

BAG Tars t
2171 -30/4. C3

Rührautoklav	Zeit in Stunden	KW -	Molverhältnis	% Ausbeute	Vol. %	- 185 K.O.Z.
40%ige HF+BF ₃	3	1-C ₄ H ₁₀ :C ₂ H ₄ = 1 : 0,7		260	85	90
75%ige HF+BF ₃	2	" "	1 : 0,6	233	80	90
Wasser + BF ₃	8	" "	1 : 0,6	197	85	90
65%ige H ₃ PO ₄ + BF ₃	3	" "	1 : 0,6		80	92,5

Für die Alkylierung ist hohe Rührgeschwindigkeit sehr wichtig, da sonst leicht höhere Jodzahlen auftreten, wenn über der flüssigen Phase freies Borfluorid sich befindet, welches stark polymerisierend auf das Äthylen einwirkt.

Wasser oder 40%ige HF mit Borfluorid gesättigt, mit oder ohne Nickelzusatz, geben Alkylate mit gleichen Oktanzahlen, nur bei Wasser/Borfluorid mit geringerer Ausbeute.

Die Zusammensetzung des Alkylats ist folgendes:

40 - 57°	4 Vol. %	
57 - 75°	36 "	% K.O.Z.: 99,5. Ramanspektrum: 2/3: 2,3-Dimethylbutan
75 - 122°	33 "	1/3: 2-Methylpentan
122 - 185°	20 "	

Wurde der Katalysator siebenmal verwendet, betrug die Alkylatfraktion 57 - 60° 50 Vol. % und enthielt 90% 2,3-Dimethylbutan und nur 10% 2-Methylpentan.

Bei der Alkylierung mit wasserfreier HF/Borfluorid ergab das Alkylat:

30 Vol. %	n-Pentan (!)
20 "	2,3-Dimethylbutan
50 "	höhere Kohlenwasserstoffe

Die Versuche werden in einer größeren halbkontinuierlichen Apparatur fortgesetzt.

Olefin-Konzentrierung

Im Anschluss an die Kohlenwasserstoffbesprechung in Oppau am 24./25.6.1940, auf der bereits zum Ausdruck gekommen war, dass es für die Alkylierung von n-Butylen notwendig ist, ein möglichst hochprozentiges Olefin einzusetzen, fand eine interne Besprechung der Oppauer Sachbearbeiter statt, auf der Herr Dr. Conrad über die verschiedenen Wege zur Konzentrierung von n-Butylen berichtete, von denen die Absorption mittels Silbernitratlösung am aussichtsreichsten erschien. Hindernd stehen der Anwendung dieses Verfahrens, abgesehen von der einmaligen Investierung für Silbernitrat, vor allem die erheblichen Betriebskosten entgegen, die sich aus dem hohen Energieverbrauch für die Austreibung des absorbierten n-Butylens aus der Silbernitratlösung durch Erwärmung ergeben. Im Verlauf einer Diskussion über die Möglichkeit, die Energiekosten durch geeignete betriebliche Massnahmen herabzusetzen, wurde der Vorschlag gemacht (Dr. Hofeditz), das Verfahren der Butylen-Konzentrierung mit der Alkylierung derart zu kuppeln, dass man das bei der Alkylierung in grossen Mengen zwecks Temperatur-Abführung verdampfte Isobutan, das wieder kondensiert und in die Alkylierung zurückgegeben wird, zuvor durch die mit n-Butylen beladene Absorptionsflüssigkeit leitet, umdurch Ausspülung des n-Butylens mit dem Isobutan die Austreibung des Olefins aus der Waschlösung zu erleichtern und damit die hierfür benötigten Energiekosten herabzusetzen. Das mit n-Butylen beladene Isobutan wäre nach seiner Verflüssigung in der üblichen Weise in das Alkylierungsgefäss zurückzuleiten.

Es wurden in Oppau Versuche über die Anwendbarkeit dieser Kombination aufgenommen, die jedoch noch nicht abgeschlossen sind. Da Herr Dr. Conrad aus der Besprechung dringend abberufen worden war, konnte über den Stand der Versuche in der

./.

300000214

B.A.G

Target

2171

-30/4.03

40

Besprechung nicht berichtet werden. Leuna hat im Anschluss an eine Besprechung mit Herrn Dr. Conrad gleichfalls Versuche in dieser Richtung aufgenommen, die jedoch auch noch nicht abgeschlossen sind.

Herr Dr. Häuber wird Versuche zur n-Butylen-Konzentrierung mittels äthanolaminhaltiger Kupferlauge vornehmen.

Schwefelsäure-Regeneration

Über die Frage der Schwefelsäure-Regeneration, der im Zusammenhang mit der Alkylierung besondere Bedeutung zukommt, soll zu gegebener Zeit eine Besprechung stattfinden, auf der Herr Dr. Schellmann auch über amerikanische Erfahrungen - soweit uns solche bekannt sind - berichten soll.

Säurepolymerisation in USA

Herr Dr. Hofeditz gibt einen kurzen Überblick über die Entwicklung des Cold Acid- und des Hot Acid-Verfahrens in USA. Die beiden Polymerisationsverfahren haben sich nacheinander aus der Butylalkohol-Herstellung auf Basis Isobutylen, n-Butylen, wie sie in Krackgasen vorkommen, entwickelt.

Für die Herstellung des Tert.-Butanols wurde das zu 10-20 % neben 20-40 % n-Butylen im C₄-Cut von Krackgasen enthaltene Isobutylen mittels 60-65 %iger H₂SO₄ bei 30-35°C selektiv extrahiert und die dabei erhaltene "fette" Säure durch Hydrolyse zum Alkohol gespalten.

Für die Gewinnung von Diisobutylen aus der "fetten" Säure wird die Säure durch kupferne Rohrschlangen, die sich in einem kochenden Wasserbad befinden, geleitet. Hierdurch wird das Isobutylen polymerisiert und von der Säure als Diisobutylen abgetrennt. Die verschiedenen Anlagen zur Herstellung von Diisobutylen

./.

auf diesem Wege unterscheiden sich hinsichtlich des Polymerisationsvorgangs grundsätzlich nicht von einander. Dagegen bestehen verschiedene Arbeitsweisen für die selektive Absorption des Isobutylens aus dem C₄-Cut. Für die Absorption des Isobutylens wird der C₄-Cut durch Düsen mit der Säure gemischt und das Gemisch durch einen Wasser gekühlten Reaktor geleitet. Nach dem Verlassen des Reaktors wird die mit Isobutylen beladene Säure von den Rest-C₄-Kohlenwasserstoffen in einem Abscheider getrennt und die Säure nach der Polymerisation des darin enthaltenen Isobutylens der Absorptionsstufe wieder zugeführt. Die verschiedenen hierbei angewendeten Arbeitsweisen unterscheiden sich vor allem dadurch, dass in der Absorptionsstufe bei einem Teil der Anlagen nur Schwefelsäure im Kreislauf geführt wird, während bei einem andern Teil der Anlagen sich Schwefelsäure-Kohlenwasserstoff-Emulsion im Umlauf befindet. Die letztgenannte Arbeitsweise hat sich zwar bei der Diisobutylen-Herstellung nach dem Cold Acid-Verfahren gleichfalls gut bewährt, führte aber bei Umstellung auf das Hot Acid-Verfahren zu erhöhten Korrosionsschwierigkeiten. Die Leistungen verschiedener Anlagen zur Herstellung von Diisobutylen nach dem Cold Acid-Prozess zeigt folgende Tabelle:

	Isobutylen im Eingang	davon in H ₂ SO ₄ ab- sorbiert	vom absor- bierten iC ₄ H ₈ poly- merisiert	Diisobu- tylen im Polymerisat	Ausbeute Di- isobutylen bezogen auf eingesetztes Isobutylen
I	12 %	78 %	75 %	72 %	42 %
II	13 %	82 %	87,5 %	75 %	54 %
III	20 %	86 %	89 %	69,5 %	53,2 %

/.

Ein typisches Cold Acid-Rohpolymerisat enthält 8 % C₄, 75 % Diisobutylen, 17 % Trimeres + Höhere. Die O.Z. des hydrierten Diisobutylens beträgt etwa 99,5. Der Säureverbrauch (auf 93 %ige gerechnet) beträgt pro cbm fertiges Isooktan ca. 32 kg.

Hot Acid-Prozess

Der Hot Acid-Prozess unterscheidet sich vom Cold Acid-Prozess dadurch, dass man bei der Absorption höhere Temperaturen (77-85°C) anwendet. Hierdurch wird

- 1.) der Polymerisationsprozess in die Absorptionsstufe verlegt und
- 2.) wird ausser Isobutylen auch das n-Butylen von der Schwefelsäure absorbiert und beide Olefine zu Misch-Oktylenen polymerisiert.

Die Umstellung der Anlagen auf den Hot Acid-Prozess war demgemäss nicht schwierig, doch traten im Gefolge dieser Umstellung einige besondere Komplikationen auf:

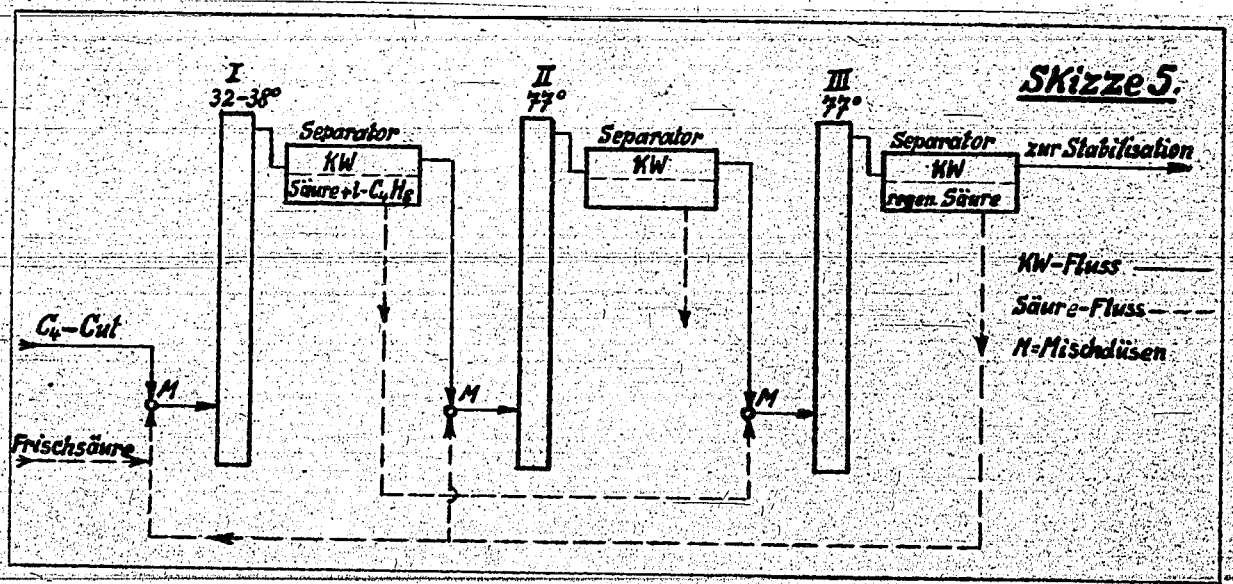
- 1.) Es stieg der Gehalt an Schwefelsäureverbindungen im Polymerisationsprodukt.
- 2.) Man begegnete grösseren Korrosionsschwierigkeiten.
- 3.) Es musste durch besondere Massnahmen dafür gesorgt werden, dass möglichst viel Isobutylen in Reaktion mit n-Butylen trat, um eine max. Ausnutzung des Isobutylens für die Herstellung des hoch-oktanzahligen Misch-Polymerisats zu gewährleisten.

Zu 1): Die Entfernung der mit Natronlauge unter 100°C nicht zerstörbaren Schwefelsäure-Verbindungen aus dem Produkt wurde erreicht durch Behandlung des Polymerisats bei erhöhter Temperatur (140-160°C) mit NaOH unter entsprechendem Druck.

Zu 2): Die erhöhten Korrosionserscheinungen konnten nie ganz beseitigt werden. Es war festgestellt worden, dass sie besonders an Stellen turbulenter Strömung auftraten, also beispielsweise an und hinter den Mischdüsen für Kohlenwasserstoff

und Säure sowie hinter Querschnittsverengungen in den Rohrleitungen, etc. Da ausserdem die Korrosion in den Anlagen, in denen Säure-K.W.-Emulsion im Kreislauf geführt wurde, besonders stark war, ist für das Hot Acid-Verfahren die Arbeitsweise, nach der nur Säure im Kreislauf geführt wird, vorzuziehen. Hierbei haben sich auch geringere Schwierigkeiten bezüglich Abdichtung der Pumpen ergeben, die sich bei Emulsionsförderung als besonders schwierig gezeigt haben. Im übrigen hat man durch Vermeidung von turbulenten Strömungen Korrosionen nach Möglichkeit auf ein Mindestmass beschränkt.

Zu 3): Zwecks Erzeugung max. Mengen Misch-Polymerisat ist es notwendig, n-Butylen nach Möglichkeit in grossem Überschuss über Isobutylen zu haben. Um dies, insbesondere bei solchen C_4 -Kohlenwasserstoffen, in denen das Verhältnis n-Butylen: Isobutylen von Natur aus niedrig ist, zu erreichen, wurde folgende Arbeitsweise mit Erfolg versuchsweise angewendet:



Wie aus obiger Skizze ersichtlich, werden von dem eintretenden C_4 -Gemisch in der ersten Stufe bei 32-38°C etwa 30-40% des Isobutylen selektiv von Schwefelsäure absorbiert. Die Rest- C_4 -Kohlenwasserstoffe enthalten jetzt n-Butylen im Überschuss

B.A.G Target

2171 - 30/4.03

44

über Isobutylen und werden nach Abtrennen von der isobutylenhaltigen Säure in der zweiten Stufe mit regenerierter Säure bei 77°C behandelt, wo praktisch alles Isobutylen und ein entsprechender Anteil n-Butylen in Polymerisat übergeführt wird. Das die zweite Stufe verlassende, praktisch nur noch n-Butylen enthaltende C₄-Gemisch wird in einer dritten Stufe mit der isobutylenhaltigen Schwefelsäure aus der ersten (Absorptions-) Stufe zusammengebracht, in der gleichfalls bei 77°C das Isobutylen der Säure mit weiteren n-Butylen-Mengen aus dem C₄-Gemisch polymerisiert wird.

Durch diese Arbeitsweise ist es möglich, bei der Polymerisation stets ein günstigeres n : iso-Verhältnis einzuhalten als bei der normalen Arbeitsweise. Die versuchsweise Verarbeitung eines C₄-Cuts, der etwa 31-32 % n-Butylen und 13-15 % Isobutylen enthielt, ergab bei normaler Arbeitsweise eine Polymerisatbildung von 170,5 %, bezogen auf polymerisiertes Isobutylen, und mit obiger Fahrweise eine Polymerisatbildung von 185 %, bezogen auf polymerisiertes Isobutylen.

In der folgenden Tabelle sind einige typische Betriebsergebnisse aus technischen Hot Acid-Polymerisationsanlagen zusammengestellt:

Säure : K.W. im Reaktionsraum:	4-5 : 1	3,5 : 1
Säure-Konzentration:	70 %	70,5 %
Temperatur:	76-80°C	79-85°C
Gew.-% i-C ₄ H ₈ im Eingang:	13,7	13,3
Gew.-% n-C ₄ H ₈ im Eingang:	29,4	35,5
Gew.-% i-C ₄ H ₈ polymerisiert:	97,1	94,8
Gew.-% n-C ₄ H ₈ polymerisiert:	35,4	36,6
% Polymer bezogen auf i-C ₄ H ₈ :	196	202
Oktylgehalt im gasfreien Polymer:	81 Vol.-%	77 Vol.-%
1 kg H ₂ SO ₄ (93 %) erzeugt gasfreies Polymer:	28,7 ltr	32,5 ltr
O.Z. nach Hydrierung:	96,5	97,5

In der nachfolgenden Tabelle sind die Betriebsbedingungen für eine andere Anlage, in der ein C₄-Gemisch von höherem Isobutylen: n-Butylen-Verhältnis (18 % i-, 27 % n-Butylen) verarbeitet wurde, dargestellt. In dieser Anlage wurde Emulsion im Kreislauf geführt (Säure: K.W.-Verhältnis 1 : 1). Bemerkenswert ist, dass bei einer Verweilzeit von 11,3 Min. nur 131,6 % Polymerisat ausbeute, bezogen auf i-Butylen, erhalten wurde, während nach Vergrößerung der Verweilzeit auf 20,9 Min. durch Einführung weiterer Time-Tanks die Polymerisat ausbeute auf 141,6 % verbessert werden konnte:

	<u>Alte Anlage</u>	<u>Erweiterte Anlage</u>	<u>% Steigerung</u>
Inhalt des Polymerisationssystems ltr	2850	5300	87
Vol.K.W. im Polymerisator, ltr	1420	2650	87
B.B.-Eingang ltr/Min.	125,6	126,8	0,9
Verweilzeit Min.	11,3	20,9	85
Kreislaumpumpen- förderung ltr/Min.	1513	2725	80
Rückführungsverhältnis	5,0	9,8	96
Säure:K.W.-Verhältnis	1 : 1	1 : 1	0
H ₂ SO ₄ -Verbrauch (100 %) gr/ltr Polymer	22,8	28,8	26
ltr Polymer/kg H ₂ SO ₄	43,9	34,7	--
ltr Polymer/ltr. Isobutylen	1,316	1,416	7,7

Für die gleichfalls beobachtete starke Steigerung des H₂SO₄-Verbrauchs konnte eine Erklärung noch nicht gegeben werden.

I S O M E R I S I E R U N G

Herr Dr. Hantge berichtet über die Versuche zur Isomerisierung von n-Butan mit Aluminiumchlorid in Oppau.

Die Versuche wurden sämtlich im V2A-Schüttelautoklaven von 1/2 ltr Inhalt im 100 cem Masstab durchgeführt. Als Katalysator dienten 10 % Al Cl₃, die mit 30 % Diatomit-Pulver verdünnt wurden. (Ohne Diatomit waren die Ergebnisse schlechter, desgl. mit Kieselgel, ebenso bei 5 % und 2,5 % Al Cl₃). Es wurde mit Veränderung der Zeit und Temperatur in flüssiger Phase bei Eigendruck gefahren.

In 10 Stunden wurde bei 105°C ein Umsatz zu 60 % i-Butan, 1 % Propan und 7 % höher-siedenden K.W. (=88 % i-Butanausbeute) erhalten. Zusatz von Chlorwasserstoff als Aktivator verkürzte die Zeit und erhöhte Umsatz und Ausbeute. Mehr als 1 atü HCl (bei den Apparaturabmessungen entsprach 1 atü HCl gerade 1 % HCl bezogen auf Kohlenwasserstoffe) ist zur Erzielung bester Ausbeuten und Umsätze nicht erforderlich. Günstigste Reaktionszeit ist 1-2 Stunden.

Zeit Std.	Temp. °C	atü-% HCl	% Umsatz			% i-C ₄ Aus- beute
			% i-C ₄	% C ₃	% C ₅ u. höhere	
1	105	1	58	1	2	95
2	105	1	63	1	1	97

Anwendung von Wasserstoff zeigt im ganzen nur wenig Einfluss. Sie wirkt sich in kürzerer Reaktionszeit, guter Ausbeute und gutem Umsatz bei etwas erhöhter Temperatur aus. (Versuche im Rührautoklaven 1 Std., 120°C, 1 atü HCl).

H ₂ atü	% Umsatz			% i-C ₄ Ausbeute
	i-C ₄	C ₃	C ₅	
-	71	7	7	84
20	63	0	1	98
50	66	1	1	97

Eine Reihe von weiteren Fragen soll in einer kleinen, kontinuierlich laufenden Apparatur geklärt werden.

Herr Dr. Hantge hält es für möglich, dass der Kontakt am Schluss der Versuche noch nicht erschöpft ist.

Herr Dr. Herold teilte über die Versuche in Leuna zur Isomerisierung von n-Butan mittels Al Cl_3 mit, dass die auf der letzten K.W.-Besprechung von Leuna vertretene Ansicht, dass die Isomerisierung nicht von Aluminiumchlorid, sondern von dessen Kohlenwasserstoff-Anlagerungsverbindung katalysiert wird, sich bei der weiteren Untersuchung als nicht haltbar erwiesen hat. Der seinerzeit mit 1 % angegebene Kontaktverbrauch hat sich auch bei den weiteren Untersuchungen nicht geändert. Nach den Erfahrungen von Leuna ist es zweckmässig, dem Gas etwa 10-20 % HCl zuzusetzen.

Da es unzweifelhaft einen grossen Vorteil bedeuten würde für die Isomerisierung einen festen Kontakt zur Verfügung zu haben wurden in Leuna entsprechende Versuche gemacht, Aluminiumchlorid auf Träger aufzubringen. So z.B. wurde mit einem Kontakt, bestehend aus 17 % Aluminiumchlorid, das auf einem bei 450° im Vacuum getrockneten Al_2O_3 niedergeschlagen war, gearbeitet. Die Versuche befinden sich noch im Anfangsstadium, sodass Näheres hierüber noch nicht gesagt werden kann.

Herr Dr. Ringer weist darauf hin, dass auch in USA Versuche mit Aluminiumchlorid auf Trägern durchgeführt wurden. Von den verschiedenen Sorten Aluminiumoxyd, die für die Mischung mit Aluminiumchlorid in Frage kamen, soll sich besonders das in dem Abschnitt über katalytische Dehydrierung (S.15) bereits erwähnte Aluminiumoxyd eignen. Die Herstellung dieser Isomerisierungskontakte geschah in einem Fall z.B. durch einfache Mischung der Kontaktbestandteile und nachfolgende

Verformung in Pillen. Der Aluminiumchloridgehalt des Kontakts wurde bei diesen Untersuchungen variiert von 30-70 %; man hat zum Schluss einen 50 % Al Cl_3 -haltigen Kontakt verwendet. Die Temperatur bei der Isomerisierung soll nicht über 105°C sein, Druck 14 at, HCl am Anfang nicht über 2 Mol.-%, bezogen auf n-Butan. Nach den in USA gemachten Erfahrungen schädigt ein grösserer HCl-Zusatz den Kontakt und wirkt auf das zu isomerisierende Gas spaltend. Es wurde aber erkannt, dass es zweckmässig ist, den Kontakt von Zeit zu Zeit zwecks Regeneration einer HCl-Behandlung zu unterwerfen.

Eine als besonders vorteilhaft angesehene Arbeitsweise besteht darin, dass man die HCl-Konzentration während des Prozesses steigert in demselben Mass, in dem die Kontaktaktivität abzunehmen beginnt. Man ist dabei bis auf 20 Mol.-% HCl gegangen. Ein derartiger fester Aluminiumchlorid-Kontakt war 2000 Stunden in Betrieb, wobei der Umsatz von anfänglich 65 % auf 45 % zurückging. Der Kontakt hat 1800 kg Isobutan pro kg Aluminiumchlorid produziert. In der ersten Zeit wurde der Kontakt jeweils nur über das Wochenende mit HCl regeneriert, späterhin wurden dem Gas allmählich ansteigende HCl-Mengen zugesetzt. Es ist wichtig, mit dem HCl-Zusatz nicht zu früh, andererseits aber auch nicht zu spät zu beginnen.

Nach amerikanischen Versuchen kommen andere Trägermaterialien als Al_2O_3 , ferner Noritkohle und vorbehandelter Bauxit für die Herstellung von Kontakt nicht in Frage.

Interessant ist es, dass bei den amerikanischen Isomerisierungsversuchen sich des öfteren Schwierigkeiten infolge der zu starken Wärmetönung der Reaktion ergeben haben, wodurch der Umsatz zurückging und die Lebensdauer der Kontakte beeinträchtigt wurde. In Leuna hat man derartige Schwierigkeiten bisher noch nicht beobachtet. Es wird sich jedoch empfehlen, im Einklang mit den amerikanischen Erfahrungen, für die Isomerisierungsreaktion nicht zu grosse Rohrdurchmesser zu wählen (nicht über 50 mm). Die Frage der Herstellung von

Mischkontakten für die Isomerisierung ist auch in USA noch nicht gelöst. Man hat Versuche gemacht mit imprägnierten, getauchten und gemischten Kontakten. Bei der Kontaktherstellung ist darauf zu achten, dass Wasser eine gewisse Rolle spielt. Als sehr zweckmässig hat sich erwiesen, 100 %iges Aluminiumchlorid zur Vorreinigung des Eingangsgases vorzulegen.

Die Isomerisierungsversuche in Leuna und Oppau sollen im Hinblick auf die Entwicklung fester Kontakte weiter fortgesetzt werden, wobei es erwünscht wäre, wenn man einen anderen Träger als Tonerde auffinden würde.

Im Rahmen des Alkylierungsprojektes kommen die Arbeiten über Isomerisierung jedoch erst in zweiter Linie in Frage.

Im Einklang mit amerikanischen Ergebnissen wurde auch bei uns gefunden, dass die Isomerisierung höherer Kohlenwasserstoffe zu sehr viel schlechteren Ergebnissen führt. Nach amerikanischen Versuchen soll sich für die Isomerisierung höherer Kohlenwasserstoffe ein Gemisch von Aluminiumchlorid mit Aluminiumspänen besonders geeignet haben. Die Selektivität der Isomerisierung soll hierbei von 92-93 % zu Anfang auf 98-99 % angestiegen sein.

Herr Dr. Bähr weist darauf hin, dass bei der Alkylierung von Benzol gefunden wurde, dass mit verschiedenen Aluminiumchlorid-Sorten verschiedene Resultate erzielt worden sind. Beispielsweise erhielt man mit dem einen Aluminiumchlorid 5 %, mit einem anderen 3 % Nebenprodukte.

POLYMERBENZIN-HERSTELLUNG

Herr Dr. Schütze berichtet über den Stand des Polymerbenzinverfahrens.

Die beiden Polymerbenzinaanlagen bei der Brabag in Schwarzheide (Hoch- und Mitteldruckanlage) laufen seit Inbetriebnahme ohne Störung. Bei der dritten (Hochdruck-) Anlage für die Verarbeitung von 15-25 tato Gasol für die Gewerkschaft Victor in Rauxel soll in diesem Frühjahr mit der Montage begonnen werden. Die Anlage soll um die Jahresmitte angefahren werden.

Interesse für eine Polymerbenzinaanlage besteht auch seitens der Mineralölwerke Stettin-Pölitz. Die Anlage soll Paraffin-Spaltgas mit etwa 45 % $C_3 - C_4$ -Olefinen neben etwa 25 % Äthylen verarbeiten. Es wird eine Produktion von etwa 4000 tato Benzin erwartet. Laboratoriumsversuche mit einem diesem Gas entsprechenden höheren Äthylengehalt bestätigten unsere Erwartung, dass das Äthylen, wenn es in grösserer Konzentration angewendet wird, zu einem Teil (im vorliegenden Falle 50 %) mit polymerisiert wird. Die Oktanzahl des Benzins wird hierdurch nicht beeinflusst, doch fällt der bis 200° siedende Anteil des Rohpolymerisats von etwa 93 % auf 87 %.

Weiteres Interesse für eine Polymerbenzinaanlage zur Verarbeitung von Krackgasen aus Rohöl (Olefingehalt 25-30 %) besteht auch seitens der Apollowerke in Pressburg. Es würde zunächst eine Anlage für die Erzeugung von 1500 tato Benzin in Frage kommen.

Die Versuche zur Weiterentwicklung des Polymerisationskontaktes haben jetzt dazu geführt, dass die Herstellung einer grösseren Charge Magnesiumkontakt beginnen kann, mit dem im Frühjahr ein Grossversuch in der Hochdruckanlage in Schwarzheide durchgeführt werden soll. Nach den Ergebnissen der Laborversuche

wird es zur Erreichung einer langen Kontaktlebensdauer vorteilhaft sein, Magnesiumphosphat-Kontakte bei 180-190°C zu fahren. Bei der bisher üblichen Reaktionstemperatur von 220°C verläuft die Umwandlung des Magnesiumorthophosphats in das inaktive Metaphosphat anscheinend zu rasch. Eine Probe von 1 ltr Magnesiumphosphat-Kontakt war am 30.7. des vergangenen Jahres nach Leuna geschickt worden zwecks Untersuchung auf seine Verwendbarkeit für die Isobutylene-Polymerisation.

Herr Dr. Herold teilt dazu mit, dass der Versuch befriedigend verlaufen sei; es hätten sich keine Unterschiede gegenüber dem in Leuna gebräuchlichen Phosphorsäure-Asbest-Kontakt gezeigt. Leuna möchte eine grössere Probe von 300 ltr des Kontaktes für einen Grossversuch haben.-

Gelegentlich eines kurzen Besuchs in der Besprechung wurde Herr Direktor Dr. Bütefisch zusammenfassend über den derzeitigen Stand der Versuchsarbeiten, insbesondere soweit sie für das Alkylierungsprojekt von Leuna von Wichtigkeit sind, unterrichtet. Herr Direktor Dr. Bütefisch hob bei der Gelegenheit noch einmal hervor, dass der Bau der Alkylierungsanlage in Leuna infolge einer Auflage seitens des Reichs jetzt schnellstens vorangetrieben werden müsse, und begrüsst es in diesem Zusammenhang besonders, dass die Frage eines geeigneten Kontakts für die Dehydrierung von n-Butan durch die Versuchsarbeiten von Oppau gelöst und dass Oppau in der Lage ist, diesen Kontakt auch in grossem Masstabe für die Beschickung der Dehydrierungsanlagen zur Verfügung zu stellen.

Die nächste Erfahrungsaustauschsitzung soll in etwa einem halben Jahr stattfinden.

Herold

Verhandlich

Herr Dr. Witzel
Blumel

300000226

AMMONIAKLABORATORIUM OPPAU

Labor-Bericht Nr. 1644
vom 15. April 1941

BAG Target
2171 -30/4.03

Dr. Blumel.

Analyse der Alkylierungsprodukte aus Isobutan mit den Butenen bzw.

Propylen.

300000227

AMMONIAKLABORATORIUM OPPAU

15. April 1941

/Dr. Bl/Gb

B.A.G Target

2171 - 30/4.03

Analyse der Alkylierungsprodukte aus Isobutan mit den Butenen
bezw. Propylen.

Übersicht.

In letzter Zeit sind von uns nach amerikanischem Vorbild Versuche aufgenommen worden zur Herstellung von hochwertigen Fliegerbenzinen durch Alkylierung von bei anderen Verfahren anfallenden vorzugsweise gasförmigen paraffinischen mit olefinischen Kohlenwasserstoffen zu stark verzweigten flüssigen Kohlenwasserstoffen. Schon eine oberflächliche Untersuchung der jeweils gebildeten Alkylierungsprodukte läßt erkennen, daß nicht oder zum mindesten nicht nur die theoretisch zu erwartenden Isomeren Kohlenwasserstoffe entstehen. Zur Aufklärung der Reaktionsmechanismen der einzelnen Alkylierungsreaktionen ist aber eine genaue Kenntnis der Reaktionsprodukte unerlässlich. Eine einwandfreie quantitative Trennung und Isolierung der einzelnen Kohlenwasserstoffe durch fraktionierte Destillation erscheint selbst bei Anwendung hochwertiger Spezialkolonnen, die überdies einen beträchtlichen Zeitaufwand und verhältnismäßig großen Produkteinsatz erfordert, in Anbetracht der vielfach ganz nahe beieinander liegenden Siedepunkte der Isomeren so gut wie aussichtslos.

Als einzig gangbarer Weg zur nicht nur qualitativen, sondern annäherungsweise auch hinreichend genauen quantitativen Bestimmung der in den Alkylenen enthaltenen Kohlenwasserstoffe erwies sich die Raman-spektralanalyse, die nur eine sorgfältige Fraktionierung unter weitgehender Anreicherung einzelner Kohlenwasserstoffe in den einzelnen Fraktionen zur Voraussetzung hat. Eine 10-Böden-Kolonne ist für diesen Zweck ausreichend.

Zur Untersuchung gelangten die im Benzinbereich bis 185° liegenden Anteile folgender, mit konzentrierter Schwefelsäure gewonnenen Alkyla-

Gez. G. Wietzel

tes aus

- 1.) Isobutan mit Propylen bei 27°
- 2.) " " n-Buten-2 " 0°
- 3.) " " n-Buten-2 " 20°
- 4.) " " n-Buten-1 " 0°
- 5.) " " Isobuten " 25°

Die Ramanspektren der einzelnen Fraktionen wurden von Dr. Timm und Dr. Thaler aufgenommen und ausgewertet.

Es konnte festgestellt werden, daß neben der Alkylierungsreaktion auch andere Reaktionen und Umlagerungen (Isomerisationen) auftreten, sodaß einerseits theoretisch nicht zu erwartende Kohlenwasserstoffe gebildet werden, andererseits zu erwartende Isomere ausbleiben.

300000229

3
B.A.G

Tarort

2171

-30/4.03

Inhaltsverzeichnis.

Übersicht	Seite 1 - 2
1.) Zielsetzung	" 4 - 5
2.) Ausführung der Untersuchung	" 5 - 6
3.) Theoretisch zu erwartende Kohlenwasserstoffe in den Alkylierungsprodukten (mit Tabelle 1)	" 6 - 7
4.) Alkylat aus Isobutan mit Propylen bei 27° (mit Tabelle 2)	" 7 - 8
5.) Alkylat aus Isobutan mit n-Buten-2 bei 0° (mit Tabelle 3)	" 8 - 10
6.) Alkylat aus Isobutan mit n-Buten-2 bei 20° (mit Tabelle 4)	" 10 - 11
7.) Alkylat aus Isobutan mit n-Buten-1 bei 0° (mit Tabelle 5)	" 11 - 13
8.) Alkylat aus Isobutan mit Isobuten bei 25° (mit Tabelle 6)	" 13 - 14
Zusammenfassung (mit Tabelle 7)	" 15 - 16

Anhang: 5 Kurvenbilder über den Zusammenhang der
Siedeanalysen mit den Ramananalysen gemäß
Tabellen 2 - 6.

1.) Zielsetzung.

Es ist bekannt, daß stark verzweigte paraffinische Kohlenwasserstoffe namentlich auch durch ihre hohe Klopfestigkeit und ihr günstiges thermisches Verhalten - besonders ausgezeichnete Motortreibstoffe darstellen und daher auch als Fliegerbenzine sehr geschätzt sind.

Zur Gewinnung solcher hochverzweigter Paraffinkohlenwasserstoffe ist - nach der Polymerisation von Olefin-Kohlenwasserstoffen zu möglichst niedrig molekularen Verbindungen und deren Hydrierung - als neuer aussichtsreicher Weg die Kupplung eines niedrig molekularen Isoparaffins mit einem Olefin, auch Alkylierung genannt, erkannt worden. Die Ausgangsstoffe sind auch in Deutschland - wenn auch nicht als Naturstoffezugänglich.

Schon vor einiger Zeit wurde bei der Alkylierung von Isobutan mit n-Buten in Gegenwart von konzentrierter Schwefelsäure aus der Siedekurve der dabei gewonnenen Alkylate deutlich erkannt, daß das Alkylierungsbenzin eine Anzahl verschiedener Kohlenwasserstoffe enthalten müßte.

Bei den neuerlich noch sorgfältiger ausgeführten Alkylierungsversuchen, vor allem mit den - wenigstens weitgehend angereicherten - einzelnen Butenen (n-Buten-2, n-Buten-1 und i-Buten), zeigten die Siedekurven nicht nur wiederum das Vorhandensein mehrerer verschiedener Kohlenwasserstoffe an, sondern auch der Verlauf der Kurven für die Alkylate der verschiedenen Butene war deutlich verschieden. Jedoch war aus noch so sorgfältig aufgestellten Siedekurven die Erkennung der einzelnen, bei der Alkylierung sich bildenden Kohlenwasserstoffe, deren Siedepunkte vielfach sehr nahe beieinander liegen, nicht möglich, zumal bei den Siedekurven überdies noch Haltepunkte in nicht zu erwartenden Siedebereichen auftraten, die auf die Bildung theoretisch nicht voraussehbarer Isomere schließen ließen. Eine quantitative Trennung und Isolierung der einzelnen im Alkylat enthaltenen Kohlenwasserstoffe durch fraktionierte Destillation erschien daher selbst bei Anwendung hochwertiger Spezialkolonnen so gut wie aussichtslos.

Ein besserer Weg zur genaueren Erkennung der Reaktionsprodukte, die zur Aufklärung der Reaktionsmechanismen der einzelnen Alkylierungsreaktionen unerlässlich ist, schon in der Ramanspektralanalyse gegeben, da das Ramanspektrum eine ganze Folge von Zahlen über Molekülschwingungen darstellt, die sich ganz unabhängig vom Siedepunkt oder anderen phy-

sikalischen Konstanten für die einzelnen isomeren Kohlenwasserstoffe deutlich von einander abheben. Die von Dr. Timm und Dr. Thaler ausgeführten und gedeuteten Ramananalysen ließen die einzelnen Kohlenwasserstoffe nicht nur qualitativ vollkommen sicher erkennen, sondern ließen auch quantitative Angaben in guten Annäherungswerten zu, die immerhin der Größenordnung nach als richtig angesehen werden können.

2.) Ausführung der Untersuchung.

Die Alkylierungsreaktionen wurden in flüssiger Phase unter Druck mit 98%iger Schwefelsäure als Katalysator ausgeführt, wobei jeweils die für das betreffende Olefin vorher ermittelte, zur Erzielung höchster Ausbeuten günstigste Temperatur angewandt und eine geeignete Durchsatzgeschwindigkeit (100 g Olefin/Ltr. H_2SO_4/h) gewählt wurde. Das Isobutan wurde gegenüber dem Olefin in etwa zehnfachem Überschuß angewandt. Das angewandte Isobutan war 95%ig und enthielt neben Spuren von Propan, Pentan und Amylen noch 4% Butene und 1% n-Butan. Aus dem Alkylierungsprodukt wurde nach Neutralisation und Stabilisierung der über 185° siedende kleine Anteil abgetrennt.

Das bis 185° siedende Alkylierungsbenzin wurde sodann durch fraktionierte Destillation in einer 10-Böden-Kolonnen in einzelne Fraktionen mit engem Siedebereich zerlegt. Die Fraktionierung in der 10-Böden-Kolonnen ermöglicht die Gewinnung von Fraktionen, die keine mehr als $\frac{5}{100}$ unterhalb oder oberhalb der Fraktionssiedegrenzen siedenden Kohlenwasserstoffe enthält. Die Siedebereiche wurden unter Berücksichtigung der Siedepunkte der zu erwartenden Kohlenwasserstoffe sowie auch der unerwartet auftretenden Haltepunkte so gewählt, daß sich jeweils ein einzelner Kohlenwasserstoff anreichern konnte und möglichst nicht mehr als zwei, höchstens drei Kohlenwasserstoffe in der einzelnen Fraktion enthalten waren.

Von den so erhaltenen Fraktionen (6 bis 9 bei einem Alkylierungsbenzin) wurden nun von Dr. Timm und Dr. Thaler die Ramanspektren photographisch aufgenommen und durch Vergleich mit bekannten Spektren qualitativ gedeutet und quantitativ ausgewertet. Bis zu den Oktanen einschließlich sind die Ramanspektren fast sämtlicher Isomere bereits erforscht. Eine Substanz gilt dann als nachgewiesen, wenn man zum mindesten ihre starken Frequenzen in einem Gemisch erkennen kann. Aus der Stärke der Frequenzlinien lassen sich hinlänglich genaue quantitative Angaben über die Zusammensetzung der Fraktionen machen.

In den später folgenden Tabellen (2 - 6) der Untersuchungsergebnisse für die einzelnen Alkylate sind in jeder wagrechten Spalte in der oberen Zahlenreihe die aus der Ramananalyse ermittelten Prozente, in der unteren Reihe die daraus für die Gesamtmenge des Benzins errechneten Prozente angeführt.

Die zu diesen Tabellen gehörigen 5 Kurvenbilder veranschaulichen den Zusammenhang zwischen der Siedeanalyse der Alkylierungsbenzine aus der 10-Böden-Kolonne und der durch die Ramanspektralanalyse gefundenen Zusammensetzung.

3.) Theoretisch zu erwartende Alkylierungsprodukte.

In der folgenden Tabelle 1 sind in übersichtlicher Weise diejenigen isomeren Kohlenwasserstoffe mit Siedepunkt und Oktanzahl angegeben, die sich rein schematisch bei der Alkylierung von Isobutan mit 1.) Propylen, 2.) n-Buten-2, 3.) n-Buten-1, 4.) i-Buten bilden könnten.

Tabelle 1.

<u>1.) Isobutan + Propylen</u>		<u>Siedepunkt:</u>	<u>Oktanzahl:</u>
2,2-Dimethylpentan	$\begin{array}{c} \text{C} \\ \\ \text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C} \\ \\ \text{C} \end{array}$	78,9	93
+ f (2,3) 2,4-Dimethylpentan	$\begin{array}{c} \text{C} \quad \text{C} \\ \quad \\ \text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C} \\ \quad \\ \text{C} \quad \text{C} \end{array}$	80,8	80 - 90
2,2,3-Trimethylbutan ("Triptan")	$\begin{array}{c} \text{C} \\ \\ \text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C} \\ \quad \\ \text{C} \quad \text{C} \end{array}$	80,8	125
2-Methylhexan	$\begin{array}{c} \text{C} \\ \\ \text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C} \\ \\ \text{C} \end{array}$	89,7	64
<hr/>			
<u>2.) Isobutan + n-Buten-2</u>			
2,4-Dimethylhexan	$\begin{array}{c} \text{C} \quad \text{C} \\ \quad \\ \text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C} \\ \quad \\ \text{C} \quad \text{C} \end{array}$	109	
2,2,3-Trimethylpentan	$\begin{array}{c} \text{C} \\ \\ \text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C} \\ \quad \\ \text{C} \quad \text{C} \end{array}$	110,3	101
<hr/>			
<u>3.) Isobutan + n-Buten-1</u>			
2,2-Dimethylhexan	$\begin{array}{c} \text{C} \\ \\ \text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C} \\ \\ \text{C} \end{array}$	107	
2,4-Dimethylhexan	$\begin{array}{c} \text{C} \quad \text{C} \\ \quad \\ \text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C} \\ \quad \\ \text{C} \quad \text{C} \end{array}$	109	85 - 90
2,2,3-Trimethylpentan	$\begin{array}{c} \text{C} \\ \\ \text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C} \\ \quad \\ \text{C} \quad \text{C} \end{array}$	110,3	101
2-Methylheptan	$\begin{array}{c} \text{C} \\ \\ \text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C} \\ \\ \text{C} \end{array}$	117,2	
<hr/>			
<u>4.) Isobutan + Isobuten</u>			
2,2,4-Trimethylpentan	$\begin{array}{c} \text{C} \quad \text{C} \\ \quad \\ \text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C} \\ \\ \text{C} \end{array}$	99,3	100
2,2,3,3-Tetramethylbutan	$\begin{array}{c} \text{C} \quad \text{C} \\ \quad \\ \text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C} \\ \quad \\ \text{C} \quad \text{C} \end{array}$	106,5	130 (?)
2,5-Dimethylhexan	$\begin{array}{c} \text{C} \quad \text{C} \\ \quad \\ \text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{C} \\ \\ \text{C} \end{array}$	109,3	69

300000234

BAG Target

Aus den Siedepunktangaben ist zu ersehen, wie wenig Aussicht eine Feinfraktionierung für die Erkennung oder Bestimmung einzelner Kohlenwasserstoffe bietet.

4.) Alkylat aus Isobutan mit Propylen bei + 27°.

Bei der Schwefelsäure-Alkylierung von Isobutan mit Propylen sind die besten Ergebnisse bei + 27° zu erzielen. Die Gesamt-Alkylat-Ausbeute betrug 244% (Theorie 238%), der bis 185° siedende Benzinanteil 97% des Alkylates. Das Benzin hatte eine Motor-Oktananzahl (MOZ) von 87,5.

Das angewandte Olefin hatte folgende Zusammensetzung (Gasanalyt. Lab. Op.):

C_2H_4	: 0,1	C_3H_8	: 1,1
C_3H_6	: 87,7	C_4H_{10}	: 0,2
C_4H_8	: 7,9	C_5H_{12}	: 0,1
C_5H_{10}	: 2,3		

Über die qualitative und quantitative Zusammensetzung der 8 einzelnen Fraktionen sowie des Gesamtbenzins gibt Tabelle 2 Aufschluß.

Tabelle 2.

Siedepunkte Isoparaffin	Hexan		Heptane		Oktane			C ₉ u. höher	Teil % auf der 10Böden kolonne
	58 2,3-C ₄	80,8 2,4-C ₅	89,7 2,3-C ₅	99,3 2,2,4-C ₅	113,4 2,3,4-C ₅	114,2 2,3,3-C ₅			
bis 78°	40 2,6	60 3,9	-	-	-	-	-	-	6,5
78 - 83	-	100 27	-	-	-	-	-	-	27
83 - 91	-	40 15,5	60 23	-	-	-	-	-	38,5
91 - 98	-	10 0,6	30 1,8	60 3,6	-	-	-	-	6,0
98 - 102	-	-	-	100 1,5	-	-	-	-	1,5
102 - 112	-	-	-	25 1,4	25 1,4	50 2,8	-	-	5,5
112 - 115	-	-	-	-	40 1,2	60 1,8	-	-	3,0
115 - 180	-	-	-	-	-	-	-	9,7	9,7
Gesamt % berechnet auf 100 %	2,6 3 3	47,0 47 72	24,8 25	6,5 7	2,6 3 15	4,6 5		9,7 10 10	97,7 100

An Heptanen sind im ganzen nur 72% im Alkylat enthalten, also weit weniger, als dem Propylengehalt (88%) des angewandten Olefingases entspricht. Von den 4 zu erwartenden Heptanisomeren ist nur das 2,4-Dimethylpentan mit dem hohen Anteil von 47% vertreten, dagegen ist das nicht erwartete 2,3-Dimethylpentan in einer Menge von 25% entstanden, wahrscheinlich durch Wanderung einer Methylgruppe aus primär gebildetem 2,2-Dimethylpentan. (Bei der katalytischen Alkylierung von Isobutan mit Äthylen entsteht ja auch nicht das zu erwartende 2,2-Dimethylbutan ("Neohexan"), sondern das nicht zu erwartende 2,3-Dimethylbutan!) Das theoretisch ebenfalls zu erwartende, wegen seiner hohen Oktanzahl (125) besonders erwünschte 2,2,3-Trimethylbutan ("Triptan") konnte im Alkylat nicht nachgewiesen werden.

