Ihren Arbeiten chemisch zu beraten.

HAUPTLABORATORIUM
Versuchsgruppe Me 219

Ø AWP
Herrn Dir. Dr. Giesen
Versuchslabor.



150000054

I. O. HARBEN-UNION TRIT-ARTIENGESELLSCHAFT

Patentschrift 22

3042-15

Unser Zeichen: O.Z. 13462

Pat. - Anmeldung

30/4.02

Ludwigshafen a. Rhein, den 29. Mai 1942. Nr. Va.

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von Chlorkohlenwasserstoffen.

Es ist bekannt, bei der substituierenden Halogenierung von gesättigten Kohlenwasserstoffen oder Halogenkohlenwasserstoffen in der Gasphase zunächst eine Mischung der zu halogenisierenden Stoffe mit Halogen unter solchen Bedingungen herzustellen, dass keine Halogenierung erfolgt und dann erst das Gemisch zur Reaktion zu bringen, sei es durch Belichtung, Einwirkung von Katalysatoren oder Erwärmen. Wegen der bei der Halogenierung bestehenden Gefahr der Explosion oder Überhalogenierung muss man hierbei den Kohlenwasserstoff in sehr grossem Überschuss anwenden oder ein Verdünnungsgas mitverwenden. Hierdurch wird der Umsatz stark beeinträchtigt. Man hat auch schon flüssige Kohlenwasserstoffe chloriert, indem man Chlor in dem Kohlenwasserstoff gelöst und diese Lösung zur Einleitung der Reaktion belichtet hat. Bei diesem Verfahren ist der Umsatz entsprechend der beschränkten Löslichkeit des Chlorgases im Kohlenwasserstoff ebenfalls gering. Auch eignet sich das Verfahren nicht zur Chlorierung gasförmiger Kohlenwasserstoffe.

Es wurde nun gefunden, dass die Chlorierung von gesättigten Kohlenwasserstoffen oder Chlorkohlenwasserstoffen in flüssiger Phase mit guten Umsätzen und ohne die Bildung unerwünschter Nebenerzeugnisse gelingt, wenn man die Ausgangsstoffe in flüssigem Zustand, erforderlichenfalls unter erhöhtem Druck, unter Vermeidung der Chlorierungsreaktion mit flüssigem Chlor mischt und das flüssige Gemisch, beispielsweise durch Einwirkenlassen chemisch aktiver Strahlen, durch Erwärmen, durch Zusatz von Chlorierungskatalysatoren oder mehrere dieser Massnahmen, zur Reaktion bringt. Auf diese Weise ist es möglich, auch die bei normalen Bedingungen gasförmigen Paraffinkohlenwasserstoffe, z.B. Propan, Butan und Isobutan, in flüssiger Phase zu chlorieren. Auch ist man in der Menge des anzuwendenden Chlors nicht beschränkt, denn die verflüssigten oder flüssigen Kohlenwasserstoffe oder Chlorkohlenwasserstoffe lassen sich, erforderlichenfalls unter erhöhtem Druck, mit flüssigem Chlor in den praktisch in Betracht kommenden Verhältnissen gut mischen.

Die Chlormenge richtet sich nach dem erwünschten Erzeugnis und der Umsatzaufreudigkeit des Ausgangsstoffes. Wenn man in Kohlenwasserstoffen oder Chlorkohlenwasserstoffen nur ein Wasserstoffatom durch Chlor ersetzen will, so empfiehlt es sich, einen Überschuss des zu chlorierenden Stoffes zu verwenden, um Überchlorierungen zu vermeiden. Der Überschuss braucht jedoch nicht so gross zu sein, wie man ihn bei der Chlorierung in der Gasphase anwenden muss. Man kann die gesamte anzuwendende Chlormenge zu Beginn mit dem zu chlorierenden Produkt mischen, oder auch das Chlor dem Reaktionsgemisch stufenweise zugeben, indem man, besonders wenn man im Kreislauf arbeitet, in den Reaktionsweg unbelichtete Zonen einbaut, in die man dann einen Teil des Chlors jeweils einführt. Will man höherchlorierte Produkte erhalten, so verfährt man entsprechend. Auch eine stufenweise Chlorierung ohne Abtrennung der Chlorierungserzeugnisse nach jeder Stufe ist möglich.

Sowohl beim Mischen als auch bei der eigentlichen Umsetzung kann man Verdünnungsmittel verwenden. Als solche eignen sich insbesondere die bei der Chlorierung entstehenden Erzeugnisse selbst. Beispielsweise kann man bei der Herstellung von Chlorbutan zunächst flüssiges Butan mit flüssigem Chlor, vorteilhaft unter Druck, mischen und die Mischung in ein Gefäss einpressen, das bereits Monochlorbutan enthält und in dem die Reaktion bewirkt wird. Auf diese Weise kann man das Verfahren kontinuierlich gestalten, indem man beispielsweise an einer Stelle des mit dem Chlorierungserzeugnis gefüllten Gefässes fortlaufend eine Mischung der Ausgangsstoffe einpresst und an einer anderen Stelle eine entsprechende Menge des Chlorierungserzeugnisses mit einem Teil des gebildeten Chlorwasserstoffes und des überschüssigen Ausgangs-

stoffes abzieht. Durch fraktionierte Destillation des Gemisches, zweckmässig unter Druck, erhält man so ein sehr reines Chlorierungserzeugnis und trockenen Chlorwasserstoff, der sich leicht wieder in Chlor überführen lässt. Den ebenfalls erhaltenen Ausgangsstoff führt man der Reaktion wieder zu.

Dieses kontinuierliche Verfahren kann man sehr vorteilhaft als Kreislaufverfahren ausbilden. Dies sei am Beispiel der Chlorierung des Butans erläutert. Die Umsetzung lässt sich besonders zweckmässig in röhren- oder schlangenförmig ausgebildeten Gefässen ausführen, durch die man durch eine Umlaufpumpe Monochlorbutan im Kreislauf pumpt. An einer Stelle des Kreislaufs presst man nun ein flüssiges Gemisch von Butan mit Chlor ein, das durch Mischen von verflüssigtem Butan mit flüssigem Chlor in der Kälte oder unter Druck, das heisst, unter Bedingungen hergestellt worden ist, unter denen eine unerwünschte Reaktion nicht eintritt. In den Reaktionsweg sind als reaktionsfördernde Mittel entweder Kontakte oder andere reaktionsfördernde Mittel bzw. Belichtungslampen eingebaut. Man kann dem Reaktionsgemisch oder dem Eingangsprodukt auch schon vorher Kontakte, die die Reaktion fördern oder in bestimmte Richtung weisen, zugeben und dann die Reaktion im Kreislauf durch Kontakte, Wärme, Bestrahlung oder gleichzeitige Anwendung mehrerer dieser Faktoren auslösen. Aus diesem Kreislauf wird dann an einer geeigneten Stelle die Kreislaufflüssigkeit abgezweigt, die dann in der oben beschriebenen Weise aufgearbeitet wird.

Man kann die Chlorierung auch dadurch zu einem günstigen Ergebnis führen, dass man in dem Kreislauf selbst die Reaktionsbedingungen ändert. Dies kann dadurch geschehen, dass man den Kreislauf in viele Reaktionszonen unterteilt. Man kann so z.B. die einzelnen Reaktionszonen auf verschiedenen Temperaturen halten. Man kann auch die Verweilzeit in den einzelnen Reaktionszonen weitgehend dadurch ändern, dass man entweder sehr lange Reaktionszonen einbaut, oder dass man den Durchmesser der Reaktionsgefässe ändert, wodurch jedesmal eine andere Verweilzeit erreicht wird. Dies ist wichtig, weil die Chlorkonzentration und vor allen Dingen auch das Verhältnis zwischen chloriertem Produkt und unchloriertem Ausgangsprodukt sich im Reaktionsverlauf dauernd ändert.

Die Menge der Umlaufflüssigkeit, die Geschwindigkeit und die Grösse des Gefässes richten sich nach der in der Zeiteinheit zugeführten Menge des Gemisches der Ausgangsstoffe. Um eine möglichst gute Durchmischung und dadurch auch gute Abführung der Reaktionswärme zu bewirken, pumpt man die Kreislaufflüssigkeit schnell um, zweckmässig so, dass stündlich ein Vielfaches der im Umsetzungsgefäss enthaltenen Flüssigkeitsmenge durch das Gefäss fliesst. Die Umsetzung liefert Wärme, sodass bei hohen Durchsätzen eine wirksame Kühlung erforderlich ist.

Durch die Wahl des Butan-Chlor-Verhältnisses hat man es in der Hand, ob man ausschliesslich Monochlorbutan oder auch Dichlorbutan erhält. Wenn man viel Chlor anwendet, so wird in der Kreislaufflüssigkeit auch ein Teil des Monochlorbutans zum Dichlorbutan chloriert, während das eingesetzte Butan in Monochlorbutan übergeht. Die abgezweigte Kreislaufflüssigkeit enthält dann Mono- und Dichlorbutan neben nicht umgesetztem Butan und Chlorwasserstoff. Das bei der fraktionierten Destillation nach dem Abtreiben des Chlorwasserstoffes erhaltene Butan und Monochlorbutan gibt man in den Kreislauf zurück. Man erhält so aus Butan in einem Arbeitsgang Dichlorbutan, das frei von Überchlorierungserzeugnissen ist.

Der bei der Umsetzung einzuhaltende Druck richtet sich nach der Reaktionstemperatur. Er wird so gewählt, dass alle Umsetzungssteilnehmer und -erzeugnisse flüssig sind. Zweckmässig arbeitet man bei Temperaturen zwischen etwa -50 und $+100^\circ$.

In einem Umlauffass von etwa 320 l Inhalt, bestehend aus einem Röhrenkühler von etwa 13 m² Kühlfläche und einem Gefäss von 1,90 m Länge und 200 mm Breite, in das ein Quarzrohr zur Aufnahme einer Quecksilberdampf-Lampe druckfest eingebaut ist, werden stündlich etwa 10 m³ einer Flüssigkeit umgepumpt, die aus 66,7 % Isobutan, 22,0 % Isobutylchlorid, 1,5% Dichlorisobutan und 9,8 % Chlorwasserstoff besteht.

In das Gefäss wird stündlich ein Gemisch von 325 kg Isobutan und 75 kg Chlor flüssig eingedrückt und an der Quarzlampe vorbeigeleitet, wo bei einer Verweilzeit von etwa 10 Sekunden durch Bestrahlung die Reaktion durchgeführt wird. Die Umsetzungswärme wird durch den Röhrenkühler abgeführt. Bei einer Temperatur von 30-40° wird der Druck in der Apparatur auf etwa 10 atü gehalten, sodass sämtliche Reaktionsbestandteile und Reaktionsergebnisse in flüssiger oder gelöster Form umgepumpt werden.

Aus dem Gefäss werden stündlich 400 kg Flüssigkeit abgezogen. Hieraus destilliert man in einer Druckkolonne 267 kg nicht umgesetztes Isobutan und 39 kg gebildeten Chlorwasserstoff ab. Der Chlorwasserstoff wird mit Wasser ausgewaschen und das Isobutan, nach dem Trocknen mit Kaliumhydroxyd, in das Umlauffass zurückgeführt. Der aus dem Dampf der Druckkolonne abgezogene Rückstand wird einer weiteren Destillation unterworfen, wobei 86 kg Isobutylchlorid gewonnen werden, 6 kg Dichlorisobutan bleiben im Rückstand. Bei einem stündlichen Umsatz von 38 kg Isobutan beträgt somit die Ausbeute an Isobutylchlorid 95 %.

Patentsanspruch:

- 1) Verfahren zur Herstellung von Chlorkohlenwasserstoffen durch Chlorieren von gesättigten Kohlenwasserstoffen oder Chlorkohlenwasserstoffen in der flüssigen Phase, dadurch gekennzeichnet, dass man die Ausgangsstoffe in flüssigem Zustand, erforderlichenfalls unter erhöhtem Druck, mit flüssigem Chlor unter solchen Bedingungen mischt, dass keine Schlierung erfolgt, und das Gemisch unter Aufrechterhaltung der flüssigen Phase unter erhöhtem Druck durch reaktionsfördernde Mittel zur Reaktion bringt.
- 2) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man das flüssige Gemisch der Ausgangsstoffe an einer oder mehreren Stellen in eine aus dem Chlorierungserzeugnis bestehende Kreislaufflüssigkeit einleitet, in der Kreislaufflüssigkeit die Reaktion bewirkt, eine der Menge des zugeführten Ausgangsgemisches entsprechende Menge der Kreislaufflüssigkeit abzweigt und hieraus das Chlorierungserzeugnis gewinnt.
- 3) Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass man den Reaktionsweg in Zonen unterteilt, in denen durch untereinander verschiedene Reaktionsbedingungen die Fortführung der Reaktion wunschgemäß geleitet wird.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

§ Herrn Dr. Ringer, I.G. Berlin
 „ Dir. Dr. Schneider
 „ Dir. Dr. Giesen
 „ Dir. Dr. Herold
 „ OI. Keinke
 „ OI. Dr. Sackmann

2602
MFA

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 8a Z. 1. 1939.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postbeförderung als „Einschreiben“.
Aufbewahrung unter Aufsicht des Empfängers unter Einhaltung des Verschlusses.

160000057 52

FRIEDRICH UHDE

Ingenieur-Büro
und Fabrik für chem. Apparate
Zweigbüro Leuna, Werke

Dipl.-Ing. Reichardt

Aktennotiz

Brabag - Böhlen
über die Besprechung mit:
Leuna
30/4.02
11. und 12.6.

in: die Herren:
Dr. Fritzsche }
DI Pöhl } von Brabag
DI Weigle }
von Ammerlauerwerk
Dr. Sackmann
Obering. Keinke) zeitw.
Dr. Pöhl) 12.6.
Uhde-Leuna
Dir. Dr. Köhler zeitw.
DI Falzer
Ing. Peplow zeitw.
Ing. Kirmsee sekret. DI Reichardt

Durchdruck an:
die Herren:
5000 Böhlen }
Dir. v. von Staden } Ing. Kirmsee
Dir. Dr. Strombeck } DI Reichardt
Dir. Dr. Giesew } 1 x Akte
Dir. Dr. Köhler }
Dir. Dr. Köhler }
Dr. Sackmann }
Obering. Dr. Sackmann }
Obering. Keinke }
Dr. Langheinrich AWP }
Dr. Fischer/Dr. Stettin }
Dr. Kaufmann/Dr. Pohl }
DI Weidmann }
DI Falzer }

AZ: Edt./BÜ
Dr. Kö/Pz/Kir. 28. Juli 1942

AT 244/Böhlen - Überholung der Saureifeerklärung

Betrifft:

Zur Schaffung der notwendigen Unterlagen für die vom Reichsamt geforderte Überholung der Saureifeerklärung der AT-Anlage Böhlen wurde die gesamte Anlage verfahrens- und maschinentechnisch durchgesprochen. Nach Festlegung der zeitbedingten Einsparungen und Änderungen, die sich aus den im Laufe eines Jahres in den T 52-Anlagen Leuna, Scholven und Stettin gesammelten chemischen und betriebstechnischen Erfahrungen und der Weiterentwicklung des AT-Verfahrens selbst ergeben, wurden neue Zahlen für Energieverbräuche, Schätzkosten und Eisenbedarf ermittelt.

Betriebsstunden:

Bei dem heutigen Stand der Entwicklung und den vorgesehenen Reserven ist mit längerem Stillstand der AT-Anlagen bzw. ganzer Anlagenteile nicht mehr zu rechnen. Als Mindestbetriebszeit im Jahr werden deshalb 8000 Stunden = 330 Betriebstage gegenüber ursprünglich 7000 Stunden festgelegt. Der stündliche Durchsatz der Anlage verringert sich dadurch im Verhältnis 8 : 7.

Eingangserzeugnisse:

Von den Brabag-Werken sind nach der letzten Festlegung beim RWA folgende Rohbutanmengen zu erwarten:

Von	10 C ₄ H ₁₀	0 C ₄ H ₈	nC ₄ H ₁₀	Gesamt
Böhlen	17 500	—	21 500	39 100
Schwarzheide	400	7 400	7 200	15 000
Zeitz	6 300	—	7 000	13 300
Magdeburg	9 000	—	9 000	18 000
Summe:	31 200	7 400	46 600	85 400

Rat/Z.

Bei dem Rohölten ist mit einem Propangehalt von max. 5 %, beim Böhliener Rohprodukt gasförmig mit max. 2 % Pentan zu rechnen. Die gesamte Rohproduktmenge wird in der Kreislauf-trennung vorgefremt. Da noch nicht geklärt ist, von wem das Magdeburger Bütan aufgenommen wird, werden vorerst 2 Fälle untersucht, und zwar Fall I mit 3 Öfen und Fall II mit 4 Öfen im vollen Betrieb. Im Fall I gehen von Böhlen 63.400 tate C, d.h. praktisch das gesamte C aus Böhlen, Schwarzeheide und Zeitz entsprechend 58000 tate Fertig-AT, im Falle II 81.400 tate C entsprechend 71.000 tate Fertig-AT verarbeitet werden.

Für den Fall II ist von der Brabag noch zu klären, ob überhaupt die notwendige Energiemenge für einen 4 Öfen-Betrieb vorhanden ist, während für Fall I von Zeitz geprüft werden müsste, ob evtl. auch die gesamte 10000 tate C aus Magdeburg noch übernommen werden können.

Spaltanlage:

in der Dehydrierung wird jetzt mit folgenden Werten gerechnet:

25 % Umsatz, 85 % Ausbeute
1 : 700 Kontaktbelastung
gegenüber früher

25 % Umsatz, 80 % Ausbeute
1 : 500 Kontaktbelastung

Mit einem noch in Entwicklung befindlichen Kontakt erhofft man, folgende Werte zu erreichen:

30 % Umsatz, 82 % Ausbeute
1 : 800 Kontaktbelastung

Bei den neuen Werten und Öfen mit 70er Bohren ergeben sich folgende Daten:

Kontaktinhalt in der Reaktionszone	2,3 cbm
Gasdurchsatz	1400 Ncbm/h
Füssendurchsatz	6 t/h
Umsatz	1 t/h
Ölfeinherzeugung	650 kg/h

Bei dem heutigen Stand wird ein Reserveofen als ausreichend angesehen. Da für Böhlen 4 Öfen vorgesehen sind, ist diese Anzahl für Fall I ausreichend. Für Fall II wäre noch ein weiterer Ofen aufzustellen.

Der Gasverbrauch der Spaltöfen beträgt nach neueren Ermittlungen durch Herrn Obring. Keinko 2 - 2,2 Mill. WE/h. Eine Senkung des Verbrauchs ist durch Fahren mit höheren Brenntemperaturen (rund 1400 °C) zu erreichen, wenn es noch möglich sein sollte, den Heizschacht mit Silimanit auszukleiden. Nach Kriegsende können durch Einbau eines Spitzenvorheizers weitere 200 - 300.000 WE/h gespart werden.

Für die Kontaktregeneration wird für 2 Spaltöfen 1. Reg-Öfen benötigt. Es bleibt also für beide Fälle die vorgesehene Anzahl von 2 + 1 Reg-Öfen.

Die Art der Reinigung der Spaltgase ist noch nicht geklärt. In Leuna läuft ein Versuch mit Koksfiltern, in Scholven mit einer Heißölwäsche. Die Versuche sollen noch abgewartet werden. Sollten sie nicht rechtzeitig abgeschlossen sein, werden auf jeden Fall Koksfilter aufgestellt.

Gaskondensation:

Im Fall II sind von den Gaskompressoren max. 11650 m³/h eff. anzusaugen. Von der vorgesehenen Type SZVL 337 mit 3450 cbm/h Ansaugleistung sind dafür 4 + 1 Maschinen erforderlich. Bisher sind 3 Kompressoren bestellt. Es müssten also noch 2 Kompressoren gleicher Type bestellt werden. Falls diese nicht mehr rechtzeitig zu bekommen sind, müssten 2 kleinere Maschinen aus der Magdeburger Bestellung übernommen werden.

Man kann überschlägig errechnen, dass in der Gaskondensation in der ersten Stufe rund 60 % der Eingangsmenge, in der zweiten Stufe 20 % der Eingangsmenge kondensieren, während die restlichen 20 % in die Ölwäsche gehen. Für den Fall II mit 11 650 cbm/h eff. = rund 10 000 Ncbm/h sind in der 2. Stufe an Wärme abzuführen: Für das Kühlen von 4000 Ncbm von 35°C auf +2°C ... 92 000 WE/h und das Kondensieren von 2000 Ncbm/h = 5000 kg/h ... 450 000 WE/h. Somit ist hierfür im Sommer eine Kälteleistung von 550 000 WE/h erforderlich. Weitere 400 000 WE/h werden von der Ölwäsche benötigt. Im Sommer müssten also beide bestellten Kälteanlagen mit je 600 000 WE/h laufen, was bei einstufigen Maschinen ohne weiteres verantwortet werden kann.

Ölwäsche und Stabilanlagen:

Von der Ölwäsche reichen Wascher und Abtreiber auch für den Fall II aus und es müssten nur Kühler und Wärmetauscher aufgestockt werden. Die Stabilisierung entfällt. Die hierin früher abgetriebenen Leicht-KW's bestehen zu rund 60 % aus Propylen, das in der Mischeranlage mit alkyliert.

Mischeranlage:

Die Mischerbelastung ist neuerdings vergrößert worden durch Verkürzen der Verweilzeit von 60 auf 50 Minuten, und Erhöhung des Flüssigkeitsspiegels von 1,60 m auf 2 m. Es können jetzt 2 Mischer 4,5 t/h bzw. 8 cbm/h (ausschl. Kühlbutan) durchgesetzt werden. Die kürzeste zulässige Reaktionszeit beträgt zur Zeit 40 Minuten.

Der Alkylat-Spiegel in Mischer kann im vorliegenden Fall wegen des grossen von vornherein zur Verfügung stehenden Olefinanteils von den sonst üblichen 17,8 % auf 19,1 % erhöht werden. Dadurch ergibt sich im Fall II für die Mischeranlage ein Gesamtdurchsatz von rund 50 t/h, und es sind dafür 11.1 Rührwerke erforderlich, wie auch ursprünglich vorgesehen.

Kühlbutankreislauf:

Die max. Kühlbutanmenge beträgt etwa 15 700 Ncbm/h = 14000 cbm/h eff. Von der vorgesehenen Type SZVL 337 für 3200 cbm/h sind hierfür 5 + 1 Kompressoren erforderlich wie bereits bestellt.

Feinabscheidung und Laugewäsche:

Bei einer vorzusehenden Verweilzeit von 3 - 4 Stunden in der Feinabscheidung sind für die 50 t/h und 90 cbm/h 4 Feinabscheider erforderlich gegenüber bisher 3.

Die Laugewäsche wird auf Vorschlag von Herrn Dr. Fritzsche nach einer anderen als von uns vorgesehenen in Bühnen aber bereits bewährten Fahrweise gefahren. Es entfallen dabei ausser den Mischerpumpen und Zubringerpumpen aus dem Tanklager auch die Dosierpumpen. Die Verweilzeit in der Laugewäsche beträgt 25 Minuten (min. 20 Minuten erforderlich).

Destillationsanlage:

Die Destillationsanlage ist vollkommen neu auszulegen. Sollte der Fall I gewählt werden, so ist sie so auszulegen, dass maximal auch noch ohne Reserve die Produktion von 4 Öfen durchgesetzt werden kann.

Die Vordestillation wird 2-stufig ausgelegt. Hierdurch wird Hochdruckdampf gespart. Das Produkt aus der Iso-Anlage geht nicht mehr in die Vordestillation (da jetzt eigene Laugewäsche) sondern unmittelbar in die Butantrennung, wodurch ein geringerer Dampfverbrauch erzielt wird.

Die Butantrennung hat das gesamte Eingangsprodukt mit zu trennen und es werden 3 Kolonnen zu 3 m erforderlich sein.

In der Entpropanisierung sind rund 960 kg C_3H_8 über Kopf zu treiben. Der Rücklauf wird sehr gross ausgelegt, um möglichst viel Wasser azeotropisch über Kopf treiben zu können.

In der Redestillation soll jetzt bei mindestens $185^\circ C$ gegenüber früher 170° höchstwahrscheinlich sogar bei 200° abgeschnitten werden. Die Menge des Sumpfes beträgt bei 170° 7 %, bei $185^\circ C$ 5 %, bei $200^\circ C$ 2 % des Roh-AT. Der höher siedende Sumpf soll dem Auto-Benzin beigemischt werden. Da solches in Bühnen nicht hergestellt wird, muss der Rückstand verkauft werden. Mit dem zur Verfügung stehenden 16 atü Dampf kann der Sumpf bei 185° nicht mehr vollkommen ausgekocht werden. Es muss deshalb eine kleine Vakuum-Kolonne nachgeschaltet werden.

Die Nachstabilisierung des AT-Produkts auf 0,2 atü Reid wird nur für Sonderzwecke (z.B. für AT für die Tropen usw.) erforderlich sein. Die Kolonne wird deshalb nur zeitweise zu betreiben sein. Sie muss aber aufgestellt werden. Das Kopfprodukt der Kolonne wird zum Sumpf der Butantrennung zurückgegeben.

Iso-Anlage

In der Isomerisierung wird mit folgenden Werten gerechnet:

Umsatz	25 %
Ausbeute	95 % (bei Versuchen höhere Werte)
Kontaktbelastung	1:1,3 d.h. auf 1 cbm Kontakt raum 1,3 kg NO_4

Druck im Ofen 16 atü
 Temperatur im Ofen 95 - 100°
 Kontakt AlCl₃ (von Sokopau)
 HCl von I.G.La.

Der AlCl₃- und der HCl-Verbrauch beträgt je etwa 1% der erzeugten IC₄-Menge. Die Kontaktöfen haben 1700mm und sind für je 500 kg/h IC₄ Erzeugung ausgelegt.

Neben den Betriebsöfen sind je 1 Ofen in Reserve und ein Ofen für Kontaktwechsel vorszusehen.

Die Iso-Anlage Böhlen ist für rund 1,5 t/h IC₄ auszuliegen. Es sind also 3 + 2 Kontaktöfen aufzustellen, weiterhin eine HCl-Kolonne und eine einstufige Laugesäule mit einem Trennbehälter von etwa 30 cbm Inhalt, kleinem Durchmesser und grosser Länge.

Schwefelsäure-Konzentration:

Für die Schwefelsäure-Konzentration liegt zur Zeit ein Entwurf für kriegssparende Bauweise vor, bei dem die Aufstellung der Pauling-Kessel im Freien vorgesehen ist. Dieser Vorschlag wird aber von Ude-Bartmann und Leuna und I.G.Wolfen noch eingehend überprüft. Nach Festlegung der endgültigen Bauweise wird der Plan Böhlen zugesandt werden.

Es wurde bisher mit einem Schwefelsäureverbrauch von 12,5% bezogen auf Roh-AT gerechnet. Nachdem in Versuchen Verbräuche von 6% erreicht wurden, ist jetzt mit einem Verbrauch von normal 8% und max. 10% zu rechnen. Die Anlage ist für den letzteren Wert auszuliegen. Bei einer Erzeugung von 71 000 tato im Fall II ist die geplante Anlage für 7200 tato also ausreichend.

Bei 10% Säureverbrauch ist mit folgenden Werten zu rechnen:

	Fall I	Fall II
Gleim-Bedarf 24%	1260 tato	1620 tato
Überschuss-Säure 96%	735 "	920 "
Säureteere	175 "	215 "

Die maximalen Werte für Fall I entsprechen gleichzeitig ungefähr den normalen Werten für Fall II. Die Säureteere sind dem RLM, Inspektion des Luftschutzes, anzubieten. Sie enthalten rund 75% C und 4 - 5% S.

Tanklager:

Für die Lagerung des Eingangsprodukts und der verschiedenen Zwischenprodukte sind vorgesehen:

	Fall I	Fall II
145 cbm Behälter 10 atü, für Produkt aus Böhlen	5	5
100 cbm Behälter 10 atü, für Produkte aus Ka, Zeitzig		
Schwa und die Zwischenprod.	38	42
100 cbm Behälter 3 atü für AT und Rückstand	4	4
150 cbm Slop-Behälter	3	3

Energiezahlen:

Für den Fall II wurden folgende Energiebedarfswerte für die einzelnen Bauten ermittelt:

	Bau-Nr.	Strom kW	Dampf		Wasser cbm/h	Gas WE/h
			H-D t/h	N-D t/h		
1 Tanklager	288	10	-	0,3		
2 Tanklager	414a	10	-	0,5		
3 Tanklager	414b	10	-	0,5		
4 Tanklager	410	-	-	0,3		
5 Tanklager	414c	-	-	0,5		
6 Tanklager	414d	10	-	1,0		
7 Tanklager	414f	35	-	-		
8 Destillation	415	420	7,1	72	200 V	
9 Spaltanlage	402	500	-	2	4100R 840000C	
10 Bedienungshaus	403	12	-	1	130R 400000D	
11 Kühler u. Verd.	401	-	-	3,5	300R	
12 Gasometer	406	-	-	2,0	5R	
13 Gaskondensation	405	1600	-	2,0	800V	
14 Ölwäsche	409	35	2,0	1,0	50V	
15 Mischerbau	412	500	-	3,0	5R	
16 Feinabscheidung und Laugwäsche	413	240	-	5,0	5R	
17 Kühlbutananlage	411	1800	-	2,0	500V	
18 Iso-Anlage	420	90	5,5	2,0	450R	
19 H ₂ SO ₄ -Konzentrat.	418/9	36	0,3	2,0	150R 120000C	
Summe für 71000 jato		5308	14,9	100,6	1551V 5600C	
Baureife Umde 41000 jato		4600	9	36	5205R	
Rückkühlwerke		1500	-	-	3500	

27 Juli 1942 Rat/Z.

Kosten:

Für den Uhdeteil der AT-Anlage, d.h. für die eigentliche Fabrikationsanlage sind folgende Schätzkosten für Fall I und Fall II aufgestellt:

Fall I: 3 + 1 Ofen 58 000 Jato AT

	Kosten			Eisen		
	MTA	BTA	Gesamt	MTA	BTA	Gesamt
Tanklager 288	225000	105000	330000	50	15	65
Tanklager 414a	150000	75000	225000	130	12	142
Tanklager 414b	270000	135000	405000	235	22	257
Tanklager 410	150000	75000	225000	130	12	142
Tanklager 414c	210000	105000	315000	180	17	197
Tanklager 414d	330000	165000	495000	286	26	312
" 3 atü 414e	80000	60000	140000	75	10	85
Slop-Lager 3 atü	80000	45000	125000	75	8	83
Destillation	4150000	375000	4525000	3200	100	3300
Ofenhaus	2800000	1400000	4200000	1800	680	2480
Bedienungshaus	250000	150000	400000	125	70	195
Kühler Verdampfer	100000	50000	150000	60	10	70
Gasometer 500 cbm	140000	110000	250000	300	50	350
Gaskondensation	280000	425000	1505000	480	200	680
Olwäsche	250000	80000	330000	160	50	210
Mischerbau	1050000	1000000	2050000	1200	350	1550
Kühlbutananlage	1400000	400000	1800000	900	100	1000
Feinscheidung und Langwäsche	500000	300000	800000	420	100	520
Isa-Anlage	700000	300000	1000000	600	100	700
H ₂ SO ₄ -Konzentrat	750000	570000	1500000	600	310	910
Summe:	14445000	5925000	20370000	11005	2242	13248
Abrundung:	14500000	6000000	20500000	12500	3000	15500
Baureife Uhd						
41000 Jato	15500000	7500000	23000000	21500	5000	26500
Neben-Hilfs- anlagen			22000000			10000
Energieerw. Sonderkosten (geschätzt)						
Insgesamt			42500000			25500

Fall II:

4 + 1 Öfen

71 000 Jato AT

	Kosten			Eisen		
	MTA	BTA	Gesamt	MTA	BTA	Gesamt
Tanklager 288	225000	105000	330000	50	15	65
Tanklager 414a	210000	105000	315000	180	17	197
Tanklager 414b	270000	135000	405000	235	22	257
Tanklager 410	150000	75000	225000	130	12	142
Tanklager 414c	210000	105000	315000	180	17	197
Tanklager 414d	420000	210000	630000	360	34	394
" 3 etü 414e	80000	60000	140000	75	10	85
Stop-lager 3 etü	80000	45000	125000	75	8	83
Instillation	4300000	350000	4650000	3000	120	3120
Ofenhäute	3500000	1700000	5200000	2200	800	3000
Packhaus	300000	150000	450000	150	70	220
Kühler Verdampf.	100000	50000	150000	60	10	70
Gasometer 50000 m	140000	110000	250000	300	50	350
Gaskondensation	1880000	500000	2380000	580	230	810
Ölwäsche	275000	80000	355000	175	50	225
Mischerbau	1200000	1100000	2300000	1450	400	1850
Kühlbutananlage	1500000	450000	1950000	950	120	1070
Feinabscheidung u. Laugwäsche	530000	320000	850000	450	130	580
Isa-Anlage	700000	300000	1000000	600	100	700
H ₂ SO ₄ -Konsentr.	750000	570000	1320000	600	310	910
Summe:	15920000	6520000	22440000	11800	2525	14325
Abrundung:	16200000	6800000	23000000	14100	3700	17800
Baureife Uhde 41000 Jato	15500000	7500000	23000000	21500	5000	26500
Neben-Hilfs- anlagen Energieerw. Sonderkosten (geschätzt)			25000000			12000
Insgesamt			48000000			29800

Die Zahlen für Neben- und Hilfsanlagen, Energieerweiterung und Sonderkosten sind angenommene Werte, die von der Brabag noch überprüft werden.

W. J. J.

3372
1520

FRIEDRICH UNDE
und Fabrik für chem. Apparate

3042-16A

Geheim!

180000363

30/4.02

Vorfasser: Dr. Oldenbagg

Aktennotiz

Zur die Besprechung mit
Kohlen Kraftstoff A. G. Henssling

in: Lemna am: 23. u. 25. April 1942

an: die Herren
Dir. Hell
Dr. Kowallins
D. i. Leese

Dr. Schellmann
Dr. Dr. Köhler
D. i. Peiser
D. i. Reichardt
D. i. Renner
Ing. Heit
Dr. Oldenbagg

Union Rhein-Brau-
stoff A. G.

von Union Kraft-
stoff A. G.

von 16. Berlin

von Unde-Lemna

Durch: Dr. Frick und die Herren

Henssling
Dir. Dr. Strombeck
Dir. Dr. Giesen
Dir. Dr. Neugebauer
Dir. Dr. Köhler
Dr. Finger (16. Berlin)
Dr. Schellmann
Chem. Dr. Beckmann
Chem. Dr. Reineke
Dr. Langhennrich
Dr. Fischer/Dr. Strauß
Dr. Kaufmann
D. i. Weidmann
D. i. Peiser
Ing. Heit

Tag: 21. 7. 1942

Zeich. en

Zur: 1. 2. 3. 4. 5. 6. 7. 8. 9. 10. 11. 12. 13. 14. 15. 16. 17. 18. 19. 20. 21. 22. 23. 24. 25. 26. 27. 28. 29. 30. 31. 32. 33. 34. 35. 36. 37. 38. 39. 40. 41. 42. 43. 44. 45. 46. 47. 48. 49. 50. 51. 52. 53. 54. 55. 56. 57. 58. 59. 60. 61. 62. 63. 64. 65. 66. 67. 68. 69. 70. 71. 72. 73. 74. 75. 76. 77. 78. 79. 80. 81. 82. 83. 84. 85. 86. 87. 88. 89. 90. 91. 92. 93. 94. 95. 96. 97. 98. 99. 100.

Die Forderung des Reichsamtes für Wirtschaftswachen auf eine größtmögliche Ausnutzung an Braunkohlen und Bismutvorkommen an den 32- Anlagen machte eine nochmalige Überprüfung über die Braunkohlerückführung notwendig. Die hauptsächlich gesammelten Erfahrungen in den 1 32- Anlagen Lemna, Scholzen und Steftin in chemie- und betriebswirtschaftlicher Hinsicht wurden hierbei berücksichtigt und verwertet.

1.) Zahlenwerte über anfallende Butane.

Bei jeweils anfallender Butanmenge liegen folgende zwei Betriebsfälle vor:

- I. Erzeugung von 295 000 t/etw aus Rohöl
- II. Erzeugung von 215 000 t/etw aus Braunkohle.

Die Erzeugung aus Braunkohle ist also 27% kleiner als bei Rohöl.

In Falle I fallen an: 32 000 t/etw Butane, davon

12 000 t/etw $1-C_4H_{10}$ und 18 000 t/etw $n-C_4H_{10}$

= 59,2 % = 40,8 %

Bei Braunkohleerzeugung ist der Gasanteil relativ höher. Statt 27% braucht hier nur mit einem Mindereinsatz von 15% gerechnet zu werden gegenüber Fall I.

In Falle II fallen an: 27 200 t/etw Butane, davon

14 300 t/etw $1-C_4H_{10}$ und 12 900 t/etw $n-C_4H_{10}$

1x2d. Briefe

wenn der i-Butananteil zu 52% und der n-Butananteil zu 48% angenommen wird. Bei diesem Verhältnis ist keine Isomerisierung notwendig. Diese Werte liegen noch günstiger. Wesseling wird die tatsächlichen Werte noch prüfen.

Es ist nun zu klären, ob auf Rohöl- oder Braunkohlenbasis angefahren werden sollte, ob also

32 000 tate Butane : ca. 28 000 tate AT
 oder 27 200 tate Butane : ca. 23 600 tate AT

Zugrunde zu legen sind. Diese Frage wird durch Anruf bei Dr. Krane-
 puhl für Braunkohle entschieden.

2. Betriebsstunden:

Bisher war bei der Baureifeerklärung mit einer Betriebszeit von 7 000 Jahresstunden gerechnet worden. Auf Grund der an T 52-Anlagen gemachten Erfahrungen wird diese Zahl auf 330 Tage = 8 000 Jahresstunden erhöht. Dann verringert sich der stündliche Durchsatz der Anlage entsprechend im Verhältnis 8 : 7. Das hat eine Verkleinerung der Anlage zur Folge.

3.1 Dehydrierung:

Die Ausbeute- und Umsatzwerte können künftig vergrößert werden. Bisher wurde mit einer Ausbeute von 60% und einem Umsatz von 25% gerechnet. Jetzt können entsprechend 85% und 25% zugrunde gelegt werden. Es soll versucht werden, diese Zahlen nach Einführung eines noch zu untersuchenden, für die n-C₄H₁₀-Dehydrierung vorgesehenen Kontaktes künftig weiterhin zu steigern. Mit diesem Kontakt werden augenblicklich noch Versuche in Leuna gemacht, die bis jetzt durchaus die Aussicht auf künftige noch höhere Werte rechtfertigen.

Die in Scholven im Spaltfenbetrieb an den FF 30-Rohren aufgetretenen Mängel sind in erster Linie auf sehr ungünstige Einbaumaßnahmen der Rohrbündel zurückzuführen. Die Mängel bestanden im Auftreten von Schweißnahtbrüchen an den Einschweißstellen der Kontaktrohre in den Rohrbündelböden. Der Einbau der Rohre erfolgte bei sehr tiefen Aussentemperaturen auf der Baustelle. Bei Reparaturen wurden die Rohre bei verhältnismäßig hohen Ofentemperaturen wieder in den Ofen gebracht. Diese grossen Temperaturgegensätze hatten einen ausserordentlich ungünstigen Einfluss auf das temperaturempfindliche FF-30-Material. In Scholven handelt es sich also um Baustellenfehler. Das Rohrsystem von Scholven ist von Anfang an krank.

In Bettin sind diese Schwierigkeiten nicht aufgetreten.

Die Rohre sollen nicht mehr aus Stör. 12 oder FF 30-Material hergestellt werden, sondern aus Stör. 8. Die Rohrbündel werden nicht mehr auf der Baustelle geschweißt, sondern als fertige Aggregate von Thyssen zur Baustelle geliefert. Durch diese Massnahme dürften die Scholvener Fehler vermieden werden, zumal die Temperaturen bei der n-C₄-Dehydrierung um 30° C gesenkt werden.

Blatt zur Aktennotiz vom

Statt der zuerst gewählten 56-er Kontaktrohre werden 70-er Rohre genommen. Die Kontaktbelastung erhöht sich dadurch von 1:600 auf 1:700. Der rechnermässige Kontaktraum im Ofen beträgt bei den 56-er Rohren 1,8 cbm und vergrössert sich bei den 70-er Rohren um 56%, also auf 2,8 cbm. Bei der angenommenen Kontaktbelastung ergibt sich damit ein stündlicher Gasdurchsatz von 1500 Norml/h oder 4 t/h Buten / Ofen. Bei einer Ausbeute von 85% und einem Umsatz von 25% kann ein Ofen also 850 kg/h Olefine erzeugen.

Nach den vorliegenden Werten für Ausgangsprodukte sind in den Fällen I und II 1,98 t/h bzw. 1,68 t/h zu dehydrieren. Das ergibt 1,63 t/h bzw. 1,43 t/h Olefine. Dafür sind 2 bzw. 1,7 Ofen erforderlich. Es sind 2 Ofen in Betrieb zu nehmen. Für Fall II liegt darin eine kleine Reserve. Weiter wird durch den für später vorgesehenen endgültigen Kontakt noch eine weitere Reserve geschaffen. (Spitzenvorwärmer werden vorerst nicht eingebaut. Der Platz dafür soll jedoch freibleiben.) 2 Ofen werden als Reserve aufgestellt.

Es sind 3 Reg.-Ofen erforderlich. Die Ofenkonstruktion wird besprochen. Die neue Konstruktion der Reg.-Ofen erfordert einen höheren Druck im Wulstgasgebäude. Der Ofen heizt sich im Wulstverfahren selbst. Nur für Anfahren wird Gas benötigt.

Die Kühltaschen ersetzen. Statt der bisherigen Einrichtung aus Streckmetall (Beschaffung schwierig), wird der Aufbau eines Maschensiebkorbes mit 2 mm Maschenweite aus 1 mm Sieromal 8-Draht gewählt werden.

Die Luftlage fordert sehr strenge luftschutzn technische Bau-massnahmen. Deshalb werden je 2 Hauptöfen und 1 und 2 Reg.-Ofen zusammengefasst und durch einen starken Splitterschutz von einander getrennt. Entsprechend sollen auch Rohrleitungen luftschutzmässig ausgelegt werden. Ebenso sind auch Verdampfer, Kühler usw. zu unterteilen. Dadurch ist grösstmögliche Wahrscheinlichkeit erreicht, auch im Schadensfalle durch Luftangriffe den Betrieb aufrechtzuerhalten zu können.

Vom Ofenhaus fallen nur die 2 Leerfelder weg, und zwar die beiden Felder nach Wesseling (Westen) zu.

Als Filter kommen in Frage entweder Kokskasten (Versuch in Laguna) oder Ölwascher (Versuch in Scholven). Schlauchfilter sind nicht möglich, weil die Temperaturen zu gross sind, oder andererseits durch Kondensat Betriebsstörungen entstehen. Der Heizgasbedarf wird durch die vorhandene Gasfabrik gedeckt, er wird mit 2,2 Mill. Nm³ / h Ofen festgelegt.

Die aus der AT-Anlage anfallenden Gase sollen wieder mit in den Prozess geführt werden.

Der vorgesehene Gasometer hat einen Inhalt von 5000 cbm.

4.) Gaskondensation

Gase, die bisher über Kopf gingen, gelangen jetzt mit in die Alkylierung (1/3 Propen, 2/3 Propylen), wo das Propylen mit alkyliert, während das Propen über Kopf geht. -in Gehalt bis zu 15% Propylen verschlechtert das 12- Produkt nicht wesentlich, wenn auch die Oktanzahl etwas heruntersinkt. Das aus der Spaltenlage kommende Propylen macht ca. 6 - 7 % der Olefinmenge aus. Die Stabilisierkolonne kommt in Vorkauf.

Bei 1,7 Öfen fallen ca. 5 000 m³/h, bei 2 Öfen 5 900 m³/h effektive Gasmenge an. Die Förderleistung der vorgesehenen Kolbenkompressoren SZVL 357 beträgt 3450 m³/h. Aufgestellt werden 3 Kompressoren, davon 1 Kompressor als Vollreserve.

Bei beiden Kältemaschinen bleiben in der vorgesehenen Größe von je 400 000 W/h bestehen (Typs DN 2407. Aus luftschutstechnischen Gründen wird eine betriebstechnisch weniger günstige Anordnung in der Aufstellung der Maschinen gewählt. Ein Gaskompressor und eine Kältemaschine werden paarweise, bezw. 1 Gaskompressor allein aufgestellt und durch eine starke Splitterschottwand von einander getrennt. Die Fensterunterkante darf nicht unter Kompressorböhe liegen.

Um an Bauvolumen zu sparen, werden die Kompressoren näher zusammengedrückt. Die Absätze werden noch genau festgelegt. Der Pumpenraum wird in einen Anbau verlegt, ebenso auch Magazine für Öl, Material. Für Melater sind keine Räume besonders vorzusehen.

Die Kran-Längsbewegung erfolgt von Hand (nicht elektrisch); dadurch kann die Höhe zwischen Oberkante Kranbrücke und Deck auf 0,6 m festgelegt werden.

Vorerst besteht keine Verfügung, Türen und Fenster in feuergefährdeten Betrieben anders als in diesen auszuführen. Die hier besprochenen Massnahmen aus luftschutstechnischen Gründen und zur Senkung des Bauvolumens sind grundsätzlich entsprechend auch bei anderen Gebäuden anzuwenden.

5. Mischermasse.

Der Alkylatspiegel wird für Fall I infolge des relativ hohen i-C₄H₁₀-Anteils mit 14,3 % und für Fall II mit 17,8 % festgelegt. Bei 3,70 t/h bzw. 3,16 t/h Roh-ATist ein Durchgang von 25,9 t/h bzw. 17,8 t/h zu bewältigen.

Durch eine Erhöhung der Belastung der Rührwerke wird die Mischernzahl vermindert. Der Flüssigkeitsspiegel wird von 1,6 m auf 2,0 m erhöht und die Verweilzeit von 50 auf 50 Minuten herabgesetzt. (Versuche haben ergeben, dass eine Verweilzeit von minimal 40 Minuten erforderlich ist). Dadurch ist eine theoretische Mehrbelastung von 50% gegeben. Es ist eine tatsächliche Mehrbelastung von ca. 30% möglich, es erhöht sich also der Durchsatz von 6 m³/h = 3,5 t/h auf 8 m³/h = 4,5 t/h pro Gefäss.

Für Fall II beträgt die erforderliche Mischernzahl = 4. Aufgestellt werden 4 + 2 = 6 Mischer.

Die Ausführung des Mischherbaus wird derart abgeändert, dass Schotter- und Bedienungsfelder ungedreht werden. Das Montagefeld liegt in der Mitte, zu beiden Seiten je 3 Mischer. Daran schließen sich zu beiden Seiten je ein Bedienungsfeld an. Dadurch ist einmal eine luftschutzmäßig günstige Aufteilung erzielt, zum anderen wird insofern an Bauvolumen gespart, als die Bedienungsstellen niedriger gehalten werden. Dadurch wird allerdings die Zahl der erforderlichen Bedienungsleute höher. Die Verdunkelung des Mischherbaues ist besonders sorgfältig auszuführen.

In der Kühlbauanlage sollen $21,4 \frac{t}{h} = 8200 \text{ Nm}^3/h = 7400 \text{ m}^3/h$ bzw. $14,5 \frac{t}{h} = 5500 \text{ Nm}^3/h = 5000 \text{ m}^3/h$ sein. Dafür sind 2,3 bzw. 1,6 Kompressoren des Typs SZFL mit einer Leistung von $3430 \frac{kWh}{h}$ erforderlich. Aufgestellt werden $3 + 1 = 4$ Kompressoren.

5.1 Feinabscheidung und Lagerung

Die Produktion eines von einem zu gewaschen, ist eine möglichst hohe Verweilzeit erforderlich. Bei $45 \frac{m^3}{h}$ bzw. $30 \frac{m^3}{h}$ und einer Verweilzeit von 3 - 4 Stunden sind 2 Feinabscheider aufzustellen. Inabscheider entfällt. Die Lagerung bleibt zweistufig. In der ersten Stufe wird mit gebrauchter Leuge gewaschen.

Schulver hat mit Verifizierung schon gute Erfahrung gemacht. Insofern können die Mischherbauten weggelassen werden. Billigt diesen Verfahren. Von welchem wird nach dem Bericht über Erfahrungen mit Verifizierung Mischern gegeben.

Von dem zuerst 8 Baren verbleiben noch 6 Baren. Die Säurebehalter kommen ins Lager.

5.2 Lagerung

An der Größe und Zahl der Verdampfer der Destillationskolonnen wird nichts geändert. In der ersten Kolonne hinter der Redestillator wird eine kleine Verdampferanlage aufgestellt, damit beim Abschneiden des Kartiermaterials der Temperatur von 210°C der Dampfdruck nicht ansteigen zu werden braucht.

5.3 Abwasserbehandlung

Angültige Berechnung ist zu machen. Eine Frage, ob die Abwasserkanäle im Kreis gestellt werden können, wird gesagt, dass ein Dach auf jeden Fall vorhanden sein muss. Die Klärung steht noch aus.

Die Leistung der Klärung sollte nicht allzu gering sein. Die Leistung der Klärung sollte normal sein und maximal 100% sein.

5.4 Sonstiges

Die Klärung ist zu machen. Insofern können die Mischherbauten weggelassen werden. Billigt diesen Verfahren. Von welchem wird nach dem Bericht über Erfahrungen mit Verifizierung Mischern gegeben.

Vorbereitung	=	10 Behälter	je 100
Tanklager	=	10 Behälter	je 100
Endlager	=	2 Behälter	je 750

Die Erstellung der Lager hat ebenfalls unter Aufsichtstechnischen Gesichtspunkten zu erfolgen (Zwischenräume zwischen den B₃ Behältern, Überbedeckung).

Für den Fall, dass Bedienungsgang und Gostige Ventile beschädigt werden, macht Herr Dir, soll den Verschluss, direkt über einen Tank ein Notventil anzubringen.

Als erforderliche Stickstoffmenge werden 30 m³/h genannt, wenn stark verladen wird.

Da Stickstoff-Mangelberuscht, wird der Vorschlag gemacht, stattdessen CO zu benutzen. Laut fernmündlicher Auskunft bei Dr. Strätz und Dr. Kaufmann bestehen dagegen keine Bedenken, wenn das Gas schneefrei ist. Bei schwefelhaltigen Gasen ist eine Gasreinigung erforderlich.

Für die Verdrängung von Abgasen soll während des Krieges keine Packel gewählt werden. Die Gase sollen durch ein hohes Rohr an Pumpenanschlüssen an der Längsseite ins Freie ablassen werden.

Über die Verteilung der Behälter wurde im einzelnen folgendes festgelegt:

Im Eingangsbereich bleiben 8 Behälter (30 Stunden Vorrat) und 2 Stück entfallen.

Hinter der Luftabsaugung bleiben 5 Behälter (28^h), hinter der Gaskondensation entfallen 2 Tanks mit der Stabilanlage. Der hinter der Feinabscheidung vorgeschaltete Behälter entfällt. Hinter der Langzeitbox verbleiben die 4 Tanks, es ist aber Platz für weitere Behälter im Tanklager frei zu lassen. Hinter der AL-Vordestillation (Sampi) bleiben 2 Behälter. Der Behälter hinter der Adressstation entfällt, dafür Vekna-Kolonie (25 m überirdisch). Vor der Nitropropionsierung bleiben 2 Behälter vor der Mischanlage 5 Behälter und hinter der Kalibrom-Kondensation bleibt 1 Tank. Über die neue Kampfbauung der 1. Kette soll ein neuer Tankplan aufgestellt werden.

10) Kosten und Materialbedarf

Die Aufstellung der Kosten und des Materialbedarfs ergeben sich fol-

a) Hauptanlagen

Anlage	Bay Nr.	K o s t e n in R.			Materialbedarf in to.		
		ATA	BTA	Gesamt	ATA	BTA	Gesamt
Waldschneideger.	351	570	150	730	540	60	600
2-Deut. u. Kreis- Lehr-Deut.	352	2900	300	3200	2000	120	2120
Erziehungslehger	354	540	150	690	500	55	555
Spaltanlage	358	2300	1200	3500	2000	700	2700
Bedienungsgehäuse	359	250	120	370	130	40	170
Verdampfer, Kühler	363	unter 358 enthalten					
Gasometer	361	140	110	250	300	40	340
Gasdruckmessung	362	800	300	1100	580	150	730
Kühlpumpen	360	850	240	1090	600	120	720
Olwäse	356	260	65	325	190	30	220
Mischeranlage	355	750	550	1300	650	200	850
Feinwäsch. u. Laugewäsche	357	470	160	630	400	60	460
Schlusslehger	364	200	60	260	260	20	280
H ₂ O ₂ -Konzentrie- tion	368	420	150	570	270	80	350
H ₂ O ₂ -Lehr	367	220	160	380	200	60	260
Stop-Lehr		50	30	80	70	10	80
Summe a		10720	3755	14475	8590	1745	10335

b) Nebenanlagen

Geländeaufschluss			200	200			
Bohrbrücken u. Rohre	500	500	1000	750	500	1350	
Strassen u. Gleisanl.		140	140		40	40	
Gebrauchswasservorl.		150	150		100	100	
Kanalisation u. Trinkwasser		150	150		80	80	
Kabel, Trafostation u. Fernsprechanlagen	560	200	560	100	30	130	
Erweiterung d. Dampf- energie							
Übertrag:		860	1340	2200	850	850	1700

160000070

Blatt 11 zur Aktennotiz vom

Kosten in 1.000 RM.

	MfA	BfA	Gesamt	MfA	BfA	Gesamt
Übertrag:	660	1340	2200	650	875	1795
Erweiterung der Wasserversorgung						
Erweiterung d. Gasanteils						
Erweiterung der Verleianlage						
Werkstatt u. Werkzeuge 30 x 15 m	60	50	110	60	10	80
Magazine u. Magazine		75	75		15	15
Summe b	920	1465	2385	920	875	1795

c) Sonderkosten:

Kosten in 1.000 RM.

Kosten f. Planung und Konstruktion	1.200
Kapitalkosten & Bauzinsen	1.000
Siedlung	300
Minderleistungen	800
Risiko u. Unvorhergesehenes	1.000
Summe c	4.300

Zusammenstellung

Kosten in 1.000 RM.

	MfA	BfA	Gesamt	MfA	BfA	Gesamt
Hauptanlagen	10.220	3.355	13.575	8.600	1.715	10.315
Nebenanlagen	920	1.465	2.385	920	875	1.795
Summe a & b	11.140	4.820	15.960	9.520	2.590	12.110

+ Summe c 4.300
 insgesamt 21.150

Blatt zur Aktennotiz vom

11. Energiezahlen.

Unter Berücksichtigung von 8 000 Betriebsstunden im Jahr werden die Energiezahlen durchgerechnet und folgende Werte aufgestellt: (Dampfverbrauch ist auf den Winter bezogen).