Außer den beiden Heptanisomeren wurden noch 15% Oktanisomere (drei Trimethylpentane), also etwa die doppelte Menge als dem Butengehalt des Gases entspricht, gebildet; ferner 3% eines isomeren Hexans (2,3-Dimethylbutan), trotz des Fehlens von Äthylen, das übrigens ohnehin in Gegenwart von Schwefelsäure nicht mit Isobutan reagiert. Schließlich enthielt das Benzin noch 10% Nonane bzw. höher molekulare Kohlenwasserstoffe.

Da die Hauptmenge des Alkylates aus zwei Dimethylpentanen (mit Oktanzahlen 85 und 90) besteht und die höheren Oktanzahlen der Oktanisomeren durch die niedrigeren des Nonananteils wohl ausgeglichen werden, ist es erklärlich, daß die MOZ des Propylen-Alkylates nicht über 90 steigt.

5.) Alkylat aus Isobutan mit n-Buten-2 bei 0°.

Bei der Alkylierung von Isobutan mit Butenen sind rein schematisch je nach der Art des angewandten Butens verschiedene Oktanisomere zu erwarten (vergl. Tabelle 1); nämlich bei Buten-2 nur das 2,4-Dimethylhexan und das 2,2,3-Trimethylpentan, bei Buten-1 neben diesen beiden noch das 2,2-Dimethylhexan und das 2-Methylheptan, bei Isobuten dagegen drei ganz andere Isomere: 2,5-Dimethylhexan, 2,2,4-Trimethylpentan und 2,2,3,3-Tetramethylbutan. Bei Betrachtung der Oktanzahlen der genannten Kohlenwasserstoffe hätte man annehmen können, daß das Isobuten-Alkylat die beste Oktanzahl, das Buten-1 die schlechteste liefern müßte. Tatsächlich ist jedoch mit Buten-2 das klopffesteste Benzin zu gewinnen.

Bei der Schwefelsäure-Alkylierung von Buten-2 (wie Buten-1) hat sich eine Reaktionstemperatur um 0° als am günstigsten erwiesen. In Gesamtalkylat würde dabei die theoretische Ausbeute von 203% erzielt. Der bis 185° siedende Benzanteil betrug 94% des Alkylats und brachte die Motor-Oktanzahl 96.

Das angewandte Olefin hatte folgende Zusammensetzung: 2171 - 3014 C3

C_3H_6	:	5,7 %	C_3H_8	:	0,0%
n- C_4H_{10} -2	:	80 "	}	93,3%	
n- C_4H_{10} -1	:	8,8 "			
i- C_4H_{10}	:	4,5 "			

Eine Übersicht über die qualitative und quantitative Zusammensetzung der 6 einzelnen Fraktionen und des Gesamtbenzins ist in Tabelle 3 gegeben.

Tabelle 3

Siedepunkte Isoparaffin	Heptane		Oktane			9 und höhere KW	Teil % auf der 10-Bö- denko- lonne	Moto OZ der Frac- tion
	78,9 2,2-C ₅	80,8 2,4-C ₅	99,3 2,2,4-C ₅	113,4 2,3,4-C ₅	114,2 2,3,3-C ₅			
53 - 98	40 3,5	40 3,5	20 1,7	-	-	-	8,7	93,5
98 - 102	3 0,6	5 1	92 20,4	-	-	-	22	99,5
102 - 108	-	-	50 2	25 1	25 1	-	4	96,0
108 - 112	-	-	20 1,4	40 2,8	40 2,8	-	7	94,7
112 - 115	-	-	-	50 22,2	50 22,3	-	44,5	96
115 - 185	-	-	-	30 2,4	30 2,4	40 3,2	8	91
Gesamt %	4,1	4,5	25,5	28,4	28,5	3,2	94,2	96
berechnet auf 100 %	4,5	5	27	30	30	3,5	100,0	
		9,5		87		3,5		

An Oktanen sind im ganzen 87% gebildet worden und zwar nur drei nicht zu erwartende Trimethylpentane in etwa gleicher Menge: 2,2,4-, 2,3,3- und 2,3,4-Trimethylpentan. Das 4. und letzte, theoretisch gerade erwartete Trimethylpentan (2,2,3-) konnte ebenso wenig nachgewiesen werden, wie das ebenfalls erwartete 2,4-Dimethylhexan.

Außer den Oktanen enthielt das Alkylat noch 2 auch theoretisch zu erwartende isomere Heptane in einer Menge von zusammen 10% (etwas mehr als dem Propylengehalt des Gases entspricht) und nur 3,5% Nonane.

Der hohe Prozentsatz an Trimethylpentanen (87%) im Alkylat und der hier besonders geringe Anteil (3,5%) an weniger klopfesten höher siedenden Kohlenwasserstoffen (Nonanen etc.) macht die gefundene hohe Oktanzahl erklärlich.

In der letzten senkrechten Spalte der Tabelle 3 sind auch die Motor-Oktanzahlen der einzelnen Fraktionen angegeben. Die zweite Fraktion ($98 - 102^{\circ}$), die 92% 2,2,4-Trimethylpentan (OZ = 100) enthält, zeigt die höchste MOZ von 99,5. In den beiden nächsten Fraktionen mit abnehmendem "Isoktan"-Gehalt (50%, 20%) ist ein entsprechendes Absinken der MOZ zu beobachten. Aus Zusammensetzung und Oktanzahl der beiden letzten Fraktionen ist zu schließen, daß die Oktanzahl der im Alkylat vorkommenden Nonane nicht weit über 80 liegt.

6.) Alkylat aus Isobutan mit n-Buten-2 bei $+ 20^{\circ}$.

Die Erhöhung der Reaktionstemperatur auf 20° bei der Alkylierung von Isobutan mit Buten-2 führt im Vergleich zu dem bei der optimalen Temperatur von 0° unter sonst gleichen Bedingungen durchgeführten Versuch zu einem beträchtlich abweichenden Ergebnis.

Die Gesamtausbeute an Alkylat (bezogen auf Olefin) betrug hier nur 164%, blieb also um 40% hinter der theoretischen Ausbeute (wie sie bei 0° erhalten wurde) zurück. Der bis 185° siedende Benzinanteil betrug zwar 95% des Gesamtalkylates, enthält jedoch 10% über dem Siedebereich der Oktane liegende Kohlenwasserstoffe (bei 0° nur 3%) und zeigte eine Motor-Oktanzahl von nur 92 (96 bei 0°).

Aus der in Tabelle 4 gegebenen Übersicht ist folgendes zu entnehmen: Die Gesamtmenge an Oktanen (83%) ist geringer als bei 0° (87%). Auch hier treten (ebenso wie bei 0°) die beiden zu erwartenden Oktanisomeren nämlich 2,4-Dimethylhexan und 2,2,3-Trimethylpentan, nicht auf, sondern ebenfalls nur die drei anderen Trimethylpentane, jedoch im Mengenverhältnis von den bei 0° erhaltenen stark unterschieden. Im Alkylat konnte hier auch das Vorhandensein des nicht zu erwartenden 3-Methylheptan in geringer Menge nachgewiesen werden.

An Heptanen entstand nur das - gemäß dem Propylen-Gehalt des angewandten Olefingases - nach Art und Menge (7%) zu erwartende 2,4-Dimethylheptan, dagegen kein 2,2-Dimethylpentan wie bei 0° .

Der in diesem Alkylat gefundene verhältnismäßig hohe Anteil an höhersiedenden Kohlenwasserstoffen (10%) ist sicherlich der Hauptgrund für die gegenüber dem 0°-Alkylat um 4 Einheiten gesenkte Oktanzahl.

Tabelle 4

Siedepunkte Isoparaffin	Heptan	Oktane				C ₉ und höher	Teil % auf der 10-Böden- kolonne
	80,3 2,4-C ₅	99,3 2,2,4-C ₅	113,4 2,3,4-C ₅	114,2 2,3,3-C ₅	119 3-C ₇		
- 98°	50 6	50 6	-	-	-	-	12
98 - 102	-	100 23,2	-	-	-	-	23,2
102 - 108	-	95 5,7	5 0,3	-	-	-	6
108 - 112	-	20 1,9	40 3,7	40 3,8	-	-	9,4
112 - 115	-	-	40 10,8	60 16,2	-	-	27
115 - 185	-	-	-	20 2,2	vor- han- den	80 8,8	11
Gesamt %	6	36,8	14,8	22,2		8,8	88,6
berechnet auf 100%	7	41,5	16,5	25		10	100
	7			83		10	

7.) Alkylat aus Isobutan mit n-Buten-1 bei 0°.

Bei der Alkylierung von Isobutan mit Buten-1 bei 0° wurde in theoretischer Ausbeute (202%) ein Alkylat erhalten, dessen Benzinanteil 92% der Gesamtausbeute betrug und eine Motor-Oktanzahl von 93,5 aufwies.

Das angewandte Olefin hatte folgende Zusammensetzung:

C ₃ H ₆ : 0,1 %	} 97 %	C ₃ H ₈ : Spuren
n-C ₄ H ₈ -1: 84 "		C ₄ H ₁₀ : 2,3% (meist iso-)
n-C ₄ H ₈ -2: 12 "		
i-C ₄ H ₈ : 1 "		
C ₅ H ₁₀ : 0,5 "		C ₅ H ₁₂ : Spuren

Die qualitative und quantitative Zusammensetzung der 7 einzelnen Fraktionen sowie des Gesamtbenzins ist in Tabelle 5 angegeben.

Tabelle 5

Siedepunkte Isoparaffin	Heptan		Oktane			C ₉ und höher	Teil % auf der 10-Büde kolonne
	80,8 2,4-C ₅	99,3 2,2,4-C ₅	109 2,5-C ₆	113,4 2,3,4-C ₅	114,2 2,3,3-C ₅		
- 98	30 5,3	70 12,4	—	—	—	—	17,7
98 - 102	—	100 16,5	—	—	—	—	16,5
102 - 108	—	66 2,5	—	17 0,6	17 0,6	—	3,7
108 - 112	—	—	33 4	33 4	33 4,1	—	12,1
112 - 115	—	—	—	30 8,9	70 20,7	—	29,6
115 - 122	—	—	—	10 0,8	40 3,2	50 4,6	8,0
122 - 185	—	—	—	—	—	100 10	10,0
Gesamt %	5,3	31,4	4	14,3	28,6	14	97,6
berechnet auf 100%	5,5	32	4	15	29	14,5	100
	5,5		80			14,5	

An Oktanen wurden insgesamt nur 80% (7% weniger als bei Buten-2 und -2^o) gebildet. Von den vier zu erwartenden Oktanisomeren wurde kein einziges aufgefunden, vielmehr entstanden vorzugsweise dieselben drei Trimethylpentane wie bei Buten-2, jedoch in weit geringerer Menge (76% statt 87%) und auch im Mengenverhältnis unterschieden. Zum ersten Male tritt hier mit 4% das (nur bei *i*-Buten zu erwartende) 2,5-Dimethylhexan auf. Die Heptane sind nur durch das 2,4-Dimethylpentan mit 5% vertreten, dessen Bildung hier jedoch nicht durch das Vorhandensein entsprechender Mengen von Propylen im Ausgangsgas (0,1%) zu erklären ist.

Bemerkenswert ist hier der besonders hohe Anteil an Nonanen (15%; bei Buten-2 nur 3%), der wohl in erster Linie für die Senkung der Oktanzahl (93,5 gegenüber 96) verantwortlich ist.

8.) Alkylat aus Isobutan und Isobuten bei 25°.

Die Alkylierung von Isobutan mit Isobuten wurde bei der zur Erzielung der besten Ausbeute günstigsten Temperatur von 25° durchgeführt. Die Gesamtausbeute an Alkylat (bezogen auf Olefin) betrug hierbei nur 186% (theor. 204%), der bis 185° übergehende Benzinanteil 160% oder 86% des Gesamtalkylates. Sowohl die niedrige Gesamtausbeute wie auch der verhältnismäßig niedere Benzinanteil ist durch die gegenüber den n-Butenen starke Neigung des Isobutens zur Polymerisation durchaus erklärlich. Die Motor-Oktanzahl hat von allen Buten-Alkylaten den niedrigsten Wert von 91.

Das angewandte Olefin hatte folgende Zusammensetzung:

C_3H_6	:	1,6 %	C_3H_8	:	2,1 %
i- C_4H_8	:	95,6 "	C_4H_{10}	:	1,4 "
n- C_4H_8	:	1,3 "			

Die qualitative und quantitative Zusammensetzung der 9 Fraktionen sowie des Gesamtbenzins ist aus Tabelle 6 ersichtlich.

An Oktanen sind im ganzen nur 78% im Alkylatbenzin enthalten, also weit weniger, als dem Butengehalt (97%) des Olefingases entspricht. Von den drei zu erwartenden Oktanisomeren ist das 2,2,4-Trimethylpentan ("Isoktan") mit 36,5%, das 2,5-Dimethylhexan nur mit 3,5% vertreten, während das 2,2,3,3-Tetramethylbutan überhaupt nicht nachzuweisen war. Dagegen wurden auch hier wieder - wie bei den n-Buten-Alkylaten - beträchtliche Mengen der beiden nicht zu erwartenden Trimethylpentane (2,3,3- und 2,3,4-) sowie in geringerer Menge auch 2- und 3-Methylheptan gefunden.

Außer den Oktanen wurden noch 10% isomere Heptane (durch den Propylgehalt des Gases nicht begründet), sowie 5% Hexane und 7% Nonane gebildet.

Der verhältnismäßig geringen Menge von nur 67% Trimethylpentanen (bei n-Buten-2 sind es 87%) und der entsprechend größeren Menge weniger klopffester "Nebenprodukte" ist die niedrige Oktanzahl zuzuschreiben.

Tabelle 6

Siedepunkte Isoparaffin	Hexan	Heptane		Oktane					C ₉ und höher	Teil % auf der 10-BB- denkolonne	
	58 2,3 - C ₄	80,8 2,4 - C ₅	89,7 2,3 - C ₅	99,3 2,2,4 - C ₅	109 2,5 - C ₆	113,4 2,3,4 - C ₅	114,2 2,3,3 - C ₅	118 2 - C ₇			119 3 - C ₇
bis 78	70 5	30 2									7,0
78 - 83		100, 2,4									2,4
83 - 91		70 3	30 1								4,0
91 - 98			10 1	90 7,5							8,5
98 - 102				100 22,7							22,7
102 - 108				90 3,6		10 0,5					4,1
108 - 112					33 3,2	33 3,2	33 3,2				9,5
112 - 115						20 6,5	60 16	10 2,3			21,8
115 - 185							10 1,5	40 5		50 6,5	13,0
Gesamt %	5	7,4 2		33,8	3,2	10,2	17,7		7,3	6,5	93
berechnet auf 100%	5	8 2		36,5	3,5	11	19		8	7	100
	5	10				78				7	

Zusammenfassung.

Die bei der Alkylierung von Isobutan mit Propylen und den verschiedenen Butenen mit Schwefelsäure als Katalysator bei den optimalen Temperaturen erhaltenen Alkylierungsbenzine (Siedebereich bis 185°) wurden in einer 10-Büden-Kolonne der fraktionierten Destillation derart unterworfen, daß sich einzelne Kohlenwasserstoffe in den Fraktionen weitgehend anreichern konnten.

Von den einzelnen Fraktionen wurden bei Dr. Timm und Dr. Thaler die Ramanpektren aufgenommen und qualitativ und quantitativ ausgewertet.

In der folgenden Tabelle sind - nach Umrechnung der Fraktionswerte auf die Gesamtbenzinmenge - die Gehalte der einzelnen Alkylierungsbenzine an den verschiedenen isomeren Kohlenwasserstoffen zusammengestellt. Die +Zeichen sind ein Hinweis auf die theoretisch mögliche Bildung der einzelnen isomeren Kohlenwasserstoffe bei der Alkylierung der jeweils angewendeten Reaktionsteilnehmer.

Tabelle 7

		i-Butan Prepen	i-Butan n-Buten-2	i-Butan n-Buten-2	i-Butan n-Buten-1	i-Butan i-Buten
Reakt.-Temperatur		+ 27°	0°	+ 20°	0°	+ 25°
Ges.-Ausb. (% v. Olefin)		244%	203%	164%	202%	186%
Benzin-Anteil (% v. Ges.)		97%	94%	95%	92%	86%
Motoroktanzahl (MOZ)		87,5	96	92	93,5	91
C ₇ 2,3-Dimethylbutan OZ = 94		3				5
2-Methylhexan	64	+				
2,2-Dimethylpentan	93	+	5			
2,3-"	90		25			2
2,3,3-"	85	+	47	5	7	5
2,2,3-Trimethylbutan	125	+				8
2-Methylheptan					+	
3-"	30			vorh.		8
2,2-Dimethylhexan					+	
2,4-"	85		+	+	+	
2,5-"	69				4	+ 3
2,2,3-Trimethylpentan	101		+	+	+	
2,2,4-"	130		7	27	42	32
2,3,3-"			5	30	25	29
2,3,4-"	95		3	30	16	15
2,2,3,3-Tetramethylbutan	130					11
C ₉ Nonane (u. höhere)						+
		10	3	10	15	7

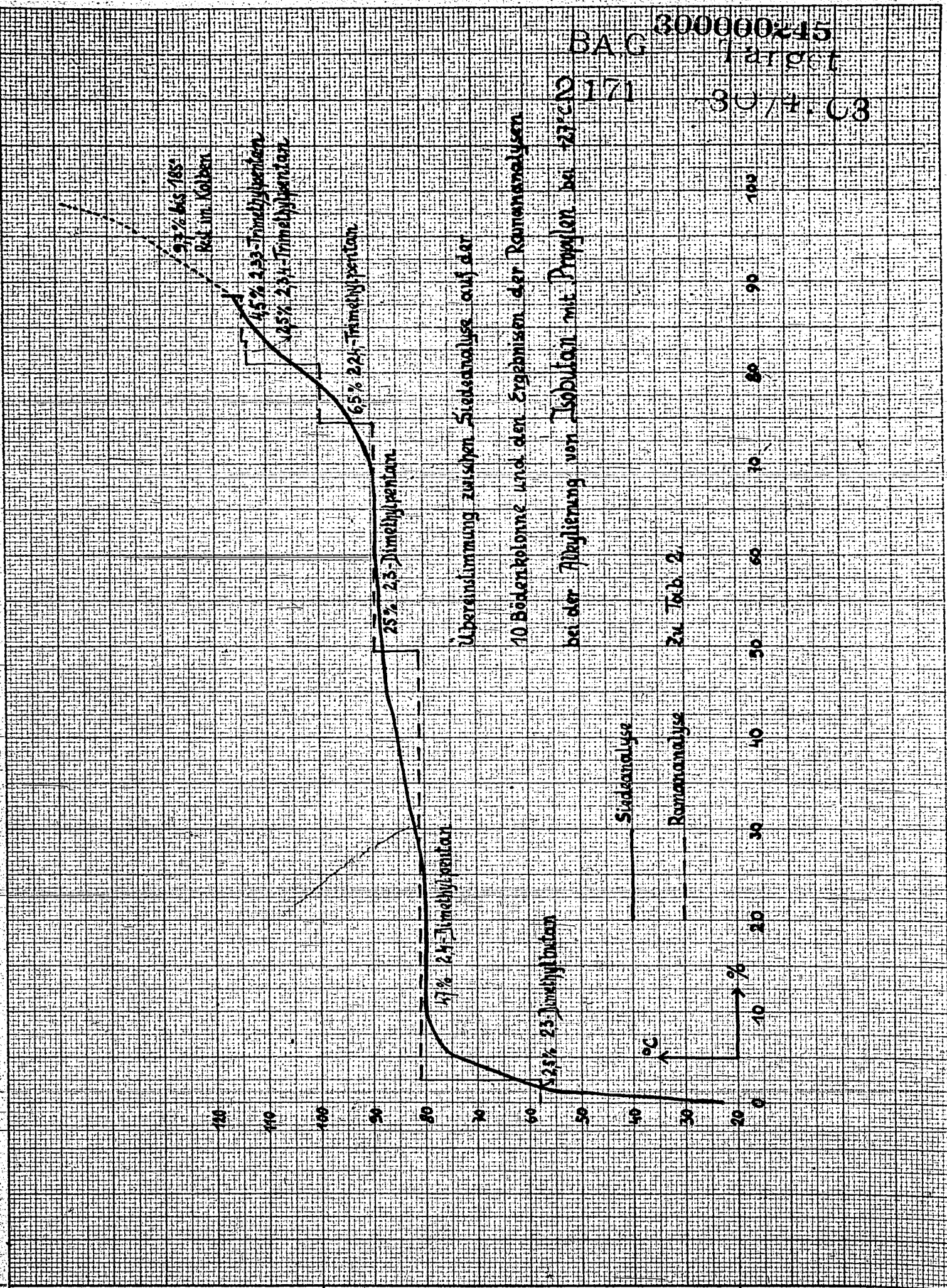
Aus den Angaben vorstehender Tabelle sind an wichtigen Ergebnissen hervorzuheben:

- 1.) Bei der Alkylierung von Isobutan/Propen mit H_2SO_4 entsteht das zu erwartende, besonders hochwertige Trimethylbutan ("Triptan") nicht.
- 2.) Bei der Alkylierung von Isobutan mit n-Butenen werden nicht die erwarteten Isooktane, sondern vorzugsweise die 3 nicht zu erwartenden Trimethylpentane gebildet.
- 3.) Von den Alkylierungsbenzinen aus Isobutan und Butenen wird die höchste Oktanzahl mit n-Buten-2 (MOZ = 96), eine mittlere mit n-Buten-1 (MOZ = 93,5) und die niedrigste mit i-Buten (MOZ = 91) erhalten.
- 4.) Erhöhung der Reaktionstemperatur (auf 20°) bewirkt bei n-Buten-2 nicht nur eine starke Erniedrigung der Ausbeute, sondern auch der Oktanzahl.
- 5.) Isobuten ist bezüglich Ausbeute, Benzinanteil und Oktanzahl gegenüber n-Buten deutlich im Nachteil.

Jannek

MA

Die dem vorstehenden Bericht zugrunde liegenden Versuchsarbeiten wurden in der Zeit vom Oktober 1940 bis Februar 1941 in der Gruppe Dr. Jannek ausgeführt. An der Abfassung des Berichtes ist Dr. Jannek mitbeteiligt.



Übereinstimmung zwischen Siedeanalyse auf der

10 Bödenkolonne und den Ergebnissen der Ramananalysen

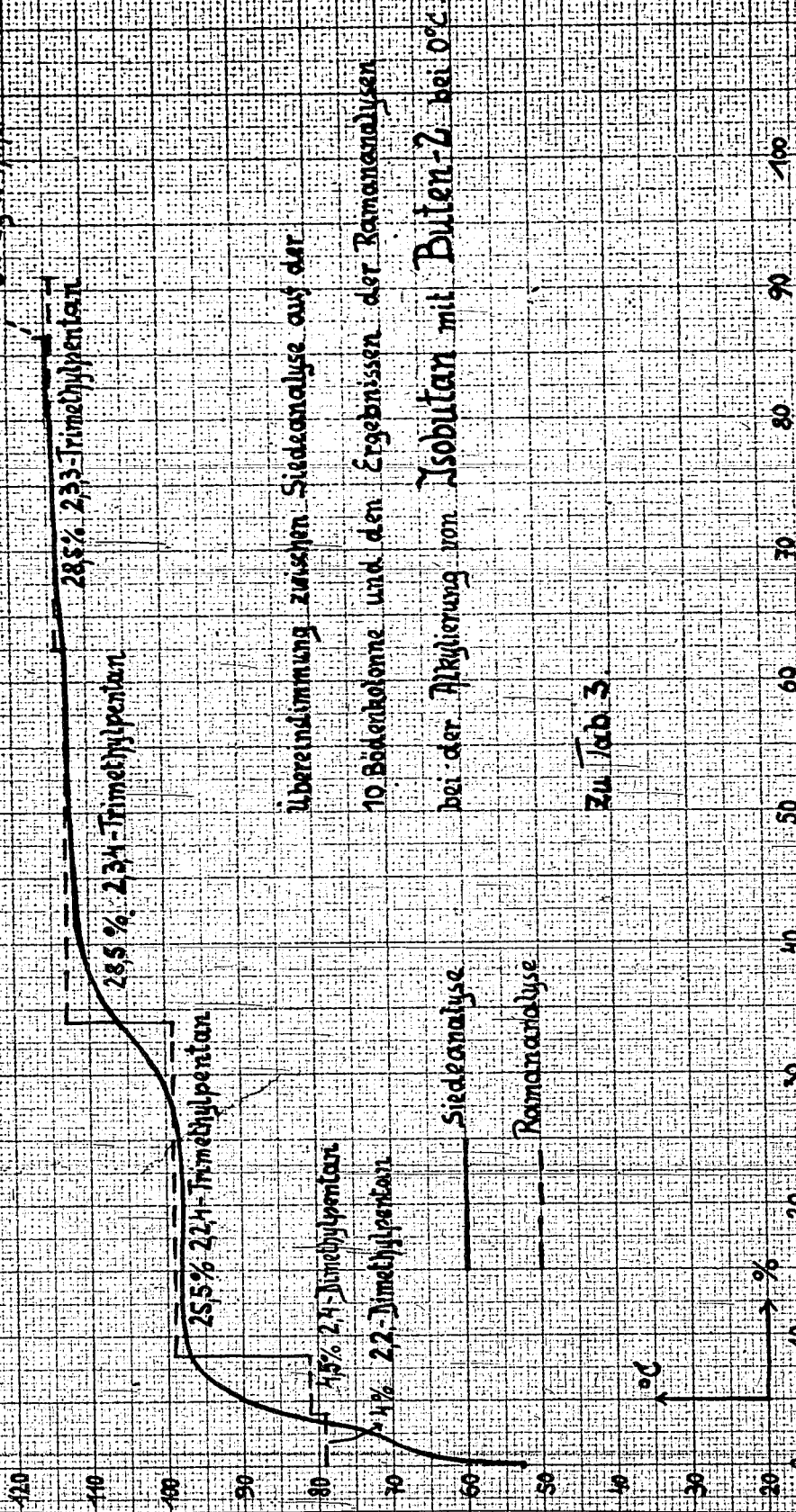
bei der Ableitung von Isobutan mit Propylen bei 27°C

Zu Tab. 2.

Siedeanalyse

Ramananalyse

Rest 8 % bis 10%
im Kolben
3% Sg. u. höher



Übereinstimmung zwischen Siedeanalyse aus der
10. Bodenkolonne und den Ergebnissen der Ramananalysen
bei der Abkühlung von Isobutan mit C_2H_6 bei 0°C

Zu Tab. 3.

Siedeanalyse
Ramananalyse

Rest 11% distilliert
im Kolben

22,2% 2,3,3-Trimethylpentan
59% C₉ und höher

14,8% 2,3,4-Trimethylpentan

36,8% 2,2,4-Trimethylpentan

6% 2,4-Dimethylpentan

Übereinstimmung zwischen Siedeanalyse auf der

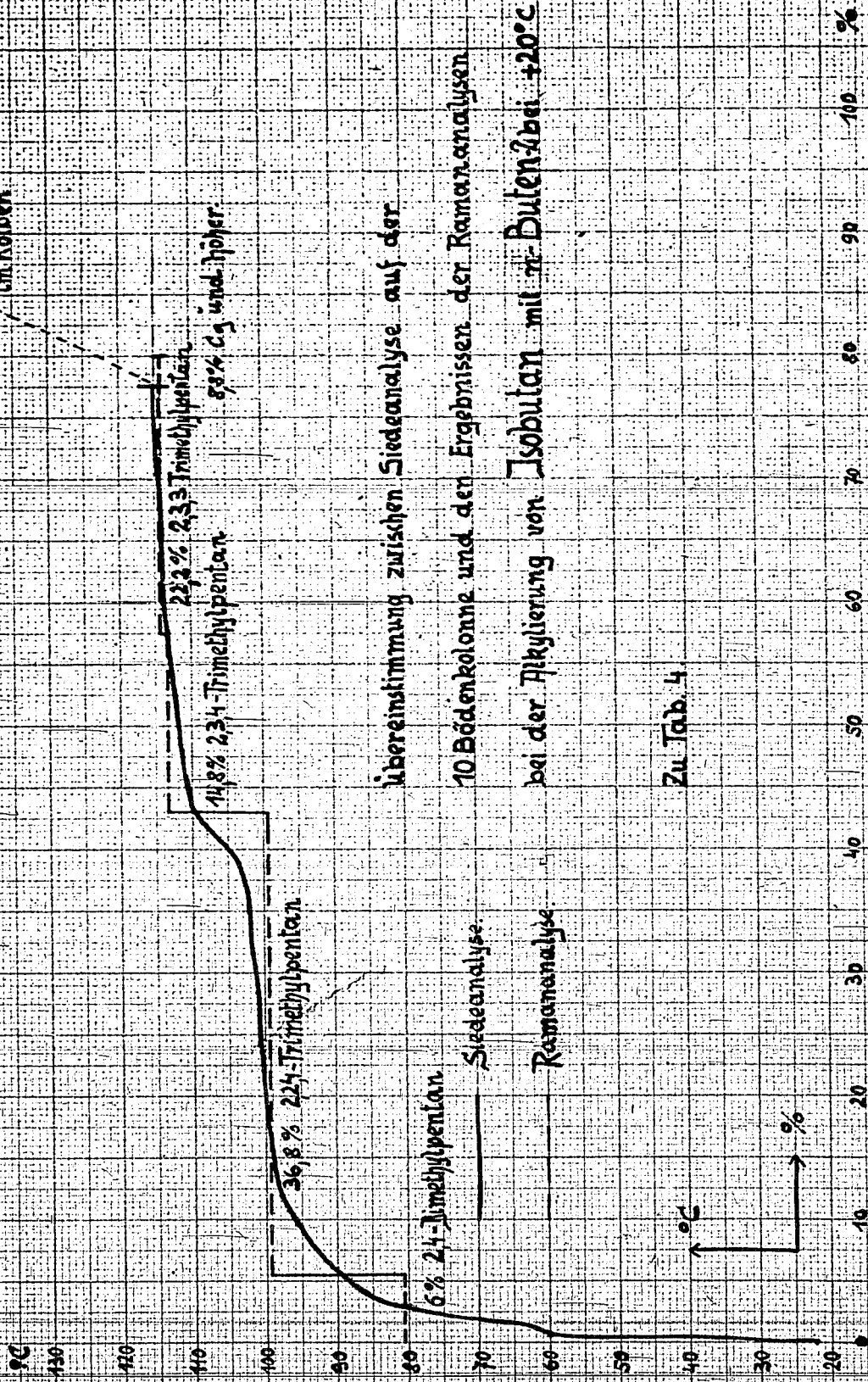
10-Bödenkolonne und den Ergebnissen der Ramananalysen

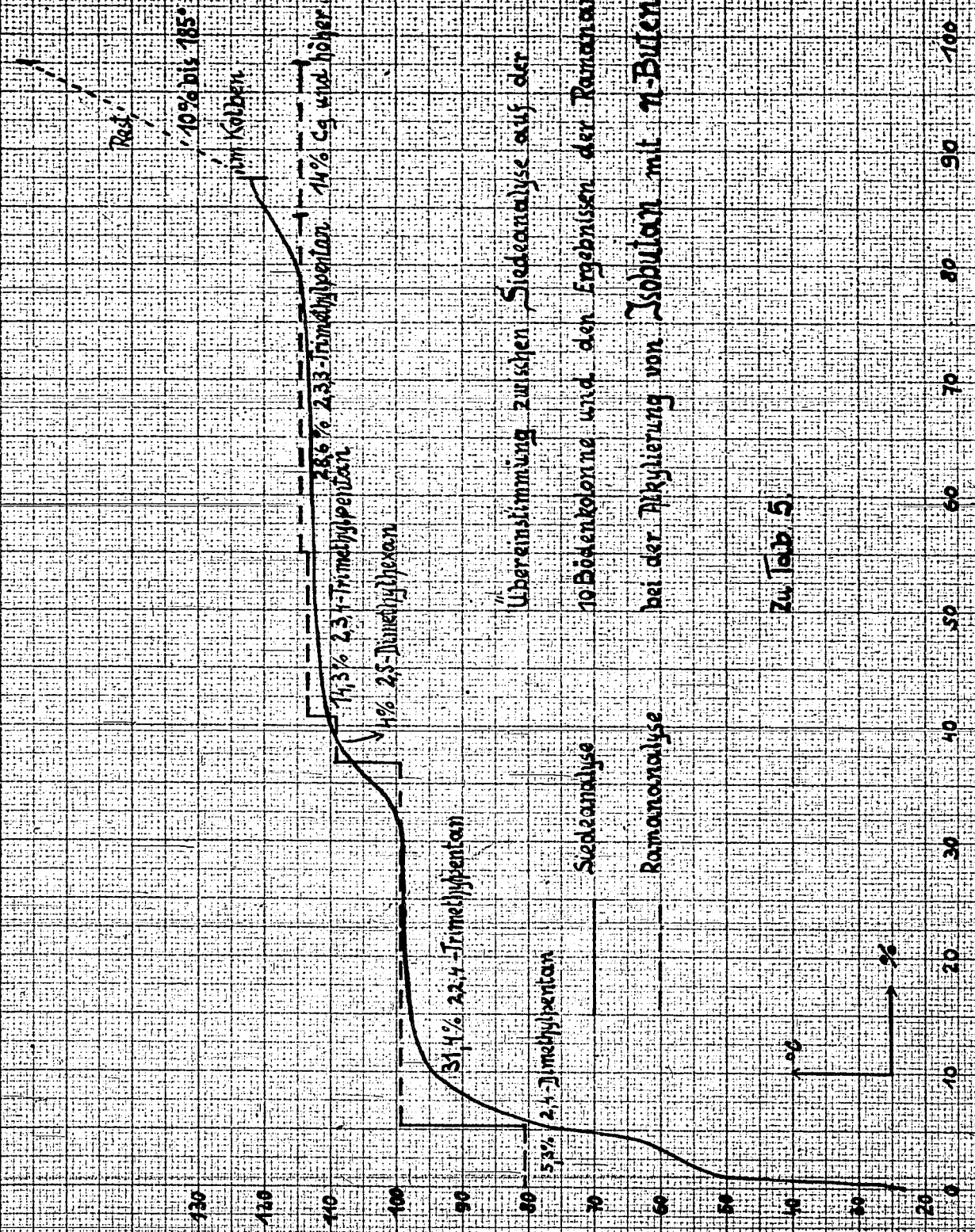
bei der Fraktionierung von Isobutan mit n-Buten bei +20°C.

Zu Tab. 4

Siedeanalyse

Ramananalyse





Rest: 13% bis 155°
im Kolben

73% 2-4,3-Methylpentan
65% C₉ u. höher

3% 2,5-Dimethylhexan
17% 2,3,3-Trimethylpentan
10% 2,3,4-Trimethylpentan

34% 2,2,4-Trimethylpentan

2% 2,3-Dimethylpentan

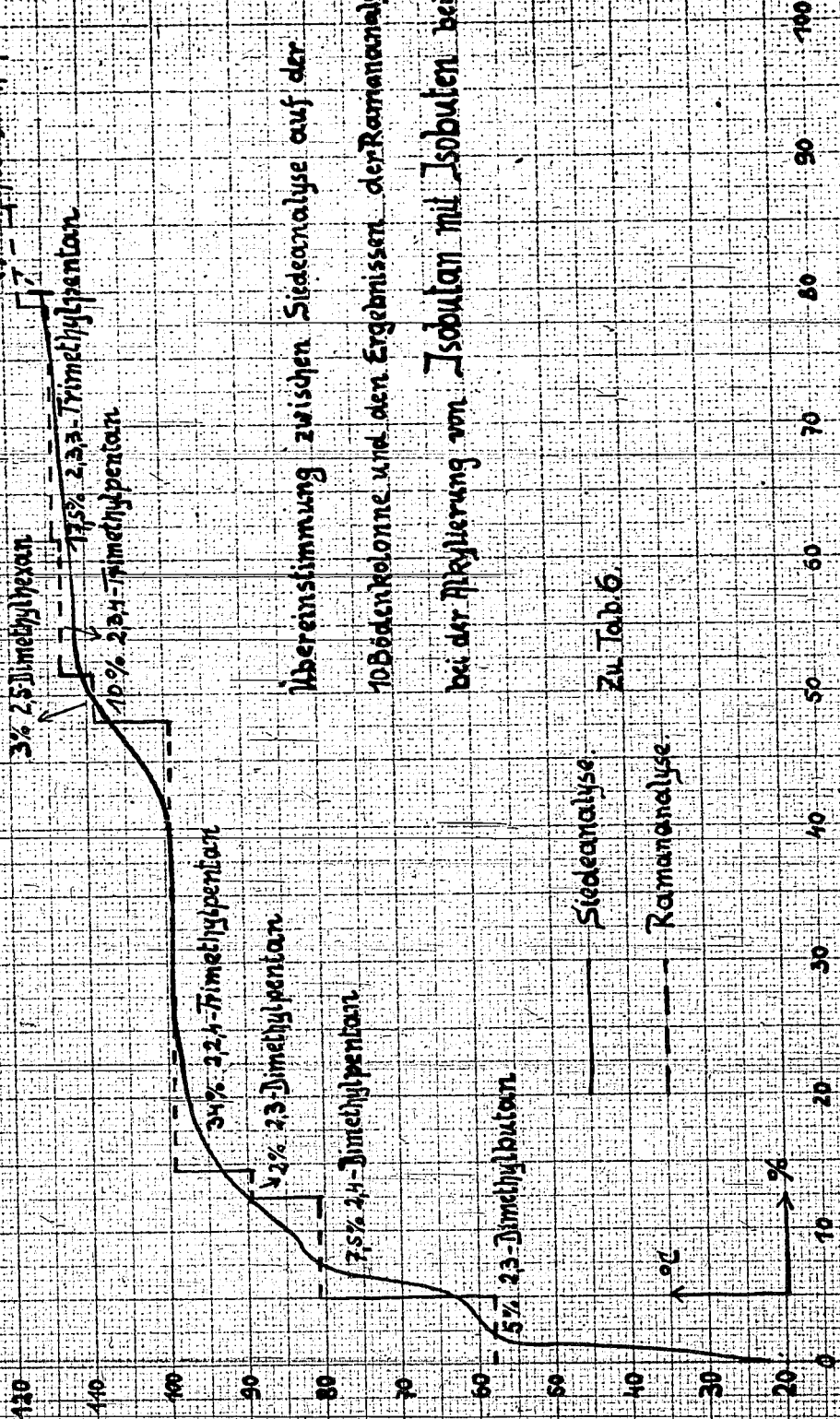
7,5% 2,4-Dimethylpentan

5% 2,3-Dimethylbutan

Übereinstimmung zwischen Siedeanalyse auf der
10-Bodenkolonne und den Ergebnissen der Ramananalyse
bei der Messung von Isobutan mit Isobutan bei +25°C

Zu Tab. 6.

Siedeanalyse
Ramananalyse



Apparatur.

Siehe Zeichnung.

Als Kontaktofen diene ein in einem elektrisch beheizten Ölbad befindliches Druckrohr von etwa 300 cm³ Fassungsvermögen.

Als Vorheizer diene ein ebensolches Rohr mit etwas geringerem Fassungsvermögen. Zusätzlich wurde das Zuleitungsrohr zum Vorwärmer elektrisch beheizt.

Da schon die ersten Versuche ergaben, daß von allen Aluminiumchlorid-haltigen Kontakten bei den Versuchsverhältnissen viel Aluminiumchlorid abdestilliert und sich dann an den Entspannungsventilen absetzt, so daß diese nach kurzer Zeit verstopft werden, wurde vor das Entspannungsventil ein mit aktiver Tonerde beschickter und mit Dampf beheizter Abscheider eingelegt. Dieser Abscheider wurde mit γ -Al₂O₃, das nur bei 100 - 200° getrocknet war und daher noch Wasser enthielt, zur Abscheidung und Zersetzung des AlCl₃ beschickt.

Vorversuche.

Vorversuche ergaben, daß zur Durchführung der Versuche sehr weitgehend von ungesättigten Verbindungen gereinigtes Butan erforderlich ist. Schon sehr geringe Mengen Olefine verschmieren die Kontakte rasch und verwischen die Ergebnisse.

Es wurde daher das Butan durch Wäsche mit 96 % Schwefelsäure und anschließende Entfernung der hierbei gebildeten schwefligen Säure in Kalitürmen gereinigt.

Eine weitere Frage war die sichere Feststellung geringster Mengen Olefine. Hier half eine von Dr. Klein ausgearbeitete Methode. Die Proben wurden mit Kohlensäure ausgefroren und bei - 50 bis - 60° mit $\frac{n}{2}$ -Brom in Tetrachlorkohlenstoff titriert. Mit dieser Methode konnten noch etwa 0,01 % Olefine im Versuchsgas bestimmt werden.

Vorversuche mit gereinigtem Gas ergaben weiterhin, daß bei 100° Kontakttemperatur erhebliche Umwandlung von n-Butan in Propan und Pentan stattfindet. (Journal-Auszug 265 vom 9.5.42.)

Deswegen wurde die Versuchstemperatur auf höchstens 95 - 96° ermäßigt. Bei dieser Temperatur ist die Bildung von Nebenprodukten mäßig und die Isomerisierungsgeschwindigkeit praktisch nicht geringer als bei 100°.

Untersuchung der Produkte.

Die Prüfung der Versuchsgase und der Produkte auf ihren Gehalt an n- und iso-Butan erfolgte durch Messung der Absorption in Ultrarot. (Betriebskontr. Op. Dr. Luft.) Die Messungen sind etwa auf 2 - 3 % genau. Da aber bei der Probenahme und bei der Einfüllung in die Meßräume leicht Fremdgas in das zu untersuchende Gas kommt, wurden die Angaben jeweils auf 100 % Gesamt-Butan umgerechnet.

Die Gasanalysen wurden mit größeren Mengen (3 - 6 Ltr. Gas) an Leunakolonnen im Analyt.Labor. Op. durchgeführt. Leider mußte die Zahl dieser Bestimmungen sehr beschränkt werden, da die vorhandenen Apparaturen stark belastet waren.

Die Durchsätze an Butan und Salzsäure wurden an Strömungsmanometern gemessen und hinter der Apparatur nochmals beim Butan durch Ausfrieren und bei der Salzsäure durch Titration mit $\frac{n}{2}$ NaOH kontrolliert.

Die im Bericht genannten Durchsätze an Butan beziehen sich auf flüssiges Butan bei 0°C. D.O,6.

Versuche mit Aluminiumchlorid ohne Träger.

Versuch 1.

Kontakt: Ein Muster stückiges AlCl₃ Marke TH der Aluminiumchlorid-Fabr. Ludwigshafen. 200 cm³ = 195 g.

Durchsatz Butan: 0,5 = ca. 100 cm³/Std. (fl. 0°C) = ca. 1 Mol/Std.

HCl-Zusatz: ca. 2 Mol % Versuchsdruck ca. 14 kg/cm².

Ofentemperatur (im oberen Kontaktteil gemessen): 95 - 96°C.

Olefingehalt des Versuchsbutans: Unter 0,05 %.

Gehalt an Iso-Butan ca. 5 %.

Ergebnis:

Nach Tag.	Ultrarot Analyse d. Produktes % i-C ₄ H ₁₀ n-Butan
1.	49
2.	53
6.	51
10.	50
20.	50
25.	50
30.	40

BAG Target
2,11 - 30/4.03

Gasanalysen des Versuchsgases und des Produktes nach ca. 6 Tagen.

Es wurden je 2 Muster von ca. 3 und 8 Ltr. durch Destillation an der Leunakolonne analysiert. (Analyt. Labor.)

	I. Versuchsgas		II. Produkt	
	Muster A	Muster B	Muster A	Muster B
C ₃ KW	1,8 %	1,8 %	2,2 %	2,0
C ₄ "	96,7 "	96,7 "	95,7 "	95,8
C ₅ "	1,5 "	1,5 "	2,1 "	2,2

Das Versuchsgas enthielt ca. 5 % i-Butan.

In den ersten 30 Tagen des Versuches wurden also durchschnittlich 40 - 45 % i-Butan aus n-Butan erzeugt.

Beschaffenheit des ausgebrachten Kontaktes.

Der Versuch wurde nach 32 Tagen abgebrochen. Die Kristallstücke des Kontaktes waren außen von einer dünnen Schmierschicht überzogen, innen aber völlig fest und wohl erhalten. Ausgebracht wurden ca. 96 g. Der Verlust beträgt also etwa 50 %. Im Ofen befand sich außerdem etwas Schmiere. (Schmelze von AlCl₃ mit Öl.)

BAG Target
2,11 - 30/4.03

Isomerisierung von normal-Butan am Aluminiumchlorid und Aluminiumchlorid-haltigen Kontakten.

Übersicht:

Bei der Herstellung hochwertiger Benzine aus Butan, sei es durch Alkylierung oder nach anderen Verfahren, wird Isobutan benötigt. Die Umwandlung von n-Butan, das in größerem Ausmaße zur Verfügung steht als Isobutan, ist daher ein wichtiger Verfahrensschritt. Wir haben aus diesem Grunde den Prozeß näher untersucht, und zwar unter Verwendung fester aluminiumchloridhaltiger Kontakte. Es wurde gefunden, daß diese mit Erfolg verwendet werden können, sofern die Voraussetzung erfüllt ist, daß das angewandte Butan olefinfrei ist.

BAG Target
2/11 - 30/4.03

- 5 -

30000054

Zusammenfassung des Versuchsergebnisses.

In 32 Tagen wurden ca. 79 Ltr. = 47,5 kg Butan durchgesetzt. Erzeugt wurden ca. 40 % i-Butan = 19 kg. Verbraucht wurden ca. 100 g AlCl_3 = ca. 0,6 %, gerechnet auf erzeugtes i-Butan. Nach der Gasanalyse beträgt der Verlust durch Nebenproduktbildung (C_3 und C_5 KW) bei einem Durchsatz etwa 1 %. Das heißt, der Verlust durch Nebenprodukterzeugung dürfte etwa 2 - 2,5 % betragen.

Zu erwähnen ist noch, daß ein solches Resultat nur mit sehr reinem n-Butan, das insbesondere nur höchstens winzigste Spuren Olefine enthält, zu erreichen ist. Olefinhaltige Gase erzeugen bald Schmierer, die mit dem Chlorid bei Ofentemperatur Schmelzen bilden. Hierdurch wird der Kontakt bald verbraucht. Ganz reines Butan reagiert bei der Versuchstemperatur mit reinem (subl.) Aluminiumchlorid ohne Bildung von Schmierer, wie weitere Versuche mit vorgeschalteter Vorreinigung des Gases durch AlCl_3 zeigten. (Siehe Versuch 5.)

Ferner ist es erforderlich, reines (subl.) AlCl_3 zu verwenden. Mit rohem Aluminiumchlorid (Marke K von Lu.) unternommene Versuche ergaben bei sonst gleichen Bedingungen wie Vers. 1 nicht nur schnelles Weichwerden des Kontaktes, sondern auch viel stärkere Bildung von C_3 und C_5 Kohlenwasserstoffen. Die Aktivität dieser Kontakte sank verhältnismäßig schnell ab.

Nach unseren Versuchen steigen die Verluste durch Nebenprodukterzeugung rapide, wenn die Temperaturen im Kontakt 95 - 96° erheblich übersteigen. Bei 100° sind Verluste von etwa 4 - 5 % zu erwarten.

Das Ergebnis des Versuches 1) wurde durch einen halbtechnischen Versuch ergänzt. Es wurden bei ca. 40 Ltr. Kontakt (AlCl_3 subl. Spezial-Körnung Lu = ca. 50 kg AlCl_3) ca. 20 Ltr. = 12 kg Butan i.d. Std. durchgesetzt. Leider war es nicht möglich, ein völlig olefinfreies Butan zu verwenden. Das Versuchsgas enthielt ca. 0,1 - 0,2 % Olefine.

Trotzdem konnte während 800 Std. mit etwa 40 % Umsatz gefahren werden. Der nach 800 Std. ausgebrachte Kontakt war zum erheblichen Teil weich und geschmolzen. Auch dieser Versuch zeigte eindringlich die Notwendigkeit einer sorgfältigen Vorreinigung des Butans.

Zur Klärung der Frage, wie sich gesteigerter Zusatz an Salzsäure auswirkt, wurde eine weitere Versuchsreihe mit wechselndem HCl-Zusatz durchgeführt.

300000255

BAG Target
2/11 - 30/4.03

- 6 -

Versuch 2.

Kontakt: 200 cm^3 = 220 g stückiges (subl.) AlCl_3 (Marke TH v. Lu).

Versuchstemperatur: 95 - 96° (im Kontakt).

Versuchsdruck: 14 kg/cm^2 .

Durchsatz: 0,5 Versuchsgas unter 0,02 % Olefine, ca. 2 % i-Butan.

Probe nach Stunden	HCl-Zusatz	% i-Butan
14	0	14
40	0	5
62	0	7
88	0,8	25
107	1,5	19
135	1	20
157	1,6	27 - 28
177	1,5	27 - 28
183	1,5	27 - 28
210	4,6	52
231	4,1	40
240	5,2	50
264	5,5	50
288	5,4	51 - 52
318	5,4	54

Aus dem Versuche geht hervor, daß AlCl_3 ohne Aktivierung mit HCl nur geringe Wirkung hat. Ob die geringe beobachtete Wirkung auf unvermeidbaren Spuren Wasser, das mit AlCl_3 zu HCl reagiert, beruht, möge dahingestellt bleiben, ist aber zu vermuten. Andererseits läßt der Versuch den Schluß zu, daß fehlende HCl der Kontakt teilweise vergiftet wird.

Ausgebaut wurden 155 g gut erhaltenes, nur oberflächlich leicht verschmiertes AlCl_3 . Der Verlust betrug also, ca. 65 g.

Die Frage, ob auch technisches AlCl_3 (Marke K von Lu.), also nicht sublimierte Ware als Kontakt verwendet werden kann, wurde, wie bereits

300000256

BAG Target
2111 - 30/4.03

- 7 -

erwähnt, geprüft. Ein Versuch bei 95 - 96° unter den Bedingungen des Versuches 1 dieses Berichtes ergab bei ca. 50 - 55 % Umsatz am 1. Tage ziemlich schnelles Nachlassen der Wirkung und mußte nach 3 Tagen infolge Verstopfung der Apparatur abgebrochen werden. Es wurde hierbei gefunden, daß der Kontakt völlig zusammenschmolzen war. Die Schmiere war in die Rohre geflossen und verstopfte die Ventile.

Ein Versuch bei 88 - 90° im Kontakt, 13 kg/cm² Druck und 2-3 Vol.-% HCl ergab folgendes Resultat:

Versuch 3.

Probe nach Std.	% iso-Butan i. 100 Tl. Butangemisch
13	71
34	50
82	62
166	64
130	48
154	44
178	47
202	43
226	42
240	39

Durchgesetzt wurden ca. 14,4 kg n-Butan mit ca. 2 % i-Butan.
Erzeugt wurden ϕ ca. 50% iso-Butan = 7,2 kg.

Angewandt wurden ca. 200 g techn. AlCl₃. Es wurden also je kg AlCl₃ gewonnen ca. 36 kg i-Butan.

Der Versuch mußte dann abgebrochen werden. Der Kontakt war wieder völlig zusammenschmolzen.

Nach etwa 150 Std. Versuchsdauer gezogene Proben des Versuchsgases und des Produktes ergaben folgende Resultate:

Versuchsgas	Produkt
C ₃ K.W.	2,25 %
C ₄ K.W.	99,8 "
i-Butan	4,6 "
n- "	53,8 "
C ₅ K.W.	1,7 "

Zur Untersuchung kamen jeweils 5000 - 6000 cm³ des Gases.

300000257

- 8 -

Ein bei ca. 77 - 80°C und 10 kg/cm² mit gleichem Kontakt (Marke K) bei ebenfalls 2 - 3 Vol.-% HCl gefahrener Versuch ergab folgendes Resultat:

Versuch 4.

Nach Stunden	% i-Butan auf 100 Tl. Ges. Butan
18	44
42	30
66	39
90	29
114	31
138	31
162	30
186	30
210	25
234	29

BAG Target
2111 - 30/4.03

Die Gasanalyse eines Produktmusters nach etwa 150 Stunden Versuchszeit ergab

C ₃ K.W.	0,2 %
C ₄ " "	99,8 "

Der nach ca. 250 Stunden Versuchsdauer ausgebrachte Kontakt war zwar etwas verschmiert, aber sonst fest und gut erhalten.

Zur Prüfung der Frage, wie sich völlig von ungesättigten Verbindungen befreites Butan an AlCl₃ verhält, wurden Versuche durchgeführt, bei denen stückiges AlCl₃ schon in den Vorwärmer gefüllt wurde. Da bei diesen Versuchen der Vorwärmer bei niedrigerer Temperatur gefahren wurde als der Hauptofen mußte mit niederem Druck gearbeitet werden. Dabei wurden die Zufuhrrohre so beheizt, daß das Butan schon in den Vorwärmer als Gas eintrat. Da die Vorreinigung des Butans in der H₂SO₄-Apparatur bei diesem Versuch nicht mehr ganz so gut war, wie bei den ersten beschriebenen Versuchen, wurde das AlCl₃ im Vorwärmer schon relativ schnell weich. Die Kontakte im Hauptofen blieben aber praktisch so wie sie eingebracht waren.

360000258

- 9 -

Versuch 5.

Kontakt: Im Vorofen 65 g AlCl_3 Marke TH
 Im Hauptofen $200 \text{ cm}^3 = 217 \text{ g}$ Marke TH

Versuchstemperaturen:

Im Vorofen ca. 80°
 " Hauptofen $85 - 90^\circ$.

Druck: 10 kg/cm^2 .

HCl-Zusatz: 2 - 3 %.

Nach Stunden	Vol. % HCl	% i-Butan i. 100 Tl. Ges. Butan
16	1,8	26
38	ca. 2	28
71	"	27
121	2,3	31
147	2,2	36
171	3	31
196	4	46
225	4	42
244	2	37
273	2	38
292	4,5	47
316	4	40

BAG T1171
 2111 307713

Der Kontakt im Vorofen war weitgehend verschmiert und geschmolzen.
 Der Kontakt im Hauptofen vollkommen unverschmiert und wie eingebracht. Oberflächen stark aufgeraut. Die Gewichtsabnahme des Kontaktes im Hauptofen war gering.

Der Versuch zeigt einerseits, daß vollkommen gereinigtes Butan keine Verschmierung des Kontaktes bewirkt und daß die Herabminderung der Aktivität durch niederen Druck und niedere Temperatur durch erhöhte Zugabe an HCl ausgeglichen werden kann.

Die Versuche zeigen, daß bei sorgfältiger Vorreinigung des Versuchsgases von Olefinen eine Gewinnung von Isobutan aus n-Butan bei geringem Zusatz an HCl möglich ist.

360000259

- 10 -

Versuche an Aluminiumchlorid-haltigen Mischkontakten.

Versuch 1.

Kontakt: 200 cm^3 Preßkontakt (35 Tl. AlCl_3 subl. + 65 Tl. Al_2O_3) = ca. 150 g Kontakt = ca. 55 g AlCl_3 . Das Al_2O_3 stammte aus ~~Oppäner~~ Produktion (geliefert von Herrn Dr. Haubach). Es wurde nochmals sorgfältig gewaschen und dann bei $400 - 500^\circ$ getrocknet. Glühverlust ca. 2 %.

Durchsatz Butan: 0,5 (100 cm^3 fl. Butan 0°C).

HCl-Zusatz: 1 - 5 Mol % (siehe Tabelle)

Versuchstemperatur: im Kontakt 95°

Versuchsdruck: 14 kg/cm^2

Versuchsgas: 98,3 % C_4H_{10} . Olefine unter 0,05 %.

Ergebnis:

Probe nach Std.	Mol % HCl	% i-Butan
13	1	71
48	2	65
70	2	59
100	2	47
120	2	40
180	2 1/2	52
250	"	42
280	3	55
300	"	45
372	3	40
396	4	43
444	4	44
500	4	34
600	4,5	29
620	5	30
644	5	26
662	6-7	25

Angewandt ca. 40 kg n-Butan mit ca. 5 % i-Butan.
 Ø Umsatz ca. 40 %
 Erzeugt wurden etwa 16 kg i-Butan, d.h. je kg AlCl_3 ca. 300 kg i-Butan

Gasanalysen dieses Versuches liegen leider nicht vor.

Der ausgebaute Kontakt enthielt kein unter dem Mikroskop erkennbares AlCl_3 . Anstelle der Aluminiumchloridkörner waren nur Löcher in den Kontaktpillen. Durch Sublimation im Glühröhr war auch kaum noch Aluminiumchlorid nachweisbar. Aufgrund der Aktivitätsabnahme

300000260

BAG

Target

- 11 -

[237]

- 30/7/59

und dieses Befundes wurde daher geschlossen, daß der Kontakt praktisch völlig verbraucht war und nicht mehr mit HCl regenerierbar.

Bezüglich der äußeren Beschaffenheit ist zu sagen, daß die Kontaktpillen im allgemeinen sehr gut erhalten waren. Die aus den untersten Schichten im Ofen (am Gaseingang) waren außen etwas verschmiert. Die Pillen aus der obersten Kontaktschicht (am Gasaustritt) waren leicht gelbbraun aber völlig unverschmiert.

Aufgrund dieses Befundes wurde ein Versuch mit Aluminiumchlorid im Vorofen durchgeführt. Da offensichtlich das Aluminiumchlorid aus dem Kontakt absublimer war, war anzunehmen, daß mit $AlCl_3$ -Dampf beladenes, in dem Kontaktofen eintretendes Gas bessere und gleichmäßigere Resultate geben würde.

Versuch 2.

Kontakt:

Im Vorofen (Verdampfer) 85 g $AlCl_3$ Marke TH, darunter 20 cm³ Füllkörper 80 (Maschendrahrtringe).

Im Hauptofen 200 cm³ Pillen. Preßkontakt aus $AlCl_3$ subl. und $AlCl_3$ (35 - 65).

(Ähnlich dem Kontakt von Versuch 1, aber bei höherem Druck gepreßt.)

Temperatur: Im Vorofen 90 - 95°
" Hauptofen 95 - 96°

Versuchsdruck: 12 - 12,5 kg/cm².

Durchsatz: 0,5 (100 cm³/Std. (0°C fl.) Butan).

Olefingehalt: 0,01 - 0,002 %.

Isobutan 1. Versuchsgas: ca. 7 %.

HCl-Zusatz: ca. 2 Mol %.

BAG

Target

[237]

- 30/7/59

- 12 -

300000261

Probe nach Std.	Mol % HCl	% i-Butan 100 Tl. Butan
15	1,5	70 - 71
33	1,8	69 - 70
73	2,1	69 - 70
210	2	62
300	2,5	58 - 59
334	1,6	58 - 59
450	2	53
474	3,1	53
499	3,4	60 - 61
520	3,5	57 - 58

Gasanalysen nach ca. 6 Tagen Versuchsdauer:

Versuchsgas	Produkt	Verlust daher
C_3H_8 = 0,3 %	2,0 %	
C_4H_{10} = 99,4	95,0 "	ca. 4 - 5 %
C_5H_{12} = 0,3	3,0 "	

Nach Beendigung des Versuches ergab die Kontaktuntersuchung folgendes:

Vorofen. Das $AlCl_3$ ist verschmiert und daher nicht mehr zurückzuwägen.

Hauptofen. Pillen in untersten Teile des Ofens durch eindestilliertes $AlCl_3$ etwas verbacken. Der Kontakt ist im übrigen völlig weiß und unverändert. Die mikroskopische Untersuchung zeigt aber doch, daß z.T. Aluminiumchlorid aus dem Kontakt abdestilliert ist. (Die erwähnten Löcher im Innern des Kontaktes.)

Die hohen Umsätze zu iso-Butan und die zu hohe Produktion an Propan und Pentan veranlaßten einen neuen Versuch bei niedrigerer Temperatur und niederem Druck.

300000262

Versuch 3.

Kontakt: Im Vorofen Füllung von Versuch 2. Nach 53 Std. Versuchsdauer erneuert.

Im Hauptofen 200 cm³ Preßkontakt 40 Tl. AlCl₃
60 " γ-Al₂O₃
entsprechend etwa 50 g AlCl₃.

Temperatur: Im Vorofen ca. 85°
" Hauptofen 90°

Versuchsdruck: 11 kg/cm²

HCl-Zusatz: 2 Mol %

Nach Versuchstd.	Mol % HCl	% Isobutan in 100 Tl. Butan
10	2	69
69	2	68 - 69
86	2	64 - 65
159	2	54
277	1,8	61 - 62
352	2	51
378	2	47 - 48
400	2,5	52 - 53
406	3,4	54 - 55
425	2	45 - 46

Gasanalysen

Versuchsgas	Produkt nach 110 Std.	Produkt nach ^{x)} 350 Std.
C ₃ H ₈	0,1 %	1,3 %
C ₄ H ₁₀	98,1 "	97,2 "
C ₅ H ₁₂	1,5 "	2,6 "
Verlust	ca. 4 %	?

x) + Versuchsgas aus neuer Flasche aufgefüllt.

Beschaffenheit des Kontaktes: 300000263

Im Vorofen kein krist. AlCl₃ mehr vorhanden, nur noch Schmiere. Hauptofen: Kontakte völlig trocken und unverfärbt. Die mikroskopische Untersuchung ergibt nur noch im obersten Teile des Kontaktes Aluminiumchloridkörner in den Pillen. Die Kontaktpillen am Gaseingang reagieren auch mit Wasser nur schwach.

Versuch 4.

Kontakt: Im Hauptofen 200 cm³ = 135 g Preßkontakt (40 Tl. AlCl₃ 60 Tl. Al₂O₃).

Im Vorofen ca. 80 g AlCl₃ (Marke TH), darunter 70 m³ Füllkörper 80 (Ringe aus Maschendraht. Eisen)

Temperatur:

Im Vorofen ca. 80°
" Hauptofen ca. 80°

Druck: 10 kg/cm².

Durchsatz: ca. 0,5

HCl-Zusatz: ca. 2 Mol %

Nach Versuchstd.	% iso-Butan in 100 Tl. Butan
14	61
62	51
91	55 - 56
156	46
200	45 - 46
270	46
300	53
360	43
378	42

Gasanalysen. (Nach 130 Std.)

Versuchsgas	Produkt
C ₃ H ₈	0,7 %
C ₄ H ₁₀ (iso)	47,6 "
C ₄ H ₁₀ (n)	50,1 "
C ₅ H ₁₂	1,5 "

300000264

- 15 -

Ausgebauter Kontakt.

Vorofen. Aluminiumchlorid stark verschmiert.

Hauptofen. Kontakt völlig unverfärbt und äußerlich wie ungebraucht.

Mikroskopische Untersuchung. Auch in diesem Kontakt sind kaum noch Aluminiumchlorid-Stücke zu finden. Statt ihrer die erwähnten "Löcher".

Aus den Versuchen 2, 3 und 4 geht hervor, daß das Gas sich im Vorofen nicht ganz so weit mit AlCl_3 beladen hat, daß die Verdampfung im Hauptofen völlig unterbrochen wurde.

Weitere Versuche mit an stückigem $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, Silicagel und ähnlichen Stoffen adsorbiertem AlCl_3 ergaben bislang keine besseren Resultate. Diese Versuche sind aber noch nicht abgeschlossen. Im allgemeinen ergaben sie ein schnelleres Abklingen der Aktivität als die Preßkontakte. Die Fähigkeit der erwähnten Träger zur Adsorption von Aluminiumchlorid ist nicht sehr groß. So adsorbiert $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ etwa 17 %, unser Silicagel etwa 10 - 12 %.

BAG Target

2/11/46

300000265

- 16 -

Zusammenfassung

- 1) Bei Verwendung von Aluminiumchlorid-haltigen Kontakten ist es erforderlich, Butan zu verwenden, das praktisch oder völlig frei von Olefinen ist, da Olefine mit Aluminiumchlorid bei den Versuchstemperaturen leichtflüssige Schmelzen bilden und daher der Kontakt aus dem Reaktionsraum herausgewaschen wird. Außerdem dürften wohl neben der Polymerisation von Olefinen auch noch Alkylierungen am Kontakt eintreten, so daß bei Gegenwart von Olefinen mit überflüssigen Verlusten an Butan zu rechnen ist. Völlig reines Butan reagiert an AlCl_3 unter den Versuchsbedingungen ohne Bildung von Schmierem.
- 2) Auch bei Verwendung von Aluminiumchlorid ohne Träger empfiehlt es sich, das Gas vor Eintritt in den eigentlichen Kontaktofen durch Aluminiumchlorid von letzten Spuren von Olefin u. dergl. zu befreien. Dies kann zweckmäßig in einem vorgeschalteten Vorofen geschehen. (Vorschlag zur Anordnung eines solchen Vorofens siehe Anhang.)
- 3) Durch Aufbringen von Aluminiumchlorid auf Trägern läßt sich die Aktivität dieses Kontaktes sehr steigern. Diese Trägerkontakte lassen aber in ihrer Wirksamkeit rascher nach als reines AlCl_3 .
- 4) Durch Steigerung des HCl-Zusatzes lassen sich die Verluste an Wirksamkeit der Kontakte, die durch Absublimieren von AlCl_3 und andere Umstände eintreten, bis zu einem gewissen Grade ausgleichen. Eine völlige Regenerierung weitgehend verbrauchten Trägerkontaktes durch HCl war bislang nicht möglich.
- 5) Es empfiehlt sich, als Kontakt reines sublimiertes Aluminiumchlorid zu verwenden, da technische nicht sublimierte Ware in erheblicherem Grade Nebenreaktionen auslöst, als solche durch reines AlCl_3 erzeugt werden.
- 6) Auch bei Verwendung von reinem AlCl_3 als Kontakt, sei es unvermischt oder auf Trägern, empfiehlt es sich, die Ofentemperatur unter 100° zu halten.

300000266

- 17 -

- 7) Durch erhöhte Zugabe an HCl läßt sich der Umsatz von n-Butan zu iso-Butan erheblich steigern.
- 8) Bei den bislang untersuchten Trägerkontakten ist die Spaltwirkung etwas größer als bei reinem Aluminiumchlorid.

H. Vogel

Die Versuche wurden in der Brennstoff-Abteilung des Ammoniaklaboratoriums Op. in der Zeit von März 1942 bis April 1943 durchgeführt. Die Versuche werden noch fortgesetzt.

BAG No. 2171

400000267

30/4.03

4. METHANIZATION
EXPERIMENTS

BAG Target

A k t e n - N o t i z

2171

-3 5/4.03

Orientierende Versuche über den Methanisierungs-
kontakt.

- I.) In der Kontaktfabrik Op 97 wird ein zur CO-methanisierung dienender Methanisierungskontakt (BS-Kontakt: etwa 24 % Ni, 12 % Mg, 28 % CO₂) hergestellt. Es sollte eine geeignete Prüfmethode dieses Kontaktes ausgearbeitet sowie eine Reihe praktisch wichtiger Fragen (Einfluß von Vorbehandlung, Temperatur, Fremdstoffen, CO-belastung usw.) geklärt werden.
- Die Versuche wurden in den Jahren 1938-41 mit den verschiedensten Labor- und Betriebs-BS-Kontakten (Korngröße 2-5 mm; 40-100 cm Kontakt in Porzellanrohr v. 25 mm Weite), die zunächst etwas sulfathaltig, später aber wegen des ungünstigen Einflusses von Sulfatfrei hergestellt waren, ausgeführt.
- Das durch Mischen von Wasserstoff und CO (aus Flaschen) hergestellte zu methanisierende Mischgas (126 l/Std.) bestand aus 95 % H₂ und 5 % CO. Es wurde zunächst ungereinigt, später jedoch, als sich der im Wasserstoff vorhandene organische S (0,1-1 mgr/cbm) als schädlich erwies, mittels Gasreinigungsmasse und nitrierter M-Kohle entschwefelt.
- Die "Normalfahrweise" bestand darin, daß der Kontakt zunächst im Wasserstoffstrom (120 l/Std.) auf 400°C angeheizt und 4 Std. bei 400° mit H₂ behandelt, dann nach Einstellung einer Versuchstemperatur von 350°C nach Zumischen von CO (6 l/Std.) mit dem so hergestellten Mischgas bei 350° gefahren wurde. Das Ausmaß der Methanisierung bei den einzelnen Versuchen wurde gasanalytisch (CO₂, CO, H₂, CN₄) verfolgt.

II.) Ergebnisse:a) Anspringen des Kontaktes

Wird der Kontakt langsam im Mischgasstrom aufgeheizt, so tritt bei noch relativ niedriger Temperatur - etwa im Gebiet von 180 bis 220°C - plötzlich eine mehr oder weniger starke Temperaturerhöhung (oft bis über 400° C) ein: der Kontakt springt an und "methanisiert" unter gleichzeitiger Wasserbildung. Wird hierbei eine Überhitzung des Kontaktes vermieden (vorübergehendes Abschalten der elektr. Ofenheizung) und eine Versuchstemperatur von 350°C eingestellt, so läßt sich eine völlige Methanisierung des CO im Mischgas erzielen.

Beim Aufheizen des Kontaktes im Wasserstoffstrom tritt das Anspringen erst ein, wenn CO zugeführt wird. Durch vorsichtige Zugabe des CO und gleichzeitige Reduzierung der Ofenheizung kann man erreichen, daß die Kontakttemperatur sich beim "Anspringen" nicht wesentlich ändert.

Der grüne Frischkontakt besitzt nach dem Versuch eine hellgraue Farbe und infolge seiner CO₂-abgabe beim Anheizen, um etwa 30-40 % seines Vol. gesintert. Ein Zerfall wurde nicht beobachtet.

b) Schwefelempfindlichkeit.

Anorgan. S (H₂S) erweist sich in dem untersuchten Temperaturbereich bereits in sehr geringer Menge als ein starkes Kontaktgift. Es wirkt um so rascher, in je stärkerer Konzentration es im Mischgas vorhanden ist. Der S wird hierbei vom Kontakt unter Sulfidbildung (S") aufgenommen.

Vers. Nr.	Vers. temp. °C	S - Gehalt im Mischgas		Vergiftung (5 % CO im Abgas) nach Betriebs-Stdn.	% - Gehalt d. Kontaktes nach d. Versuch an	
		Vol%	mgr/cbm		Ni	S"
29	350	0,00025	83	95	48,2	0,9
28	350	0,0125	163	55	48,2	5,2
27	350	0,025	330	45	47,4	7,1
26	350	0,05	660	15	46,1	11,8

Auch der im Wasserstoff vorhandene org. Schwefel (0,1-1 mgr/cbm) verursacht im Dauerversuch eine langsam zunehmende Vergiftung des Kontaktes. Das Mischgas wurde daher, wie bereits erwähnt, entschwefelt.

Eine bei tieferer Temperatur (z.B. 350°C) durch H₂S hervorgerufene Kontaktvergiftung kann durch Anwendung einer höheren Fahrtemperatur (z.B. 600°C) wieder ausgeglichen, d.h. eine völlige Methanisierung bei dieser Temperatur wieder erreicht werden (Vers. 67, 68 --- 0,01 % H₂S im Mischgas). Auch eine bei höherer Temperatur (Vers. 69 --- 600°C 0,01 % H₂S) durchgeführte Vergiftung geht bei derselben Temperatur wieder langsam zurück, sobald die H₂S-Zugabe abgestellt wird. Der vom Kontakt aufgenommene S wird hierbei - wenigstens teilweise - wieder als H₂S abgegeben. Bei Rückkehr auf die tiefere Temperatur (350°C) tritt die Kontaktschädigung wieder in Erscheinung, der frühere gute Umsatz des CO wird nicht mehr erreicht (Vers. 67 --- wieder 4 % CO im Abgas). Erschwerend für eine Entschwefelungsbehandlung bei höherer Temperatur ist allerdings die Tatsache, daß der Kontakt bei höherer Temperatur nur begrenzt haltbar ist und zu einem Zerfall neigt (vgl. Temperaturempfindlichkeit).

Ein Sulfatgehalt des Kontaktes, herrührend von der Verwendung von NiSO₄ als Ausgangsmaterial für die Kontaktherstellung, erweist sich in der angewandten geringen Menge als unschädlich. So lief z.B. ein sulfathaltiger Kontakt (Vers. 52 --- 0,85 % Na₂SO₄, 350° u. 500°C) 75 Tage lang ohne Nachlassen seiner Aktivität. Eine teilweise Umwandlung des Sulfat-S in Sulfid-S wurde am Kontakt festgestellt (nach d. Vers. 0,18 % Na₂SO₄ + 0,19 % S").

Diese bereits auch bei früheren Versuchen beobachtete Umwandlung des Sulfat-S am Kontakt in Sulfid-S, die nicht näher untersucht wurde, läßt das Auftreten einer Kontaktschädigung bei stärkerer Anreicherung des Sulfid-S auf dem Kontakt als durchaus möglich erscheinen. Vorsichtshalber wurde daher die betriebsmäßige Kontakt-herstellung auf Ni-nitratbasis umgestellt.

Einige sulfathaltige Kontakte, durch Umfällen sulfatfrei hergestellt, liefen durchweg gut (Vers. 39 - 350°C, 120 Tage Laufzeit ohne Aktivitätsnachlaß).

Eine geringe Erhöhung der Giftfestigkeit des Kontaktes gegen Schwefel ließ sich durch Zusatz von 3 % Chromoxyd (Vers. 62) bzw. 3 % Wolframoxyd (Vers. 61) erreichen; nach Zusatz größerer H₂S-Mengen trat jedoch auch hier ein rasches Nachlassen der Methanisierung ein, sodaß auch diese Kontakte für einen Dauerbetrieb nicht geeignet waren. Weitere Versuche zur Herstellung giftfester Kontakte wurden nicht ausgeführt.

c) Temperaturempfindlichkeit.

Eine praktisch völlige Methanisierung des CO im Mischgas konnte stets im Temperaturgebiet von etwa 220 bis 600° erzielt werden. So lief z.B. ein Kontakt (Vers. 58) 67 Tage lang bei 600°C, ein anderer Kontakt (Vers. 46) 69 Tage lang bei 350° + 32 Tage bei 500° + 33 Tage bei 550° + 8 Tage bei 600° + 5 Tage bei 650°, im ganzen also rund 5 Monate, ohne Nachlassen der Methanisierung.

+) für Versuche im Labormaßstabe

Bei höherer Temperatur z.B. 700°C wurde (Vers. 63) ein geringer Aktivitätsabfall beobachtet: bei anderen Versuchen traten bei höheren Temperaturen Störungen durch Zerfall des Kontaktes ein. So mußte z.B. der oben erwähnte ~~Kontakt~~ Versuch 46 nach 5 monatl. Laufzeit abgestellt werden, weil durch Zerfall des Kontaktes der Ofen verstopft war. Die Versuche weisen darauf hin, daß¹⁾ im Dauerbetrieb eine obere Temperatur von 600°C nicht überschritten werden soll. Lokale Überhitzung des Kontaktes ist zu vermeiden. Für die Praxis ergibt sich hieraus die Forderung einer guten Wärmeabfuhr.

Eine vorübergehende Durchführung der Methanisierung im Bereiche der Anspringtemperatur (180-220°C) hat, solange sie nur wenige Stunden dauert, keine nachteilige Folgen auf die Methanisierung (Vers. 63, 66). Bei längerem Verweilen im Bereiche der Anspringtemperatur tritt jedoch nach kurzer Zeit ein völliges Versagen des Kontaktes ein. Dieses Versagen verschwindet jedoch wieder, wenn der Kontakt anschließend bei höherer Temperatur, z.B. 350° gefahren wird. Bei Rückkehr in das tiefere Temperaturgebiet tritt das Versagen des Kontaktes erneut ein. Dieser Effekt läßt sich wiederholen (Vers. 65, 66, 67). Die Tatsache dieser in zahlreichen Versuchen beobachteten Aktivitätsänderung läßt sich durch die Annahme erklären, daß in dem kritischen Temperaturbereich aus CO + H₂ Nebenprodukte entstehen, die die Kontaktoberfläche verschmieren und sie für die Methanisierung unbrauchbar machen, die aber bei höherer Temperatur, d.h. oberhalb des krit. Temperaturbereiches, wieder verschwinden und die Oberfläche wieder freigeben. Ob und wie weit bei längeren Dauerversuchen und vor allem bei der Behandlung des Kontaktes im praktischen Betriebe im kritischen Temperaturbereich doch eine Dauerschädigung des Kontaktes eintritt, kann nur das Experiment entscheiden. Allerdings ist diese Frage für den Methanisierungsprozeß in der Praxis insofern ohne Bedeutung, da die im kritischen Temperaturgebiet eintretende Aktivitätsverminderung durch einfache Maßnahmen (vgl. Kontaktvorbehandlung) umgangen werden kann. Versuche zur weiteren Aufklärung dieses Vergiftungseffektes wurden nicht ausgeführt. Es wurde lediglich festgestellt, daß ein im kritischen Temperaturgebiet geschädigter Kontakt beim Ausbau stets von dunkler, beinahe schwarzer Farbe war und C enthielt.

1) Im prakt. Betrieb ist diese hohe Temperatur zu vermeiden u. als normale Paatemperatur eine Temperatur von 300-350° zu wählen.

2171 -30/4.03

d) Kontaktvorbehandlung.

Die Vergiftung des Kontaktes im kritischen Temperaturgebiet trat nie auf bzw. ließ sich stets umgehen, wenn, wie zahlreiche Versuche zeigen, der Kontakt nicht im Mischgasstrom, sondern in einer H₂-Atmosphäre aufgeheizt und erst nach Überschreiten des kritischen Temperaturgebietes, z.B. bei 350°C mit Mischgas behandelt wurde.

Anstelle des Wasserstoffs kann nun auch Luft (Vers.63), Stickstoff (Vers.60, 64) oder auch Kohlensäure (Vers.67) verwendet werden. Diese Tatsache beweist, daß man es bei der von Anfang an ausgeübten Wasserstoffbehandlung nicht um eine spezifische Kontaktvorbehandlung zu tun hat, die notwendig ist, um den Kontakt für die Methanisierung vorzubereiten. Sie ist lediglich eine im vorliegenden Falle für Laboratoriumsversuche besonders bequeme und angenehme Maßnahme, das kritische Temperaturgebiet zu überbrücken. Luft allein (Vers.51, 55,63) bzw. ein Luftzusatz zum Mischgas (Vers. 56, 57 -- 4 % Luftzusatz, 500°C) schädigen den Kontakt nicht; ebensowenig ein Wasserdampfzusatz beim Anfahren mit Wasserstoff (Vers.11,14).

Die praktische Erfahrung mit dem Kontakt ist mit den obigen Ergebnissen in bester Übereinstimmung. Das Anfahren des Kontaktes geschieht hierbei so, daß er zunächst im Luftstrom bis etwa 150°, dann mit Wasserdampf bis etwa 300° aufgeheizt wird und daß dann anschließend der Dampf durch Mischgas verdrängt wird. In der Praxis wird also der kritische Temperaturbereich durch Aufheizen mit Wasserdampf überbrückt. Selbstverständlich darf der Dampf keine Verunreinigungen (z.B. Öl) enthalten.

e) CO-Konzentration im Mischgas.

Bei einigen normal verlaufenden Versuchen traten Kontaktschädigungen dadurch ein, daß sich der Inhalt der Wasserstoff-Flasche im Laufe der Versuchszeit erschöpfte und CO allein über den Kontakt ging; der Kontakt war völlig verrußt und zerfallen (Vers.30 - 20 % freier C).

Weitere Versuche zeigten, daß (Vers.70) H₂-CO-Gemische mit 9 - 13 - und 17 % CO ohne Schwierigkeit in der Laboratoriumsapparatur methanisiert werden können. Beim Fahren mit höheren CO-Konzentrationen stellte sich (Vers.72 - 23 % CO, 600°C; Vers.70 - 20 % CO, 530°C) infolge des Freiwerdens größerer Wärmemengen von selbst eine höhere Kontakttemperatur ein; eine zusätzliche elektr. Ofenheizung wurde überflüssig. Die Methanisierung ließ jedoch nach kurzer Zeit nach, die Kontakte waren teilweise zerfallen und verrußt. Als Ursache kommt offenbar eine zu starke lokale Temperatureinwirkung (= ungenügende lokale Wärmeabfuhr) und evtl. auch eine zu hohe CO-Belastung des Kontaktes (Vers.72 - 360 l CO/Std/l Kontakt) in Frage. Weitere Versuche über die CO-Belastung wurden nicht ausgeführt.

f) Regenerierung.

Eine Regenerierung einiger aus unbekanntem Gründen schlecht gewordener Lützkendorfer Kontakte durch Behandlung mit Luft bei höherer Temperatur (Vers.49,50,53) bzw. mit Luftzusatz zum Mischgas (Vers. 61) führte nicht zum Erfolg. Desgleichen war auch eine Regenerierung von mit S vergifteter Kontakte durch Luft- bzw. Wasserstoffbehandlung erfolglos. Lediglich im Falle einer Verrußung (Vers.63) führte eine Luftbehandlung bei 350°C (bis zum Verschwinden der CO₂-Abgabe) zum Ziel.

g) Fremdstoffe.

Anlässlich der betriebsmäßigen Umstellung der Kontaktherstellung auf Nitratbasis ergab sich die Frage, ob ein erhöhter Nitratgehalt des Kontaktes aktivitätsschädigend und infolge der Abgabe nitroser Gase korrosionsfördernd sei. Es zeigte sich, daß (Vers. 46 - Laufzeit 135 Tage; 350-650°C; 2,5 % HNO₃) das überschüssige Nitrat keinen Einfluß auf die Methanisierung ausübt und daß es sich (Vers. 47) in Gegenwart von Wasserstoff in NH₃ umwandelt.

Ein Gehalt von Eisenoxyd (Vers. 55 - 1,8 % Fe₂O₃) bzw. Chlor (Vers. 46, 47 -- 1 % Cl) erwies sich nicht als störend.

h) Methanisierung von CO₂.

Da der karbonathaltige Kontakt vorübergehend - mit steigender Temperatur steigende Mengen - CO₂ abgibt, sollte das Verhalten der CO₂ bei gleichzeitiger Anwesenheit von Wasserstoff geprüft werden. Es tritt (Vers. 24 - Gasgemisch v. 94 % H₂ + 4 % CO + 2 % CO₂) eine völlige Methanisierung der CO₂ ein.

1) Kontaktprüfmethode.

Eine geeignete Laborvorschrift zur Prüfung des BS-Kontaktes ist nachstehend angegeben. Die Verwendung von Wasserstoff beim Aufheizen des Kontaktes erfolgt aus Gründen der Einfachheit, da zur Herstellung des Mischgases nur lediglich CO hinzugefügt werden muß.

Vorschrift: (vgl. Fig. 1, 2)

50 ccm Frischkontakt der Körnung 2-5 mm, in einem Porzellanrohr von 25 mm l.w. angeordnet (Schichthöhe etwa 10 cm) werden im Strom von reinem entschwefeltem Wasserstoff (120 l/Std) im Laufe von etwa 1/2 Stunde auf 350°C (Thermoelement in einem Schutzrohr, letzteres innerhalb der Kontaktmasse) aufgeheizt und dann nach Zugabe von 6 l CO/Std (ebenfalls entschwefelt) mit dem entstandenen Mischgas (126 l/Std. = 95 % H₂ + 5 % CO) bei 350°C gefahren.

Die Abgasanalyse wird täglich genommen (CO₂, CO, H₂, CH₄). Ein guter Kontakt soll sofort und dauernd das CO vollständig zu CH₄ umsetzen.

	bezogen auf Frischkontakt	bezogen auf gesinter- ten Kontakt (40 % Sin- terung)
Kontaktbelastung :	2500 l Mischgas pro 1 Kontakt pro Std. = 120 l CO pro 1 Kontakt pro Std.	4200 l Mischgas pro 1 Kontakt pro Std. = 200 l CO pro 1 Kontakt pro Std.
CO-Verweilzeit im Kontakt :	etwa 30 Sek.	etwa 18 Sek.
CO-Geschwindigkeit	etwa 0,5 cm/sec.	etwa 0,5 cm/sec.

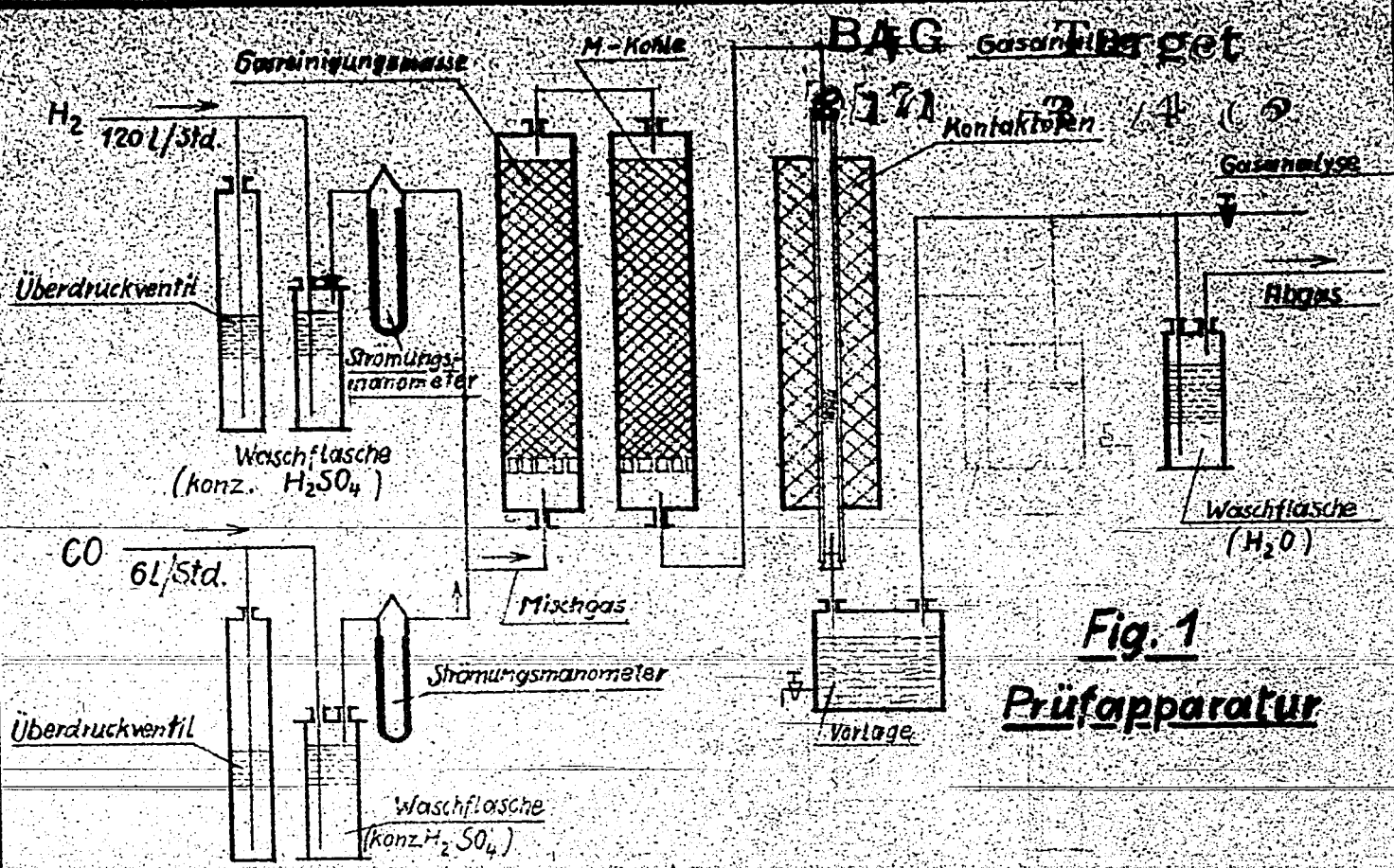


Fig. 1
Prüfapparatur

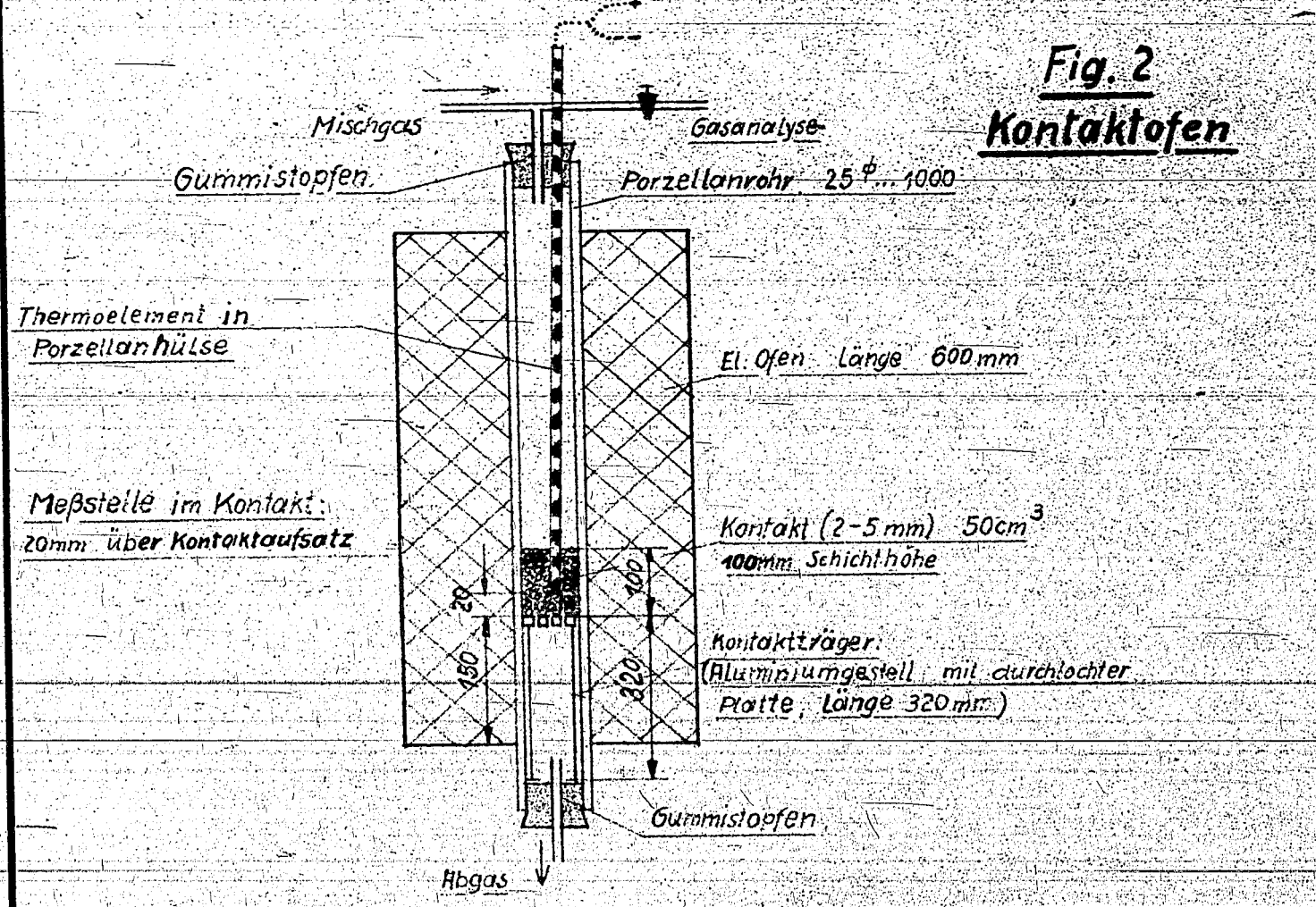


Fig. 2
KontaktOfen

400000274

356

[Handwritten signature]

BAG Target

2171 -3 1/4 1/2

B S - K O N T A K T

Herstellung

Analyse

18. Mai 1939

[Handwritten mark]

STICKSTOFF-ABTEILUNG
Hr/Op.10

BAG

Target

Oppau, den 10. Mai 1939. C.