Ben	Strom kWh	Dampf M.D. t/h	Dampf M.D. t/h	Wasser m ³ /h	Gas Mio. m ³ /h
Eingangslager und Zwischenlager I	15		0,3		
AT- u. Vorwärmlager	150	0,0	27,0	1200	
Zwischenlager II	50		0,5		
Spaltenlage	250		1,0	75	4,4
Bedienungsbau	10		1,0		
Verdampfer, KÜHler			2,0	50	
Geometer			1,0	5	
Gas-Kompressorbau	750		1,5	100	
Kühlpumpen-Kompressor- bau	200		1,0	100	
Ölwäsche	30	1,5		50	
Mischanlage	250		3,0	5	
Reinabscheidung u. Laugenwäsche	200		4,0	5	
Schlusslager	20				
H ₂ SO ₄ -Konzentration	20		0,5	50	0,75
H ₂ SO ₄ -Lager	10		0,5		
Summe	2003	7,5	43,3	1540	5,15

Für die Wasserversorgung sind zusätzlich 500 m³ erforderlich.

Ein 10. Kessel braucht nicht aufgestellt zu werden. Die in den Aufstellungen zusammengefassten Schiederte sollen von uns nochmals überprüft werden und dann berichtet in den Deckblättern zur Beauftragungsbeurteilung vorgelegt werden.

FRIEDRICH UHDE
Ingenieur-Büro
und Fabrik für chem. Apparate
Zweigbüro LEUNAWERKE

3042-17

Geheim!

30/4 977

752

Zweigbüro Leuna Werke

Durchdruck an die Herren:

7 x Schlesien

Dir. Dr. von Staden

Dir. Dr. Strombeck

Dir. Dr. Giesen

Dir. Dr. Herold

Dir. Dr. Köhler

Dr. Ringer (I.G. Berlin)

Dr. Schellmann "

Obering. Dr. Sackmann

Obering. Keinke

Dr. Langheinrich AWP

Dr. Fischer

Dr. Kaufmann

DI Weidmann

DI Palzer

DI Neuber

DI Reichardt

DI Stanjek

1 x Akte

Dr. Oldenhage

Ing. Liebscher

Ing. Chlapik

7.7.42

Aktennotizüber die Besprechung mit: Oberschlesische
Hydrierwerke Blechhammer

in Leuna am: 19. u. 20.6.42

Anwesend: die Herren

von Blechhammer

Dr. Krönig 19.6.

Obering. Fuschhüller

Dr. Beyer

Reg. Baum. Schmid

DI Dibbern

DI Dobblin

Volgt

Dr. Schellmann I.G. Berlin

von Uhde-Leuna

Dir. Dr. Köhler zw.

DI Palzer

DI Neuber 20.6.

DI Reichardt

DI Stanjek

Ing. Liebscher

Ing. Chlapik 20.5.

Dr. Oldenhage

Betr.: AT 244/Schles. - Überprüfung und Berichtigung der
Baureifeerklärung

Die Forderung des Reichsamtes für Wirtschaftsausbau auf eine grösstmögliche Einsparung an Bauvolumen und Eisenverbrauch an den AT 244-Anlagen machte eine nochmalige Besprechung über die Baureifeerklärung notwendig. Die inzwischen gesammelten Erfahrungen in den T 52-Anlagen Leuna, Scholven und Stettin in ehem. und betriebs-technischer Hinsicht wurde hierbei berücksichtigt und verwertet.

1) Zahlenwerte über Eingangs- und AT-Produkte

Für die Auslegung der AT 244-Anlagen sind von den drei Ausbaustufen I, II und III der Hydrierung die Werte von Ausbau I zugrunde zu legen.

Ausbau II der Hydrierung ist grundsätzlich genehmigt, eine Eisenzuteilung ist verbindlich aber nicht erfolgt.

Ausbau III der Hydrierung ist unverbindlich genehmigt, über Eisenzuteilung ist noch garnicht diskutiert.

Die Butan-Werte bei Ausbau I betragen:

Bei Autobenzin :	12 000 $i-C_4H_{10}$	27 000 $n-C_4H_{10}$ (in Jato)
bei DHD	: 23 000	36 500

AT I ist so auszulegen, dass die alten, daraus als Mittelwerte ent-standenen Mengen von

16 500 $i-C_4H_{10}$ und 31 000 $n-C_4H_{10}$

normal verarbeitet werden können, dass aber auch die DHD-Mengen zusätz-lich bewältigt werden können.

Es ergibt sich dann eine Butanmenge von

21 500 i-C₄H₁₀

36 500 n-C₄H₁₀

60 000 jato Butan als Eingangsprodukt
=====

Bei einer Bilanz von 60 000 jato Butan gibt es praktisch keine Reserve. Apparatetechnisch entsteht aber dadurch kein Engpass.

2) Betriebsstunden

Bisher war bei der Baureifeerklärung mit einer Betriebszeit von 7000 Jahresstunden gerechnet worden. Auf Grund der an T 52-Anlagen gemachten Erfahrungen wird diese Zahl auf 330 Tage = 8000 Jahresstunden erhöht. Dann verringert sich der stündliche Durchsatz der Anlage entsprechend im Verhältnis 8 : 7. Das hat eine Verkleinerung der Anlage zur Folge.

3) Eingangsprodukt:

Bei 8 000 Jahresstunden sind die Eingangsmengen in t/h

-C₄H₁₀ = 2,94

-C₄H₁₀ = 4,56

3H₂ = 0,4

5N₂ = 0,10

8,00 stuto

davon = 7,5 stuto Butan

Die Fertig-AT-Menge beträgt 52 000 jato.

4) Dehydrierung

Die Ausbeute- und Umsatzwerte können vergrößert werden.

Bisher wurde mit einer Ausbeute von 80 % und einem Umsatz von 25 % gerechnet. Jetzt können entsprechend 85 % und 25 % zugrundegelegt werden. Es soll versucht werden, diese Zahlen nach Einführung eines noch zu untersuchenden für die n-C₄H₁₀ - Dehydrierung vorgesehenen Kontaktes künftig weiterhin zu steigern. Mit diesem Kontakt werden augenblicklich in Leuna noch Versuche gemacht, die bis jetzt durchaus die Aussicht auf künftig noch höhere Werte rechtfertigen.

Die in Scholven im Spaltfenbetrieb an den FF-30-Rohren aufgetretenen Mängel sind in erster Linie auf sehr ungünstige Einbaumaßnahmen der Bohrbündel zurückzuführen.

Die Mängel bestanden im Auftreten von Schweißnahtbrüchen an den Linschweißstellender Kontaktrohre in den Rohrbündelboden. Der Einbau der Rohre erfolgte bei sehr tiefen Aussentemperaturen auf der Baustelle. Bei Reparaturen wurden die Rohre bei verhältnismässig hohen Ofentemperaturen wieder in den Ofen gebracht. Diese grossen Temperaturgegensätze hatten einen ausserordentlich ungünstigen Einfluss auf das temperaturempfindliche FF-30-Material. In Scholven handelt es sich also um Baustellenfehler, Das Rohrsystem in Scholven ist von Anfang an krank. In Stettin sind diese Schwierigkeiten nicht aufgetreten.

Die Rohre sollen nicht mehr aus Sicr.12 oder FF-30-Material hergestellt werden sondern aus Sicr.8. Die Rohrbündel werden nicht mehr auf der Baustelle geschweisst, sondern als fertige Aggregate von Thyssen zur Baustelle geliefert. Durch diese Massnahme dürften die Scholvener Fehler vermieden werden, zumal die Temperaturen bei der $n-C_4$ - Dehydrierung um $30^\circ C$ gesenkt werden.

Statt der zuerst gewählten 56-er Kontaktrohre werden 70-er Rohre genommen. Die Kontaktbelastung erhöht sich dadurch von 1 : 600 auf 1 : 700. Der rechnungsmässige Kontaktraum im Ofen beträgt bei den 56-er Rohren 1,5 cbm und vergrössert sich bei den 70-er Rohren um 56 %, also auf 2,3 cbm. Bei der angenommenen Kontaktbelastung ergibt sich damit ein stündlicher Gasdurchsatz von $1600 \text{ Nm}^3/\text{h}$ oder 4 t/h Butan / Ofen. Bei einer Ausbeute von 85 % und einem Umsatz von 25 % kann ein Ofen also 850 kg/h Olefine erzeugen.

Nach den vorliegenden Werten für Eingangsprodukte sind 3,69 t/h zu dehydrieren. Das ergibt 3,13 t/h Olefine. Dafür sind 3,7 Ofen erforderlich. Es sind 4 Ofen in Betrieb zu nehmen, die 3400 kg/h Olefine erzeugen können. Darin liegt eine kleine Reserve. Weiter wird durch den für später vorgesehenen endgültigen Kontakt noch eine weitere Reserve geschaffen.

Ein 5. Ofen wird als Vollreserve aufgestellt.

Es sind 3 Reg-Ofen erforderlich, davon 1 Ofen in Reserve. Der Entwurf wird besprochen. Die neue Konstruktion der Reg-Ofen erfordert höheren Druck im Wälzgasgebläse. Es muss noch die Frage geprüft werden, ob die Ofen für schwefelhaltiges Gas geeignet sind. Ofen heizt sich im Wälzverfahren selbst. Nur für Anfahren wird Gas benötigt.

Die Kühltaschen entfallen. Statt der bisherigen Einrichtung aus Streckmetall (Beschaffung schwierig), wird der Einbau eines Maschensiebkorbes mit 2 mm Maschenweite aus 1 mm Sicromal 8-Draht gewählt werden. Der Gasbedarf stimmt mit dem Heizgaswert aus der Anlage ungefähr überein.

Anfallende Gase sollen jedoch mit in den Prozess geführt werden. Es waren an Heizgas vorgesehen 10,0 Mill. WE/h. Der Heizgasbedarf wird festgelegt mit 2,1 Mill. WE/h Ofen, für 4 Ofen also 8,4 Mill. WE/h. Für die H_2SO_4 -Konzentration kommt ein Gasbedarf von 1,2 Mill. WE/h hinzu, so dass der Gesamtheizgasbedarf 9,6 Mill. WE/h beträgt.

Der Arbeitsaufwand wird durch die vorhandene Logistik gedeckt.
Auf die AT 244-Anlage entfällt also kein Voranteil, ist
Ausnahme der Verkleinerung aus AT-Feld.

Der für 10 000 cbm vorgesehene Kompressor wird aus luftschutz-
technischen Gründen auf 5 000 cbm Inhalt verringert. Damit
ist noch eine Möglichkeit ca. 1/2 Stunde gegeben.

Es ist vorzusehen, dass er entsprechend der Jahreszeit wahlwei-
se im Haupt- oder Nebenschluss gefahren werden kann.

5. Askondensation

Gase, die bisher über Kopf gingen, gelangen jetzt mit in
die Alkylierung (1/3 Propan, 2/3 Propylen), wo das Pro-
pylen mit alkyliert, während das Propan über Kopf geht.
Ein Gehalt bis zu 15% Propylen verschlechtert das AT-Produkt
nicht wesentlich, wenn auch die Oktanzahl etwas herunter-
geht. Das aus der Spaltenanlage kommende Propylen macht ca.
6 - 7% der Olefinmenge aus. Die Stabilisierungskolonie
kommt in Fortfall.

Bei 2,7 bar fallen 10 800 cbm/h effektive Gasmenge an.

Die Förderleistung der stehenden zweistufigen Kolbenkom-
pressoren SZM 342 beträgt 4400 cbm-effekt/h. Es sind
also 2,4 Kompressoren notwendig, aufgestellt werden 4 Kom-
pressoren, davon 1 Kompressor als Vollreserve.

Beim Maschinenhaus sowie bei allen übrigen Bauten sind
die Luftschutzbauvorschriften zu beachten.
Die Fensterunterkante liegt in Kompressorhöhe. Je zwei Kom-
pressoren sind durch eine 4 m hohe Spalterschutzwand von
40 cm Stärke zu trennen.

Um an Bauvolumen zu sparen werden die Kompressoren über
zusammengerückt. Der Abstand zwischen den Kompressoren wird
auf 6,8 m ohne und auf 7,4 m mit Spalterschutzwand fest-
gelegt. Der Luftraum wird in einen Luftraum unterteilt, ebenso
auch Luftraum für 1. Material. Für Fenster sind keine
Lüftungslöcher vorzusehen.

Die Kran-Längsbewegung erfolgt von Hand (nicht elektrisch);
dadurch kann die Höhe zwischen Oberkante Kranrückel und
Nachvor 1,8 m auf 0,6 m reduziert werden.

Zur Frage, ob Türen und Fenster aus Holz oder Eisen herzu-
stellen sind, berichtet Herr Leuber, dass vorerst keine
Verfügung besteht, diese in feuergefährlichen Betrieben
anders als in Eisen auszuführen.

Die hier besprochenen Massnahmen aus luftschutztechnischen
Gründen und zur Verkleinerung des Bauvolumen sind grundsätzlich
entsprechend auch bei anderen Gebäuden anzuwenden.

6. Mischeranlage

Bei 5,89 t/h Roh-AT und einem Alkylatspiegel von 17,8 % ist ein Durchgang von 38,7 t/h zu bewältigen. Durch eine Erhöhung der Belastung der Rührwerke wird die Mischenzahl vermindert. Der Flüssigkeitspiegel wird von 1,6 m auf 2,0 m erhöht und die Verweilzeit von 60 auf 50 Minuten herabgesetzt. (Versuche haben ergeben, dass eine Verweilzeit von minimal 40 Minuten erforderlich ist). Dadurch ist eine theoretische Mehrbelastung von 50 % gegeben. Es ist eine tatsächliche Mehrbelastung von ca. 30 % möglich, es erhöht sich also der Durchsatz von $6 \text{ cbm/h} = 3,5 \text{ t/h}$ auf $8 \text{ cbm/h} = 4,5 \text{ t/h}$ pro Gefäß.

Für den Durchsatz von 38,7 t/h beträgt die erforderliche Mischenzahl = 8,6. Aufgestellt werden 10 Mischer, davon dient einer als Reserve. Bei Vollbetrieb von 4 Öfen wären 9,4 Mischer notwendig.

In Mischerbau werden auf der einen Seite des Bedienungsganges 4 auf der anderen Seite 6 Mischer aufgestellt. An beiden Enden des Baues befindet sich je ein Montagefeld.

In der Kühlbutananlage fallen $32 \text{ t/h} = 12 \text{ 300 Ncbm/h}$ an. Dafür sind durch Dampfturbinen angetriebene, mehrstufige Jäger-Turbo-Gebläse mit einer Leistung von 12 000 cbm/h vorgesehen. Es werden 2 Gebläse aufgestellt, davor 1 als Reserve.

7) Feinabscheidung und Laugewäsche

Um Produkt und Säure voneinander zu trennen, ist eine möglichst hohe Verweilzeit anzustreben. Bei 70 cbm/h und einer Verweilzeit von 3 - 4 Stunden sind 4 Feinabscheider aufzustellen. Reserve ist nicht vorgesehen.

Die Laugewäsche ist zweistufig. In der ersten Stufe wird mit verbrauchter Lauge vorgewaschen.

Scholven hat mit Orifice-Mischern gute Erfahrungen gemacht. Danach können die Mischerpumpen wegfallen. Leuna billigt dieses Verfahren. Von Scholven wird uns noch ein Bericht über Erfahrungen mit Orifice-Mischern zugehen.

8) Iso-Anlage

Das Verfahren wird durchgesprochen.

Die Iso-Anlage hat bei 8 000 Betriebsstunden $0,93 \text{ t/h i-C}_4$ zu liefern. Es ergeben sich 7 cbm/h Umlaufmenge. Dafür sind $4 \times 3,5 \text{ qm}$ Ofenquerschnitt erforderlich. Es werden 4 Öfen mit 1700 mm Durchmesser aufgestellt. Davon sind 2 Öfen in Betrieb, 1 Ofen ist Kontaktwechselreserve und 1 Ofen als Vollreserve. Die Öfen sind in Zeitabständen von 3 Wochen neu zu füllen.

Die Iso-Anlage erhält eine eigene 2. Laugewäsche. Dadurch Dampfersparnis. Sie wird direkt an die Isomerisierung angeklebt.

Die Beschaffung und Lagerung der Kontakte wurde eingehend erörtert. Der Jahresbedarf an Chlorwasserstoff und Aluminiumchlorid beträgt je 73 t / Jahr. Schlesien will versuchen, die erforderlichen Chlorwasserstoffmengen aus Heydebreck geliefert zu bekommen. AlCl_3 soll von I.G. Ludwigshafen bezogen werden. Die Lieferung der Kontakte soll in Leihfässern von 200 kg bzw. in Leihflaschen von $26,5 \text{ kg}$ erfolgen.

Herr Palzer wies darauf hin, dass alle im Kreislauf liegenden Kondensatoren und Verdampfer so konstruiert sind, dass beim Undichtwerden der Hochböden nicht Wasser mit Chlorwasserstoff innerhalb des Kreislaufes zusammen kommen kann. Das wird dadurch erreicht, dass Doppelböden gewählt werden, bei denen die Zwischenräume zwischen diesen Böden nach aussen hin offen sind.

In verfahrenstechnischer Hinsicht wurde die Frage aufgeworfen, warum im Kreislauf dem Kontaktofen zunächst Kondensator und Nachkühler und dann wieder ein Wärmeaustauscher nachgeschaltet werden, warum also zuerst Abkühlung und dann wieder Aufwärmung erfolgt, wobei ein Behälter zwischendurch geschaltet wird. Diese Frage wird dahingehend beantwortet, dass einmal durch den Kühlvorgang die Verwendung einer Umpe möglichst gemacht wird. Die Benutzung eines Kompressors würde zu Materialschwierigkeiten führen. Zum anderen wirkt bei der vorgesehenen Anordnung der Behälter weitgehendst als Puffer.

Die Iso-Anlage soll nicht ins Freie gestellt werden. Ein Gebäude ist notwendig.

Bei Ausfällen der Isokolonne muss zurückgefahren werden.

9. AT-Kreislaufdestillation

An der Grösse und Anzahl der 3 vorgesehenen Destillationskolonnen wird nichts geändert. Das Produkt aus der Iso-Anlage wird nicht mehr in die AT-Destillation, sondern unmittelbar in die Butantrennung gegeben. Durch wird ca. 1 t/h Dampf gespart. Das unter Umständen noch Salz enthaltende Produkt aus der Iso-Anlage wird immer in dieselbe Kolonne gegeben. Da in die Iso-Anlage keine Olefine gelassen dürfen, wird ebenfalls das Eingangsprodukt, das evtl. Olefine enthalten kann, in die gleiche Kolonne gegeben. Die beiden restlichen Butankolonnen trennen nur Kreislaufprodukte.

Da die erstgenannten Produkte einen höheren n-C₄-Spiegel haben als das Kreislaufprodukt, ist vor Ude-Dörnmund erst noch zu untersuchen, wieviel Kreislaufprodukt zusätzlich in die erste Butankolonne gegeben werden muss, um die gleichmässige Belastung aller 3 Kolonnen zu erhalten.

Jede Kolonne erhält ihr Eingangsprodukt aus einem eigenen Lagerbehälter über eine eigene Zulaufpumpe. Der Iso-Anlage darf Eingangsprodukt nur aus dem Sumpf der Kolonnen II und III zugeführt werden. Die Schaltung der 3 Kolonnen wird dementsprechend ausgeführt. In der Entpropanisierung müssen jetzt zusätzlich noch die C₃-Kohlenwasserstoffe aus der Spaltanlage über Kopf getrieben werden.

10. Schwefelsäure-Konzentration

Aus Gründen der Bauvolumenverminderung wurde die Frage erörtert, ob die Kessel ins Freie gestellt werden können. Dies wird grundsätzlich abgelehnt. Eine endgültige Klärung steht noch aus.

Die Leistung der H_2SO_4 -Konzentrationsanlage beträgt normal 8 % und maximal 10 % der Fertigung-AT-Menge.

11) Allgemeine Aussprache über Bauplanung und Kontingentierung

Die von Uhde angegebenen Bauzeittermine sind der 1.12.1943 gegenüber dem Amt und der 1.10.43 gegenüber den Firmen für die Fertigstellung bei Baubeginn in Frühjahr 1943.

Herr Palzer weist darauf hin, dass dort mit dem Bauen zu beginnen ist, wo die Montage am schwierigsten ist. Das sind Ofenhaus, Mischerbau und Bedienungshaus. Deshalb sind die Fundamente hierfür möglichst bis Ende Oktober dieses Jahres fertigzustellen.

Der Leutemangel ist heutesehr gross. In Schlesien fehlen heute noch 3 000 Mann auf der Baustelle, maschinentechnisch fehlen ca. 1800 Mann heute schon.

An Bausumme steht in diesem Jahre ein Betrag von 2 Millionen RM, im nächsten ein solcher von 8,8 Millionen RM zur Verfügung.

Es wird festgestellt, dass es nicht möglich sein wird, Sonderkosten einzusparen. Die Sonderkosten werden von Schlesien aufgestellt.

Die Minderleistung wird mit 35 % angegeben. Die Erstellung von Baubarracken ist unbedingt notwendig, sie finden später als Labor und andere betriebsnotwendige Räume Verwendung.

Ebenfalls muss eine Werkstattbaracke aufgestellt werden. Der Weg zum Hauptwerk ist mit 1,8 km zu weit. Die Zeitverluste, die dadurch entstehen würden, wären untragbar.

Für den Barrackenbau wird Herr Dipl. Ing. Neuber einen Terminplan aufstellen. Lageplan ist an Baubüro Schlesien und Ölbau einzureichen.

Ein stufenweises Bauen muss von vorneherein abgelehnt werden, weil dadurch die sehr gefährliche Ansammlung von Butangasen in Gruben möglich wäre.

Zur Frage der Eisenkontingentierung wurde gesagt, dass Ölbau das Kontingent aus Schlesien II nimmt. Ölbau muss in jedem Quartal an Uhde melden, wieviel Eisen verbraucht ist.

Durch einen geeigneten Passus ist festzulegen, dass Eisenkontingente nicht doppelt gefordert sind. Dem Amt gegenüber muss darüber volle Klarheit herrschen. Sonstige Änderungen treten nicht ein.

In einer Besprechung sollen von Uhde der Ölbau die notwendigen Unterlagen vorgelegt werden, damit von Ölbau Angaben über den Eisenbedarf gemacht werden können.

12) Lager

Wenn bei Fortfall von Behältern Annullierungskosten entstehen, dann ist bei Schönen Rückfrage zu halten. Nur abbestellen mit Einverständnis.

Das Eingangslager erhält 18 Behälter à 100 m³. Es ist kein Behälter einzuspazieren.

Im Zwischenlager I entfallen 3 Behälter, darunter auch der Misch-tank. Es verbleiben 12 Stück à 100 cbm.

Die Behälteranzahl im Zwischenlager II geht von 16 auf 14 zurück. Im Schlusslager kommt ein Behälter neu hinzu (9).

Die Gesamtbehälteranzahl geht also von 57 auf 53 zurück. Diese 4 Behälter werden für das H₂SO₄-Lager gebraucht.

Über die Förderung des Produktes aus dem Schlusslager wurde ge-sagt, dass entweder Stickstoff verwendet oder mit Tauchpumpen gearbeitet werden soll.

Herr Falzer machte den Vorschlag, das Fertigprodukt mittels Stickstoff zu einem tieferliegenden kleinen Pumpenhaus zu drücken und von hier weiterzupumpen.

13. Energiezahlen

Unter Berücksichtigung von 8 000 Betriebsstunden im Jahr werden die Energiezahlen durchgesprochen und folgende Werte aufgestellt.

Bau Nr.	Strom kW	D a m p f		Wasser		Gas	
		HD. t/h	ND t/h	R ₃ Wasser m ³ /h	R ₂ Wasser m ³ /h	R ₁ Wasser m ³ /h	Mio. WE/h
Frankleger	7	-	1,0	-	-	-	-
Kreislauf-Dest.	160	7	27	2000	100	-	-
Distillation	120	4	22	1700	100	-	-
Zwischenlager I	35	-	0,7	-	-	-	-
Zwischenlager II	35	-	1,0	-	-	-	-
Spaltanlage	480	-	1,5	1170	-	-	8,2
Bedienungsh. u. b.	14	-	1,0	-	-	-	-
Kühler u. Verdampfer	2	-	3,5	300	-	-	-
Isometer	11550	-	2,0	5	-	-	-
Leichtmet. Gas-Kond.	25	-	2,0	540	-	-	-
Kohlbutan	21	21	1,0	600	20	-	-
Mische	375	1,8	-	50	-	-	-
Mischerbau	380	-	3,0	5	-	-	-
Abdeck. u. Isogewächse	160	-	5,0	5	-	-	-
Is-Anlage	60	4	1,5	300	-	-	-
Abflusslager	18	-	-	-	-	-	-
20% Konzentration	28	-	1,5	155	1 m ³ Kond.	1,0	-
Summe	3103	37,8	73,7	5830	220	9,2	

Bau	K o s t e n			Eisenbedarf		
	MTA in 1000 Rm.	BTA in 1000 RM	Gesamt in 1000 RM	MTA to	BTA to	Gesamt to
Summe Baracke	60	205	265	70	45	115
Summe (Ges.)	15310	5160	20470	11950	2420	14370
Sonderkosten		1500	1500		150	150

Die Gesamtkosten liegen im Vergleich zu den früheren Ausbaustufen bei Zugrundelegung spezifischer Zahlenwerte etwa 7% zu hoch.

Die Kosten sollen von uns nochmals überprüft werden und dann be-richtigt in den Deckblättern zur Baureifeerklärung vorgelegt wer-den.

Der Eisenbedarf erscheint in der Zusammenstellung verhältnismässig niedrig. Das liegt daran, dass infolge der Baugeländeverhältnisse ein Mehrkostenaufwand bei geringem Eisenbedarf notwendig ist. Zum anderen steigt noch der Eisenbedarf durch Rohrbrücken.

Reinhold

8320
1490

FRIEDRICH UHDE
Ingenieur Büro
und Fabrik für chem. Apparate
Zweigbüro LEUNAWERKE

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 89 RStGB in der Fassung des Gesetzes vom 24. 4. 1934.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postbeförderung als "Einschreiben".
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter gesichertem Verschluss.

7 52
180000083

Dr. Ing. Reichardt

3042-18

30/407

Hydrierwerk Pölitz

B

Leuna

9. und 10. Juni 1942

die Herren:

- 5 x Pölitz
- DI Palzer
- Dir. Dr. von Staden
- Ing-Plesse
- Dir. Dr. Strombeck
- DI Reichardt
- Dir. Dr. Giesen
- 1 x Akte
- Dir. Dr. Harold
- Dir. Dr. Köhler
- Dr. Ringer I.G. Bln
- Obering. Dr. Sackmann
- Obering. Keinke
- Dr. Langheinrich AWP
- Dr. Fischer/Dr. Strätz
- Dr. Kaufmann/Dr. Nowotny
- Dr. Pohl
- DI Weidmann

die Herren:

- von Pölitz:
- Herr Dr. Rüttner
- DI Weidmann (10.6.)
- " Dr. Järtz
- Borsig: zeitweise)
- " DI Fischer
- Dr. Hoffmann) 9.6.
- " Ing. Schneider
- Dr. Löhr) zeitw.
- " NBws
- Uhde-Leuna:
- Dir. Dr. Köhler
- vom Ammoniakwerk:
- Herr DI Palzer
- " Dr. Fischer
- Ing. Plesse
- " Dr. Pohl
- DI Reichardt

AT 244/Stett
Dr. Kö/pz/Pl.

29. Juni 1942

me 26

AT 244/Stett - Überholung der Baureifeerklärung

Es wurde die gesamte AT-Anlage Stettin unter Berücksichtigung der inzwischen in den T 52-Anlagen Leuna, Scholven und Stettin seit Jahr gesammelten Erfahrungen durchgesprochen und geprüft, welche Änderungen hierdurch erforderlich und vor allem welche Einsparungen hiernach möglich geworden sind. Die Auslegung der Anlage, die sich nach Festlegung dieser Änderungen und Einsparungen vom Reichsamt geforderten Überholung der Baureifeerklärung zugrundegelegt. Demgemäß wurden auch neue Anlagekosten, Kostenbedarf und Energiezahlen ermittelt.

Betriebsstunden:

Nach den oben erwähnten Erfahrungen und der dadurch geförderten Weiterentwicklung des Verfahrens und der Anlageteile ist nicht mehr mit längerem Stillstand für die gesamte Anlage zu rechnen. Demgemäß werden der Auslegung der Anlage jetzt eine Betriebsstundenzahl von 8000 = 330 Betriebstage statt früher 7000 zugrundegelegt. Der stündliche Durchsatz verringert sich dadurch im Verhältnis 8:7.

Vortrennung:

Die Butantrennanlagen von Koppers kann max. 10 t/h trennen. Für den Ausbau I sind 63-800 jato = 7,97 t/h zu trennen. Die Anlage ist also ausreichend und erfordert keine Änderungen.

Spaltanlage:

In der Spaltanlage wird mit dem neuen Kontakt für die n-C₄-Dehydrierung jetzt mit folgenden Werten gerechnet:

Rat/Z.

b.w.

25 % Umsatz
85 % Ausbeute
1 : 700 Kontaktbelastung.

Der rechnungsmässige Kontaktinhalt beträgt bei den 0-er Rohren 2,3 cbm (gegenüber 1,5 cbm bei den 56-er Rohren). Der stündliche Durchsatz des Gases / Ofen beträgt somit 1600 Norm/h = 4 t/h Eisen. Die Glanzenerzeugung somit 850 kg/h. Der Glanzbedarf beträgt 2,945 t/h bei 8000 Betriebsstunden. Es sind somit 3,5 Ofen erforderlich, d.h. es müssen zeitweise 3 und zeitweise 4 Ofen gefahren werden. Bei 5 aufgestellten Ofen ist somit eine ausreichende Reserve von durchschnittlich 1,5 Ofen vorhanden. Die geplante Erweiterung des Ofenhauses und Aufstellung eines 6. Ofens enthält somit. Bangespart werden RM 675 000,- BMA und RM 620 000,- RTA.

Die Schliesszeiten der Hauptöfen bleiben die gleichen und es können auch weiterhin auf je 2 Hauptöfen im Betrieb ein Neg-Ofen im Betrieb.

Die Anzahl der Neg-Ofen bleibt also 2 + 1. Erweiterungen sind nicht erforderlich. Die Ofen werden auch vorerst nicht ausgebaut, da auch die alte Konstruktion inzwischen genügend betriebstüchtig ist, und der Umbau eine Erhöhung des Gebläse-drucke auf 350 mm WS erforderlich machen würde.

Die Filter und Verdampfer (für je 3 Ofen 1 Verdampfer) reichen aus.

Der Filterbau wird vorerst beibehalten.

Der Gasverbrauch der Spaltöfen beträgt in Leuna 1,6 Mill. WE/h, in Scholven 1,8 Mill. WE/h und für Stettin wurden für einen kürzeren Betriebsdauer 1,5 Mill. WE festgestellt. Wegen der späteren höheren Belastung der Ofen wird mit 1,6 Mill. WE/h gerechnet und es ergibt sich bei 3,5 Ofen ein durchschnittlicher Gasverbrauch von 5,6 Mill. WE für die Spaltöfen.

Konzentration insgesamt 8,6 Mill. WE/h

Für den vorhandenen Gesamtteil für 1-52 sind abzusetzen 3 x 1,6 = 4,8 Mill. WE/h, somit bleibt ein Neubedarf von 2 Mill. WE/h. Dies entspricht der halben Leistung eines Generators. Es ist also noch ein Generator aufzustellen.

+) Anmerkung:
Der grosse Unterschied im Wärmeverbrauch der Dehydrieröfen in den einzelnen Anlagen veranlasste Herrn OI Keinke am 10. und 11.6. zu einer hochmaligen Nachprüfung des Leunauer Gasverbrauches und Nachrechnung des Verbrauchs bei den späteren höheren Belastungen. Herr Keinke kam zu folgendem Ergebnis:

Ursprünglich war mit einem Verbrauch der Ofen von 1,1 - 1,2 Mill. WE/h gerechnet worden. Die jetzigen höheren Gasverbräuche entstehen höchstwahrscheinlich durch zu tiefe Temperaturen im Brenngas. Bei der zukünftigen Ofenbelastung ist mit einem Mehrverbrauch von 20 - 25 % zu rechnen. Bei der Leunauer und Scholvenener Fahrweise muss also in Zukunft mit 2 - 2,2 Mill. WE/h je Ofen gerechnet werden, während nach der Stettiner

29.6.42 Rat/z.

Fahrweise (und den ursprünglich angenommenen Werten) 1,6 - 1,7 Mill. WE/h zu erwarten sind. Da aber die Stettiner Zahlen nur für eine kurze Betriebszeit ermittelt worden sind, muss vorläufig mit den höheren Werten gerechnet werden. Um auf höhere Brenntemperaturen (die auch ursprünglich vorgesehen waren) zu kommen, schlägt Herr Keinke vor, die Brenner mit Silikonit auszukleiden. Nach Kriegsende ist durch Fahren mit Spitzenvorwärmern wieder eine Verbrauchsenkung von 10 - 15 % zu erwarten. Nach obigem ergibt sich für Pölitz ein Gasverbrauch von

	3,5 x 2,1 = 7,5	Mill. WE für die Spaltöfen
	und 1,2	Mill. WE für die H ₂ SO ₄ -Konzentration
	8,7	" "
./. 3 x 1,6 = 4,8	"	" für T 52
insgesamt	3,9	" /h

Dieser Bedarf kann ebenfalls durch den einen neuen Generator gedeckt werden.

Isomerisierung:

Das tatsächliche i-n-Verhältnis des Pölitzer-Eingang-Produktes ist noch nicht bekannt. Es wird aber erwartet, dass das bisher angenommene i-n-Verhältnis von 45 : 55 sich mehr nach 50:50 verschiebt und es wird deshalb für unzuweckmässig gehalten, die jetzt schon kleine Iso-Anlage zu bauen, zumal sie im Ausbau II wieder entfällt. Der Produktionsausfall wurde unter Annahme des jetzigen i-n-Verhältnisses und 4000 ja to AF, d.h. 8 % der Gesamtproduktion betragen bei einer Kostensparung von RM 800 000,- - 900 000,-. Das überschüssige n-C₃ kann in die bestehende Treibgasanlage gegeben werden. Es soll deshalb dem Reichsamt unter Darlegung dieser Verhältnisse vorgeschlagen werden, die Iso-Anlage vorerst nicht zu bauen. Sie wird somit auch nicht mehr in die Baureifeerklärung hineingenommen. Sollte sich später entscheiden, dass die Iso-Anlage mit Sicherheit gebraucht wird, so soll für sie eine gesonderte Baureifeerklärung eingereicht werden.

Destillationen:

Die gesamte Destillationsanlage ist so auszulegen, dass auch das Produkt aus der Iso-Anlage - falls sie doch aufgestellt wird - mit verarbeitet werden kann. Da zudem teils mit 3 teils mit 4 Öfen gefahren werden soll, muss sie die Produktion von 4 Öfen mit Sicherheit durchsetzen können. Für den Fall, dass kurzzeitig (bis zu 10 Tagen) mit 5 Öfen gefahren wird, muss sie auch diese Belastung allerdings als äusserste Spitzenlast unter Verzicht auf garantierte Reinheitsgrade und Energieverbräuche aufnehmen können.

Die Stabilkolonne hinter der Gaskondensation entfällt. Das aus der Spaltanlage anfallende kondensierte C₃ geht mit durch die Mischanlage, wobei das C₂H₆ (rund 2/3) mit alkyliert, während das C₃H₈ in der Entpropylisierung abgetrieben wird.

Die AT-Vordestillation ist bei 8000 Betriebsstunden nur noch mit 39,2 t/h (statt 45,8 t/h bei 7000 Stunden) belastet. Ausgelegt ist sie für 73,9 t/h und ist dementsprechend 2-stufig konstruiert. Da alle Teile schon bestellt sind, würde eine Umkonstruktion erheblichen Zeitverlust bei nur geringer Einsparung bedeuten.

In der Redestillation soll jetzt der Dampf vorerst mit 185°C (rund 5%) später 200°C (rund 2%) abgeschnitten werden, gegenüber früher 170°C. (rund 7%). Die vorgesehene atmosphärische Kolonne kann bei dem zur Verfügung stehenden Dampf den Sumpf nur bis 170°C absolut rein liefern, während das Kopfprodukt auch noch bei 200°C scharf eingestellt werden kann. Es wird deshalb die in der T-52-Anlage frei werdende Kolonne der Tetra-Destillationen nachgeschaltet und dann in dieser der Sumpf ausgekocht. Die Kolonne bleibt am alten Standort.

Für die Nachstabilisierung des AT-Produktes, die höchstwahrscheinlich nur für Sonderzwecke erforderlich ist, wird die fre werdende Stabilkolonne Ia aus der T 52-Anlage verwendet. Borsig wird prüfen, ob Umbauten erforderlich sind, die dann nach Stilllegung der T-52-Destillationen vorgenommen werden. Die Kolonne bleibt ebenfalls am alten Platz.

In der Butantrennung sind 32,2 t/h ohne Iso-Anlage und 34,3 t/h mit Iso-Anlage und bei Ausfall einer Kopperskolonne zusätzlich weitere 3 t/h Butan zu trennen. Es werden vorgesehen: 1 Kolonne mit 80 Böden (statt 2 hintereinander geschalteten mit je 40 Böden) und 2 Kolonnen mit je 40 Böden, die im Ausbau I hintereinander gefahren werden. Durch die Veränderung der Kolonnenzahl und die Belassung der beiden aus der T 52 Destillation übernommenen Kolonnen auf ihrem alten Platz wird erreicht, dass die gesamte Destillation in einem Bau untergebracht wird und die ursprünglich vorgesehene gesonderte Aufstellung der Butankolonnen wieder entfallen kann. Dass der Platz für sämtliche Kolonnen ausreichend ist, wurde von Borsig geprüft und am 10.6. bestätigt.

Für die Butantrennung ist von Uhde mit Borsig noch zu prüfen:

- 1) ob bei 4 Ofen-Betrieb die verlangten Reinheitsgrade noch erreicht werden.
- 2) welche Reinheitsgrade bei kurzzeitigem 5 Ofenbetrieb und Schaltung I zu erwarten sind.
- 3) welcher Ausbeuteverlust entsteht wenn beim Betrieb mit 5 Ofen unter Verzicht auf grösste Reinheitsgrade die beiden Kolonnen mit 40 Böden parallel gefahren werden (Schaltung II)

Die Entropenisierung ist bereits für Ausbau II ausgelegt und somit für alle vorgesehenen Fälle ebenfalls ausreichend. Alle Kolonnen werden über Zwischenbehälter gefahren. Die direkten Verbindungen werden nicht mehr vorgesehen, da direktes Fahren regeltechnische Schwierigkeiten bereitet. Die Gerüste aller Kolonnen werden zur Einsparung von BTA-Eisen in Eisenbeton errichtet.

Für den Fall, dass die Iso-Anlage gebaut wird, kann als HCl-Kolonne die jetzige Stabilkolonne I'b verwendet werden, allerdings ohne Zubehör. Borsig wird noch prüfen, ob eine solche Verwendung möglich ist.

Gaskondensation

Die maximal zu verdichtende Spaltgasmenge beträgt 10 400 cbm/h berechnet für den durchschnittlichen Betrieb mit 3,5 Öfen. Bei der Type SZVL 337 mit 3430 cbm/h Ansaugleistung sind dafür 3 Kompressoren erforderlich. Beim Fahren mit 4 Öfen fallen 11 000 cbm/h an und müssen 4 Kompressoren laufen. Da bisher nur 4 Kompressoren vorgesehen waren und mindestens 1 Maschine in Reserve stehen muss, ist noch ein 5. Kompressor nachzubestellen. Bei kurzzeitigem Spitzenbetrieb mit 5 Öfen (15 000 cbm/h) muss dieser dann auch mitlaufen. Die Anzahl der Kondensatoren scheint nach den bisherigen Erfahrungen ausreichend zu sein. Sie wird aber von uns noch einmal nachgeprüft.

Die Kälteanlage ist ebenfalls ausreichend.

Ölwäsche

Die neue Ölwäsche ist schon bei Bamag bestellt und für die vorliegenden Belastungen ausreichend. Die alte Ölwäsche bleibt als Teilreserve bestehen, und wird auf den erforderlichen Betriebszustand gebracht. Die erforderlichen Umbauten gehören deshalb noch zu T 52.

Mischeranlage

Der stündliche Durchsatz in der Alkylierung beträgt 44 t/h. Bei der neuerdings festgesetzten Verweilzeit von 50 statt früher 60 Minuten und Höhe des Flüssigkeitsspiegels von 2 m statt früher 1,60 wird die Leistungsfähigkeit eines Mixers um 30 % auf 1,5 t erhöht. Es sind somit im Durchschnitt 10 Mischer in Betrieb und werden deshalb 12 aufgestellt. Bei 4 Öfenbetrieb müssen 11 Mischer gefahren werden, bei 5 Öfenbetrieb sind gerade alle 12 Mischer voll belastet. Vorgesehen waren 14 Rührwerke in einem Bau mit drei 6-er Feldern. 2 Rührwerke und 1 Feld werden also eingespart.

Kühlbutankreislauf:

Die maximale Kühlbutanmenge beträgt im Durchschnitt (d.h. bei 3,5 Öfen) 22,6 t/h, entsprechend rund 14 000 cbm/h. Bei einer Ansaugleistung von 3150 cbm/h sind 4,5 Kompressoren erforderlich. Es werden also 5 + 2 = 7 Kompressoren aufgestellt wie bereits vorgesehen.

Feinabscheidung und Jungwäsche

Für den Durchsatz von 44 t/h = 76 cbm/h sind für die vorgeschriebene Verweilzeit von 3 - 4 Stunden 4 Feinabscheider wie vorgesehen erforderlich, da jeder Behälter nur zu 75 % ausgenutzt werden darf.

Die Zahl der Laugetrennbehälter bleibt ebenfalls die gleiche. Auf Grund der günstigen Erfahrungen mit Orifice-Mischer in Scholven werden die vorgeschalteten Mischerpumpen für überflüssig gehalten und deshalb nicht aufgestellt. Die Zwischenlagerung des Produktes zwischen Feinabscheidung und Laugewäsche entfällt und somit auch die Aufstellung von 2 Förderpumpen zum Zwischenlager. Der Behälter für das Produkt aus der Iso-Anlage ist überflüssig, ebenso die nachgeschalteten Pumpen. Der Bau wird also um eine Boxe gekürzt und ebenfalls der Pumpenraum um die gleiche Länge, da sich die Anzahl der Pumpen verringert. (s. oben).

H₂SO₄ - Konzentration

Eine Einsparung an Bauvolumen wird bei der H₂SO₄ - Konzentration nicht mehr möglich sein. Ein Vorschlag auf Sparbauweise, der bei der Besprechung vorlag, war betriebstechnisch nicht vertretbar und hat sich in der ersten Form inzwischen überholt. Jede weiteren Vorschläge werden aber für den vorliegenden Termin höchstwahrscheinlich zu spät kommen. In der Säurekonzentration werden voraussichtlich bis zu 790 t 96 %ige Überschuss-Säure und 190 t Säureteere im Jahr anfallen. Die Säureteere sind dem RIM Inspektion für Luftschutz anzubieten. Für die Lagerung der Säureteere wird noch zusätzlich ein beheizter 20 cbm Behälter durch Uhde Dortmund aufgestellt.

Tanklager:

Durch andere Aufteilung des Tanklagerraums werden 5 Behälter frei. Von den 45 verfügbaren Behältern, zu 100 m³ (12 von T 52 vorhanden, 33 bestellt) werden nur 40 benötigt und können 5 10 atü-Behälter zurückgegeben werden.

Energiezahlen:

Für die jetzige Auslegung der Anlage wurden folgende Energiezahlen ermittelt:

	Dampf				Wasser	Gas
	Strom	HD	ND	W-E		
Baur.	kw/h	to/hto/h	to/hto/h	m ³ /h		
1. Zwischenprodukt-Beh. I	610	16	--	2	--	--
2. Kreislauf-Dest. }	602	310	6	51	2000	--
3. AT-Destillation }						
4. Zwischenprodukt-Beh. II	601	--	--	1,2	--	--
5. Spaltanlage	612	150	--	3,0	20	5600 000
6. Bedienungshaus	614	14	--	1,0	--	--

Bau-Nr.	Dampf			Wasser cbm/h	Gas W-E
	Strom kw/h	HD to/h	ND to/h		
Übertrag:	490	6,-	58,2	2020	5.600.000
7. Kühler u. Verdampfer	613 145	---	3,5	200	---
8. Gasometer	621	---	2,0	5	---
9. Masch. Haus Gaskond.	611 1760	---	2,5	700	---
10. " " Kühlbutan	54 1700	---	4,5	400	---
11. Ölwäsche	608/09 30	2,0	1,0	80	---
12. Mischerbau	51 500	---	4,0	5	---
13. Feinabech. u. Lauge- wäsche	57 180	---	5,0	5	---
14. Zwischenprod.-Beh.	53	---	1,5	---	---
15. " " "	52	---	1,5	---	---
16. Fertig-Lager	505 40	---	1,0	---	---
17. H ₂ SO ₄ -Konzentration	504 31	---	3,0	110	1.200.000
Für AT-Anlage gesamt	4876	8	87,7	3525	6.800.000
./ bis T 52-Verbrauch	1410	8	12,3	1025	4.800.000
zusätzlich neuer Bedarf	3866	0	75,4	2500	2.000
AT-Anlage					
Reuten 631-6	3500	6,5	16,5	2100	
Wasserwerk	1200				
Reuten 650-6				200	
Heissgasgebläse (Vor-Verbr.)	100		6,25	20	
Gesamtverbrauch	8266	6,5	92,15	4820	2.000.000

99 t/h

Für den Verbrauch von 99 t/h Dampf reichen die beiden in der alten Bauzeit Erklärung enthaltenen Kessel gerade aus.

Kosten:

Bei der vorgenommenen Kostenschätzung wurden folgende Werte für Kosten und Eisenbedarf ermittelt:

	Kosten in 1.000,-			Eisenbedarf	
	MTA	BTA	Gesamt	MTA t	BTA t
602 Destillationen	4 400	280	4 680	2 800	150
601 Tanklager	152	60	192	100	10
612 Ofenhaus	---	---	---	---	---
613 Filter, Kühler, Presseluft	100	15	115	70	8
611 Gaskompressoren	190	13	203	140	8
54 Kühlbutan- 30 Gasometer	1400	350	1 750	850	250
	115	54	169	500	25
Übertrag:	6 317	772	7 109	2 460	451

	Kosten in 1.000,-			Eisenbedarf	
	MTA	BTA	Gesamt	MTA t	BTA t
Übertrag:	6337	772	7109	2460	451
611 Ölwäsche	275	80	355	150	65
51 Mischerbau	1200	1100	2300	800	450
57 Feinabscheid. und Laugewäsche	540	300	840	400	100
53 Lager	155	75	230	130	12
52 Lager	155	80	235	130	12
505 Lager	140	70	210	115	10
504 H ₂ SO ₄ -Konzentr.	530	410	940	340	62
506 " - Lager	100	75	175	85	30
55 Slop-Tanks	75	25	100	60	6
Fabrikations-Bauten	9507	2987	12494	6670	1218
Betriebsgebäude		80	80		25
Werkstatterweiterg.	50	140	190	28	45
Rohrbrücken und Lei- tungen im Feld	500	500	1000	450	900
MTA-Schuppen		40	40		5
Neue Strassen		350	350		
Wasser- und Abwasser- leitung		1000	1000		400
Elektr. Anl. i. Feld	470	40	510	65	20
Gleise i. Feld		100	100		45
Konstruktions- und Verwaltungskosten	1200	400	1600		
	11627	5737	17364	7213	2648
In der alten Baureifeerklärung betragen die Werte:	12300	6200	18500	14500	3500

Die Kosten der sonstigen Neben- und Hilfsanlagen wie Butangerwin-
nung, Butantrennung, Fertigstanklager, Verladung, Energieerweite-
rung, Gebäudeaufschluss usw. werden von PSLITS ermittelt.
Nach Festlegung sämtlicher Kosten wird dem Reichsamt eine Be-
richtigung zur Baureifeerklärung eingereicht, die nur die Kosten
enthält, die gegenüber der alten Baureifeerklärung geändert wor-
den sind. Ausserdem übergibt Unde dem Reichsamt gesondert einen
kurzen Bericht über die erzielten Einsparungen.

Erfahrungsaustausch T 52 Stettin - T 52 Leuna

Von den anwesenden Herren des Ammoniakwerks wurden die
von uns genannten Zahlen für Umsatzausbeute und Kontaktbe-
lastung in der Spaltanlage, Belastung der Mischer und Ver-
weilzeiten in der Feinabscheidung noch einmal bestätigt,
ebenso die neue Fahrweise in der Laugewäsche ohne Mischer-
pumpen.

29. Juni 1942 RvV/2.

180000091

Es wurden weiterhin die im Ofenbetrieb gesammelten Erfahrungen besprochen.

Bezüglich des Propylen-Gehaltes in der Alkylierung wurde festgestellt:

Bei einem Propylen-Gehalt von etwa 10 %, bezogen auf die Gesamt-Ölmenge, tritt eine unwesentliche bei Gehalten über 15 % dagegen eine bemerkbare Verschlechterung des Produktes und Erhöhung des Schwefelsäureverbrauches ein. So sinkt z.B. bei einem Propylen-Gehalt von 15 % die Oktanzahl um 0,5 - 1,0, bei 20 % sinkt sie schon auf 90 - 89 ab.

In Pölitz kommen rund 5 % z. B. von den norddeutschen Mineralölwerken und rund 7 % aus der Dehydrierung. Diese 12 % können ohne Bedenken noch mit alkyliert werden.

R. J. J.

2601
1772a

3042-19 - 180000092

Ingenieur - Büro
WAG Fabrik f. chem. Apparate.

Geheim

30/4.07

AKTENNOTIZ

Verfasser: Dipl.-Ing. Reichardt,

Über die Besprechung mit: Sudetenländische
Treibstoffwerke AG., Brüx,

in: Leuna am: 15. u. 16. 6. 1942

Anwesend: waren die Herren

Dr. Albi,	} Sudetenländische Treibstoffwerke, (16.6. seitw.)
DI. Rupp,	
DI. Gores,	
DI. Massenbergl,	
DI. Kirchner v. Mineralabbau,	} von Ude-Leuna,
D. I. Palzer,	
Ing. Rendel,	} (16.6. seitw.)
D. I. Reichardt,	
D. I. Neuber,	
Ing. Hinsch,	} (16.6. seitw.)

Durchdr. an: die Herren,
5 x Sudetenländische Treibstoffw.
Dir. Dr. v. Staden, D. I. Palzer,
Dir. Dr. Strombeck, Ing. Rendel,
Dir. Dr. Giesecke, D. I. Reichardt,
Dir. Dr. Herold, 1 x Akte.
Dir. Dr. Köhler,
Dr. Ringer-I. G. Bln.,
Ol. Dr. Sackmann,
Ol. Keinke,
Dr. Langheirich AWP,
Dr. Fischer/Dr. Strätz,
Dr. Kaufmann/Dr. Pchl.,
DI. Seidmann,

Zeichen:
AT 244/Brüx
Dr. K3/Ps/Rdl.

Tag:
17. 8. 1942
Rdt/Ma.

Betr.: Überholung der Saureisferklärung

Zweck der Besprechung war, die Planung der AT 244/Anlage Brüx auf den neuesten Entwicklungsstand abzustimmen und somit die Grundlage für die von RWA geforderte Überholung der Saureisferklärung zu schaffen. Demgemäß wurde das ganze Verfahren noch einmal durchgesprochen und die neuen, in Zusammenarbeit mit dem Verfahrensträger - dem Ammoniakwerk Merseburg - aufgestellten Betriebsdaten und Richtzahlen für die Auslegung der Apparate und Bemessung der Betriebsreserven bekanntgegeben, denen im Laufe eines Jahres gesammelte Verfahrens- und betriebstechnische Erfahrungen in den T 52-Anlagen Leuna, Scholven und Stettin bzw. die neuesten Versuchsergebnisse des Verfahrensträgers und die zeitbedingten Forderungen nach äußerster Einsparung von Eisen- und Bauvolumen zu Grunde gelegt sind. Es wurden die Anzahl und Aufstellung der Apparate in den einzelnen Verfahrensstufen neu festgelegt und die Energieschleifen neu ermittelt. Die neuen Anlagekosten für die eigentliche Fabrikationsanlage wurden wegen Zeitmangel anschließend von Ude allein ermittelt.

1 x v. K. K. K.

Betriebsstunden:

Bei der ersten Auslegung der AT 244/Anlagen waren auf Grund der ersten einigermaßen Erfahrungen mit den T 52 - Anlagen Leuna und Scholven nur eine Betriebsstundenzahl von 7000 Stunden im Jahr und ausserdem noch beträchtlichere Betriebsreserven, vor allem in der Dampferzeugung, vorgesehen.

17. 6. 1942

Rat/Ma.

Nachdem inzwischen wesentlich günstigere Erfahrungen vorliegen und so z. B. in Leuna bei den Öfen schon Betriebszeiten von über 4 Monaten erreicht wurden, kann mit den noch vorgesehenen Reserven nicht mehr mit längeren Stillstandszeiten für die ganze Anlage bzw. einzelnen Anlagenteile gerechnet werden, deshalb wird die Anlage jetzt wieder für eine jährliche Betriebszeit von

8 000 Stunden = 330 Tage

ausgelegt.

Eingangsprodukt:

Die Anlage ist berechnet für die bisher der Ausbaustufe I zu Grunde gelegten Eingangsmengen von

34 500 Jato $i-C_4H_{10}$
+ 28 500 Jato $n-C_4H_{10}$

63 000 Jato C_4H_{10}

+ 3 300 Jato C_2H_6

66 300 Jato Eingangsprodukt.

Die im Eingangsprodukt enthaltenen Olefine von 3 - 4 % bleiben bei der Berechnung unberücksichtigt und erhöhen somit die scheinbare Gesamtausbeute.

Spaltenanlage:

Nach neueren Versuchsergebnissen mit dem vorerst für die $n-C_4$ - Dehydrisierung vorgesehenen Kontakt wird jetzt (Stand 1942) gegenüber dem Stand der Baureifeerklärung (Stand 1941) mit höherer Ausbeute und Kontaktbelastung gerechnet. Mit einem noch in der Entwicklung begriffenen Kontakt, der vorerst für den technischen Prozess noch nicht mechanisch festgenug ist, hat man noch wesentlich günstigere Versuchsergebnisse erzielt und erhofft, diese auch später im Grossbetrieb zu erreichen (Stand 1943). Es wurde bzw. wird mit folgenden Werten gerechnet:

Stand	Umsatz	Ausbeute	Kontaktbelastung
1941	25 %	80 %	1 / 600
1942	25 %	85 %	1 / 700
1943	28 - 30 %	88 %	1 / 800

Die für die AT-Anlagen vorgesehenen Spaltöfen mit 70-er Röhren und einem Kontaktinhalt von 2,5 m³ in der Reaktionszone, haben bei der Kontaktbelastung von 1/700 einen Gasdurchsatz von 1600 Nm³/h = 4 to/h Butan. Bei 25 % Um-

17. 8. 1942

Redt/Mo.

satz werden dann je Ofen 1 to/h C_4 umgesetzt und bei 85 % Ausbeute 850 kg/h Olefin erzeugt.