2171

-30/4 13

Herstellung von B S - Kontakt (Mai 39).

=====

Prod.: 240 kg BS-Kontakt = 1 Partie.

In einen Rührbehälter A (Inhalt: 10 cbm, Eisenrührer aluminisiert, einfache säurefeste Ausmauerung) werden nacheinander eingefüllt:

a) aus Vorratsbehälter E (Holzbehälter v. 12 cbm Inhalt, ~~Holzbehälter~~, geeichtes Standglas zur Messung) mittels Steinzeugpumpe B und Aluminiumrohrleitung:

(66,3 kg Ni in Form von) 460 Ltr. einer 14,4 Vol%igen Nickelnitrat-
lösung,

b) aus Leitungsnetz
500 Ltr. gew. Wasser,

c) aus Lösebehälter C (doppelwandiger Rührbehälter v. 1 cbm Inhalt, V₂A-Rührer, Emailleausmauerung, V₂A-Deckel) mittels Druckluft in Aluminiumrohrleitung über ein grobes, am Rührbehälter A angebrachtes Filtertuch D (Zurückhaltung von Verunreinigungen) eine

Lösung von 260 kg MgCl₂ . 6aq in 600 Ltr. gew. Wasser
(hergestellt im Lösebehälter unter Rühren, Erwärmung mittels Dampfzugabe in Doppelmantel auf etwa 40 - 50° im Laufe von etwa 12 Stdn.),

d) aus Lösebehälter C
500 Ltr. gew. Wasser
(Ausspülen des Lösebehälters und der Rohrleitung).

Nach Aufheizung des im Rührbehälter A befindl. Lösungsgemisches (etwa 2,2 cbm) mittels direktem Einleiten von Dampf auf etwa 65-70°C werden unter Rühren bei dieser Temperatur aus dem Vorratsbehälter F (Eisenbehälter v. 20 cbm Inhalt mit Dampfschlange zum Aufheizen) durch ein grobes Filtertuch D (Zurückhaltung von Verunreinigungen) langsam

(260 kg Na₂CO₃ in Form von) 2,4 cbm einer auf 35-40°C erwärmten,
10,9 Vol%igen Betriebsodalösung (v. Sodabetrieb Op. 50)

eingeleitet.

Nach Beendigung der Fällung (Prüfung auf Vollständigkeit der Fällung im Labor., Sodaüberschuß soll etwa 10 % betragen) wird die Dampfzufuhr in den Rührbehälter A abgestellt, das sich abkühlende Fällungs-

- 2 BAG Target

[2171 - 30/4 03]

gemisch noch 3 Stunden und von diesem Zeitpunkt ab alle Stunde jeweils 10 Min. verrührt. Nach Abkühlung auf 30-40°C wird das Fällungsgemisch mittels einer eisernen Centrifugalpumpe G in eine Filterpresse H (45 Hohlrahmen der Größe: 100 x 100 x 4 cm) gepumpt; Rührbehälter A, Pumpe G und Leitung zur Filterpresse werden mit 500 Ltr. gew. Wasser nachgespült und dieses Spülwasser ebenfalls in die Filterpresse gepumpt. In der Filterpresse wird das Fällungsgut mit gew. Wasser von 25 - 35°C solange (etwa 15 Std.) bei 25 - 35°C gewaschen, bis das Waschwasser frei von Sulfat (SO₄"), Chlor (Cl') und Soda (CO₃") ist (Prüfung). Anschliessend wird das in der Filterpresse noch befindliche Waschwasser durch Druckluft ausgeblasen (Blasedauer 1 Min.)) Die Filterpresse wird nun geöffnet und das Fällungsgut nacheinander in 3 Portionen (je Inhalt von 15 Hohlrahmen) aufgearbeitet. Es kommt zunächst in eine Knetmaschine J (Inhalt etwa 1 cbm, Eisenteile mit V₂A verkleidet), wird dort 5 Minuten geknetet, gelangt dann in eine Kuchenpresse K (Eisenteile aluminisiert) und wird von dort durch eine Matritze gepresst und in Streifen von etwa 25 x 20 mm auf 76 Aluminiumbleche (Größe 120 x 40 cm) gelegt. Nach Zerschneidung der Stränge in Würfel von 25 x 20 x 20 mm mittels einer Schneidevorrichtung L (V₂A-drähten verspannter Eisenrahmen) gelangen die mit dem Kontakt beladenen 76 Bleche in einen Trocknungsofen M (Trocknung mit indirekt erwärmter Luft) und wird bei 90°C getrocknet (Temp. im Muffelofen etwa 340°C) etwa 12 Stdn. getrocknet. Nach beendeter Trocknung wird der Kontakt nachgebrochen und in Fässer abgefüllt.

Beansprucht werden bei Herstellung von 240 kg (= ~~240 kg~~ = 1 Partie)

BS-Kontakt:

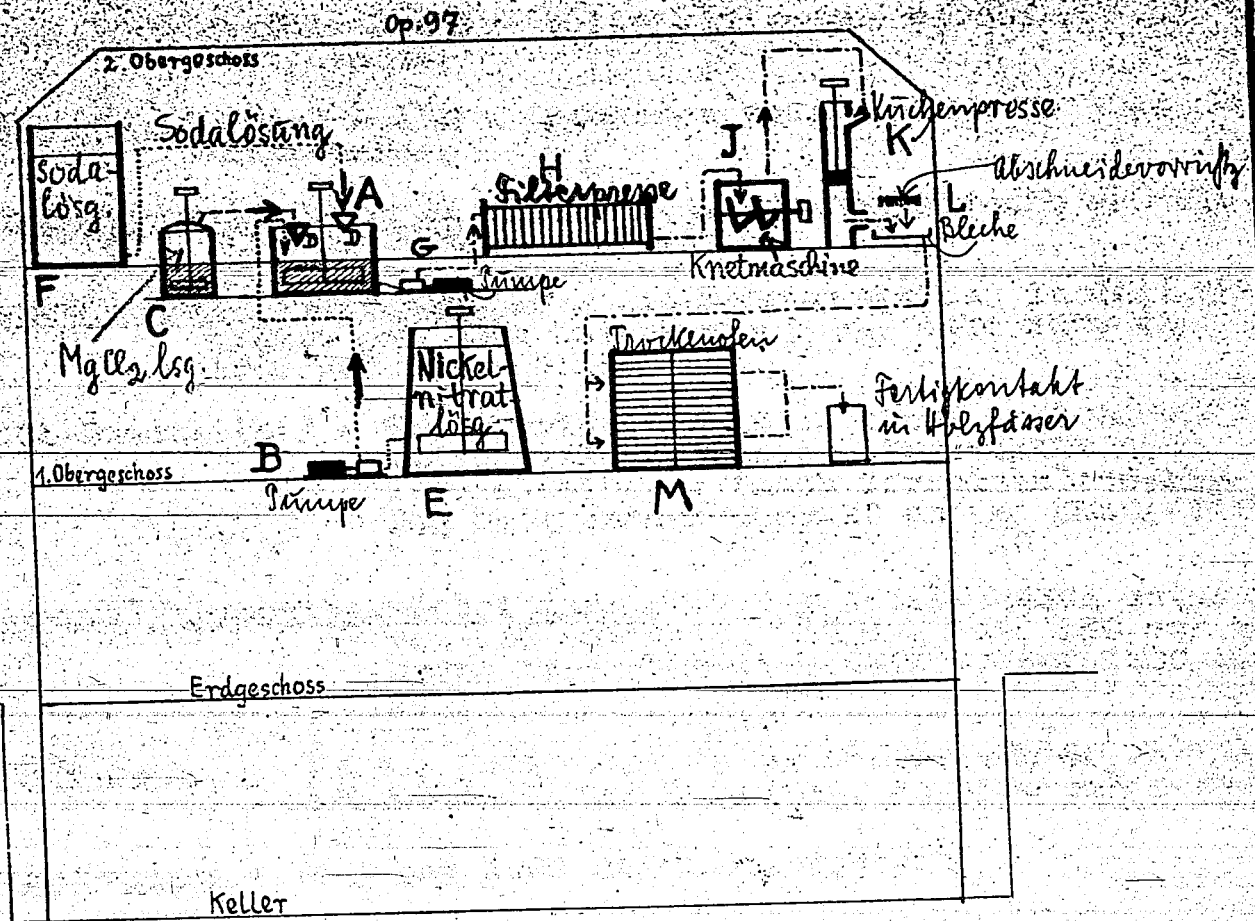
2,2 cbm Lösungsgemisch = 1 Fällung = 1 Filterpressenfällung (von 45 Hohlrahmen) = 3 Knetmaschinenfüllungen = 6 Kuchenpressenfüllungen = 3 . 76 Blechfüllungen = 3 Trocknungsperioden.
Der Kontakt soll bei einer Korngröße von 5 - 25 mm ein Schüttgewicht von 0,3 kg/Ltr. und

folgende Analysenwerte zeigen :

24 %	Ni
11 %	Mg
10 %	H ₂ O
frei v.	SO ₄ "
"	NO ₃ "
"	Cl
"	Fe

BAG Target

2171 - 3 1 + 2



400000278

BAG

Target

BS - Kontaktanalysen

2171

-30/4.03

Hilfsmaterial :

- 1) HCl (1:1) = gleiche Mengen (Vol.) konz. reine eisenfreie HCl und dest. Wasser,
- 2) BaCl₂ 1/g (10 %ig) = 100 g trockenes BaCl₂ gelöst in 1000 cm³ dest. Wasser,
- 3) Dimethylglyoxal-Lösung (1 %ig) = 10 g Dimethylglyoxal gelöst in 1000 cm³ reinem Alkohol,
- 4) Eisenammoniakalaun-Lösung: 10 g Eisenammoniakalaun in dest. Wasser gelöst und nach Zusatz von 1 cm³ verd. HNO₃ auf 1000 cm³ aufgefüllt,
- 5) KMnO₄-Lösung ($\frac{n}{10}$) = 6,4 g krist. trockenes KMnO₄ in 2000 cm³ dest. Wasser gelöst, Lösung eingestellt mit Na-oxalat-Lösung (nach Sörrensen): 0,1340 g Na₂C₂O₄ entsprechen 20 cm³ $\frac{n}{10}$ KMnO₄-Lösung.
- 6) Mangansulfatphosphorsäure-Lösung = 67,5 g krist. MnSO₄ unter Zusatz von 138 cm³ H₃PO₄ (66 %ig) und 130 cm³ konz. H₂SO₄ in dest. Wasser gelöst, auf 1000 cm³ aufgefüllt,
- 7) SnCl₂-Lösung = 62,5 g SnCl₂·2 aq unter Zusatz von 50 cm³ konz. HCl in dest. Wasser gelöst, auf 500 cm³ aufgefüllt,
- 8) Methylorange = 10 g pro 1000 cm³ dest. Wasser

a) Bestimmung von Nickel in BS - Kontakt : 2171 3

0,5 g Kontakt mit 20 cm³ HCl (1:1) unter Erhitzen gelöst, nach Zugabe von 5 g NH₄Cl mit konz. Ammoniakwasser bis zur Blaufärbung versetzt, gekocht und filtriert. Rückstand auf Filter nach 2mal (sur völligen Entfernung des Nickels) mit HCl, Ammonchlorid und Ammoniakwasser behandelt, Rückstand im Filter (Fe(OH)₃) für sich weiter behandelt sur Eisenbestimmung (b). Gesamfiltrat + Gesamtwaschwasser bis zur völligen Entfernung des Ammoniaks gebracht, dann siedend heiß mit 50 cm³ Dimethylglyoxalösung und anschließend 10 Tropfen konz. Ammoniakwasser gefüllt. Niederschlag in Goochtiigel abfiltriert und 10-12 mal mit heißem dest. Wasser ausgewaschen.

Resultat: g Nickeloxia x 0,2031 = g Ni pro 0,5 g Substanz

b) Bestimmung v. Fe₂O₃ in BS - Kontakt :

(Im Anschluß an die "Bestimmung von Nickel in BS-Kontakt" (a). Das auf dem Filter befindliche Eisenhydroxyd wird in heißer verd. HCl (1:1) gelöst und mit tropfenweise zugegebener SnCl₂-Lösung zu FeCl₂ reduziert. Nach Abkühlung wird das überschüssige SnCl₂ mit gesättigter HgCl₂-Lösung zu SnCl₄ oxydiert und das Gemisch nach Zusatz von 50 cm³ Mangansulfatphosphorsäurelösung mit n - KMnO₄-Lösung titriert.

Resultat: cm³ KMnO₄-Verbrauch x 1,597 = %-Gehalt Fe₂O₃ in Kontakt.

400000280 - 3 -

BAG

Target

2171

= 30/4. (3)

d) Bestimmung von SO_4^{2-} in BS - Kontakt :

2 g Kontakt in 100 cm^3 HCl (1:1) gelöst, mit kons. Ammoniakwasser bis zur Blaufärbung versetzt, gekocht, in einen 1000 cm^3 Erlenmeyerkolben filtriert, Filter gut ausgewaschen, Filtrat + Waschwasser auf etwa 100 cm^3 eingedampft, in ein Becherglas gespült, mit 2 cm^3 HCl (1:1) angesäuert, heiß mit BaCl_2 -Lösung (10 %ig) unter lebhaftem Umrühren gefällt.

Resultat : g BaSO_4 = 0,4114 = g SO_4^{2-} pro 2 g Kontakt,

c) Bestimmung von Cl^- in BS - Kontakt :

2 g gepulv. Kontakt mit dest. Wasser einige Zeit gekocht, filtriert, Filter mit heißem dest. Wasser gewaschen (bis Filtrat frei von Cl^-). Filtrat + Waschwasser mit einigen Tropfen HNO_3 angesäuert, 10 cm^3 AgNO_3 -Lösung ($\frac{n}{10}$) zugegeben und unter

Umrühren erhitzt, bis alles AgCl zusammengeballt und die überstehende Flüssigkeit klar ist. Nach Abkühlung wird die überschüssige AgNO_3 -Lösung mit Rhodanammolnösung ($\frac{n}{10}$) zurück-

titriert (Eisenammoniakalaun als Indikator).

Resultat : Verbrauch (cm^3) $\frac{n}{10}$ AgNO_3 -Lösung + 0,1773 = %-Gehalt an Cl^- .

400000281

BAG

Target

- 4 2171

- 30/4 C3

e) Bestimmung von H_2O in BS - Kontakt :

10 g bis zur Gewichtskonstanz bei $105^\circ C$ getrocknet,

f) Bestimmung von HNO_3 in BS - Kontakt :

a) qualitativ : Kontakt gepulvert, mit Wasser ausgelaugt, filtriert, Filtrat versetzt mit $FeSO_4$ -kristall und konz. H_2SO_4 : bei Anwesenheit von HNO_3 : Auftreten eines braunen Ringes.

b) quantitativ : 5 g in Destillationskolben gegeben, dann 6 g Dearda'sche Legierung und erst 10 cm^3 $NaOH$ -Lösg. (35 %ig) (Vorsicht: starke Erwärmung), dann nach und nach noch 40 cm^3 $NaOH$ -Lösung (35 %ig) hinzugefügt. Wenn Reaktion beendet, dann $\frac{1}{2}$ Stunde gekocht und entstandenes Ammoniak in einer Vorlage von 10 cm^3 $n-H_2SO_4$ aufgefangen. Überschüssige $n-H_2SO_4$ mit $n-NaOH$ zurücktitriert (Methylorange als Indikator),

Resultat: Verbrauchte H_2SO_4 -Menge (cm^3) $\cdot 1,26 =$
% - Gehalt an HNO_3 .

g) Bestimmung von Nickel in Nickelnitratlösung :

10 cm^3 Nickelnitratlösung aufgefüllt mit dest. Wasser auf 200 cm^3 , davon 10 cm^3 (= $0,5\text{ cm}^3$ ursprüngliche Lösung) genommen und siedend heiß das Nickel mit 50 cm^3 Dimethylglyoximlösung und einigen Tropfen konz. Ammoniaklösung gefällt. Weitere Behandlung nach "Bestimmung des Ni in BS - Kontakt" (a).

h) Bestimmung von Sulfidschwefel (S^{2-}) in BS - Kontakt :

5 g mit HCl (1:1) versetzt und entstehende Gase mittels reinem H_2 durch saure Cadmiumacetatlösung geleitet.

i) Bestimmung v. organ. gebundenem Schwefel in BS - Kontakt :

(Im Anschluß an Bestimmung v. "Sulfidschwefel in BS-Kontakt (h); Der von der Cd-Lösung kommende H_2 mit O_2 an Platin verbrannt, die entstandene H_2SO_4 absorbiert und gravimetrisch über $BaSO_4$ bestimmt.

j) Bestimmung der Karbonatfällung auf Sodaüberschuß :

Fällungsgemisch filtriert, 10 cm^3 Filtrat mit $n-H_2SO_4$ -Lösung titriert (Methylorange als Indikator),

Überschuß soll etwa 5 % betragen.

400000282

-BAG

Target

2171

-3 14 C3

k) Konzentrationsbestimmungen :

1) HCl, HNO₃, H₂SO₄ : 35 cm³ n-Natronlauge in Waageglas gefüllt, gewogen (g1), vorsichtig 3 cm³ Säure zugegeben, nach Abkühlung erneut gewogen (g2). Säuresugabe = g1 - g2 Gramm. Überschüssige Natronlauge zurücktitriert (Methylorange als Indikator),

2) Sodalösung (Na₂CO₃-Gehalt): 10 cm³-Lösung titriert mit n-H₂SO₄ (Methylorange als Indikator),

3) Sodalösung (Bikarbonatgehalt) :

10 cm³-Lösung mit 8 cm³ n-Natronlauge und 35 cm³ 10 %iger BaCl₂-Lösung versetzt. Überschüssige Natronlauge zurücktitriert (Phenolphthalein als Indikator),

Verbrauchte Menge (cm³) NaOH x 0,84 =

%-Gehalt an Bicarbonat,

400000283

BAG Target

2171 3 3

1) Aktivitätsprüfung des BS-Kontaktes (Mai 39).

Ausgeführt mit 50 cm³ Kontakt der Korngrösse 2-5 mm, eingebaut in Porzellanrohr (v. 25 mm l.W.) gemäß Zeichnung. Thermoelementmeßstelle 2 cm oberhalb unterem Kontaktende.

1) Kontaktvorbehandlung: Langsames Aufheizen im Wasserstoffstrom (120 Ltr./Std.) auf 400°C Kontakttemperatur, H₂-Behandlung bei dieser Temperatur bis Kontakt keine CO₂ mehr abgibt (Prüfung des Abgases auf Gehalt an CO₂ mit Barytwasser).

2) Prüfung: Anschließend Abkühlung auf 350°C und Zumischung von Kohlenoxyd (6 Ltr./Std. zum Wasserstoff). Dauerprüfung mit dem so hergestellten Mischgas von 5% CO und 95% H₂ bei 350°C. Täglich mehrmals Gasanalysen. Ein guter Kontakt soll folgende Abgasanalyse besitzen:

CO ₂	:	0,0	%
CO	:	0,0	%
H ₂	:	95,0	%
CH ₄	:	5,0	%

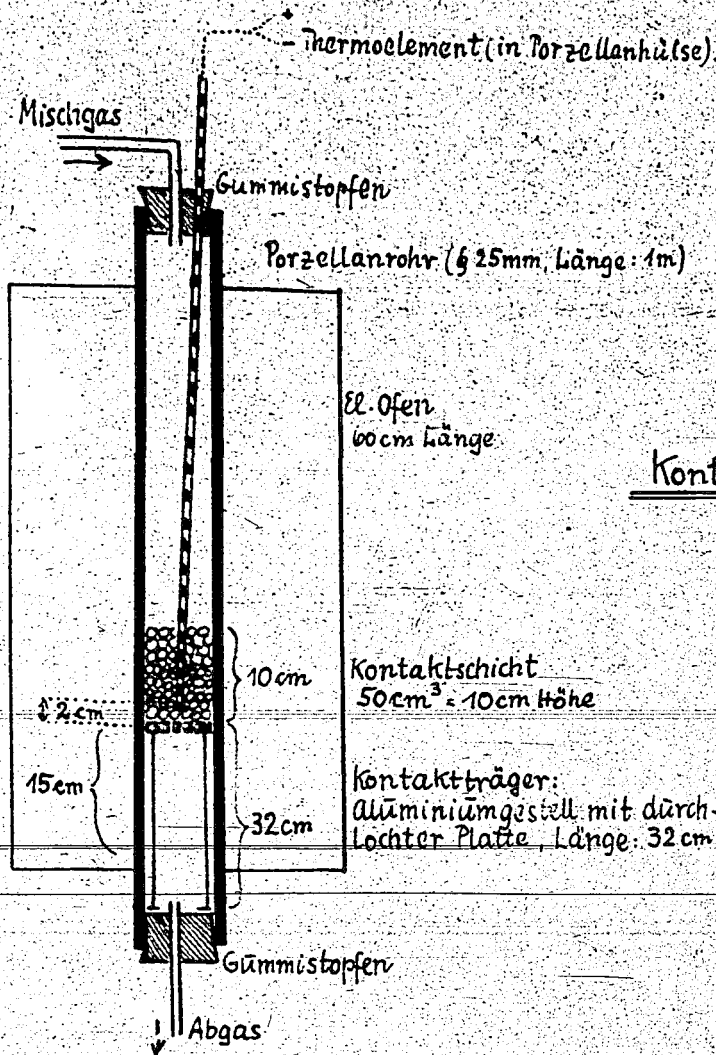
400000284

BAG

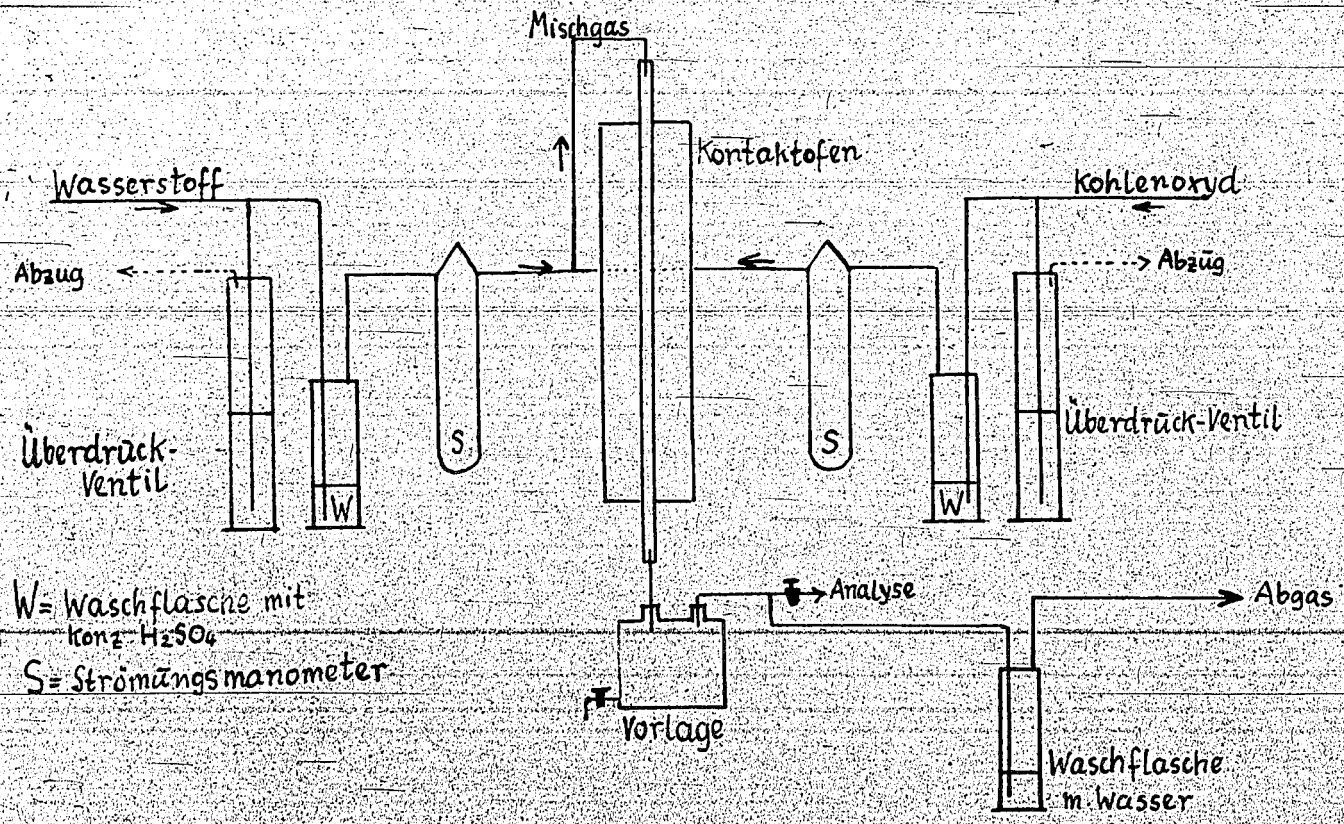
Target

2171

-3 / 4 C3



Kontaktofen



W = Waschflasche mit konz. H_2SO_4
 S = Strömungsmanometer

500000285

BAG No. 2171

30/4.03

5. DISCLOSURES
(MISC.)

Erfinderfragebogen

Besprochen mit Herrn Dr. Keunecke und Dr. Kürzinger am 2. I. 40.

BAG

Target

2171

-30/4.03

5
o. z. 11 670.

500000286

20. Juli 1939.

Titel der Erfindung: **Verfahren zur Oxydation höhermolekularer aliphatischer Kohlenwasserstoffe.**

1. Tag der Erfindung: **Februar 1938.**

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Dr. Keunecke hatte gefunden, daß bei der Oxydation von Paraffin durch Zusatz von Alkali zu Alkalipermanganat hellere Produkte erzielt werden. Bei systematischer Durchprüfung fand Dr. Kürzinger, daß mit der Farbe auch die Produkte insofern besser werden, als sie wesentlich kleinere CC-Zahlen aufweisen. Als Nachteil zeigte sich die Verlängerung der Oxydationszeit und die Verringerung der Ausbeute an Oxydationsprodukt. Dr. Kürzinger und Dr. Keunecke bemühten sich nun, durch eingehende systematische, experimentelle Untersuchungen, diese Nachteile zu beseitigen. Auf Anregung der Labor.-Leitung (Dr. Wietzel) wurde gefunden, daß durch spätere Zugabe der Alkalien die Verlängerung der Oxydationszeit und die Verschlechterung der Ausbeute an Oxydationsprodukt nahezu beseitigt werden kann.

500000287

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Alfred Kürzinger

Dr. Emil Keunecke

4. Soll einer der Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßte dann dieser Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß seine Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

ges. J. Wietzel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

Kürzinger

Keunecke

Ludwigshafen a. Rh., den 11. März 1940.

Erfinderfragebogen

Ammoniaklaborat
 Mit Herrn Dr. Conrad
 am 10. Dez. 1940 besprochen.

BAG Targt

O. Z. 12 061 (Nr. 100)

2171 -30/4.03

Titel der Erfindung: "Verf. zur Ausführung katalytischer Reaktionen mit kohlenstoffhaltigen Stoffen."

1. Tag der Erfindung: Juli 1939

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Dr. Conrad hatte sich auftragsgemäß mit der Dehydrierung von gasförmigen Kohlenwasserstoffen beschäftigt und zwar arbeitete er zuerst mit Hochfrequenzentladungen, dann besonders eingehend katalytisch mittels aktiver Kohle. Dabei entwickelte er das sogenannte Ausschleusverfahren. Es zeigte sich jedoch, daß die Kohle den Kontakten aus Aluminiumoxyd plus Chromoxyd, die allmählich — namentlich von Amerika — bekannt wurden, unterlegen war. Seit Dezember 1938 bestand zwischen Dr. Stöwener und Dr. Conrad eine Arbeitsgemeinschaft zur Herstellung eines für die Dehydrierung gasförmiger Kohlenwasserstoffe geeigneten Katalysators auf Basis Tonerde-Chromoxyd. Während zunächst die von Dr. Stöwener auf verschiedene Weise hergestellten Kontakte von Dr. Conrad an Butan geprüft wurden, ging Dr. Conrad im Juni 1939 dazu über, aktive Tonerden, die von Dr. Stöwener hergestellt waren, mit Chromverbindungen zu tränken. Dabei wurde die gute Eignung der Tonerden vom Typ 967 und 626a erwiesen und bereits ein Einfluß der Alkalisierung festgestellt. Dr. Rudorfer, der seit Juli 1939 als Mitarbeiter Dr. Conrads verschiedene Zusätze zu den Chromoxyd-Tonerde-Kontakten ausprobierte, und nach der Einberufung Dr. Conrads Ende August 1939 dessen Arbeiten mit übernahm, fand die besondere Wirkung des Alkalizusatzes und ermittelte als günstigste Zusammensetzung die in der Anmeldung beschriebene. Dauer-Versuche ergaben die Überlegenheit der nicht gealterten Tonerde 967 als Träger. Die Erfinder waren sich einig darüber, zu gleichen Teilen an der Erfindung beteiligt zu sein.

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Richard Conrad, Dr. Hermann Rudorfer, Dr. Fritz Stöwener.

4. Soll einer der Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßte dann dieser Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß seine Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

P. Wietze

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

Conrad

Rudorfer

Ludwigshafen a. Rh., den 16. Dezember 1940.

Erfinderfragebogen

500000290
Mit Herrn Dr. Keunecke,
Herrn Dr. Kürzinger und
Herrn Dr. B. Weiß
am 23.6.1941 besprochen.

BAG Target

O. Z. 12 216.

2171 -30/4.03

Titel der Erfindung: Verfahren zur Trennung von Gemischen gerad- und verzweigt-kettiger höhermolekularer Fettsäuren.

1. Tag der Erfindung: 8.III.40.

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Anfangs März 1940 wurden von Dr. Kürzinger Aldehyde, die aus dem Oxydationsverfahren stammten, mit Luft bei tiefer Temperatur (50-70°) ohne Kontakt oxydiert. Von Dr. Keunecke und Dr. Kürzinger wurde konstatiert, daß die hierbei erhaltenen Rohsäuren zwar weitgehend frei von den schmelzpunktserniedrigenden Oxy-, Keto-, ungesättigten Säuren, Laktonen und Ester waren, aber trotzdem in ihrem Schmelzpunkt wesentlich niedriger lagen als einem Gemisch von normalen gesättigten Fettsäuren entsprechender Kettenlänge entsprach. Daraus wurde auf das Vorhandensein größerer Mengen an Isosäuren geschlossen, die auch auf Grund der Herstellungsweise der Aldehyde (Oxoverfahren!) zu erwarten waren. Die aus den Säuren erhaltenen Seifen waren deshalb von ziemlich weicher Konsistenz. Es wurde nun von Dr. Keunecke vorgeschlagen, zur Erzielung festerer Seifen aus den Säuren die Isosäuren ganz oder teilweise zu entfernen. Dr. Kürzinger führte daraufhin die Trennung von Säuren und Isosäuren durch und verwendete hierzu die bei früheren Arbeiten als besonders selektiv erkannten Lösungsmittel Methylformiat und Butanon. Da bei Gemischen von Säuren verschiedener Kettenlängen bei der Lösungsmittelbehandlung eine Trennung der Säuren nicht nur in normale und verzweigte, sondern auch in höher- und niedermolekulare Säuren eintritt, wurden die Säuren vor der Lösungsmittelbehandlung durch Destillation in Fraktionen ungefähr gleicher Kettenlänge zerlegt, die Fraktionen aus Methylformiat umgelöst und hierbei eine gute Trennung in normale Fettsäuren einerseits, verzweigte Fettsäuren andererseits konstatiert. Die hier gewonnenen Erfahrungen wurden dann auch auf die Trennung von Fettsäuren anderer Herkunft (z.B. Fischergatschsäuren) in gerad- und verzweigt-kettige Säuren übertragen. Auf Grund dieser von Dr. Keunecke und Dr. Kürzinger gemeinsam durchgeführten Arbeit wurde die O. Z. 12 216 angemeldet.

Nach Einreichung der Anmeldung O. Z. 12216 wurde Dr. Kürzinger von Dr. B. Weiß darauf aufmerksam gemacht, daß auch er (Dr. B. Weiß) bereits erfolgreiche Versuche zur Trennung von normalen und verzweigten Fettsäuren mit Lösungsmitteln durchgeführt und in seinem Labor-Bericht Nr. 1601 (S. 6) Angaben darüber gemacht habe.

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Emil Keunecke

Dr. Alfred Kürzinger

Dr. Bernhard Weiß

4. Soll einer der Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßte dann dieser Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß seine Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

gen. J. Wachtel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

Keunecke

h. Kürzinger

Dr. Weiß

Ludwigshafen a. Rh., den 23. Juni 1941.

Erfinderfragebogen

500000292

Mit Herrn Dr. Klein
am 27. November 1940 besprochen

BAG

Tarjet

2171

-30/4.03

O. Z. 12 217.

Titel der Erfindung: Verfahren zur Entfernung von Acetylenkohlenwasserstoffen aus Äthylen und Wasserstoff enthaltenden Gasen.

1. Tag der Erfindung:

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Bei der Umwandlung von gesättigten Kohlenwasserstoffen mittels Sauerstoff in ungesättigte fallen Gasgemische an, die etwa 0,5 % Acetylen enthalten. Es war im Hinblick auf die Weiterverarbeitung erwünscht, das Acetylen zu entfernen. Dr. Klein fand, daß die Entfernung mit Nickelkatalysatoren bei den Gasen der Sauerstoffkrackung sicherer vor sich geht als bei den Gasen der thermischen Krackung. Daraufhin angestellte Versuche zeigten, daß das in den Gasen der Sauerstoffkrackung enthaltene Kohlenoxyd dazu beiträgt, daß die gewünschte Acetylenhydrierung ohne Nebenreaktionen (z.B. ohne Hydrierung von Äthylen zu Äthan) vor sich geht. Später (im Jahre 1940) wurde gefunden, daß Kohlenoxyd ersetzt werden kann durch Spuren von Metallcarbonylen.

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Hans Klein

4. Soll einer der Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßte dann dieser Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß seine Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

gus J. Witzel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

H. Klein

Ludwigshafen a. Rh., den 7. Dezember 1940.

Erfinderfragebogen

o. z. 12-549

Titel der Erfindung: Schmierfett

BAG

Target

2171

-30/4.03

1. Tag der Erfindung: 12.12.1940

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

In einer Besprechung des Herrn Dr. Jahrstorfer mit Herrn Dr. Hennicke und Herrn Dr. Leithe (und zeitweise auch Herrn Dr. Nichterlein) vom R.W.A. am 28. November 1940 über unser Emulgierwachs P berichtete Herr Dr. Jahrstorfer über die Gewinnung des Emulgierwachses P durch vorsichtige, teilmweise Oxydation des hochmolekularen Kontaktparaffins mit Luft, wobei neben anderen Sauerstoffverbindungen und unverändertem Paraffin hochmolekulare Wachssäuren erhalten würden, die in der Form der Alkaliseifen die Emulgierung des hochmolekularen Paraffins bewirkten. Die Herren vom R.W.A. wiesen darauf hin, daß wegen der Mangellage auf dem Montanwachsgebiet z. Zt. für hochmolekulare Wachssäuren für den Schmierfettsektor besonderes Interesse bestünde. Insbesondere wäre es wertvoll, wenn auf dem von Herrn Dr. Jahrstorfer geschilderten Wege die Makroparaffine möglichst weitgehend in Wachssäuren übergeführt werden könnten, die dem raffinierten Montanwachs, das bekanntlich bisher zur Herstellung hochwertiger Starrschmieren angewandt wurde, entsprechen würden. Herr Dr. Jahrstorfer sagte zu, Versuche in dieser Richtung aufzunehmen und das R.W.A. über die Ergebnisse zu unterrichten.

Das R.W.A. bestätigte im Schreiben vom 4.12.40 diese Besprechung und die Wichtigkeit des Problems. In Ergänzung dieses Schreibens und eingehend auf die von Herrn Dr. Jahrstorfer in Berlin ausgesprochene Befürchtung, daß durch eine, wenn auch vorsichtige, weitergehende Oxydation des Kontaktparaffins niedrigere Fettsäuren mitentstehen würden, machte Herr Dr. Leithe vom R.W.A. in einem Telefongespräch mit Herrn Dr. Jahrstorfer den Vorschlag, die bei der weitergehenden Oxydation entstehenden niederen Fettsäuren abzutrennen und im Seifen-sektor unterzubringen.

Herr Dr. Jahrstorfer unterrichtete Herrn Dr. Aschenbrenner von dem Problem und schlug aus wirtschaftlichen Gründen vor, zunächst von einer Abtrennung der niederen Fettsäuren und des Unverseifbaren abzu-sehen und zunächst das Emulgierwachs P von Herrn Dr. Baumeister für diesen Zweck untersuchen zu lassen. Außerdem beauftragte er Herrn Dr. Aschenbrenner, weitere Oxydationsprodukte des höchstmolekularen Kontaktparaffins mit steigenden Säurezahlen unter möglicher Vermeidung eines oxydativen Abbaues herzustellen und diese an Herrn Dr. Baumeister zur Herstellung von Starrschmieren weiterzugeben, um zunächst das Optimum des Oxydationsgrades für diesen Verwendungszweck festzustellen.

siehe Blatt 2

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Michael Aschenbrenner Dr. Wilhelm Baumeister Dr. Michael Jahrestorfer

4. Soll einer der Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßte dann dieser Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß seine Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

M. H. Hiegel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

*Dr. Michael Aschenbrenner
Dr. Wilhelm Baumeister
Dr. Michael Jahrestorfer*

Ludwigshafen/Rh. den 25. Juli 1941

Von Herrn Dr. Aschenbrenner wurden Oxydationsprodukte verschiedener Oxydationsgrade hergestellt und die hierfür jeweils günstigsten Arbeitsbedingungen ermittelt. Die von Herrn Dr. Baumeister mit diesen Produkten durchgeführten Starrfettuntersuchungen ergaben das überraschende Resultat, daß nur teilweise anoxydierte Produkte, wie das bereits genannte Emulgierwachs P bereits geeignete Rohstoffe für diesen Zweck darstellen, daß weiteroxydierte Makroparaffine bis zur Erreichung eines Optimums zwar noch höher tropfende Starrfette ergeben, daß aber die technische Reproduzierbarkeit der Qualität mit der mit den höher oxydierten Produkten erhaltenen Starrfette aus bisher unbekanntem Gründen noch nicht gewährleistet ist.

Die Ergebnisse wurden von Herrn Dr. Baumeister in einer Aktennotiz vom 12.1.41 festgelegt, wovon das R.W.A. Durchschlag erhielt.

Erfinderfragebogen

500000297

Nicht persönlich besprochen !

BAG Target

2171 3 / 4 C3

O. Z. 12838

Titel der Erfindung: Verfahren zur Gewinnung eines kloppfesten Betriebsstoffes Betriebsstoffes"

1. Tag der Erfindung: 24. März 1941

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Bei den im Auftrag von Dir. Dr. Müller-Gunradi durchgeführten Crackarbeiten zeigte es sich, daß mit weniger aktiven Kontakten auf Grundlage weitporiger Gele (Dr. Klein, Dr. Seidler), z.B. nach O.Z. 11579 besonders olefinreiche Crackbenzine entstehen. Dr. Klein schlug im Dezember 1939 vor, die niedrig siedenden Anteile solcher Benzine mit Isobutan zu alkylieren, um so zu gesättigten Kraftstoffen hoher Oktanzahl zu kommen. Dr. Fischer benutzte zu den folgenden Versuchen Benzine, die von Dr. Seidler in einer kleintechnischen Crackanlage erhalten worden waren. Dr. Fischer stellte den zweckmäßigsten Endsiedepunkt des zu alkylierenden Benzins fest und ermittelte die geeigneten Alkylierungsbedingungen. Er erhielt sowohl in der Glasapparatur wie im Autoklaven Alkylate mit hoher Oktanzahl. Bei den Bemühungen von Dr. Seidler, die Crackung auf die Bedürfnisse der Alkylierung einzustellen, ergab sich, daß bestimmte Teile der Fahrperioden unserer langlebigen Kontakte ein besonders geeignetes Benzin für die Alkylierung liefern. Durch gemeinsame Überlegung kamen die Beteiligten dazu, daß nach Hydrierung (Ausführung Dr. Seidler) der zur Alkylierung nicht verwendeten Benzine und Mischung dieser mit den Alkylaten in besonders wirtschaftlicher Weise ein hochwertiger Kraftstoff erhalten wird.

500000298

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Hans Klein
Dr. Rudolf Seidler
Dr. Max Fischer

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

nein

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

geg. M. Wittgel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

*geg. Dr. Hans Klein
Dr. Rudolf Seidler
Dr. Max Fischer*

Oppauer Werk, den 10.7.1942

Erfinderfragebogen

BAG Target

2171 - 30/4.03

Mit Herrn Dr. Becke besprochen am
17.12.41O. Z. 12 860

Titel der Erfindung: "Verfahren zur Aufarbeitung osmiumhaltiger Lösungen."

1. Tag der Erfindung: **Februar 1941**

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Herrn Dr. Becke wurde Ende Januar 1941 von Herrn Dr. Flemming neben anderen Themen die Anlagerung von Peroxyden an Allylalkohol und anderen Verbindungen mit Doppelbindungen vorgeschlagen.

Dr. Becke griff von sich aus die Osmium-Chloratkatalyse (K.A. Hofmann) auf, um damit die Anlagerung von Hydroxylgruppen an Doppelbindungen organischer Verbindungen zu versuchen. An Hand einiger Beispiele konnte Dr. Becke zeigen, daß man mit Hilfe von durch Osmiumtetroxyd aktivierten Chloratlösungen das oben erwähnte Problem lösen kann. Da aber der zur Anwendung gelangende Katalysator (Osmiumtetroxyd) sehr teuer ist, mußte eine möglichst vollständige Rückgewinnung desselben auf einfache Weise angestrebt werden. Da das Osmiumtetroxyd leicht flüchtig ist, so wurde von Dr. Becke versucht, die Rückgewinnung durch Destillation der die organischen Verbindungen enthaltenden Lösungen durchzuführen. Hierbei stellte sich heraus, daß das Osmiumtetroxyd zu nicht flüchtigen, niedrigen Oxydationsstufen leicht reduziert wird. Dr. Becke fand nun, daß durch Zugabe von starken Säuren bzw. durch Einstellung der Lösungen auf ein p_H von 0,5 - 1,0 etwa, gegebenenfalls in Gegenwart von oxydierend wirkenden Stoffen, die Reduktion sehr gehemmt wird und daß das Osmiumtetroxyd so bei der Destillation der Reaktionsflüssigkeit zurückerhalten werden kann.

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Friedrich Becke

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

gez. G. Wietzel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

gez. F. Becke
" Fl.

Oppauer Werk, den 24. Dezember 1941

Erfinderfragebogen

500000301

BAG Target

o. z. 12 879

2171 -30/4.03

Titel der Erfindung: Schmälzmittel1. Tag der Erfindung: Ende Mai/Anfang Juni 1941

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Mündlich und schriftlich habe ich die in Lu auf dem Textilhilfsmittelgebiet arbeitenden Chemiker wiederholt auf die Notwendigkeit hingewiesen, Emulgatoren auf fettfreier Basis zu schaffen, die in Mineralöl löslich sind und das Mineralöl nach dem Spinnen auch wieder von der Faser entfernen helfen. Das von Hö ausgearbeitete Emulphor A extra (Kondensationsprodukt aus Phenol mit Olefinen und nachträgliche Oxäthylierung) erfüllt theoretisch diesen Zweck, benötigt aber soviel Emulgator, daß sein vom Reichsamt geforderter Großeinsatz bisher an der Beschaffung der nötigen Rohmaterialien scheiterte.

An einem vom Hauptlaboratorium übersandten Umsetzungsprodukt aus Rohoxoalkoholgemisch der Ruhrchemie mit 5 Mol Äthylenoxyd wurde von uns die überraschende Feststellung gemacht, daß sich Mischungen aus diesem und Mineralöl mit Wasser allein sehr rasch und wesentlich besser auswaschen lassen als entsprechende Mineralöl-Mischungen mit dem oben angeführten Emulphor A extra, so daß mit wesentlich weniger Emulgator auszukommen ist. Auf der Suche nach dem Grund dieser Erscheinung kam ich zum Schluss, daß die Verzweigung der Kette hier eine besondere Rolle spielen müsse und fand bei anderen unsymmetrisch gebäuten Produkten ebenfalls eine gesteigerte Eignung für Emulgierzwecke. (Näheres ist aus dem beiliegenden Abzug meines Schreibens vom 12./13.6. an Hauptlaboratorium und L.K.-Abteilung ersichtlich). Da ein genereller Schutz derartiger Produkte notwendig erschien, wurde der Text für eine Anmeldung von Herrn Dr. Haussmann, Herrn Dr. Schönberg und mir gemeinsam festgelegt.

gez. Schwen

Dr.Schwen allgemein: Dr.Haussmann und
Dr.Späth für die Oxäthylierung von
Oxoalkoholen.

500000302

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Inwieweit weitere an der Herstellung der Präparate beteiligten Chemiker als Erfinder genannt werden sollen, müsste von der Patentabteilung u.U. in einer gemeinsamen Besprechung geklärt werden.

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

nein

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Herr Dr. Sattler, der die Prüfung der übersandten Produkte vorgenommen hat.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

gez. Reppe

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

gez. Schwen
" Haußmann
" Spaeth

Ludwigshafen a.Rh, den 28.11.41

2 v.Reibnitz

Ful. H. H. H.

Patentabteilung
Lu., 7. November 1942.

Ammoniaklaboratorium.

O.Z. 12 879

500000303

Lt. beiliegendem Antwortschreiben der Colorist.-
Abteilung vom 19.10.ds.Js. auf unser Memo vom 30.7.
ds.Js. soll Herr Dr. v. Reibnitz als Miterfinder
der obengenannten Anmeldung genannt werden. Wir bit-
ten Sie, den beiliegenden Erfinderfragebogen an der
angezeigten Stelle von Herrn Dr.v.Reibnitz unter-
schreiben und uns den Fragebogen möglichst bald wie-
der zugehen zu lassen, da die Angelegenheit sehr
eilig ist.

2 Anlagen.

Vorsitzender
Dir. Dr. Holdermann
Kammell

I. G. Ludwigshafen
Coloristische Abteilung

An

Patentabteilung, Lu

500000304

Ihre Zeichen

Ihre Nachricht vom

Unsere Nachricht vom

Unser Hausruf

Unsere Zeichen

Ludwigshafen a. Rh.

Et/Ha.

16.10.42

Thm-Dr. Sn/Hi.

19.10.1942

Betreff O.Z. 12 879 - "Schmälsmittel" - (Erfinderfrage).

Der Hauptwert der Anmeldung liegt in dem Schutz der Verwendung von Umsetzungsprodukten von Oxoglykolen mit Äthylenoxyd, da sich auf diese Weise besonders leicht auswaschbare Schälzen herstellen lassen. Beispiel 3 diente nur zur Abrundung der Anmeldung und ist von untergeordneter Bedeutung. Herr Dr. v. Reibnitz kann unter dieser Einschränkung als Miterfinder genannt werden.

gez. Schwen

2171

3 74 00

500000305

Erfinderfragebogen

am 30.10.1941 mit Dr.A.Scheuermann u.
Dr.Eder besprochen.

BAG Target

2171 -30/4.03

O. Z. 12 880

Titel der Erfindung: "Verfahren zur Herstellung sauerstoffhaltiger aliphatischer Verbindungen"

1. Tag der Erfindung: 16.11.1940

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorkarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Bei den weiteren systematischen Arbeiten über das von Dr.G.Wietzel vorgeschlagene Verfahren zur Aldehydgewinnung aus Methanol, Kohlenoxyd und Wasserstoff (siehe Anmeldung 69 304 IV d/12 o) untersuchte Dr.Eder mit dem Ziel einer Steigerung der Aldehydausbeute die Abhängigkeit der Reaktion von Druck, Temperatur und Gaszusammensetzung. Dabei beobachtete er, dass bei stark erhöhtem Druck (oberhalb 300 Atm) trotz beträchtlicher Gewichtszunahme die Aldehydausbeute zurückging. Er konnte nachweisen, dass sich unter diesen Bedingungen auch beträchtliche Mengen Alkohol bildeten. Als Nachteil stellte sich heraus, dass bei höheren Drucken wieder erhebliche Cobaltcarbonylbildung auftrat, die bei tiefen Drucken durch Anwendung von Sinterkontakten weitgehend zurückgedrängt werden konnte. Dr.A.Scheuermann machte auf Befragen von Dr.Nienburg den Vorschlag, das Reaktionsprodukt anschließend vollständig zu hydrieren. Die daraufhin angestellten Versuche von Dr.Eder ergaben carbonylfreie Produkte, die wesentlich leichter aufzuarbeiten waren als die unhydrierten. Dr.A.Scheuermann war bei den Versuchen beratend beteiligt; er gab auch Anregungen für den Nachweis, dass es sich bei der Aldehydbildung nur um eine Zwischenreaktion handelt, ein Befund, der für die weitere Arbeitrichtung von Bedeutung war.

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. G. Wietzel

Dr. Eder

Dr. A. Scheuermann

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

gez. G. Wietzel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

gez. G. Wietzel
" H. Eder
" A. Scheuermann

Oppau, den 31.10.1941

Erfinderfragebogen

500000307

Mit Dr. A. Scheuermann besprochen
am 20.1.42

BAG Target

O. Z. 12 887

2171 - 30/4.03

Titel der Erfindung: Verfahren zur Umsetzung von Kohlenoxyd mit Wasserstoff.

1. Tag der Erfindung: 13.4.40

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen) und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Die Verwendung von Kieselgel als Kontaktträger bei der CO-Hydrierung anstelle der in der Qualität häufig schwankenden Kieselgur war mit verschiedenen Kieselgelproben auf Veranlassung von Dr. A. Scheuermann wiederholt von Dr. Meisenheimer versucht worden. Es zeigte sich, daß das Kieselgel einer kurzen Temperaturbehandlung bei 700 - 1100 bedarf, da es sonst infolge seiner Aktivität z.B. mit Kobalt unreduzierbares Kobaltsilikat bildet. Trotzdem blieb aber die Wirksamkeit solcher Kobalt-Kieselgel-Kontakte hinter der von Kobalt-Kieselgur weit zurück.

Nach der Patentanmeldung O.Z. 11 167 von Dr. Stöwener, Dr. Keunecke und Dr. Becke soll sich engporiges Kieselgel für gewisse Umsetzung besonders bewähren, u.a. für die Gewinnung von Kohlenwasserstoffen aus Kohlenoxyd und Wasserstoff. Da der Prüfer (30.1.40) die genannte Verbesserung bei der Benzin-Synthese bezweifelte, waren auf Anregung von Dr. Stöwener hin die Versuche nochmals von Dr. Vorbach in der Gruppe von Dr. A. Scheuermann aufgenommen worden, die dann auch zum Erfolg führten (13.4.40), so daß heute anstelle der Kieselgur mit gleichem Erfolg ein geglühtes engporiges Kieselgel verwendet werden kann.

Als auf Verfügung des Reichspatentamtes trotz des gelieferten Beispiels dieses Verfahren aus der Anmeldung ausscheiden mußte, wurde die vorliegende Anmeldung mit der Priorität der Anmeldung O.Z. 11 167 neu eingereicht.

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Klaus Meisenheimer

Dr. Fritz Stöwener +

Dr. Otto Vorbach

gez. Dr. Klaus Meisenheimer

4. Soll einer der Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßte dann dieser Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß seine Nennung unterbleibe.)

nein

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

keine

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

gez. U. Witzel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

gez. Dr. Klaus Meisenheimer
(siehe oben)

Dr. Otto Vorbach

Oppauer Werk, den 31. Januar 1942

als Gruppenführer:

gez. Dr. Max Scheuermann

Erfinderfragebogen

500000309

Nicht persönlich besprochen!

BAG Target

o. z. 13069

2171 -30/4.03

Titel der Erfindung: Verfahren zur Herstellung reaktionsfähiger Titansäure.

1. Tag der Erfindung: 2.10.1941

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Im Verfolg der Arbeiten zur Herstellung aktiver Massen wurden von Dr. Drexler auch TiO_2 -Gele untersucht, da anzunehmen war, daß sich Gele dieses Metalles ähnlich verhalten würden wie SiO_2 -Gele. Dies trifft jedoch in keiner Weise zu, sondern es entstehen nur bei annähernd neutraler Fällung reaktionsfähige Titangele, die peptisiert wasserlöslich sind und durch Erhitzen aktives TiO_2 ergeben. Da die anfänglich als geeignet gehaltenen Fällungsgebiete von pH 3 - 4 (wie für engporiges Kieselgel) und pH 9 - 11 (wie für weitporiges Kieselgel) keine aktiven Massen ergaben, schlug Labortechniker Herold vor (und führte die Versuche auch durch) bei einem pH von 7 - 9 zu fällen. Weiter regte Herold auch die Verwendung von Aminen anstelle von Ammoniak an; dadurch wird eine wesentliche Beschleunigung beim Auswaschen erreicht.

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Franz Drexler

Labortechniker Hans Herold

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

nein

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

keine

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

gez. G. Kietzel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

*gez. Drexler
Herold*

Oppauer Werk, den 28. Januar 1942

Erfinderfragebogen

500000311

Persönlich besprochen !

O. Z. 13093

BAG Target

— Titel der Erfindung: August 1941

2171 -30/4.03

1. Tag der Erfindung: August 1941

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Bei Bearbeitung der Grignardreaktionen wurde Frau Dr. Wolffhardt (beim Studium der Literatur) auf die Reaktion von Gilman u. Brown aufmerksam, nach welcher Chlorbenzol mit Magnesium im Einschlußrohr Phenylmagnesiumchlorid liefert. Sie faßte daraufhin den Entschluß, Alkylhalogenverbindungen mit Magnesium und der umzusetzenden Komponente (Ester, Ketone oder dgl.) im Autoklaven zur Reaktion zu bringen. Bei der Ausführung der Versuche ergab sich, daß die Reaktionsteilnehmer in der gewünschten Weise in Reaktion getreten sind.

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. E. Wolffhardt

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

W. W. W. W. W.

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

Dr. E. Wolffhardt

Oppauer Werk

den 26. Mai 1942

Erfinderfragebogen

Persönlich besprochen!

BAG Target

2171 - 30/4.03

O. Z. 13084Titel der Erfindung: Verfahren zur Ausführung von Grignardreaktionen.August 1941

1. Tag der Erfindung:

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Seit einem Jahr war Frau Dr. Wolffhardt mit der Herstellung von Präparaten für die Paraffinoxydation beschäftigt, die mit Hilfe der Grignardreaktion gemacht wurden. Da es sich hierbei um eine höchst vielseitige Reaktion handelte, war sie dauernd am Überlegen, wie man die Reaktion technisch machen könnte. Sie stellte fest, daß drei Hinderungsgründe vorlagen:

- 1) Verwendung der teuren Bromide und Jodide,
- 2) Verwendung sehr großer Äthermengen,
- 3) der hohe Magnesiumpreis.

Zu 1).

Sie versuchte (wie dies in der Literatur schon manchmal erwähnt war) mit den Chloriden zu arbeiten. Dies gelang vollständig bei geschicktem Anätzen der Magnesiumspäne. Die Patentierung erscheint unzweckmäßig.

Zu 2).

Dr. Runge hatte ihr einmal gesagt, er könnte sich denken, daß man Grignardreaktionen auch im Soxhlet machen könnte. Das fiel ihr ein, als sie die vielen Soxhletapparate im Technikum Op. 51 in Betrieb sah und sie überlegte sich die Verwendungsmöglichkeit. Beim praktischen Ausprobieren zeigte sich der Soxhlet mit dem Überlauf als ungeeignet; er mußte geändert werden. Beim Ausprobieren ergab sich weiter, daß man die sonst immer gelernte Reaktionsfolge nach Grignard in einer Apparatur unter Ausnutzung der entstehenden Reaktionswärme machen kann. So entstand das Muster des Apparates, wonach sich Grignardreaktionen in größerem Maßstab unter Anwendung von bedeutend verringerten Äthermengen ausführen lassen.

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. E. Wolffhardt

Dr. F. Runge

4. Soll einer der Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßte dann dieser Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß seine Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

g. y. Witzel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

*g. y. Wolffhardt
F. Runge*

Oppauer Werk

26.5.42

, den

500000315

Erfinderfragebogen

Nicht persönlich besprochen!

BAG Target

2171 - 3 + (3)

O. Z. 13 099

Titel der Erfindung: Verfahren zur Herstellung von Salzen der Amidosulfonsäure.

1. Tag der Erfindung: 15. Juni 1941

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Anlässlich der Versuche zur Herstellung von hochdispenser Tonerde durch Zersetzung von Alkalialuminat mit Amidosulfonsäure (siehe Erfinderfragebogen O.Z. 13 100) wurde von Dr. Lange gefunden, daß man durch Behandlung von reaktionsfähigen Metalloxyhydratniederschlägen mit stöchiometrischen Mengen Amidosulfonsäure die entsprechenden Metallsulfonate darstellen kann, die voraussichtlich als Gerbemittel größere Bedeutung erlangen werden.

500000316

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Heinz L a n g e

Dr. Franz D r e x l e r

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

nein

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

keine

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

g.z. G. Witzel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

*g.z. Lange
Drexler*

Oppauer Werk, den 21. Januar 1942

Erfinderfragebogen

500000317

Mit Dr. Lange besprochen am
21.1.42

BAG Target

O. Z. 13 100

2171 -30/4.03

Titel der Erfindung: Verfahren zur Herstellung von hochdispenser Tonerde.

1. Tag der Erfindung: 1. Juli 1941

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Anfang Dezember 1940 wurde Dr. Lange von Dr. Drexler eine Flasche Amidosulfonsäure übergeben mit dem Auftrag, zu versuchen, diesen Stoff bei der Aufbereitung von komplexen Erzen zu verwenden.

Dr. Lange wandte von sich aus Amidosulfonsäure auch bei der Herstellung von hochdispenser Tonerde an. Er verfolgte dabei das Ziel, eine möglichst gut mit Säuren peptisierbare und möglichst alkalifreie, reaktionsfähige Tonerde darzustellen, wobei insbesondere daraufhingearbeitet wurde, den Waschprozeß des aus der Umsetzung von Alkalialumminat mit Amidosulfonsäure erhaltenen Aluminiumoxydhydrates zu verkürzen. Das durch diese Umsetzung hergestellte Aluminiumoxydhydrat erwies sich im Laufe der Untersuchungen als vorzügliche Basis für die Herstellung von hochbasischen, völlig resolublen Aluminiumverbindungen, Aluminiumsalzen, insbesondere der Amidosulfonsäure und aktiver Tonerde.

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Heinz L a n g e

4. Soll einer der Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßte dann dieser Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß seine Nennung unterbleibe.)

nein

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

keine

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

H. Witzel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

H. Lange

Oppauer Werk

22. Januar 1942

als Gruppenführer:

H. Witzel

Erfinderfragebogen

500000319

BAG

Target

2171

-30/4.03

O. Z. 13 149

Titel der Erfindung: Verf. z. Herst. von als Katalysatoren u. Adsorbentien geeigneten Massen.

1. Tag der Erfindung: 1. Juli 1941

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Bei den Versuchen, die zu O.Z. 13 100 führten, war von Dr. Lange u.a. gefunden worden, daß die aus der Umsetzung von Alkalialuminat und Amidosulfonsäure erhaltene, weitgehend alkalifreie reaktionsfähige Tonerde ein gutes Peptisationsvermögen besitzt und daß bei der Aktivierung der peptisierten Massen hochbasische Metallsulfate (Metalloxysulfate) hinterbleiben, die in poröser Form vorliegen und als Adsorbentien und Träger- bzw. Kontaktmassen Verwendung finden können. Dr. Drexler regte an, gealterte Oxyhydratniederschläge in der Kugelmühle mit Amidosulfonsäure zu behandeln, um auf diesem Wege zu entsprechenden Verbindungen zu kommen. Die Anmeldung wurde von Dr. Lange so abgefaßt, daß auch z.T. die Produkte der zurückgezogenen Anmeldung O.Z. 12 322, deren Gegenstand die Herstellung und Verwendung von basischen Metallsulfaten war, geschützt wird.

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Franz D r e x l e r Dr. Heinz L a n g e

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

nein

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

keine

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

gez. Y. Witzel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

gez. Drexler
" Lange

Oppauer Werk, den 21. Januar 1942

mit Dr. Conrad besprochen am 12.2.42

O. Z. 13 168Titel der Erfindung: Verfahren zur Dehydrierung gasförmiger Kohlenwasserstoffe.1. Tag der Erfindung: Anfang Oktober 1941

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Die Dehydrierung gasförmiger Paraffinkohlenwasserstoffe wird großtechnisch so durchgeführt, daß der Dehydrierungskontakt, der bereits nach wenigen Stunden durch Kohlenstoffabscheidung inaktiv wird und dann durch Überleiten von sauerstoffhaltigen Gasen wiederbelebt werden muß, durch den Reaktionsraum durchgeschleust wird, damit diese Wiederbelebung in einem zweiten Ofen getrennt ausgeführt werden kann. Da die Dehydrierungsreaktion stark endotherm ist, muß der Reaktionsraum in viele Einzelrohre von geringem Querschnitt unterteilt werden, damit die erforderliche große Wärmemenge während der Reaktion durch die Wand zugeführt werden kann. Dehydrierung und Kontaktwiederbelebung im gleichen Ofen hat sich aus Materialgründen als undurchführbar erwiesen. Unsere Bemühungen gingen dahin, den Prozeß betriebseinfacher und wirtschaftlicher zu gestalten.

Bei Besprechungen zwischen Dr. Wietzel und Dr. Conrad über die Möglichkeiten, den ganzen Prozeß zu vereinfachen, machte Dr. Wietzel den Vorschlag, die erforderliche Reaktionswärme durch Vorheizung vor der eigentlichen Reaktion in das Gas zu stecken, und, falls die Wärmekapazität des Gases nicht ausreicht, den Vorgang so oft zu wiederholen, bis der erwünschte Umsatz erreicht sei. Auf diese Weise könnte statt vieler Einzelrohre aus Sonderstahl ein Schachtofen aus keramischem Material verwendet werden, und die Kontaktschleusung könne daher fortfallen.

Dr. Conrad stellte Versuche im Labormaßstab mit n-Butan nach diesem Prinzip an, die bei Beachtung gewisser Vorsichtsmaßregeln (genügende Verweilzeit) die Durchführbarkeit der vorgeschlagenen Arbeitsweise sehr wahrscheinlich machten.

Versuche in großem Maße, bei denen das Prinzip streng durchgeführt werden soll, sind in Vorbereitung.

500000322

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. G. Wietzel

Dr. R. Conrad

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

nein

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

Dr. G. Wietzel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

Dr. G. Wietzel
Dr. R. Conrad

Oppauer Werk, den 13. Februar 1942

Erfinderfragebogen

500000323

Nicht persönlich besprochen !

BAG Target

O. Z. 13 191

2171 - 30/4.03

Titel der Erfindung: V.z.H. von Propylenchlorhydrin

1. Tag der Erfindung: 15.10.1941

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Dr. Flemming veranlasste Ende August 1941 - nach eigenen, durch Literaturangaben (bes. Lennart Smith "Die Bildungsweise der Chlorhydrine, II. Mitt.: Die Propylenchlorhydrine", Zeitschr. f. phys. Chemie, 93. Bd., S. 59) angeregten Vorversuchen - Dr. Woerner damit, ein Verfahren zur Herstellung von Propylenchlorhydrin aus Allylchlorid auszuarbeiten. Die erstrebte Hydratisierung an festen Kontakten in der Gasphase gelang nicht in befriedigender Weise; dagegen konnte mit Schwefelsäure unter Einhalten einer bestimmten Konzentration (um 84 %) und niedriger Temperatur (um 25°C) eine erhebliche Verbesserung der Ausbeute gegenüber den Literaturangaben erreicht werden.

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Alfred Woerner

Dr. Walter Flemming

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

gez. G. Michal

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

gez. Woerner
Flemming

Oppauer Werk, den 15. Februar 1942

Erfinderfragebogen

Nicht persönlich besprochen!

500000325

BAG Tars t

2171 -3 1 2

O. Z. 13 216

Titel der Erfindung: V.z.H.v. Glycerinmonochlorhydrin

1. Tag der Erfindung: Juni 1941

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Im Verfolg der Arbeiten zur Herstellung von reinem, chlorfreien Glycerin aus Allylalkohol wurde von Dr. Jacobi gefunden, daß sich die schwer verseifbaren Verbindungen aus einer rohen Monochlorhydrinlösung extrahieren lassen, so daß die extrahierte Lösung ein reines Monochlorhydrin bzw. ein chlorfreies Glycerin liefert.

Als besonderer Vorteil des Verfahrens wurde von Dr. Jacobi erkannt, daß aus dem z.B. mit Allylchlorid hergestellten Extrakt nach entsprechender Aufarbeitung leicht Mono- und Dichlorhydrin als erwünschte Nebenprodukte bei der Herstellung von Glycerin zu gewinnen sind.

500000326

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Helmut J a c o b i

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

Witzel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

Dr. Helmut Jacobi

als Gruppenführer:

Flemming

Oppauer Werk

den 6. Februar 1942

Erfinderfragebogen

BAG Target

2171 -30/403

Mit Dr. Schiller persönlich
besprochen.

O. Z. 13234

500000327

Titel der Erfindung: "Verfahren zur Herstellung von höhermolekularen
Alkoholen".

1. Tag der Erfindung: Oktober 1940

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Es war die Aufgabe gestellt, das in Op. 143 von Dr. Schiller und Dr. Pilch betriebsmäßig durchgeführte Verfahren zur Herstellung von Alkoholen aus Vorlaufsäuren durch Hydrierung vom Sumpfofenverfahren auf das Rieselverfahren (fest eingebaute Katalysatoren) umzustellen. Bisher wurde ein Ester aus Vorlaufsäure und Vorlaufalkohol verwendet, der unter Verwendung von Zink als Katalysator hergestellt wurde. Die neue Arbeitsweise erfordert möglichst rückstandsfreien Ester. Neben Versuchen zur Reinigung des Esters wurde auch versucht, den Ester ohne Verwendung von Kontaktstoffen zu erzeugen. Dr. Böhm führte Anfang Oktober 1940 Versuche über den Einfluß von Katalysatoren auf die Veresterungsgeschwindigkeit durch, wobei sich zeigte, daß der Zusatz von Katalysatoren entbehrlich war; die so erzeugten Ester wurden ebenfalls von Dr. Böhm im Dezember 1940 im Labormasstab zur Hydrierung verwendet. Ab März 1941 wurde die Arbeitsweise auch im Betrieb von Dr. Pilch und Dr. Schiller durchgeführt, wobei die Brauchbarkeit des Verfahrens bestätigt wurde.

500000328

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Böhm

Dr. Pilch

Dr. Schiller

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

nein

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

W. Witzel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

Dr. Böhm
u. Pilch
u. Schiller

Oppauer Werk den 12.5.1942

Erfinderfragebogen

Nicht persönlich besprochen!

BAG Target

O. Z. 13⁴⁴ 238 (Nr. 20)

2171 -30/4.03

Titel der Erfindung: "Verf. zum Zünden von festen Brennstoffen in Fahrzeug-
generatoren."

1. Tag der Erfindung: **September 1941**

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Beim Ingangsetzen eines Fahrzeuggenerators beim Techn. Prüfstand Op. war der zufällig anwesende Laborant Wilh. Mayer Zeuge der Schwierigkeiten beim Entzünden des Brennstoffes und machte auf Fragen des Meisters P. Strutzke den Vorschlag, die vor Jahren nach Anweisung von Dr. Jannek (für Kohensäurebegasung in Gewächshäusern, vgl. O.Z. 3130) hergestellten, z.T. noch vorhandenen Zündtabletten hierfür zu probieren. Sie erwiesen sich als hervorragend geeignet. Die ursprüngliche Zusammensetzung mußte für Neuherstellung von Dr. Jannek für die heute greifbaren Rohstoffe abgeändert werden.

Dipl. Ing. L. Köhler hat die von Dr. Jannek gelieferten Zündkohlen laufend auf ihre für die Praxis genügend leichte Entzündbarkeit, Brauchbarkeit und Wirkung bei den Generatorversuchen erprobt und insbesondere auch die besondere Bedeutung derselben zum Entzünden von bereits z.T. entgasten Brennstoffen, namentlich nach dem Erkalten des Generators, festgestellt; weiterhin den Vorteil des raschen Wiederanfachens des Generators bei teilweiser Abkühlung nach längeren Fahrtpausen durch Einführung solcher Zündkühlen.

500000330

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Josef J a n n e k
Dipl. Ing. Ludwig K ö h l e r

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Laborant Wilhelm Mayer hat den ersten Vorschlag zur Anwendung von Zündtabletten gemacht. Meister Paul Strutzke hat durch Fragen an Mayer die Anregung zu diesem Vorschlag gegeben.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

gez. G. Witzel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

gez. Dr. Josef Jannick
Dipl. Ing. Ludwig Köhler

Oppauer Werk, den 15. September 1942

13.1.43

Erfinderfragebogen

500000331

U. Schmitt *Frei!*o. z. 13 385*U. z. - Bericht ging zek. an
Pa. BAK Target*

2171 - 3 / 4 (3)

Titel der Erfindung: Verfahren zur Herstellung phosphathaltiger Katalysatoren

1. Tag der Erfindung: 7.6.1939

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Aufgabe: Herstellung von Polymerbenzin nach einem IG-Verfahren, das unabhängig von dem amerikanischen U.O.P.-Verfahren ist.

Da der von Dr. Keunecke, Dr. Münch entwickelte Buchenholzkohle-Phosphorsäure-Kontakt dem U.O.P.-Kontakt unterlegen zu sein, ^{schien} versuchte Dr. Schütze, bessere Kontakte zu finden. Im Magnesiumbiphosphat purissimum Riedel de Haen wurde eine Substanz gefunden, die allen bisher geprüften Katalysatoren an Aktivität weit überlegen war. Von diesem Produkt ausgehend wurde von Dr. Schütze ein technisch brauchbarer Magnesiumphosphatkontakt entwickelt.

500000332

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Max Schütze

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

Max Schütze

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

Max Schütze

Oppauer Werk, den 18. Mai 1942

500000333

BAGulich

2171 - 30/4

45

Kbr. 62002/37

Magnesiumphosphatkontakt Dr. Schütze Oppau

Materialien:

Techn. Vers. Journ. Lab. II Nr. 140

Magnesiumoxyd von Zillertaler Magnesitwerken.

500000334

CaO	=	2,4 %
Al ₂ O ₃ + Fe ₂ O ₃	=	1
SO ₂	=	0,7
K ₂ O	=	0,15
Na ₂ O	=	Spuren
Cl ₂	=	0,036
SO	=	1,9
MgO	=	87,6
H ₂ O	=	6,21

Phosphorsäure techn. rein 84 %ig
 von F.G. Piesteritz
 62,44 % P₂O₅ + 2 % H₃PO₂

Kieselgur S₄ ungeglüht von
 Vereinigten Deutschen Kieselgurwerken
 G.m.b.H., Hannover.
 ~ 9 % Glühverlust

In einem 150 Ltr. V4A - Rührkessel werden 46 kg H₂PO₄ (1,698) eingebracht und unter Rühren eine Aufschlämmung von 5,55 kg MgO in 10 Ltr. Wasser langsam eingetragen. Bei ungefähr 80° werden 3,32 kg Kieselgur (13 % Glühverlust), die in 13 Ltr. Wasser angerührt wurden, auf einmal dazugegeben. Hierzu fügt man 9 kg Kontaktpulver einer früheren Darstellung, das durch Stehen über Nacht mit 9 Ltr. Wasser angeteigt worden war. Gesamtwassermenge 36 Ltr., wovon 4 Ltr. zum Spülen der Ansatzgefäße verwendet werden. In 22 - 27 Stunden wird unter Rühren bei 84 - 112° eingedampft. Die zähe Masse wird auf Aluminiumbleche gestrichen und 2 Std. mit schwachem Vakuum (40 - 70 mm) bei 120° vortrocknet. Nach dem Schneiden in Würfel wird das Produkt weitere 46 Std. im Vakuumtrockenschrank getrocknet (Temp. bei ungefähr 120°). Gesamtanfall ca. 52 kg. Zertrümmerungsdruck 7 - 13 kg/cm². Schüttgewicht ungefähr 800.

Kontaktanalyse.

	SiO ₂	6,45 %
	Al ₂ O ₃	0,30
	Fe ₂ O ₃	0,28
	CaO	0,71
	MgO	11,09
	SO	0,1
	Na ₂ O	0,09
Aus Gesamtalk.	P ₂ O ₅	65,73
Gesamt	H ₂ PO ₄	26,75
Freie	H ₂ O	1,23
(Fischer)		

Op. 740, Chem. 12.7.42. *M. Müller*

500000335

Erfinderfragebogen

Mit Dr. Kölbl persönlich besprochen

BAG Target

21/71 -30/4.03

O. Z. 13426

Titel der Erfindung: **Verfahren zur Verbesserung synthetischer Fettsäuren.**

1. Tag der Erfindung: **Oktober - November 1941**

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Herr Rammeiser führte nach Angaben von Dr. Kölbl Versuche zur Herstellung von pilierten Seifen aus synthetischer Fettsäure unter Zusatz von Kaurit und anderen Formaldehyd-Kondensationsprodukten durch. Diese Zusätze sollten dazu dienen, einigen der den synthetischen Seifen noch anhaftenden Mängel, wie Rissebildung, starke Abwaschbarkeit u.a. abzuhelpfen. Herr Rammeiser stellte bei diesen Versuchen eine Geruchsverbesserung der Seifen fest. Da die verwendeten Kondensationsprodukte Formaldehydgeruch aufwiesen, wurde Formaldehyd als wirksamer Faktor bei der Geruchsverbesserung angesehen. Die Versuche wurden dann von Dr. Kölbl und Herrn Rammeiser in dieser Richtung aufgenommen und führten zu obiger Anmeldung.

500000336

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen Ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Walter Kölbl

Karl Rammeiser

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

nein

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

W. Kölbl

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

W. Kölbl
K. Rammeiser

Oppauer Werk, den 26. Mai 1942

Erfinderfragebogen

500000337

Merseburg

BAG

Target

O. Z. 13 475

2171 - 30/4.03

Titel der Erfindung: "Verfahren zur Reinigung von Kohlenoxyd-Reduktionsprodukten."

1. Tag der Erfindung: von Leuna 10.11.1941, von Ludwigshafen 20.11.41
2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Bei den Arbeiten über die katalytische Reduktion von Kohlenoxyd zur Erzeugung von Treibstoffen und anderen Kohlenwasserstoffen, die auf Veranlassung der Werksleitungen sowohl in Leuna als auch in Oppau durchgeführt werden, ergaben sich an beiden Stellen beim Arbeiten mit Eisenkontakten Schwierigkeiten bei der Aufarbeitung der Produkte durch anwesende Spuren von Eisen.

Zu ihrer Beseitigung wurde an beiden Stellen, in Oppau von Dr. Arno Scheuermann, in Leuna von Dr. Wenzel, die Heißbehandlung der Produkte mit Säuren vorgeschlagen. In Oppau wurden die Versuche in selbständiger Weise von Dr. Schmöle ausgeführt. Bei einer gemeinsamen Besprechung am 5.12.1941 in Ludwigshafen zwischen Dr. Scheuermann und Dr. Wenzel ergab sich die Gleichheit der Arbeitsmethoden, was zu der vorliegenden gemeinsamen Anmeldung führte.

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Arno Scheuermann

Dr. Gerhard Schmole

Dr. Wilhelm Wenzel, Leuna (Kreis Merseburg), Liebigstr. 7

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

gez. Herold

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

gez. A. Scheuermann
G. Schmole
Wenzel

Leuna Werke, den 16.10.42

gez. W. Wenzel

Oppau, 5. 12. 42

Erfinderfragebogen

500000339

Nicht persönlich besprochen !

B.A.G. Target

2171 - 30/4 (3)

O. Z. 13669

Titel der Erfindung: **Verfahren zur Herstellung verzweigter aliphatischer Verbindungen.**

1. Tag der Erfindung: **4.5.1942**

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

In Fortführung unserer Arbeiten über die Oxoreaktion wurde von Dr. Nienburg gefunden, daß, entgegen der bisher herrschenden Auffassung einer etwa gleichprozentigen Addition des Formylrestes an die Doppelbindung in 1- und 2-Stellung, auch eine auswählende Addition unter Bildung von nur einem Reaktionsprodukt durchgeführt werden kann, nämlich durch die Verwendung von solchen Olefinen, in denen das eine doppelt gebundene Kohlenstoffatom kein Wasserstoffatom und das andere noch mindestens ein Wasserstoffatom trägt. Ein solches Ausgangsmaterial ist z.B. Isobutylene. Der Formylrest tritt an das noch Wasserstoff tragende C-Atom.

Am 9.11.42 wurde Dr. Nienburg der Bericht Me 804/II von Dr. Eckhardt vom 25.2.42 zugeleitet. Aus diesem Bericht geht hervor, daß Leuna beim 2-Methyl-penten-1 das Auftreten nur eines der beiden möglichen isomeren Aldehyde beim Umsatz mit CO und H₂ bereits beobachtet hatte. Die allgemeine Gültigkeit dieses Befundes wurde anscheinend nicht erkannt, jedenfalls wurde er nicht zum Anlass einer Anmeldung genommen.

Von Leuna:

Zu 1.) Tag der Erfindung: April/Mai 1940

zu 2.) Hergang: -----

Durch Arbeiten, die gemeinsam von Dr. Gemaßner und Dr. Eckhardt im Werksauftrag ausgeführt wurden, war bereits im Jahre 1940 gefunden worden, daß die Formyl-Gruppe bei -alkylverzweigten Olefinen nur in 1-Stellung eintritt (vgl. den Bericht von Dr. Eckhardt vom 25.2.1942). In Leuna betrachtete man dies als eine rein wissenschaftliche Erkenntnis über den Verlauf der Oxo-Reaktion. Da diese insgesamt durch die Anmeldungen der Ruhr-Chemie geschützt ist, wurde keine besondere Anmeldung für nötig gehalten.

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Hans-Jürgen Nienburg

~~evtl. Herren von Leuna :~~

Dr. Alois Gemassmer, Chemiker, Leuna (Kr. Merseburg), Bayernring 23

Dr. Hans-Joachim Eckhardt, Chemiker, Leuna (Kr. Merseburg),
van't Hoffstr. 7

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

Herold

gez. Herold

Oppauer Werk, den 20. Mai 1943

Leuna Werke, den 12. August 1943

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

Nienburg

" Gemassmer

" Eckhardt

500000341

Erfinderfragebogen

Persönlich besprochen am 5.2.43

BAG Target

2171 -30/4 (3

O. Z. 13733

Titel der Erfindung:

"Verfahren zur Herstellung von 2-Chlorbutan"

1. Tag der Erfindung: 24.7.42

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Dr.Linke war von Dr.Jannek die Aufgabe gestellt, Gemische von n-Butan und n-Butylen mit Hilfe von AgNO_3 -Lösung zu trennen. Da Dr.Linke für die Versuche keine geeignete Apparatur zur Verfügung stand, versuchte er, die Reaktionsfähigkeit der Olefine für die Trennung auszunutzen. Infolge der thermisch möglichen Spaltung der Chloride versuchte er die Anlagerung von HCl an n-Butylen unter Druck. Dies gelang ohne Katalysator bei Zimmertemperatur unter ca. 30 at HCl .

500000342

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Rudolf Linke

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden, nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

W. Witzel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

R. Linke

Oppauer Werk, den 8.2.1943

Erfinderfragebogen

500000343

BAG Target

2171 -30/4.03

o. z. 13.936

Titel der Erfindung: Verfahren zur Herstellung von Zirkonhydroxyd.

1. Tag der Erfindung: 14.10.1942

2. Hier ist die Aufgabe und ihre Lösung zu bezeichnen, das Zustandekommen der Erfindung ausführlich zu schildern unter Angabe der von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen und Richtlinien, der Vorarbeiten des Betriebs und — bei mehreren Erfindern — der Art und des Umfangs der Mitarbeit jedes einzelnen.

Gelegentlich einer Besprechung über die Eignung unserer wasserlöslichen Tonerde für den Ramasitbetrieb wurde die Herstellung von wasserlöslichem Zirkonoxyd geplant.

Da nach den üblichen Fällungsverfahren nur Sole mit ganz geringer Konzentration erhalten wurden, wurden die Fällungsbedingungen systematisch bei steigendem p_H untersucht. Dabei zeigte sich, daß die Fällung im Bereich von p_H 6-8 vorzunehmen ist, um auswaschbare Gele zu erhalten. Labortechniker Hans Herold brachte durch Einstellen des gewaschenen Geles auf p_H 3-5 ein besonders feindisperses Gel zustande, das, mit organischen wie mit anorganischen Säuren peptisiert, sich zu Solen mit 380-450 g/Ltr. ZrO_2 verarbeiten läßt.

Diese Sole eignen sich hervorragend zum Imprägnieren von Stoffen.

3. Wer sind demnach die Erfinder?

(Die Angabe geschieht mit der Versicherung, daß weitere Personen ihres Wissens am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.)

Dr. Franz Drexler, Ludwigshafen a. Rh., Marschnerstr. 9

Labortechniker Hans Herold, Lu, Rollesstr. 15

4. Sollen Erfinder bei der Bekanntmachung der Anmeldung und der Erteilung in der Patentschrift nicht genannt werden? (Es müßten dann die Erfinder einen Antrag ausfüllen, daß ihre Nennung unterbleibe.)

5. Angabe etwaiger Mitarbeiter, die, ohne eigentlich erfinderisch tätig zu sein, bei der Bearbeitung mit Erfolg beteiligt waren, also nur in den Akten, aber nicht auf der Patentschrift genannt werden; nebst kurzer Schilderung der Art ihrer Mitarbeit.

Unterschrift des Abteilungsvorstandes oder
des Laboratoriumsleiters:

geg. W. Wiedel

Unterschrift der (des) Erfinder(s):

*geg. Dr. Franz Drexler
Hans Herold*

Oppauer Werk, den 12. Februar 1943

500000345

Ludwigshafen a. Rh., den 19. August

194 3

An Patentabteilung

BAG

Target

2171

-30./4.03

Erfindungsmeldung

(Genau und ausführliche Ausfüllung erforderlich)

Auf Grund von § 3 der Durchführungsverordnung vom 20. März 1943 zur Verordnung über die Behandlung von Erfindungen von Gefolgschaftsmitgliedern vom 12. Juli 1942 melde(n) ich / wir nachstehende von mir / uns gemachte und anliegend beschriebene Erfindung an, über deren Zustandekommen ich / wir folgendes aussage(n):

- a) Genau Schilderung des Zustandekommens der Erfindung; dabei auch Angabe der in Verbindung mit der Erfindung von ~~Dienstvorgesetzten~~ erteilten Weisungen oder Richtlinien und der bei der Erfindung benutzten Hilfsmittel und Vorarbeiten des Betriebs; bei mehreren Erfindern auch Art der Beteiligung jedes einzelnen hieran:

Die auf dem Gebiet der Umsetzung von niederen Alkoholen mit Kohlenoxyd und Wasserstoff gut wirksamen Katalysatoren gehören fast ausnahmslos den carbonylbildenden Metallen der 8. Gruppe des periodischen Systems an. Auf Veranlassung von Dr. Wietzel wurden von Dr. Vorbach Versuche zur Auffindung neuer Kontaktkombinationen durchgeführt. Er fand, daß Kontakte, bei denen die carbonylbildende Komponente vollkommen fehlte, unwirksam waren, wohingegen die aus carbonylbildenden Metallen hergestellten Katalysatoren durch Zusätze von Schwermetallen der 1. und 5. oder 6. Gruppe des periodischen Systems aktiviert werden konnten.

Zu diesen Zusätzen kam Dr. Vorbach durch eine Arbeit von Hieber (C 1942 II, 1668) über die Beschleunigung der Carbonylbildung durch Hochdrucksynthese aus Halogeniden bei Anwesenheit von Kupfer und Silber als halogenbindende Metalle, auf die ihn Dr. A. Scheuermann hinwies. Außerdem waren ähnliche Kontaktkombinationen vom Hauptlaboratorium Lu für die Gewinnung von Essigsäure durch Einwirkung von Kohlenoxyd auf Methanol angewandt worden (O.Z. 13048).

Diese neuen, durch Zusätze aktivierten Kontakte waren für die Herstellung von Alkoholen durch Umsetzung von Alkoholen niederer Kohlenstoffzahl mit Kohlenoxyd und Wasserstoff von Bedeutung, da sie eine kürzere Verweilzeit des Ausgangsalkohols im Reaktionsraum gestatten und somit Sekundärreaktionen, wie Dehydratisierung und Hydrierung, die zu höhermolekularen Verbindungen führen, weniger leicht eintreten können.

Die bei der Umsetzung einzuhaltenden Druck- und Temperaturbedingungen sind dadurch gekennzeichnet, daß die Reaktion in flüssiger Phase stattfindet.

b) Auf dem Gebiet der Erfindung vorliegendes Schrifttum:

c) Mitarbeiter (die nicht eigentlich erfinderisch beteiligt und daher in der Patentschrift nicht zu nennen sind) sowie Art und Umfang ihrer Mitarbeit:

keine

Vorstehende Angaben geschehen mit der Versicherung, daß weitere Personen, soviel bekannt, am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.

Unterschrift der (des) Erfinder(s):
(mit Vornamen, Beruf und Anschrift erbeten)

gez. Dr. Otto Hübner Chemiker, Mannheim, P 7, 13a

„ Dr. Gustav Witzel Chemiker, Mannheim, Rahnfelsstr. 16

„ Dr. Hans Rheinmann Chemiker, Lu, Austr. 25

Außerung des Abteilungsvorstandes oder Laboratoriumsleiters darüber, ob die Erfindung in Anspruch genommen werden soll:

ja

gez. G. Witzel

Betr. Neuannmeldung Dr.Kienitz "Verfahren zur Herstellung von Allen" vom 3.9.1943

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

500000347

Ludwigshafen a. Rh., den 11. Oktober 1943

An Patentabteilung

BAG

O.Z. 14 427

Target

2171

30/4. C3

Erfindungsmeldung

(Genau und ausführliche Ausfüllung erforderlich)

Auf Grund von § 3 der Durchführungsverordnung vom 20. März 1943 zur Verordnung über die Behandlung von Erfindungen von Gefolgschaftsmitgliedern vom 12. Juli 1942 melde(n) ~~ich~~ / wir nachstehende von ~~mir~~ / uns gemachte und anliegend beschriebene Erfindung an, über deren Zustandekommen ~~ich~~ / wir folgendes aussage(n):

- a) Genaue Schilderung des Zustandekommens der Erfindung; dabei auch Angabe der in Verbindung mit der Erfindung von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen oder Richtlinien und der bei der Erfindung benutzten Hilfsmittel und Vorarbeiten des Betriebs; bei mehreren Erfindern auch Art der Beteiligung jedes einzelnen hieran:

Im Auftrag von Dr. Wietzel untersuchte Dr. Kienitz die Möglichkeit der Dehydrierung von Propylen zu Allen. Er wählte für diese Untersuchungen eine Apparatur, die er für die Dehydrierung bei vermindertem Druck von Butan zu Butylen und Butylen zu Butadien gebaut hatte und die sich für diesen Zweck bestens bewährte.

Die Arbeiten wurden im Juni 1943 begonnen; weiterer Ausbau der Ergebnisse in Bezug auf Verbesserung der Katalysatoren und Studien der Möglichkeit der Verwendung des Allens sind geplant.

Als Katalysatoren wurden Tonerde-Chromoxyd-Katalysatoren in Anwendung gebracht, die teils von Dr. Conrad und teils von Dr. Kienitz für die Butan-Butylen-Dehydrierung entwickelt worden waren. Spezielle Katalysatoren wurden von Dr. Kienitz noch nicht ausgearbeitet.

Vorarbeiten lagen nicht vor.

50000348

b) Auf dem Gebiet der Erfindung vorliegendes Schrifttum:

liegt nicht vor

c) Mitarbeiter (die nicht eigentlich erfinderisch beteiligt und daher in der Patentschrift nicht zu nennen sind) sowie Art und Umfang ihrer Mitarbeit:

Vorstehende Angaben geschehen mit der Versicherung, daß weitere Personen, soviel bekannt, am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.

Unterschrift der (des) Erfinder(s):
(mit Vornamen, Beruf und Anschrift erbeten)

Hr. Hermann Kienitz Chemiker, Hasloch/Pfalz, Adolf Hitlerstr. 36
Hr. Gustav Weitzel Chemiker, Mannheim, Rahfeldstr. 16

Äußerung des Abteilungsvorstandes oder Laboratoriumsleiters darüber, ob die Erfindung in Anspruch genommen werden soll:

Soll in Anspruch genommen werden.