Bei der Brüxer-Eingangsmenge sind 3,56 to/h $n-C_4H_{10}$
 + 0,33 to/h $i-C_4H_{10}$
 = 3,89 to/h

zu dehydrieren bzw. 3,31 to/h Olefines zu erzeugen. Demgemäß sind dafür 3,9 = 4 Öfen im Betrieb erforderlich. Die Frage, ob dazu 1 oder 2 Reservelöfen aufzustellen sind, wird in Anbetracht der Tatsache, dass die beiden anderen in Mitteleuropa liegenden AT-Anlagen schon sehr knapp in der Reserve bemessen sind und ausserdem in Brüx nur uneingearbeitetes und dazu schlechtes Personal zur Verfügung steht, dahingehend entschieden, dass 2 Öfen aufgestellt werden.

Da bisher ebenfalls 6 Öfen vorgesehen waren, kann maschinentechnisch nichts eingespart werden. Dagegen ergibt sich bautechnisch eine Einsparung durch Fortfall des 7. Feldes.

Die Rohre des Spaltofensystems werden nicht mehr aus FF 30 sondern aus Sieromal 8 hergestellt, so dass die in Scholven aufgetretenen Schwierigkeiten nicht mehr zu befürchten sind, zumal bei der $n-C_4$ -Dehydrierung die Temperatur tiefer liegt als bei der $i-C_4$ -Dehydrierung.

Für die Regeneration des Kontaktes werden je 2 Betriebs-spaltöfen und 1 Betriebs-regenerationsofen benötigt. Es werden somit 2 + 1 Regenerationsöfen aufgestellt. Die Regenerationsöfen sind gegenüber den Öfen für die 3 52-Anlage unkonstruiert. Die Nachregeneration durch Zufuhr von Frischluft entfällt. Die Streckmetallzylinder des Kontakt-raumes werden durch eine Siebkonstruktion ersetzt, mit einem Siebgewebe aus 1 mm Sieromal 8 Draht mit 2 x 2 mm Maschenabstand. Von der weiteren Anwendung von Streckmetall wurde Abstand genommen, da es in Deutschland nur 1 Maschine zur Herstellung von Streckmetall gibt und ausserdem bei zu grossem bzw. zu kleinem Ausfall der Schlitzte der Kontakt entweder durchrutscht oder hängen bleibt.

Der Gasometer ist mit 10 000 m³ Inhalt nach den Lemmer und Scholven's Erfahrungen viel zu gross. In Scholven darf z.B. aus Luftschutzgründen nur mit 1500 m³ Inhalt gefahren werden, wobei die dann noch vorhandene Puffermöglichkeit von ca. 10 Minuten sich bisher stets als ausreichend erwiesen hat. Der Gasometer wird so geschaltet, dass wahlweise im Haupt- oder Nebenschluss gefahren werden kann.

17. 8. 1942

Kdt/Ma.

190000095

Die Reinigung der Spaltgase im kalten Zustand durch Schlauchfilter hat sich nicht bewährt. Es sich bei Temperaturen unter 200°C Öle aus dem Gas ausscheiden, die mit dem Staub zusammen eine feste Paste bilden, setzten sich die Verdampfer bezw. Kühler leicht zu. Das Gas muss deshalb schon bei rd. 200°C gereinigt werden. In Leuna laufen z. Zt. Versuche mit der Reinigung durch Kokskästen, die bis jetzt sehr günstig verlaufen sind. In Scholven will man Versuche mit einer Heißölwäsche machen. Die Ergebnisse beider Versuche sollen noch abgewartet werden. Brück wünscht aber lieber KoksfILTER als eine Heißölwäsche, dabei soll ein Reservefilter wahlweise geschaltet werden können.

Für das Ofenhaus ist geschlossene Bauart mit natürlicher Belüftung vorgesehen.

Der Kontaktverbrauch beträgt z. Zt. in der T 52 - Anlage 2 - 2,5 to je Ofen und Monat.

Der Gasbedarf der Hauptöfen beträgt 2 - 2,2 Millionen WE/h je Betriebsöfen. Das aus der Ölwäsche kommende leichte Spaltgas hat einen Heizwert von rd. 1 Million WE/h. Somit ergibt sich als Gasverbrauch für die Anlage:

Gasbedarf für 3,9 Öfen $3,9 \cdot 2,2 = 8,6$ Millionen WE/h

Gasbedarf für H_2SO_4 Konzentration = 0,9 " "

2,5 Millionen WE/h

freierwerdende Gaswärme

4, " "

Gasbedarf:

5,5 Millionen WE/h.

Gaskondensation:

Für die Gaskondensation sind von den Gaskompressoren max. $9\ 600\ \text{Nm}^3/\text{h}$ bzw. $11\ 370\ \text{m}^3/\text{h}$ eff. anzusaugen. Von der vorgesehenen Type SZVL 357 für $3\ 430\ \text{m}^3/\text{h}$ sind dafür 3,3 Einheiten erforderlich. Es sind also 4 + 1 Kompressoren aufzustellen. Bisher waren 4 Kompressoren bestellt. Es ist also noch 1 Maschine nachzubestellen.

Das Gas wird von 0,02 atü auf 10 atü verdichtet und anschließend in 2 Stufen kondensiert, wobei die 2. Stufe mit Kältewasser aus der Kälteanlage betrieben wird.

Die Anzahl der erforderlichen Kondensatoren wird von uns noch einmal überprüft.

Der Kältebedarf ist durch die Kälteanlage zu decken. Er beträgt für die Gaskondensation 560 000 WE/h
für die Ölwäsche (bei R-Wasser) 600 000 WE/h
insgesamt: 1 160 000 WE/h

17. 8. 1942 Rdt/Ma.

Würde die Ölwäsche mit Frischwasser gefahren, dann erniedrigte sich der Kältebedarf um 200 000 WE/h. Die für 2 x 800 000 WE/h ausgelegte Kälteanlage ist für beide Fälle ausreichend, da bei einstufigen Kompressoren ohne weiteres in den wenigen heissen Monaten, in denen die max. Kälteleistung benötigt wird, ohne Reserve gefahren werden kann.

Ölwäsche und Stabilanlage:

Die Ölwäsche wird von Bomag in einer Einheitsausführung für die grösseren AP-Anlagen geliefert. Nähere Angaben liegen noch nicht vor. Die Stabilanlage entfällt. Die früher hierin abgetriebenen leichten K₂S bestehen zu rd. 60 % Propylen, das in der Mischanlage mit alkyliert.

Mischanlage:

Bei den Mixern wird gegenüber der ersten Planung jetzt mit einem höheren Durchsatz gerechnet. Der Stand im Behälter soll von 1,6 m auf 2 m erhöht und die Verweilzeit von 60 auf 50 Minuten herabgesetzt werden. (Die kürzeste Verweilzeit 40 Minuten nicht unterschreiten.) Hierdurch wird eine Verbesserung des Durchsatzes um 50 % möglich, von der aber vorerst nur 30 % ausgenutzt werden sollen. Damit beträgt jetzt der stündliche Mischersatz von 41 to/h bzw. 8 m³/h. Bei einem Gesamtdurchsatz von 41 to/h sind somit 9 Mixer in Betrieb erforderlich.

Da in Brük sehr schlechte Erfahrungen mit Rührwerkselektromotoren infolge schlechten Schmieröles und schlechten Bedienungspersonals vorliegen, wird ein Rührwerk in Reserve als unzureichend angesehen und es werden also insgesamt 12 Rührwerke aufgestellt und 1 weiterer Rührwerkselektromotor zusätzlich beschafft. Es können damit 4 komplette Rührwerke abbestellt werden.

Kühlbutankreislauf:

Die max. Kühlbutanmenge beträgt 34,65 to/h = 12 900 Nm³/h bzw. rd. 12 000 m³/h etc. Von der vorgesehenen Type SZVL 342 mit 4 300 m³/h Ansaugleistung sind dafür 2,8 = 3 Kühlbutankompressoren erforderlich. In Anbetracht einer gewissen Korrosionsgefahr durch mitgerissene Schwefeläure werden 2 Reservekompressoren dazu aufgestellt, wie bereits vorgesehen.

Feinabscheidung und Langwäsche:

In der Feinabscheidung wird mit 3 = 4 Stunden Verweilzeit gerechnet. Es bleiben deshalb bei dem Durchsatz von 41 to/h 4 Feinabscheider wie vorgesehen. Die Langwäsche wird jetzt zweistufig gefahren, mit 30 %-iger Frischlauge in der zweiten und 10-15 %-iger Verbrauchlauge in der ersten Stufe, bei einer Verweilzeit von mindestens 20 Minuten in den Trennbehältern.

Es bleiben also 2 Trennbehälter wie bestellt. Nach einem aus Schichten vorliegenden Erzählungen mit Orifize-Mischer werden die ursprünglich zusätzlich vorgesehenen Mischerpumpen nicht mehr aufgestellt. Ebenso entfällt die Zwischenlagerung des Produktes zwischen Feinabscheidung und Lagerstätte und damit auch die Pumpen hinter den Lagerbehältern. Nach einem Vorschlag von Herrn Dr. Abel erhalten die Orifize-Mischer oberhalb einen Zugang zurück zur Turpe, um eine gleichmäßige Abführung der Mischer zu erreichen.

Destillation:

Über die Destillation liegen von Uhde-Dortmund noch keine näheren Angaben vor. In der Redestillation soll jetzt der Sumpf vorerst mit 185°C (rd. 5% Rückstand) später 200°C (rd. 2% Rückstand) abgeschnitten werden, gegenüber früher 170°C (rd. 7% Rückstand). Die vorgesehene atmosphärische Kolonne kann bei dem zur Verfügung stehenden Dampf den Sumpf nur bis 170°C absolut rein liefern, während das Kopfprodukt auch noch bei 200°C scharf eingestellt werden kann. Der Sumpf soll deshalb in einer nachgeschalteten kleinen Vakuum-Kolonne ausgekocht werden.

H₂SO₄ - Konzentration:

Die H₂SO₄ - Konzentration wird in Brux nicht unmittelbar im AT-Feld aufgestellt. Der Auftrag ist deshalb auch von der Mineralölbau an Uhde-Dortmund vergeben worden. Das H₂SO₄ - Lager dagegen, das innerhalb des AT-Feldes liegt, wird von Uhde-Lema bearbeitet, die Oelbehälter dagegen gehören wieder zur Schwefelsäurefabrik. Die näheren Einzelheiten sind später noch zusammen mit Herrn Arimont zu klären. Die neu ankommende Einsatzsäure wird 96%-ig eingeliefert. Deshalb muss die Hochkonzentrierung mit Oel zuerst fertiggestellt werden.

Herr Palzer empfiehlt für den H₂SO₄ - Transport von der Konzentration zur AT-Anlage und zurück statt des Kesselwagenbetriebes eine H₂SO₄ - Leitung mit Kolbenpumpen. Es sind dann auf jeder Seite 2 Kolbenpumpen für 15 - 20 atü aufzustellen und die Rohrleitung für N^o 40 auszulegen. Dieser Vorschlag wird von Brux noch geprüft werden.

Zwischentanklager:

Für die 2 Zwischentanklager werden 36 Behälter vorgesehen. Es werden dazu 8 Verdampfer mit 4 Hochbehältern aufgestellt. Jeder Verdampfer erhält je 1 Anschluss an Normal- und Iso-Butan. Da schon genügend 10 atü-Behälter bestellt sind, werden für die 4 Säuretanke ebenfalls 10 atü-Behälter genommen und sind keine besonderen Säurebehälter zu bestellen. Das Slop-Lager erhält 3 150 m³-Behälter.

17. 8. 1942

Hdt/Ma

190000098

Energieschlen:

Für die AT-Anlage wurden folgende Energieverbräuche, aufgeteilt nach den einzelnen Bauten, ermittelt:

	Bau-Nr.	Strom KW	Dampf		Wasser m ³ /h	Gas WE/h
			HD t/h	ND t/h		
1. Zwischenlager I	957	25	-	0,5	-	-
2. Destillation	961/962	280	10	56	2700	-
3. Zwischenlager II	958	-	-	0,9	1600	-
4. Spaltenanlage	970	500	-	1,5	180	8500 000
5. Bedienungsgehaus	971	14	-	1	-	-
6. Kühler, Verdampfer	972	-	-	4	340	-
7. Gasometer	973	-	-	2	5	-
8. Ölwanne	974	30	2	-	50	-
9. Gaskondensation	975	1550	-	2	550	-
10. Kühlbutananlage	976	1550	-	2	650	-
11. Mischerbau	980	400	-	3	5	-
12. Feinabsch. u. Langgew.	981	250	-	5	5	-
13. H ₂ SO ₄ -Konzentration	-	28	-	1	155	-
14. Verkettung	-	50	-	1	-	900 000
15. Begleitheizungen	-	-	-	5	-	-
Summe		4677	12	85	4640 ³	9500 000
16. Verluste u. Abrundung		123	1	8	160 ³	-
Summe Fabrikation		4800	13	93	4800 ³	9500 000
17. Rückkühlwerk		1400	-	-	160 ³	-
Gesamtsumme:		6200	13	93	4800 ³ 220 ³	9500 000

Leutebedarf:

Für den Personalbedarf für die reine Produktionsanlage wurden folgende Schätzzahlen aufgestellt:

55 Betriebsarbeiter je Schicht

3 Meistergruppen, je

1 für Destillation, Feinabscheidung und Langgewäsche,

1 für Maschinenhäuser, Pumpen und Tanks und

1 für Dehydrierung, Bedienungsgehaus und Mischerbau,

- 1 Obermeister für Tagschicht,
- 1 Werkmeister für Tagschicht,
- 10 Reperaturschlosser und Helfer,
- 1 Schlossermeister,
- 1 Maschinenmeister,
- 4 Elektriker (davon 1 Postenmann),
- 4 Leute für Betriebskontrolle.

Als Gesamtbedarf, einschl. des Mehrbedarfes für Urlaub, Krankheit usw., ergibt sich für den reinen Produktionsbetrieb dann folgende Anzahl:

- 22 technische Angestellte,
- 7 kaufmännische Angestellte,
- 50 Facharbeiter,
- 70 angelernte Arbeiter,
- 100 ungelernete Arbeiter.

Anlagekosten und Zinsenbedarf:

Für die Fabrikationsanlage wurden von uns in Anlehnung an die schon durchkalkulierten bzw. geschätzten Anlagen folgender voraussichtlicher Kosten- und Eisenbedarf ermittelt:

Kosten in Tausend RM Eisenbedarf in to.

	MZA	BZA	Gesamt.	MZA	BZA	Gesamt
Ges. Spaltanlage	4 500	2 050	6 550	4 150	1 290	5 440
Gaskondensation	1 200	400	1 600	700	110	810
Olwäsche	270	110	380	200	80	280
Mischeranlage	1 200	780	1 980	1 400	130	1 530
Kühlbutananlage	1 250	340	1 590	950	120	1 070
Feinabsch. u. Laugew.	500	250	750	480	120	600
Destillation	4 300	450	4 750	2 800	370	3 170
H ₂ SO ₄ -Konzentration	680	200	880	570	115	685
Lager	1 330	600	1 930	1 400	250	1 650
Rohrleitungen i. Feld	600	-	600	450	-	450
Gesamt	15 830	5 180	21 010	13 100	2 585	15 685
Abgerundet	15 900	5 200	21 100	13 250	2 700	15 950
Unvorhergesehenes	-	-	900	-	-	750
<u>Gesamt:</u>	<u>15 900</u>	<u>5 200</u>	<u>22 000</u>	<u>13 250</u>	<u>2 700</u>	<u>16 700</u>

Die Kosten für Neben- und Hilfsanlagen, Energierweiterung, werden von der Mineralölbau gemeinsam mit Brux ermittelt, ebenso die Sonderkosten ausser unseren Planungskosten und die Kontaktkosten, die wiederum von uns eingesetzt werden.

Minigant

3042-20

200000100

Analytische Kennzeichnung der Proben

30/4.02

Ort der Herstellung	T52 Leuna	AT244 + D.H.D.	T52 + D.H.D. (D.H.D. aus Ludwigshafen)	ET110 + D.H.D.
Siedeanalyse nach Engler				
Siedebeginn	96°	58°	54,0°	53,0°
5 cm	99,5°	72°	72,5°	69,0°
15 "	102,0°	83°	84,0°	81,0°
25 "	103,5°	92,5°	93,0°	90,0°
35 "	104,0°	101,5°	100,0°	98,0°
45 "	105,5°	107,5°	107,5°	107,0°
55 "	107,5°	115,0°	113,5°	113,5°
65 "	109,5°	122,0°	121,0°	121,5°
75 "	115,0°	130,0°	131,5°	131,5°
85 "	128,0°	142,0°	145,5°	148,5°
95 "	182,0°	164,0°	168,0°	168,5°
Siedeende	197,0°	183,0°	181,0°	177,5°
Nachlauf	0,2 cm	0,4 cm	0,2 cm	0,4 cm
Rückstand	0,8 "	0,6 "	1,2 "	1,4 "
Dichte bei 20°	0,7048	0,7565	0,7562	0,7566
Dampfdruck nach Reid	0,144	0,351	0,324	0,319
Bromzahl	0,8	0,7	0,7	0,3
Glasschalentest	3,3	2,1	2,3	3,0
Oktanzahl Motormethode	97,0	84,0	85,0	84,5

200000101

Prüfstand Oppau (O.I. Penzig)

T52	Fa8	946	netto	57,0	kg
ET110 + D.H.D.	"	962	"	65,09	"
T52 + D.H.D.	"	948	"	61,88	"
AT244 + D.H.D.	"	956	"	66,72	"

Geheim!

und Fabrik f. chem. Apparate
Zweigbüro Leuna Werke

Verfasser:

Dipl. Ing. Reichardt

AKTENNOTIZ

3042-21
3/4.02

Durchdruck an die Herren:

28.9.42

über T. 52-Erfahrungsaustausch

- 5 x Scholven
- 5 x Stettin
- 2 x I.G. Bln
- Dir. Dr. Herold

in: Leuna am: 4.9.42

anwesend: die Herren:
 vom Hy-Werk Scholven
 Dr. Lauppe
 Dr. Mensdorf
 DI Fabian zeitweise
 Ing. Droste
 Hy-Werk Pölitz
 OI Holste
 Dr. Spillner
 Ing. Georgias

I.G. Berlin
 Dr. Schellmann
 Ammoniakwerk
 Dir. Dr. Herold
 OI Dr. Sackmann
 OI Keinke
 Dr. Fischer
 Dr. Rauffmann
 Dr. Strätz
 Dr. Pohl
 DI Weidmann zeitw.
 DI Friedrich

OI Dr. Sackmann
 OI Keinke
 Dr. Fischer
 Dr. Rauffmann
 Dr. Strätz
 Dr. Pohl
 DI Weidmann
 DI Friedrich
 Dir. Dr. Köhler
 DI Palzer,
 Dr. Oldenhage
 DI Stanjek
 DI Reichardt
 1 x Akte

Uhde-Leuna
 Dir. Dr. Köhler zeitweise

19.9.42

DI Palzer
 Dr. Oldenhage
 DI Stanjek
 DI Reichardt

Zeichen:
 AT 244/Allg.
 Dr. Kö/Pz/sta.

T 52-Erfahrungsaustausch

In der Besprechung wurden die in der letzten Zeit in allen 3 T 52-Anlagen gesammelten Erfahrungen ausgetauscht und alle zur Zeit in einzelnen oder allen T 52-Anlagen schwebenden betriebstechnischen und konstruktive Fragen gemeinsam besprochen. Es wurden vor allem die Anlageteile behandelt, die später auch in die AT 244 Anlage übernommen werden.

A) Produktion, chemische Ausbeute und Gesamtausbeute, Verluste

Leuna: Produktion 1800 moto
 chemische Ausbeute des Ofens 78 - 80 %
 Gesamtausbeute 67 % im Juli
 70 % im August.

Scholven:
 Produktion 1200 moto im Juli
 1400 moto im August
 chemische Ausbeute 80 %
 Gesamtausbeute 45 - 52 % bis Mai
 über 56 % seit Juni
 60,7 % im August

Pölitz:
 Produktion 900 moto
 chemische Ausbeute 75 %
 Gesamtausbeute über 50 %.

Die wesentlich höhere Gesamtausbeute in Scholven seit Juni wurde durch eine Durchführung einer schärferen Ofenhausüberwachung und auch einer schärferen Kontrolle sämtlicher Flanschverbindungen in der Gesamtanlage erreicht. Die geringere Aus-

Rat/z.

beute in Pölitz ist, wie auch schon die geringere chemische Ausbeute trotz der rüßeren Reinheit des Eingangsproduktes zeigt, weniger auf Undichtheiten als auf Schwierigkeiten in der Kontaktregeneration, wodurch sehr viel Kontakt totgebrannt wird, zurückzuführen. Die grossen Differenzen zwischen der chemischen Ausbeute des Ofens und der bilanzmässigen Coerantausbeute der Anlage sind nur z.T. auf weitere chemische Verluste in der Anlage, zum grössten Teil dagegen auf mechanische Verluste zurückzuführen. Eine genaue Abgrenzung der chemischen und mechanischen Verluste gegeneinander ist zur Zeit noch nicht durchführbar, da es sehr schwierig ist, eine Flüssiggasanlage messtechnisch einwandfrei zu erfassen. Der Verlust durch undichte Flanschen konnte schon sehr stark gemindert werden durch dauernde Überwachung durch Brennprobe und in Leuna neuerdings noch besser durch den in der Anlage entwickelten Butanschnüffler. Dauernde Undichtheiten treten jetzt nur noch an den heissen Flanschen an der Oberseite des Ofens auf. In Stettin wird ohne Spivo etwas kälter in den Ofen gefahren und sind Verluste durch Flanschen geringer, während dagegen in Leuna der ohne Spivo gefahrene Ofen praktisch gleiche Butanverluste hat wie die Ofen mit Spivo (30 - 40 t/Mo). An den Flanschschrauben sind in Leuna Temperaturen bis zu 560°C festgestellt worden. Die Temperaturen der Flanschen selbst an den entsprechenden Stellen wurden noch nicht gemessen. Ungünstig wirkt der durch die Ofentemperaturen hervorgerufene starke Luftzug längs des Ofens, durch den die Flanschen stärkeren Temperaturschwankungen ausgesetzt sind. Den Temperaturverhältnissen an den Flanschen ist in Zukunft noch weitere Aufmerksamkeit zuzuwenden.

Als konstruktive Abhilfe wird folgendes vorgesehen:

- 1) Einführung der in Moosbierbaum erfolgreich angewendeten Flanschverbindungen mit sogenannter amerikanischer Dichtung. (Weichbleisen-Keilring, Keilwinkel 46°)
- 2) Anwendung von Schraubenschrauben aus hochwertigerem Material als bisher.
- 3) Demgemäss Einbau wesentlich stärkerer Flanschen, um Deformation durch zu starken Schraubenzug zu vermeiden.
- 4) Beseitigung der stärkeren Temperaturschwankungen durch Abschirmen des Ofenoberteils oder Zumauern des Ofenhauses unten und Schutz vor Regen durch Jalousien im Ofenhause.

Für die "Amerikanische Dichtung" werden von Leuna (ITA) Massblätter ausgearbeitet, die an anderen Anlagen zugeliefert werden. Herr OI Keinke weist aber nachdrücklich darauf hin, dass durch diese Dichtung nur dann ein Erfolg erzielt werden kann, wenn die zugelassenen Toleranzen genauestens eingehalten werden.

Für die Stopfbüchse der Schieber verwendet Leuna die Huhn'sche Weichpackung und oben und unten je 1 Graphitring. Diese Stopfbüchsen sind dicht. Als weitere günstige Verpadungen kommen Packungen mit Flockengraphit infrage, über die Uhde den einzelnen Werken Unterlagen zustellen wird.

Die Durchführung des Schleusen-antriebs ist 100 % dicht. Die Undichtigkeiten gehen nur zu rund 60 % zu Lasten des Ofenhauscs. Weitere wesentliche Verlustquellen sind die Stopfbüchsen der Butanpumpen, denen trotz der inzwischen erzielten Besserung noch viel Aufmerksamkeit zuzuwenden ist. Immerhin werden aber jetzt schon Laufzeiten bis zu 12 Wochen erreicht, während die normalen Laufzeiten jetzt 3 - 4 Wochen betragen. Als eine anscheinend für vorliegende Zwecke sehr geeignete Bauart wird die von Herrn DI Thyrock (Hydrierung Leuna) entwickelte Stopfbüchse besprochen.

Unter Beachtung der oben erwähnten betriebstechnischen und konstruktiver Gesichtspunkte soll die Gesamtausbeute der Anlage Leuna in den nächsten Monaten auf 75 % gebracht werden.

B) Spaltofen

1) Rauchgasverteilung im Röhrenbündel

Bei der bisherige Ofenausführung arbeiten in erster Linie nur die Innenrohre, während in den Aussenrohren nur wenig umgesetzt wird. Nach Leunaer Untersuchungen ist der Kontakt in den Innenrohren vollkommen schwarz, in den Aussenrohren dagegen weiss bis grau. In Scholven wurde der Temperaturverlauf über die einzelnen Rohre gemessen und dabei im Oktober Temperaturunterschiede von 40° zwischen Innen- und Aussenrohren festgestellt. Im Februar wurden bei erneuten Messungen höhere Unterschiede von $50 - 70^{\circ}$ gemessen, wobei allerdings Messfehler infolge schadhafter Thermoelemente möglich sein können. Daraufhin wurde in Scholven der obere Ringkanal erweitert und es wurden dann immer noch Unterschiede von $20 - 30^{\circ}$ festgestellt. Eine von Herrn OI Keinke veranlasste Nachrechnung des Temperaturverlaufs ergab folgendes:

Bei Annahme einer vollkommen gleichmässigen Verteilung der Rauchgase über die Rohre fällt die Temperatur von den beiden innersten bis zu den beiden äussersten Rohren um 50°C . Der Umsatz beträgt dadurch vorne 21 %, dagegen hinten nur 12 %. Auf Grund dieses Ergebnisses wird jetzt in den Ringkanal eine Schürze mit Schlitzern eingebaut, die die Rauchgasmenge richtig auf die einzelnen Rohre verteilen soll. Das Material für diese Schürzen ist durch den Wegfall der inneren Schürzen, die nichts bringen, freigeworden. Die ersten inzwischen eingebauten Schürzen haben gleiche Schlitz für jedes Rohr. Da die oben erwähnten Untersuchungen über die Schwärzung des Kontakts aber in einem bereits umgebauten Ofen vorgenommen wurde, ist damit erwiesen, dass die Schlitzringe mit gleichem Schlitzquerschnitt noch nicht die richtige Wärmeverteilung bringen. Ein Grund dafür wird sein, dass die Gasgeschwindigkeit im Verteilerring nach hinten abnimmt. Ein weiterer sehr wesentlicher Grund aber ist die Tatsache, dass durch die Konstruktion der Kontaktverteilung auf dem Ofenoberteil bedingt - in die Aussenrohre nur ganze Kontaktkugeln laufen, während nach innen der Kontakteplit mitläuft. Hierdurch haben die Innenrohre einen erheblich höheren Strömungswiderstand und lassen weniger Butan durch. Die höheren Temperaturen und längere Verweilzeit ergeben also eine stärkere Verrussung des Kontakts.

Da diese Verhältnisse sich nicht mehr rechnerisch erfassen lassen, müssen die richtigen Schlitzquerschnitte experimentell bestimmt werden. Hierfür soll in einem oder mehreren Bündeln eine Vorrichtung geschaffen werden, mit der jedes Rohr einzeln analysiert werden kann.

Von Herrn Keinke ist dafür schon eine Konstruktion entworfen worden, die jetzt von Leuna MTA durchgearbeitet wird. Die Schlitzringe werden auch in den unteren Ringkanal eingebaut.

Gleichzeitig mit der Schwärzung soll auch die Siebung des Kontakts in den einzelnen Rohren gemessen werden. Ausserdem soll versucht werden, die Splitterung des Kontakts zu vermeiden. (Auch Aufgabe der Kontakthorstellung). Der neue Kontakt hat anscheinend nach Scholveners Untersuchungen schon eine gewisse Riss-Struktur. Neuerdings werden aber schon in der Kontaktfabrik Stücke mit sichtbaren Rissen aussortiert.

In Pölitze werden die Kontaktschleusen teilweise bis zu 95 % gefüllt. Es wird festgestellt, dass eine solche Füllung zu hoch ist und zuviel Abscherung ergibt.

2) Rauchgasverteilung auf die einzelnen Rohrbündel

Die ungleichmässige Rauchgasverteilung auf die einzelnen Rohrbündel scheint nach einer Gesetzmässigkeit vor sich zu gehen, die noch nicht erforscht ist. So ist z.B. an allen Öfen das Bündel 8 am besten beheizt. Durch Rauchgasdrösselung mit den dafür vorgesehenen Klappen kann die Verteilung auf die einzelnen Bündel verbessert werden, aber selbst bei der verbesserten Ausführung der Klappen wird keine vollkommene gleichmässige Verteilung erreicht.

3) Hängenbleiben des Kontakts

Für das Hängenbleiben des Kontakts wurden 2 verschiedene Ursachen erkannt:

In den Innenrohren bleibt der Kontakt durch Verrutschen hängen. Die Rohre müssen freigestossen werden. In den Aussenrohren dagegen tritt Brückenbildung ein, da Kugeln bis zum 10-fachen Kugel-/Brücken. Hier kann das Hängenbleiben, wenn es rechtzeitig erkannt wird, fast stets durch leichtes Klopfen beseitigt werden. In den mittleren Rohren passiert normalerweise nichts. Der Grund dafür ist darin zu suchen, dass hier neben den ganzen Kugeln schon Split auftritt und eine Brückenbildung nicht mehr möglich ist. Der in Scholven vor kurzem angefahrne Ofen mit 70-er Rohren musste schon 3 x in mittleren Rohren freigestossen werden, obwohl bei dieser Rohrweite der 10-fache Kugel-/Brücken überschritten ist. Andererseits sind auch schon in älteren Öfen Rohre ausgebaut worden, die oben stark eingeschnürt waren und keine Verbrückung zeigten. Aus diesen Tatsachen ist zu schliessen, dass die Verbrückung stets unten an den engeren Stellen vor der Schleuse beginnt.

In Leuna müssen durchschnittlich 3 - 4 Rohre je Tag freigeklopft werden. Offene Rohre sind aber schon seit Monaten nicht mehr vorgekommen. Der erste Ofen mit 70-er Rohren läuft seit 5 - 6 Tagen. Erfahrungen liegen also noch nicht vor. An den Reg-Öfen ist ausser beim Anfahren noch kein Hängenbleiben vorgekommen.

4) Kontaktschleusen

An den Kontaktschleusen gibt es keine grundsätzlichen Schwierigkeiten mehr. Störungen treten nur noch auf, wenn die Kühlung nicht ausreicht, was vorkommt, wenn die Kaltgasleitungen verrücken und die zu schwachen Gebläse nicht mehr genügend fördern. Für die neuen AL-Anlagen sind deshalb erhebliche stärkere Kaltgasgebläse für 0,5 atü vorgesehen.

5) Kontaktverbrauch

Der Kontaktverbrauch beträgt in Leuna	65 kg/Tag	und Ofen
in Scholven	140 kg/Tag	und Ofen
	im Februar	
	94 kg/Tag	und Ofen im März
	94 kg/Tag	und Ofen im Juni
	105 kg/Tag	und Ofen im August
in Pölitze	93 kg/Tag	und Ofen.

Die Scholvenzahlen sind ausschliesslich - die Leunaer und Pölitzer Zahlen einschli. Anfahrzeit und Reserveofen. Eine Tonne Kontakt macht also in Leuna rund 200 t, in Pölitze rund 150 t Iso-Oktan. Der höhere Kontaktverbrauch in Scholven und Pölitze ist höchstwahrscheinlich auch zum Teil durch das stärkere Schwingen der Siebe bedingt. Die Siebe sollen daraufhin noch einmal untersucht werden.

Die chemische Lebensdauer des Kontakts beträgt nach Versuchen 70 - 80 Betriebsstunden. Die mechanische dagegen bedingt durch Abrieb bis jetzt 500 - 600 Stunden. Der Abrieb müsste also noch vermindert werden. Eine merkliche Abnahme der Aktivität des Kontakts im Kreislauf gegenüber neuem Kontakt tritt nicht ein, da der Kontakt höchstwahrscheinlich durch den längeren Umlauf spröder wird und deshalb stärker abreißt. Überhitzter Kontakt (rosa) ist inaktiv. Beim Zwischenkontakt liegt der Verbrauch jetzt bei 110 kg/Tag und Ofen und lag ursprünglich noch höher. Die Ausbeute liegt aber dafür höher bei 85 - 86 % und die Temperaturerhöhung beträgt 30 - 40 C im Kontakt und etwa 70° im Wälzgas.

Leuna hat schon 2 Ofen mit dem Zwischenkontakt in Betrieb und es ist anzunehmen, dass die günstige Gesamtausbeute in Leuna zum Teil auch auf den Zwischenkontakt zurückzuführen ist. Durch die Reg-Ofen entsteht kein merklicher Verbrauch mehr, d.h. es kommt kein Staub mehr aus den Ofen.

Ausser durch Abrieb tritt aber noch Verbrauch durch reine Verluste auf, und zwar in erster Linie am Zulauf zum Becherwerk. So werden im Ofenhaus in Leuna täglich etwa 1 - 200 ltr Kontakt zusammenkehrt. In den anderen Anlagen sind es ähnliche Mengen. Da das Becherwerk öfter mal stehen bleibt, müsste noch eine automatische Steuerung eingebaut werden, die ein Überlaufen des Kontakts verhindert, da die Kontaktklappen öfter nicht schliessen.

6) Stickstoffverbrauch

Der Verbrauch an Sperr- und Spülstickstoff ist allgemein noch zu hoch. In Leuna beträgt der Gesamtverbrauch / Ofen und Stunde 150 - 270 cbm. Der Teil davon, der ins Spaltgas geht, beträgt rund 1 % der Spaltgasmenge, bezogen auf den Ofenausgang. Der Hauptverbrauch entsteht durch Undichte der Ventile und Stopfbüchsen. Da die Ventile leicht durch Kontaktstaub bzw. Kontaktstücke beschädigt werden können, wird vorgeschlagen, versuchsweise feine Drahtsiebe vor den Ventilen einzubauen.

Eine Ermäßigung des Stickstoffverbrauches ist auch zu erreichen durch Verengung der zu weiten Überdachleitungen auf 80 - 100 mm ϕ . In Pölitz wird statt N_2 CO_2 zum Spülen und Sperren benutzt, wobei sich keine Nachteile gezeigt haben. Nur muss das CO_2 entschwefelt sein.

7) Pressluft-, Öldruck- und Elektroschieber

Die pressluftbetätigten Armaturen zeigen nach den Stettiner Messungen (200 cbm/h und 100 l/min) einen zu hohen Pressluftverbrauch. In Leuna wurde dieser Verbrauch noch nicht gemessen, in Scholven wird Stickstoff genommen und ebenfalls noch kein Verbrauch festgestellt. Höchstwahrscheinlich sind die Steuermerkmale nicht richtig gemessen. Die Öldruckschieber arbeiten in allen 3 Anlagen nicht einwandfrei, da überall die Öldruckanlage nicht in Ordnung ist. Als Hauptfehlerquelle werden die 3-Wegehähne angesehen. Die Elektroschieber gehen immer und arbeiten einwandfrei.

8) Heizgasverbrauch

Der Heizgasverbrauch beträgt in Leuna ohne Luvo 1,5 - 1,6 Mio WE/h.

9) Luftvorwärmer

Leuna hat keinen Luvo in Betrieb, d. sich auch der verkürzte Luvo zur Zeit nicht in betriebsfähigen Zustand befindet. Stettin fährt nur mit dem unteren Drittel des Luvos. Das Gas geht mit 280°C über Dach. Scholven nimmt den oberen Teil des Luvos als Dampfvorwärmer. Korrosionen werden nicht mehr festgestellt und es bildet sich auch am Gasaustritt keine Dampffahne mehr. Um im Winter Korrosionen am Schornstein zu vermeiden, wird vorgeschlagen, den Schornstein zu isolieren und innen einen korrosionsfesten Kondensatablauf anzubringen.

10) Röhrenbündel

Die Verschweißung der Rohre an den Rohrböden beim Umbau auf 70-er Rohre wurde besprochen. Die Rohre sind mit dem Grundmaterial und nicht mit der Plattierung zu verschweißen und es ist durch eine Deckraupe die Verbindung der Plattierung herzustellen. Bei richtiger Verschweißung und gleichmäßiger Rauchgasbelastung dürfte die Abblätterung der Plattierung aufhören. Beim Umbau der Ofen werden deshalb die alten Böden weiter verwendet. Bei schadhafter Plattierung wird diese abgeschält und durch Auftragschweißung mit Sicromal 8 ersetzt. Bei den neuen Ofen bzw. bei Neubestellungen werden Böden ganz aus Sicromal 8 beschafft. Die Konstruktion wird allgemein wie in Leuna ausgeführt, d. h. unter Ring- statt Vollböden.

Die einzelnen Werke geben Uhde den Bedarf an neuen Böden auf. Für Pölitz wird noch ein ganzer Satz Böden beschafft, da nur ein Reserve Satz vorhanden ist. Ausserdem gibt uns Pölitz noch auf, was an sonstigem Sieromal-Material zur Sicherstellung des AT-Programms benötigt wird.

Über die Wiederverwendung von schadhaften Röhren teilt Pölitz mit, dass dort schadhafte Röhre auseinander geschnitten werden und ein neues Stück mit Rundnaht angeschweisst wird. Selbst aus 4 Stücken zusammengesetzte Röhre haben im Betrieb keine Schwierigkeiten gemacht.

Die Scholvenner FF-30-Röhre sind immer noch krank. Obwohl jetzt mit Butan statt N_2 angefahren wird, um den durch die verschiedenen spezifischen Wärmen hervorgerufenen Temperatursprung zu vermeiden, treten immer noch Schwierigkeiten auf.

Es genügt schon, wenn kalter Kontakt in die warmen Röhre kommt, um Rohrreisser zu bekommen.

11) Anfahren und Abstellen

Die Frage des Anfahrens und Abstellens der Ofen ist zur Zeit nur noch für Scholven wegen der angekrankten Rohrbündel wesentlich. In Scholven wird deshalb sehr langsam hochgefahren, und zwar gleich mit Butan. Die kritische Zeit beim Anfahren liegt etwa 3 Stunden nach Erreichen der Vollast.

12) Inchromierung

Die vorgesehenen Versuche mit inchromierten Röhren zwecks Chromeinsparungen sind noch nicht aufgenommen worden.

C) Reg-Ofen

1) Ofenbelastung

Leuna fährt mit 2 Hauptöfen auf 1 Reg-Ofen, Scholven bei ungerader Ofenzahl mit 3 Hauptöfen auf 1 Reg-Ofen und bei gerader Ofenzahl ebenfalls mit 2 Hauptöfen auf 1 Reg-Ofen. Pölitz kann wegen dauernder Schwierigkeiten an den Reg-Ofen immer nur mit 1 Reg-Ofen bei 3 Hauptöfen fahren.

2) Einbauten

Während Leuna nach wie vor um den Kontaktraum Streckmetallzylinder hat, sind in Scholven zur Zeit Sieromal-Draht-Netze eingebaut aus 1 mm Draht mit ursprünglich 2×2 mm jetzt $2,5 \times 2,5$ mm Maschenweite. Die Ofen laufen mit diesen Netzen 8 - 10 Wochen gut, dann verstopfen sich die Siebe langsam. Die Siebe müssen dann abgeklopft werden, da sonst wegen der schwächer werdenden Wälzung geholt werden muss. In Stettin wurde um die Streckmetallroste mit den zu weiten Schlitzten ebenfalls ein Maschensieb gelegt, das aber - da Sieromal nicht zu bekommen war, aus Eisendraht besteht. Diese Siebe haben sich nach 14 Tagen meist schon zugesetzt. Es kommt dann zu örtlichen Überhitzungen, wobei das Drahtgewebe sehr stark verzündert und ausserdem Kontakt tot gebrannt wird. Die Zerstörungen des Siebes treten aber nur auf der inneren Seite des Kontaktraums auf, während die äusseren Eisennetze nicht angegriffen werden und auch nach 3 - 4 Monaten nur eine dünne Oxydschicht zeigen.

Aus obigen Erfahrungen ergibt sich, dass ein Streckmetallrost mit etwas engeren Schlitzten doch die geeignetste Ummantelung des Kontaktraums ist. Es wurde angeregt zu versuchen, das Streckmetall mit zu weiten Schlitzten nachzuwalzen und so die Schlitzte etwas zusammenzudrücken. Für die neuen Reg-Öfen sind jetzt Maschensiebeinbauten vorgesehen, da für die Streckmetallherstellung in Deutschland nur eine Maschine vorhanden ist. Auf Grund der bisherigen Erfahrungen sollen aber diese Maschensiebe im Laufe der Zeit wieder durch engeres Streckmetall ersetzt werden.

Die neue Konstruktion der Reg-Öfen mit durchgehenden Kontaktregenerationsraum ist wieder fallengelassen worden, da diese Bauart erheblich mehr Gebläseleistung erfordert. Der untere Teil sollte nun in Lissa ausgeführt werden. Leuna wird versuchsweise seinen neuen Reg-Öfen auch so bauen, dass für den Fall eines Misserfolgs noch genügend Öfen vorhanden sind. In Pölitz wird übrigens in diesen Tagen ein Ofen mit Eiseneinbauten in Betrieb genommen, so dass in etwa 8 Wochen die ersten Versuchsergebnisse vorliegen können.

Für die anderen Anlagen können diese Eiseneinbauten aber noch nicht verantwortet werden. Für den Fall, dass der neue Kontakt vollständig durchregeneriert werden müsste, müssten sogar wieder Sicromal-8-Einbauten genommen werden. Nach den bisherigen Versuchen ist aber mit weniger Koks auf dem Kontakt zu rechnen, zumal er schwächer belastet wird. Der Zwischenkontakt zeigt gleichen Koksgehalt wie der T 52 Kontakt. Vorbehaltlich der Zustimmung der Leunaer Materialprüfung soll deshalb für die Einbauten das Genehmigungsfreie zunderfeste TS 53 genommen werden.

3) Sauerstoffdosierung

Es wird in der Regeneration mit folgenden Sauerstoffgehalten des Wälzgases gefahren:

Leuna max. 1,5 % O_2

Scholven max. 1,9 % O_2

Stettin 0,5 - 0,8 % O_2

Die Sauerstoffzufuhr erfolgt bei allen 3 Werken durch Regelung von Hand nach Sauerstoffschreibern, da sich die automatische Regelung nicht bewährt hat. In den neuen Anlagen sollen ebenfalls nur Sauerstoffschreiber und Handregelung vorgesehen werden.

4) Kontaktschleusen

Die Bauart der Kontaktschleusen hat sich überall bewährt.

5) Kühlung und Heizung

Leuna fährt ständig ohne Kühler und heizt sogar bis zu 50 cbm/h Gas hinzu. Scholven fährt 1 Ofen mit, 1 Ofen ohne Heizung. Pölitz lässt durch den ziemlich starken natürlichen Sog Kühlluft durch die Gaskühler streichen. Die Kühlluftgebläse werden nicht benötigt und für die neuen Anlagen nicht mehr bestellt. Die Kühler werden kleiner ausgeführt. In die Kühlluftzuleitung soll ein Schieber gesetzt werden.

6) Walzgasgebläse

Während die schweren Scholvener Schiele-Gebläse vollkommen sicher arbeiten, mussten bei den sehr leichten Pölitzer Schilde-Gebläse Kompensatoren eingebaut werden. Für die neuen Anlagen mussten die ebenfalls verhältnismässig leichten Gebläse von Rothemühle genommen werden, bei denen sich höchstwahrscheinlich Kompensatoren vorzusehen sind.

D) Gasreinigung

Nach den bisherigen Erfahrungen muss die Reinigung des Spaltgases vor die Verdampfer verlegt werden, da sich diese sonst leicht zusetzen. Scholven macht zur Zeit Versuche mit einer Schweröl-Gaswäsche mit 2 Damag-Kittelböden. In Leuna und Stettin sind vor den Verdampfern bzw. Kühlern Koksfilter (ohne Wassereinspritzung) eingebaut, die sich durchaus bewähren. Die ehemaligen Schlauchfilter sind in Pölitzebenfalls mit Koks, in Scholven mit Raschringen gefüllt. Für die neuen Anlagen werden ebenfalls Koksfilter vorgesehen. Bei Verdampfern mit Regeneration müssen die Filter isoliert werden. Das Filterhaus wird nicht mehr gebaut.

E) Gaskondensation

In Pölitze ist in jeder Stufe der Gaskondensation nur 1 Kondensator in Betrieb. bei einem Kondensatablauf von 35 - 40°C im Flusswasserkühler. Scholven führt bei 5 Öfenbetrieb mit 3 Kondensatoren in der Warmstufe und einem Kondensator und einem Nachkühler in der Kaltstufe. Dabei ist nur eine Kältemaschine in Betrieb, die ausserdem noch den Kühler der Äthankolonne speist, wobei allerdings der Turmverflüssiger mit Frischwasser arbeitet. Leuna hat in der Warmstufe normalerweise 2 Kondensatoren, im Hochsommer von mittags bis nachts 3 Kondensatoren in Betrieb. In der Kaltstufe werden 1 bzw. 2 Kondensatoren gefahren. Das Kondensat aus der Warmstufe wird nicht nachgekühlt. Es laufen normalerweise 1 Kältemaschine, an warmen Tagen nachmittags 2 Maschinen. Die Turmverflüssiger werden mit Rückkühlwasser gefahren.

Der Wassergehalt hinter der Gaskondensation beträgt in Leuna rund 0,05 %. Da die Butylenstabilisierung in Zukunft fortfällt, entsteht durch den verbliebenen Wassergehalt ein Mehrbedarf an H_2SO_4 in der Alkylierung, der auf 10 - 15% des gesamten H_2SO_4 -Verbrauchs geschätzt wird. Es wird festgestellt, dass diese Butantrocknung in der Alkylierung die billigste Trocknung ist, da alle anderen möglichen Methoden auch nicht mehr bringen ausser der Destillation, die aber erheblich teurer wird.

F) Kompressoren

Schwierigkeiten an den Kompressoren sind seit Einbau der Koksfilter nicht mehr aufgetreten. Nur an der Leunaer Type sind die bekannten Schwierigkeiten mit den Ventilen noch nicht restlos behoben.

Die Arbeiten in dieser Richtung sind aber auch noch nicht abgeschlossen.

G) Destillationen

Es wird vorgeschlagen, die Destillationen in einer besondere Besprechung Anfang Oktober zu behandeln, zu der auch Borsig hinzugezogen werden soll. Ausserdem soll von Pölitz versucht werden, Unterlagen über die Pölitzer Keppers-Kolonnen zu bekommen. In dieser Destillationsbesprechung soll auch die Pumpenfrage nochmals eingehend behandelt werden.

Handwritten signature

Handwritten signature

2346

3042-22
30/4.02

220000112 T 52
Launa-Werke, den 13. August 1942 R

Aktennotiz

Besuch bei der Firma Hoesch Akt.Ges., Düren/Rhld.

Teilnehmer von Hoesch:	die beiden Inhaber Gebr.Hoesch
zeitweise:	ein Chemiker Dr.Kaltenbach
von Launa:	Dr.Kratz, Dr.Hanisch

Handwritten notes:
 H. Koppf
 H. Güter
 H. Gais
 H. Kumpf
 H. Hoff P.
 H. Wornitzky

Der Zweck des Besuches ist in der Aktennotiz vom 10.8.1942 über eine Besprechung in Bitterfeld über die Verarbeitung der Kontaktrückstände des T 52 bzw. AT 244 - Fabrikation niedergelegt. Der geplante Besuch bei Firma Hoesch fand am 11.8.1942 statt.

Zunächst wurde dem technischen Leiter der Hoesch-Betriebe, Herrn R.Hoesch, das Problem, um das es sich handelt, geschildert. Da Herr Hoesch die chemische Seite des Problems nicht völlig beurteilen konnte, zog er seinen Laborchemiker Herrn Dr.Kaltenbach zu Rate. Es wurde Herrn Hoesch klar gelegt, daß die zur Verarbeitung kommenden chromhaltigen Rückstände zunächst nur in dem Umfange evtl. in Düren zur Verarbeitung eingesetzt werden sollen, wie sie frachtgünstig anfallen; also etwa aus dem Ruhrgebiet. Der Gesamtanfall kann bis zu 120 moto betragen, wenn unter Einrechnung eines gewissen Verlustes sämtliche Kontaktrückstände zur Aufarbeitung gebracht werden können. Die Vorbedingung, die wir stellen müssen, wäre die Wiedergewinnung des Chroms in einer stark angereicherten und transportfähigen Form, so daß diese Chromrückstände in einem der I.G.-Werke des Niederrheins, Uerdingen oder Leverkusen, weiter verarbeitet werden können. Wir sagten zu, daß wir uns mit Herrn Dr.Dilthey, der in der I.G. die Chrominteressen vertritt, wegen Übernahme der evtl. aus Düren kommenden Chromrückstände, ins Benehmen setzen würden. Herr Hoesch zeigte großes Interesse an der Übernahme dieser Rückstände. Er glaubt, ohne besondere betriebliche Investitionen die Aufarbeitung übernehmen zu können. Eine im Anschluß an die Besprechung stattgefundene Betriebsbesichtigung zeigte, daß es möglich sein wird, ohne wesentliche Neuaufwendungen, die dazu noch finanziell von der Firma Hoesch übernommen werden würden, durch Aufstellung schon gelieferter Apparaturen die Verarbeitung der Kontaktrückstände derart in den Produktionsprozeß der Bauxitverarbeitung einzugliedern, daß keine Komplikationen im Betriebsvorgang und kein Mehrverbrauch an Chemikalien eintritt. Die Arbeitsweise ist so gedacht, daß der Aufschluß und die Filtration der Kontakt-

Handwritten: J. K. f. 14.8.42

masse sowie die Gewinnung des Cr-haltigen Rotschlammes in gesonderten Apparaturen vorgenommen werden soll, während das Ausrühren des Tonerdehydrats und das Eindampfen der Mutterlauge gemeinsam im allgemeinen Fabrikationsprozeß geschehen müßte. Voraussetzung dafür ist allerdings, daß das Chrom nicht in 6-wertiger Form vorliegt, da sonst Cr in die Natriumaluminat-Lauge hingeraten, auf die Gesamtproduktion verschleppt und wahrscheinlich das Al_2O_3 -hydrat verfärben und verunreinigen würde. Es dürfen also keine ungenügend reduzierten Kontaktrückstände angeliefert werden. Der Aufschluß geschieht alkalisch, das Ausfällen des Bauxits durch Ausrühren nach dem Bayer-Verfahren. Die Filtration der Eisenoxydrückstände, des Rotschlammes, wird durch Kelly-Filter bei 4-5 atü Druck vorgenommen. Ein Filtrationsprozeß dauert 4-5 Stunden. Die Filter scheinen sehr leistungsfähig zu sein. Zur Bespannung der Filter ist man von Filtertuch ganz abgekommen, sondern verwendet sehr dichte, auf einen Filtrationsdruck von 4-5 atü berechnete, Eisendrahtnetze einer Dürener Drahtnetzfabrik. Die Eindampfung der aus den Ausrührgefäßen kommenden Rücklauge, die wieder zum Lösen frischen Bauxits verwendet werden muß, geschieht in einem Vierfachverdampfer.

Um ein genaues Bild über Aufbereitung der Kontaktrückstände und über das Verhalten des Chroms und des Kohlenstoffs, nach dem in Düren verwendeten Verfahren, zu gewinnen, bittet Herr Hoesch um Übersendung eines 5 kg-Musters und eines Waggons der Rückstände. Erst nach dem mehrere Tonnen-Ansätze mit dem Material gefahren wären, könne er uns eine überschlägige Kalkulation und Ausbeutebestimmung geben. Eine direkte Zusage für die Übersendung dieses Waggons gaben wir ihm noch nicht, brachten jedoch unsererseits zum Ausdruck, daß auch wir diesen Großversuch für zweckmäßig hielten und seinen Wunsch bei unserer Werkleitung unterstützen würden.

Es wurde noch kurz über die Möglichkeiten gesprochen, die für die kalkulatorische Beurteilung des Problems maßgebend sind. Es muß bei der Festsetzung eines Preises berücksichtigt werden, daß das Rohmaterial z.Zt. von den Werken, bei denen die Kontaktrückstände anfallen, bisher mit 0 einsteht. Wenn man voraussetzt, daß die Ausbeuten mindestens denen entsprechen werden, die bei der Verarbeitung des derzeit in Düren zur Verarbeitung kommenden Bauxits erreicht werden und sonstige erhöhte Kosten nicht eintreten, so müßte das anfallende Aluminiumhydrat bzw. der Chromschlamm um den Teil billiger sein, mit dem der zur Verarbeitung gelangte Bauxit (50.- RM pro t) ansteht. Das wären etwa 20 % weniger als der bisherige Tonerdepreis; andererseits könnte man daran denken, den Lieferwerken die Rückstände, zu einem dem Bauxit-Äquivalent, zu vergüten, so daß das Fertigprodukt, das Tonerdehydrat und die Chromrückstände etwa den glei-

ohen Wert halten würden, den Hoesch z.Zt. in Rechnung stellt. Wir sagten Herrn Hoesch, daß wir ihm nach Eingang seiner Kalkulationsvorschläge über diesen Punkt noch eingehend Bescheid geben würden. Herr Hoesch machte uns nun weiter darauf aufmerksam, daß seine Produkte neuerdings der Preisprüfung unterzogen worden seien, da er durch die steigenden Rohmaterialpreise gezwungen worden sei, die Preise zu erhöhen.

Die Arbeitsverhältnisse im Werk Hoesch dürften von gewissen allgemeinem Interesse sein. Die Firma ist aus einer Ölhandelsfirma hervorgegangen und hat außerdem noch ein kleineres belgisches und Östereichisches Werk. Das Werk Düren ist vor etwa 7 Jahren gebaut. Der Bauzustand ist gut. Die Apparaturen werden z.Zt. stark vermehrt. Die Kapazität des Werkes beträgt etwa $2\frac{1}{2}$ - 3000 t Bauxit. Der Reparaturzustand der Apparaturen scheint allerdings nicht gut zu sein. Man ist z.Zt. bei einer Vergrößerung der Anlagen. Die Belegschaft beträgt etwa 300 Mann. Davon etwa 10 % Ukrainer. Die Arbeitszeit ist nach Angaben des Werksleiters außerordentlich hoch. Die durchschnittliche Arbeitszeit beträgt 67 Stunden pro Woche. Dabei arbeiten die mit Wartung von Apparaturen betrauten Leute bis zu 84 Stunden in der Woche. Dieses ist nur möglich dadurch, daß erstens Mal die Belegschaft in der Nähe wohnhaft ist und vom Werk eine sehr gute zusätzliche Verpflegung gestellt wird. Die Firma hat bei den Behörden durchgesetzt, daß die Erträgnisse eines der Firma gehörenden Gutes den Gefolgschaftsmitgliedern zugute kommt. Für die vom Werk gestellte Kantinenverpflegung, von deren Güte wir uns überzeugen konnten, werden keine Fettmarken, sondern nur 200 g Fleischmarken pro Woche abgegeben und dafür mehr als 400 g Fleisch in 6 Mahlzeiten und reichlich Fett geliefert.

Handwritten signature

☉ Herrn Dir. Dr. Giesen
" Dir. Dr. Herold
" Dr. Sackmann
" Dr. Kratz/Dr. Hill II
A.W.P.
" Dr. Hanisch

230000115

Herrn Dr. Herold

3042-23

30/4.02

T 52

Einschreiben

Sudetenländische Treibstoffwerke
Aktien-Gesellschaft
z.H.von Herrn Dr. Albl, B 7

Maltheuern über Brüx
Sudetenland

Stickstoff-Abt.
S.-B./Hd/PII.