Betr. Neuanneldung Dr. Fischer vom 15.11.1943 "Herstellung von festen Polymerisaten aus Äthylen.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

500000349

Ludwigshafen a. Rh., den 23. November 1943

O.Z. 14 518 *ph.*

An Patentabteilung

BAG Target

2171 - 30/4.03

Erfindungsmeldung

(Genau und ausführliche Ausfüllung erforderlich)

Auf Grund von § 3 der Durchführungsverordnung vom 20. März 1943 zur Verordnung über die Behandlung von Erfindungen von Gefolgschaftsmitgliedern vom 12. Juli 1942 melde(n) ich / wir nachstehende von mir / uns gemachte und anliegend beschriebene Erfindung an, über deren Zustandekommen ich / wir folgendes aussage(n):

- a) Genaue Schilderung des Zustandekommens der Erfindung; dabei auch Angabe der in Verbindung mit der Erfindung von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen oder Richtlinien und der bei der Erfindung benutzten Hilfsmittel und Vorarbeiten des Betriebs; bei mehreren Erfindern auch Art der Beteiligung jedes einzelnen hieran:

Bei der Fortsetzung der im Auftrag von Dr. Klein übernommenen Arbeiten zur Herstellung hochwertiger Schmieröle aus Äthylen mit $AlCl_3$ unter Zusatz kleiner Mengen Al-Pulvers (siehe O.Z. 13 462) wurde von Dr. Fischer versucht, das $AlCl_3$ als Kontakt abzuwandeln und ganz oder teilweise durch andere Stoffe zu ersetzen. Dabei konnte durch die Kontaktzusammensetzung gemäß vorliegender Anmeldung festes, definiertes Polymerisat als Hauptprodukt erhalten werden. Feste Polymerisate konnten von Dr. Klein in früheren Versuchen als Nebenprodukte beobachtet werden.

b) Auf dem Gebiet der Erfindung vorliegendes Schrifttum:

1. Feste Polymerisate aus Äthylen, EP 497 643
Anmeldungen und Berichte Dr. Hopff, Lu.
2. Veröffentlichungen und interne Literatur der Schmierölsynthese
aus Äthylen.

c) Mitarbeiter (die nicht eigentlich erfinderisch beteiligt und daher in der Patentschrift nicht zu nennen sind) sowie Art und Umfang ihrer Mitarbeit:

Vorstehende Angaben geschehen mit der Versicherung, daß weitere Personen, soviel bekannt, am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.

Unterschrift der (des) Erfinder(s):
(mit Vornamen, Beruf und Anschrift erbeten)

gez. Dr. M. Fischer, Lu., Schwabenstr. 78

gez. M.

Außerung des Abteilungsvorstandes oder Laboratoriumsleiters darüber, ob die Erfindung in Anspruch genommen werden soll:

Soll in Anspruch genommen werden.

gez. W. Witzel

Betr. Neuanmeldung Dr. Fischer vom 15.11.1943

"Herstellung von festen Polymerisaten aus Äthylen"

Erfindungsbearbeitung:

BAG

Target

500000351

2171

-30/4.03

Zu a) Bei der Fortsetzung der im Auftrag von Dr. Klein übernommenen Arbeit zur Herstellung hochwertiger Paraffinöle aus Äthylen mit $AlCl_3$ unter Zusatz kleiner Mengen Al -Körnern, welche von Dr. Hoffmann als $AlCl_3$ als Katalysator abzuwandeln in ganz oder teilweise ungesättigte Stoffe zu erfolgen. Dabei konnte durch die Kombination der beiden Verfahren gemäß der eingereichten Anmeldung festes, definiertes Polymerisat als Hauptprodukt erhalten werden. Solche Polymerisate konnten von Dr. Klein in freierem Verfügung als Nebenprodukte herbarstellbar werden.

- Zu b)
1. Solche Polymerisate aus Äthylen EP 497 643 Anmeldungen in. Briefe Dr. Hoffmann, die
 2. Veröffentlichungen in. in der Literatur über Paraffinöl/guttes aus Äthylen.

Erfinder (lt. Angabe von Dr. Fischer)

nur DR. Fischer

Herrn Dr. Klein

z.K. mit der Bitte um
Abzeichnung:

Kl.

462

(*) (siehe 0% 13 492 - -)

500000352

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Ludwigshafen a. Rh., den 22. Februar 194

Vorläufige Nr. 665

o. z. 14563 *Jch*

An Patentabteilung

BAG Target

2171 - 30/4.03

Erfindungsmeldung

(Genau und ausführliche Ausfüllung erforderlich)

Betreff: "Durchführung katalytischer Reaktionen".Datum des Anmeldungsentwurfs: auf der Patentabt. abgesprochen.

Auf Grund von § 3 der Durchführungsverordnung vom 20. März 1943 zur Verordnung über die Behandlung von Erfindungen von Gefolgschaftsmitgliedern vom 12. Juli 1942 melde(n) ^{ich} / wir nachstehende von ~~uns~~ / uns gemachte und anliegend beschriebene Erfindung an, über deren Zustandekommen ~~ich~~ / wir folgendes aussage(n):

- a) Genau Schilderung des Zustandekommens der Erfindung; dabei auch Angabe der in Verbindung mit der Erfindung von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen oder Richtlinien und der bei der Erfindung benutzten Hilfsmittel und Vorarbeiten des Betriebs; bei mehreren Erfindern auch Art der Beteiligung jedes einzelnen hieran:

Der von uns für die Paraffingewinnung aus $\text{CO} + \text{H}_2$ unter Mittel-
druck (12 atm) verwendete Fällungskontakt bestehend aus Fe-Cu-
MgO-K-Kieselgur war auf Vorschlag von Dr. Kärtekemeyer noch mit
einem weiteren Zusatz von Calciumfluorid versehen worden.

Auf Grund der mit solchen Fällungskontakten erzielten günstigen
Ergebnisse schlug Dr. Scheuermann die Übertragung auf Eisenschmelz-
kontakte vor. Diese bewährten sich in den von Dr. Kärtekemeyer
durchgeführten Versuchen recht gut, insbesondere zeigten sie nicht
die starke Temperaturempfindlichkeit und damit auch nicht die
Neigung zum Durchgehen wie die Fällungskontakte. Bemerkenswert
ist der neben Benzin, Dieselöl und etwas Paraffin anfallende hohe
Anteil an niederen ungesättigten Kohlenwasserstoffen (Gasöl C_3
u. C_4), die für die Gewinnung von Polymerbenzin geeignet sind.
In der z.Zt. vorliegenden Form ist der Kontakt für die Gewinnung
von festem Paraffin nicht geeignet.

b) Auf dem Gebiet der Erfindung vorliegendes Schrifttum:

nichts bekannt

500000353

c) Mitarbeiter (die nicht eigentlich erfinderisch beteiligt und daher in der Patentschrift nicht zu nennen sind) sowie Art und Umfang ihrer Mitarbeit:

— —

Vorstehende Angaben geschehen mit der Versicherung, daß weitere Personen, soviel bekannt, am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.

Unterschrift der (des) Erfinder(s):
(mit Vornamen, Beruf und Anschrift erbeten)

Herrn Lehmann Chemiker, Lu, Austr. 25

Herrn Starkmeyer Chemiker, Mannheim, Schwarzwaldstr. 71

Außerung des Abteilungsvorstandes oder Laboratoriumsleiters darüber, ob die Erfindung in Anspruch genommen werden soll:

Soll in Anspruch genommen werden.

Herrn G. Michel

Ludwigshafen a. Rh., den 6. April 1944

BAG Target

Vorläufige Nr.

An Patentabteilung

O. Z. 14 722

2171 - 30/4.03

Erfindungsmeldung

(Genau und ausführliche Ausfüllung erforderlich)

Neuanmeldung Dr. Drexler "Verfahren zur Herstellung von
Betreff: wasserlöslichem Zirkonoxyd"

Datum des Anmeldungsentwurfs: 30.3.44

Auf Grund von § 3 der Durchführungsverordnung vom 20. März 1943 zur Verordnung über die Behandlung von Erfindungen von Gefolgschaftsmitgliedern vom 12. Juli 1942 melde(n) ~~XX~~ / wir nachstehende von ~~XX~~ / uns gemachte und anliegend beschriebene Erfindung an, über deren Zustandekommen ~~XX~~ / wir folgendes aussage(n):

- a) ~~Genau~~ Schilderung des Zustandekommens der Erfindung; dabei auch Angabe der in Verbindung mit der Erfindung von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen oder Richtlinien und der bei der Erfindung benutzten Hilfsmittel und Vorarbeiten des Betriebs; bei mehreren Erfindern auch Art der Beteiligung jedes einzelnen hieran:

Bei den Versuchen zur Herstellung von wasserlöslichem Zirkonoxyd, deren Bearbeitung Dr. Drexler auf Antrag der T.H. Abt. Lu übernommen hatte, wurde festgestellt, daß schon durch Wasserdampfdestillation Spuren von Chlor (u. Salzsäure) entweichen.

Chemotechniker Hans Herold versuchte nun durch Zutropfenlassen von verdünntem Wasserstoffsuperoxyd die Chlorabscheidung zu erhöhen; dies trat in der Tat ein. Auch durch Zugabe von Peroxyden konnte eine wesentliche Dechlorierung erreicht werden (August 1943).

Gelegentlich einer späteren Besprechung bei Dr. Ulrich wurde Dr. Drexler aufgefordert, um den Bedarf an Äthylenoxyd zu vermindern, wasserlösliches Zirkonoxyd nach früher von uns ausgearbeiteten Verfahren herzustellen. Dies ist z. Zt. aus Mangel an Apparaturen nicht möglich. Auf Grund der oben gemachten Feststellung haben wir nun ein Verfahren ausgearbeitet, das etwa nach dem Vorgang $4 \text{ZrOCl}_2 + 3 \text{H}_2\text{O}_2 \rightarrow \text{Zr}_4\text{O}_7\text{Cl}_2 + 3 \text{Cl}_2 + 3 \text{H}_2\text{O}$ aus konzentrierten ZrOCl_2 -Lösungen oder besser festem ZrOCl_2 und 5-10% H_2O_2 wasserlösliches Zirkonoxyd herzustellen gestattet.

b) Auf dem Gebiet der Erfindung vorliegendes Schrifttum:

Nichts bekannt

c) Mitarbeiter (die nicht eigentlich erfinderisch beteiligt und daher in der Patentschrift nicht zu nennen sind) sowie Art und Umfang ihrer Mitarbeit:

Vorstehende Angaben geschehen mit der Versicherung, daß weitere Personen, soviel bekannt, am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.

Unterschrift der (des) Erfinder(s):
(mit Vornamen, Beruf und Anschrift erbeten)

*gez. Dr. Franz Krescher
Hans Herold*

Mineraloge, Neustadt a.d.W., Hauptstr. 4
Chemotechniker, Lu, Rollesstr. 15

Außerung des Abteilungsvorstandes oder Laboratoriumsleiters darüber, ob die Erfindung in Anspruch genommen werden soll:

Soll in Anspruch genommen werden.

gez. G. Witzel

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

Ludwigshafen a. Rh., den 22. Juni 1944

BAG Target

Vorläufige Nr.

An Patentabteilung

O. Z. 14875

2171 - 30/4 03

Erfindungsmeldung

(Genau und ausführliche Ausfüllung erforderlich)

Betreff: **Neuanmeldung Dr. Nienburg "Verf. zur Herst. v. primären Alkoholen."**

Datum des Anmeldungsentwurfs: 12.6.44

Auf Grund von § 3 der Durchführungsverordnung vom 20. März 1943 zur Verordnung über die Behandlung von Erfindungen von Gefolgschaftsmitgliedern vom 12. Juli 1942 melde(n) ~~ich~~ / wir nachstehende von ~~mir~~ / uns gemachte und anliegend beschriebene Erfindung an, über deren Zustandekommen ~~ich~~ / wir folgendes aussage(n):

- a) ~~Genau~~ Schilderung des Zustandekommens der Erfindung; dabei auch Angabe der in Verbindung mit der Erfindung von Dienstvorgesetzten erteilten Weisungen oder Richtlinien und der bei der Erfindung benutzten Hilfsmittel und Vorarbeiten des Betriebs; bei mehreren Erfindern auch Art der Beteiligung jedes einzelnen hieran:

Dr. Nienburg bearbeitete seit Nov. 1943 die Frage einer Überführbarkeit von Tetramethyläthylen in Triptan. Unter den Bedingungen der Oxoreaktion wurde dabei nicht Triptan, sondern unter Doppelbindungsverschiebung 2,3 Dimethylpentan erhalten (vgl. Aktennotiz vom 18.4.44). Bei dieser Sachlage meinte Herr Dr. Wietzel, man müßte auch einmal nicht katalytische Verfahren versuchen. Daraufhin schlug Dr. Nienburg Dr. Friedrichsen vor, die Anlagerung von 2 Mol Formaldehyd an Tetramethyläthylen nach dem von Dr. Friedrichsen und Höchst gefundenen Verfahren (DRP 749 150) zu versuchen.
(und I 62 247 IVc/12q)

Der Umsatz gelang und führte zum 4,4, 5,5-Tetramethyl-dioxan -1,3. Dieses Dioxan wurde darauf von Dr. Friedrichsen nach dem von ihm gefundenen Verfahren (O.Z. 12230) mit Methanol Salzsäure unter Bildung von Methylal zum 2,2,3-Trimethyl-butandiol-1,3 gespalten. Die Ausbeute war nur mäßig. Dr. Nienburg schlug daraufhin vor, eine hydrierende Spaltung der 1,3-Dioxane zu versuchen. Dr. Friedrichsen hatte schon früher unter Verwendung verschiedener Kontakte die Hydrierung solcher 1,3-Dioxane zu Diolen mit negativem Erfolg versucht. Die von Dr. Nienburg vorgeschlagene Verwendung des in der Anmeldung benutzten Kontaktes führte ihn dann zu den in der Anmeldung niedergelegten Befunden.

b) Auf dem Gebiet der Erfindung vorliegendes Schrifttum:

c) Mitarbeiter (die nicht eigentlich erfinderisch beteiligt und daher in der Patentschrift nicht zu nennen sind) sowie Art und Umfang ihrer Mitarbeit:

Vorstehende Angaben geschehen mit der Versicherung, daß weitere Personen, soviel bekannt, am Zustandekommen der Erfindung nicht beteiligt sind.

Unterschrift der (des) Erfinder(s):
(mit Vornamen, Beruf und Anschrift erbeten)

g. Hans Kienburg, Chemiker, Lu, Friesenheimerstr. 86

Dr. Wilh. Friedrichsen, Chemiker, Lu, Adolf Hitlerstr. 43 I

Außerung des Abteilungsvorstandes oder Laboratoriumsleiters darüber, ob die Erfindung in Anspruch genommen werden soll:

Soll in Anspruch genommen werden.

g. W. Witzel

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Unser Zeichen: O.Z. 14796. V

Ludwigshafen/Rh., den 12. Juni 1944.

Rh/K.

Verfahren zur Entfernung von Diolefinen aus Gasen.

Es ist bekannt, dass bei der Dehydrierung oder Spaltung von gesättigten aliphatischen Kohlenwasserstoffen neben Olefinen geringe Mengen von Diolefinen entstehen, die bei der Weiterverarbeitung der Olefine häufig stören. Um sie zu entfernen, hat man vorgeschlagen, die Gasgemische einer partiellen Hydrierung in Gegenwart von Katalysatoren zu unterwerfen. Dieses Verfahren hat jedoch bisher keine technische Bedeutung erlangt, da die Hydrierung der Diolefine zu Monoolefinen auch bei Anwendung sehr aktiver Katalysatoren nur verhältnismässig kurze Zeit so weitgehend ist, dass die Endgase frei von Diolefinen sind.

Es wurde nun gefunden, dass die in den gasförmigen Produkten der Dehydrierung oder Spaltung von Kohlenwasserstoffen enthaltenen Diolefine sich praktisch vollständig unter langer Aufrechterhaltung der Wirksamkeit des Katalysators zu Monoolefinen hydrieren lassen, wenn man die aus dem Dehydrier- oder Spaltofen kommenden Gase vor der Berührung mit den Katalysatoren von den in Dampf- oder Nebelform darin enthaltenen Begleitstoffen befreit.

Die Entfernung der dampf- oder nebelförmigen Stoffe kann mechanisch, elektrisch oder mit Hilfe von Adsorptionsmitteln geschehen. Man schaltet z.B. hinter den Dehydrier- oder Spaltofen ein Filter aus Sand, Kies, Schamottestücken, Koks, Glaspulver, Sägespänen, Schlackenwolle, Glaswolle, Holzwolle oder ähnlichen Stoffen. Besonders geeignet sind Faserfilter aus Wolle, Baumwolle oder anderen natürlichen oder künstlichen Fasern. Auch durch Tiefkühlung oder mit Hilfe von Gaszentrifugen oder elektrischen Gasreinigern oder durch Adsorption an aktiver Kohle, Kieselgel oder ähnlichen

Adsorptionsmitteln kann man die störenden Stoffe entfernen. Man kann auch mehrere dieser Mittel anwenden.

Als Katalysatoren kommen die für die Hydrierung bekannten Stoffe in Betracht. Die geeigneten Durchsatz-, Druck- und Temperaturbedingungen werden für die einzelnen Katalysatoren durch Vorversuche ermittelt. Die Temperatur kann tiefer liegen als bei der Hydrierung nicht gereinigter Gase; so genügt z.B. bei Verwendung eines Katalysators aus Chromoxyd mit etwa 5 % Nickel bei einem Gasdurchsatz von 2000 l je l Katalysator und Stunde eine Reaktionstemperatur von 80°. Mit einem sulfidischen Katalysator verläuft die Hydrierung bei einem Durchsatz von 4000 l je l Katalysator und Stunde bei etwa 160°, mit einem Kupfer-Tonerde-Katalysator bei einem Durchsatz von 2000 l bei etwa 110°.

Der für die Hydrierung der Diolefine erforderliche Wasserstoff ist in der Regel in den Ausgangsgasen enthalten. Gegebenenfalls wird noch Wasserstoff zugesetzt, so dass er für jeden Fall im Überschuss, berechnet auf die vorhandenen Diolefine, anwesend ist.

Beispiel 1.

Ein durch Dehydrieren von technischem Butan über einem Chromoxyd-Tonerde-Katalysator gewonnenes Gasgemisch, das 24 % Olefine, 44 % gesättigte Kohlenwasserstoffe, 2 % Butadien und 30 % Wasserstoff enthält, wird durch ein Filter aus Glaswolle, dann über aktive Kohle und schliesslich bei 90° mit einem Durchsatz von 2000 l Gas je l Katalysator und Stunde über 5 % Nickel enthaltendes Chromoxyd geleitet. Das Endgas enthält auch nach wochenlangem Betrieb 26 % Olefine, jedoch kein Butadien.

Führt man das Gasgemisch unmittelbar über den Hydrierkatalysator, so lässt dessen Wirkung schon nach wenigen Stunden nach und das Endgas enthält störende Mengen von Butadien.

Beispiel 2.

Ein durch Dehydrierung gewonnenes Gasgemisch von der in Beispiel 1 angegebenen Zusammensetzung wird durch Schlackenwolle und sodann durch weitporiges Kieselgel geleitet und dann bei 200° bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 4000 l je l Katalysator und Stunde mit einem Nickel- und Wolframsulfid enthaltenden Tonerde-katalysator in Berührung gebracht. Das Endgas ist auch nach wochenlangem Betrieb frei von Butadien.

Auch aktive Tonerde mit 5 % Kupfer, über die die Ausgangsgase bei etwa 120° geführt werden, behält seine hydrierende Wirksamkeit länger als 10 Tage. Arbeitet man jedoch ohne Vorschaltung eines Filters, so sind beide Katalysatoren schon nach wenigen Stunden nicht mehr in der Lage, das Butadien vollständig zu Monoolefinen zu hydrieren.

Patentansprüche.

1. Verfahren zur Entfernung von Diolefinen aus olefinhaltigen, durch Dehydrierung oder Spaltung von Kohlenwasserstoffen gewonnenen Gasen durch katalytische Hydrierung, dadurch gekennzeichnet, dass man die Ausgangsgase vor der Hydrierung von den in Dampf- oder Nebelform darin enthaltenen Begleitstoffen befreit.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Ausgangsgase vor der Hydrierung durch ein Filter schickt.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

600000361

BAG No. 2171

30/4.03

6. ISO-OCTANE THRU
CHLORINATION, ETC.

[2171 - 30/4 C3
Oppau, den 8.5.1942.JB.A k t e n n o t i z .Beschreibung einer Anlage zur Herstellung von Isooktan auf dem Chlorwege.

Bei der oben angezeigten Anlage handelt es sich um ein 4-Stufen-Verfahren. Bei der ersten Stufe handelt es sich darum, das Normalbutan in Isobutan umzuwandeln. Die Umwandlung geschieht in bekannter Weise mit Aluminiumchlorid und Chlorwasserstoff als Katalysator. In der zweiten Stufe wird das gesamte Isobutan mit Chlor in Isobutylchlorid und Chlorwasserstoff umgesetzt. Da bei dieser Reaktion ohnedies Chlorwasserstoff entsteht, ist es nicht notwendig, den bei der Isomerisierung als Kontakt beigelegten Chlorwasserstoff vorher abzutrennen. Die Ausbeute bei der Chlorierung von Isobutan zu Isobutylchlorid beträgt mindestens 95%, da bei einer Spezialchlorierungsmethode jede Art von Überchlorierung vermieden wird. In der 3. Stufe wird das Isobutylchlorid in Isobutylene und Chlorwasserstoff thermisch zerlegt. Die Ausbeute bei diesem Verfahren ist mit 98% anzunehmen. Ein Isomerisieren zu Normalbutylene findet nicht statt. Ebenso wenig findet durch den anwesenden Chlorwasserstoff eine vorzeitige Polymerisation statt. Die Trennung von Isobutylene und Chlorwasserstoff geschieht durch ein selektives Lösungsmittel. Die Weiterverarbeitung von Isobutylene zu ET 100 erfolgt nach dem bisher in Heydebreck vorgesehenen Verfahren.

Der in den Stufen zwei und drei anfallende gasförmige Chlorwasserstoff wird nach einem neuen in Oppau entwickelten Verfahren mit Sauerstoff zu Chlor umgesetzt. Dieses Verfahren besteht im wesentlichen darin, daß das Chlorwasserstoff-Sauerstoff-Gemisch bei erhöhter Temperatur durch eine Salzsäuremelze geleitet wird. Dasselbe Verfahren wird in Oppau zur Verarbeitung des bei der Glycerin-Synthese anfallenden Chlorwasserstoffs als Kreislaufverfahren angewendet sowie bei den Anlagen in Heydebreck für die Glycerin-Synthese und Chloräthyl-erzeugung. Dieses Verfahren zur Umsetzung von HCl in Cl₂ arbeitet wesentlich billiger wie die bisher bekannten Verfahren zur Herstellung von Chlor auf elektrolytischen Wege.

Von den oben angeführten zur Durchführung des Verfahrens notwendigen Anlagen werden z.Zt. in Heydebreck im Rahmen der Ganol-Erzeugung sowie der Glycerin- und Chloräthyl-Erzeugung schon gebaut:

- 1) Polymerisation von Isobutylene zu di-Isobutylene,
- 2) Hydrierung von di-Isobutylene zu Isooktan,
- 3) HCl-Oxydation.

600000363

BAG Target

-2-

2171 = 30/4 C3

Diese Anlagenteile müssten in Rahmen des vorliegenden Projektes erweitert werden.

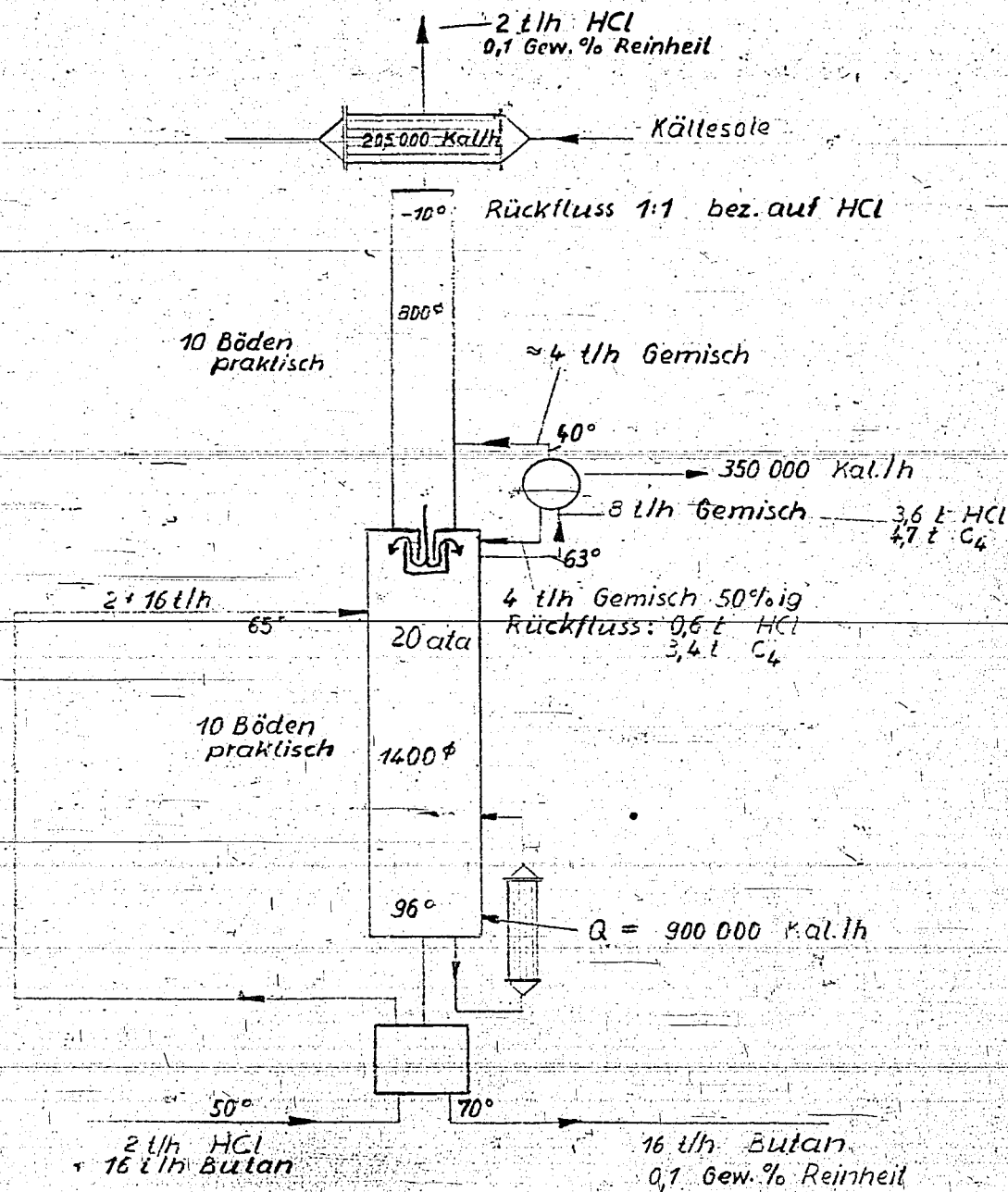
Der Sauerstoffbedarf in Höhe von etwa 1300 cbm pro Stunde kann durch die jetzt schon in Bau befindliche Anlage gedeckt werden.

1 Anlage.

Schema einer Destillation zur Trennung von HCl und Butan

Besprechung bei Fa. Borsig am 30.5.42
 mit den Herren: Dr. Hoffmann
 Dr. Jessen
 Dr. Lühr

- Angebot folgt demnächst.



Die Werte sind rein theoretisch und enthalten keine Sicherheiten.

Die Bödenzahl entspricht jedoch tatsächlichen Ausführungswerten.

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
 Ludwigshafen a. Rhein.

Re

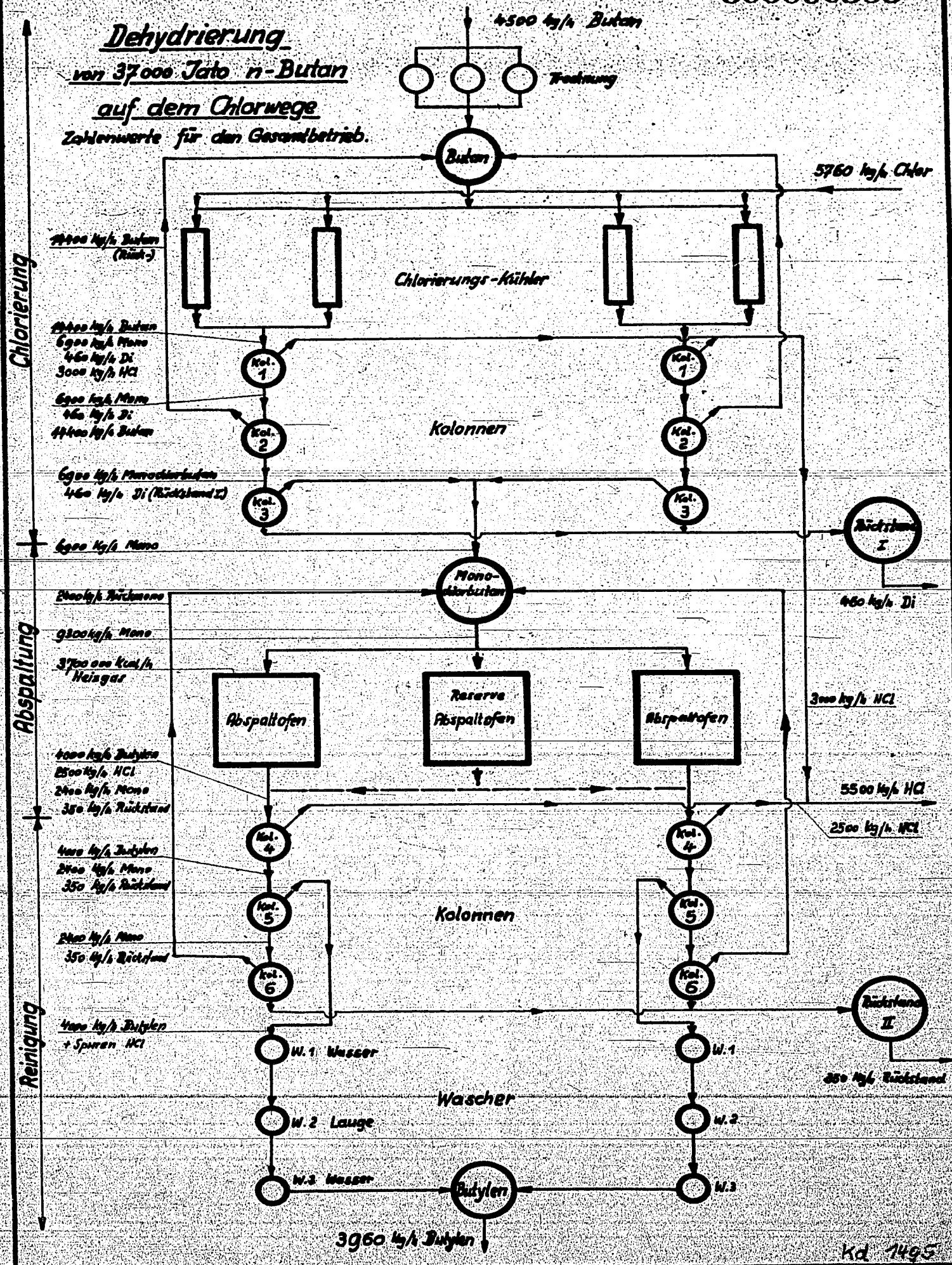
2.6.42. Meyer

Kd 1600

600000365

Dehydrierung von 37000 Tonn n-Butan auf dem Chlorwege

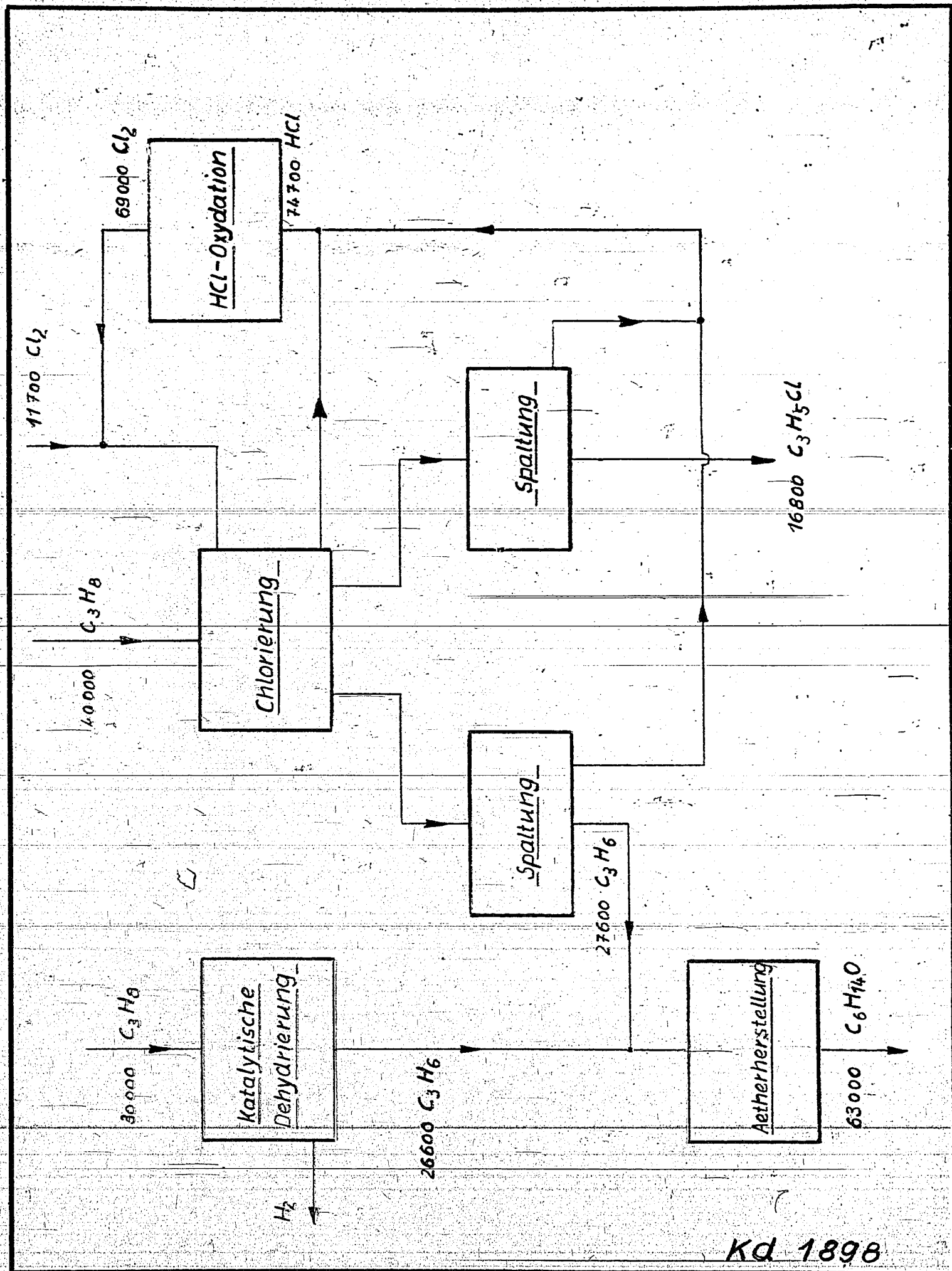
Zahlenwerte für den Gesamtbetrieb.



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

21.1.42

Kd 1495



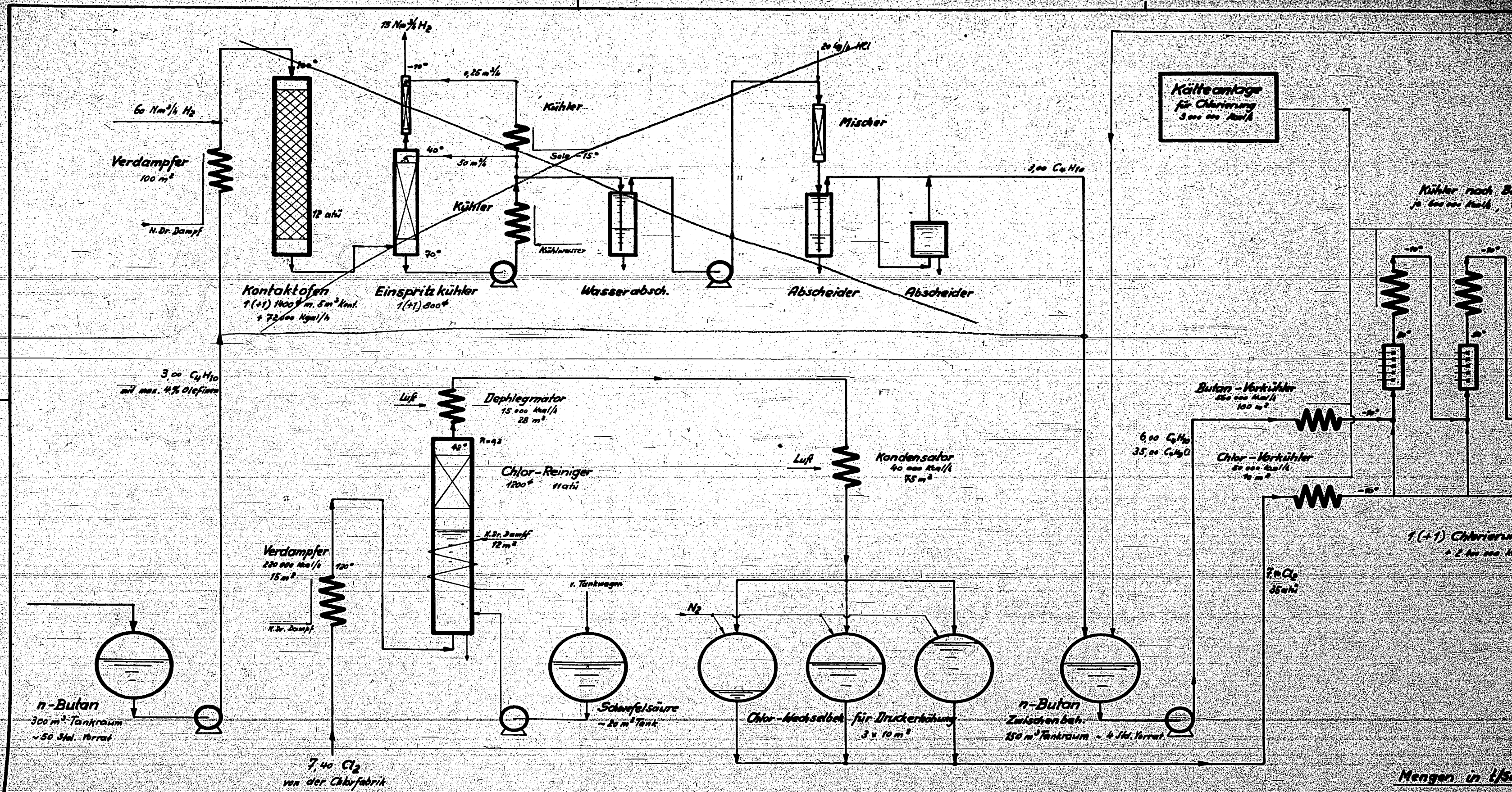
Kd 1898

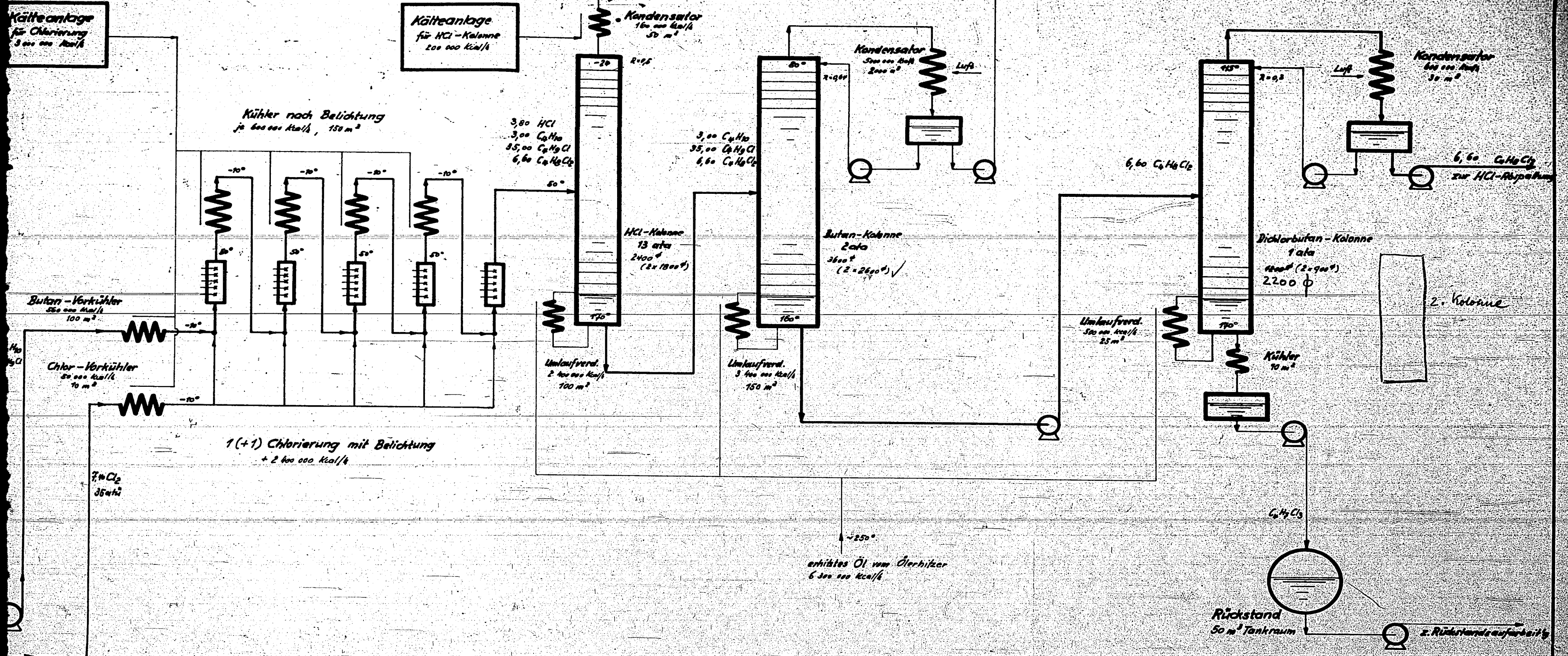
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

Schema

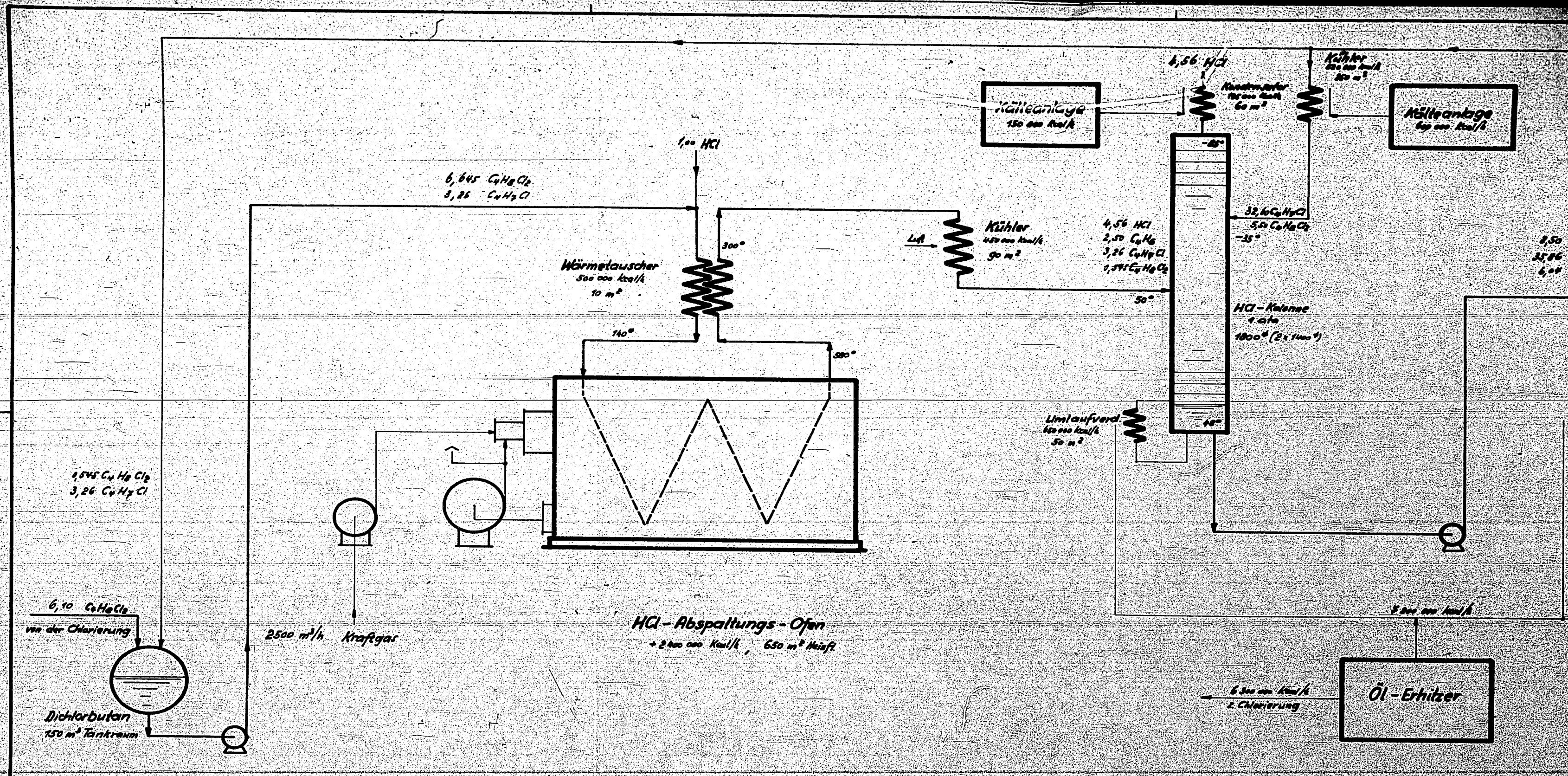
1.9.43 Meyer

Carl Schleicher & Schüll, Dören.