23. Okt. 1942

Ul.

AT 244

Gemäß der Verabredung mit Ihnen am 15.d.M., teilen wir Ihnen folgende analytische und motorische Kennzeichen unseres Alkylates mit:

1) Siedeanalyse nach Engler

Siedebeginn	95°	101	104	107	108	109	111	112	115	120	170	S.E.190°
		5	15	25	35	45	55	65	75	85	95	99

Nachlauf 0,8 cm

2) d_{20} : 0,710

3) Brom-Zahl: 0,0

4) Schwefelgehalt: Spuren

5) Dampfdruck nach der Abtrennung von C4: 0,2 ata

6) Oktanzahl Motormethode: 93 - 94

7) Überladbarkeit im Flugmotor: Die erhaltenen Überladkurven gleichen weitgehend solchen, die mit reinem Isooktan sowie mit T52-Produkt erzielt wurden.

Die angegebenen analytischen Kennzeichen gelten für 98 % vom Rohalkylat.
Die restlichen 2 % sieden innerhalb 180 - 260°.

Heil Hitler!

Handwritten signature

An
Co
Hy
Ku
KW.
Ph
Wa
Pat.
Ing.

Handwritten mark

3042-24 30/4.02

Leuna-Werke, den 16. Februar 1945

210000116 752

Aktennotiz

Betr. Betriebsversuche mit verbesserter Kontaktverteilung der Dehydrieranlage
Mo 956.

Im Dehydrierofen 7 war an sämtlichen acht Ofenbündeln der Einbau eines Kontaktverteilers in der Ausführung nach Modell V (Vorschlag Obering. Wolfrom) durchgeführt worden (siehe Skizze). Während einer Betriebsdauer von 45 Tagen wurde das Arbeiten des Ofens nach 12 und 45 Tagen durch Olefinbestimmungen und Stickstoffanalysen für jedes Ofenbündel geprüft. Verglichen mit den Ofen ohne Kontaktverteilung lag in Übereinstimmung mit den Ergebnissen der laufenden analytischen Betriebsüberwachung die Ausbeute um 3 - 4% über dem Durchschnitt bei üblicher Höhe des Umsatzes.

Ausbaubefund nach 45 Betriebstagen:

1. Schlitzrohrversatz: Die Wasserkammern der Bündel 1, 5 und 7 wurden ausgebaut; die Schlitzrohre waren weniger durch Splitt zugesetzt als vergleichsweise bei Bündeln ohne Kontaktverteilung. Die Lage der am stärksten mit Splitt versetzten Schlitzrohre war eine willkürliche, die frühere Gesetzmäßigkeit sehr stark verstopfter Innenrohre und splittfreier Außenrohre trat nicht auf; die Schlitzrohre mit dem stärksten Splittversatz innerhalb eines Bündels lagen in jedem Falle nebeneinander.

2. Siebanalysen: Die Siebanalysen des Kontaktes aus demselben Bündel zeigten nicht das günstige Ergebnis des Modellversuches, sondern immer noch deutliche Häufung von Splitt in den Innenrohren. Jedoch verglichen mit den Ofen ohne Verteilereinbau war die Kontaktverteilung weit günstiger.

3. Kontaktfarbe: Die Schwärzung des Kontaktes aus den einzelnen Rohren der untersuchten Bündel 1, 5 und 7 ist sehr gleichmäßig; der Kontakt aus den Innenrohren erscheint jeweils etwas dunkler.

4. Kohlenstoffgehalt des Kontaktes: Aus den Analysen ist keine erhöhte Kohlenstoffabscheidung auf dem Kontakt aus den Innenrohren zu ersehen.

Zusammenfassung:

Die Verteilung des Splitts auf die einzelnen Bündelrohre war nach den Siebanalysen schlechter als beim Modellversuch, aber viel besser, als bei Bündeln ohne Einbau einer Kontaktverteilung bisher festgestellt wurde. Der Versatz der Schlitzrohre mit Splitt war geringer als bei Bündeln ohne Kontaktverteilung. Die ungünstige Häufung des Splitts in den Schlitzrohren der Innenrohre trat nicht mehr auf. Aus der gleichmäßigeren Kohlenstoffbeladung des Kontaktes aus den einzelnen Rohren kann geschlossen werden, daß der Umsatz in den Innen- und Außenrohren gleichmäßiger stattfindet als ohne Kontaktverteilung.

Am Dehydrierofen 5 wurde nach 24 Betriebstagen ein Bündel, welches mit Kontaktverteilung nach Modell 2 (Vorschlag Obering. Keinke) ausgestattet war und ein Bündel ohne Kontaktverteiler untersucht. Die Siebanalyse des umgebauten Bündels zeigte ein ähnliches Bild wie der Modellversuch; Die Anhäufung von Splitt trat in den Innenrohren nicht mehr auf, sondern war nach den seitlichen Rohren verschoben.

Die Schlitzlöcher der Innen- und Außenrohre waren ziemlich gleichmäßig und geringer mit Splitt versetzt als bei dem Bündel ohne Einbau. Der Kontakt war gleichmäßiger geschwärzt.

Zusammenfassung:

Die Kontaktverteilung nach Modell 2 hat nach dem Ausbaubefund ebenfalls eine Verbesserung in der Splittverteilung bewirkt.

Beide Arten der Kontaktverteilung sind nach den bisherigen Betriebsversuchen als Verbesserung zu betrachten. Da jedoch die Ausführung nach Modell 2 leichter herzustellen ist, soll demnächst ein Ofen mit dieser Kontaktverteilung ausgestattet werden. Die Betriebsversuche haben gezeigt, daß es durch Verbesserung der Kontaktverteilung wohl möglich ist, den Umsatz gleichmäßiger auf die einzelnen Rohre des Bündels zu verteilen und die Ausbeute zu erhöhen. Jedoch wird der Effekt der Kontaktverteilung teilweise wieder aufgehoben, da sich der Splitt jetzt unregelmäßig in den Schlitzrohren festsetzt. Eine wirkliche Verbesserung kann nur erzielt werden, wenn die Schlitzrohre entfernt werden. Um in dieser Richtung weitersukzessieren, wird

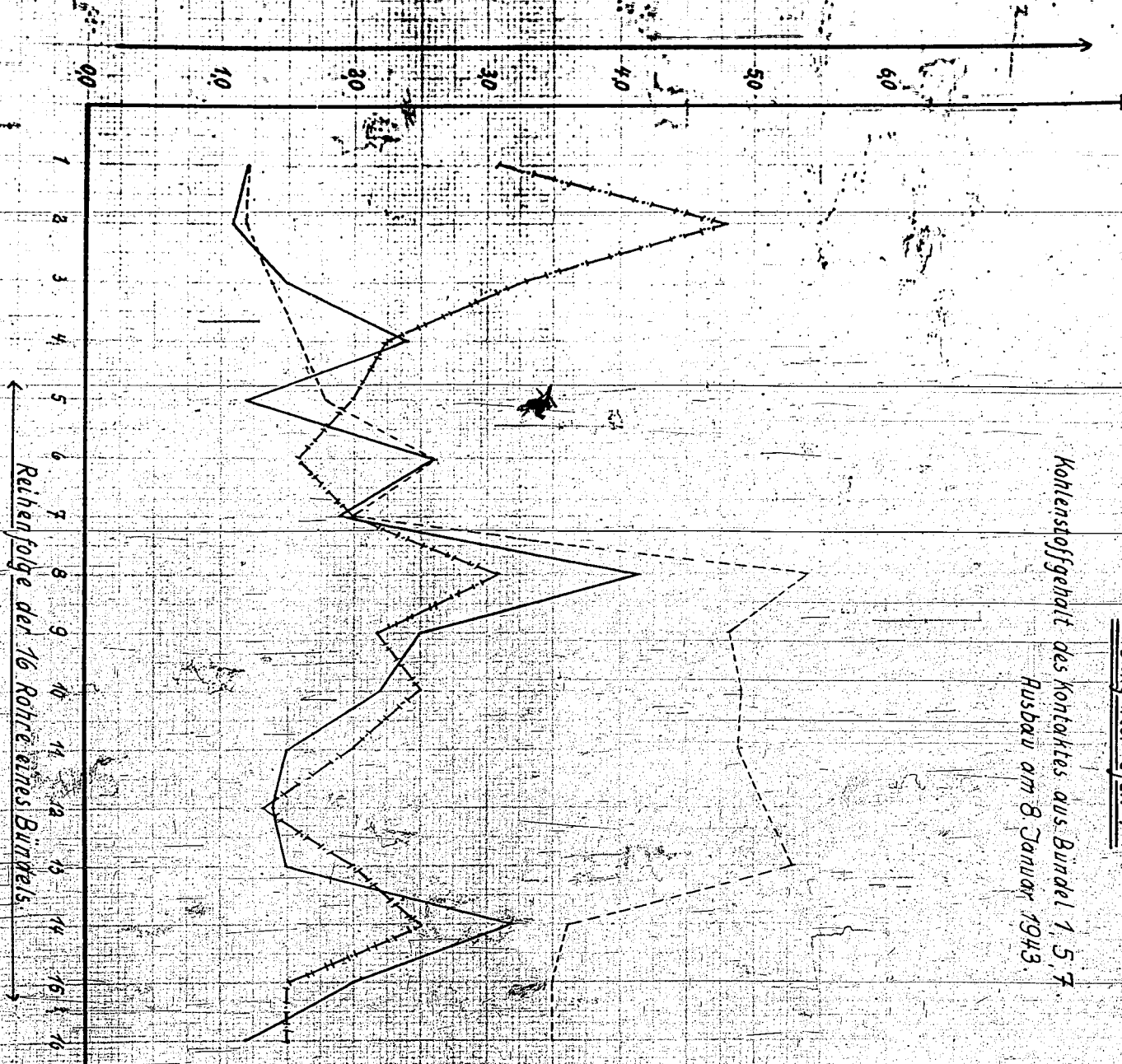
ein Bündel demnach mit der vorgeschlagenen neuen Gesaustrittsvorrichtung ausgestattet.

Entfernung des Splitts durch 4 mm Maschensiebe.

Gleichzeitig wurde an einem anderen Ofen versucht, durch weitgehendes Ausziehen des Splitts aus dem Kreislaufkontakt mit Sieben von 4 mm Maschenweite an Stelle von 2 mm den Versatz der Schlitzröhre zu verhindern. Die bisherigen Ergebnisse zeigten bei diesem Ofen bei gleichbleibendem Umsatz eine Steigerung der Ausbeute um 3-4%. Jedoch ist der Kontaktverbrauch gegenwärtig noch relativ hoch. Wenn auch dieser Weg zu einer Verbesserung der Ofenleistung führt, so erscheint es trotzdem notwendig, die Ofen nach den anfangs ausgeführten Verbesserungen weiter auszubauen, da die größeren Maschensiebe bei einem weniger abriebfesten Kontakt (Endkontakt für Al-Anlage) zu einem untragbaren Kontaktverbrauch führen könnte.

○ Herren Dir. Dr. Giesen
 Obering. Dr. Sackmann
 Obering. Keinke
 Dr. Hanisch
 Dr. Fischer
 DI. Weidmann/Friedrich
 Dr. Bode
 Dr. Strätz
 Dr. Herbert

Manne? →
 Dr. Bode hat die
 Versuche gemacht!



Kohlenstoffgehalt des Kontaktes aus Bündel 1, 5, 7.
 Ausbau am 8. Januar 1943.

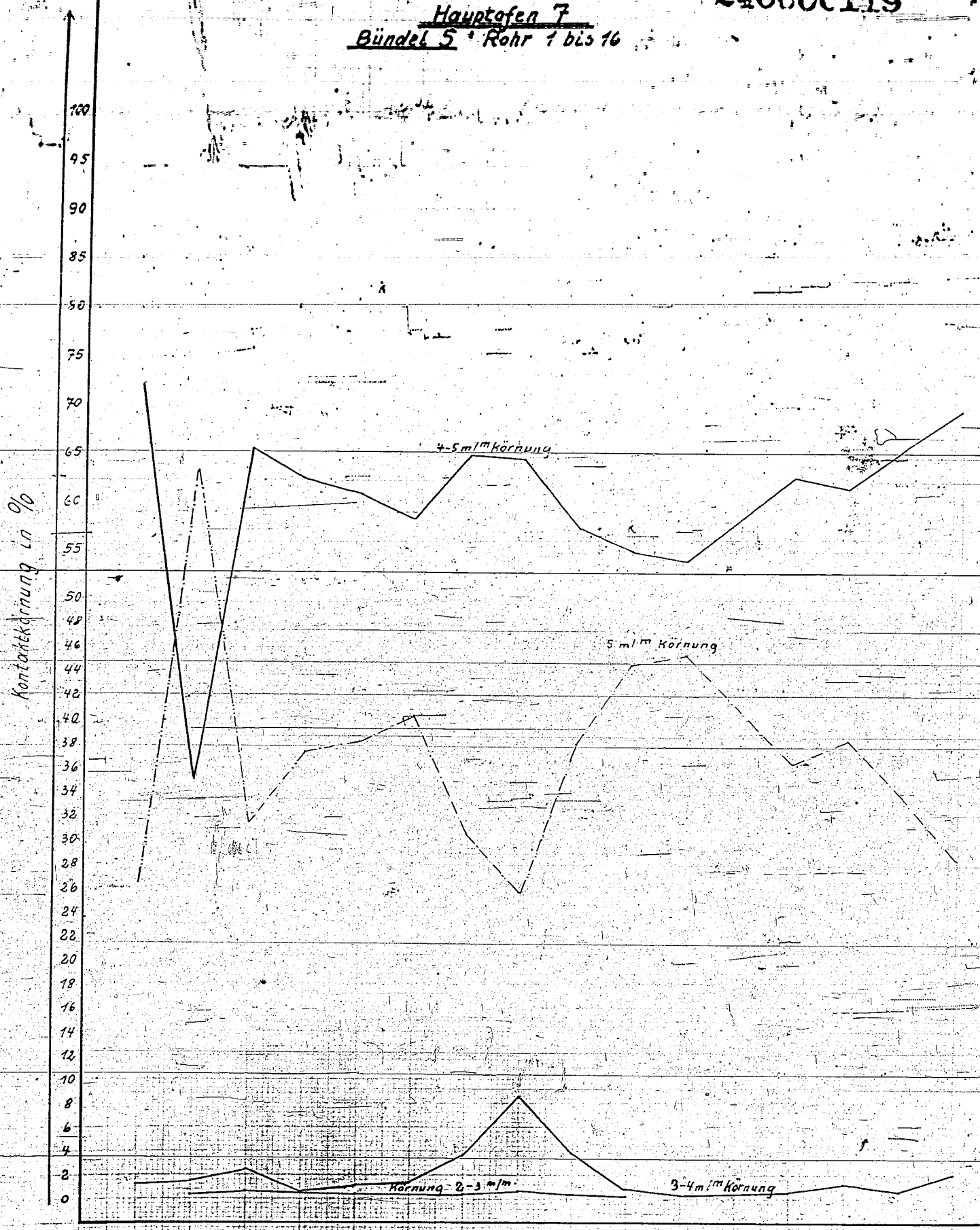
Dehydrier-Ofen 7

Bündel 1
 Bündel 5
 Bündel 7

Reihenfolge der 16 Rohre eines Bündels

21000C119

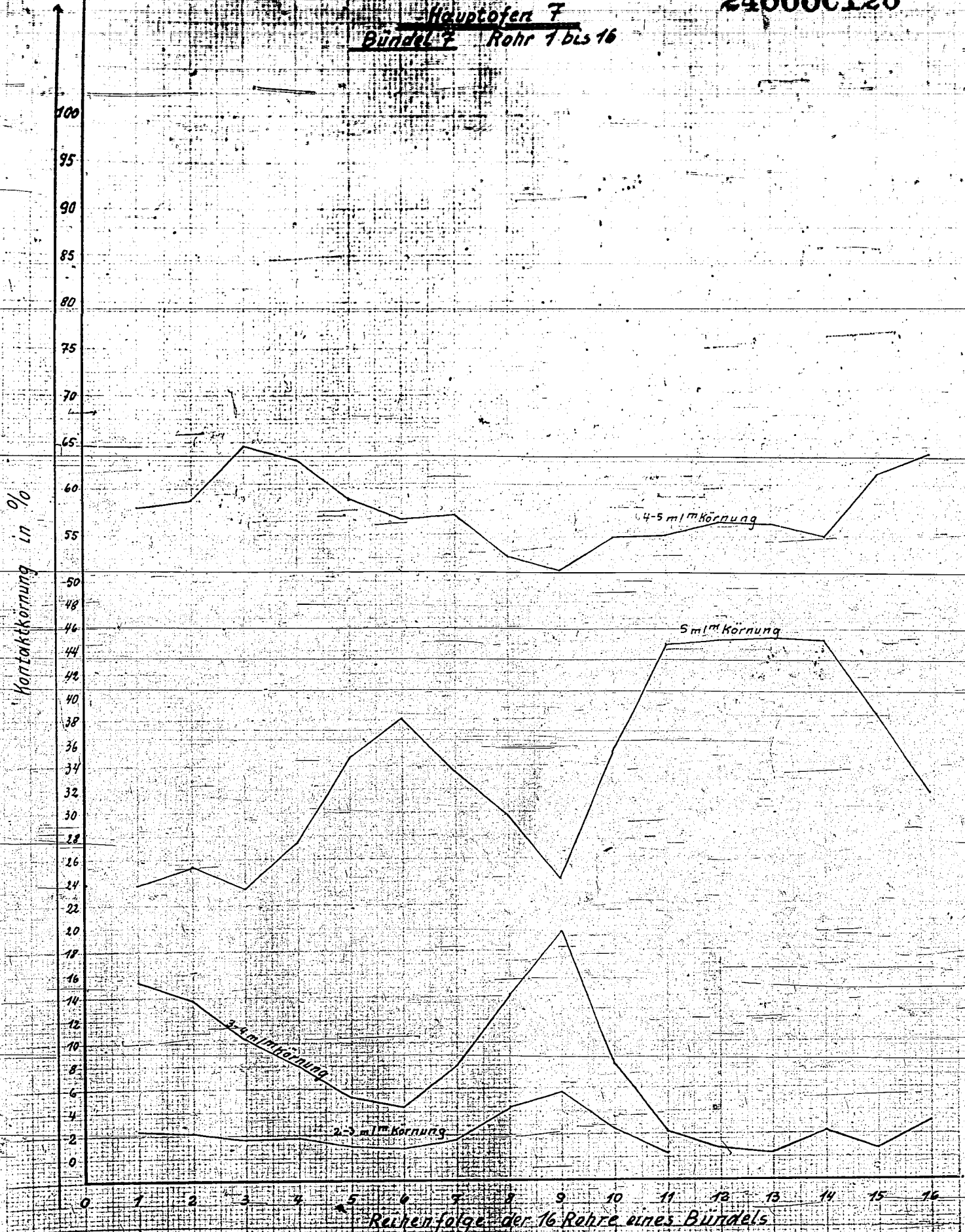
Hauptofen 7
Bündel 5 Rohr 1 bis 16



Reihenfolge der 16 Rohre eines Bündels

210000120

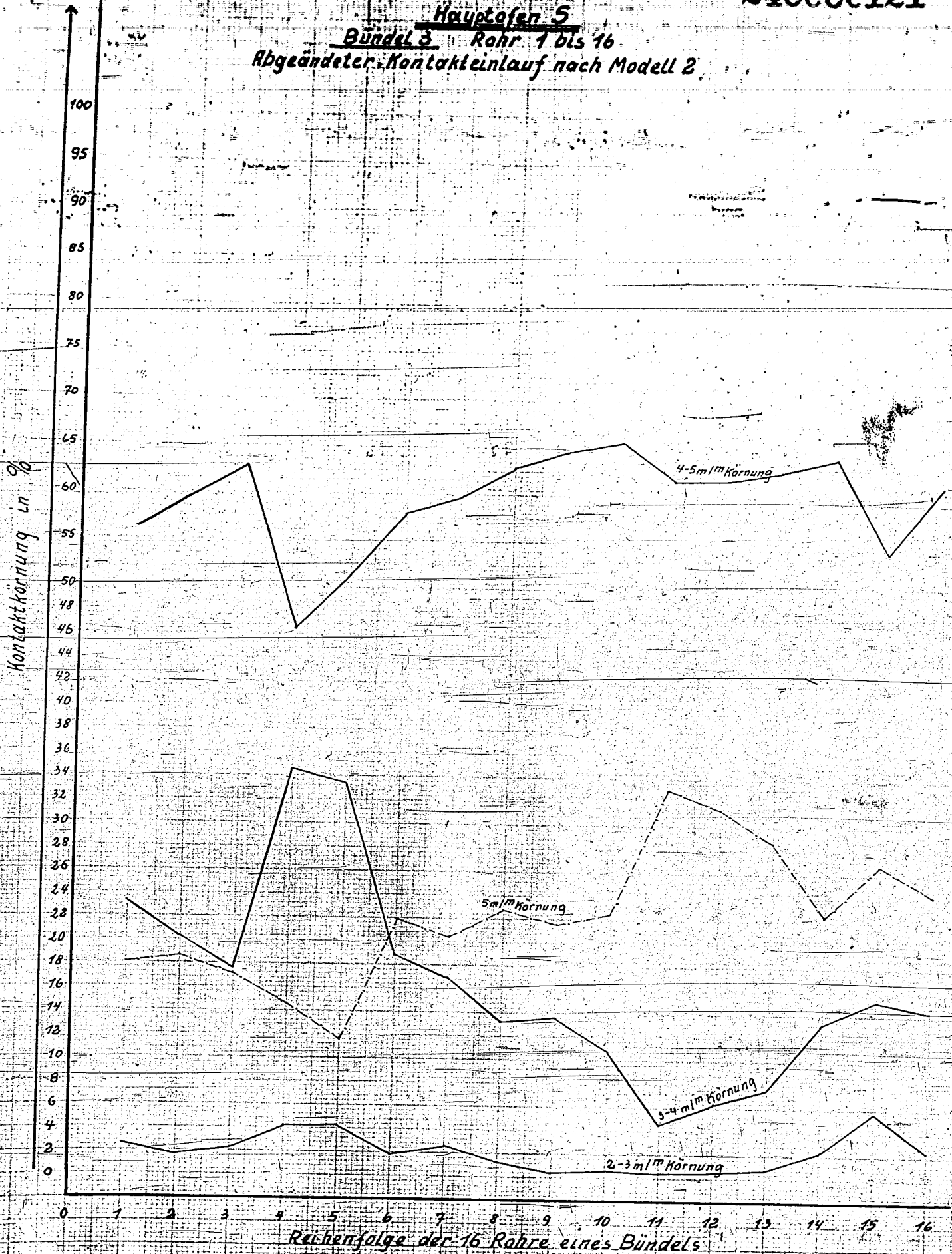
Hauptofen 7
Bündel 7 Rohr 7 bis 16



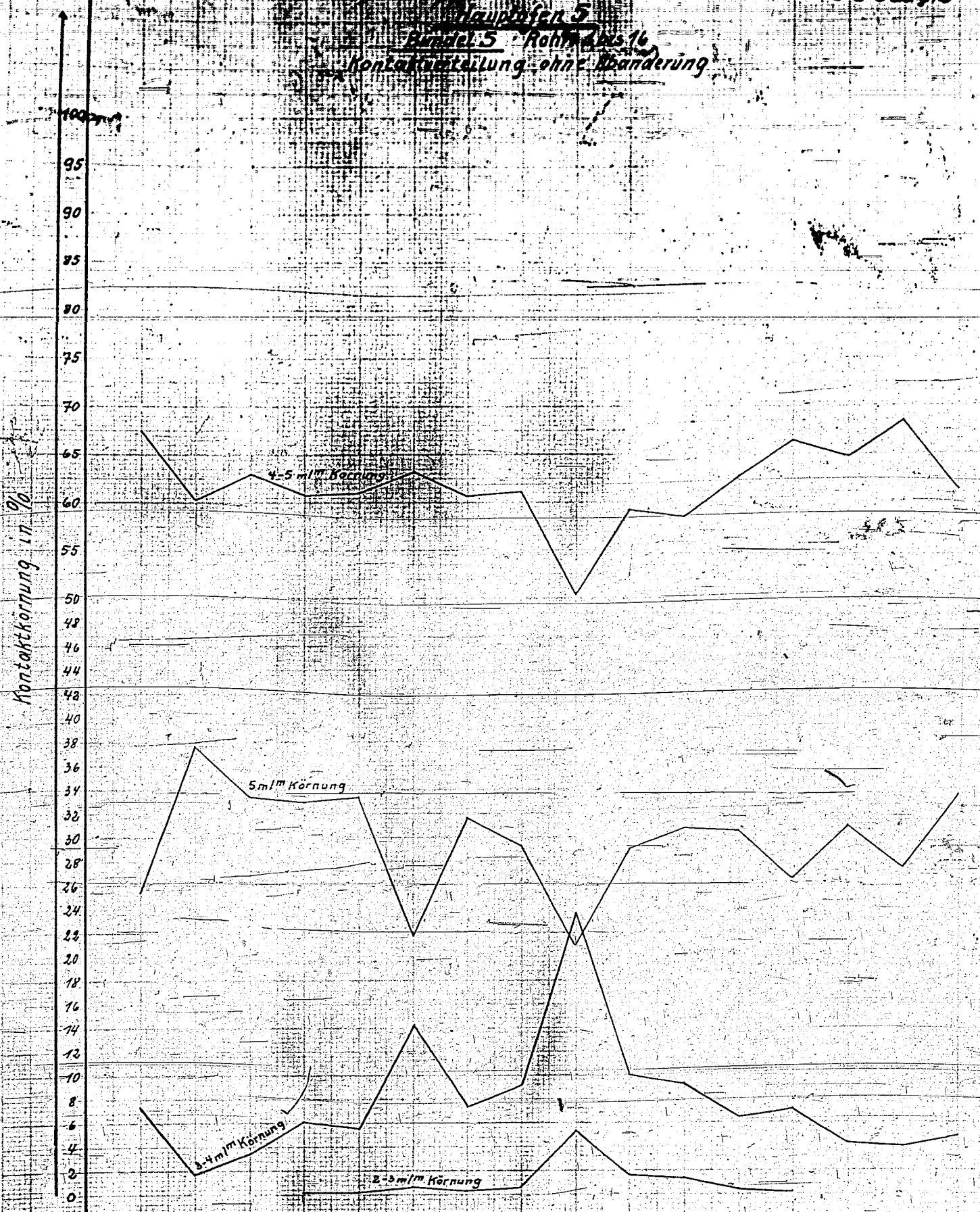
Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Merseburg)
Stellendahl

OS 22243 III

Hauptafen 5
Bündel 3 Rohr 1 bis 16
Abgeänderter Kontakteinlauf nach Modell 2



Hauptrohr 5
Bündel 5 Rohre bis 16
Kontaktverteilung ohne Abänderung

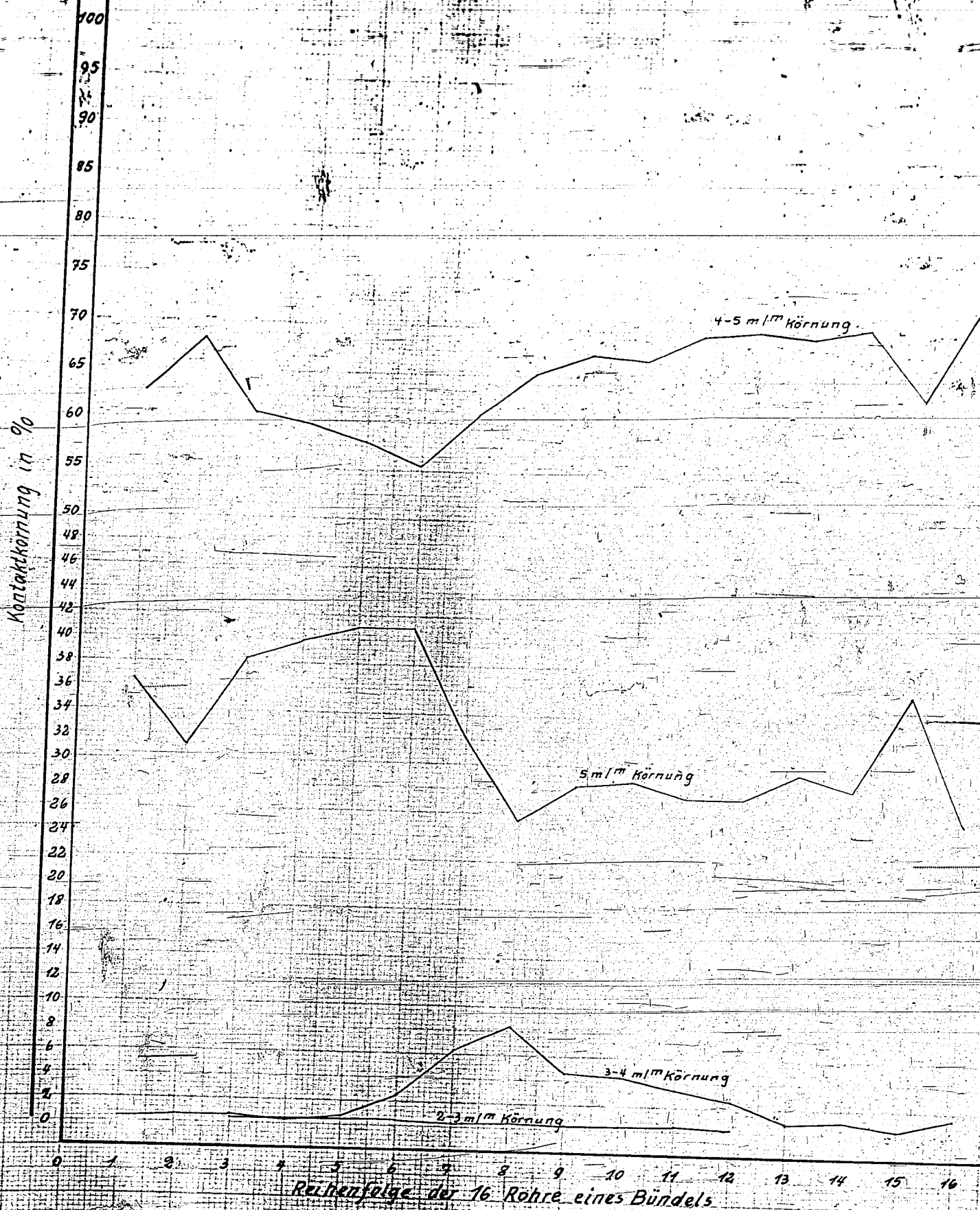


Kontaktverteilung in %

Reihenfolge der 16 Rohre eines Bündels

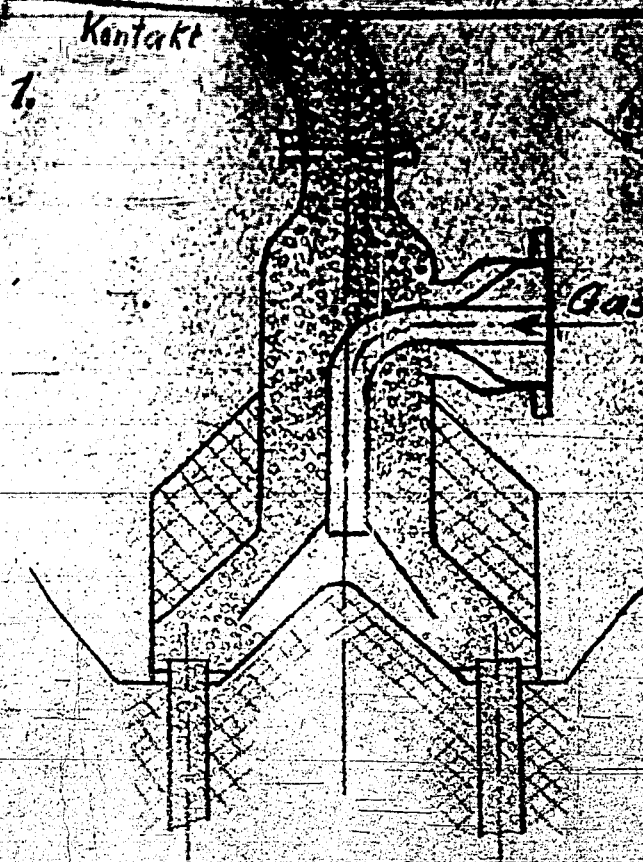
Hauptofen 7
Bündel 1 Rohr 1 bis 16

240000123

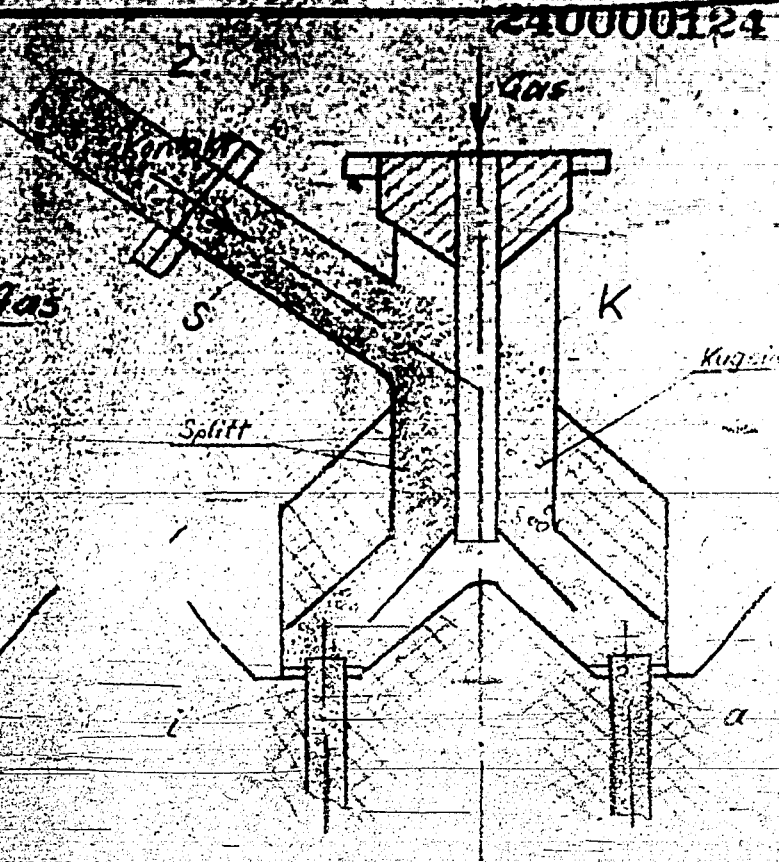


Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter
Haftung
Leuna-Werke (Kreis Merseburg)
Leuna

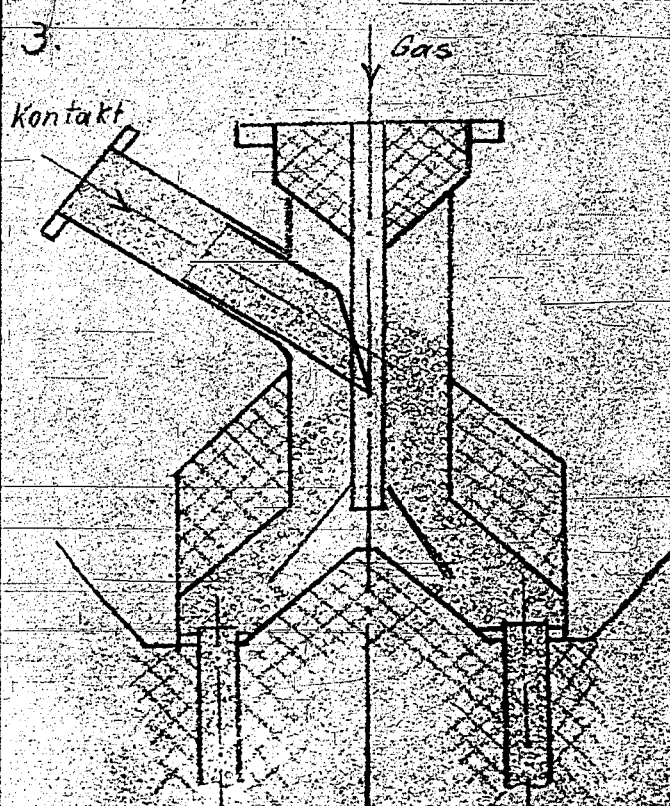
OS 22243 VI



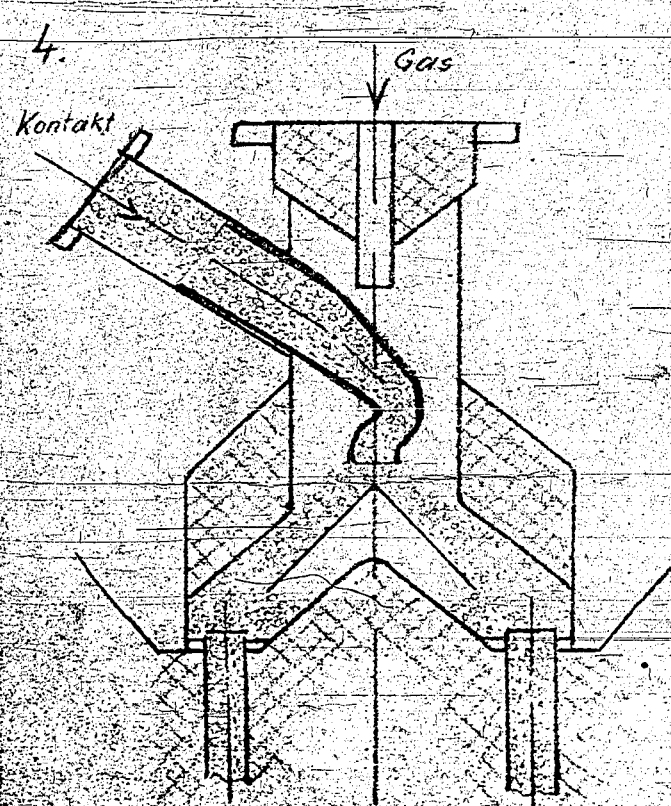
Versuchs ofen in Me 52



Ofen in Me 956



Modell 2, Vorschlag O. J. Keinke
Änderungsvorschlag I



Modell 5, Vorschlag O. J. Wolfram
Änderungsvorschlag II

HAUPTLABORATORIUM
Versuchsgruppe No 219
B.400/43 e

3042-25

30/4.02

250000125

Leuna Werke, den 2.7.1943

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.

Dr. Kaufmann, Dr. Nowotny

Butan- (Propan-) Dehydrierung im Röhrenofen über festangeordnetem Kontakt

♂ Herrn Dir. Dr. Bütetisch
" Dir. Dr. v. Staden
" Dir. Dr. Strombeck
" Dir. Dr. Giesen
" Dir. Dr. Herold
" O. I. Keinke
A. W. P.
Hauptlabor. 2 x

Zur großtechnischen Durchführung des Butan-Dehydrier-Verfahrens haben wir bekanntlich den außenbeheizten Festbett-Ofen gewählt, durch welchen der Kontakt laufend hindurchgeschleust wird. In einem gesondert aufgestellten Regenerationsofen wird der ausgeschleuste Kontakt durch Abbrennen der darauf befindlichen koksartigen Ablagerungen wieder reaktiviert. Die Aufenthaltsdauer des Kontaktes im Dehydrierofen beträgt im Mittel 4 Stunden (entsprechend seiner katalytischen Haltbarkeit).

Im folgenden werden zunächst die mit diesem Arbeitsprinzip zwangsweise zusammenhängenden grundsätzlichen Nachteile beschrieben, wobei jedoch bemerkt sei, daß trotz dieser Nachteile wir diesen Verfahrensweg als den bisher einzig möglichen wählen mußten.

1. Der Kontakt ist temperaturempfindlich und setzt bei niedrigeren Temperaturen (die wegen der Ausbeute anzustreben sind) gut um, wenn er nicht zwischen- durch bei höheren Temperaturen gefahren wird. Geschieht dies aber, dann muß man, um den Umsatz zu halten, den Kontakt bei dieser höheren Temperatur weiterfahren, denn beim Zurückgehen auf die ursprüngliche Temperatur, bei der er ohne die erwähnte Überhitzung gut weitergearbeitet hätte, kann man dann immer ein starkes Absinken des Umsatzes feststellen. Beim Schleusen durchläuft nun der Kontakt immer Stellen höherer Temperatur, die einmal an der Ofenwand und am Ende des Kontaktröhres auftreten und wird so für die Zonen der normalen Betriebstemperatur zwangsläufig mehr oder weniger inaktiviert, was sich in einem Absinken des Umsatzes bemerkbar macht. Die Folge davon ist, daß man die Betriebstemperatur des Ofens schnell steigern muß, wodurch man aber wieder einen Rückgang der Ausbeute in Kauf nehmen muß. Über 580° darf man aber wegen aller stark wachsender Krackung die Temperatur nicht steigern und ist so gezwungen, dauernd zu viel neuen Kontakt zuzusetzen, so daß dessen Verbrauch dann sehr hoch liegt.

Bei der Festbettfahrweise würden diese Nachteile wegfallen, da die einzelnen Kontaktkörner immer fest liegen bleiben, wodurch man viel länger bei niedrigeren Temperaturen fahren kann, da der Kontakt viel weniger schnell ermüdet. Dies müßte sich sowohl durch höheren Umsatz und Ausbeute als auch niedrigeren Kontaktverbrauch auswirken.

2. Beim Schleusen stellt sich eine mittlere Betriebstemperatur ein und zusetzter Frischkontakt wird gleich bei höherer Temperatur gefahren, während er sich schon bei tieferen Temperaturen den gewünschten Umsatz bringen würde. Im Festbettofen könnte der Kontakt immer bei der tiefstmöglichen Temperatur gefahren werden.
3. Beim Schleusenverfahren werden hohe Ansprüche an Form und mechanische Festigkeit des verwendeten Kontaktes (abriebfeste Kugeln) gestellt. Diese Forderung würde bei der Festbettarbeitsweise weitgehend gemildert.

Kürzlich kam nun von Oppau (Dr. Conrad) der Vorschlag, für die Butan-Dehydrierung die Festbettfahrweise in mehreren unbeheizten innenisolierten Schichtöfen mit Zwischenvorheizern zu wählen. Die Durchführung dieses Vorschlages sei dadurch jetzt möglich geworden, daß inzwischen Dehydrierkontakte entwickelt wurden, die bei einer derartig tiefen Temperatur arbeiten würden, daß sie bis dato vorliegenden Gründe, die zwingend gegen das Festbettverfahren sprachen und aus den folgenden Ausführungen noch zu ersehen sind, wegfielen. Bei diesem Stufenverfahren, bei dem die für die Dehydrie-

nung notwendige Wärme vor dem Kontakt allein im Vorheizofen herbeigeführt werden muß, fällt die Kontakttemperatur zwischen Gaseintritt und Ausgangeintritt pro Ofen bei z.B. 4-maliger Unterteilung (4 Ofen mit Flächenrohr-Heizern) um etwa 50 - 70°.

Man hat also in Richtung abnehmender Reaktionsgeschwindigkeit (infolge Annäherung an das Gleichgewicht) auch abfallende Temperatur an der demzufolge bei etwa optimaler Arbeitstemperatur in der Mitte des Ofens im ersten Teil zu hohe, im letzten Teil zu niedrige Temperatur. Möglicherweise weitgehende Unterteilung des Prozesses in Stufe (viele Ofen) vermeiden diesen Nachteil. In den jeweiligen Zwischenstufen muß das inzwischen bleifaltig gewordene C_2 Gas immer wieder aufgeschichtet werden. Bei den notwendigen Arbeitstemperaturen der bisherigen Kontakte wäre die notwendige Vorheiz- bzw. Flächenrohrheizertemperatur viel zu hoch gewesen (thermische, ungewollte Nebenreaktionen der C_2 -Kohlenwasserstoffe), um diese Arbeitstemperatur überhaupt in Erwägung zu ziehen. Letztgenanntes wie oben gesagt, jedoch einen Kontakt zu Grunde, der bei Temperaturen schon um 300 bis höchsten 500° arbeitet (statt bisher 500 bis über 600°), dadurch dieses Stufenverfahren neben diesen ihm eigenen Nachteilen gegenüber bisherigen Schlenkverfahren gegenüber die Vermeidung der eingangs ausführlich geschilderten Nachteile dieser letzteren Vorweise voraus. Eine technische Durchführung dieser Stufenverfahren würde hinsichtlich der beispielweise für das HF-Verfahren in Hoeschierbau gewählten ersten Ausbaustufe weitgehend gleichen.

Ebenso wie bei diesem letztgenannten HF-Verfahren die Weiterentwicklung zum aufwendigsten Röhrenofen (fest angedrehter Kontakt) führte und die eindeutigen Vorteile dieser Arbeitsweise zeigte, sind alle die dort gemachten bekannten Überlegungen auch hier zutreffend und die bereits bei der Erwähnung des Stufenverfahrens noch bleibenden sogenannten Nachteile der Festbettfahrweise (Überhitzen der Kohlenwasserstoffe in den Vorheizern; zu starker Temperatureffall in den Ofen, die zahlreichen, durch den Umschaltmechanismus bedingten Reifabsperrverluste) vermieden, was sich auch hier, ebenso wie bei dem HF-Verfahren, in einem besseren Umsatz und erhöhter Ausbeute äußern müßte.

Aus diesem Grunde führten wir in Nr. 52 zum Vergleich in einem vorhandenen Hoesch-Schlenkofen je einen Versuch mit fest angedrehtem Betriebskontakt bei intermittierender Fahrweise (Fehlzeiten, Wiederbeleben) durch und anschließend einen solchen mit dem Kontakt aus der gleichen Herstellungscharge nach dem bisher üblichen Schlenk-Prinzip.

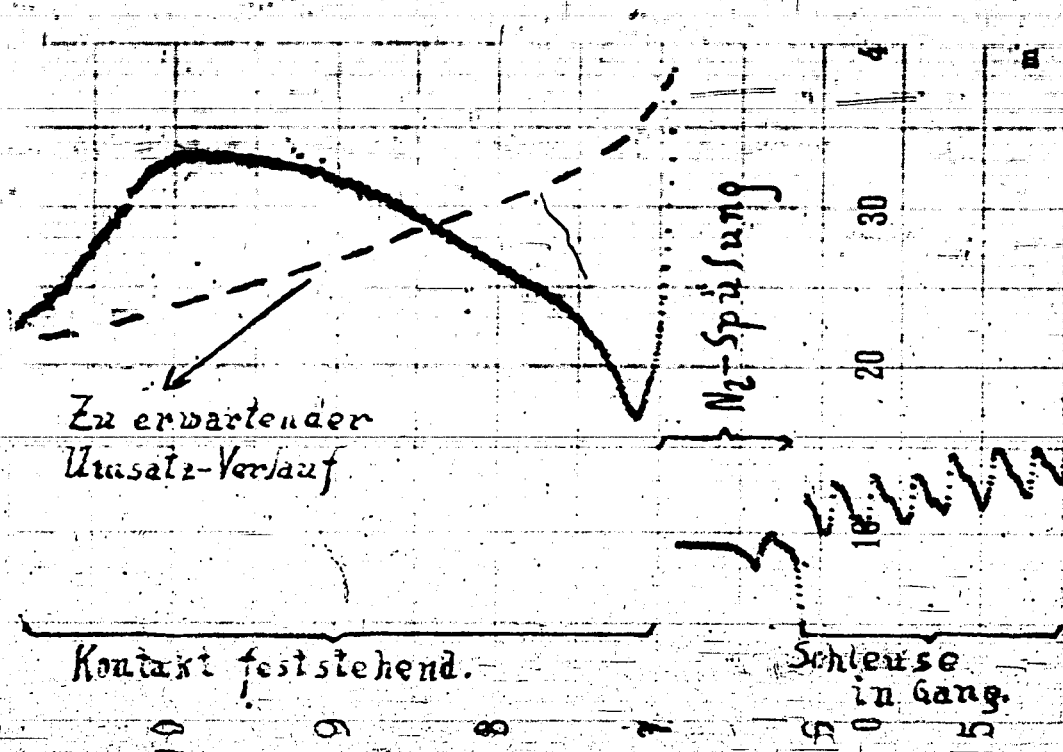
Versuchsbedingungen: Belastung 1 : 700 - 1 : 300, die Temperatur wurde langsam mit 700° pro Stunde Umsatz allmählich gesteigert. Verweilzeit

Der verwendete Kontakt 550 aus der Kontaktfabrik ist der derzeitige Betriebskontakt, der auch in der AT-244-Anlage eingesetzt wird und dort 244 die etwa gleichen Umsätze bringt, wie die Tabelle für unseren Schlenkversuch angibt. Das verwendete n-Butan für beide Versuche stammt aus der Hydrierung und wurde hier olefinfrei bewaschen. Olefinfreies n-Butan aus dem Saßol der 1-1-Molekule in der AT-244-Anlage erbrachte gegenüber diesem Butan keinen Unterschied.

In der folgenden Tabelle sind die Ergebnisse der beiden Versuche aufgeführt und lassen sich weiter von dem Versuch der Festbettfahrweise erkennen. Die Verluste wurden durch absorptions-Analyse und laufende registrierende Bestimmung des gebildeten C_2 mit Hilfe eines Messleitfähigkeitsspekters bestimmt, während die Ausbeuten an Hand von Stickstoffanalysen ermittelt wurden.

Die Versuche zeigen die außerordentliche Überlegenheit des Röhrenkontaktsbett-Verfahrens gegenüber dem Schleusenverfahren. (Einige Vergleichsversuche zu dem älteren Stufen-Verfahren konnten wir infolge fehlender Apparatur nicht durchführen.)

Auf ein wichtiges Erkenntnis sei besonders hingewiesen: Der Kontakt ist sehr wasserstoffempfindlich. Dieser an sich seit langem bekannte Effekt wurde bei der Durchführung des Vergleichsversuches als Überschießend leicht erkannt, was nur dadurch möglich war, daß der Versuch neben der üblichen gasanalytischen Kontrolle, außerdem noch laufend durch einen Gangsprodukt verhandelnde Menge Wasserstoff ausgedrückt in Vol.-% laufend registrierte. Da auf ein Vol.-% entstandenes Butan auch ein Vol.-% H_2 gebildet wird, kann man so jederzeit den ungefähren Umsatz bestimmen. (Um aus dem registrierten H_2 -Wert den reinen Umsatz zu bestimmen, müßte man wegen der durch die Spaltung bedingten Wasserstoffzunahme noch eine Korrektur vornehmen. Außerdem wird ja auch der durch die Umschickung entstandene H_2 -mit erfasst, während umgekehrt ein geringer Bruchteil des H_2 wieder zur teilweisen Aufhydrierung des durch Bruchung entstandenen Äthylens und Propylens verbraucht wird. Dieser dadurch entstehende geringfügige Fehler spielt aber bei unserer Betrachtung keine Rolle). Aus dem Bild, das den durch den H_2 -Apparat registrierten H_2 -Wert (Umsatz) zeigt, ist der schädigende Einfluß des H_2O am deutlichsten zu erkennen. Der Beginn der Kurve (von rechts nach links) zeigt den Umsatz während der Schließung. Alle 15 Minuten wurde die entsprechende Kontaktmenge durchgeschleust, so daß in diesem Zeitpunkt der Umsatz etwas steigen müßte, da je frischer Kontakt in den Ofen kommt. Wie man sieht, fällt dabei aber der Umsatz sofort immer um 2-3%, dann steigt er wieder, um bei der nächsten Schleusung wieder abzufallen. Die Erklärung für dieses außerordentlich verhältnismäßig Verhalten der Reaktion ist nun die, daß der Kontakt von Regenerationsofen kommend, während des Transportes abkühlt und Feuchtigkeit aus der Luft aufnimmt, die beim Einschleusen des Kontaktes in den Reaktionsofen durch den ganzen Ofen getragen wird und so den Umsatz immer wieder absinken läßt. Um dies geringer zu erleiden, wurde einmal in die Ofen möglichst schnell unter H_2 -Egillung frischen Kontakt (aber ebenfalls mit Luftfeuchtigkeit in Berührung gewesen) eingeschleust und jetzt ohne Schließung (Festbett) mit Butan gefahren. Wie aus der Kurve zu erschen, steigt hier der Umsatz allmählich mit der zunehmenden Austrocknung des Kontaktes durch das trockene Butan, bis nach Erreichen eines Maximums wegen der Verkantung des Kontaktes wieder abzuklingen zu erwarten wäre die gestrichelte, später eingezeichnete Kurve, wie sie auch bei dem Festbettversuch, wo der Kontakt zwischen Regeneration und Reaktion nicht mit der Außenluft in Berührung kommt, annähernd erhalten wurde. Aus dem Gesagten ergibt sich der Vorzug der Festbettverfahren auch in diesem Punkt von selbst.



Andererseits stellt die abwechselnde reduzierende und oxidierende Fahrweise im Röhrenofen hohe Ansprüche an das Ofenmaterial. Wir haben unsere Vergleichsversuche in einem FF 6 N-Ofen durchgeführt, bei Temperaturen bis zu 560°. Der Kontakt zeigte nach dem Ausbau aus dem Festbettbetrieb einen Belag von Eisenoxyd, der sich aber bisher (200 Std.) katalytisch nicht auswirkte. Auch eine Verrußung des Rohres wurde nicht beobachtet. (Es sei darauf hingewiesen, daß die HF II-Anlage in Moosbierbaum (Sicromal 8) für 550° Kontakttemperatur bei 30 Atm. Druck zugelassen ist.) Da die vorhandenen technischen Dehydrieröfen aus Sicromal 8-Material erstellt sind, bauen wir zur Zeit in unseren bisher verwendeten Versuchsofen ein Rohr (70 mm ϕ) aus diesem Material ein und werden zum Studium dieser wichtigen Materialfrage die Vergleichsversuche wiederholen.

Ein Nachteil der Festbett-Fahrweise ist der Ausfall der Öfen für die Produktion während der Zeit der Regeneration. Bei dem hier angeführten Versuch betrug das Verhältnis von Reaktion zu Regeneration bei 530° 1 : 1, um bei 560° bei 1 : 2 zu liegen. Dabei mußte aber infolge mangelnden Temperaturmaßmöglichkeiten (der Ofen war nicht für Regeneration vorgesehen) übermäßig vorsichtig regeneriert werden, so daß man sehr wahrscheinlich mit kürzeren Regenerationszeiten auskommen wird. Diese Frage ist Gegenstand weiterer Versuche, wobei die Regeneration auch noch insofern besondere untersucht werden muß, als hier ja bei dem Abbrennen der Kohlenstoffverbindungen, die bekanntlich auch H_2 enthalten ebenfalls H_2O entsteht, das zum Teil in die Reaktionsperiode verschleppt werden kann.

Der Nachteil des Einsatzes der Produktionsöfen für die unproduktive Phase des Verfahrens dürfte aber durch Einsparung an Butan (bedingt durch die bessere Ausbaste) und die Erleichterungen bei der nachgeschalteten Alkylierung und Destillation (bedingt durch den wesentlich erhöhten Umsatz) mehr als ausgeglichen werden.

In Anbetracht dessen, daß von der Materialseite nicht unerwarteter Weise Bedenken auftreten sollten, muß die Schleusefahrweise als überholt betrachtet und dem Arbeiten im außenbeheizten Röhrenofen über festangeordnetem Kontakt der Vorzug gegeben werden.