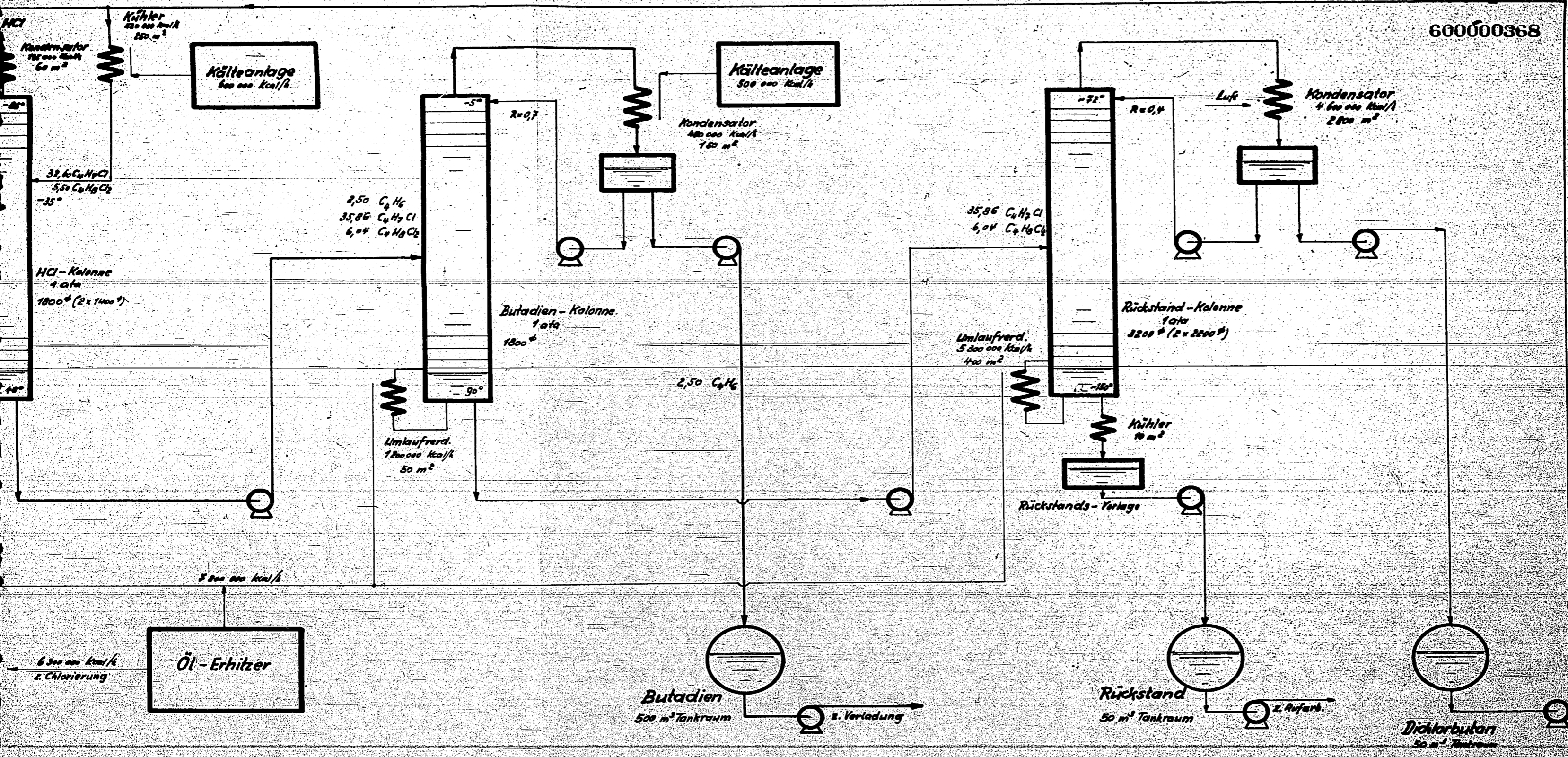




Mengen in t/Std bei 8000 Arbeitsstunden im Jahr.



Mengen in t/Std. bei 8000 Arbeitsstunden im Jahr.



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 Beschluß.

An das
Reichsamt für Wirtschaftsamt
z.Hd. Herrn Dr. Kranepuhl

B e r l i n W 9
Saarlandstraße 128

BAG

Target

2171

-3074.C3

Dr.Er/Gb

9. Mai 1942

Betreff: Tanol aus n-Butan.

Wir nehmen Bezug auf unseren Brief vom 16.4. und Ihre Besprechung mit Dr. Wengler und Dr. Ertel am 7.ds.Mts. sowie unser gestriges Fernschreiben und geben Ihnen hiermit die gewünschte Beschreibung des neuen Tanol-Verfahrens.

Die Herstellung von Tanol aus n-Butan erfolgt nach dem neuen Verfahren in 4 Stufen. In der ersten Stufe wird das Normal-Butan in bekannter Weise mit Aluminiumchlorid und Chlorwasserstoff als Katalysator in Isobutan umgewandelt. In der zweiten Stufe wird das gesamte Isobutan mit Chlor in Isobutylchlorid und Chlorwasserstoff umgesetzt. Da bei dieser Reaktion ohnedies Chlorwasserstoff entsteht, ist es nicht notwendig, den bei der Isomerisierung als Kontakt beigefügten Chlorwasserstoff vorher abzutrennen. Die Ausbeute bei der Chlorierung von Isobutan zu Isobutylchlorid beträgt mindestens 95%, da bei unserer neuen Chlorierungsmethode jede Art von Überchlorierung vermieden wird. In der dritten Stufe wird das Isobutylchlorid in Isobutylen und Chlorwasserstoff thermisch zerlegt. Die Ausbeute bei diesem Verfahren ist mit 98% anzunehmen. Ein Isomerisieren zu Normalbutylen findet nicht statt. Ebensowenig findet durch den anwesenden Chlorwasserstoff eine vorzeitige Polymerisation statt. Die Trennung von Isobutylen und Chlorwasserstoff geschieht durch ein selektives Lösungsmittel. Die Weiterverarbeitung von Isobutylen zu Tanol erfolgt nach dem bisher in Heydebreck vorgesehenen Verfahren.

Der in den Stufen zwei und drei anfallende gasförmige Chlorwasserstoff wird nach einem neuen in Oppau entwickelten Verfahren mit Sauerstoff zu Chlor umgesetzt. Dieses Verfahren besteht im wesentlichen darin, daß das Chlorwasserstoff-Sauerstoff-Gemisch bei erhöhter Temperatur durch eine Salzsäure geleitet wird. Dasselbe Verfahren wird in Oppau zur Verarbeitung des bei der Glycerin-Synthese anfallenden Chlorwasserstoffs als Kreislaufverfahren angewendet. ~~unter anderem~~

v. Herrn Dr. Dr. Müller - Comadi, Herrn Dr. Griesen, Herrn Dr. Wengler,
Herrn Dr. Rieker, I u. II, Herrn Dr. Gichne, Herrn Dr. Ertel,
Herrn Dr. Lentzler.

Durchschlag

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN A. RH.

An das ~~Stellvertreterium Oppau~~
Reichsamt für Wirtschaftsausbau
z.Hd. Herrn Dr. Kranepuhl
Berlin W 9

BAG Target

2171 -30/4.03

Das Verfahren zur Umsetzung von HCl in Cl_2 arbeitet wesentlich billiger wie die bisher bekannten Verfahren zur Herstellung von Chlor auf elektrolytischem Wege.

Von den oben angeführten zur Durchführung des Verfahrens notwendigen Anlagen werden z.Zt. in Heydebreck im Rahmen der Tanol-Erzeugung schon gebaut:

- 1.) Polymerisation von Isobutylen zu di-Isobutylen,
- 2.) Hydrierung von di-Isobutylen zu Isooktan.

Diese Anlagenteile müßten im Rahmen des vorliegenden Projektes erweitert werden.

Der Sauerstoffbedarf in Höhe von etwa 1300 cbm pro Stunde kann durch die jetzt schon in Bau befindliche Anlage gedeckt werden.

Zusammenstellung über Anlagekosten, Energie, Eisenmengen:

Anlagenteil	Anlagekosten RM.	Eisenmengen t	Dampf t/h	Strom KW	Gas m ³ /h	Frischwasser m ³ /h
1.) Umlagerung des n-Butans zu Isobutan	3 000 000.-	3 000	6	200	-	30
2.) Chlorierung des Isobutans zu Isobutylchlorid	3 000 000.-	3 500	20	1 500	-	120
3.) Isobutylen durch HCl-Abspaltung	4 500 000.-	5 000	10	800	3 000	70
4.) HCl-Oxydation zu Chlor	7 000 000.-	6 500	4	2 000	-	50
5.) Erweiterung der Polymerisation u. Hydrierung	2 500 000.-	3 000	10	500	-	100
6.) Allgemeine Kosten	7 000 000.-	6 000	-	-	-	-
	27 000 000.-	27 000	50	5 000	3 000	370

Die angegebenen Werte sind vorläufige Schätzungen.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT
gez. ppa. Gögge! gez. Moller-Cunrad!

Durchschlag

600000371

Apparate-Aufstellung BAG Target

-----2171-----30/4.C3
 zur Dehydrierung von 5000 t Jato i-Butan auf dem Chlorwege

- 2 Pumpen $6 \text{ m}^3/\text{h}$ i-Butan, o auf 5 atü
- 3 Trockentürme 6 atü, Kell, 1600 ϕ x 3000 hoch, 5 atü
- 10 i-Butan-Behälter je 40 m^3 zus. 400 m^3 , 8 atü
- 6 Pumpen je $20 \text{ m}^3/\text{h}$ i-Butan v. 2,5 auf 4,5 atü
- 6 Pumpen je $22 \text{ m}^3/\text{h}$ i-Butan v. 2,5 auf 15 atü
- 6 2st. Plungerpumpen je 100 l/h i-Butan o auf 20 atü f. Stöpselbüchsen
- 6 Pumpen $100 \text{ m}^3/\text{h}$ i-Butan + Cl_2 v. 14 auf 16 atü bei $+50^\circ$
- 30 Chlorierungskühler je 50 m^2 , 16 atü um die Rohre
- 30 Belichtungskörper 200 ϕ x 2000 mit Quarzrohr
- 3 Ausgasungsvorlagen 1200 ϕ x 12500, 16 atü
- 3 Druckkolonnen 1500 ϕ , 14 atü, mit Böden, Rückfluss 1:0,5
- 9 Dephlegmatoren je 60 m^2 für Sole von -30°
- 3 Umlaufverdampfer je 25 m^2 , 14 atü, für 2 atü Dampf
- 4 Kältekompressoren je 200 000 kcal, davon 1 Reserve für Sole von -30°C , mit Ammoniak- und Solekühler und Sammlern usw.
- 3 Druckkolonnen 5 atü, 2000 ϕ mit Böden, Rückfluss 1:2
- 6 Umlaufverdampfer je 40 m^2 , 5 atü, für 4 atü Dampf
- 18 Kondensatoren je 100 m^2 , 5 atü,
- 3 Vorlagen 1200 ϕ x 2400, 5 atü
- 6 Rückfluspumpen je 16 t/h i-Butan, $+35^\circ$
- 6 Rück-Isobutan-Pumpen je 8 t/h max. 40 m
- 3 drucklose Kolonnen 2000 ϕ mit Böden, Rückfluss 1:2
- 3 Umlaufverdampfer je 35 m^2 , drucklos, für 2 atü Dampf
- 6 Kondensatoren je 60 m^2 , drucklos
- 3 Vorlagen 1000 ϕ x 1800, drucklos
- 6 Rückfluspumpen je 6,5 t/h Isobutylchlorid
- 3 Rückstandskühler 8 m^2 Kühlfläche, drucklos
- 3 Vorlagen je 2 m^3 , drucklos
- 6 Rückstandspumpen je 0,25 t/h Rückstand I 25 m
- 1 Verladepumpe $15 \text{ m}^3/\text{h}$ Rückstand I 25 m hoch
- 1 Rückstandbehälter I 200 m^3 , drucklos
- 6 Abspaltungsofen 1300 ϕ , drucklos, mit 61 Rohren 100 ϕ = 155 m^3 Hfl. 350°C Temp. 8 m lang
- 6 Brennkammern f. je 350 000 kcal/h m. Wälzgaserhitzer und Brennern
- 2 Hochdruckventilatoren f. je $3500 \text{ Nm}^3/\text{h}$ Luft auf 800 mm WS.

- 6 Wärmetauscher f. je 275 000 Kcal/h, $2 \cdot 180 \text{ m}^2$ u. $3 \cdot 1/4$ Fläche (Verdampfer)
- 6 Vorwärmer f. je 450000 Kcal/h, 480 m^2 u. Heizfläche
- 6 Kähler je 25 m^2 , drucklos
- 1 Isobutylchlorid-Behälter 1000 m^3 , drucklos
- 6 Abgangspumpen von Kol. 3, je 3,5 t/h i-Butylchlorid auf 25 m Fl.S.
- 2 Eingangspumpen je 15 t/h i-Butylchlorid auf 30-40 m Fl.S.
- 6 Austreiber-Kolonnen $1500 \text{ } \varnothing$, drucklos
- 6 Dephlegmatoren je 15 m^2
- 6 Susp-Kühler je 2 m^2 Kühlfläche
- 1 Vorlage 2 m^3 , Drucklos f. Sumpf
- 2 Pumpen je 3 t/h i-Butylchlorid
- 1 Behälter f. Roh-Isobutylchlorid 200 m^3 , 6 atü
- 1 Gasometer für Roh-Isobutylchlorid, 1000 m^3
- 3 Kompressoren je $1500 \text{ Nm}^3/\text{h}$ i-Butylen auf 5 atü (davon 1x als Res.)
- 1 Pufferbehälter 5 m^3 , 5 atü
- 3 Waschtürme $1800 \times 1200 \text{ m}$ hoch, m. Füllkörper, drucklos
- 6 Umwälzpumpen f. 5 t/h Dimethylaminchlorhydrat + 2,7 t/h Sumpf auf 15 m
- 3 Scheideflaschen 8 m^3 , 1 atü
- 3 Wärmetauscher je 8 m^2 Fläche, drucklos für Sumpf Kolonne 4
- 3 Gas-Gebläse für $1000 \text{ Nm}^3/\text{h}$ Roh-Isobutylchlorid zum Gasometer
- 3 Vakuum-Kolonnen $1500 \text{ } \varnothing$, 0,3 atü, m Böden
- 3 Dephlegmatoren je 3 m^2 Kühlfläche, f. Wasserkühlung
- 3 " " " " f. Kälte-Sole
- 6 Vakuum-Pumpen 0,3 atü, je $750 \text{ Nm}^3/\text{h}$ H₂O gasf.
- 1 Dampfzähl-Kältemaschine für 20 000 Kcal/h
- 3 Umlaufverdampfer je 5 m^2 Heizfläche f. 2 atü Dampf
- 6 Sumpfpumpen f. 5 t/h Dimethylaminchlorhydrat + 1 t/h Sumpf auf 30 m Fl.S.
- 6 Filter f. diesen Durchsatz zur Abscheidung von je 40 kg Diethylaminchlorhydrat als Salz
- 3 Kühler je 25 m^2 Kühlfläche
- 3 Kolonnen $1500 \text{ } \varnothing$, 0 atü m. Böden, Rückfluß 1:2
- 3 Umlaufverdampfer je 20 m^2 Heizfläche
- 12 Kondensatoren je 80 m^2 Kühlfläche, drucklos
- 3 Vorlagen $1200 \text{ } \varnothing \times 24 \text{ } 00$, drucklos
- 6 Rückfluß-Pumpen je 3,5 t/h Isobutylchlorid
- 3 Sumpfkühler je 2 m^2 , drucklos
- 3 Vorlagen 2 m^3 , drucklos
- 2 Sumpfpumpen $5 \text{ m}^3/\text{h}$ Rückstand II
- 2 Eingangspumpen, 6 t/h i-Butylchlorid / Rückstand
- 6 Pumpen je 0,6 t i-Butylchlorid + Rückstand
- 1 Rückstandsbehälter II 200 m^3 , drucklos

2171 - 30/4.03

- 3 Druckkolonnen 1500 \varnothing x 12 m hoch, mit Böden, 5 atü
- 3 Unlaufverdampfer je 20 m², für 4 atü Dampf
- 24 Kondensatoren je 100 m², 5 atü für Wasserkühlung n. 28°C Temp.
- 3 Vorlagen 1200 x 2400, 5 atü
- 6 Rückfluss-Pumpen je 3,5 t/h Isobutylen, 40° Temp.
- 3 Sumpfkühler je 4 m² Kühlfläche 5 atü
- 6 Druckwascher 1500 \varnothing x 12 m hoch, 5 atü
- 1 Natronlaugebehälter 20 m³, drucklos
- 6 Natronlauge-Uswälzpumpen
- 1 Füllpumpe f. NaOH - Behälter 15 m³/h auf 20 m
- 3 Druckbehälter je 40 m³, 5 atü für Rein-Isobutylen
- 2 Verladepumpen je 15 m³/h Isobutylen auf 25 m

Betr. Schloss. f. Kokersl-3-Versuche
 BW.Op. 590/Gie.

Oppau, den 22.5.1942.

Besprechung am 20.5.1942 in Reichsamt Berlin über die AT-Anlage
 Blechhammer und Brück sowie über die geplante Herstellung von ET 100
 aus Butan von Blechhammer in Werk Heydeberg.

Teilnehmer:	von Reichsamt Berlin:	Dr. Kranepuhl Dr. Hofedietz
	von I.G. Oppau:	Dir. Dr. Müller-Cunradi Dr. Cantzler, Dr. Krekeler I Dr. Krekeler II Obering. Giehne
	von Leuna Werke:	Dir. Dr. v. Staden Dir. Dr. Giesen Dr. Bänger Dr. Langheinrich, Dr. Sackmann Obering. Keincke
	von Unide-Büro:	Obering. Dr. Köhler Dipl. Ing. Walzer mehrere Herren von Leuna

Beginn der Besprechung 11 Uhr, Ende 17 Uhr.

Über diese Besprechung wird in Berlin von Dr. Kranepuhl und Dr. Krekeler I ein ausführliches Protokoll aufgesetzt werden. Im Nachfolgenden sind nur die wichtigsten Tatsachen vermerkt.

Eingangs berichtete Dr. Müller-Cunradi über die Gründe, die zur Wahl der Dehydrirungs-Anlage auf dem Chlorweg in Werk Hey statt der Alkylierungs-Anlage in Werk Blechhammer geführt haben. Die für das Werk Blechhammer beschlossene und zum Teil bereits bestellte Alkylierungsanlage kann mit ihren Bauarbeiten nicht wie vorgesehen im Frühjahr 1942 begonnen werden, sondern wegen Mangel an Bauarbeitern frühestens im Herbst 1942. Andernfalls kann nach Angabe von Dir. Josenhans Blechhammer der Fertigstellungstermin der Hydrier-Anlage Blechhammer nicht eingehalten werden. Außerdem ist bei der Größe der vorhandenen Anlagen in Blechhammer die sehr viel Raum beanspruchende AT-Anlage nur schwer unterzubringen. Diese Tatsache führte zur Erwägung über die Verlegung der AT-Anlage von Blechhammer nach Hey, wo die Raumverhältnisse wesentlich günstiger liegen und gleichzeitig zur Erwägung, ob nicht dann zweckmäßigerweise statt des Alkylierungsverfahrens mit der thermischen Dehydrirung des Butans eine Dehydrirung des Butans auf dem Wege der Chlorirung eingesetzt werden soll mit nachfolgender Weiterverarbeitung des anfallenden Isobutylens zu Isooktan. Die Erörterung dieser Frage ist dadurch möglich geworden, daß die

Versuchsarbeiten im Werk Oppau zu diesem Verfahren soweit vorgeschritten sind, daß die Übersetzung ins Große Vorteile zu bieten scheint.

Nach einer längeren Aussprache über die Grundlagen des Chlorierungsverfahrens wurden zunächst vonseiten Oppau die von uns geschätzten Anlagekosten wie folgt bekanntgegeben:

Anlagekosten / Energien / Eisenmengen

Anlageteil:	Anlagekosten RM	Eisenmengen t	Dampf t/h	Strom kW	Gas m ³ /h	Frischwasser m ³ /h
1) Umlagerung des n-Butans zu Isobutan	3 000 000	3 000	6	200	-	30
2) Chlorierung des Isobutans zu Isobutylchlorid	3 000 000	3 500	20	1500	-	120
3) Isobutylene durch HCl-Abspaltung	4 500 000	5 000	10	800	3000	70
4) HCl-Oxydation zu Chlor	7 000 000	6 500	4	2000	-	50
5) Erweiterung der Polymerisation und Hydrierung	2 500 000	3 000	10	500	-	100
6) Allgemeine Kosten	7 000 000	6 000	-	-	-	-
	27 000 000	27 000	50	5000	3000	370

Von Leuna wurde zunächst eingewendet, daß die Butane olefinhaltig seien, und zwar Normalbutan 4-6% Olefine, hauptsächlich Normalbutylen, Isobutan 3-4% Olefine, hauptsächlich Isobutylene, enthalten. Außerdem wurde mitgeteilt, daß Normalbutan und Isobutan in Blechhammer nicht getrennt gewonnen werden, sondern in einem Gemisch vorliegen, das für die Einführung in unser Verfahren zunächst getrennt werden muß. Die beiden Verfahren lassen sich in ihren Einzelteilen nicht ohne weiteres genau übersehen, da beim Alkylierungsverfahren die Olefine nicht stören, während sie beim Chlorierungsverfahren erst auf irgendeinem Wege, beispielsweise durch Hydrierung, in gesättigte Kohlenwasserstoffe übergeführt werden müssen. Weiterhin erfolgt die Trennung des Normalbutans vom Isobutan bei der Alkylierung erst nach dem Alkylierprozess, während für das Chlorierungsverfahren eine vorherige Trennung erforderlich ist.

Bezüglich der Isomerisierung liegen für Oppau keine eigenen Versuchsergebnisse vor, vielmehr waren die Anlagekosten und Eisen- und

600000376

BAG Target

- 2171 - 3 / 4 (3)

Energiesummen von Dr. Fietzel aufgrund eines Besuchs in Leun mitgeteilt worden.

Es wurden nun für das Verfahren auf dem Chlorwege aufgrund der Leunser Erfahrung folgende Zahlen festgelegt:

Gesamtmenge an Butanen: 47 500 tate Butan in Blechhammer mit maximal 3% Propan. Hiervon sind

16 500 tate Isobutan,
31 000 " Normalbutan.

Anlageteil:	Anlagekosten RM	Eisenmengen t	Strom kW	Dampf t/h	Gas m ³ /h	Verbrauchswasser m ³ /h
1) Anlage zur Trennung von Normalbutan u. Isobutan	1 300 000	1100	?	6	-	-
2) Olefin-Hydrierung	1 500 000	1500	200	2	-	100
3) Isomerisierung	3 600 000	3600	?	8	-	-
4) Destillation nach der Isomerisierung	1 700 000	1700	100	10	-	500
Zwischensumme	(8 100 000)	(7900)		(26)	-	(600)
1) Chlorierung	3 000 000	3500	1500	20	-	120
2) HCl-Abspaltung	4 500 000	5000	800	-	3000	700
3) HCl-Oxydation	7 000 000	6500	2000	4	-	500
4) Erweiterung der Polymerisation u. Hydrierung	2 500 000	3000	500	10	1	1000
Zwischenaddit.	(17 000 000)	(18000)	(4800)	(34)	(3000)	(2320)
1) Allgemeines Erw.d. Energie-Anl., Gelände-aufschl., Rohrleit. usw.	10 000 000	9200				
2) Wasserstoffanteil	700 000	700				
3) Leitung Blechhammer-Heydebrack	600 000	600				

Anlagenteil:	Anlagekosten RM	Eisenmengen t	Strom kW	Dampf t/h	Gas m ³ /h	Gebrauchswasser m ³ /h
4) Erweiterung der Kraftgasanlage	200 000	200				
Zwischenaddition	(11 500 000)	(10700)				
Gesamtsumme:	36 600 000	36 800		60	3000	2 920

Die gleiche Zusammenstellung für die AT-Anlage Blechhammer ergibt folgendes Bild für die Verarbeitung der gleichen Mengen an Rohbutan: Ursprünglich verlangte Bausumme: RM 37 000 000, 34500 t Eisen. Dieser Betrag wurde durch den GB-Bau gekürzt durch Streichung von Werkstätten, Magazinen und dergl. allgemeinen Anlagen auf RM 32 300 000,-. Eine Kürzung der Eisensmengen erfolgte in diesem Zusammenhang nicht. Nach Angabe der Herren von Leuna und von Uhde mußte diese Bausumme seinerzeit (August 1942) in sehr kurzer Zeit geschätzt werden und war dadurch seinerzeit unsicher. Die genaue Durcharbeitung der Anlage, wie sie heute vorliegt, ergibt nach Angabe des Büro Uhde folgendes Bild:

Anlagenteil:	Anlagekosten RM	Eisenmengen t	Strom kW	Dampf t/h	Gas 1,4 1. Mill. m ³ /h ME	Gebrauchswasser m ³ /h
1) Dehydrierung 3 t/h Eingang = 24000 tate (Legierungsbestandteil 5 - 6 t Chrom notwendig, ohne das Chrom, das für den Kontakt benötigt wird)	4 200 000	4200	460	4,5	1,8	290
2) Gaskondensation	1 138 000	1100	920	0,5	-	500
3) Wäsche	304 000	300	35	1,3	-	20
4) Stabilisierung	465 000	450	60	3,0	-	110
Zwischenaddition	(6 107 000)	(6050)	(1475)	(9,3)	(1,8)	(920)
1) Mischenanlage (Alkylierung)	1 700 000	1700	2500	1	-	250
2) Kühlbutan- Anlage (Dampftrieb Turbokompressoren)	670 000	670	20	20	-	300
3) Feinabscheidung und Laugen- wäsche	780 000	720	128	1,5	-	10
4) Destillations- Anlage	2 800 000	2700	170	35	-	2700

Anlagenteil:	Anlagekosten RM	Einsparungen t	Strom kW	Dampf t/h	Gas i. Mill. WE	Gebrauchswasser m ³ /h
5) Isomerisierung	850 000	780	80	6	-	300
6) H ₂ SO ₄ -Konzentration	540 000	550	27	0,6	0,9	165
Zwischenaddition:	(3 320 000)	(7120)	(2925)	(64,1)	(0,9)	(3725)
(Gutschrift an Dampf für Gegendruckdampf aus der Kühlbutan-Anlage 20 t, sodaß der Gesamtdampfverbrauch 44,1 t beträgt)						
<u>Allgemeine Anlagen:</u>						
1) Dampfzentrale	3 200 000	3200				
2) Kraftanlage	900 000	900				
3) Rückkühlwerk	850 000	450				
4) Geländeaufschluß Gleis-Anlagen, Kanalisation, Rohrbrücken, Energie-Verteilung usw.	5 000 000	5000				
Der Ausbau von I) und II) erfordert 144 000 qm, zu 15% bebaut.						
Tanklager	2 600 000	2400				
Verladeanlage	350 000	320				
Zwischenaddition	(13 900 000)	(12270)				
Gesamtsumme:	27 327 000	25 440	3 409	53,4	2,7	4 645

Diese Zusammenstellung ergibt ein ^{an} Einspar gegenüber dem Vorschlag von rd. 5 000 000. Diese Einsparung wird von Herren aus Leuna dadurch erklärt, daß im Laufe der Projektbearbeitung durch weitere Versuche in Leuna ein großer Fortschritt erzielt wurde, daß tatsächlich RM 5 000 000 gegenüber dem ursprünglichen Programm eingespart werden konnten.

Die genaue Zusammenstellung der Ausbeuten in den einzelnen Stufen ergibt, daß aus 47 500 tato Butan 41 600 tato Alkylat-Benzin erzeugt werden können.

Zur Kritik über oben angeführten Zahlen.

Die von den Herren von Leuna für unsere Verfahren eingesetzten Werte über die beiden Trennanlagen für Butan sowie für die Isomerisierung erscheinen gegenüber den Zahlen, die sie selbst in ihrer Zusammenstellung haben, weitgehend erhöht. Es war jedoch wegen der schon vorgeschrittenen Zeit unmöglich, noch während der Besprechung Aufklärung über dieses Mißverhältnis in den Zahlenangaben zu erhalten. Besonders auffallend erscheint folgende Gegenüberstellung:

Isomerisierung Blechhammer:0,

850 000 RM 730 t Eisen 80 kW 6 t Dampf 300 m³ Wasser

Isomerisierung Heydebreck:

3 600 000 RM 3600 t Eisen - 8 t Dampf

zu isomerisierende Menge 31 000 tate Normalbutan.

Nach längerer Aussprache über die in vorstehenden Tabellen festgelegten Preise und Energievergleiche wurde nun beschlossen, über folgende Variationen des Bauprojektes in einer Besprechung am Freitag, den 29.5.1942 in Reichsamt Berlin 10 Uhr wiederum in neue Verhandlungen einzutreten, nachdem bis dahin durch die verschiedenen Sachbearbeiter die noch schwebenden Fragen geklärt sind.

Folgende Möglichkeiten sollen besprochen werden:

- 1) Verlegung der jetzt für Blechhammer geplanten Alkylat-Anlage nach Heydebreck.
Grund: Die Ausgaben für die allgemeinen Kosten wie Geländeaufschluß, Energien usw. scheinen in Heydebreck niedriger zu liegen als in Blechhammer.
- 2) Alkylat-Anlage in Verbindung mit Dehydrierung durch Chlorierung in Heydebreck auf der Basis der in Blechhammer anfallenden Butanmengen.
- 3) Dasselbe, jedoch vergrößert durch die in Werk Brück anfallenden Mengen an Butan. In diesem Falle müßten das in Brück anfallende Butan mit Kesselwagen nach Heydebreck gebracht werden.
- 4) Verarbeitung der in Brück und Blechhammer anfallenden Butanmengen auf dem Wege der Chlorierung zu Isooktan in Heydebreck.
- 5) Verarbeitung der in Blechhammer und Brück anfallenden Butanmengen auf dem Wege der reinen Alkylierung (mit thermischer Dehydrierung) in Werk Blechhammer.

Anfall von Butan im Werk Brück:

32 000 tate Isobutan,

32 000 tate Normalbutan.

Die Olefingehalte sind die gleichen wie beim Butan aus Blechhammer.

BAG Target

2171 - 3 1/4 03

Betr. Schloss.f. Kokerei-D-Versuche
 BW.Op. 590/01e.

Oppau, den 22.5.42.

Besprechung am 19.5.1942 im Uhde-Büro / Obering. Dr. Köhler.

Betreff: Petrolblocklieferung / Debutanisier-Kolonne SE I.

Herr Dr. Köhler legte ein Schreiben des Uhde-Büros an die Wifo-Berlin vor, nachdem der Auslieferung der Debutanisier-Kolonne nach Oppau Op 557 kein Hindernis mehr im Wege liegen dürfte. Gesamtgewicht der Debutanisier-Kolonne 15,5 t, Preis RM 20 300,--; vermutlich ab Köln.

Betreff: Kolonnen, Apparateteile, Pumpen und Lagerbehälter für AT-Anlage Blechhammer.

Herr Dr. Köhler übergab mir zwei Aktennotizen über die Apparateteile, Kolonnen usw., die für die AT-Anlage Blechhammer bereits bestellt sind. Eine kurze Überprüfung zeigte, daß sämtliche Teile verwendbar sind für die Butan-Dehydrier-Anlage auf dem Chlorwege Hey mit Ausnahme der außerordentlich reichlich bestellten Lagergefäße für Flüssiggas. Es sind für die AT-Anlage Blechhammer bestellt:

47	Druckbehälter	je 100 m ³	Inh., 10 atü	Betr. Druck =	4700 m ³
4	"	je 150 "	" 3 "	" "	600 "
8	"	je 100 "	" 3 "	" "	800 "

Gesamtlagerraum = 6100 m³.

In unserem Projekt Hey sind lediglich etwa 600 m³ Gesamtlagerraum für die Anlage vorgesehen. Es dürfte jedoch ein Leichtes sein, die nicht benötigten Druckbehälter entweder abzubestellen oder anderen Zwecken nutzbringend zuzuführen.

Für die bestellten Teile sind die Kontingente teilweise schon zugewiesen.

BAG

Targot

Leuna-Werke, den 10.6.1942

2171

-30/4.63

600000381

Besprechungsbericht*Stekt. am 10.6.42
an H. H. Wiskul
nach Ubyl, Dordt*

Anwesend waren die Herren:

Obering. Giehne
 Dr. Hegelmann
 DI. Schröder
 Dr. Käding
 Obering. Keinke
 OI. Dr. Sackmann
 Dr. Orlicek
 DI. Schmidt
 I. Weith

Betr.: Vergleich der Alkylatherstellung durch katalytische Dehydrierung und Dehydrierung mittels Chlor.

Besprochen wurden die chemisch-physikalischen Grundlagen der beiden Verfahren, die Anlagekosten; die beiderseitigen Energien wurden als richtig angenommen und nicht nachgerechnet.

Anhand von Schemen wurde zuerst das Verfahren der katalytischen Dehydrierung besprochen. Durch Besuch der Anlage und allgemeine Überzeugung der Anwesenden wurde Übereinstimmung erzielt, daß das Verfahren der katalytischen Dehydrierung weitgehend geklärt und betriebssicher ist.

Das Dehydrierverfahren mittels Chlor unter Druck und die Dechlorierung unter Druck wurde ebenfalls anhand von Schemen besprochen, und für die anschließenden Berechnungen unterstellt, daß das Verfahren in der beschriebenen Weise und den gewählten Apparaten praktisch durchführbar ist. Leuna weist darauf hin, daß offenbar bisher in dem 10 t - Ofen weder n- noch i-Butan chloriert worden ist, sondern Butylen. Die Dechlorierung in der 10 t - Anlage ist bisher nur mit Butan-Dichlorid und nicht mit Isobutylchlorid durchgeführt worden.

Die Kalkulation der Anlagekosten wurde von beiden Verfahren im Detail durchgegangen und übereinstimmend festgestellt, daß sowohl die Ludwigshafener als auch die Leuna- und Uie-Kalkulation mit im großen und ganzen denselben Grundpreisen rechnen und somit vergleichbar sind. Leuna bemängelt lediglich, daß bei dem Dechlorierungsverfahren weitgehend direkte Hintereinanderschaltungen der Apparaturen ohne Zwischenschaltung von Puffern durchgeführt worden sind, da jedoch bei der Leuna-Kalkulation die Zwischenbehälter in den allermeisten Fällen nicht in der Kalkulation erscheinen, sondern lediglich die dazu benötigten Pumpen und eventuelle Kühler und Kondensatoren, wird jedoch diese Preisdifferenz den Gesamtbetrag der Dechlorierungsanlage nicht wesentlich beeinflussen. Die Herren aus Ludwigshafen erklären, daß diese Unterschiede offenbar weitgehend durch das Verfahren bedingt sind; bei dem Oppauer Dechlorierungsverfahren sind Zwischenbehälter nicht nur nicht erwünscht, sondern zweifellos unzweckmäßig. Das Verfahren, chemische Apparaturen und Destillationskolonnen unmittelbar ohne Zwischenbehälter hintereinanderzuschalten durch Einbau automatischer Regelinstrumente, wird in Oppau seit Jahren in großen Anlagen mit Erfolg angewandt.

Leuna vertritt dagegen den Standpunkt, daß bei Zwischenschaltung von Puffern zwischen den einzelnen Betriebseinheiten die Anlage zwar teurer, aber nach Leuna-Erfahrungen wesentlich betriebssicherer wird.

Die Beteiligten sind sich darüber klar, daß die Alkylierung bei der Butylenerzeugung durch Dechlorierung kleiner wird, als bei der katalytischen Dehydrierung. Es wurde rohgeschätzt: die Alkylierung etwa 30 % weniger, die Kühlbutananlage bleibt etwa gleich. Der Durchsatz durch Feinabscheider und Laugewäsche wird 30 % niedriger. Bei der Destillation wird die Vordestillation 15 - 20 % kleiner werden, die

Butandestillation etwa 50%, die Propandestillation wird etwa gleichbleiben. Die Redestillation und Nachdestillation ist in beiden Verfahren gleich, ebenso die Isomerisierung.

Leuna kann den Vergleich noch nicht als vollständig betrachten, da die Salsäurespaltung nur summarisch angegeben wurde und die nähere Angaben über das Verfahren, Apparaturen im einzelnen usw. für das Verfahren, unter Geheimhaltung läuft und von den Ludwigshafener Herren nicht gegeben werden dürften. Den endgültigen Vergleich will Leuna erst machen, wenn auch diese Anlage wie die vorhergehenden im einzelnen offengelegt werden.

Abschließend wurde festgestellt, daß die von Uhde beim Reichsamt bei den letzten Verhandlungen beim Vergleich der beiden ~~ähnlich~~ konkurrierenden Verfahren genannten Anlagekosten ~~etwa~~ mit den Ludwigshafener Preisen vergleichbar sind und aller Wahrscheinlichkeit nach richtig liegen. Nicht enthalten in diesem Vergleich sind die allgemeinen Kosten, wie Geländeaufschluß, Rohrbrücken, Dampfgas, Stromerzeugung usw.

Die beiliegenden Schemen wurden gegenseitig ausgetauscht.

Oppau, den 22.6.1942

Zusammenstellung der Energien

600000383

Anlage:	Wasser cbm/h		Dampf t/h		Strom kW/h		Kraftgas cbm/h Ha 1600 kcal		Sauerstoff cbm/h		Geländebedarf	
	45800 Jato	108000 Jato	45800 Jato	108000 Jato	45800 Jato	108000 Jato	45800 Jato	108000 Jato	45800 Jato	108000 Jato	45800 Jato	108000 Jato
Chlorierung	1100	2600	14	33	510	850	-	-	-	-	-	-
HCl-Abpaltg.	500	1100	5	11	700	1500	1900	4500	-	-	-	-
Olefinalky- lierung	20	50	-	-	160	370	-	-	-	-	-	-
Gesamtdestil- lierung	500	1200	8	18	60	140	-	-	-	-	-	-
Isomerisierung	160	400	4	7	60	140	-	-	-	-	-	-
HCl-Oxydation	500	1200	4	10	1600	3800	2000	4700	1100	2300	-	-
Polymerisation	1000	2300	10	23	500	1200	-	-	-	-	-	-
	3780	8850	45	102	3590	8000	3900	9200	1100	2300	-	-

1 Bau-
feld

2 Bau-
felder

2111 -30/4.03
BAG Target

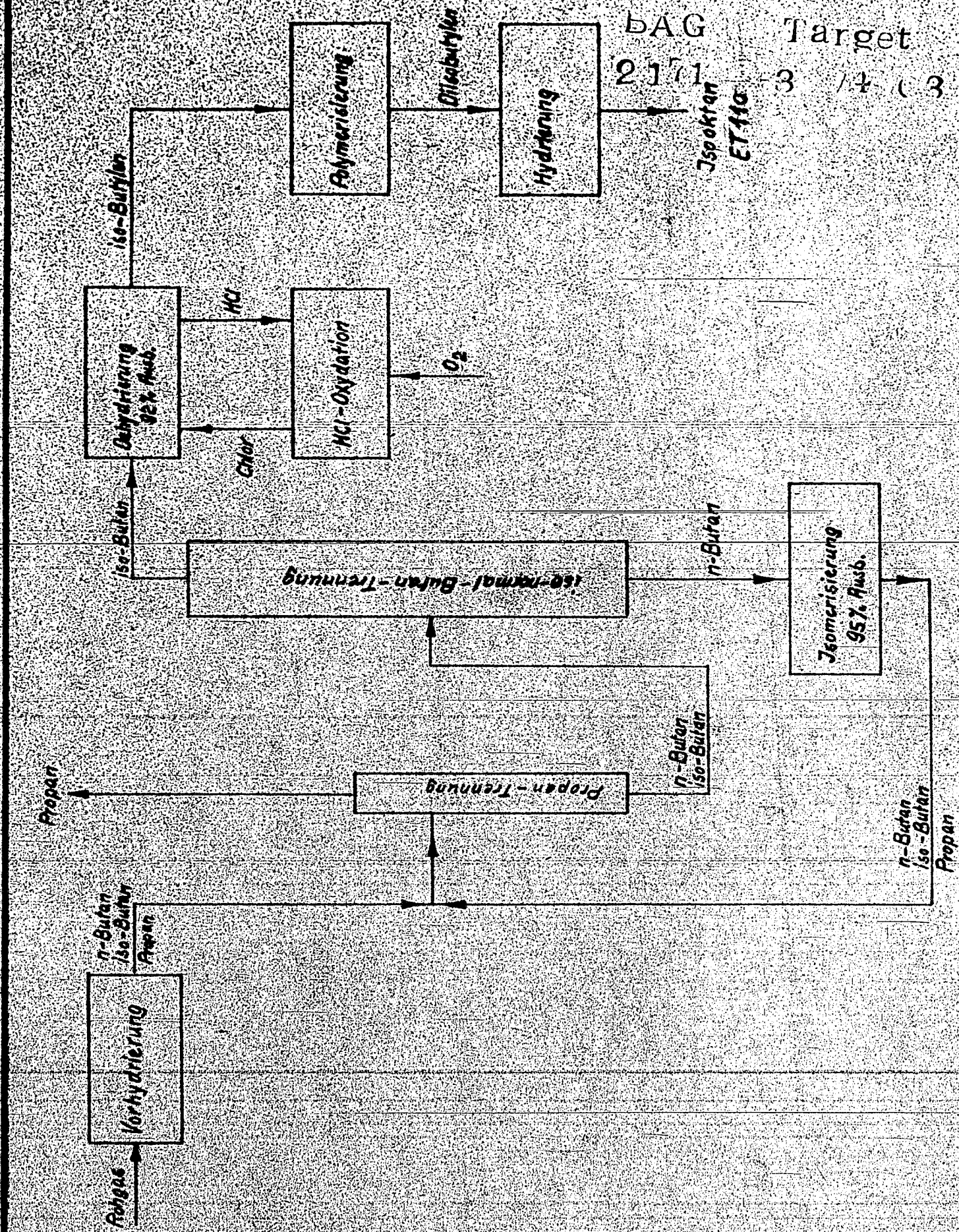
600000384

DAG

Target

2171

3 / 4 (3)



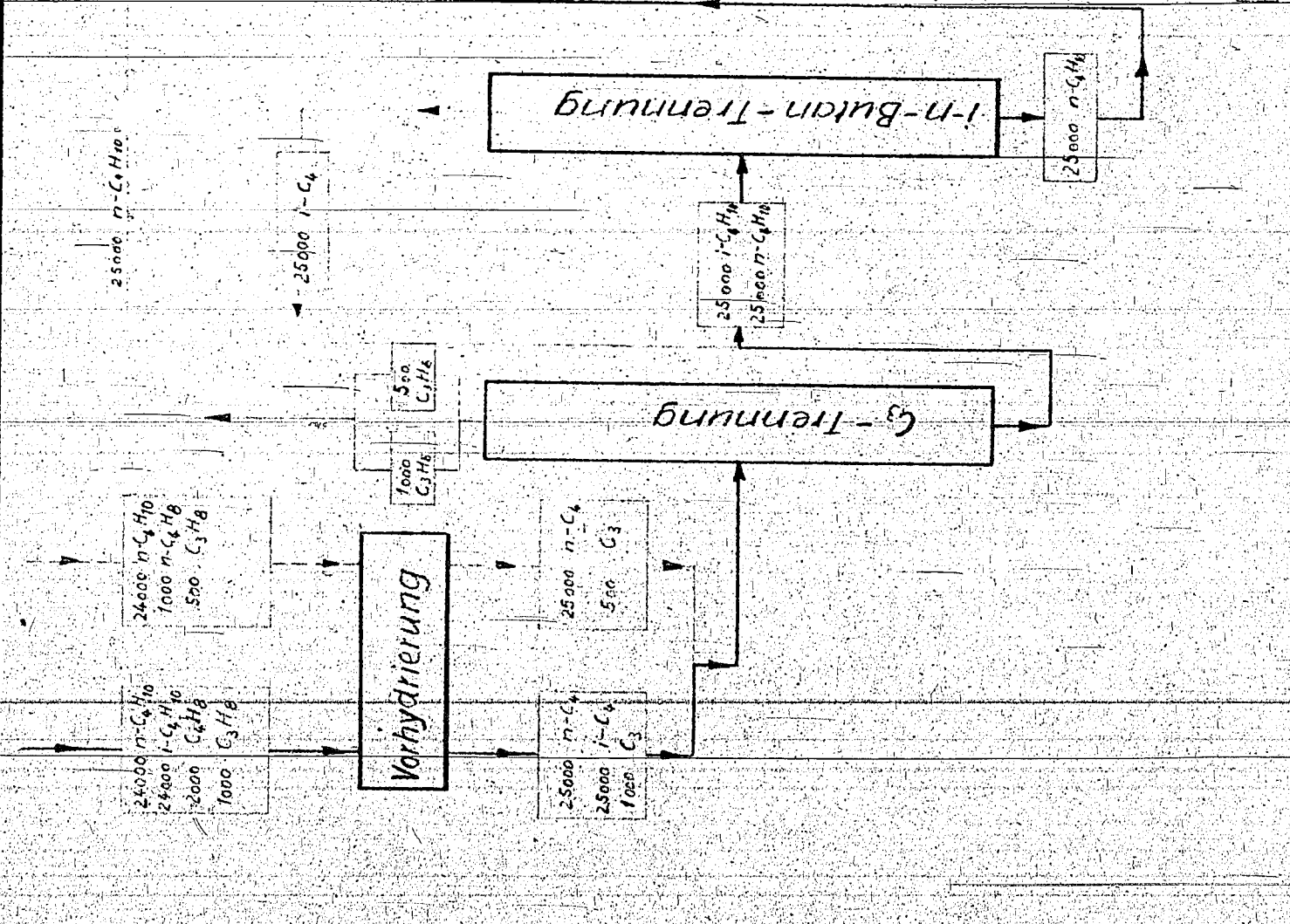
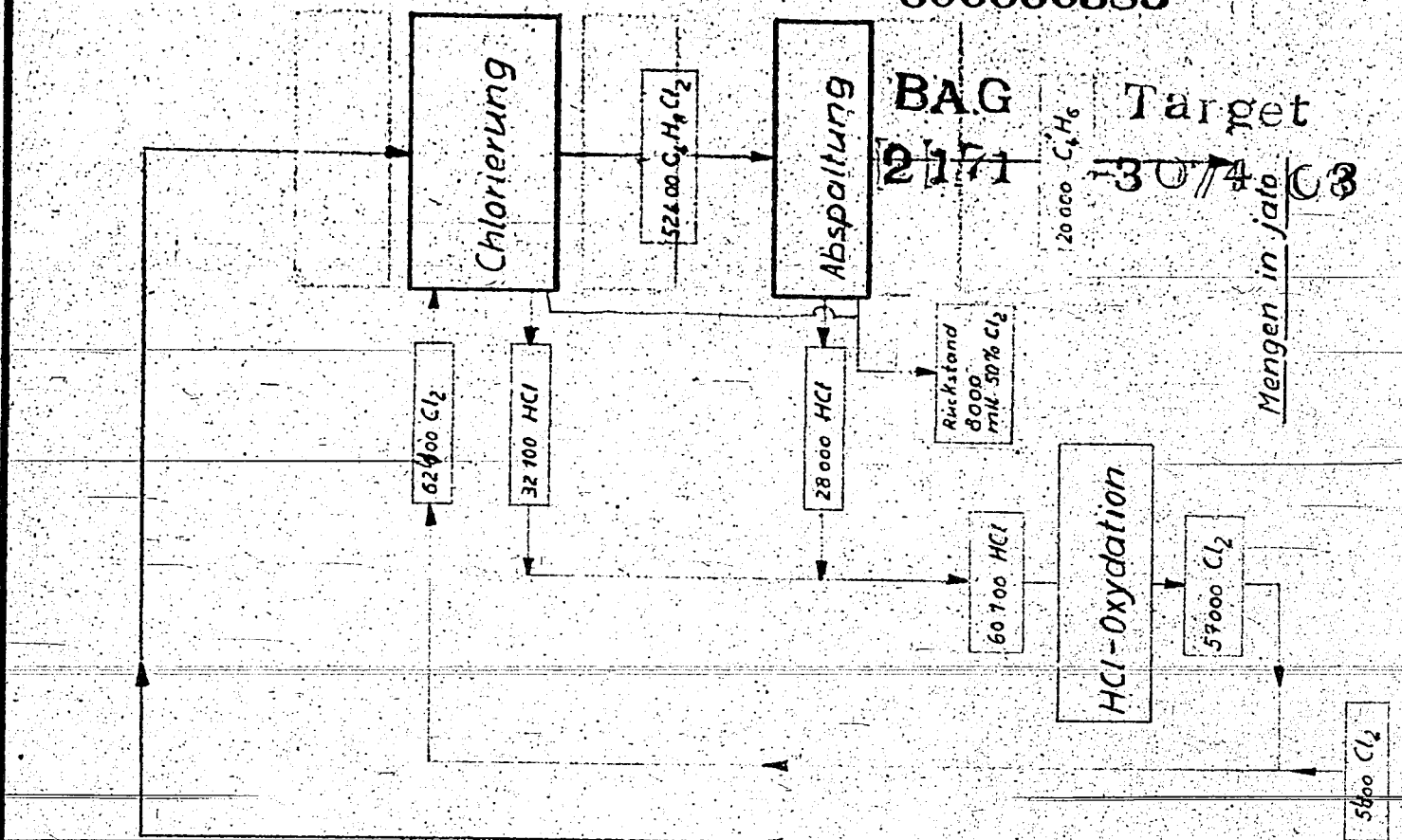
600000385

BAG
2171

Target

3074 C3

Mengen in Jato



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein. Hey.