Karl ...

Dr. Je./Schn.

3042-26 Leuna Werke, den 15. Juli 1943

Aktennotiz

30/4.02

260000131

Betr.: Säureteer aus Säureaufarbeitung der AT-Anlage.

Bei der Aufarbeitung und Aufkonzentrierung der umlaufenden Schwefelsäure für die AT-Anlage sollte bei Vollbetrieb etwa ein Anfall von 0,5 - 1 t Säureteer pro Tag entstehen. Es hat sich jedoch ein wesentlich höherer Anfall sowohl von Kreislaufsäure als auch an ihrem Gehalt an organischen Substanzen ergeben, so daß zur Zeit bei noch nicht voll ausgefahrener Anlage etwa 3 t Teer mit etwa 3-6 % Schwefelsäure (bei guter Teerabscheidung) anfallen. Bei insgesamt 7 AT-Anlagen würden bei etwa gleicher Leistung bei Vollast mindestens 20 t Säureteer zur Vernichtung oder Verwendung entstehen.

Durch die Anordnung Nr. 44 der Reichsstelle für Mineralöle dürfen Säureteere und -teere nicht beseitigt und nur mit Genehmigung der Reichsstelle abgegeben werden. Eine nutzbringende Verwertung des Säureteers scheidet jedoch in den meisten Fällen an der Beschaffung von geeigneten säurefesten Transportmitteln.

Wegen sehr starker Schwankungen in der Beschaffenheit des Säureteers wurde bei uns zunächst nicht viel Arbeit darauf verwandt, eine geeignete Verwertung für den Säureteer zu suchen. Es wurde lediglich versucht, denselben möglichst störungsfrei zu vernichten. Der zu diesem Zweck für die erste Betriebszeit errichtete Verbrennungsofen leistete nur einen kleinen Teil der anfallenden Säureteermenge, so daß zunächst eine größere Menge desselben in der Nähe des Betriebes Me 378 lagerte und aus Luftschutzgründen beschleunigt vor einigen Wochen beseitigt werden mußte. Zur Zeit wird der anfallende Teer laufend in offenen Wagen in Rückstand oder Asche eingebettet nach Ammendorf in einen leeren Tagbau abgefahren.

Die inzwischen unternommenen Schritte, aus dem Säureteer etwas Nutzbringendes zu machen, haben bisher folgende Ergebnisse gebracht: Grundsätzlich ist zu sagen, daß der bei der Aufarbeitung bei der AT-Säure anfallende Säureteer mit den bühlichen Teeren von den Raffinationsanlagen nicht zu vergleichen ist, da er wesentlich weniger Schwefelsäure enthält und wahrscheinlich chemisch anders zusammengesetzt ist. An folgende Verwendungszwecke wurde gedacht:

1. Neutralisation der Säure und Verkauf als Bitumenersatz oder als Brennmaterial für Scheinalagen usw. Da die Neutralisation durch Verrühren mit Wasser oder flüssigen Alkalien betriebliche Schwierigkeiten macht, wurde versucht, dieselbe durch heißes Verrühren mit gelöschtem trockenem Kalk oder trockenem Carbienschlamm durchzuführen. Beide Mittel führen zum Ziel und es entsteht ein in der Kälte sehr zähes fast festes Produkt, das sich jedoch aus Transportgefäßen herausschmelzen läßt. Dieses Produkt direkt zum Verkauf an geeignete Verwertungsfirmen anzubieten wäre der einfachste Weg.

(Labor Schwefel-Fabrik Dr. Jeltsch/Dr. Menschick.)

2. Es wurden Vorversuche gemacht, den rohen Säureteer sowie den nach 1. neutralisierten Teer durch Mischung mit Schlacke, Granulat und anderen festen Substanzen wie Split, Kalksteingruß usw. zu Vergußmassen zu verarbeiten. Es ist zweifellos möglich, auf diese Weise zu säurefesten Verkleidungsmassen, Fußbodenbelägen usw. zu kommen. Aus Mangel an Personal wurden die Versuche jedoch vorläufig nicht weiter fortgeführt.

(Labor Schwefelsäure-Fabrik Dr. Jeltsch/Dr. Menschick.)

3. Es hat sich noch die Möglichkeit ergeben, den Säureteer neutral oder im Rohzustand als Streckungsmittel für Naturasphalt zu verwenden, wobei der sonst für diesen Zweck gesperrte Verbrauch von Asphalt als Straßen-Bitumen Verwendung finden könnte. (Labor für Baustoffprüfung DI. van Thiel.)
4. Es wurde die Beobachtung gemacht, daß der Säureteer dünn auf Blech aufgetragen lackartigen Charakter hat. Es werden daher auch Versuche durchgeführt, ihn als Rostschutz und Schutzanstrichmaterial zu verwenden. (Labor Materialprüfung Dr. Apel!)
5. Es wurde versucht, den nach 1. neutralisierten Säureteer durch Destillation zu zerlegen. Dabei wurden etwa 48 % flüssiges, brennbares Produkt, 5 % wäßriges Destillat, 46 % Pech erhalten. Ob es sich lohnt, bei den geringen anfallenden Mengen die Destillation im Betrieb durchzuführen und die Produkte auszunutzen, soll von der organischen Abteilung untersucht werden. (Niederdruck-Versuchslabor Dr. Bankowski).
6. Es wurde durch Vorversuche mit dem direkt anfallenden ~~nicht~~ nicht neutralisierten Säureteer, der z.T. in einem eisernen Kesselwagen, z.T. in eisernen Wässern transportiert wurde, die grundsätzliche Verwendbarkeit als Brennstoff für Scheinanlagen erwiesen. (Scheinanlagenversuche Dr. Zschiesche.)

Da die anderen Firmen, die AT-Anlagen bekommen, auch im Hinblick auf die Frage der Verwendung bzw. der Vernichtung des Säureteers immer wieder Auskunft wünschen, die ihnen noch nicht gegeben werden konnte, ist es wichtig, daß die oben angeführten Fragen baldmöglichst zu einem gewissen Abschluß kommen. Nach Rücksprache mit Herrn Dir. Dr. Schunck kommt eine Verwendung des Säureteers entweder zur Ausnutzung der Säure im Schleuderbetrieb oder zur Hydrierung der Kohlenwasserstoffe auf keinen Fall in Frage. Über Herrn Dr. Klockmann, Berlin, wurde mit den maßgebenden Stellen der Reichsstelle für Mineralöle, Herrn Kpoh und Herrn Rickstein, verabredet, daß wir vorläufig von der Verordnung Nr. 44 befreit werden und zunächst für die Verwendung oder Vernichtung vollkommen freie Hand bekommen. Diese Verabredung soll dem Ammoniakwerk noch schriftlich von Berlin bestätigt werden. Für den Verkauf von neutralisiertem Säureteer oder anderen daraus gewonnenen Produkten ist es wichtig, keine langfristigen Abmachungen einzugehen, da damit zu rechnen ist, daß gegebenenfalls die Reichsstelle für Mineralöl auf die Produkte zurückgreifen wird, wenn die Transportfrage usw. von uns gelöst ist. Diese Stelle legt den Hauptwert der Verwendung für Scheinanlagen bzw. Kohlenanzünder.

gez. Unterschrift

- Ø Herren
- Dir. Dr. v. Staden/Dr. Wustrow
 - Dir. Dr. Giesen
 - Dir. Dr. Schunck
 - Dir. Dr. Herold
 - OI. van Thiel *OI. Thiel*
 - Dr. Schubert (AWP)
 - Dr. Zschiesche
 - DI. Ihlenburg
 - Plochmann
 - Dr. Jeltsch/Dr. Menschick/Dr. Bankowski

30/4.02

Über das Fahren eines T 52-Dehydrierofens ohne
Spitzen- und Schlangenvorwärmer sowie den Einbau
eines Gleichstrom-Zusatz-Luftvorwärmers.

Wie bereits im Bericht vom 8.6.43 erwähnt, sind beim Ofen 3 Spitzen- und Schlangenvorwärmer weggelassen worden. Dieser Ofen ist seit dem 26.5. ohne Unterbrechung in Betrieb. Auch bei den zusammen mit Ofen 3 gefahrenen Ofen 4 und 5 sind die Schlangenvorwärmer durch Überbrückung herausgenommen, die Spitzenvorwärmer allerdings noch in Betrieb geblieben. Anstelle des Ofens 4 wurde am 1.7. der Ofen 2 angefahren. Bei diesem sind Spitzen- und Schlangenvorwärmer wie beim Ofen 3 völlig fortgelassen. Ausserdem ist in dem Mantel des Spitzenvorheizers ein zusätzlicher Luftvorwärmer besonderer Konstruktion eingebaut worden, der eine Verzunderung des Hauptluftvorwärmers und Abscheidungen von korrodierendem saurem Eisensulfat aus dem Rauchgas verhindern soll.

Als bisheriges Ergebnis kann festgestellt werden, dass das Weglassen des Spitzenvorwärmers keinerlei Nachteile erbracht hat. Auch das Fortlassen des Schlangenvorwärmers hat sich nicht ungünstig ausgewirkt. Einerseits kann aus den recht hohen Benzinausbeuten der Schluss gezogen werden, dass durch das Fortlassen des Schlangenvorwärmers keine chemischen Nachteile aufgetreten sind (analytisch lässt sich dieses wegen der Ungenauigkeit der Analysemethoden nicht belegen), andererseits ist auch der spezifische Heizgasverbrauch je to Olefine praktisch unverändert geblieben (Vergleichswerte hierfür sind in dem stark umrandeten Teil der beigefügten Tabelle zusammengestellt). Dagegen weist das Fortlassen von Spitzen- und Schlangenvorwärmer eine Reihe beachtlicher betrieblicher Vorteile auf:

1. Vereinfachung der Anlage
2. Erhöhung der Betriebssicherheit
3. Herabsetzung der Wartungs- und Reparaturkosten
4. Verringerung der Butanverluste im Ofenhaus.

Über die Zweckmässigkeit des neu eingebauten Gleichstrom-Zusatz-Luftvorwärmers lässt sich ein abschliessendes Urteil erst nach längerer Laufzeit geben. Nach dem Temperaturverlauf des abzukühlenden Rauchgases und der vorzuwärmenden Luft ist anzunehmen, dass er seinen Zweck gut erfüllen wird.

Im einzelnen ist zu den verschiedenen Abänderungen folgendes zu sagen:

A. Fortlassen des Schlangenvorwärmers.

Durch den Fortfall des Schlangenvorwärmers hat sich die Wärmeaustauschfläche zwischen dem kalten Butangas und dem heissen dehydrierten Gas (Produktgas von 280 m³ auf 210 m³ verringert. Theoretisch muss dadurch das Gas kälter in den Ofen gelangen, andererseits das Produktgas den Wärmeaustauscher um etwa denselben Betrag heisser verlassen. Der verringerte Wärmeinhalt des vorgewärmten Butangases muss durch eine erhöhte Heizgaszufuhr ausgeglichen werden. Da jedoch der im Produktgas verbliebene erhöhte Wärmeinhalt im Butanverdampfer zurückgewonnen wird, tritt dort eine Dampfersparnis ein, die den Heizgasmehrverbrauch im Ofen ausgleicht. In der Praxis sind solche Auswirkungen nicht zu verspüren, wie aus der beigefügten Tabelle hervorgeht. Sie sind so klein, dass sie vollständig von anderen Faktoren wie z.B. Änderungen in den Witterungsverhältnissen,

Verschmutzung der Wärmeaustauscher und des Verdampfers durch Kontaktstaub, verschiedene Belastung der Öfen usw. überdeckt werden.

Neben der Einsparung von bewirtschaftetem Sicromalstahl bedeutet der Fortfall des Schlangenvorwärmers eine Erhöhung der Betriebssicherheit, weil ein Brechen der Schlange an versprödeten Schweißstellen ausscheidet. Da das Druckgefälle in der Schlange je nach der Ofenbelastung 1 - 1,3 Atm. beträgt, könnte der Druck auf der gesamten Butangasseite vom Verdampfer bis zum Ofen um diesen Betrag gesenkt werden. Mit dieser Drucksenkung müssen zwangsläufig die Butanverluste an undichten Flanschen usw. abnehmen.

Um das Butangas vor Eintritt in den Ofen auch ohne den Schlangenvorwärmer möglichst hoch vorzuwärmen, wurde auf jegliches Abschrecken des Produktgases in den Schleusen durch Kühlgas verzichtet. Diese Stillsetzung des gesamten Kühlgasringes bedeutet eine weitere Vereinfachung des T 52-Verfahrens. Das Produktgas tritt hierbei mit der vollen Temperatur von 560-575° in den 3. Wärmeaustauscher ein und wärmt das Butan auf 480-490° vor. Dabei können für das Eingangsgas (490°) ohne weiteres Eisenleitungen verwendet werden, während es wegen der hohen Temperatur des Produktgases nach wie vor angebracht erscheint, das Rohrbündel des 3. Wärmeaustauschers aus Sicromal zu verfertigen. Auf Grund der neuesten Versuche, über die noch gesondert berichtet werden soll, müsste hierfür bereits FF-3 mit einem Chromgehalt von 3% vollauf genügen.

B. Fortlassen des Spitzenvorwärmers.

Um Betriebsstörungen durch Brechen der Spitzen-Vorheizerschlange zu vermeiden, hatte Pölitz zunächst nur den Ofen 2 als Vergleichsofen mit Spitzenvorwärmer versehen. Später wurden zum Schutz der Luftvorwärmer auch am Ofen 4 und 5 die Spitzenvorwärmer wieder mit herein genommen. Z.Zt. ist nur noch Ofen 5 mit Spitzenvorwärmer in Betrieb. Ein Unterschied im chemischen Umsatz konnte beim Fahren mit oder ohne Spitzenvorheizung nicht bemerkt werden. Ebenso blieb der spezifische Heizgasverbrauch unverändert; denn es ist wärmemässig betrachtet belanglos, ob die im Rauchgas enthaltene Wärme über die Butanvorwärmung (Spitzenvorwärmer) und Luftvorwärmung zurückgewonnen wird oder über die Luftvorwärmung allein. Grundsätzlich wichtig ist jedoch, dass die maximale Ausnutzung der Rauchgaswärme nicht von der Wärmeaustauschfläche, sondern durch den Schwefelgehalt des Rauchgases begrenzt wird. Bei dem in Pölitz vorliegenden Heizgas mit ca. 2 gr/m³S darf das Rauchgas erfahrungsgemäss nicht unter etwa 300° abgekühlt werden, wenn Versetzungen und Korrosionen durch saure Eisensulfate im Luftvorwärmer vermieden werden sollen. Besonders gefährdet sind die Stellen des Rohrbündels, an denen die kalte Luft eintritt und die Rohrwandung am stärksten abkühlt.

Leuna und Scholven wärmen daher die Luft mit Dampf auf ca. 100° vor, ehe sie in den Luftvorwärmer gelangt. Pölitz hat nur an einem Ofen einen Dampfvorwärmer eingebaut und versucht, das Problem in anderer Weise zu lösen (s. Punkt C).

Ein gewisser Nachteil tritt beim Fortfall des Spitzenvorwärmers insofern ein, als das Rauchgas mit voller Temperatur auf den Luftvorwärmer trifft. Da für die Röhrenbündel neuerdings statt des zunderfesten FF-3-Materials Eisen verwendet werden muss, ist die Gefahr der Verzunderung des derzeitigen Luftvorwärmers durch den Fortfall des Spitzenvorwärmers gestiegen. Wie bereits erwähnt, soll neben der Beseitigung der Korrosionsgefahr auch diese erhöhte Verzunderungsgefahr durch den unter "C" beschriebenen neuen Gleichstrom-Zusatz-Luftvorwärmer beseitigt werden.

Durch das Fortlassen des Spitzenvorwärmers sinkt das Druckgefälle des Eingangsgases um ca. 1 Atm. Sobald der Spitzenvorwärmer von Ofen 5 ausgebaut ist und damit dann alle Öfen ohne Spitzenvorwärmer laufen, kann der Druck auf der Butangasseite vom Verdampfer bis zum Ofen zusätzlich zu der durch das Weglassen des Schlangenvorwärmers ermöglichten Senkung um diesen Betrag weiter vermindert werden.

C Einbau eines Gleichstrom-Zusatz-Luftvorwärmers.

Um einerseits die Abscheidung von saurem Eisenfulfat, andererseits die Verzunderung der Eisenrohre des Luftvorwärmers zu verhindern, wurde eine Lösung angestrebt, bei der die Rohrwandtemperatur zwischen etwas unter 300° und nicht wesentlich über 400° liegt. In den beiliegenden Kurvenbildern sind die an verschiedenen Luftvorwärmer-Konstruktionen erhaltenen Messwerte aufgetragen. Man sieht daraus, dass beim reinen Gegenstromvorwärmer unter den ursprünglichen Betriebsbedingungen mit Spitzenvorwärmer (Abb. I) die Wandtemperatur zwar nicht über 400° hinausgeht, aber an der kältesten Stelle sogar 200° unterschreitet trotz geringer Vorwärmung der Luft mit Dampf auf ca. 55° . Dementsprechend fand eine starke Abscheidung von Eisensulfat in dem Wärmeaustauscher statt. Lässt man den Spitzenvorwärmer (Abb. II) weg, so ändert sich das Bild hinsichtlich der Abscheidung von Eisensulfat nicht. Die heisseste Rohrwandstelle hat jedoch Temperaturen von $450-500^{\circ}$, d.h. es ist ausserdem die Gefahr der Verzunderung aufgetreten.

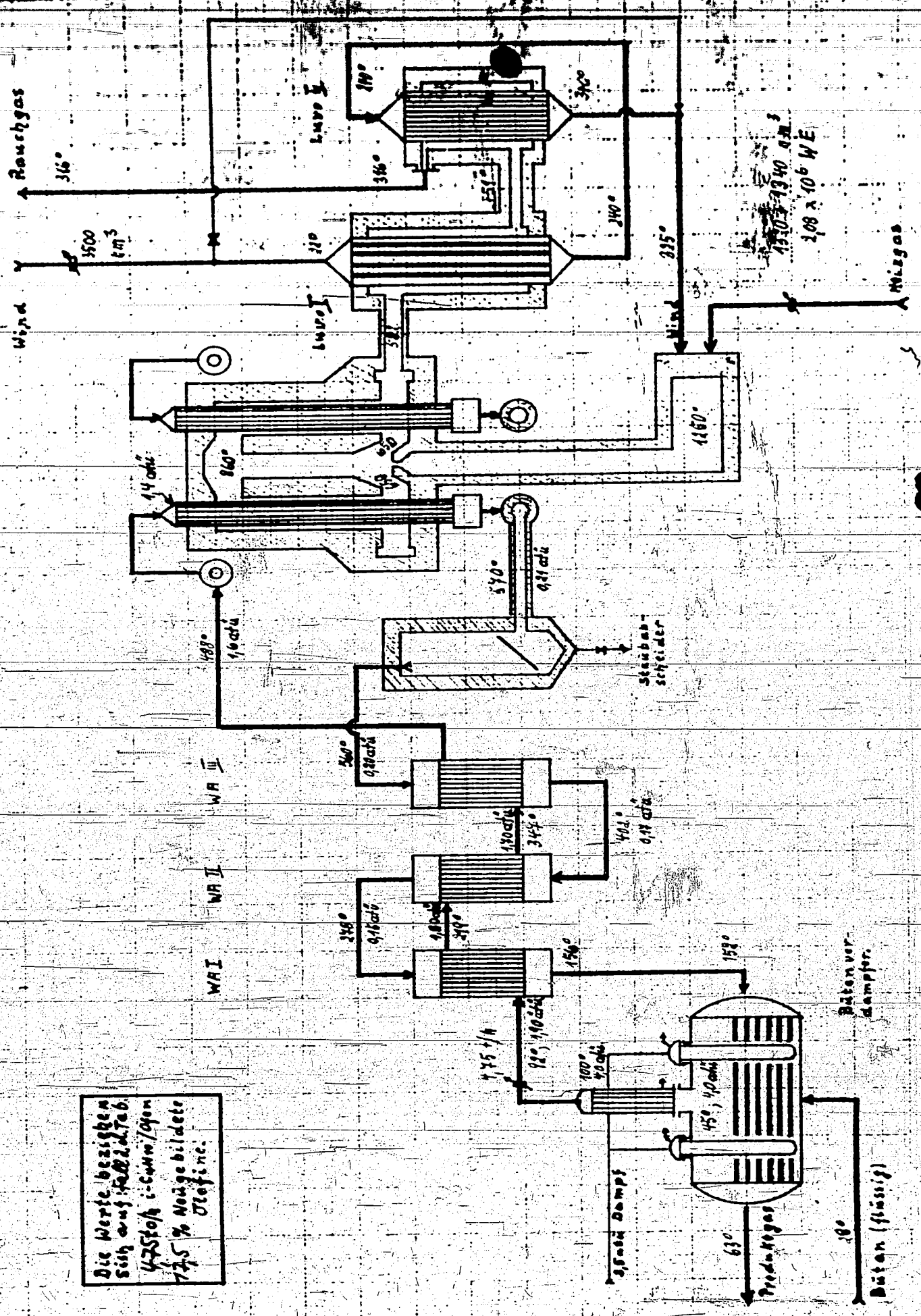
Abb. III zeigt, wie sich die Verhältnisse bei einem Gleichstrom-Vorwärmer von 25 m^2 einstellen. Eine Extrapolation der Kurven ergibt, dass sich bei einer beliebigen Vergrösserung der Austauschfläche die Rohrwandtemperatur zwar in dem gewünschten Gebiet von $300 - 400^{\circ}$ befindet, dass aber das Rauchgas höchstens nur bis auf ca. 340° abgekühlt werden kann, praktisch wahrscheinlich noch nicht einmal so weit.

Um eine bessere Ausnutzung der Rauchgaswärme zu erzielen, wurde daher schliesslich eine Anordnung gewählt, bei der sich an einen Gleichstrom-Wärmeaustauscher (25 m^2) bei dem ausserdem der Wärmeübergang luftseitig an der Eintrittsstelle durch besondere konstruktive Massnahmen absichtlich verschlechtert wurde, ein Gegenstrom-Wärmeaustauscher (180 m^2) anschliesst. Bei der ursprünglich von Unde vorgesehenen Anordnung ging das Rauchgas umgekehrt zuerst durch einen Gegenstrom-Austauscher (360 m^2) und zuletzt durch einen Gleichstrom-Wärmeaustauscher (180 m^2). Wie aus Abb. IV hervorgeht, wird bei der neuen Anordnung die Wärme des Rauchgases bis auf etwa 315° ausgenutzt, während gleichzeitig die Rohrwandtemperatur zwischen 280 und 400° , also im gewünschten Gebiet liegt. Sie ist am Ofen 2 wie eingangs erwähnt, seit dem 1.7. in Betrieb. In einigen Monaten soll geprüft werden, ob beide Vorwärmerteile frei von Ablagerungen und Verzunderungen sind. Sofern keinerlei Abscheidungen zu bemerken sind, kann man den Gegenstromteil durch Aufstocken etwas vergrössern und sich so allmählich an den Punkt herantasten, an dem bei bester Wärmeausnutzung die Gefahr von Abscheidungen gerade noch mit Sicherheit vermieden ist.

gez. Spillner

gez. Hü

270000136



Die Werte besagen
sich auf KBB 2.2.76 b
4,25% i-cum/10m
7,75% Naugebilde
Olefine.

Hydrierwerke Pölitz A.G.

T52 - Butyl oven

306.43

-8 Sep. 1943

Stettin-Pölitz
Pölitz (120 x 200)

27000C137

Abb. I

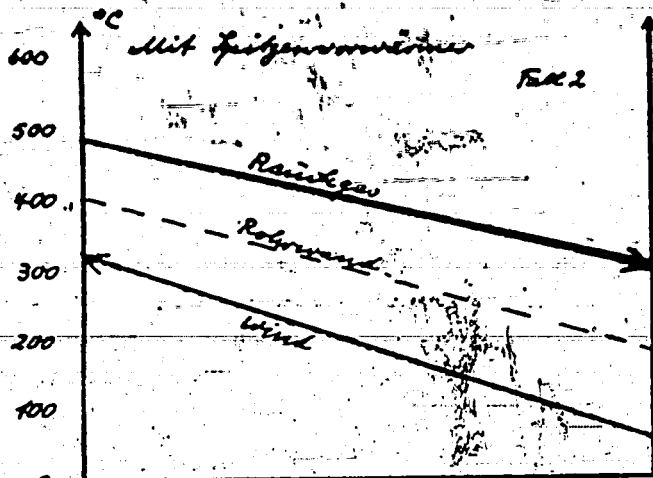
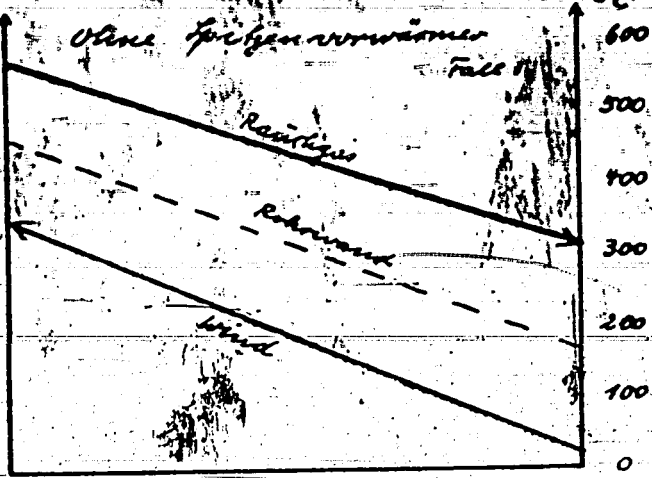


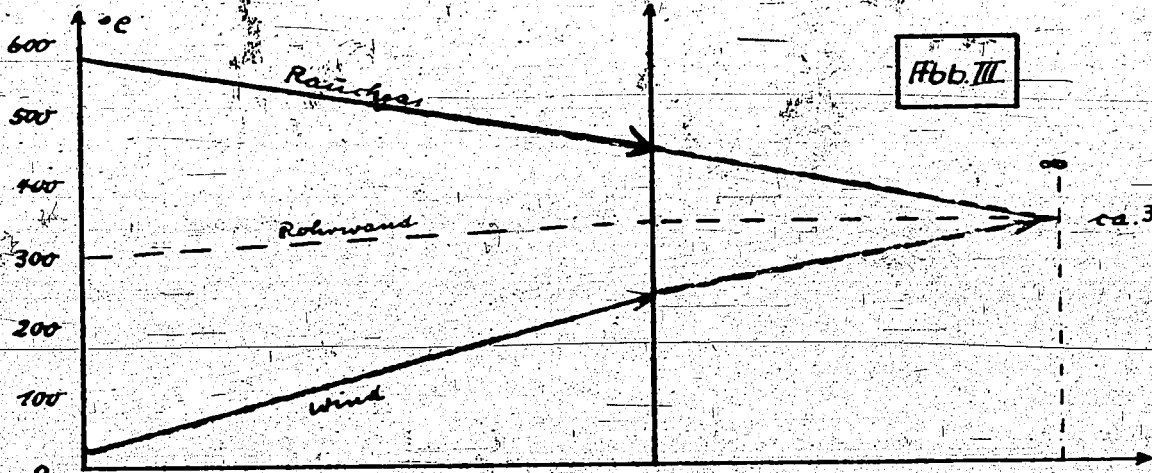
Abb. II



Seigenstrom 180 m^2
+ 33 m^2 Dampf-Luftvorwärmer

Seigenstrom 180 m^2
Ohne Dampf-Luftvorwärmer

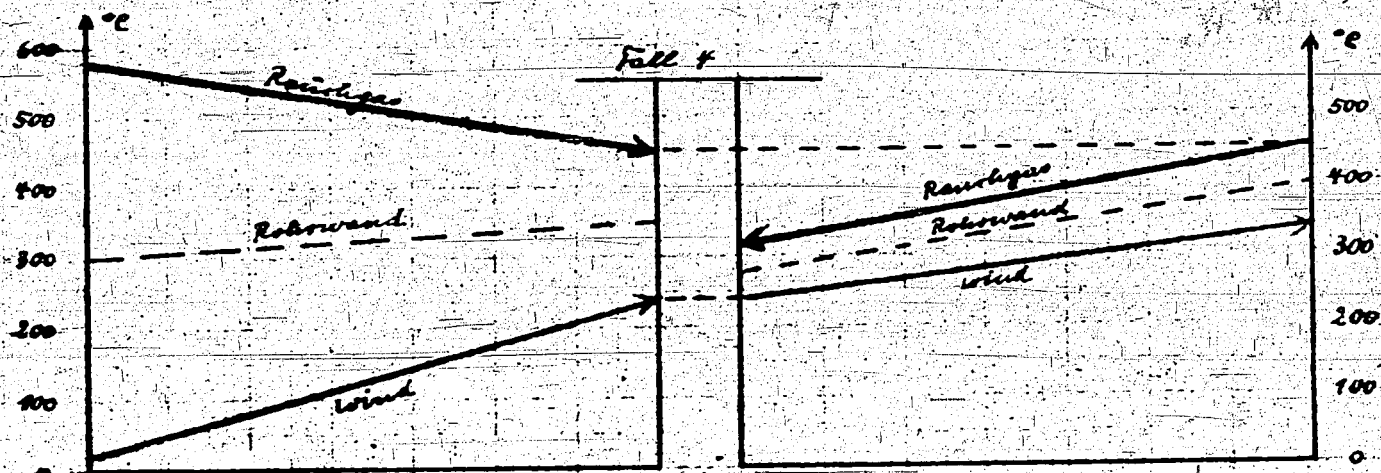
Abb. III



Gleichstrom 25 m^2 → Gleichstrom $\infty \text{ m}^2$

ca. 340°

Fall 4



Gleichstrom 25 m^2

Seigenstrom 180 m^2

Abb. IV

		Fall	1	2	3	4	5
		Ofen - Luft gemessen am	5	5	3	2	2
			245	197	147	107	137
Schlangen vorwärmer			+	0,4	0	0	0
Spitzen vorwärmer			+	+	0	0	0
Dampf-Luft vorwärmer			(+) ¹⁾	(+) ¹⁾	0	0	0
Zusatzluft vorwärmer			0	0	0	+	+
Ofenbelastung: to CuMe/h			4,65	4,75	4,75	4,75	4,75
Neugebildete Olefine: tk			0,67	0,83	0,83	0,83	0,88
" " : %			14,5	17,5	17,5	17,5	18,4
Heizgasverbrauch: 10 ⁶ WE			1,69	2,10	2,05	2,08	2,35
" : 10 ⁶ WE/to Olefine			3,50	3,55	3,46	3,50	3,41
Butangas - Eingang	vor Verdampfer	°C	-	-	28	-	-
	"	°C	-	-	45	-	-
	"	atü	4,5	4,0	4,0	4,0	4,0
	vor WA I	°C	14	14	12	12	12
	"	atü	3,75	2,97	2,90	2,90	2,92
	vor WA II	°C	112	205	(171)	219	219
	vor WA III	°C	304	344	335	344	350
	vor Schlangen vorw.	°C	394	0	0	0	0
	"	atü	3,4	0	0	0	0
	vor Spitzen vor w.	°C	495	479	0	0	0
"	atü	2,8	2,5	0	0	0	
vor Ofen	°C	525	513	482	488	495	
"	atü	1,45	1,55	1,50	1,55	1,55	
Produktgas - Ausgang	Dichte:	kg/nm ³	1,95	1,88	1,88	1,88	1,85
	nach Ofen	°C	525	515	510	570	576
	"	atü	0,28	0,28	0,21	0,21	0,23
	Küblgasmenge to/h		0,48	0,0	0,0	0,0	0,0
	nach Schlangen vorw.	°C	435	538	552	560	566
	"	atü	0,21	0	0	0	0
	nach WA III	°C	347	407	395	402	409
	" WA II	°C	258	282	265	279	283
	" WA I	°C	164	165	160	156	161
	vor Verdampfer	°C	-	-	152	-	-
nach "	°C	-	-	63	-	-	
Rauhgase	Ofendecke	°C	830	840	858	865	870
	φ 8 Bündel/Tunnel	°C	635	645	650	650	660
	vor Spitzen vor w.	°C	536	565	580	0	0
	vor Luft vor w. I	°C	0	0	0	582	592
	vor Luft vor w. II	°C	494	486	576	451	458
	nach Luft vor w. II	°C	261	300	313	376	328
	Heizgasmenge nm ³		1080	1350	1375	1330	1380
Wind	vor Luft vor w. I	°C	0	0	0	22	22
	vor Luft vor w. II	°C	15	55	22	240	240
	nach Luft vor w. II	°C	312	322	382	340	342
	vor Ofen	°C	0	0	0	325	327
	Wind gesamt: nm ³		3800	3500	3500	3600	3600

1) Luft vorwärmer mit nur 3,3 m² Heizfläche
 2) Schlange ist nicht ausgebaut, nur umfassen
 3) Sobald der Spitzen vorwärmer des Ofen 5 ausgebaut werden kann, soll der Druck auf 3 atü gesenkt werden

3042-28

280000139

30/4.02

2/12
1351a
FRIEDRICH UHDE KG.
Ingenieur-Büro und
Fabrik für chem. Apparate
Zweigbüro Leuna-Werke

AKF-AMONIZ

über die Besprechung:

T 52- AT 244-Erfahrungsaustausch

in: Leuna Me 24 f am: 19. u. 20.8.43

Anwesend: die Herren:

von Pölitz	Dr. Strätz	x
Ol. Holste	Dr. Pöhl 20.8.	
Dr. Spillner	Dr. Nowotny	
II. Fischer	Dr. Herbert	x
Ing. Georgias	DI. Weidmann	
von Scholven	DI. Friedrich	
Ol. Stärker	von Uhde-Leuna	
Dr. Schönfelder	Dir. Dr. Köhler 19.8. ztw.	
DI. Kalbhenn	Ol. Palzer	
vom Ammoniakwerk	Dr. Höhn 20.8.	
Dir. Dr. Gieson	Dr. Hiltz	
Ol. Keinke	DI. Griephan	
Dr. Hanisch	DI. Ewald	
Dr. Fischer	DI. Reichardt	

Verfasser: DI. Reichardt

Zu drucken an: die Herren:

5 x Pölitz	DI. Friedrich
5 x Scholven	Dir. Dr. Köhler
Dir. Dr. Gieson	Dr. Höhn
Dir. Dr. Herold	Dr. Hiltz
Ol. Keinke	DI. Griephan
Ol. Dr. Sachmann	DI. Ewald
Dr. Fischer	DI. Reichardt
Dr. Hanisch	1 x Akte.
Dr. Kaufmann	Ol. Palzer
Dr. Strätz	
Dr. Pöhl	
Dr. Nowotny	
Dr. Herbert	
DI. Weidmann	

Tag: 27.8.1943

Zeichen:

AT 244/Allg. 1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne
Dr. Kö/Pz/Rdt. des § 88 NSG in der Fassung des
Gesetzes vom 24.4.1934.
2. Weitergabe nur bei Anwesenheit bei Postbe-
förderung als Einlieferer.
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des
Empfängers unter gesichertem Verschluss.

Geheim!

Betreff: T 52- / AT 244-Erfahrungsaustausch

I) T-52 - Erfahrungsaustausch

A) Produktion, Umsätze, Ausbeuten

Die Produktion und Gesamtausbeute der für 1000 moto
ausgelegten Pölitzer T 52-Anlage zeigt folgendes Bild:

Monat	T 52	Gesamtausbeute
März	1300 t	65 %
April	1387 t	67 %
Mai	1411 t	67 %
Juni	1740 t	69 %
Juli	1740 t	69 %

Hierbei wurden zeitweise Belastungen erreicht, die einer
Produktion von 1900 moto entsprechen. Die Gesamtausbeute
an Produkt vor dem Eingang in die Hydrierung ist auf rein
nes Butan bezogen. Der Propangehalt beträgt 3-4 %.
Es sind noch etwa 8 % ungedeckte Verluste vorhanden.
Das Pölitzer T 52-Produkt hat eine Oktanzahl von 96-97.

Die Scholvener Produktion wird durch häufige Ausfälle
infolge Kriegerstörungen ungünstig beeinflusst.

Die höchste Produktion wurde im Juni mit 2130 moto T 52 erreicht. Die Durchschnittserzeugung beträgt zur Zeit 2000 moto bei einer Auslegung der Anlage für 1900 moto.

Die Gesamtausbeute liegt zur Zeit bei 64 % gegenüber 63 % in den früheren Monaten. Das dauernde Abstellen der Anlage bei Fliegeralarm hat erhöhte Undichtigkeiten zur Folge, daher die geringe Gesamtausbeute trotz Verwendung des neuen Kontaktes. Scholven hat zur Zeit noch 10 - 12 % ungedeckte Verluste.

In Leuna betrug die Gesamtausbeute an Fertigprodukt zuletzt mit altem Kontakt 65 - 68 %, mit neuem Kontakt 72 - 73 %, bezogen auf Butan einschl. Propan. Die höchste Produktion der Leunzer Anlage betrug 2300 moto T 52.

B) Dehydrierung

1) Spaltöfen

a) Flanschverbindungen

Pölitz hat jetzt sämtliche "Heiße Leitungen" am Spaltöfen außer der oberen Ringleitung in Eisen (ohne Ausmauerung) mit kleinen Nennweiten bis zu EW 100 verlegt. Die obere Ringleitung selbst ist jetzt geschweißt. Hierdurch sind die Undichtigkeiten weitgehend herabgedrückt. Die Eisenflanschen werden mit Permac gedichtet. Verruungen sind in den Eisenleitungen nicht aufgetreten. Nach in Pölitz durchgeführten Versuchen (s. auch Pölitzer Bericht v. 8.6.43 mit Nachtrag vom 20.7.43 über die Verwendbarkeit von Eisen anstelle von Sicromalstählen in der Dehydrierung) verhält sich Eisen bis zu etwa 500°C inaktiv gegenüber Butan (500°C bei i-Butan, 515°C bei n-Butan). Verruung setzt nach Laboratoriumsversuchen erst oberhalb 590° ein. H₂S inaktiviert die Eisenoberfläche. Durch Zugabe von H₂S kann also auch oberhalb 590°C Verruung verhindert werden. Pölitz setzt deshalb seinem Spaltöfen geringe Mengen H₂S zu. Auf Grund obiger Feststellungen und bisher vorliegender Betriebserfahrungen hält Pölitz die Verwendung von Sicromalstählen nur noch für die Röhrenbündel des letzten Wärmeaustauschers und des Ofens für erforderlich, und zwar Sicromal 2 nur für die Teile, die mit Rauchgas in Berührung kommen, während für die anderen Teile der Bündel Sicromal 3 oder FF 3 genügen müßte.

Leuna verwendet zur Flanschdichtung jetzt ebenfalls Permac. Mit der "amerikanischen Dichtung" (s. Erfahrungsaustausch v. 4.9.42) wurden in Leuna noch keine Versuche gemacht. Herr Ol. Keinke berichtet, daß in Lossbierbaum diese Dichtungen an 300-er bis 600-er Flanschen noch nie undicht geworden sind. Die Dichtungen sind dort Drücken von 15 - 18 atü und Temperaturen bis zu 530°C ausgesetzt. Dabei sind statt der ursprünglich vorgesehenen Sechskant-Dichtringen aus Weichblei solche aus I eingebaut.

Herr Keinke erläuterte eine neue Flanschdichtung nach beiliegender Skizze. Der Dichtring wird aus nahtlosem Siederrohr hergestellt. Die Flanschschrauben werden hierbei mit kleinerer Vorspannung als üblich angezogen. Die Dichtung kann in vorhandene Rohrleitungen eingebaut werden. Wesentlich ist, daß die Keilflächen sauber bearbeitet sind und der Flansch und Dichtring den gleichen Winkel (22°) haben.

b) Rauchgasverteilung

Zur besseren Verteilung des Rauchgases auf die einzelnen Rohre des Röhrenbündels (s. Erfahrungsaustausch v. 4.9.42) wurden in Leuna in dem Ringkanal für Rauchgaseintritt bzw. -Austritt Schürzen mit Schlitzn eingebaut. Mit 2 parallelen Versuchsbündeln, von denen eines mit Luft statt mit Butan gefahren wird, wurden Messungen gemacht. Bei der Schürze in der ersten Ausführung mit gleich grossen Schlitzquerschnitten waren in dem Versuchsbündel mit Luft die Innenrohre 40° wärmer als die Außenrohre. In dem Versuchsbündel mit Butan hatten die Innenrohre 24 %, die Außenrohre dagegen nur 12 % Olefine trotz gleichmäßiger Kontaktverteilung und Ausbau der Schlitzrohre. (s.u.) Durch Schließen der Schlitzn auf der Innenseite wurde der obige Effekt umgekehrt. Durch Versuche wurden dann die Schlitzgrößen für jedes Rohr ermittelt, die eine praktisch gleichmäßige Belastung sämtlicher Rohre ergeben. In den anderen T 52-Anlagen müssen die richtigen Schlitzquerschnitte der Schürzen am besten ebenfalls durch Versuche ermittelt werden.

Für die gleichmäßige Rauchgasverteilung auf die einzelnen Röhrenbündel mit Hilfe der Rauchgasdrosselklappen ist die Klappeneinstellung noch zu grob. In Pölitze werden die Röhrenbündel alle 3 Tage mit einem Wärmeleitfähigkeitsgerät nachgemessen und danach die Rauchgasklappen nachreguliert. Hierdurch konnten die Unterschiede im Olefinegehalt der einzelnen Röhrenbündel auf 1 - 2 % herabgedrückt werden.

c) Kontaktverteilung

Nach Leunae Untersuchungen erhielten infolge Entmischung des Kontaktes im Kontaktzulaufrohr die Innenrohre sehr viel Kontaktsplit, die Außenrohre dagegen bevorzugt die ganzen Kontaktkörner. Hierdurch hatten die Innenrohre einen größeren Strömungswiderstand und damit geringeren Gasdurchgang. Die durch die ungleichmäßige Rauchgasverteilung hervorgerufene Wirkung wird hierdurch noch verstärkt.

Durch einfache Einbauten in der Kontaktzulaufleitung ist sowohl in Leuna als auch in Pölitze eine gleichmässige Kontaktverteilung erreicht worden.

d) Schlitzrohre

Die Schlitzn der Schlitzrohre setzen sich langsam mit Kontaktsplit zu, und zwar die der Innenrohre, die mehr Split erhalten, stärker als die der Außenrohre. Es tritt also eine weitere Erhöhung des Strömungswiderstandes ein und damit eine noch ungleichmäßigere Rohrbelastung.

In Leuna und Pölitz werden die Schlitzrohre durch Trennkammern ersetzt und dadurch neben gleichmässiger Belastung der einzelnen Rohre wesentlich längere Laufzeiten der Öfen erzielt. Während in Scholven zur Zeit die Öfen mit Schlitzrohren nach etwa 100 Tagen abgestellt werden müssen, ist in Leuna ein Ofen ohne Schlitzrohre schon 200 Tage in Betrieb gewesen. In Pölitz hat der Fortfall der Schlitzrohre eine Ausbeutesteigerung von 2 % gebracht. Die Pölitzer-Trennkammer hat eine wesentlich einfachere Konstruktion als die Leunaer, dafür aber den Nachteil, dass die Rohre nicht mehr von unten durchgestossen werden können.

e) Fahren ohne Kaltgas

In Leuna und Pölitz werden die Spaltöfen zur Zeit ohne Kaltgas gefahren. Anstände an den Schleusen (durch zu starke Staubabsatzung und Verschmutzung des Getriebes) haben sich nicht gezeigt. Voraussetzung ist allerdings, dass der Kontakt gut abgesiebt wird. Leuna und Pölitz verwenden Siebe mit 3 x 8 mm - Schlitz.

f) Belastung, Umsätze, Ausbeuten

Die Spaltöfen sind in allen 3 Anlagen jetzt auf 70-er Rohre umgebaut. Betriebsstörungen durch Hängenbleiben von Kontakt in den Rohren sind nicht mehr aufgetreten.

Die Scholvener Öfen können mit bis zu 2400 m³/h Gas belastet werden. Zur Zeit ist wegen Schwierigkeiten an der Ölwanne nur eine Belastung von 1700 cbm/h möglich. Der Olefingehalt im Gas beträgt im Eingang etwa 1,8 %, im Ausgang 16 - 18 %. Die chemische Ausbeute beträgt laut Analysen 80 %. In Pölitz werden je Ofen und Tag 24 t (maximal 24 t) Benzin erzeugt. Der Olefingehalt beträgt im Eingangsgas rund 1,2 %, im Ausgangsgas etwa 20 %. Infolge der hohen Ofenbelastung ist in Pölitz die chemische Ausbeute etwas niedriger. Da aber gleichzeitig mit steigender Belastung die mechanischen Verluste relativ kleiner werden, bleiben die spezifischen Gesamtverluste an Butan praktisch gleich. Dabei ergibt aber die hohe Belastung der Anlage ziemliche Energieersparnisse. Es wurden in Pölitz z. B. je t erzeugten Benzins verbraucht:

<u>an Heizgas</u>	im Januar	4,4	Mio WE	
	im Februar	5,4	"	(kleine Produkt.)
	im Juli	2,5	"	
<u>an Hochdruckdampf</u>	im Januar	4,8	t	
	im Juli	2,6	t	

g) Gasverbräuche

Der Heizgasverbrauch beträgt in Scholven

bei 1700 cbm/h Ofenbelastung 230 cbm/h mit 4 400 WE/cbm
bzw. bei 2400 " " " 350-400 " " " " " "

Pölitz braucht je Ofen und Stunde 1,72 Mio WE Heizgasenergie
Scholven und Pölitz heizen mit Fremd-gas.

h) Kontaktverbrauch

Der Kontaktverbrauch liegt bsw. lag bei dem alten Kontakt 5063 bei allen 3 Anlagen zwischen 4 - 5 kg je t/Toncin.

2. Wärmetauscher

Pölitz fährt jetzt die Ofen ohne Schlangenvorwärmer und Spitzenvorwärmer aus dem sehr sprüden Sicromal 12. Hierdurch ergibt sich neben einer wesentlichen betrieblichen Vereinfachung ein geringerer Druckverlust des Ofeneintrittsgases und kann damit der Druck im gesamten System herabgesetzt werden. Vor dem 1. Wärmetauscher beträgt jetzt der Druck nur noch 1,9 atü. Der niedrige Druck bringt geringere Undichtigkeitsverluste mit sich. Die Verringerung der Vorwärmerheizfläche wird z.T. durch das höhere Temperaturgefälle in den Vorwärmern ausgeglichen. Z.T. bringt sie eine Herabsetzung der Ofeneintrittstemperatur auf 430°C und damit Erhöhung des Heizgasverbrauches. Dagegenüber steht aber auch eine höhere Eintrittstemperatur von 1560°C des dehydrierten Gases in den Verdampfer. Dieser wird jetzt infolge der Drucksenkung bei niedrigerem Druck (4 atü, wird anschließend auf 3 atü reduziert) und damit niedrigerer Verdampfungstemperatur gefahren. Die Gaswärme kann deshalb jetzt bis auf 63°C herunter ausgenutzt werden und wird etwa 2 t/h Dampf gespart und fast kein Kühlwasser mehr in den Gaskühler gebracht. Gasverbrauch und Dampfersparnis gleichen sich kostenmäßig praktisch aus. (s. Pölitzer Bericht v. 20.6. über das "Fahren eines T 52-Dehydrierers ohne Spitzen- und Schlangenvorwärmer sowie den Einbau eines Gleichstrom-Zusatzluftvorwärmers".)

3. Luftvorwärmer

In Leuna wird die Verbrennungsluft durch einen Dampfvorwärmer zuerst auf 80°C und dann durch das Rauchgas, das mit 440°C aus dem Spiwo tritt, auf 180°C vorgewärmt. In Pölitz wird die Luft ohne Dampf nur durch das Rauchgas (bei Fahren ohne Spiwo) auf 325°C vorgewärmt. Das Rauchgas geht mit 300°C über Dach, da bei Unterschreitung von 300°C Rauchgastemperatur in Pölitz Abscheidung von saurem Eisensulfat auftritt. Um keine zu hohen Rohrwandtemperaturen und damit Verzunderung der Eisenrohre zu erhalten, hat Pölitz versuchsweise vor den Gegenstromluftvorwärmer einen 25 qm Gleichstrom-Luftvorwärmer geschaltet. (Näheres s. ebenfalls obiger Bericht v. 20.6.).

4. Kontaktregeneration

a) Einsätze

Pölitz hat als Notbehelf in den Reg.-Ofen statt Einsätzen aus Streckmetall solche aus Flußstahl-Schlitzblechen eingebracht. Verzunderung tritt nicht ein, aber infolge des geringeren freien Querschnitts ergibt sich ein höherer Widerstand für das Walzgasgebläse. Es wird festgestellt, daß Streckmetalleinsätze die günstigste Form für vorliegenden Zweck darstellen.

Pölitz regeneriert seinen Kontakt von 7 % C-Gehalt auf 4 %, Leuna von 4 auf 2 %. Pölitz fährt bis zu 3 Hauptöfen auf 1. Reg.-Ofen.

b) Fahren ohne Schleuse

Nach Pölitz fährt jetzt auch Scholven ohne Kontaktschleusen an den Reg.-Ofen. Da sich diese Fahrweise bewährt, werden in die Reg.-Ofen der neuen AT-244-Anlagen keine Schleusen mehr eingebaut.

5) Gasreinigung

Scholven reinigt das Ofenausgangsgas jetzt ebenfalls mit Koksfiltern, die auch hier einwandfrei arbeiten. Die vorgesehene Ölwanne zur Gasreinigung hatte sich nicht bewährt. Es wurde zuviel Öl durch das heiße Gas verdampft.

Pölitz wechselt seinen Koks alle 2 Monate nach einem Gasdurchgang von etwa 10 Mio cbm. Der Koks wird herausgenommen, umgescharft und wieder eingefüllt. Die Pölitzer Füllung besteht nur aus 50 x 70er Koks.

Leuna hat 20-er und 50-er Koks übereinander geschichtet und seine Füllung bisher noch nicht gewechselt.

In Pölitz werden die freien Gehäuse der Schlangenvorwärmer als Staubabscheider benutzt. In diesen Abscheidern fallen im Monat etwa 3 - 4 Ltr. Kontaktgries an und es setzt sich jetzt fast kein Kontaktstaub mehr auf den Heizflächen der Röhrenbündel-Wärmeaustauscher ab.

C) Gaskondensation

1) Kompressoren

Die Ventilschwierigkeiten an den Borsig-Butankompressoren Type SZVL 357 sind in Pölitz und Leuna noch nicht ganz behoben. Sie sind aber vor allem in Leuna wesentlich zurückgegangen. Nach Leunser Ansicht handelt es sich hier in erster Linie um eine Materialfrage. Die kleine Scholvener Type SZVL 332 bereitet wenig Ventilschwierigkeiten.

Pölitz schmiert die Butankompressoren mit einem normalen Kompressoröl mit etwa 9° E bei 50° C, wobei es dem Zylinderöl etwa 2 - 3 % Auto-Kollag zusetzt. Leuna verwendet zur Zylinder-schmierung ein Heißdampföl mit ungefähr 24° E bei 50° C, das sich ebenfalls gut bewährt hat. Schwierigkeiten an den Wälzgetrieben sind bisher noch nicht aufgetreten.

2) Kondensation

In Pölitz werden aus dem Kondensatsammelbehälter täglich etwa 150 Ltr. Wasser abgezogen. Die Standregelung für den Kondensat-abbzug erfolgt in Pölitz einfach durch Überlaufenlassen der Flüssigkeit in ein Einsteckrohr.

D) Bamag-Ölwäsche

In Scholven wird statt A-Mittelöl jetzt versuchsweise Tetra-Produkt als Waschöl benutzt, das C₄ besser löst. Wie stark die Verharzung bei Tetra ist, kann noch nicht gesagt werden. Das von Bamag empfohlene Einblasen von Dampf in den Stripper ist in Scholven versuchsweise gemacht worden, hat aber nichts gebracht.

Pölitz fährt jetzt mit einem Waschöl aus 30 % A-Mittelöl und 70 % B-Mittelöl oder DHD-Vorlauf. Außerdem wird der Stripper jetzt als Austreiberkolonne mit Rückfluss gefahren (0,7 cbm/h). Die Heizfläche des Strippers ist für diese Fahrweise zu klein und wird jetzt vergrößert.

Bei der neuen Fahrweise enthält das Abgas trotz 80 %iger Überlastung der Ölwäsche jetzt nur noch 0,8 % C₄, während ohne A-Mittelölzusatz und Rückfluss 2 - 3 % C₄ im Abgas waren.

Die neue Ölwäsche für Pölitz wird von Bamag in der bisherigen Form aufgestellt und dann von Pölitz selber umgebaut.

Während bei allen in Pölitz und Scholven verwendeten Waschölen Verharzung auftritt, hat Leuna diese Schwierigkeiten bisher nie gehabt. Das Öl wird hier praktisch nur einmal im Jahr gewechselt. Es wird ein vorher destilliertes B-Mittelöl mit einem Siedebereich von 180 - 300 °C verwendet.

Die 3 Ölwäschen fahren mit folgenden Betriebswerten:

	Gas cbm/h	Waschöl cbm/h	C ₄ im Abgas	Entgasung im Stripper
Leuna	1 500	8	0,3-0,4 %	0,5 %
Scholven	2 750	18	0,6 %	-
Pölitz	1 800	9	0,8 %	1,5 %

Der Wascheffekt liegt also in Leuna auch höher. Als wesentlicher Grund dafür wird die isotherme Fahrweise der Leunaer Ölwäsche angesehen. In Leuna werden die Waschtürme im Gegenstrom durch Kaltwasser gekühlt und so die Lösungswärme kontinuierlich abgeführt. Es wurde vereinbart, dass Leuna an Scholven und Pölitz Proben von seinem Waschöl gibt, damit dort Ölvergleiche durchgeführt werden können.

II) Diskussion über betriebliche und maschinentechnische Erfahrungen in der AT-Anlage Leuna

A) Schwefelsäureverbrauch und Aufbereitung

Der Schwefelsäureverbrauch in der Leunaer Alkylierung beträgt zur Zeit ungefähr 30 % gegenüber 10 % nach der Planung. Der hohe Verbrauch wird nach den jetzigen Untersuchungen in erster Linie durch Di-Olefine verursacht, die sich bei der Dehydrierung von Normalbutan bilden. Durch Einbau einer Nachhydrierung für die Di-Olefine soll dieser Verbrauch wieder gesenkt werden. Kleinversuche mit der Nachhydrierung haben einen H₂SO₄-Verbrauch von 10-12 % ergeben. In Leuna wird die Nachhydrierung zur Zeit gebaut. In etwa 8-10 Wochen wird man Aussagen über den endgültigen Schwefelsäureverbrauch machen können. Bis dahin werden die Schwefelsäurekonzentrationen der anderen Anlagen weiterhin für 20 % Verbrauch ausgelegt. In Scholven, wo die Schwefelsäurekonzentration aus Platzgründen nach beiden Seiten um je 2 Paulingkessel erwei-

- 8 -
 tert worden muss, wird vorerst nur eine Erweiterung um 2 Konzentrationskessel vorgenommen.

Die tatsächlichen Säureverluste in der Aufbereitung liegen zwischen 10 und 15 % der aufzuarbeitenden Säure, wie in der Planung vorgesehen. Ob die aufgearbeitete Säure noch von 96 % auf 98 % mit Oleum aufkonzentriert werden muss, ist noch nicht entschieden. Es steht aber fest, dass auch mit 96 %iger Einsatzsäure noch ein einwandfreies AT-Produkt gewonnen wird.

In der Schwefelsäurekonzentration war die vorgesehene Apparatur für die Teerabscheidung zu klein. Die abgeschiedenen Säureteere wiesen einerseits noch einen Säuregehalt bis zu 20 % auf, während andererseits sich in der nachgeschalteten Apparatur noch Teer setzte. Es ist aber noch nicht einwandfrei festgestellt, ob die später abgeschiedenen Teere sämtlich aus dem Teerabscheider mitgenommen sind oder ob sie sich evtl. erst später durch Zerfall von Sulfo-Säuren bei höheren Temperaturen bilden.

In Leuna wurde jetzt nachträglich für die Teerabscheidung ein 66 cbm-Behälter eingebaut und dadurch der Säuregehalt im Teer auf 2-3 % herabgedrückt. Die Menge der anfallenden Säureteere hängt stark von der scheinbaren Konzentration ab, mit der die Säure aus der AT-Anlage zurückkommt. Bei höherer Konzentration scheidet sich weniger Teer ab.

In den Fauling-Kesseln setzte sich Teer im Dephlegmator ab und verstopfte diesen. Die AT-Säure wird deshalb jetzt unmittelbar in den Kessel geführt und auf den Dephlegmator verdünnte reine Säure aufgegeben. Hierdurch geht die Nutzleistung des Konzentrationskessels von etwa 10 t auf etwa 6 t $SO_2/24$ h AT-Säure zurück.

Über die Verwertung der Säureteere kann zur Zeit noch nichts Endgültiges gesagt werden. Der Bau eines Verbrennungsofens für Säureteere ist deshalb für die neuen Anlagen vorerst zurückzustellen.

Für das Abführen der Abgase aus der Schwefelsäurekonzentration ist in Falle Schloten, wo die Anlage unmittelbar neben der Siedlung liegt, ist ein gemeinsamer grosser Schornstein den einzelnen Blechkaminen auf jeden Fall vorzuziehen.

20. 8. 1945

B. Aufahren der AT-Anlage Leuna

Zur Vereinfachung des Übergangs von der T 52- auf die AT-244-herstellung wurde zuerst die Iso-Butan-Dehydrierung beibehalten und ein Alkylat aus Iso-Butan und Iso-Butylen (statt Normalbutylen) erzeugt. Dieses Produkt hat eine verhältnismässig hohe Oktanzahl von 96 (statt 94 bei Kleinversuchen).

Das Anfahren ging in folgender Reihenfolge vor sich:

Zuerst wurden die Rührwerksbehälter mit je 12 - 14 cbm gefüllt. Dann wurde die Säure umgepumpt, die Rührer in Betrieb gesetzt und langsam Iso-Butan zugegeben. Hierauf wurde die Kälteanlage angefahren. Da noch keine Reaktionswärme abzuführen war, betrug die Kälteleistung nur etwa 5 % Kühlbutan. Diese geringe Leistung konnte mit der Turbine anstandslos gefahren werden.

Jetzt wurde langsam in ein Rührwerk stabilisiertes Dehydrierungsprodukt zugegeben und das Rührwerk zuerst mit halber später voller Belastung gefahren. Mit dem hierbei anfallenden Butan-Alkylat-Gemisch wurde langsam die nachgeschaltete Apparatur gefüllt. Von den Feinabscheidern wurde zuerst nur 1 Behälter, im Laufe der Zeit dann 3 gefahren. Die Laugewäsche wurde zuerst mit 50 cbm 15 %iger NaOH-Lauge gefüllt und dann das Butangemisch auf der Saugseite der Mischpumpe zugegeben.

Die Destillationskolonnen wurden vor der Inbetriebnahme mit Methanol ausgespült, was nicht den versprochenen Erfolg hatte. Die Stoßbüchsen der Pumpen wurden verdorben und ein großer Teil des Schmutzes in den Kolonnen wurde doch erst von dem ersten durchlaufenden Butan herausgespült. Als erste Kolonne wurde die AT-Vordestillation innerhalb von 2 Tagen angefahren.

Anschließend wurde dann langsam die Dehydrierung auf Normalbutan umgestellt. Die Umstellung dauerte 8 Tage, indem ohne zwischenzeitliches Abstellen statt Iso-Butan Normalbutan aufgegeben wurde und sich mit dem noch in der Anlage befindlichen Iso-Butan ein Gemisch bildete. Entsprechend dem Ansteigen des Normalbutangehaltes in diesem Gemisch wurde der Iso-Butanspiegel in der Alkylierung auf den vorgesehenen Stand gefahren. Mit zunehmendem Normalbutangehalt im Dehydrierergas stieg der Schwefelsäureverbrauch schnell an.

Mit dem Entstehen eines Iso-Butan- und Normalbutangemisches wurde auch die Butantrennung, und zwar zuerst die Raschigringkolonne angefahren. Anschließend die Entpropanisierung, Vakuumkolonne (Redestillation) und AT-Nachstabilisierung. Später wurde die Nachstabilisierung vor die Vakuumkolonne geschaltet, da der Verlauf im Vakuum nicht kondensiert werden kann und entweder ins Kühlwasser oder Abgas geht.

C) Betriebserfahrungen

1. Rührwerke

Die Regelung der Rührwerke mit Temperaturreglern arbeitet gut. Die Reaktion ist unempfindlich gegen Temperaturschwankungen zwischen -2° bis $+2^{\circ}$ C. Notfalls könnte man die Rührwerke auch ohne Regler fahren. Produkt von 30° C in die Rührwerke zu fahren war ohne weiteres möglich. Es stieg lediglich die Kühlbutanmenge entsprechend stark an. Die Rührer laufen mit 120 U/Min. Der Durchmesser der Rührblätter beträgt in Leuna 500, 800 (normal) und 1200 mm. Die Größe des Durchmessers hat keinen Einfluß auf das Produkt gehabt. Eine langsamere Drehzahl der Rührer ist durchaus möglich. Da die Motoren für die anderen AT-Anlagen schon ausgeliefert werden, ist aber eine Herabsetzung der Drehzahl nicht mehr durchführbar. Stellt man die Rührer ganz ab, dann schlägt das Olefin durch.

Die Stopfbüchsen an den Rührwerken sind dicht. Die Alkylierung ist betrieblich einfach zu fahren. Betriebliche Schwierigkeiten traten nur einige Male durch Schäumen der Rührwerke auf. Es bildete sich hierbei eine ausserordentlich beständige Emulsion, die sich selbst in der Feinabscheidung nicht trennte. Durch Abstellen des Rührwerkes für einige Stunden trat wieder Beruhigung ein. Der Grund scheint stossweises Zufahren von Kühlbutan zu sein, weil der Regler durch Wasser im Kühlbutan korrodiert war und unregelmässig arbeitet. Bei schlechter Säurekonzentration neigen die Mischer auch leicht zum Schäumen.

2. Laugewäsche

Die Laugewäsche wird entgegen der Planung diskontinuierlich gefahren. Es wird 15 %ige Lauge eingefüllt und mit dieser gefahren, bis die Konzentration auf 1 % gesunken ist. Der Laugeverbrauch kann noch nicht genau angegeben werden. Er scheint aber nicht wesentlich von den im halbtechnischen Versuch ermittelten Werten abzuweichen. Im halbtechnischen Versuch betrug der Verbrauch an 15 %iger Lauge, wenn die Verbrauchtlauge mit 1 % freier NaOH abgezogen wurde, etwa 4,5 ltr. je t Butanalkylat-Gemisch. Voraussetzung für niedrigeren Laugeverbrauch und einwandfreies Arbeiten der Laugewäsche ist eine genügend grosse Feinabscheidung. Die Mischung der Lauge mit dem Butangemisch in einer gemeinsamen Mischpumpe hat sich wegen der stark verschiedenen spezifischen Gewichte nicht bewährt.

Das Butangemisch und die Lauge werden jetzt durch getrennte Pumpen in den Orifice-Mischer gedrückt. Diese Fahrweise war bereits für die weiteren AT-Anlagen vorgesehen.

Versuchsweise wurde die Laugewäsche so gefahren, daß man das Butan durch ruhende Lauge durchlaufen ließ. Der Neutralisierereffekt bei dieser Fahrweise war sehr schlecht.

3. Destillation

Die Butantrennung besteht in Leuna zur Zeit aus 2 Kolonnen, und zwar je einer Raschigring- und einer Glockenbodenkolonne mit gleichem Durchmesser und gleicher Höhe. Es ist hier somit die Möglichkeit zu einem einwandfreien Vergleich zwischen Raschigring- und Glockenbodenkolonne gegeben. Der Betriebsvergleich ergab die eindeutige Überlegenheit der Glockenbodenkolonne. Bei gleichem Reinheitsgrad der Produkte verhält sich die Durchsatzmenge der Raschigringkolonne zu der der Glockenbodenkolonne wie etwa 6 : 10. Bei gleichem Rücklaufverhältnis von 1:5 bis 1:6 wird ein 96 - 97 %iges Sumpfprodukt und ein 85 %iges Kopfprodukt in der Raschigringkolonne bei 16 cbm/h Einspritzung in der Glockenbodenkolonne noch bei 26 cbm/h Einspritzung erreicht. Bei der Glockenbodenkolonne wurde bei 12 cbm/h Einspritzung und einem Rücklauf von 1:12 ein 97 %iges Sumpf- und Kopfprodukt gewonnen.

In der Glockenbodenkolonne werden Sumpf, Temperatur und Stand mit der "Kreuzschaltung" nach DI. - eis geregelt, d. h., der Dampf wird von dem Standregler und der Sumpfstand von einem empfindlichen Temperaturregler (s. beil. Skizze) gesteuert.

Diese Regelung ist sehr stabil. Die Siemens-Regelung der Raschig-ringkolonne ist betrieblich auch ohne weiteres zu fahren, nur muss öfters nachgeregelt werden.

Während das Produkt im Ausgang der Laugewäsche neutral ist, reagiert das Sumpfprodukt der Vordestillation wieder leicht sauer, anscheinend durch Zerfall von Sulfo Säuren bei der hohen Sumpftemperatur von etwa 180°C . Zur Neutralisation werden deshalb nach dem Ausgang aus der Laugewäsche noch 5 Ltr./h 15 %ige Natronlauge in das Produkt eingespritzt.

Die sich im Sumpf der Vordestillation absetzenden Salze werden durch Eindrücken von Wasser mit einer Pumpe während des Betriebes herausgespült.

4. Pumpen

Bei den Butanpumpen traten anfangs Schwierigkeiten an den Stopfbüchsen auf, die aber bald behoben wurden. Die Butanpumpen mit Drehzahlen bis zu 1500 U/Min. haben Stopfbüchspackungen aus eich-graphitringen. Die Graphitringe verbrauchen sich allmählich; beim Nachverpacken werden einfach neue Ringe nachgeschoben. Die wichtigste Voraussetzung für ein Dichthalten der Stopfbüchsen ist - wie schon früher mehrfach betont wurde - ein tadellos ruhiger Lauf der Pumpe.

Die H_2SO_4 -Pumpen werden mit Graphitringen ohne Bindemittel verpackt. (Bindemittel verursachen Gasentwicklung.)

5. Normalbutan-Dehydrierung

Infolge der Schwierigkeiten in der Alkylierung wird die Dehydrierung noch sehr vorsichtig gefahren. (Bei höheren Temperaturen stärkere Di-Olefin-Bildung). Die Ofentemperaturen liegen erheblich niedriger als bei der Iso-Butan-Dehydrierung. Die Rauchgastemperatur beträgt jetzt im Ofen oben 720°C statt 800°C und unten 600° statt $650 - 680^{\circ}\text{C}$.

Auftretende sekundäre Reaktionen ergeben einen erhöhten Clanfall. Die Clmengen sind an sich gering, doch kondensiert das Öl gerade im ersten Wärmeaustauscher und setzt diesen langsam zu. Die Röhrenbündel werden deshalb jetzt alle 6 - 8 Wochen in heißem Zustand mit Mittelöl von oben durchgespült. Dabei werden gleichzeitig die Rohre von aussen mit Hochdruckdampf beheizt. Für die neuen A-Anlagen wird eine Umfahrung des ersten Wärmeaustauschers vorgesehen, damit der Ofen während des Spülens nicht abgestellt werden muss. In den Koksfiltern ergeben sich durch das Öl keine Schwierigkeiten. Das restliche Öl kondensiert erst in den Gaskühlern. Hier werden bei einem Betrieb mit 3 Ofen im Monat etwa 1 cbm Öl abgeschieden.

Das Ofenhausprodukt wird zur Zeit noch stabilisiert, bis die Frage des H_2SO_4 -Verbrauches endgültig gelöst ist. In der Stabilisierung werden etwa 50 Ltr., in der Gaskondensation 200-300 Ltr. Wasser täglich abgezogen.

6) Abhängigkeit der Qualität des AT-Produktes von der Säure-Konzentration

Die Qualität des AT-Produktes sinkt mit fallender Konzentration der Schwefelsäure nach ungefähr folgenden Werten:

<u>Schwefelsäure-Konzentration</u>	<u>Oktanzahl</u>
92 %	95
93 %	94
85 %	93,5 - 94
80 %	unter 92

Bei 88 %iger H_2SO_4 beträgt der Rückstand 2 % und ist praktisch noch kein Vorlauf vorhanden. Bei weiter fallender Konzentration steigen Vorlauf und Nachlauf erheblich an.

7) Ausbeute

Die bisher erzielte maximale Gesamtausbeute beträgt 73 %. Hierbei entstehen etwa 13,4 % unkontrollierbare Verluste.

8) Verschiebeleitungen

Die Verschiebeleitungen, die es gestatten, das Produkt von einem Behälter in den anderen zu fahren, haben sich in Leuna sehr bewährt.

9) Katastrophenschutz

Bei "in-sich-fahren" wird die Anlage weitgehendst von flüssigem Butan befreit. Das Butan aus dem Mischerbau (und der Feinabscheidung) wird in das Slopplager abgelassen. Infolge des geringen Drucks in den Mixern läuft das Produkt zu langsam weg. Es soll deshalb in Zukunft mit Stickstoff in das Slopplager gedrückt werden. Das Stickstoffventil wird neben dem Handrad für den Katastrophenschieber angeordnet. Vom Slopplager führen zur Entspannung des Produktes Leitungen zu den beiden Rückkühlerwerken, da dort ein starker Auftrieb herrscht, der das Butan nach oben fortzustoßen soll. Die Laugewäsche ist nicht an das Slopplager angeschlossen. Beim Wiederauffahren wird das Produkt mit Stickstoff in die einzelnen Rührwerke zurückgefahren. Die Destillation wird ebenfalls entspannt. Zur Abkühlung bei Nachbarbränden können sämtliche Destillationskolonnen berieselt werden.

D) Mengenschemata

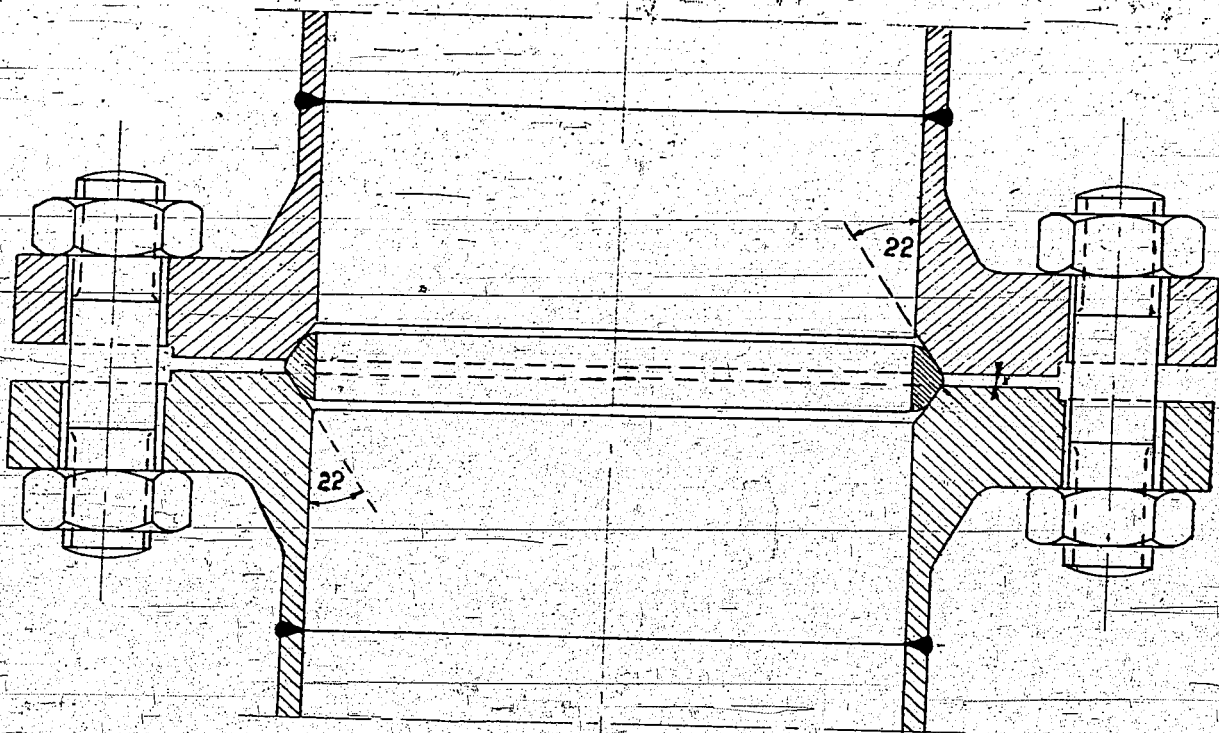
Schulzen hat vorgeschlagen, in die Mengenschemata der AT-Anlagen die mechanischen Verluste mit einzusetzen, da die Schemata sonst Produktionszahlen angeben, die später nicht zu erreichen sind und dadurch evtl. Schwierigkeiten gegenüber dem RHM entstehen können. Hierzu wird fest gestellt, dass auch dem RHM bekannt ist, dass solche Mengenschemata nur theoretische Werte angeben und dass das RHM bei Unterschreitung der theoretischen Produktionszahlen noch nie Schwierigkeiten gemacht habe. Es werden also auch weiterhin in die Mengenschemata nur die chemischen Verluste in der festgelegten Grösse eingesetzt.

USK 123 R-16.

Flanschdichtungsring.

28000C151

Ausführung nach der Verschraubung.

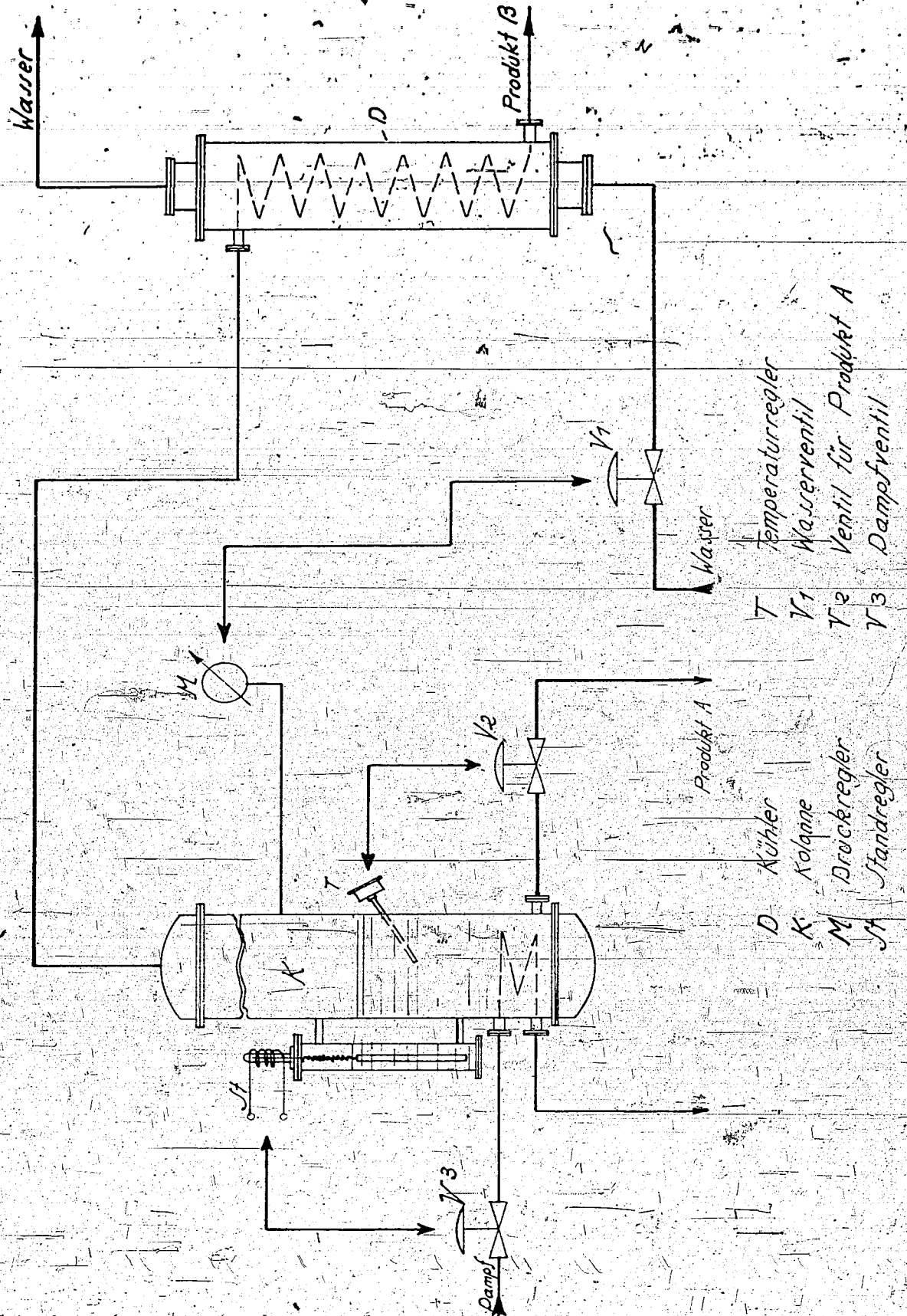


Datum: 14. II. 1973. Gezeichnet: [Signature]

Trennkolonnenregler, über Kreuz geschaltet
nach D.I. Weis.

USK. 122.R

28000C152



T Temperaturregler
V1 Wasserventil
V2 Ventil für Produkt A
V3 Dampfventil

D Kühler
K Kolonne
M Druckregler
St Standregler

Datum: 17. 8. 43 Name: Guglandoblo

L.V.B. Nr.:

ETZ. 64 Jg. Nr. 19/20, 20. 5. 43

Friedrich Uhde, Ingenieurbüro u. Fabrik für Chem. Apparate

Zweidritter
Leuna-Werke

Zurück an Büro Me 219

3042-29

30/4.02

Leuna-Werke, den 14.9.1943 Bg.

Aktennotiz

Betr.: Dehydrieren von Butan im Festbettofen

Bei der Besichtigung des Versuchsrohres in Me 52 ergab eine kurze Überschlagerrechnung, daß es bei den erreichten Werten von 25 bis 26 % Umsatz und 87 % Ausbeute nicht möglich ist, bei einer Jahresproduktion von 64 000 Jato Alkylat wie nachstehend beschrieben und bisher als möglich angenommen, zu fahren. Die bisherigen Planungen sahen vor, daß die Reaktionsperiode genau so lang ist, wie die Regenerationsperiode. Da während der Regenerationsperiode der Sauerstoffgehalt im Regenerationsgas gesteigert werden sollte, mußten alle drei Ofen zur gleichen Zeit mit der Regeneration anfangen und aufhören. Sollte man dies nicht, müßte für jeden Ofen ein gesondertes Kreislauf-Gasgebläse vorgesehen werden.

Der jetzt abgeschlossene Versuch von Herrn Dr. Novotny ergab, daß die Regenerationsperiode kürzer sein kann als die Reaktionsperiode um auch die geforderte Alkylatleistung zu erreichen. Legt man die genannten Zahlen, also 26 % Umsatz, 87 % Ausbeute und eine Kontaktbelastung von 800 m³ angrunde, müßte bei der oben geforderten Produktion die Reaktionsperiode 6 Stunden und Regenerationsperiode 4 1/2 Stunden dauern, was nach Rücksprache von Herrn Dr. Novotny ohne weiteres möglich wäre. Hierbei tritt nun, wenn man wie früher vorgesehen fährt, folgende Schwierigkeit auf: Siehe Bild 1!

3 Ofen fahren 6 Stunden in Reaktion und die anderen 3 Ofen 4 1/2 Stunden in Regeneration. Während 1 1/2 Stunden müssen dann aber gleichzeitig 6 Ofen in Reaktion fahren. In diesen 1 1/2 Stunden fällt nun ein Überhang von 9 800 m³ Spaltgas an, die gespeichert werden müßten. Der Gasometer faßt nur 5 000 m³. Es müßte also ein Gasometer von etwa 15 000 m³ Fassungsvermögen neu aufgestellt werden.

Wesentlich günstiger wäre die auf dem Bild 2 dargestellte Fahrweise, bei der die 6 Ofen immer 1/6 Periode verschoben, arbeiten. Wie auf Bild 2 ersichtlich, sind dann immer abwechselnd 4 bzw. 3 Ofen in Reaktion und 2 bzw. 3 in Regeneration. Der Gasometer hätte nur ein Überhang von ungefähr 800 m³ zu speichern; er ist also bei einem Fassungsvermögen von 5 000 m³ vollkommen ausreichend.

Diese Fahrweise bringt es aber mit sich, daß nunmehr alle Ofen mit demselben Regenerationsgas mit niedrigem Sauerstoffgehalt fahren müssen, wenn man mit einem Regenerationsgas-Kreislauf auskommen will. Eine Steigerung des Sauerstoffgehaltes gegen Ende der Periode wäre nicht mehr möglich. Falls diese Steigerung doch notwendig oder erwünscht wäre, müßte für jeden Kontaktofen ein gesondertes Kreislauf-Gasgebläse vorgesehen werden, möglicherweise würde es auch genügen, 2 Kreisläufe in Gang zu halten, einen mit etwa 2 % Sauerstoff und einen mit etwa 4 %, was allerdings die Schaltung wieder verkomplizieren würde. Diese Frage müßte in einer Besprechung noch einmal geklärt werden.

Verteiler: O.I. Dr. Sackmann/D.I. Weidmann
Dir. Dr. Herold
Dr. Novotny
Dr. Hanisch/Dr. Fischer/Dr. Strätz
O.I. Keinke

ges. Keinke

290000154

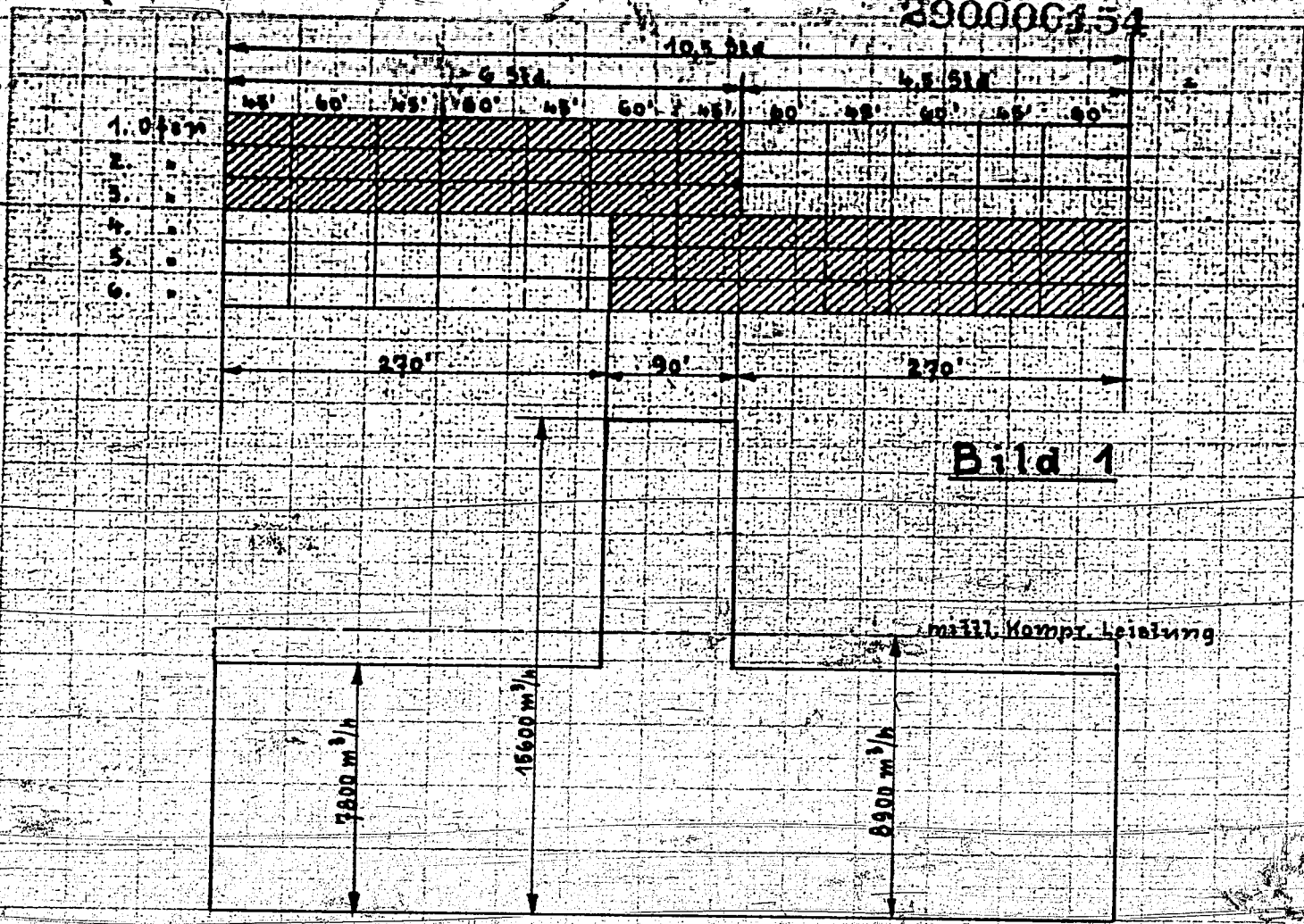


Bild 1

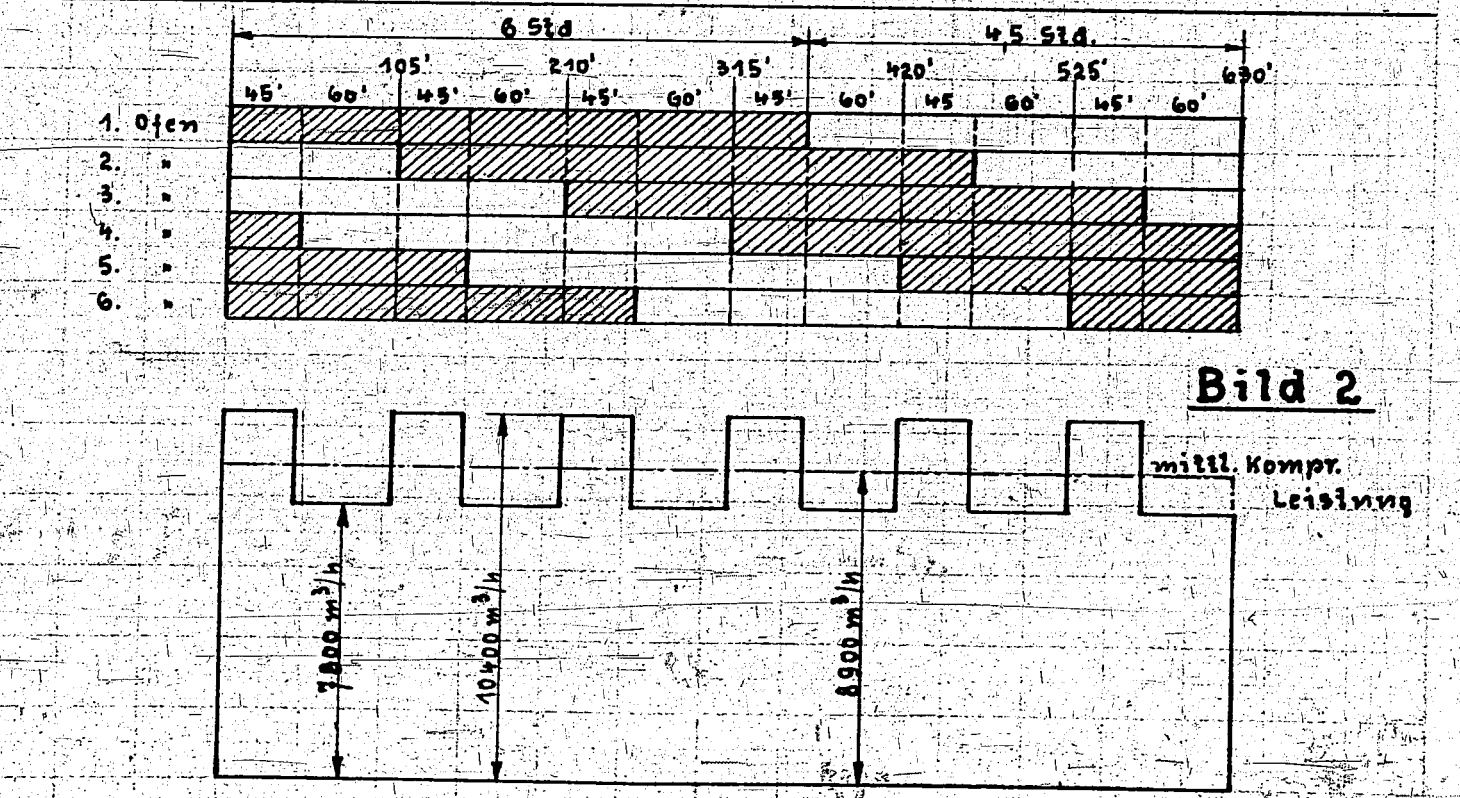

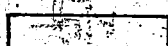


Bild 2

Ammoniakwerk
 Mercedes-Benz G.m.b.H.
 z. Aktienmotiz v. 14. 9. 43 (Festbettofen)

 **Reaktion**
 **Regeneration**

L. d. 14. 9. 43
 Agm. Lip
 M Sk 256/1

3042-30

Lernzettel, den 14. Febr. 1944

SS1000008

30/1/02

Aktennotiz

52
geheim!Bericht über die Trocknung des Dehydrierkontaktes der AF-Anlage

Die bisherigen Betriebserfahrungen der AF-Anlage haben ergeben, daß der Schwefelsäureverbrauch in der Alkylierstufe von der Dehydriertemperatur des n-Butans abhängig ist. Der Grund für diese Abhängigkeit ist die Entstehung steigender Butadienmengen mit steigender Dehydriertemperatur. Durch Verbesserungen der Betriebsdehydrierofen hinsichtlich Rauchgas- und Kontaktverteilung, über welche in mehreren Aktennotizen berichtet wurde, und durch Verkürzung der Kontaktlebensdauer konnte bereits eine Senkung der Dehydriertemperatur erreicht werden. Untersuchungen, die vor Jahren im Versuchslabor durchgeführt wurden, haben ergeben, daß ein Wasserdampfgehalt von mehr als 0,1 Vol.-% in Butangas die Dehydrierung ungünstig beeinflusst. Die laufende analytische Überwachung des n-Butans in der Dehydrierstufe der AF-Anlage ergab stets Werte von 0,03-0,05 Vol.-% Wasserdampf, welche somit weit unter der genannten Schädlichkeitsgrenze liegen. Es bestand aber noch eine zweite Möglichkeit, daß Feuchtigkeit in das Dehydriergas eingebracht wurde:

Der hochaktive Kontakt konnte an einer Stelle seines Schleuskreislaufes Wasser adsorbieren und im Dehydrierofen in das Butangas abgeben. Herr Dr. Nowotny hat in halbtechn. Versuchen beobachtet, daß der Dehydrierkontakt auf dem Wege vom Reg.-Ofen zum Dehydrierofen Feuchtigkeit aufnimmt, und daß dadurch der Umsatz erheblich erniedrigt wird. Siehe Bericht Dr. Kaufmann/Nowotny „Butan (Propan) Dehydrierung im Röhrenofen, über festangeordneten Kontakt.“

In der Produktionsanlage wurden unabhängig von diesem Befund Wasserbestimmungen an verschiedenen Stellen des Kontaktkreislaufes durchgeführt. Aus den Ergebnissen dieser Wasserbestimmungen des Kontaktes gelangten wir zu der wichtigen Erkenntnis, daß der Kontakt im Regenerationsofen durchschnittlich 0,7 Gew.-% Wasser adsorbiert. Daraus errechnet sich unter den Betriebsverhältnissen der Dehydrieranlage durch das von dem Kontakt an das Butangas abgegebene Wasser ein Wasserdampfgehalt von 0,25-0,30 Vol.-% im Dehydriergas, welcher damit weit über dem zulässigen Feuchtigkeitsgehalt liegt.

Das Schaubild zeigt den Feuchtigkeitsgehalt des Kontaktes in den verschiedenen Stufen seines Schleuskreislaufes. Der koksbeladene Kontakt verläßt den Dehydrierofen nahezu trocken und nimmt auf dem Wege zum Regenerationsofen im Becherwerk praktisch keine Feuchtigkeit auf, da sein Adsorptionsvermögen durch die Koksbeladung sehr stark verringert ist. Der regenerierte Kontakt verläßt den Regenerationsofen mit etwa 0,7 Gew.-% Wasser und nimmt im Becherwerk zusätzlich noch etwa 0,1 Gew.-% Wasser auf. Die Wasseraufnahme des Kontaktes im Regenerationsofen ist bedingt durch einen Wasserdampfspiegel von etwa 5% im H₂Gas des Regenerationsofens, welcher sich durch direktes Zubrennen von Heizgas und durch Verbrennung der Kohlenwasserstoffverbindungen des Kokes einstellt. Wir konnten im Kleinversuch bestätigen, daß trockener, regenerierter Kontakt bei Behandlung mit Stickstoff von etwa 5 Vol.-% Wasserdampfgehalt bei der im Regenerationsofen herrschenden Durchschnittstemperatur von 425° etwa 0,7 Gew.-% Wasser aufnimmt. Weiterhin kann man aus den Ergebnissen der nachstehend beschriebenen Versuche zur Kontakt-trocknung darauf schließen, daß bei der Dehydriertemperatur mit der betrieblichen 900-fachen Butanbelastung der Kontakt im Dehydrierofen nahezu restlos getrocknet werden, also sein Wasser an das Butangas abgeben muß. Das Adsorptionsvermögen des regenerierten Kontaktes wird veranschaulicht durch den Befund, daß der Feuchtigkeitsgehalt einer Kontaktprobe nach 24-stündigem Lagern an der Luft von 0,7 auf 5,3 Gew.-% angestiegen war.

Nach dem Anfahren der AF-Anlage zeigte sich sehr bald, daß hohe Dehydriertemperaturen im Hinblick auf den Schwefelsäureverbrauch der Alkylierstufe vermieden werden mußten. Das Fahren auf niedrigen Umsatz bei niedriger Dehydriertemperatur hatte eine Senkung der auf den Kontakt abgeschiedenen Koks menge zur Folge; die Regeneration des Kontaktes konnte daher nur durch Zubrennen grösserer Mengen von Heizgas aufrechterhalten werden. Auf diese Weise stellte sich ein Betriebszustand ein, welcher zu den mitgeteilten Erkenntnissen über den Kontaktwassergehalt führte im Gegensatz zu früheren Betriebsverhältnissen der i-Butandehydrierung, bei welcher durch stärkere Kohlenstoffabscheidung auf dem Kontakt bei Einhaltung höherer Dehydriertemperaturen

die Regeneration ohne Zubrennen von Katalysator durchgeföhrt werden konnte; auch war bei dem inaktiveren Betriebskontakt für 1-Butandehydrirung von wesentlich geringeren Adsorptionsvermögen keine Veranlassung zu derartigen Untersuchungen gegeben. Im weiteren Verlaufe unserer Arbeiten versuchten wir, den oben errechneten Wasserdampfgehalt von 0,25 = 0,30 Vol.-% im Reaktionsgas der Dehydrirung nachzuküpfen. Die nach der Magnesiumnitridmethode durchgeföhrtten Wasserbestimmungen in dehydrierten Butangas geben leider stets Werte unter 0,1 Vol.-% Wasserdampfgehalt. In Kleinversuch stellten wir fest, dass in Stickstoff von ca. 0,6 Vol.-% Wasserdampfgehalt nur noch 30-40% des ursprünglichen Feuchtigkeitsgehaltes gefunden werden, wenn der feuchte Stickstoff mit 10% Butylenszusatz bei 500 bis 550° über dem Dehydrierkontakt geleitet wurde. Die Wasserbestimmungsmethode liefert demnach bei Gegenwart von Olefinen oder Di-Olefinen stets zu niedrige Werte. Wir werden versuchen, diesen Befund nach Möglichkeit noch zu klären.

Im nachfolgenden werden die Laborversuche zur Trocknung des Dehydrierkontaktes beschrieben, welche die Unterlagen für die Erstellung einer Trocknungsanlage geliefert haben.

Kontakt-Trocknungsversuche im Kleinofen.

Zunächst wurden einige Vorversuche zur Trocknung des Kontaktes durch Überleiten von Stickstoff bei höheren Temperaturen durchgeföhrt, deren Ergebnisse in Schaubild 2 zusammengestellt sind. Sie zeigten, dass bei den niedrigen angewandten Stickstoffbelastungen sehr hohe Temperaturen benötigt werden, um vollständige Trocknung zu erzielen. Bei der geringen eingesetzten Kontaktmenge von 50 cm³ regenerierten Kontaktes von etwa 0,7 Gew.-% Wassergehalt war die Messung der hohen Versuchstemperaturen nicht sehr genau. Die Trocknungszeit betrug 1 Stunde, mit Aufheizzeit 1 1/2 Stunden, bei den Trocknungsversuchen im Vacuum 1/2 Stunde, mit Aufheizzeit 1 Std. Für eine betriebsmäßige Kontakttrocknung kommen nur Temperaturen bis 500°C in Betracht wegen der Schädigung des Kontaktes bei Erhitzen über die Dehydrierer Temperatur. Nach den Ergebnissen der Vorversuche werden dazu wesentlich höhere Stickstoffbelastungen benötigt.

In Versuchsofen mit 100 cm³ Kontaktinhalt wurde nun die Trocknung des Kontaktes in Abhängigkeit von der Stickstoffbelastung, von der Temperatur, von der Zeit und von der Feuchtigkeit des verwendeten Trocknungsgasstoffes untersucht. Die Abhängigkeit der Trocknungsbedingungen von dem Wassergehalt im Kontakt haben wir nicht näher untersucht, da anschlüsslich die Trocknung des regenerierten Betriebskontaktes von etwa 0,7 Gew.-% Feuchtigkeit interessierte, welcher bei allen Versuchen eingesetzt wurde. Als Versuchsdauer wurden 2 Stunden einschließlich 1/2 Stunde Aufheizzeit gewählt, da diese einer betrieblich möglichen Trocknungszeit für eine Kontaktcharge entsprechen würde. Das Schaubild 3 zeigt Versuchsergebnisse über die Abhängigkeit der Kontakttrocknung von Temperatur und Stickstoffbelastung; es geht daraus hervor, dass nur bei 500°C etwa 600-fache Stickstoffbelastung anzuwenden muß, um den Kontakt in 2 Stunden vollständig zu trocknen.

Über den Einfluss des Feuchtigkeitsgehaltes in Trocknungstickstoff geben 2 Versuchsreihen Aufschluß (Schaubild 4), welche bei 500°C mit 600-facher Belastung und 2 Stunden Versuchsdauer durchgeföhrt wurden; aus ihnen ist ersichtlich, dass man bei der anzuwendenden Stickstoff nicht über 0,1 Vol.-% Feuchtigkeitsgehalt gehen darf, um unter den angegebenen Bedingungen vollständige Trocknung zu erzielen. Die Abhängigkeit von der Trocknungszeit bei 500°C und 600-facher Belastung geht hervor aus der Darstellung eines Versuches (Schaubild 5), bei welchem nach 1 Std. Versuchsdauer einschließlich 1/2 Std. Aufheizzeit 65% des vorhandenen Wassers aus dem Kontakt ausgetrieben waren, nach 2 Stunden die restliche Menge. Die beiden hier dargestellten Versuche wurden durchgeföhrt, um die gesamte im Kontakt enthaltene Wassermenge zu erlassen. Sie zeigen, dass nach dem Austreiben des adsorbierten Wassers bei 500°C durch weiteres Erhitzen des Kontaktes auf 600-800°C vom Kontakt noch Wasser abgegeben wird, welches als chemisch gebundenes oder Hydratwasser bezeichnet werden kann und nur etwa 0,1 Gew.-% betrug. In einem weiteren Versuch wurde bis 1300°C erhitzt, wobei der Kontakt die bekannte Rosafärbung annahm, aber kein weiteres Wasser mehr abgegeben hat. Das chemisch gebundene oder Hydratwasser wird also bei 600-800°C abgegeben und ist in diesem Zusammenhang von dem adsorbierten Wasser zu unterscheiden. Diese Versuche sollen mit Kontaktproben verschiedenen Lebensalters in Bezug auf Adsorptionsvermögen und Menge des chemisch gebundenen Wassers noch weitergeföhrt werden.

Betriebsversuche zur Kontakttrocknung:

Es war nun erforderlich, den Einfluss der Kontakttrocknung auf den Umsatz bei der n-Butan-Dehydrierung in Betriebsöfen zu untersuchen, wobei die Kontakttrocknung zunächst nur behelfsmäßig durchgeführt werden konnte. Zu diesem Zweck wurden folgende Versuche unternommen:

- 1.) Es wurde versucht, durch eine vorhandene Leitung Stickstoff unterhalb der Schleusen in den Regenerationsofen zu fahren, um dadurch den Kontakt während des Ausschleusens zu trocknen. Auch nach dem Abstellen des Schleusenabkühlwassers konnte keine Trocknung erzielt werden, da der Kontakt durch den Stickstoff von der Ofentemperatur = 425°C auf etwa 300°C gekühlt wurde bei 500 bis 400-facher Stickstoffbelastung. Nach den Kleinversuchen ist unter diesen Bedingungen keine Trocknung des Kontaktes zu erwarten. Die bessere Trocknung durch erhöhte Stickstoffbelastung bei weiteren Versuchen wurde durch stärkere Abkühlung des Kontaktes wieder ausgeglichen.
- 2.) Nach dem Scheitern des Versuches unter 1.) wurde der obere Schleusenbunker eines Dehydrierofens mit einer Abgabelung versehen, um durch einen Butanteilstrom von der Ofeneingangstemperatur = 450°C den im oberen Bunker befindlichen Kontakt aufzuheizen und zu trocknen. Der hohe Strömungswiderstand des Kontaktes im Bunker verhinderte den Durchsatz ausreichender Butanmengen.
- 3.) Ingegn führte die Kontakttrocknung mit Stickstoff in einem Betriebs-Dehydrierofen zum Erfolg. Die Fahrweise geht aus der Skizze hervor. Anstelle der üblichen Betriebsbecherperiode, wobei mit dem Becherwerk I der regenerierte Kontakt in den Dehydrierofen und mit dem Becherwerk II der kohlensaure Kontakt in den Regenerationsofen gefahren wird, treten 2 Becherperioden. In der ersten Periode wird der regenerierte Kontakt in den Trocknungsöfen gefahren und der kohlensaure Kontakt wie üblich aus dem Dehydrierofen in den Regenerationsofen. In der anschließenden 2. Periode wird der getrocknete Kontakt aus dem Trocknungsöfen mit Becherwerk I durch eine einfache Umlaufvorrichtung nach Becherwerk 2 gefahren und aus diesem in den Dehydrierofen. Dieses Verfahren zur Kontakttrocknung ist von vornherein als behelfsmäßig zu betrachten und besitzt folgende Nachteile:
 - a.) Der getrocknete Kontakt verlässt den Trocknungs-Dehydrierofen infolge der Schleusenabkühlung und nimmt in Becherwerk wieder Feuchtigkeit auf (etwa 0,1 Gew.-%).
 - b.) Kontakt und Trocknungsstickstoff werden in Gleichstrom geführt. Der Stickstoff verlässt den Trocknungsöfen mit etwa 0,6 Vol.-% Feuchtigkeitsgehalt (berechnet und in Betriebsversuchen analytisch bestimmt); der Kontakt ist daher nicht vollständig getrocknet; er enthält noch 0,2 - 0,5 Gew.-% Wasser.
 - c.) Bei der Schaltung von 2 Dehydrieröfen auf einen Trocknungsöfen verdoppelt sich die Verweilzeit des Kontaktes in Dehydrierofen auch bei betriebmäßig schnellstmöglicher Schlenkung des Trocknungsöfens.
 - d.) Das Verfahren erfordert zusätzliche Kapazität an Dehydrieröfen.

Bei dem Versuch wurde der Trocknungsöfen mit 1000 l Stickstoff/h und 525°C gefahren; dies entspricht einer 1400-fachen Stickstoffbelastung. Die Verweilzeit des Kontaktes im Trocknungsöfen betrug $2\frac{1}{2}$ Stunden.

Die Auswirkung der Kontakttrocknung auf den angeschalteten Dehydrierofen wird durch das Schaubild 5 veranschaulicht.

Die erste Versuchsperiode stellt den Betriebszustand des Dehydrierofens ohne Kontakttrocknung dar. In der zweiten Versuchsperiode konnte durch die Forttrocknung des Kontaktes die Dehydriertemperatur um 15° gesenkt werden, gleichzeitig stieg der Umsatz von 17,5% auf 20%. Bei Wiedererhöhung der Dehydriertemperatur um 10° stieg der Umsatz weiter auf 22,5% an (dritte Versuchsperiode.) Die vierte Versuchsperiode ist die Wiederholung der zweiten mit gleichem Ergebnis und wurde im laufenden Betrieb weitergeführt. Die Zuschaltung eines zweiten Dehydrierofens auf denselben Trocknungsöfen zeigte bei diesem zweiten Ofen dieselbe günstige Auswirkung der Kontakttrocknung auf

den Dehydrierumsatz wie bei dem zuerst zugeschalteten Dehydrierofen.

Auf Grund dieser Versuchsergebnisse wird die gesamte Dehydrieranlage nach der beschriebenen Fahrweise mit dem durch Stickstoff beh lfmässig getrockneten Kontakt seit mehreren Wochen mit Erfolg gefahren. Es sind 4 Dehydrieröfen mit 2 Trocknungsöfen und 2 Regenerationsöfen in Betrieb; es sind je 2 Dehydrieröfen auf einen Trocknungsöfen und einen Regenerationsöfen geschaltet. Zur Trocknung sind 2000-2500 g N_2/h erforderlich. Diese betriebsmäßige Trocknung des Kontaktes führte im Durchschnitt zu einer Temperatursenkung von 15-20°C im Dehydrierofen. Bei gleichbleibendem Umsatz von 18-20 % stieg bei der niedrigen Kontakttemperatur die Dehydriererausbeute von 70-75% auf 80-85%. Der Säureverbrauch in der Anlage ging von 45% auf 20% zurück. Im Schaubild 7 sind diese Ergebnisse dargestellt.

Der Einfluss der Kontaktstrocknung auf die Dehydrieranlage und den Säureverbrauch wurde durch Abstellen und Wiederinbetriebnahme der Trocknung mehrmals bestätigt. Die so durchgeführte Lösung der Kontaktstrocknung kann jedoch nur als provisorisch betrachtet werden. Es ist daher geplant, in die Dehydrieranlage eine Trocknungsanlage einzubauen. Jeder Dehydrierofen soll einen eigenen Trocknungsöfen erhalten, welcher oberhalb des Schlenkbunkers angeordnet wird. Der Stickstoff wird mittels eines Wälzgebläses für alle Trocknungsöfen gemeinsam im Kreislauf gefahren.

Ein Dehydrierofen wird in Kürze mit einer derartigen Trocknungsanlage (ohne Gebläse) angefahren. Aufheizung und Trocknung des Kontaktes erfolgt dabei durch Stickstoff, der auf 500-550° vorgeheizt wird. Der endgültige Einbau der Kontaktstrocknung für die Gesamtanlage wird von diesem Grossversuch abhängen. Die beschriebenen Nachteile der jetzigen betriebsmäßigen Trocknung werden beim Einbau einer derartigen Trocknungsanlage wegfallen, sodaß ein noch besserer Trocknungseffekt zu erwarten ist, mit einer weiteren Senkung der Dehydriertemperatur und des Schwefelsäureverbrauches; auch eine weitere Verbesserung der Dehydriererausbeute ist damit verbunden.

4.) Kontaktstrocknung im Regenerationsofen.

Nachdem wir erkannt hatten, dass der Kontakt im Regenerationsofen Feuchtigkeit aufnimmt und die Schädlichkeit dieses Feuchtigkeitsgehaltes auf den Dehydrierumsatz durch den unter 3.) beschriebenen Betriebsversuch eindeutig nachgewiesen wurde, war es zeheliegend, Versuche aufzunehmen mit dem Ziel, die Wasseraufnahme des Kontaktes im Regenerationsofen zu verhindern.

Aus den bis jetzt vorliegenden Versuchsergebnissen kann man entnehmen, dass dieses Ziel ohne die Durchführung größerer Veränderungen an den Regenerationsöfen nicht erreicht werden kann. Über das Ergebnis dieser Versuche soll nach deren Abschluß berichtet werden.

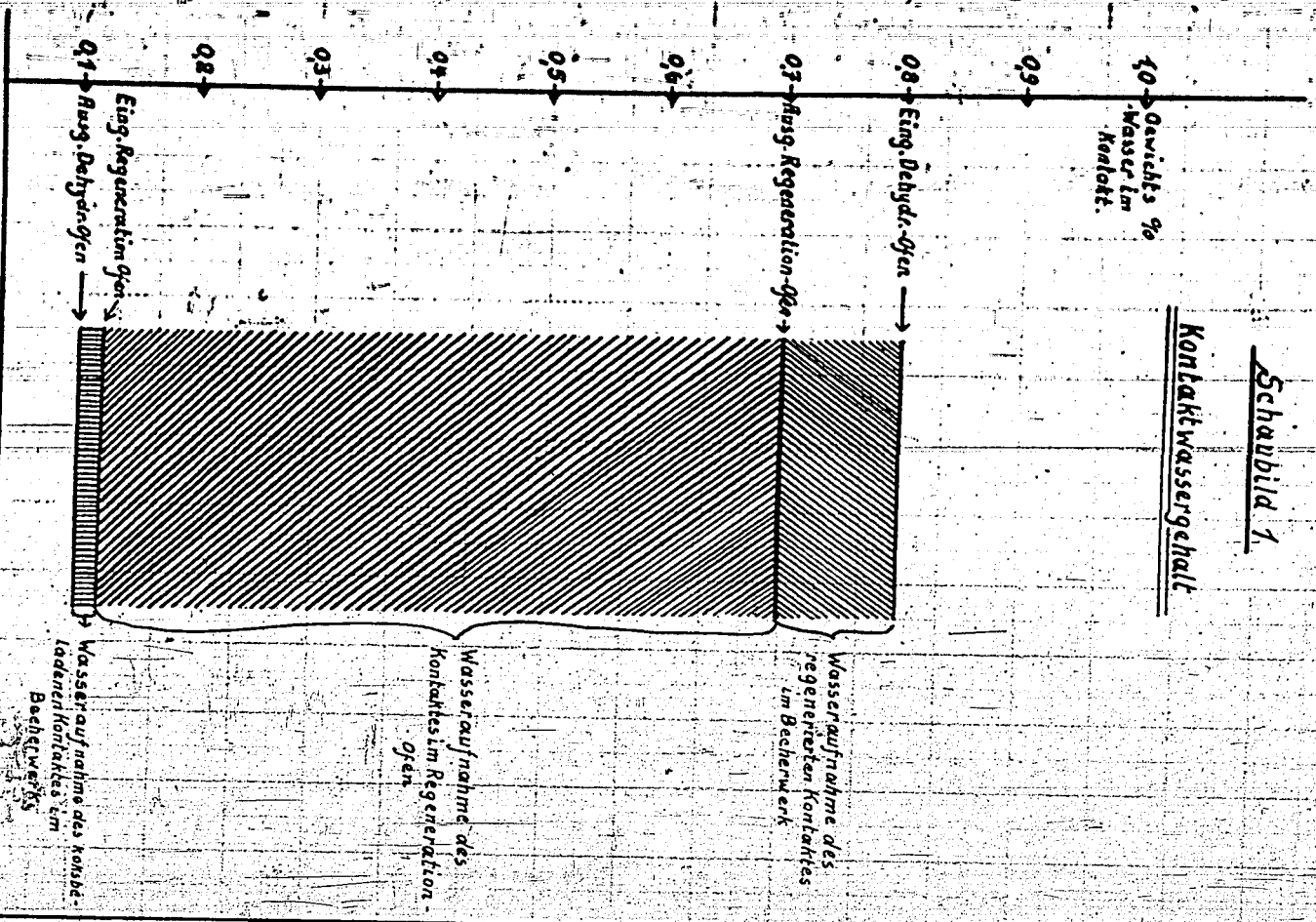
Zusammenfassung

Die Trocknung des Dehydrierkontaktes mit Stickstoff führte in der Dehydrieranlage zu einer Temperatursenkung um max. 20°C. Bei gleichzeitiger Erniedrigung der Kontaktlebensdauer von 400 auf 300 Stunden, entspricht einer Erhöhung des Kontaktverbrauches von 33 %, konnte der Säureverbrauch von 45% auf 20% gesenkt werden. Bei gleichbleibendem Dehydrierumsatz von 18-20% stieg dabei die Ausbeute von 70-75% auf 85% an. Die technische Durchführung der Kontaktstrocknung wurde bisher mit den vorhandenen Öfen provisorisch gelöst. Es ist geplant, nach Durchführung eines weiteren Grossversuches eine Kontaktstrocknungsanlage in die Dehydrierung einzubauen.

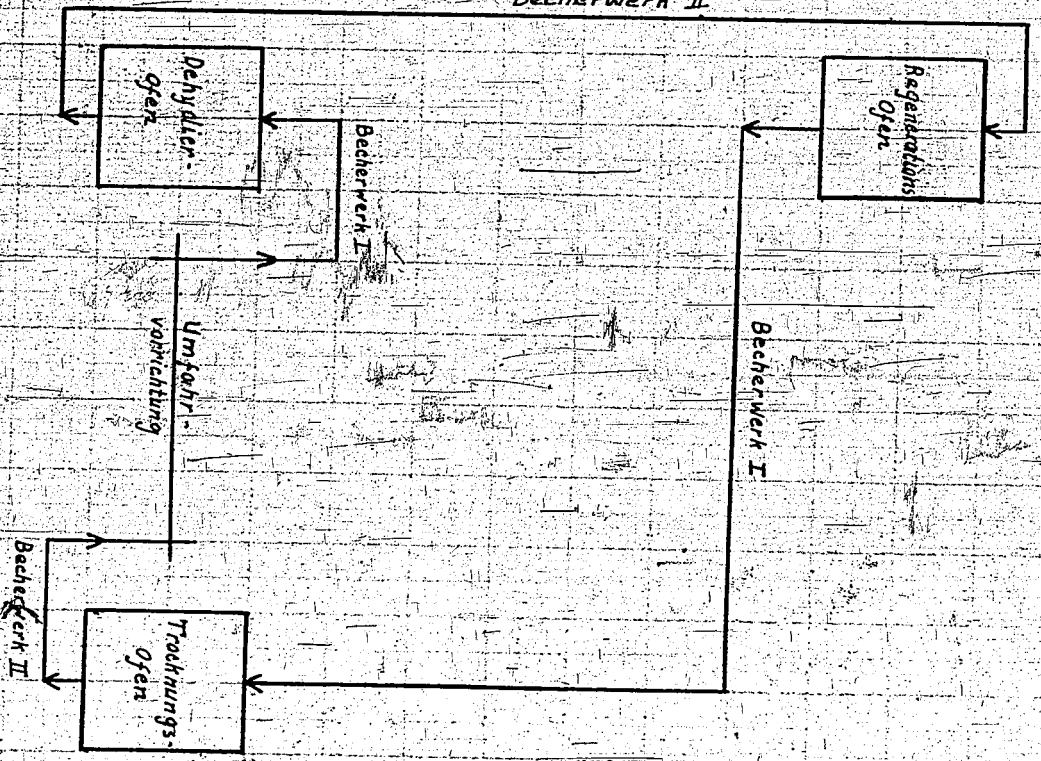
Heber

Schaubild 1

Kontaktwassergehalt



Becherverk II

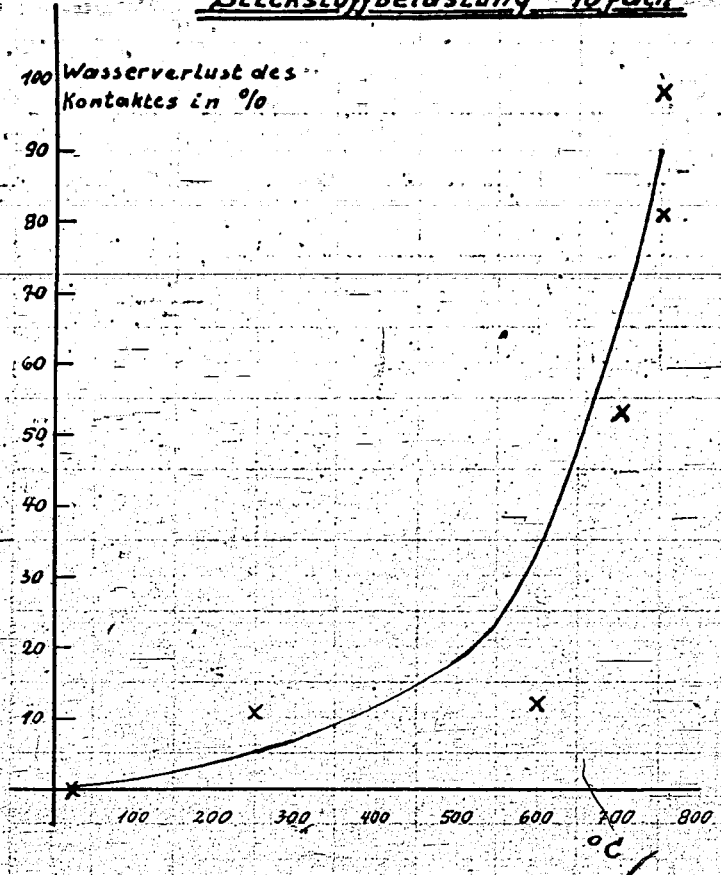


SKIZZE

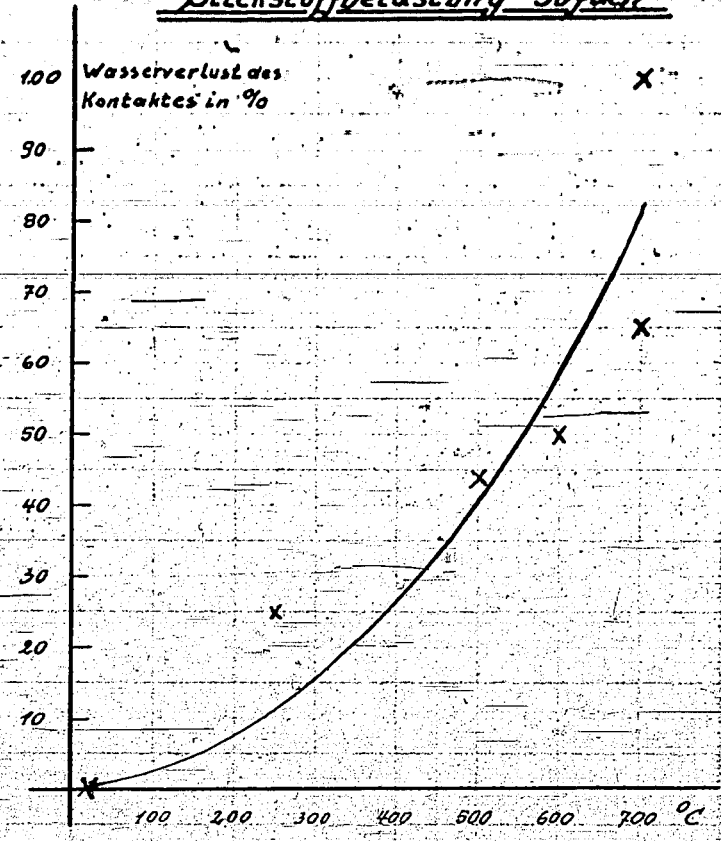
Uellendahl, 1944

Schaubild 2
Trocknungsversuche

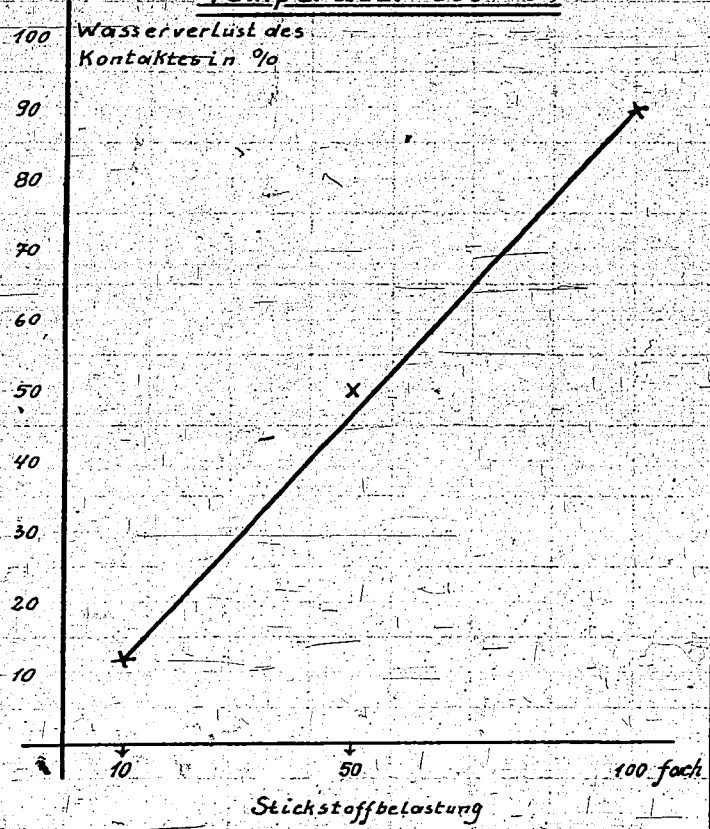
Stickstoffbelastung 10fach



Stickstoffbelastung 50fach



Temperatur 600 °C



Vacuum 3 mm Hg

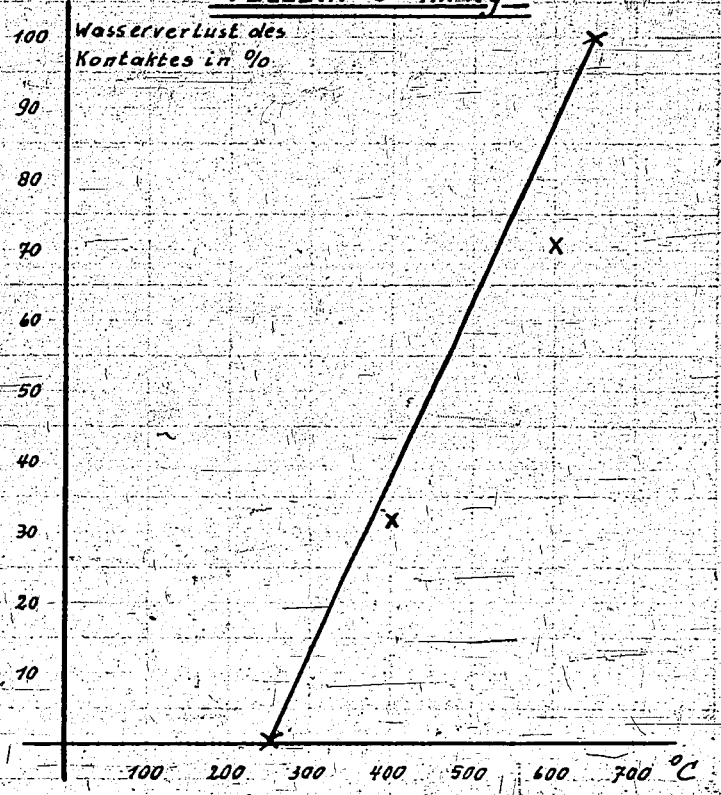
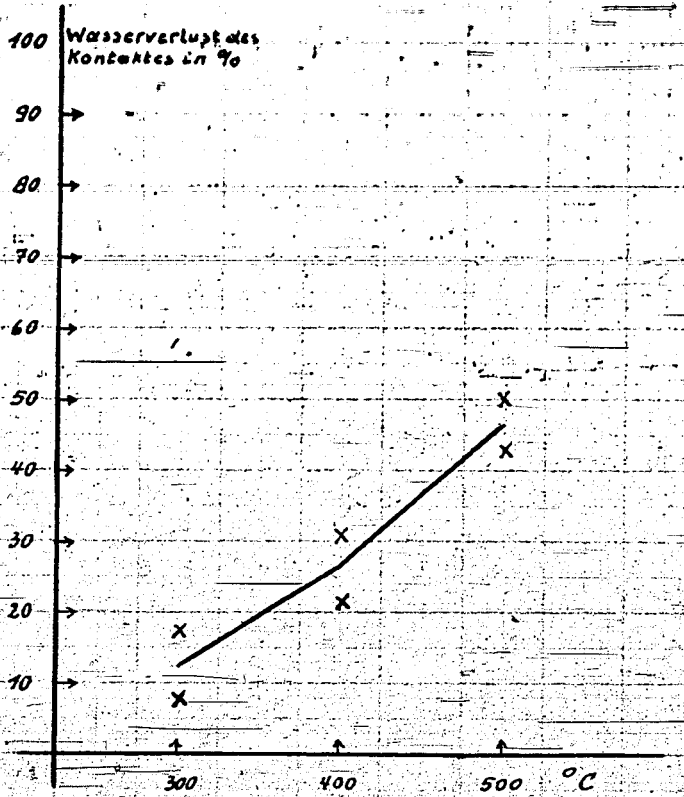
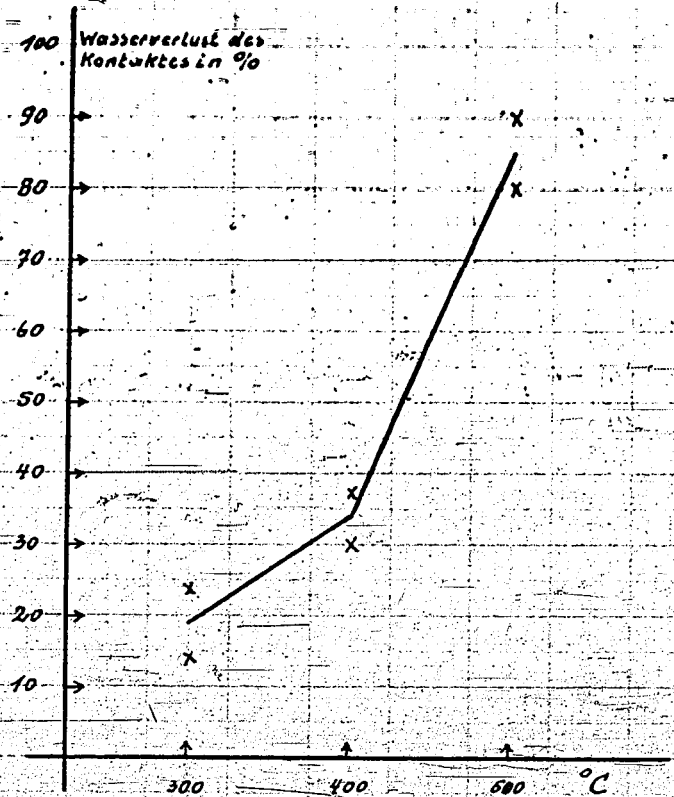


Schaubild 3
Trocknungsversuche

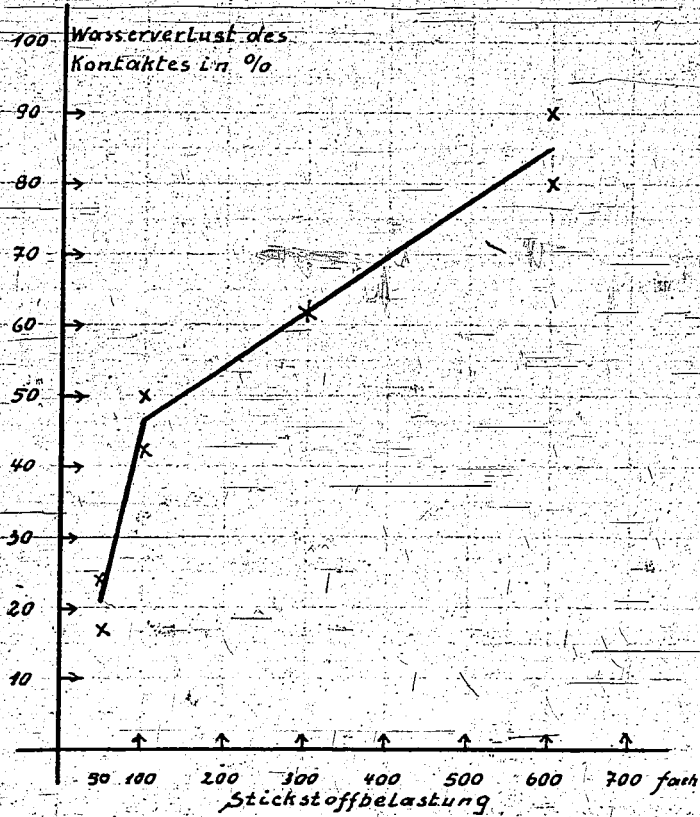
Stickstoffbelastung 100-fach



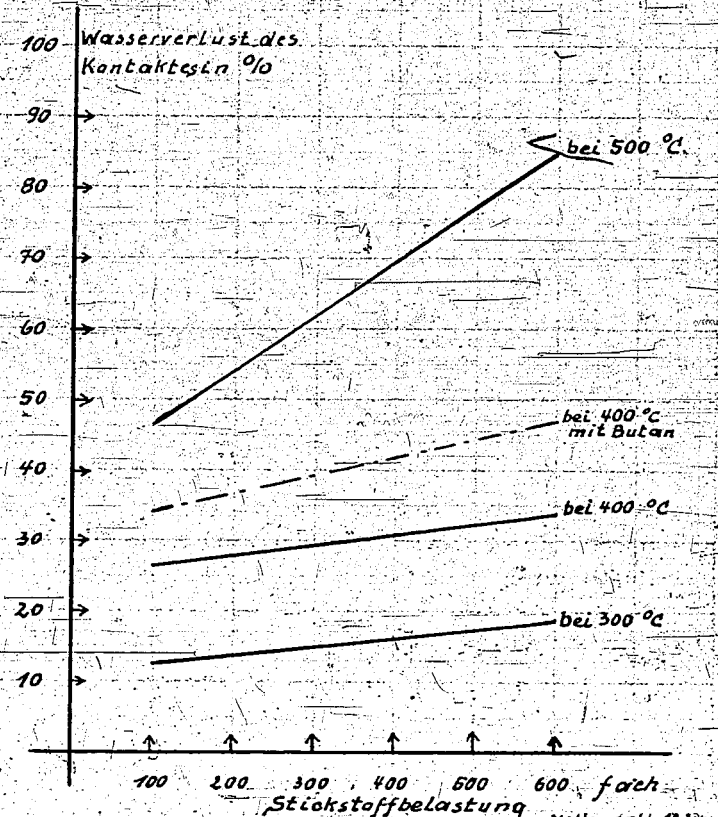
Stickstoffbelastung 600-fach



Temperatur 500 bis 525 °C



Verschiedene Temperaturen



Handwritten notes: 14.2.46/3

Schaubild 4
Tröcknungsversuche

Feuchtigkeitsgehalt im Tröcknungsstickstoff

2 Versuchsreihen X und O

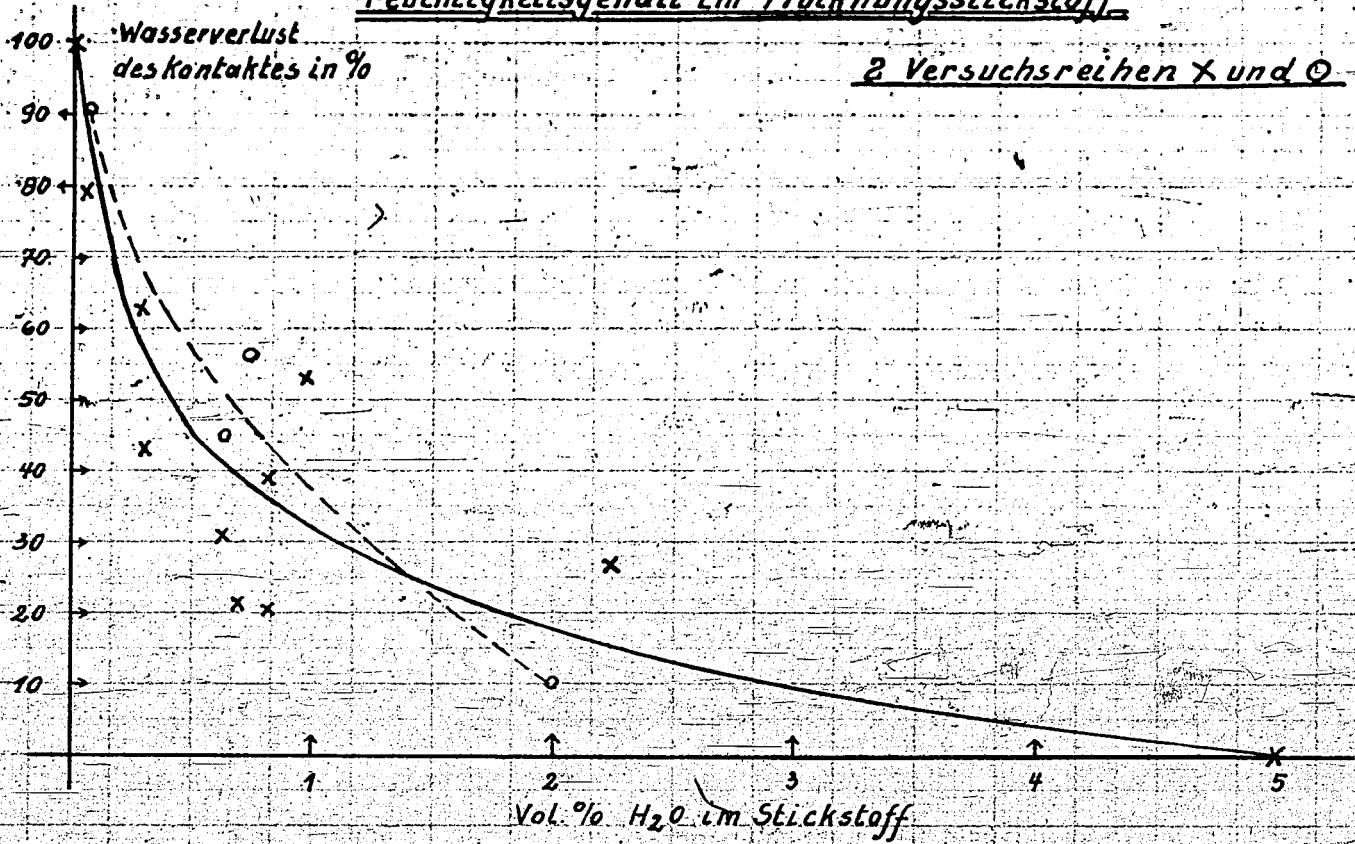


Schaubild 5

A.d. sorbiertes und chemisch gebundenes oder Hydratwasser

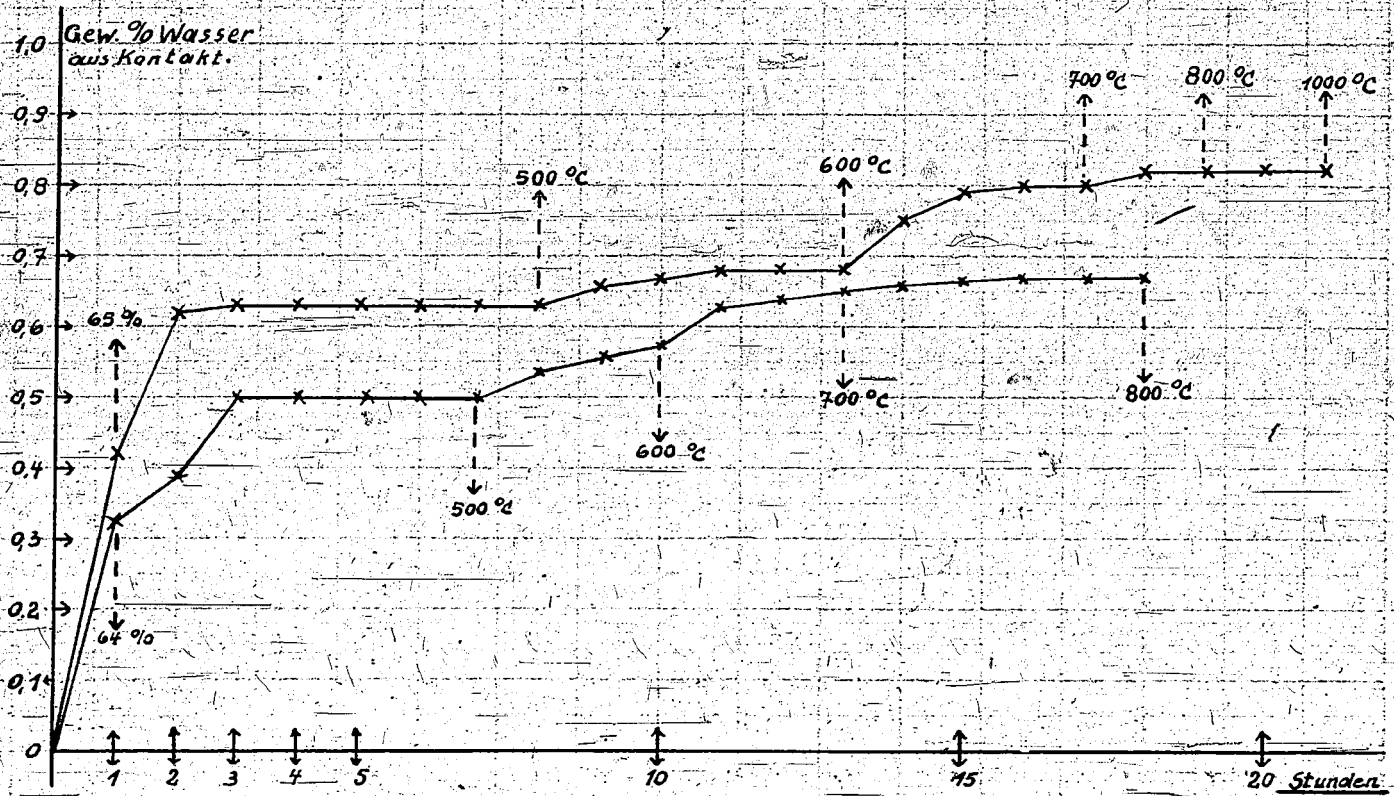
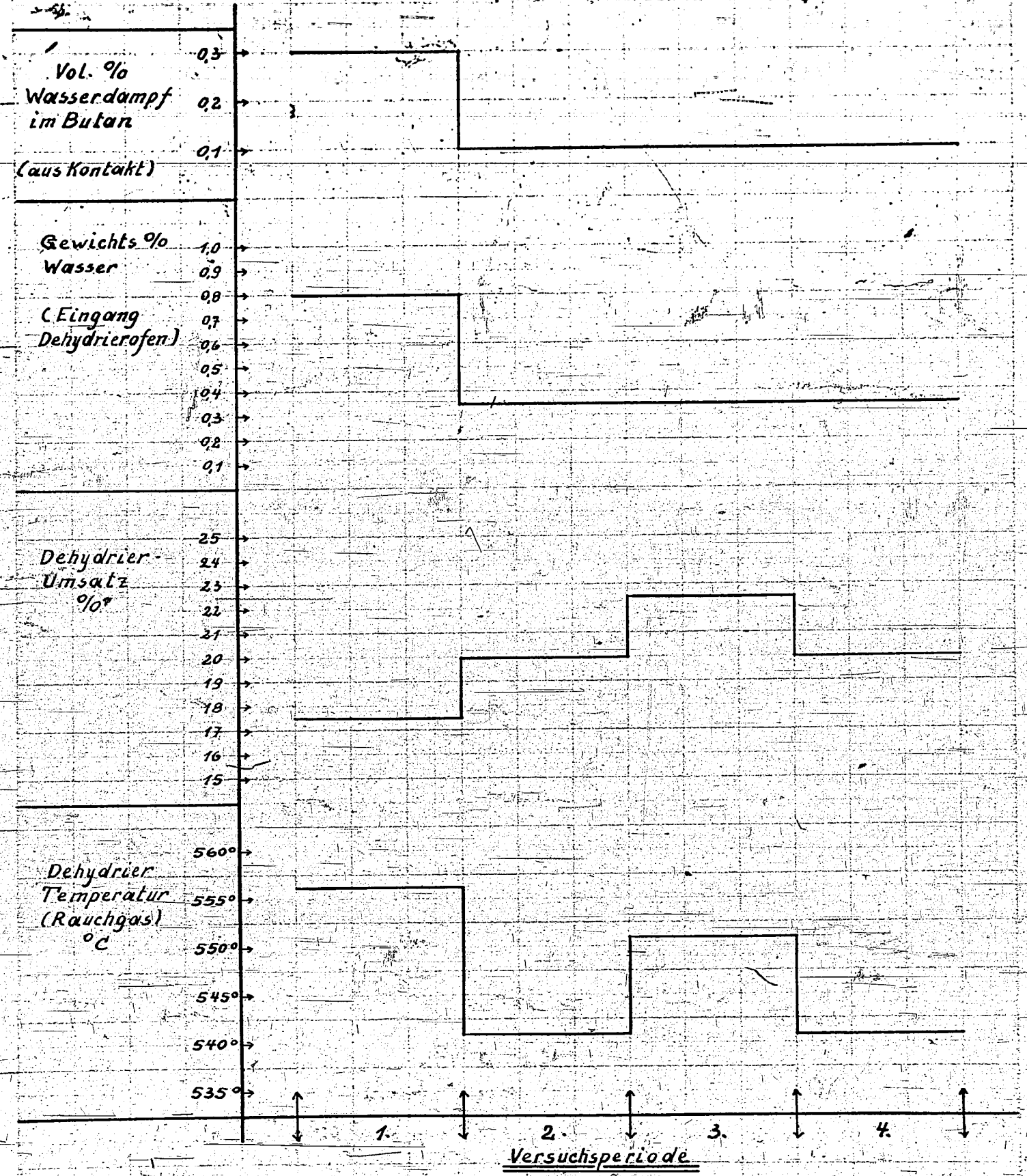
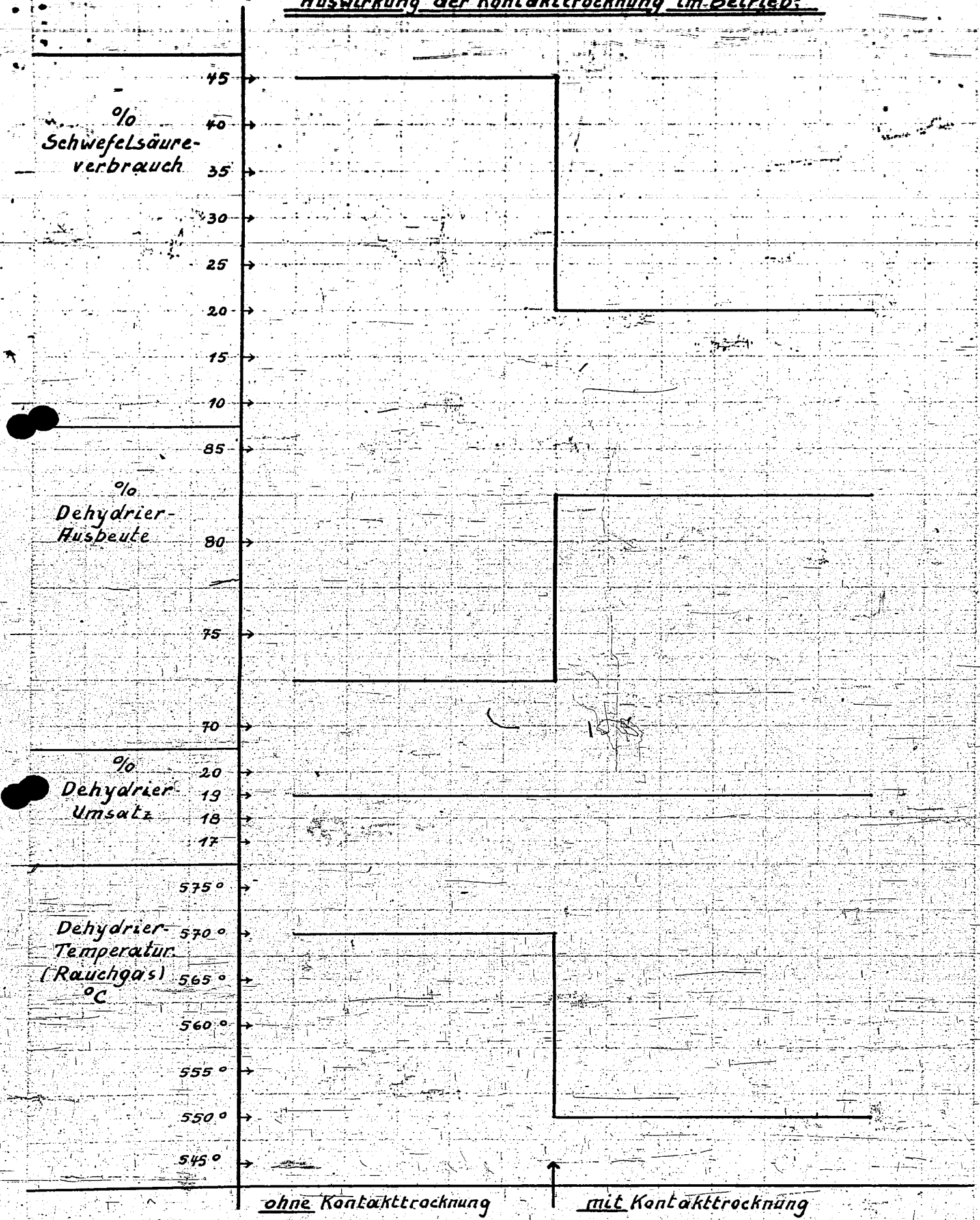


Schaubild 6
Ruswirkung der Kontakttrocknung im Betriebsversuch



OS 11. 11. 44/10

Schaubild 7
Auswirkung der Kontakt-trocknung im Betrieb



Aktennotiz

Verarbeitung von Propylen bzw. Propan in AT-Anlagen

Zum Schreiben des Gebechem vom 12.5.1944.

Im Folgenden sei Stellung genommen zu der Frage des Gebechem, in den AT-Anlagen anstelle von Butylen als Olefinkomponente Propylen einzusetzen.

Allgemein sei vorausgeschickt, daß über Alkylierung des Isobutans mit konzentriertem Propylen hier keine genügenden Erfahrungen vorliegen. Aus amerikanischen Mitteilungen und aus eigenen Versuchsergebnissen über Alkylierung mit propylenhaltigem (bis 15 %) Butylen und über Alkylierung von Isopentan mit Propylen glauben wir jedoch den Schluß ziehen zu können, daß die Schwefelsäure-Alkylierung bei Anwendung von Propylen zu sehr hohen Säureverbräuchen (50 % vom Alkylat und mehr) führt und daß die Alkylierung selbst bei höheren Temperaturen (25° und höher) durchgeführt werden muß, wofür unsere Betriebsapparaturen (10 atü zulässiger Druck) nicht vorgesehen sind. Hinsichtlich der angezogenen Mitteilung aus der amerikanischen Treibstoffindustrie über Herstellung von Dimethylpentan aus Isobutan und Propylen wäre es interessant zu wissen, ob in diesem Falle überhaupt Schwefelsäure angewandt wird als Katalysator.

Im Einzelnen - das Technische und Apparative wurde mit Herrn O.I.Keinke besprochen - haben wir Folgendes zu sagen:

1.) Dehydrierung von Propan

Da sicher nicht genügend C₃- und C₄-Olefin zur Verfügung stehen wird, müssen die entsprechenden Paraffin-Kohlenwasserstoffe dehydriert werden. Wenn alles n-Butan zu i-Butan isomerisiert wird, so handelt es sich also nur noch um eine Dehydrierung des Propan.

Auf Grund unserer Propan-Dehydrierversuche müssen wir folgende Daten zugrundelegen:

Fahrperiode 6 Stdn., Regenerationszeit ca. 4 Stdn. (bei gleichbleibendem O₂-Gehalt im Blasegas, etwa 1 1/2 %).

Belastung 800 Volumen, Umsatz 20 %, Ausbeute 88 %, Koksbildung 3 % vom umgesetzten Propan.

Festbettfahrweise im beheizten Röhrenofen.

Bei Zugrundelegung dieser Daten würde beispielsweise die Leunaer Anlage bei 6 im Betrieb befindlichen Öfen eine Jahresproduktion von 20 000 to Propylen ergeben. (Schlechte Kontaktfahrweise würde wahrscheinlich zu hohen Kontaktverbräuchen führen)

Technisch ergibt sich dabei Folgendes:

Da alle Butanbehälter und der Verdampfer nur für Betriebsdrücke bis zu 10 Atm. ausgelegt sind, muß das Propan gekühlt werden. Es darf an keiner Stelle über 25° kommen (Sicherheitsventile!).

Die Wärmeaustauscher und Ofen können unverändert übernommen werden. Das für die in den Öfen selbst stattfindende Wiederbelegung des Kontaktes notwendige Blasegas (etwa 20 000 cbm/Std.) müßte durch 3 neu zu erstellende einstufige Umlaufkolbenpumpen (für 5 atü) umgewälzt werden.

Bei Betrachtung des weiteren Weges ergeben sich bei der Kompression und bei der Ölwäsche beachtliche notwendige Umstellungen. Da die Kompression nur auf 9 atü ausgelegt ist, müßte also mit Kälte statt Wasser gekühlt werden. Das nicht kondensierte Dehydriergas geht zu einem sehr großen Teil (mindestens 35 %) in die Ölwäsche. Diese ist für derartige Mengen viel zu klein. Ein flüchtiger Überschlag ergab eine notwendige Ölmenge von etwa 50 cbm, was einen zusätzlichen Eisenbedarf von ca. 2 bis 300 to Eisen bedeutet.

Um allzu große Verluste an C₂ hier zu vermeiden, ist man gezwungen, einen größeren Prozentsatz an Inertgas (N bis C₂ im Si-gewaschenen Kondensat zu belassen und diese in einer nachfolgenden Stabilisationskolonne herauszuholen. Es sei darauf hingewiesen, daß die in Leuna vorhandene Kolonne hierfür ausreichen würde, daß aber in den übrigen AT-Anlagen an dieser Stelle überhaupt keine Stabilisation vorgesehen ist. Für den notwendigen reichlichen C₂-Rückfluß ist eine Kältekühlung erforderlich. Außerdem muß für die höheren Drücke eine neue Einspritzpumpe (für etwa 30 atü) beschafft werden. Im Interesse der nachfolgenden Alkylierung muß hier auf rein C₂-Stumpf gearbeitet werden, was einen gewissen weiteren Ausbeuteverlust mit sich bringen dürfte.

Um in den vorhindenen nachgeschalteten Alkylierapparaturen überhaupt eine Alkylierung des Propylens durchführen zu können, ist eine vorherige Abtrennung des Propans vom Propan erforderlich, weil anderenfalls die entstehenden Betriebsdrücke zu hoch würden und insbesondere der innere Kühlkreislauf mit Propan nicht durchführbar ist (Kompressoren, Drücke, Kondensatoren). Wenn entgegen der eingangs gemachten Annahme auch noch überschüssiges n-Butan mit dehydriert werden muß, so müßte die Dehydrierung dieses heftigen Paraffin-Kohlenwasserstoffes schon aus dem Grunde getrennt geschehen, weil eine Herausnahme des Propans mit Rücksicht auf seine Siedelage nur durch 2 große getrennte Kolonnen möglich wäre.

Im übrigen erscheint uns eine gemeinsame ^{Alkylierung} Dehydrierung mit einem selbst konzentrierten Propylen-Butylen-Gemisch undurchführbar mit Rücksicht auf die für die beiden Olefine verschiedenen optimalen Alkylierbedingungen.

2.) Alkylierung

Alle Apparaturen dieser Stufe sind für 10 atm. Höchstdruck ausgelegt. Dieser Druck würde ausreichen, wenn also, wie schon gesagt, für Abwesenheit von Inertgasen (Propan) gesorgt würde. Zu dem eingangs erwähnten, wahrscheinlich sehr hohen Sauerstoffverbrauch ist zu bemerken, daß dieser in der Hauptsache dadurch begründet ist, daß die Propylschwefelsäure im Gegensatz zur Butylschwefelsäure wesentlich schwerer in die Alkylierung eintritt und somit einen hohen Sauerstoffverbrauch und auch Propylverlust mit sich bringt. Die propylenspezifische Schwefelsäure unterscheidet sich in der Dichte nicht mehr wesentlich von der des Butylens, weshalb auch bei der Nachbehandlung dieser große Schwefelverluste zu erwarten sind.

Die nachgeschaltete Destillationskolonne, die auf Folgende hinweist, wird durch die mit dem Sauerstoff verunreinigte n-Butanol-Kolonne verunreinigt werden. Die n-Butanol-Kolonne ist für die n-Butanol-Produktion mit dem n-Butanol aus dem Propan angefüllt worden. Infolge der Verunreinigung durch die n-Butanol-Kolonne wird die Destillationskolonne durch die n-Butanol-Kolonne verunreinigt werden.

Die jetzige Propan-Kolonne wird durch die n-Butanol-Kolonne verunreinigt werden. Das n-Butanol (Propan) ist für die Dehydrierung ausgetauscht.

Zusammenfassend ist zu sagen, daß die Verunreinigung von Propan in den Vorläufer Propan-AT-Anlagen nur nach kurzfristigen und längere Zeit beanspruchenden Apparaturen und nach erheblichen Materialverlusten durch die n-Butanol-Kolonne zu vermeiden ist. Außerdem sind erhebliche und teilweise betragsmäßig hohe Kosten erforderlich. Es erscheint uns wahrscheinlich, daß der Schwefelverbrauch in Relation des E-träglischen gehalten werden kann. Über Gesamtanbeute des Prozesses (bezogen auf Propan) und über Qualität des Endproduktes können wir genauere Angaben nicht machen.

Dr. Herrn Dir. Dr. Giesen, Dir. Dr. Herold, G. I. Keinke,
AWP. 3x, Dr. Kaufmann, Dr. Nowotny

Der Beauftragte für den Vierjahresplan
Der Generalbevollmächtigte
für Sonderfragen der ehem. Erzeugung
Der Fachbeauftragte für Methanol und Isooktan
Dr. Giesen

3042-32 15. Juni 1944

30/4:02

Akten Dr. Merold

Ministerium für Wirtschaftswesen
Abteilung Stahl
Königsplatz 12
Berlin-Wilmersdorf

Geheim!
1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 60 R.St.G.O.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postbeförderung als Einschreiben!
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter gelichem Verschluss.

Betreff: Anlagen von Fischerwerken in 49-Anlage Leuna und Erweiterung von Fischer in 49-Anlage.

1. Bei der Ausführung des Alkylat-Programms ist in Leuna die Frage gestellt worden, was in bestehenden anfallende Fischerwerke mit Nr. 244 zu realisieren. Bei der Prüfung musste dabei von der Tatsache ausgegangen werden, dass auf den Fischeranlagen Vorrichtungen für Tropen-Säuren nicht vorhanden sind und daher das Gas als Treibgas an die Alkylatanlagen geliefert werden wird. Bei der Prüfung des Einsatzes des Fischer-Gases für Alkylat ist festgestellt worden, dass ca. 45 000 g pro Fischer-Anlage (ohne Nebenprodukte) vorhanden sind, mit einer Analyse von etwa

1. 2. 3. 4. 5. 6. 7. 8. 9. 10. 11. 12. 13. 14. 15. 16. 17. 18. 19. 20. 21. 22. 23. 24. 25. 26. 27. 28. 29. 30. 31. 32. 33. 34. 35. 36. 37. 38. 39. 40. 41. 42. 43. 44. 45. 46. 47. 48. 49. 50. 51. 52. 53. 54. 55. 56. 57. 58. 59. 60. 61. 62. 63. 64. 65. 66. 67. 68. 69. 70. 71. 72. 73. 74. 75. 76. 77. 78. 79. 80. 81. 82. 83. 84. 85. 86. 87. 88. 89. 90. 91. 92. 93. 94. 95. 96. 97. 98. 99. 100.

Die Vorrichtung in Fischerwerken wurde mit 35 % angenommen. Die Durchrechnung bei der Alkylatanlage Leuna hatte folgendes Resultat:

- 1) Hydrierung: ausreichend
- 2) Wärme: ausreichend
- 3) Tropenstromung aus Fischeranlagen: Eine Kolonne hierzu ist vorhanden. Es muss ein Kondensator von 150 cm neu beschafft werden.
Aufwand: 15 t Eisen
ca. 15 000,- Kosten.
- 4) Alkylierung: Es müssten alle 12 vorhandenen Alkyliergerätschaften in Betrieb sein.
- 5) 40-Vertrennung: Hierzu muss neu beschafft werden.
Verzweiger 200 cm
Aufwand: 30 t Eisen
ca. 30 000,- Kosten.
- 6) n-1-C-Prerücklauf: 22 erforderlich.
- 7) Prerücklauf-Prerücklauf: Hierzu müssen neu beschafft werden:
 - a) Verzweiger 40 cm
Aufwand: 6 t Eisen
ca. 6 000,- Kosten.
 - b) Kondensator 50 cm
Aufwand: 5 t Eisen
ca. 5 000,- Kosten.

8) Isomerisierung: Da der Butangehalt im Fischertriebgas im wesentlichen nur aus n-Butan besteht, müsste die Isomerisierung in Leuna erheblich erweitert werden. Die Scholvenner Isomerisierung mit 5 grossen Isomerisieröfen von je 1700 mm Ø soll dort nicht aufgestellt werden, diese Anlage wäre für Leuna bzw. für eine Verstärkung der Altanlagen Bühlen sofort greifbar. Der hierfür notwendige Neuaufwand wäre also verhältnismässig klein und nur durch Anpassung an die Leunener Verhältnisse bedingt. Der Neuaufwand wird auf etwa 15 - 20 t geschätzt (Kosten um 20 000,-). Das Bauvolumen für die Aufstellung der Isomerisierungsanlage beträgt ca. 100 t Eisen.

Kosten um 300 000,-.

Dieser Posten wird zurzeit daraufhin geprüft, ob noch eine Einsparung möglich ist.

Der Gesamtaufwand beträgt nach überschlägiger Schätzung demnach insgesamt ca.

Eisen ca. 250 t
Kosten um 360 000,-.

Die Berechnung ist deshalb für die Anlage Leuna durchgeführt, weil vorzussuchen ist, dass in Ostdeutschland immer zu wenig Butan vorhanden sein wird, die Leunener Anlage demnach mit Hydrierungsbutan nicht beschäftigt werden kann. Den Berechnungen ist zugrunde gelegt, dass an Hydrierungsbutan maximal zur Verfügung stehen:

22 000 t i-Butan und
25 000 t n-Butan.

Zusammen mit dem als Einsatz angenommenen Fischerbutan würden damit

ca. 55 500 t Alkylat in der Anlage Leuna

hergestellt werden können.

Ich beabsichtige möglichst schnell einen Versuch mit Fischertriebgas in Leuna zu machen. Entsprechend der Grösse der in Leuna jetzt zu erhaltenden Isomerisierungsanlage soll möglichst grosser Mengen

ca. 500 m³ Fischertriebgas

erfragt.

II. Auf Grund Ihres Schreibens vom 12.5.44 ist geklärt worden, welche Möglichkeiten bestehen, Butylen durch Erzeugen in Alkylat-Anlagen zu ersetzen. Allgemein ist hieran zu sagen, dass eine Alkylierung von Isobutan und Propylen wesentlich

Es ist schwieriger als eine solche mit Buten. Der Druck
verhört sich nach unseren Kleinversuchen mindestens
60 Atmosphären auf das fertige Produkt. Da die Alkylierung
schon bei 20° durchgeföhrt werden muss, statt jetzt bei
30° möglich ist, ist ein weiterer Alkylierungsdruck für den bei
20° aufzutretenden Druck nicht möglich. In diesem Falle ergibt
sich ein weiterer Schwierigkeit.

Die Herstellung des Propans muss zweckmässig als Festphase
vorgesehen in geeigneter Weise durchgeföhrt werden. Die
in dem vorhandenen Behälter sind etwa eine Jahres-
produktion von 20 000 t Propylen erhalten können, da 40 t
in Alkylierung sind.

Da die Alkylierung nur mit Butenvergasler für die Drucke die
zu 10 Atmosphären sind müsste der Druck für die Alkylierung
auf 10 Atmosphären gehalten werden.

Die die Alkylierung in der Behälter muss in der
in dem Behälter in der Behälter in der Behälter
Die Alkylierung muss zweckmässig durchgeföhrt werden.
Auf diese Weise ist Propylen nicht verschleudert werden.

Hinter die Maschine muss eine Stabilisationskolonne geschal-
tet werden, die in dem Behälter ist. Für die Alkylierung
anliegen erst erstellt werden müssen.

Bei der Alkylierung ist der innere Alkylierungsdruck mit Propen
nicht durchführbar, weil die entstehenden Betriebsdrücke
für die vorhandenen Apparate zu hoch sind.

Bei der Alkylierung der Alkylierung von gebildeten Alky-
len ist ein Alkylierungsdruck von geringen Druckschwierigkei-
ten zu erwarten.

Aus der Alkylierung ist zu erwarten, dass ein Einsatz
von Propylen in die Alkylierung nicht möglich ist. Wenn
das Propen für den Hochleistungsreaktor unter
genutzt werden soll, kann nicht vorausgesetzt werden, dass
eine Alkylierung von Propylen in Frage ist, es sei denn, dass
eine Alkylierung von Propylen mit Alkylierung
möglich ist. Hierfür liegen in Deutschland keine Erfahrungen
vor.

gez. Giesen

Herrn Dr. Dr. Harold
Dr. Kaufmann
OI Karlsruhe

Wort a. 39588

Geheim!

330000170

TF 2

PTLABORATORIUM

Verbrechungsgruppe Le 219

A.N. 43/42 g

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 geschütztem Verschluss.

über die Besprechung betreffend (Sonderdruck) vom 21.1.1942

Leuna Werke, am 21.1.1942
Dr. Nowak/Wa.

3042-33/30/402

Anwesend: Herr Herrmann, Herr Miya, Herr Komane

Herr Ringer, Berlin

Cl. Keilke
Dr. Kaufmann, Leuna
Dr. Nowak

Es war über die Besprechung, Herr Miya über die wesentlichen Punkte des Leuna-Isomerisierungsverfahrens zu unterrichten.

1. Trocknung des C_4H_{10} . Dieses geschieht durch Fraktionieren des Wasser mit Propan bzw. Isobutan. Der erreichte Trocknungsgrad ist dann 0,01 - 0,02 Gew.-% H_2O , wodurch das Vorschalten eines $AlCl_3$ -Turmes überflüssig wird. Der geringe verbleibende H_2O -Gehalt ist für die Reaktion eher von Vorteil.

2. Wärmestellung. Sowohl nach Rechnung als auch im praktischen Versuch (2500er Rohr) wurde diese nur für sehr gering befunden, so daß das Arbeiten in breiten Reaktoren gerechtfertigt erscheint. Außerdem wird diese Frage in den nächsten Tagen nochmals im 300er Rohr eingehend überprüft. Herr Miya würde statt 1000er Rohr dann 2000er, also weniger Reaktoren bevorzugen.

3. Katalysator. Im Leunaer Verfahren wird gewöhnliches, eisenhaltiges $AlCl_3$ (Handelsprodukt) verwendet. Der Verbrauch wird mit 1 Gew.-% bezogen auf C_4H_{10} angegeben.

4. Technische Versuche werden nur mit 0,5 - 0,6 Gew.-% (Verbrauch) bei Mol. 2 flüchtiges C_4H_{10} pro Volumen $AlCl_3$ werden bei Ausbeuten von 95 - 98 % Isobutan umgesetzt. Temperatur 100°. Herr Miya weist auf Erfahrungen an anderen Stellen hin, wo bei Anwendung von Trägerkontakten ein Ausbeute von 45 - 50 % erreicht werden. 1 kg Kontakt erzeugt 1 kg Isobutan. Der Kontaktträger (30 % des Kontaktes) soll dabei vollständig regeneriert werden.

Der sein. Dabei ist zu bedenken, daß sowohl die Heratellung solcher Trägerkon-
takte, als auch die Regeneratlon des Trägers erheblich teurer sein dürften, als
das in Leyna zur Abwendung kommt, kontaktfällliche AlCl₃. Außerdem würde der
Trägerkontakt der Vorhandenheit einer Kontaktfabrik voraussetzen. Diese Nachteile
überwiegen bei weitem den bei Verrennung von Trägerkontakten durch den höheren
Umsetz bedingten, nur wenig geringeren Energieverbrauch.

4. Versetzen von Hartungsstellen durch sublimierendes AlCl₃. Diese Frage wurde hier
eingehend bearbeitet. Die besten Ergebnisse wurden dadurch erzielt, daß man im
Ofen über der Kontaktfläche einen größeren freien Raum läßt. Das Sublimat re-
giert da aus und fällt als Schlamm zurück. Diese Methode wird in der halotechni-
schen Anlage mit bestem Erfolg angewendet. Das Nachschmelzen eines nur mit Füll-
körpern versehenen Ofens als Nachreaktionsraum stellte sich als überflüssig heraus.

5. Rückführung des Kopfproduktes aus der HCl-Kolonne. Nach der Leunser Fahrweise wird
das den Ofen verlassende Gasgemisch durch Kühlung (kaltes Wasser) kondensiert. Das
Kondensat geht dann über einen Abnehmer, Pumpe und Vorwärmer in die HCl-Kolonne,
die bei höherem Druck (22 Atü) als der Ofen arbeitet. Das über Kopf gehende HCl-
Kohlenwasserstoffgemisch wird dann durch den Kolonnendruck in die Ofeneingangslei-
tung zurückgeführt. Herr Dir. Ziya führt eine Arbeitsweise an, wonach zwischen
Ofen und HCl-Kolonne keine Pumpe vorgesehen ist. Dafür käme auch die Kondensation
in Wegfall. Es müßte dann aber das die Kolonne verlassende HCl-Kohlenwasserstoff-
gemisch über einen Kompressor in den Ofen zurückgeführt werden. Für die Leunser An-
ordnung spricht dabei der Umstand, daß eine Pumpe immer einen Kompressor voraussetzt
hat ist. Durch die vorgesehene Wärmerückgewinnung wird weiter die Anlage einfacher
in der Bedienung und außerdem ist dabei eine ständige gleichzeitige Zusammen-
führung des Kolonnenabspritzproduktes gewährleistet.

Nach eingehender Aussprache schloß sich Herr Dir. Ziya unserer Ansicht an, daß die
Leunser Arbeitsweise in jeder Beziehung richtig und zweckmäßig ist.

♠ Herrn Dir. Dr. Strombeck

" Dr. Gissen

" OI. Heinke

" Dr. Ringen, Berlin

AWP

Vorbereitet von

Herrn Dr. Dr. Herold

Zu Nr. 807

Anlage 1

Maximaler AlCl₃-Bedarf der Normalbutan-Isomerisierungsanlagen.

330000172

(in to)

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

Minimaler AlCl₃-Bedarf der Normalbutan-Isomerisierungsanlagen.

(in to)

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

968

330000173

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung
LEUNA WERKE (Kreis Merseburg)
Stickstoff-Abteilung

Herrn Dr. Herold
" Dr. Pohl

Stickstoffbüro (667)

28.3.42

Bln.L

Herrn Dr. Ringer.

Kontaktverbrauch bei Isomerisierung 1 % bezogen auf Isobutan. Weitere Nachricht
über evtl. niedrigeren Verbrauch in 6 Wochen/Rd. Pohl.

Stickstoffbüro Merseburg

| |
|------|
| An |
| Co |
| Hy. |
| Ku |
| KW. |
| En |
| V |
| Pat. |
| Ing |
| |
| |

Man

954

Versuche zur Entfernung von
Butadien aus den Reaktions-
gasen der Butandehydrierung
durch selektive Hydrierung.

Organische Abteilung
Betriebslabor der
AT - Anlage

Leuna Werke, den 2. Januar 1945

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 23 StGB.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postbeförderung als „Einschreiben“.
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter geheimer Verschlüsselung.

M 492/53/45g

Dr. Strätz

Versuche zur Entfernung von Butadien aus den Reaktionsgasen der Butandehydrierung durch selektive Hydrierung.

Dr. Str.

Inhaltsverzeichnis

| | Seite |
|--|-------|
| <u>Einleitung:</u> | 1 |
|
 | |
| <u>I. Kleinversuche</u> | 1 |
| 1. <u>Drucklose Hydrierung</u> | 1 |
| a. <u>Apparatur</u> | 1 |
| b. <u>Versuchsbedingungen und Ergebnisse</u> | 1 |
| c. <u>Kontaktuntersuchungen</u> | 3 |
| d. <u>Ergebnis</u> | 4 |
| 2. <u>Hydrierung unter Druck</u> | 4 |
| a. <u>Versuchsbedingungen und Ergebnisse</u> | 4 |
| 3. <u>Zusammenfassung</u> | 5 |
|
 | |
| <u>II. Großversuche</u> | 5 |
| 1. <u>Versuchsrichtung</u> | 5 |
| 2. <u>Apparatur für drucklose Hydrierung</u> | 6 |
| 3. <u>Versuche und Ergebnisse</u> | 6 |
| a. <u>Versuche 1-4 bei Temp. unter 200°C</u> | 6 |
| b. <u>Versuche 5-7 bei Temp. über 200°C</u> | 7 |
|
 | |
| <u>III. Zusammenfassung</u> | 9 |

Einleitung

Bei der Dehydrierung von $n\text{-C}_4\text{H}_{10}$ bildet sich in geringen Mengen C_4H_6 , das bei der Alkylierung der gebildeten Butylene mit $i\text{-C}_4\text{H}_{10}$ zu störenden Nebenreaktionen führt und den Schwefelsäureverbrauch stark erhöht. Da bei der technischen Aethanspaltung, das als Nebenprodukt anfallende C_2H_2 durch selektive Hydrierung entfernt wird, lag der Gedanke nahe, auch bei den Nebenreaktionen der techn. Dehydrierung die gebildeten Diolefine, besonders das C_4H_6 durch selektive Hydrierung zu entfernen. In Anlehnung an die auf diesem Gebiet vorliegenden Erfahrungen wurden seit April 1943 in der Organischen Abteilung im Betriebslabor der AT-Anlage Versuche in dieser Richtung durchgeführt. Die Versuche zur selektiven Hydrierung wurden sowohl bei gewöhnlichem Druck als auch bei erhöhtem Druck von 10 atü vorgenommen.

I. Kleinversuche:1. Drucklose Hydrierung

Diese Versuche wurden teilweise am Produktionsofen selbst, teilweise im Betriebslabor der AT-Anlage durchgeführt. Als Versuchsofen diente ein elektrisch gespeizter kleiner Versuchsofen. Das vom Produktionsofen anfallende Dehydrierergas wurde an Ort und Stelle direkt dem Versuchsofen zugeleitet bzw. in Bomben abgefüllt, und dann im Labor im Kontaktofen hydriert. Die zur Untersuchung kommenden Kontakte wurden im Quarzrohr eingefüllt und im elektr. Ofen auf die gewünschte Temp. gebracht. Bei den Versuchen wurde mit 250 - 300 ccn Kontakt gearbeitet. Die Kontakttemp. wurden mit einem 3fachen Element gemessen. Die ersten Versuche wurden mit dem Cr-Ni-Kontakt 4788 gemacht, der großtechn. zur Entfernung von Acetylen in Gegenwart von C_2H_4 Verwendung findet.

Das in der Produktionsanlage anfallende Dehydrierergas mit etwa 15 - 20 % C_4H_6 und 0,5 - 1,5 % C_4H_8 und 15 - 20 % H_2 wurde ohne weiteren Zusatz von H_2 im Kleinversuch hydriert. Die Versuche wurden in einem Temperaturbereich von 150 - 300° bei Kontaktbelastungen von 1000 - 5000 l Gas/l Kontakt/h gefahren.

a. Apparatur: (Siehe Skizze)b. Versuchsbedingungen und Ergebnisse

In den folgenden Tabellen sind die Versuchsergebnisse zusammengestellt, die mit dem Kontakt 4788 erzielt wurden. Um Vergiftung des Cr-Ni-Kontaktes mit S vorzubeugen, wurde das Dehydrierergas mit 10 %iger NaOH gewaschen.

(Siehe Tabelle 1)

Tabelle 1

| Belastung
l/l/h | Druck
atü | Ofentemp. | | | Analysen | | | |
|--------------------|--------------|-----------|-------|-------|------------------|------------------|-------------------|-------------------|
| | | oben | mitte | unten | Olefine
Eing. | Olefine
Ausg. | Diolfine
Eing. | Diolfine
Ausg. |
| 2000 | 0,0 | 130 | 230 | 250 | 9,8 | 9,4 | 0,7 | 0,2 |
| 3000 | 0,0 | 115 | 205 | 260 | 12,3 | 12,0 | 0,5 | 0,2 |
| 3600 | 0,0 | 110 | 200 | 255 | 14,4 | 14,2 | 0,7 | 0,4 |
| 4700 | 0,0 | 100 | 195 | 245 | 16,8 | 17,1 | 0,8 | 0,1 |
| 3000 | 0,0 | 130 | 245 | 300 | 17,2 | 17,5 | 1,1 | 0,1 |

Wie aus den Versuchsergebnissen zu entnehmen ist, gelang es den C_4H_6 -Gehalt der Dehydrierergase von 0,7 - 1,0 % auf 0,1 - 0,4 % zu reduzieren. Die Olefinanalysen deuten darauf hin, daß das C_4H_6 selektiv zu C_4H_8 hydriert worden ist. Die Olefine wurden nicht oder nur in Spuren zu Paraffin weiterhydriert. Tabelle 2 gibt die Ergebnisse einer weiteren Versuchsreihe wieder, bei der das Dehydrierergas ohne NaOH-Wäsche hydriert wurde.

Tabelle 2

| Belastung
l Gas/l
Kontakt/h | Druck
atü | Temperatur | | | Analysen | | | |
|-----------------------------------|--------------|------------|-------|------|------------------|------------------|-------------------|-------------------|
| | | unten | mitte | oben | Olefine
Eing. | Olefine
Ausg. | Diolfine
Eing. | Diolfine
Ausg. |
| 2000 | 0,0 | 175 | 300 | 350 | 12,6 | 12,2 | 0,4 | 0,1 |
| 3000 | 0,0 | 120 | 250 | 305 | 13,4 | 13,5 | 0,9 | 0,5 |
| 4600 | 0,0 | 130 | 275 | 350 | 14,4 | 15,0 | 0,4 | 0,1 |
| 4500 | 0,0 | 160 | 280 | 350 | 11,2 | 11,0 | 0,3 | 0,0 |

Die Untersuchung des C_4H_6 erfolgte mittels der Bromid-bromat-methode. Zur Kontrolle wurde der Schwefelsäuretest mit herangezogen (in 87 %iger H_2SO_4 gibt C_4H_6 eine Braunfärbung). Um sicher zu gehen, daß das C_4H_6 auch wirklich entfernt ist, wurden die Reaktionsgase in einer besonderen Alkylierungsapparatur über mehrere Tage alkyliert und der H_2SO_4 -Verbrauch festgestellt. Während der Säureverbrauch des unhydrierten Gases 25 - 30 %, bezogen auf die gebildete Alkylation betrug, sank der Säureverbrauch der hydrierten Gase auf 15 - 20 %. Damit war bewiesen, daß das C_4H_6 auch in größter Verdünnung selektiv aufhydriert werden kann.

In der Tabelle 3 sind die wichtigsten Ergebnisse der Hydrierungsversuche mit 4768 bei gewöhnlichem Druck und der Einfluß auf den Säureverbrauch der Alkylierung zusammengestellt.

Versuche mit Kontakt 4788

Tabelle 3

Versuchsergebnisse

| Bem-
ben
Nr. | Dat.
1943 | Art d.
Versuch. | Kon-
takt | Temp. | Belastung | Druck
atü | Lauge-
wäsche | techn.
Säure-
ver-
brauch
vor Hy-
drierung | Verbr.
%
H ₂ SO ₄
nach Hy-
drierung |
|--------------------|---------------|--------------------|--------------|-------|-----------|--------------|------------------|---|---|
| 1209 | 20.4. | Klein-
versuche | 4788 | 250° | 2000 | 0,0 | ohne | 30,0 | 27,8 |
| 1209 | 29.5.
7.6. | " | 4788 | 250° | 2000 | 0,0 | mit | 31,0 | 17,4 |
| 47636 | 10.6. | " | 4788 | 300° | 3000 | 0,0 | mit | 31,0 | 16,2 |
| 6423 | 19.6. | " | 4788 | 300° | 3000 | 0,0 | mit | 31,0 | 14,5 |
| 48088 | 22.6. | " | 4788 | 300° | 3000 | 0,0 | ohne | 31,0 | 16,0 |
| 6426 | 26.6. | " | 4788 | 300° | 3000 | 0,0 | ohne | 31,0 | 12,5 |
| 48095 | 9.7. | " | 4788 | 350° | 4000 | 0,0 | ohne | 37,0 | 22,2 |

Von weiteren Kontakten wurde besonders der gebräuchliche Hydrierungskontakt 3076 WS₂ • 2 NIS zu den Untersuchungen herangezogen, der den Vorteil besitzt, gegen S-Verbindungen unempfindlich zu sein.

Die Versuchsergebnisse sind in der folgenden Tabelle 4 wieder gegeben.

Der in Tabelle 4 verwendete Kontakt 3076 war teilweise bereits mehrere Monate in einer Produktionsanlage zur Hydrierung von Kogasin in Betrieb. Trotz der Vorgeschichte konnte mit diesem Kontakt das C₄M₆ gut hydriert werden. Der Säureverbrauch in der Alkylierung fiel erheblich.

Tabelle 4

| Kontakt | Belastung
l/l/h | Temp. | Druck | % Olefine | | % Diolefine | | Säureverbrauch | |
|----------------------------------|--------------------|-------|-------|------------|------------|-------------|------------|----------------|------------|
| | | | | Ein-
g. | Aus-
g. | Ein-
g. | Aus-
g. | Ein-
g. | Aus-
g. |
| 3076 | 2000 | 150° | 0,0 | 17,6 | 17,6 | 1,0 | 0,8 | 37,0 | 15,2 |
| | 4000 | 200° | 0,0 | 17,8 | 17,8 | 1,2 | 0,7 | 37,6 | 21,0 |
| | 4000 | 250° | 0,0 | 16,5 | 16,0 | 1,0 | 0,0 | 37,6 | 21,0 |
| | 4000 | 300° | 0,0 | 17,6 | 17,3 | 0,7 | 0,2 | 37,6 | |
| | 6000 | 300° | 0,0 | 20,2 | 20,0 | 1,1 | 0,7 | 43,5 | 16,2 |
| 3076
frisch
redu-
ziert | 4000 | 200° | 0,0 | 14,0 | 14,0 | 0,4 | 0,0 | 51,8 | 12,7 |
| | 4000 | 200° | 0,0 | 14,6 | 14,2 | 0,7 | 0,0 | 53,0 | 17,0 |
| | 4000 | 200° | 0,0 | 14,2 | 13,8 | 0,6 | 0,1 | 50,0 | 20,6 |
| | 4000 | 300° | 0,0 | 14,6 | 14,2 | 0,6 | 0,5 | 50,0 | 12,2 |

c. Kontaktuntersuchungen

Neben dem Cr-Ni-Kontakt 4788, und dem NiS-WS₂-Kontakt 3076 wurden folgende Kontakte auf ihre Verwendbarkeit untersucht.

| | |
|----------|---|
| Nr. 7846 | WS ₂ · 2 NiS auf Al ₂ O ₃ Träger |
| Nr. 7058 | MoS ₂ · 2 NiS bei dem das W durch Mo ersetzt ist |
| Nr. 7060 | 4 MoO ₃ · 1 CrO ₃ · 16 % |
| Nr. 7661 | 4 WC ₃ · 1 CrO ₃ · 16 % |

Diese Kontakte verhielten sich ~~ähnlich~~ wie der 3076. Wesentliche Unterschiede konnten im Kleinversuch nicht festgestellt werden.

Bei den bisherigen Versuchen wurde dem Dehydriergas zusätzlich kein H₂ zugesetzt. Durchschnittlich enthielten die Gase 15 - 20 % H₂. Eine Versuchsreihe mit Steigerung des H₂-Gehaltes auf 50 % im Eingangsgas ergab günstige Ergebnisse.

Bei 3000 - 4000facher Gasbelastung wurde bei 300° das C₄H₆ von 0,7 - 1,0 auf 0,1 - 0,3 Vol.% gesenkt. Der Säureverbrauch derartiger nachhydrierter Gase betrug 14 %.

d. Ergebnis

Die geschilderten Kleinversuche zeigen deutlich, daß es möglich ist C₄H₆ in großer Verdünnung in den Gasen der technischen Dehydrierung in Gegenwart von Olefinen weitgehend bei gewöhnlichem Druck und Temperaturen von 200 - 300° zu C₄H₈ zu hydrieren.

2. Hydrierung unter Druck

Auf Grund der günstigen Ergebnisse bei der Hydrierung des C₄H₆ in technischen Dehydriergasen bei gewöhnlichem Druck wurde nunmehr auch versucht die Hydrierung dieser Gase auch bei erhöhtem Druck vorzunehmen. Die Versuche wurden allerdings nur bei 8 atü ausgeführt, in Anlehnung auf die bei der techn. Aufarbeitung der Dehydriergase im Alkylatverfahren auftretenden Betriebsdrücke.

a. Versuchsbedingungen und Ergebnisse

Zur Untersuchung kamen die Kontakte 3076, 7846 und 7058.

Es ergab sich, daß auch bei 8 atü Druck das C₄H₆ selektiv in Gegenwart von C₄H₈ hydriert werden kann, ohne daß das C₄H₈ wesentlich angegriffen wird.

In Tabelle 5 sind die Ergebnisse zusammengestellt.

Tabelle 5

| Kontakt | Belastung
1/1/h | Druck
atü | Temp. | Analysen | | | | Säurever-
brauch | |
|-----------------------------|--------------------|--------------|-------|------------------|-------|--------------------|-------|---------------------|-------|
| | | | | Olefino
Eing. | Ausg. | Diolefino
Eing. | Ausg. | Eing. | Ausg. |
| 3076 | 5000 | 8,0 | 200° | 15,0 | 14,8 | 0,5 | 0,0 | 57,6 | 14,0 |
| ausge-
baut. aus | 4000 | 8,0 | 250° | 14,2 | 14,0 | 0,8 | 0,4 | 57,6 | 13,2 |
| Kogasin-
ofen | 6000 | 8,0 | 250° | 15,6 | 15,4 | 0,7 | 0,4 | 57,6 | 15,0 |
| | 6000 | 8,0 | 300° | 15,2 | 14,8 | 0,6 | 0,3 | 45,5 | 15,5 |
| | 8000 | 8,0 | 300° | 13,8 | 13,8 | 0,6 | 0,5 | 45,5 | 13,3 |
| 3076
frisch
reduziert | 4000 | 8,0 | 300° | 15,2 | 15,0 | 0,7 | 0,5 | 52,5 | 20,0 |
| 7046 | 2000 | 8,0 | 300° | 14,4 | 13,4 | 0,5 | 0,25 | 45,0 | 18,6 |
| 7058 | 2000 | 8,0 | 300° | 13,5 | 13,2 | 0,75 | 0,50 | 55,0 | 17,3 |

3. Zusammenfassung:

Die Kleinversuche haben ergeben, daß es möglich ist, das C_4H_6 in größter Verdünnung in den Dehydriergasen bei gewöhnlichem Druck und bei leicht erhöhtem Druck selektiv zu C_4H_8 zu hydrieren. Die Olefine werden bei den gewählten Bedingungen praktisch nicht hydriert.

II. Großversuche:

Da die Entfernung des C_4H_6 aus den Dehydriergasen der $n-C_{10}H_{20}$ -Dehydrierung in den Kleinversuchen durch selektive Hydrierung nach dem analyt. Befund sowohl drucklos, als auch bei erhöhtem Druck zu guten Ergebnissen führte, wurde nunmehr versucht im techn. Maßstab die Ergebnisse der Kleinversuche zu reproduzieren. Die in der techn. Anlage bei der Dehydrierung von $n-C_{10}H_{20}$ anfallenden Reaktionsgasen wurden bei gewöhnlichem Druck der selektiven Hydrierung unterworfen.

1. Versuchssichtung

Auf Grund der Ergebnisse der Kleinversuche wurde versucht im techn. Maßstab in der Produktionsanlage die Aufhydrierung des C_4H_6 mit den Kontakten 3076 und 4758 durchzuführen. Die Versuche wurden zuerst bei gewöhnlichem Druck, bei Temperaturen von 100-200°, bei Gasbelastungen von 1000 - 4000 1/1/h gefahren. Es gelang jedoch im Großversuch nicht bei Temp. unter 200° bei diesen Gasbelastungen einen nennenswerten Effekt zu erreichen; erst bei Temp. von 250-300° gelang es das C_4H_6 bei sehr niedrigen Gasbelastungen zu hydrieren. Da die Hy-

drierung bei niedrigen Drucken im Kleinversuch erfolgreich verlief, wurde die Hydrierung bei 8 - 10 atü im Programm aufgenommen. Infolge der dauernden Störung der Anlage durch Feindeinwirkung kamen die Druckversuche im halbttechn. Maßstab jedoch nicht zur Ausführung.

2. Apparatur für drucklose Hydrierung

Das von den Dehydrieröfen kommende entstaubte Gas wurde mittels eines Gebläses durch einen dampfbeheizten Vorheizer geschickt und dann von oben nach unten durch den eigentlichen Hydrierofen geleitet.

Es wurden 2 Öfen aufgestellt.

| Dimensionen der Öfen: | Ofen 1 | Ofen 2 |
|-----------------------|---------|---------|
| Durchmesser: | 700 mm | 800 mm |
| Höhe des Ofens: | 2200 mm | 2250 mm |
| Kontaktschicht: | 1360 mm | 1200 mm |
| Kontaktmenge: | 500 l | 500 l |

Der Kontakt wurde durch Zwischenstebe im Ofen 2 auf 1 unterteilt. Der Ofen selbst wurde nicht mehr beheizt, sondern wurde nur gegen Abstrahlung gut isoliert.

Siehe Skizze 2:

3. Versuche und Ergebnisse

Die im nachfolgenden geschilderten Versuche wurden alle bei gewöhnlichem Druck durchgeführt. Über Druckversuche soll später noch berichtet werden.

Die Versuche 1 - 4 wurden bei Temperaturen unter 200°C ausgeführt.

" " 5 - 7 " " " " über 200°C " "

a. Versuche 1 - 4 bei Temp. unter 200°C

Versuch 1:

Als erster Probeversuch wurden die Öfen mit je 500 l Kontakt 475A gefüllt. Der C_4H_6 -Gehalt der Dehydriergase wurde mittels der Bromid-Bromstoffsäuremethode mit 0,5 - 0,9 % gefunden. Der Säureverbrauch der Anlage betrug 30 - 35 %. Das Reaktionsgas wurde im Vorheizer auf 175 - 180°C ~~er~~beheizt. Die Öfen wurden mit 1000 l/h Gas beschickt. Im Dehydrierofen wurden maximal 180°C erreicht. Im Hydrierofen traten 2-3 Temp.-Erhöhungen auf. Der Versuch verlief negativ. Das C_4H_6 blieb bei 180°C unhydriert; der Säureverbrauch betrug unverändert 30 - 35 %.

Versuch 2:

Statt des Kontaktes 4788 wurde beim 2ten Versuch der Kontakt 3076, der aus einem Kogalinproduktionsofen stammte, eingebaut. Der Versuch verlief wie Versuch 1. Das C_4H_6 blieb bei 180° und Gasbelastungen von 2000 - 4000 l Gas/l Kontakt/h unhydriert. Die Temp.-Erhöhung im Ofen betrug $3 - 4^\circ$. Der Säureverbrauch betrug unverändert mit und ohne Hydrierung 30 %.

Versuch 3:

Eine Wiederholung der Versuche 1 und 2 mit Kontakt 4788 und 3076 bei Belastungen von 2500 - 4000 l Gas/l Kontakt/h erbrachte dieselben negativen Ergebnisse.

Versuch 4:

Der Kontakt 3076 wurde nochmals frisch reduziert und in Hydrierofen eingebaut. Bei Temperaturen von $160 - 180^\circ$ wurde die Kontaktbelastung von 460 - 2670 l Gas/l Kontakt/h gesteigert. Bei niedriger Belastung von 460 stieg die Temp. im Ofen von $160 - 175^\circ$, bei 1330 l Gas/h von $170 - 180^\circ$. Nach den Analysen sank der C_4H_6 -Gehalt von 0,8 - 1,0 % im Eingang auf 0,25 - 0,5 % im Ausgang. Am H_2SO_4 -Verbrauch in der Alkylierungsanlage war jedoch keine Verbesserung festzustellen. Es ist jedoch zu berücksichtigen, daß nur ein Bruchteil, etwa 5 - 10 % des gesamten Dehydrierungsgases durch den Hydrierofen geschickt werden konnte. Theoretisch hätte dadurch der Säureverbrauch von 30 % auf 45 - 48 % sinken müssen. Nach dem Analysenbefund ist bei den niedrigen Belastungen das C_4H_6 hydriert worden.

b. Versuche 5 - 7 bei Temp. über $200^\circ C$

Da bei den bisherigen Versuchen, bei dem mit Hochdruckdampf beheizten Vorheizner, die maximal erreichte Temperatur nur $180 - 190^\circ$ betrug und der bei dieser Temp. erzielte Hydriereefferkt nicht auszeichnend war, wurde nun versucht die Hydrierung des C_4H_6 bei höherer Temperatur zu erzwingen. Um höhere Temp. zu erreichen, wurde der druffbeheizte Vorheizner durch einen gasbeheizten Vorheizner ersetzt.

Siehe Skizze 3:Versuch 5:

zum Einsatz kamen in Ofen 1 500 l Kontakt 4788 (schon gebraucht
21 Tage alt)
und in Ofen 2 350 l Kontakt 3076 (neu)

Der Säureverbrauch der Großanlage lag in der Versuchszeit bei nur 13 %, da durch gewisse Verbesserungen in der Dehydrierstufe nur wenig C_4H_6 gebildet wurde. Analytisch wurden nur 0,5 % C_4H_6 gefunden. Der Versuch wurde bei 250 - 300°, bei 2600 - 3000facher Gasbelastung ausgeführt. Der Ofen 1 mit Kontakt 4788, der bereits 21 Tage gelaufen war, setzte fast nicht mehr um; die Temp.-Steigerung betrug ca. 4 - 5°C; es wurde bei 250 u. 300° hydriert. Im Eingang waren 0,5 % C_4H_6 , im Ausgang etwa 0,25 - 0,5 %. Die Olefine betragen unverändert 15 - 17 %. Der Ofen 2 mit 960 l frischem Kontakt 3076 zeigte anfangs eine Temp.-Steigerung bis zu 10°, die nach 7 Tagen auf 5 - 6°C zurückging. Die Olefine blieben unhydriert. Das C_4H_6 nahm nach den Analysen von 0,5 auf 0,25 - 0,4 % ab. Der Säureverbrauch der gesamten Anlage blieb unverändert. Da angenommen werden mußte, daß die Belastung zu hoch war, wurden nunmehr Versuche mit niedrigerer Belastung gefahren.

Versuch 6:

Die Hydrierung wurde mit dem gleichen Kontakt wie bei Versuch 5 durchgeführt. Die Gasbelastung wurde bei 300° von 250 - 1000 variiert. Bei diesen Belastungen traten Temp.-Steigerungen im Ofen, der mit 3076 beschickt war bis zu 30° auf. Der C_4H_6 -Gehalt fiel von 0,5 - 0,7 auf 0,25 %. Der Ni - Cr - Kontakt 4788 reagierte nicht. Bei 250facher Belastung stieg die Temp. mit Kontakt 3076 von 300 - 350°. Das C_4H_6 fiel von 0,5 - 0,25 %. Die Olefine wurden teilweise unhydriert. Der Olefingehalt fiel von 14 % auf 12 %. Bei 500facher Gasbelastung betrug die Temp.-Steigerung mit dem gleichen Kontakt 12°; das C_4H_6 fiel von 0,5 - 0,7 auf 0,25 %. Die Olefine blieben praktisch unhydriert. Bei 1000facher Gasbelastung betrug die Temp.-Steigerung nur noch 3°; nach dem analytischen Befund fiel der C_4H_6 -Gehalt wieder bis auf 0,25 ohne daß die Olefine hydriert wurden.

Versuch 7:

Der Ofen 1 wurde mit 700 l frisch reduzierten Kontakt 3076 (4 mm Pillen) und der Ofen 2 mit 250 l Kontakt 3076 (10 mm Pillen), der bereits 25 Tage gelaufen war, gefüllt. Während dieses Versuches wurde die Dehydrierung der Alt-Anlage so gefahren, daß ca. 1 % C_4H_6 gebildet wurde; der Säureverbrauch lag bei 30 %. Der frisch reduzierte Kontakt sprang sofort an; die Temp. stieg im Ofen um 30 - 40°C. Das C_4H_6 ging von 0,75 - 1,0 % auf 0,25 % zurück; der Olefingehalt sank von 14,3 auf 13,0.

Der Kontakt klang jedoch bereits in 20 Tagen in seiner Aktivität ab. Nach 14 Tagen betrug die Temp.-Erhöhung nur noch 10° bei gleichen Belastungen. Um eine Temp.-Steigerung von 30° zu erhalten, mußte nach 20 Tagen die Belastung auf 150 l/l/h erniedrigt werden. Der Kontakt im Ofen 2, der schon 25 Tage gelaufen war, setzte nur noch ganz gering um. Die Temp.-Steigerung betrug 2 - 4°C . Bei diesem Versuch war in der techn. Anlage ein Rückgang des Säureverbrauchs von 50 auf 45 % erkennbar. Eine stärkere Erniedrigung war nicht möglich, da nur ein Bruchteil des Produktionsgases hydriert werden konnte.

Die wichtigsten Daten der techn. Versuche sind in Tabelle 6 zusammengefaßt.

III. Zusammenfassung:

Die techn. Versuche haben ergeben, daß es möglich ist bei gewöhnlichem Druck mit frisch reduzierten Kontakt 3076 bei niedriger Gasbelastung von 500 l Gas/l Kontakt/h bei Temperatur von ca. 300° das C_4H_6 selektiv, aufzuhydrieren. Der Säureverbrauch mußte nach den analyt. Ergebnissen und Alkylat-Versuchen auf rund 20 % sinken. Im techn. Betrieb konnten infolge der geringen Kapazität an Kontaktraum nur ein Bruchteil der Reaktionsgase der Dehydrierung nachhydriert werden, sodaß nur ein geringer Rückgang im Säureverbrauch zu erkennen war. Leider war schon in verhältnismäßig kurzer Zeit ein Abklingen des Kontaktes festzustellen. In 20 Tagen ging die Aktivität des Kontaktes erheblich zurück. Es ist möglich, daß eine Vorreinigung der Gase durch Koksfilter, wie sie Dr. Conrad in seinem Bericht „Die Entfernung geringer C_4H_6 -Mengen aus den Abgasen der Butan-Dehydrierung“ vorschlägt, die Lebensdauer der Kontakte vergrößert. Es ist geplant, gegebenenfalls bei günstiger Gelegenheit in der Großanlage die Dehydriergase vor der Hydrierung zu reinigen. Da die Hydrierung bei gewöhnlichem Druck nur bei geringer Gasbelastung gut verläuft, erscheint es vorteilhafter die Hydrierung bei erhöhtem Druck vorzunehmen. Leider konnte der notwendige techn. Versuch bisher infolge Feindeckwirkung nicht gefahren werden. Die dazu erforderliche Anlage ist jedoch anfahrbereit, und bei gegebener Möglichkeit wird dieser Versuch ausgeführt werden.

Nach den Ergebnissen der drucklosen Hydrierung hat der Einbau einer drucklosen Hydrierstufe in die Alkylatanlagen wenig Anreiz, da bei der niedrigen Gasbelastung und bei der kurzen Lebensdauer erhebliche Mengen an Hydrier-Kontakt benötigt werden. Über die Druckhydrierung kann erst endgültig nach abschließenden Großversuchen eine Aussage gemacht werden.

340000186

Ø Herrn Dir. Dr. Giesen

" OI. Dr. Sackmann

" OI. Keinke

" Dr. Hanisch

" Dr. Fischer

" DI. Weidmann

" Dr. Sträts

Tabella 6

Ergebnisse der techn. Hydrier-Versuche

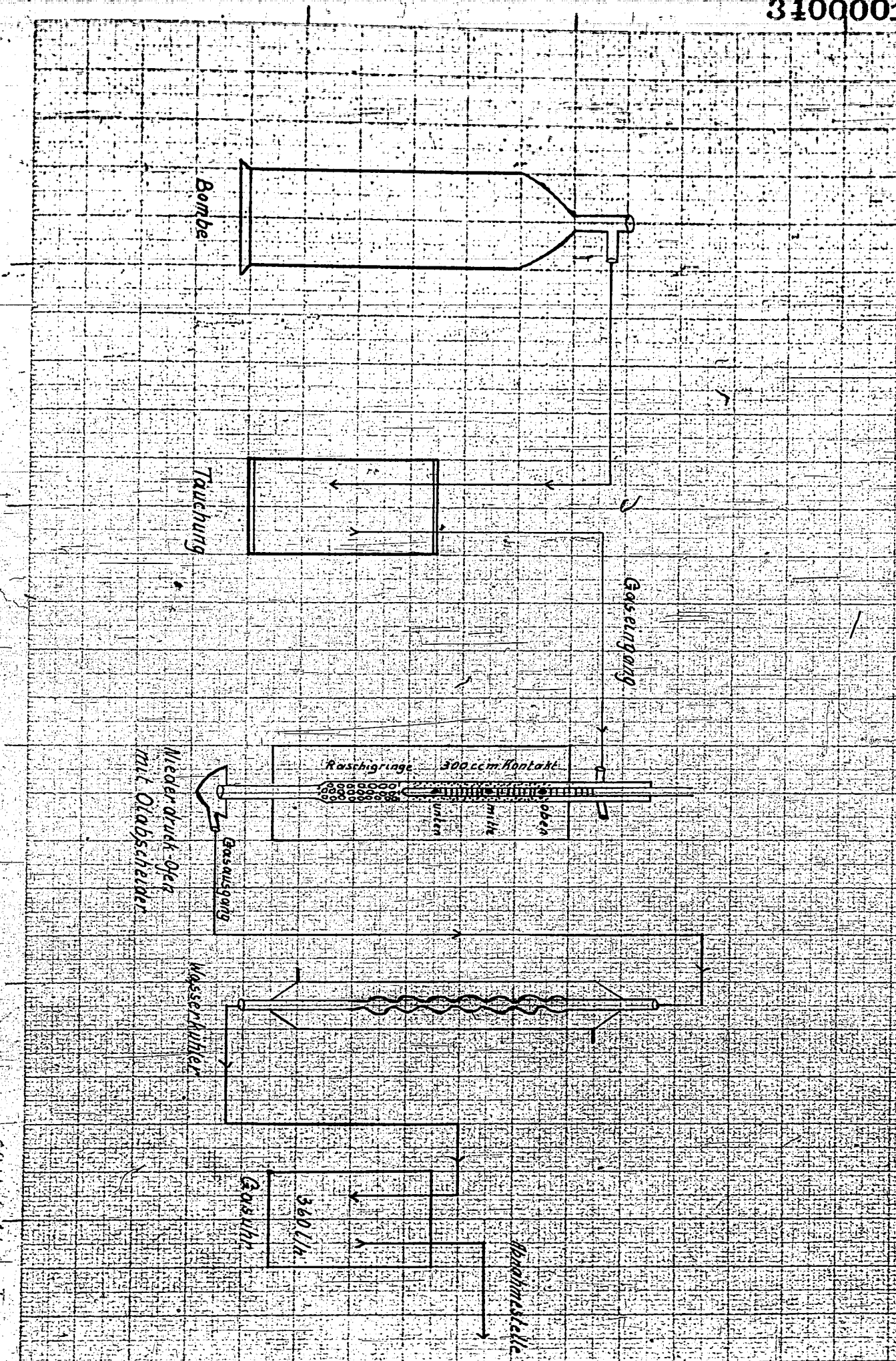
340000187

310000188

| Versuch
Nr. | Kon-
takt
Nr. | Kon-
takt
Menge
l | Belastung
1/h/l
Kontakt | Temperaturen | | Eingang | | Ausgang | | H ₂ SO ₄ -Verbrauch
d. Produktions-
anlage in % | | Ofen u. Kontaktfüllung |
|----------------|---------------------|----------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|----------------------------|---------------------------------|-----------------|---------------------------------|---|-------------|--|
| | | | | Ofen 1
Δt° | Ofen 2
Δt° | % Olefin | % C ₄ H ₆ | % Olefin | % C ₄ H ₆ | o. Hydr. | m. Hydr. | |
| 1 | 4788 | 1000 | 1000 | | 180° | 14,0-16,0 % | 0,5-0,9 % | 14,0-16,0% | 0,3-0,6 % | 30-35 % | unverändert | 2 Ofen m. je 0,5 m ³
Kontakt gefüllt (4788) |
| 2 | 3076 | 1100 | 2000
- 4000 | 180°
$\Delta t = 4^\circ$ | 180°
$\Delta t = 3^\circ$ | 14,0-16,0 % | 0,9-1,1 % | 14,0-15,0% | 0,5-0,9 % | 30 % | " | Ofen I 500 l 3076 aus Kogasin
ofen
u. Ofen II 600 l 3076 von Me 33 |
| 3 | 4788 | 600 | 3000
- 4000 | 175° | 175° | 14,0-15,0 % | 0,4-0,9 %
1,2 | I 14,0-15,0% | 0,4-0,7 % | 42 % | " | Ofen I 600 l 4788
Ofen II 950 l 3076 |
| | 3076 | 950 | 2500
- 3500 | $\Delta t = 5^\circ$ | $\Delta t = 10^\circ$ | | | II 14,0-15,0% | 0,4-0,8% | | | |
| 4 | 3076 | 750 | 460 | 160°
$\Delta t = 10^\circ$ | 175°
$\Delta t = 15^\circ$ | 14,0-15,0 % | 0,8-1,0 % | 14,0-16,0% | 0,5 % | 50 % | " | Ofen II mit 750 l frisch reduz.
Kontakt 3076 gefüllt. |
| | | | 1330 | 180°
$\Delta t = 5^\circ$ | 180°
$\Delta t = 10^\circ$ | | | 14,0-16,0 % | 0,25% | | | |
| | | | 2670 | 180°
$\Delta t = 0^\circ$ | | | | 14,0-16,0% | 0,9 % | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| 5 | 4788
3076 | 600
950 | 2600 | 244 - 250°
248 - 252° | 244 - 246°
250 - 254° | 15,1-15,3 %
15,2 % | 0,5 %
0,5 % | I+II 15,0-15,4% | 0,25-0,5 % | 18 % | " | Ofen I 600 l 4788
Ofen II 950 l 3076 |
| | | | | 280 - 285°
300 - 305° | 280 - 288°
300 - 312° | 15,2-15,8 %
17,0-17,2 % | 0,5 %
0,5 % | I+II 15,2-15,4% | 0,25 % | | | |
| | | | | | | | | I+II 15,2-15,6% | 0,25 % | | | |
| | | | | | | | | I+II 16,6-16,8% | 0,25 % | | | |
| 6 | 4788
3076 | 600
950 | 2600 | Δt 293-294° | Δt 293-293° | 15,0 % | 0,7 % | I 15,6% | 0,6 % | 18 % | " | Ofen I 600 l 4788
Ofen II 950 l 3076 |
| | | | 3000 | 302-310° | 302-304° | 15,6 % | | II 15,4% | 0,5 % | | | |
| | | | 1000 | 0° 300-300° | 0° 300-308° | 15,6 % | 0,5-0,7 % | I 15,4% | 0,25 % | | | |
| | | | 500 | 0° 300-300° | 12° 300-312° | 15,0 % | 0,5-0,7 % | II ~15,4% | 0,25 % | | | |
| | | | 250 | 0° 300-300° | 30° 300-330° | 14,0 | 0,5 % | I 14,5% | 0,5 % | | | |
| 7 | 3076 | 700
950
950 | 2500 | 20° 250-270° | 0° 250-250° | 13,4 % | 0,75 % | I 13,0% | 0,25 % | 44,8 %
55,0 % | " | Ofen I 700 l 4 mm 3076
frisch reduz..
Ofen II 950 l 3076 alt |
| | | | 1500 | 5°-4° 300-304° | 4° 300-304° | 14,9 % | 0,9 % | II 13,4% | 0,1 % | | | |
| | | | 1500 | 10° 300-310° | | | | I 13,3% | 0,4 % | | | |
| | | | 350 | 12° 300-312° | | | | II 14,2% | 0,8 % | | | |
| | | | 130 | 50° 300-340° | | | | | | | | |

Skizze 1

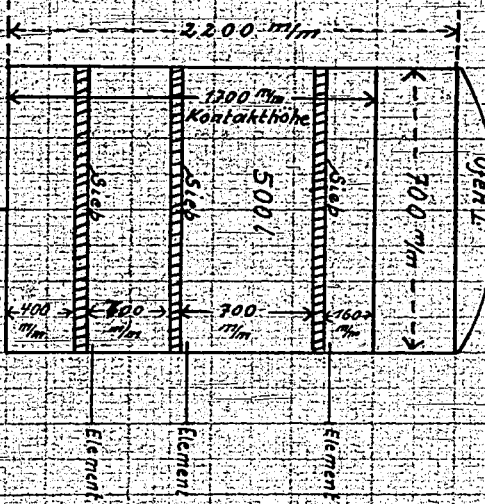
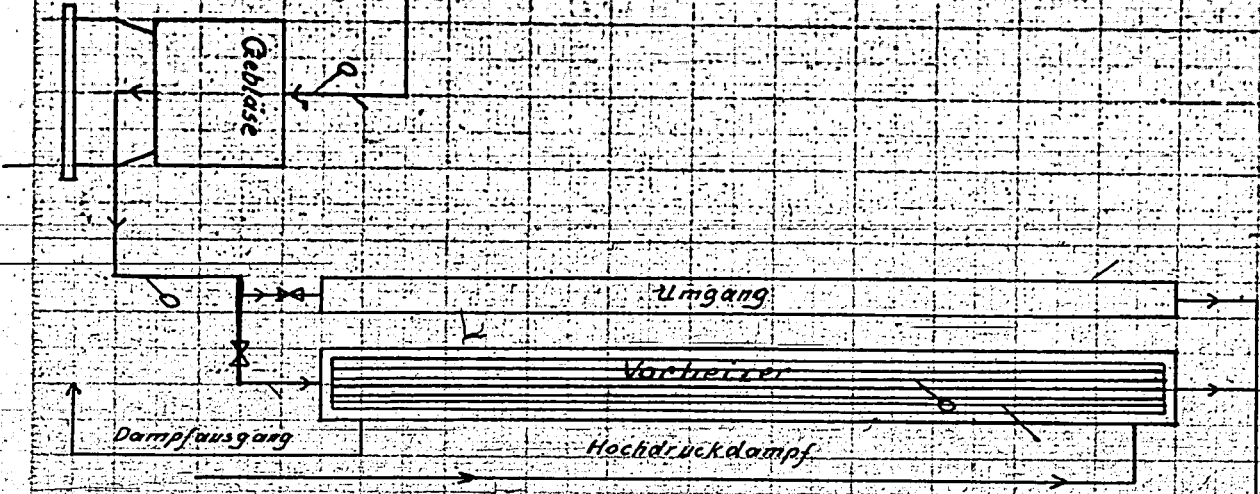
Skizze der Versuchsanordnung für die druckkatalytische Hydrierung von C₄H₆ in den Dehydriergeräten.



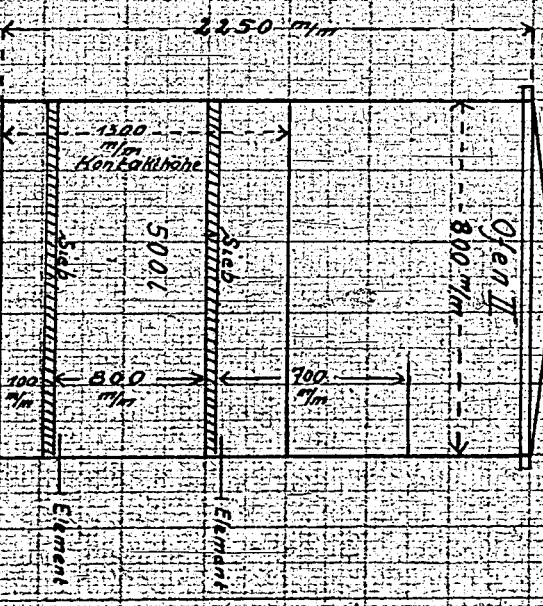
OSK & P. I

Skizze

Skizze der technischen Versuchsanordnung zur Hydrierung des C_4H_8 in den Dehydrationsgasen bei normalem Druck mit dampfbehaltstem Vorheizer



Ofen mit 500 mm Kontakthöhe

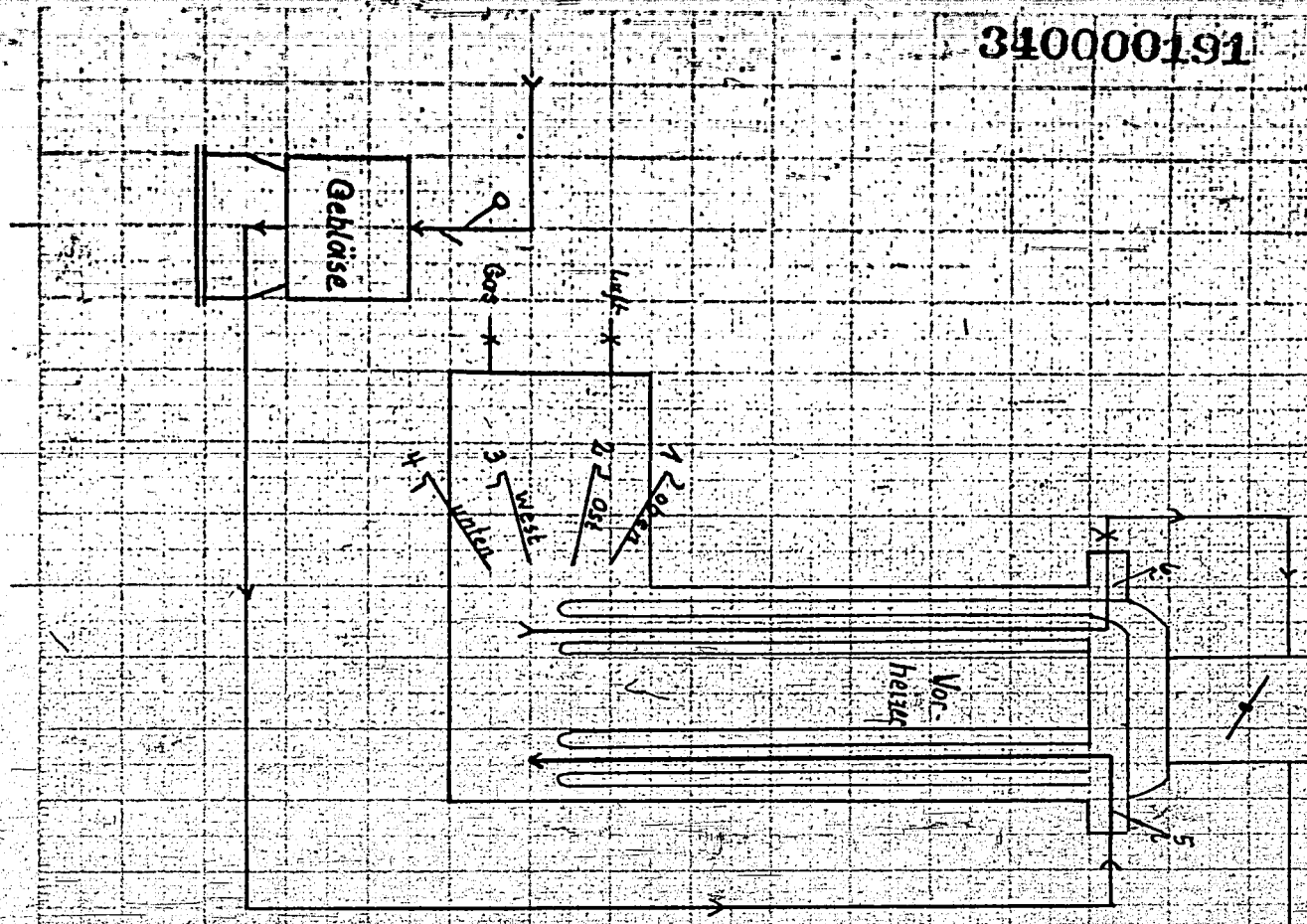


Ofen II

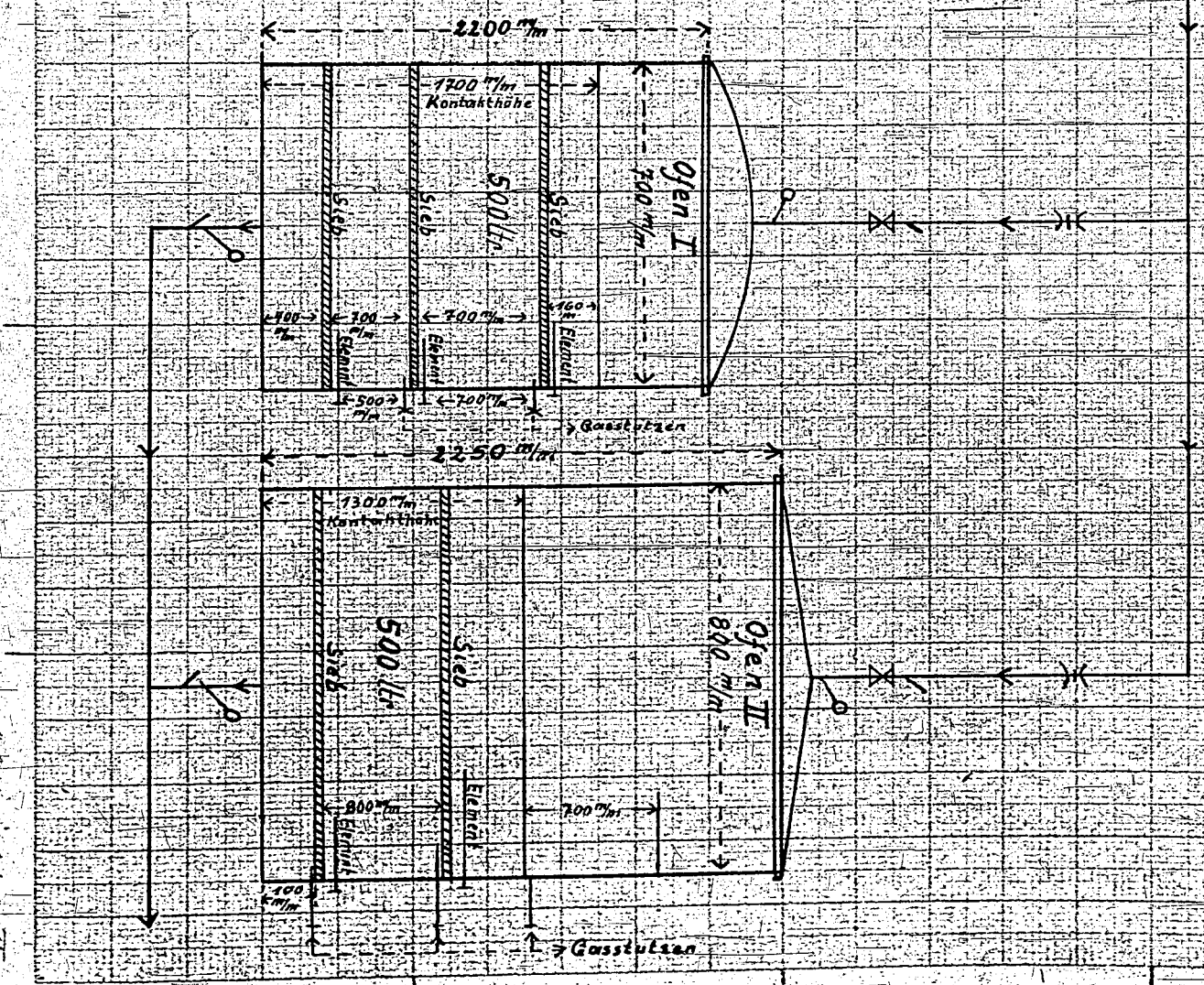
Handwritten notes or signature at the bottom left corner.

340000191

Skizze

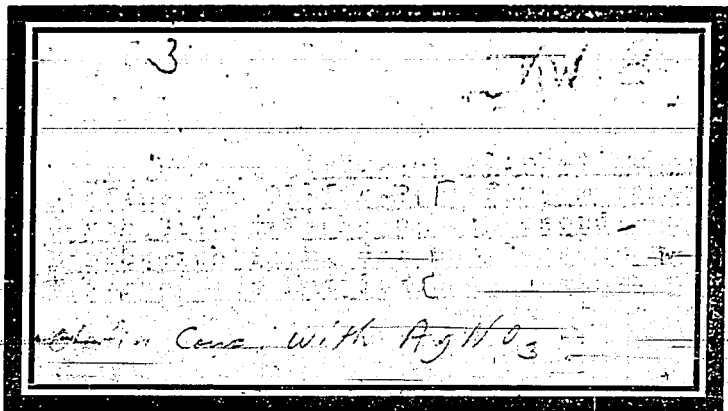


Skizze der technischen Versuchsanordnung zur Hydrolyse des C_2H_6 in der Dampfdampfphase bei normaler Druck mit gasbeständigem Vorheizer.



OSK 6 115 II

350000192



Inhaltsverzeichnis

| | Seite |
|---|-------|
| A. Einleitung | 3 |
| 1. Die technische Gewinnung der niedrigen Olefine (C ₂ , C ₃ und C ₄ -Olefine.) | 3 |
| 2. Warum konzentrierte Olefine? | 3 |
| B. Hauptteil | 5 |
| 1. Silber- oder Kupferwäsche? | 5 |
| 2. Einige kontinuierliche Waschversuche mit 50 %iger Ag-NO ₃ -Lösung und gasförmigen Butan-Butylengemischen im Labormaßstabe | 9 |
| 3. Ergänzende Gleichgewichtsstudien mit 50 %iger Silbernitratlösung und flüssigen Butan-Butylengemischen | 11 |
| a) Statisches Arbeiten | 12 |
| b) Arbeiten im Strömen | 14 |
| 4. Berechnung einer bei 0° arbeitenden stufenweisen Gegenstromextraktion mit 50 %iger Silbernitratlösung für β -Butylen (s. auch Ber. Dr. Orlicek vom 1.10.41). | 17 |
| 5. Die halbtechnische Silberwäsche in Me 52 | 24 |
| a) Die Materialfrage | 24 |
| b) Konstruktion | 25 |
| c) Betriebsweise und Ergebnisse | 25 |
| d) Noch zu bearbeitende Aufgaben | 26 |
| 6. Die Silberwäsche im Rahmen des AT-244-Verfahrens | 27 |
| C. Zusammenfassung | 28 |
| D. Patentlage | 29 |

Inhaltsverzeichnis

| | Seite |
|---|-------|
| A. Einleitung | 3 |
| 1. Die technische Gewinnung der niedrigen Olefine (C ₂ , C ₃ und C ₄ -Olefine.) | 3 |
| 2. Warum konzentrierte Olefine? | 3 |
| B. Hauptteil | 5 |
| 1. Silber- oder Kupferwäsche? | 5 |
| 2. Einige kontinuierliche Waschversuche mit 50 %iger Ag-NO ₃ -Lösung und gasförmigen Butan-Butylengemischen im Labormaßstabe | 9 |
| 3. Ergänzende Gleichgewichtsstudien mit 50 %iger Silbernitratlösung und flüssigen Butan-Butylengemischen | 11 |
| a) Statisches Arbeiten | 12 |
| b) Arbeiten im Strömen | 14 |
| 4. Berechnung einer bei 0° arbeitenden stufenweisen Gegenstromextraktion mit 50 %iger Silbernitratlösung für β -Butylen (s. auch Ber. Dr. Orlicek vom 1.10.41). | 17 |
| 5. Die halbtechnische Silberwäsche in Me 52 | 24 |
| a) Die Materialfrage | 24 |
| b) Konstruktion | 25 |
| c) Betriebsweise und Ergebnisse | 25 |
| d) Noch zu bearbeitende Aufgaben | 26 |
| 6. Die Silberwäsche im Rahmen des AT-244-Verfahrens | 27 |
| C. Zusammenfassung | 28 |
| D. Patentlage | 29 |