Butan-Butadien 20000 Jato C4H6

Kd. 2020 a

DIN-Format A4 (210x297)

17.10.42. Mump.

Geheim!

Büro Sparte I

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.

Oppau, 11.7.42
Dr. Hg/M

600000386

Betr.: Verarbeitung von 47 500 tate n-Butan- 1-Butangemisch auf
AT bzw. ET 110. BAG Target

2171 -30/4.03

Vergleichende Kalkulation

Im Anschluß an die Ingenieurbesprechung in Leuna am 8.-10.6.42 wird zur Ergänzung des Berichtes v. 25.6.42 im Folgenden eine vorläufige vergleichende Kalkulation von 3 Verfahren gegenübergestellt:

1. Herstellung von AT244 über katalyt. Dehydrierung u. Alkylierung
2. " " " " " Chlorweg " " "
3. a u. b " " ET110 " " Polymerisieren, Hydrieren

Dabei werden im Fall 3 a die im Gasgemisch enthaltenen Olefine (ca 5%) durch Voralkylierung, im Falle 3b durch Vorhydrierung entfernt.

Außer den aus der genannten Besprechung zur Verfügung stehenden Unterlagen wurde ein über Verfahren 3a und b von Herrn Obering. Giehne inzwischen durchgerechnetes Projekt z.Tl. mitbenutzt. Zur Kalkulation ist noch folgendes zu bemerken:

Ausbeuten. In der Kalkulation wurde, wie aus der untenstehenden Zusammenfassung ersichtlich, mit zwei Fällen I und II gerechnet. Die Ausbeuten im Fall I können nach den von verschiedenen Seiten gemachten Angaben über die einzelnen Verfahrensteile erreicht und wie man hofft, überschritten werden. Im Fall II wurden 2,5% für unvorhergesehene Verluste, Undichtigkeiten, Destillationsverluste zur Sicherheit der Kalkulation hinzugerechnet, d.h. die Ausbeuten um 2,5% vermindert.

Zum Verfahren 1 wird lt. Skizze B.Sk 16 v. 5.6.42 von Leuna, sowie nach Anlage 2 des Berichtes über die Besprechung im Reichsamt am 25.5.42 die Ausbeute mit 87,5% angegeben (Fall I). Beim Verfahren 2 wurde in einem Stoff-Fluß-Schema, das während der genannten Ingenieurbesprechung in Leuna aufgestellt wurde, 90,75% errechnet. In der nachstehenden Kalkulation wurde mit 90% bzw. 87,5% gerechnet. Beim Verfahren 3a für ET 110 wurden Ausbeuten von 87,5 bzw. 85% in der Kalkulation verwendet. Beim Verfahren 3b wurden durch Wegfall der mit der Voralkylierung etc. verbundenen Verluste die Ausbeuten 0,9% höher gesetzt, also auf 88 bzw. 85,5%.

Die in der Besprechung beim Reichsamt (22.5.42) Anlage 1 angegebene Ausbeute von 87% dürfte im Vergleich zu den anderen Verfahren zu niedrig angegeben sein.

Die Stoffeinsätze je 100 kg Einsatz sind aus der Skizze Anlage 5 ersichtlich. Bei allen Verfahren ist in der Kalkulation vorausgesetzt,

600000387

BAG

Target

- 2 -

2171

30/4.03

daß das jährlich zu verarbeitende Gemisch 29 450 t n-Butan, 15 670 t i-Butan, 1 550 t n-Butylen, 830 t i-Butylen und 1 400 t Propan enthält. Die Ausbeuten sind nur auf 47 500 t C₄ bezogen (ohne C₃).

Zusammenstellung der Ergebnisse.

	Verfahren 1	Verfahren 2	Verfahren 3a	Verfahren 3b
Ausbeuten Fall I	87.5 %	90 %	87.5 %	88 %
Fall II	85 "	87.5 "	85 "	85.5 "
Jato Benzin (Fall II)	40 400	41 600	40 400	40 600
<u>Anlagekosten</u>				
App. u. Geb. Mill. RM	13.5	12.76	19.8	20.0
Lagerbeh. " "	2.6	2.6	1.4	1.4
Allgen. Anlagen ohne Energie anl. 20 %	3.2	3.1	4.2	4.2
Sa. Anlagekosten (für die Amortis.)	19.3	18.46	25.4	25.6
Energieanlagen (Amortis. im Energie- preis)	4.95	4.5	6.3	6.3
Sonstiges (Verladg.)	0.35	-	-	-
Gesamte Anlagekosten	24.60	22.96	31.7	31.92
Eisenbedarf, gesamt t	25 400	24 300	28 700	28 700
<u>Kalkulation (Fall II)</u>				
C ₄ (RM 32.60 / kg)	38.57	37.46	38.57	38.38
Übrige Chemikalien	1.41	0.62	3.26	3.45
Spesen (lt. Anl. 1-4)	21.98	20.04	26.53	26.39
Gestehpreis je 100 kg Bi				
Ausbeute Fall II	61.96	58.12	68.36	68.22
Gestehpreis (Ausbeute Fall II)	60.45	56.72	66.70	66.58

Die Dehydrierung über den Chlorweg bietet durch die Herstellung von 100%igen Butylen verschiedene Vorteile, die sich u. a. äußern in den Einsatzmengen der einzelnen Verfahrensstufen äußern (Vgl. Anlage 5). Dies wirkt sich auch in der Kalkulation aus. Hinsichtlich der Betriebsweise besitzt jedoch die katalyt. Dehydrierung einen Vorteil.

Buch Seite I
Dring. Nr.

600000388 BA Gopren, Torgg, 1942

2171 30/4.08

aktuelle

Zur Zalkulation vom 11.7.42 Verfahren 1

betrifft: Katalytische Dehydrierung kombiniert mit Silberwäsche

Durch eine vor der Alkylierung eingeschaltete Silberwäsche können die aus der katalytischen Dehydrierung kommenden Gase konzentriert bzw. von n-Butan befreit werden. Dadurch wird ein erheblicher Vorteil wie bei Verfahren 2 über den Chlorweg erreicht. Der Hauptteil der Trennung 1 C₄ - n C₄, d.h. ca. 5/6 dieser Anlage entfällt mit einem Auftrag von ca. 1,2 Mio RM. Dafür kommt eine Silberwäsche mit ca. 1,6 Mio RM hinzu. einschließlich anteiligen allgemeinen Anlagen werden also ca. 0,75 Mio RM Anlagekosten eingespart. Die Spesen der hinzukommenden Silberwäsche sind etwas geringer als die einzusparenden Spesen der 1 - n Trennung, sodass sich nach vorläufiger Schätzung eine Einsparung von ca. 0,5 RM je kg Alkylat ergibt. Diesen Vorteil steht eine gegenüber Verfahren 2 (Chlorweg) um ca. 2,5 % geringere Ausbeute, zuzüglich eines geringen Verlustes in der Silberwäsche entgegen.

Auch an Stelle der Voralkylierung, oder Vorparierung bei den Verfahren 3a bzw. b kann eine Silberwäsche treten, ohne daß aber dadurch ein kalkulatorischer Vorteil erreichbar wäre.

K. G. Gopren

Vergleichskalkulation (Verfahren I)je 100 kg AT 244 mit katakvt. Dehydrierung.

Produktion 40 400 tato AT 244 aus 47 500 t C₄ (und 1 400 t C₃)^{x)}
 Ausbeute (Fall II): 85% bez. auf C₄ Kohlenwasserstoffe, bzw. 82,6%
 bez. auf C₃+C₄

Rohstoffe und Chemikalien.

	Menge je 100 kg	Preis je 100 kg	Kosten je 100 kg AT 244
Butan	117,6 kg	RM 32,80	RM 38,57
H ₂ SO ₄	2,13 "	" 4,60	" 0,10
HCl	0,1 "	" 20,-	" 0,02
AlCl ₃	0,07 "	" 34,52	" 0,02
NaOH	0,17 "	" 13,50	" 0,02
Kontakt	0,33 "	" 3,80	" 1,25
Se. Rohstoff- und Chemikalienkosten			RM 39,98

Fabrikationspesen

Personalkosten	0,73
Energien: Dampf 1,49 t RM 3,20/t ⁺)	4,77
Strom 45 kW " 2,40/% KW	1,08
Wasser 85m ³ " 2,-/m ³	1,70
Heizgase 58000 WE Rpf. 0,5/10 ³ WE	0,29
Reparaturen	3,71
Werksgemeinkosten, Verkehrskosten, Betriebsmaterial, Steuern	0,63
Kapitalnutzung: Amortisation RM 4,06)	6,93
Verzinsung 6% " 2,67)	
<u>Verchiedene Kosten: Labor u. Unvorhergesehenes</u>	<u>2,14</u>

Fabrikationspesen

RM

21,98

Reiner Herstellungspreis je 100 kg AT 244

RM 61,96

+) Mischpreis für Hoch- u. Niederdruckdampf

x) geht unverändert durch

Dr. Hg/V.

600000390

BAG

Target

2171

-30/4.03

Vergleichskalkulation (Verfahren 2)je 100 kg AT 244 über ChlorwegProduktion 41 600 tate AT 244 aus 47 500 t C_4 (u. 1 400 t C_3)^{x)}Ausbeute (Fall II): 87,5% bez. auf C_4 Kohlenwasserstoffe, bzw. 85% bez. auf C_3+C_4 Rohstoffe und Chemikalien

	Menge je 100 kg	Preis je 100 kg	Kosten je 100 kg AT 244
Butan	114,2 "	RM 32,80	RM 37,46
H ₂ SO ₄	2,1 "	" 4,60	" 0,10
H Cl	0,1 "	" 20,-	" 0,02
Cl ₂	3,0 "	" 10,-	" 0,30
AlCl ₃	0,07 "	" 34,52	" 0,02
O ₂	10,4 m ³	" 1,50 /m ³	" 0,15
NaOH	0,18 kg	" 13,50	" 0,02
Sa. Rohstoff- u. Chemikalienkosten			RM 38,08

Fabrikationspesen

Personalkosten		0,68
Energien: Dampf 1,31 t	RM 3,20/t ⁺⁾	4,19
Strom 36 kW	" 2,40/kW	0,86
Wasser 70 m ³	" 2,-/m ³	1,40
Heizgase 96000 WE Rpf. 0,5/10 ³ WE		0,48
Reparaturen		3,44
Werksgemeinkosten, Verkehrskosten, Betriebsmaterial, Steuern		0,61
Kapitalnutzung: Amortisation RM 3,77)		6,43
Verzinsg. 6% " 2,66)		
Verschiedene Kosten: Labor u. Unvorher- gesehenes		1,95
Fabrikationspesen		RM 20,04
Reiner Herstellungspreis je 100 kg AT 244		RM 58,12

+) Mischpreis für Hoch- u. Niederdruckdampf

x) geht unverändert durch

Dr. Bg/W.

BAG Target

Vergleichskalkulation (Verfahren 3a) - 30/4.6310 100 kg ET 110 aus Butan über Chlorweg mit Voralkylierung.

Produktion 40 400 jato ET 110 aus 47.500 t C₄ (u. 1 400 t C₃)^x
 Ausbeute (Fall III): 85% bez. auf C₄ Kohlenwasserstoffe, bzw. 82,6% bez. auf C₃+C₄

Rohstoffe und Chemikalien

	Menge je 100 kg	Preis je 100 kg	Kosten je 100 kg ET 110
Butan	117,6 kg	RM 32,80	RM 38,57
Kontakt 1. Polymerisation	0,15 "	" 135.-	" 0,20
Kontakt 2. Frydrierung	0,0125 "	" 3000.-	" 0,38
H ₂ SO ₄	0,26 "	" 4,50	" 0,01
HCl	0,28 "	" 20.-	" 0,06
AlCl ₃	0,2 "	" 34,52	" 0,07
Cl ₂	5,8 "	" 10.-	" 0,58
O ₂	20 m ³	" 1,50 /m ³	" 0,30
H ₂	30 m ³	" 5,50 /m ³	" 1,65
NaOH	0,1 kg	" 13,50	" 0,01
Sa. Rohstoff- u. Chemikalienkosten			RM 41,83

FabrikationskostenPersonalkosten

Energien:				0,76
Hdr. Dampf	470 kg	RM 3,90/t		1,83
Ndr. Dampf	385 "	" 3.- /t		1,16
Strom	82 kg	" 2,40 /kg		1,97
Wasser	76 m ³	" 2.- /m ³		1,52
Heizgase	150 000 m ³	RM RpF. 0,5/10 ³ m ³		0,75

Reparaturen

Werksgemeinkosten, Verkehrskosten,
 Betriebsmaterial, Steuern

Kapitalnutzung: Amortisation RM 5,34)
 Verzinsung " 3,77)

Verschiedene Kosten: Labor und Unvorhergesehenes. 2,56

Fabrikationskosten

Reiner Herstellungspreis je 100 kg ET 110 **RM 26,53**

RM 68,36

+) Die Kontaktkosten wurden nach den Verbrauchszahlen des Tanolbetriebes eingesetzt. Mit einer Preissteigerung ist noch zu rechnen.

x) geht unverändert durch

Dr. Hg/W.

600000392

BAG

Target

Vergleichskalkulation (Verfahren 3)

2174

-30/4 (3)

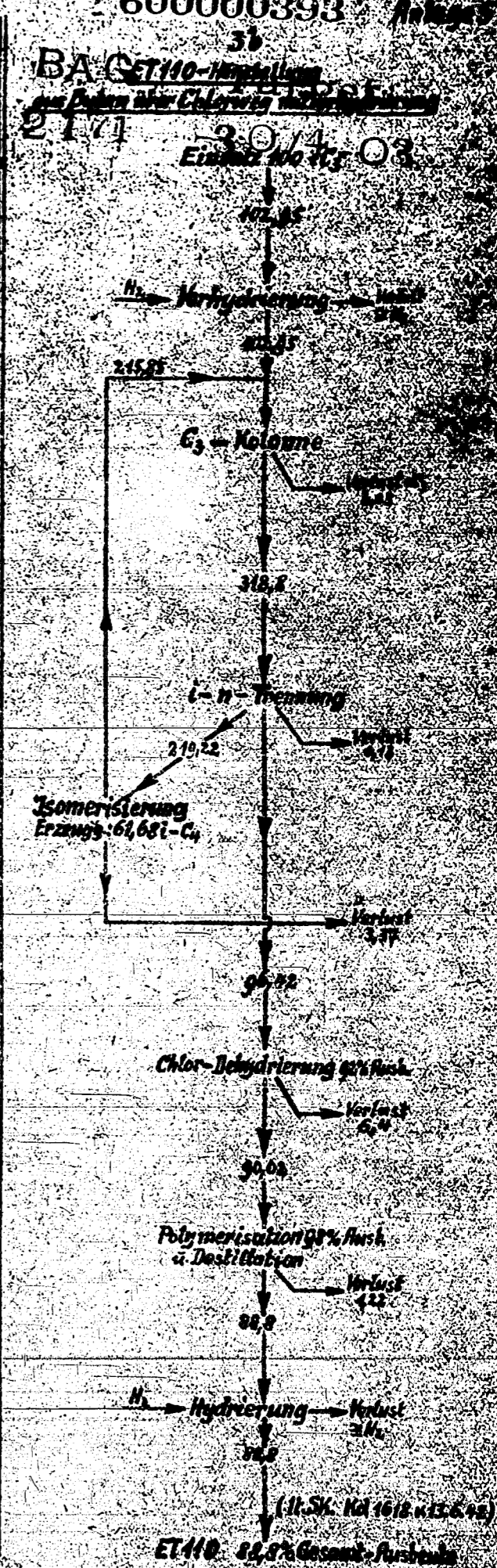
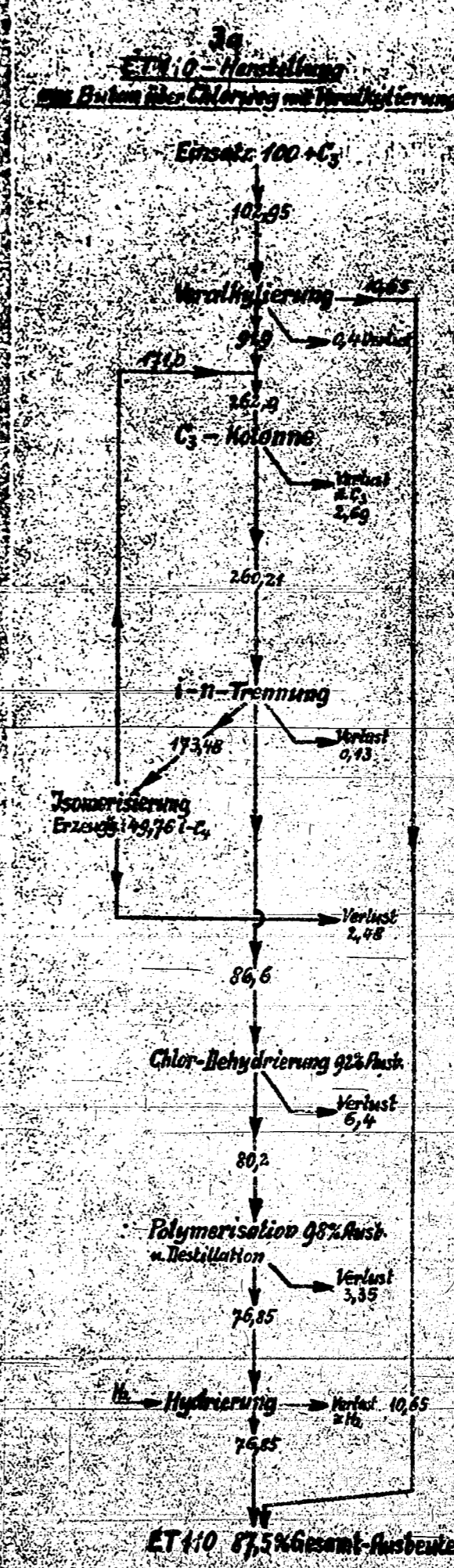
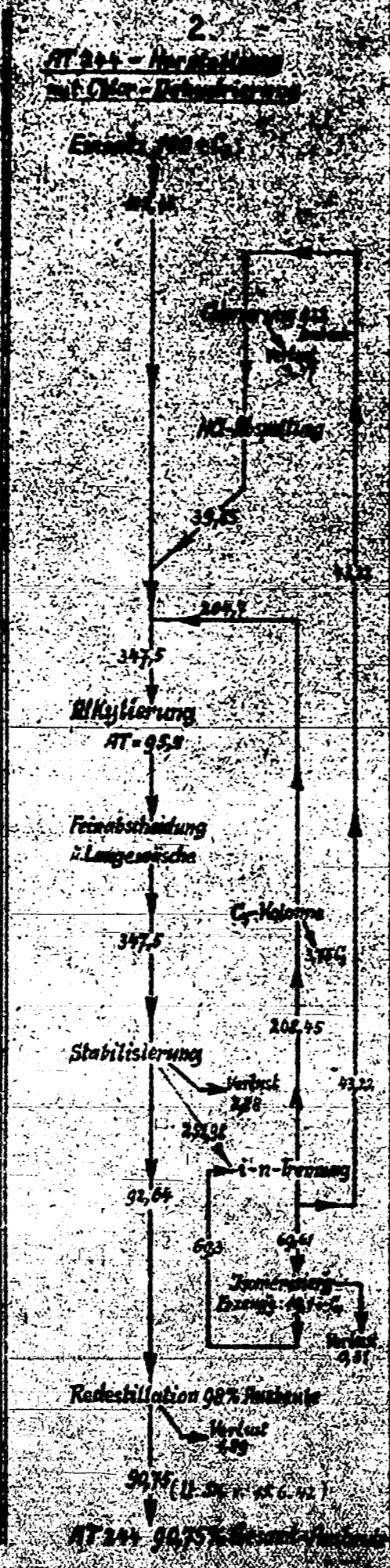
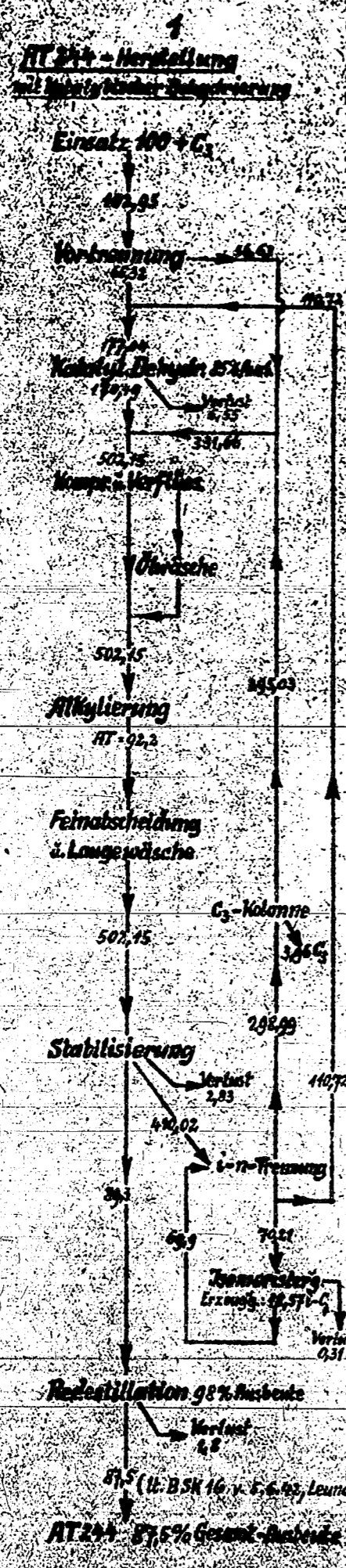
Je 100 kg ET 110 aus Butan über Chlorweg mit VoralkylierungProduktion 40 600 t aus ET 110 aus 47 500 t C₄ (u. 1.400 t C₃)^{x)}Ausbeute (Fall II): 85,5% bez. auf C₄ Kohlenwasserstoffe, bzw. 83% bez. auf C₃ + C₄Rohstoffe und Chemikalien

	Menge je 100 kg	Preis je 100 kg	Kosten je 100 kg ET 110
Butan	117,0 "	RM 32,80	RM 38,38
Kontakt f. Polymerisation	0,15 "	" 135,-	" 0,20
Kontakt f. Hydrierung	0,0138 "	" 3000,-	" 0,41
HCl	0,28 "	" 20,-	" 0,06
AlCl ₃	0,2 "	" 34,52	" 0,07
Cl ₂	5,83 "	" 10,-	" 0,58
O ₂	20,0 m ³	" 1,50 % m ³	" 0,30
H ₂	33,0 m ³	" 5,50 % m ³	" 1,82
NaOH f. Isomerisierung u. Chlordehyd. geschätzt	0,1 kg	" 13,50 % kg	" 0,01
<u>Sa. Rohstoff- u. Chemikalienkosten</u>			<u>RM 41,83</u>

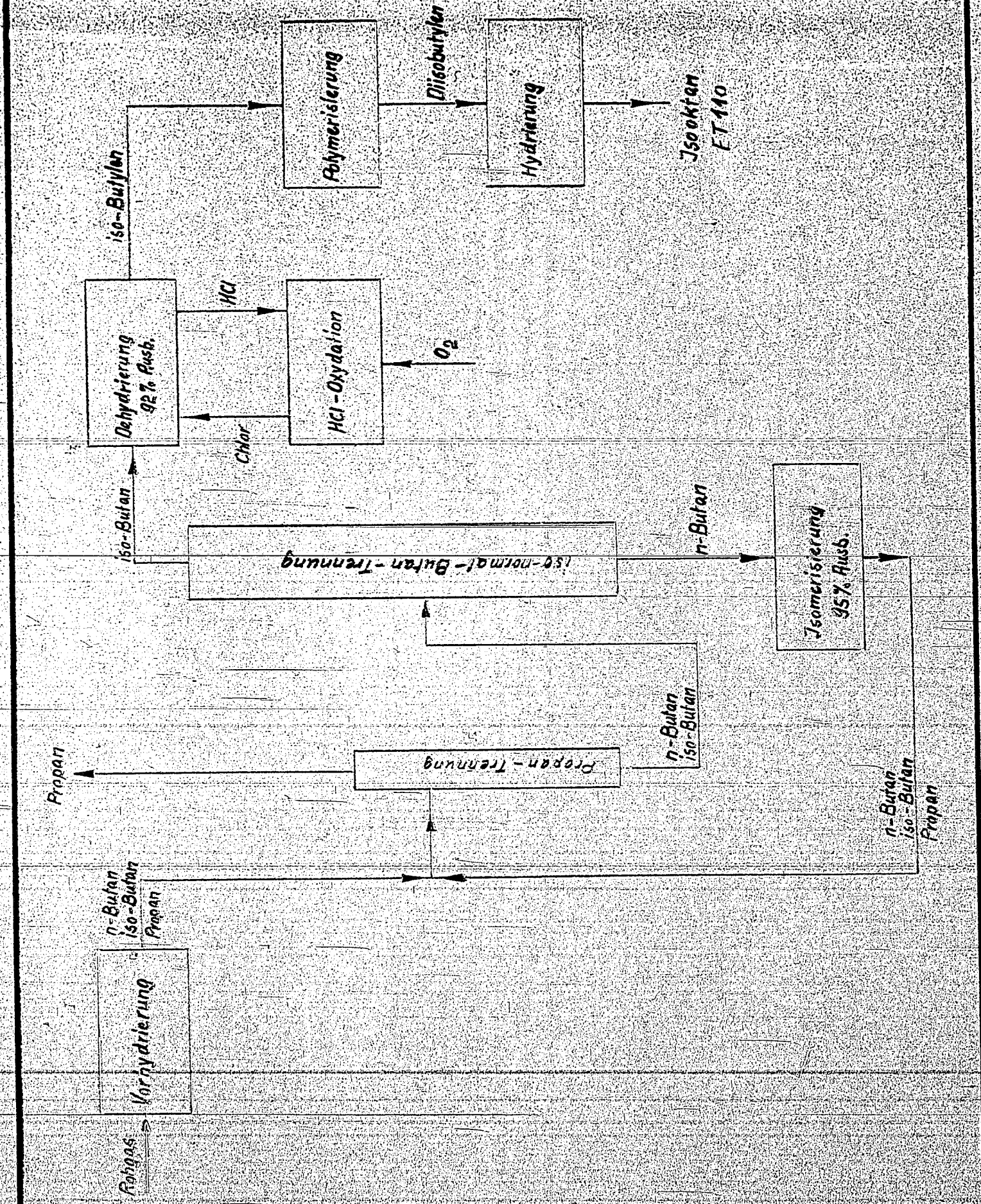
Fabrikationskosten

Personalkosten		0,75
Energien: Hdr. Dampf 450 kg	RM 3,90/t	1,76
Hdr. Dampf 360 kg	" 3,-/t	1,08
Strom 82 kW	" 2,40/kWh	1,97
Wasser 75 m ³	" 2,-/m ³	1,50
Heizgas 150 000 kWh	RM 0,5/10 ³ kWh	0,75
Reparaturen		6,20
Werksgemeinkosten, Verkehrskosten, Betriebsmaterial, Steuern		0,69
Kapitalnutzung: Amortisation	RM 5,36)	9,14
Verzinsung	" 3,78)	
Verschiedene Kosten: Labor u. Unvorhergesehenes		2,55
<u>Fabrikationskosten</u>		<u>RM 26,39</u>
<u>Reiner Herstellungspreis je 100 kg ET 110</u>		<u>RM 68,22</u>

x) geht unverändert durch



600000394



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rheln.

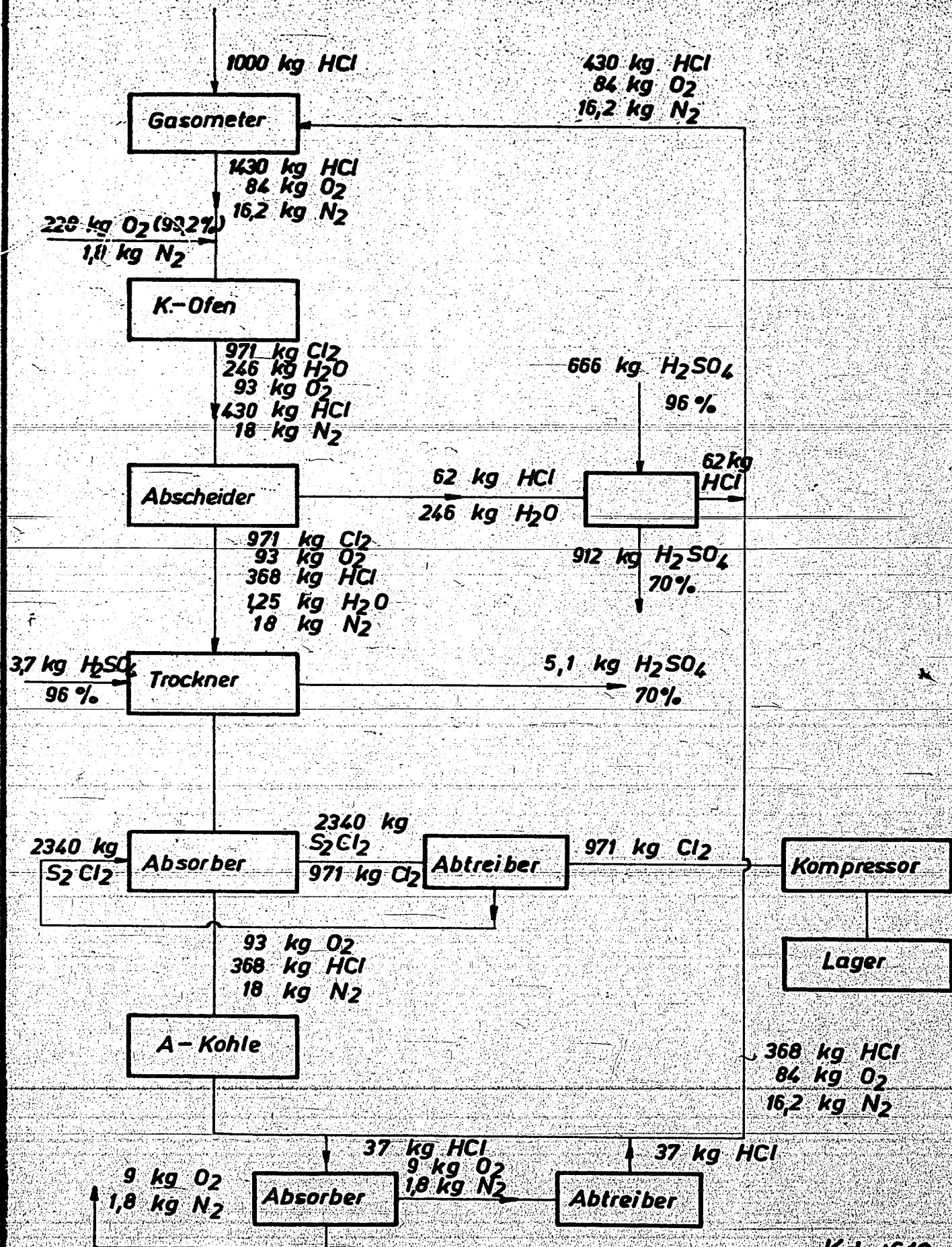
Fließschema
zur Herstellung von ET 110 aus Butan

Kd 1624

DIN Form AA (310 x 287)

1742 Brauner

Chlorwasserstoffoxydation.



Kd 1612

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

17. 6. 42 Meyer

600000396

BAG

2171

Target

30/4.03

Berechnung zu einer Anlage zur
Erzeugung von 18 400 tato n-Butylen
aus 20 000 tato n-Butan auf dem Wege
der Chlorierung und Abspaltung.

4. Juni 1942.

600000397

Physikalische Daten:

BAG

Target

2171

-30/4-03

Stoff	Formel	Mol- gew.	Siede- pkt. °C 760 mm	Verd. Wärme kcal/ kg	sp.W. fl. cp kg °C	sp.W. gasf. cp kg °C	sp.Gew. fl. kg/l	sp.Gew. gasf. kg/ Nm ³
n-Butan	C ₄ H ₁₀	58	+0,5	96,4	0,56	0,35	0,6	2,7
Chlor	Cl ₂	71	-35	62	0,226	0,12	1,56	3,22
Chlorwasser- stoff	HCl	36,5	-85	106	0,19	0,194	1,181	1,64
n-Butyl- chlorid	C ₄ H ₉ Cl	92,5	+78	80,5	0,44	0,22	0,79	4,13
n-Butylen	C ₄ H ₈	56	+1	96,3	0,54	0,39	0,65	2,41

600000398

BAG

Target ³⁾

2171

30/4.03

Chlorierung

Betriebsdruck: 20 atü

Eingang in die Chlorierung:

2 350 kg/h Frisch - n - Butan

7 050 kg/h Rück - n - Butan

9 400 kg/h n - Butan

3 000 kg/h Cl₂

12 400 kg/h Gemisch

Die Chlorierung wird in zwei Gruppen aufgeteilt:

4 700 kg/h n - Butan

1 500 kg/h Cl₂

6 200 kg/h Gemisch

Die Wärmetönung der Reaktion beträgt je kg/h Cl₂ ~350 kcal/h.
Die gesamte Reaktionswärme ergibt sich zu:

$$1500 \cdot 350 = 525\ 000 \text{ kcal/h}$$

Die Reaktion wird unter Belichtung bei möglichst niedriger Temperatur durchgeführt. Um eine stärkere örtliche Erwärmung zu vermeiden, werden 12 Belichtungen mit zwischenschalteten Kühlröhren vorgesehen. Die umzupumpende Gesamtproduktmenge wird zur Erreichung ausreichender Geschwindigkeiten gewählt.
zu 36 500 kg/h = 50 000 ltr/h = 50 m³/h

Die Umwälzung ist demnach ca. 5-fach

2171 -30/4.03

Kühler:

Je Kühlergruppe sind durch Kühlwasser abzuführen

$$Q = 525\,000 \text{ kcal/h}$$

Temperatur des Kühlwassers: 28°C Erwärmung " " : 5°C Wärmeübergangszahl gewählt $K = 125$

Kühlfläche: $F = \frac{525\,000}{125 \cdot 15^\circ} = 280 \text{ m}^2$

Gewählt werden 12 Kühler je 25 m^2

Temperaturerhöhung auf der Produkseite bei 12-facher Unterteilung und der mittleren spez. Wärme des Gemisches von

$$c_{p_m} = 0,48 \text{ kcal/kg}$$

$$\Delta t = \frac{525\,000}{12 \cdot 36\,500 \cdot 0,48} = 2,5^\circ \text{C}$$

Die Reaktion verläuft demnach bei einer mittleren Temperatur von $\frac{28 + 33 + 15}{2} = 44,5^\circ \pm 1,75^\circ \text{C}$.Ausführung der Kühler nach Zeichnung.
Geschwindigkeit: Produkseite:

$$Q = 50 \text{ m}^3/\text{h je Einheit}$$

$$F = 570 \text{ cm}^2$$

$$v = 0,3 \text{ m/sec}$$

in die Rohre

Anschluß- $150 \text{ } \phi \text{ mm}$

stutzen $v = 0,8 \text{ m/sec}$

Wassersseite:

$$Q = 105 \text{ m}^3/\text{h je Einheit}$$

$$F = 270 \text{ cm}^2$$

$$v = 10 \text{ m/sec}$$

in den Rohren

Anschluß- $200 \text{ } \phi \text{ mm}$

stutzen $v = 0,5 \text{ m/sec}$

600000400

BAG

Target

2171

-30/4.08

Kolonne I

Wärmenengen nach Skizze Kd 1600

Verdampfer: $Q = 9000000 \text{ kcal/h}$
 Heizfläche $F = \frac{90000}{1000 \cdot 40} = 22,5 \text{ m}^2$
 $F = 25 \text{ m}^2$ gewählt

Dampfverbrauch: $\frac{900000}{500} = 1800 \text{ kg/h}$

Wärmetauscher:

n-Butan	$7050 \cdot 0,56 \cdot 25 = 1000500 \text{ kcal/h}$
Butylchlorid	$3700 \cdot 0,44 \cdot 25 = 40300 \text{ kcal/h}$
HCl	$1520 \cdot 0,226 \cdot 25 = 8600 \text{ kcal/h}$
Rückstand	$76 \cdot 0,3 \cdot 25 = 600 \text{ kcal/h}$
	<u>150000 kcal/h</u>

Heizfläche: $\frac{150000}{100 \cdot 42} = 36 \text{ m}^2$



$F = 40 \text{ m}^2$ gewählt.

Wärmeinhalt des Kondensats

$1800 \cdot 90 = 162000 \text{ kcal/h}$

600000401

6)

Dephlegmator

Q = 205 000 kcal/h

F = $\frac{205000}{200 \cdot 10} = 100$

F = 150 m² gewählt

BAG

Target

-30/4.03

Zwischenkondensator

Q = 390 000 kcal/h

F = $\frac{350000}{300 \cdot 22} = 53$ m²

F = 80 m² gewählt



$\Delta t = 22^\circ$

Geschwindigkeiten in der Kolonne:
Betriebsdruck: 18 atü

Untere Kolomenteile:

Ko ftemperatur: 63° C

Rückfluß: 1 : 0,5

Es gehen ca. 50% des Einganges über

Butan: 3 500 kg/h

HCl: 750 kg/h

Übergang: Butan 5 250 kg/h; HCl 1 125 kg/h

Dampfmengen:

$$\text{Butan: } v = \frac{22,4 \cdot 336 \cdot 1}{58 \cdot 273 \cdot 19} = 0,025 \text{ m}^3/\text{kg}$$

$$V = \frac{5\,250 \cdot 0,025}{3600} = 0,0365 \text{ m}^3/\text{sec}$$

$$\text{HCl: } v = \frac{22,4 \cdot 336 \cdot 1}{36,5 \cdot 273 \cdot 19} = 0,04 \text{ m}^3/\text{kg}$$

$$V = \frac{1125 \cdot 0,04}{3600} = 0,125 \text{ m}^3/\text{sec}$$

Gesamtvolumen:

$$V = 0,0365 + 0,125$$

$$V = 0,162 \text{ m}^3/\text{sec}$$

600000402

BAG

Target

2171

30/4.03

$$c = \frac{V}{F} = \frac{0,162}{1,53} = 0,106 \text{ m/sec}$$

Oberer Kolonnenteil:Kopftemperatur: -12°C

Rückfluß: 1 : 1

Übergang: HCl 3040 kg/h

Dampfmenge:

$$\text{HCl } v = \frac{22,4 \cdot 261 \cdot 1}{36,5 \cdot 273 \cdot 19} = 0,031 \text{ m}^3/\text{kg}$$

$$V = \frac{3040 \cdot 0,031}{3600} = 0,0262 \text{ m}^3/\text{sec}$$

$$c = \frac{0,0262}{0,5} = 0,0525 \text{ m/sec}$$

HCl-Rückfluß im oberen Kolonnenteil bei der abgeführten Wärme-
menge von 205 000 kcal/h

Übergang: 3040 kg/h

Destillat: 1520 kg/h

Rückfluß: $\frac{205\,000}{106} = 1930 \text{ kg/h}$

Rückflußverhältnis: 1:1,3

600000403

BAG
2171

Uargess
-30/4-03

Kolonne II.

Betriebsdruck: 5 atü
Kopftemperatur: 50°C
Sumpftemperatur: 150°C

Eingang: 7050 kg/h n-Butan
3700 kg/h Butylchlorid
76 kg/h Rückstand
Rückfluß 1:1 = 7050 kg/h n-Butan.
Übergang: 14100 kg/h n-Butan

Abmessung der Kolonne:

$$v = \frac{22,4 \cdot 323 \cdot 1}{58 \cdot 273 \cdot 6} = 0,076 \text{ m}^3/\text{kg}$$

$$V = \frac{14100 \cdot 0,076}{3600} = 0,298 \text{ m}^3/\text{sec}$$

Geschwindigkeit in der Kolonne: $c = 0,26 \text{ m/sec}$

$$F = \frac{0,298}{0,26} = 1,14 \text{ m}^2$$

$$D = 1200 \text{ mm } \phi \text{ gewählt}$$

Flüssigkeitsbelastung:

Eingang: 10826 kg/h
Rückfluß: 7050 kg/h
17876 kg/h

$$\frac{17876}{0,6} = 30 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$\text{Belastung: } \frac{30}{1,14} = 25 \text{ m}^3/\text{m}^2 \text{ h}$$

600000404

BAG Target
2/171 30/4.0

Verdampfer :

Butylchlorid erwärmen:	3700 · 0,44 · 40 =	65000 kcal/h
Rückstand erwärmen:	76 · 0,3 · 40 =	1000 "
n-Butan + Rückfluss verdampfen:	14100 · 82 =	1154000 "
		<hr/>
		1220000 kcal/h

Heizfläche:

$$F = \frac{1220000}{1000 \cdot 30} = 41 \text{ m}^2$$

$$F = 50 \text{ m}^2 \text{ gewählt}$$

=====

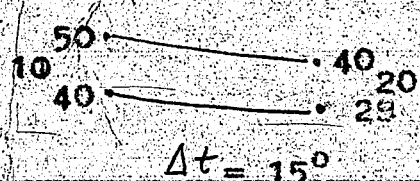
Dampfverbrauch: $\frac{1220000}{500} = 2450 \text{ kg/h}$

Kondensator:

Butan verflüssigen:	14100 · 82 =	1150000 kcal/h
Butan kühlen:	14100 · 0,56 · 10 =	80000 "
		<hr/>
		1230000 kcal/h

Kühlfläche:

$$F = \frac{1230000}{300 \cdot 15} = 275 \text{ m}^2$$



$$F = 300 \text{ m}^2 \text{ gewählt}$$

=====

3 Elemente zu 100 m²

Kühlwassermenge: $= \frac{1230000}{12000} = 100 \text{ m}^3/\text{h}$

600000405

BAG

Target

107

Kolonne III.

2171

30/4.03

Betriebsdruck: 0 atü

Kopf Temperatur: 78° C

Sumpftemperatur: 115° C

Eingang: 3 700 kg/h Butylchlorid
76 kg/h Rückstand

Rückfluß 1:2 = 7 400 kg/h Butylchlorid

Übergang: 11 100 kg/h Butylchlorid

Abmessung der Kolonne:

$$V = \frac{22,4 \cdot 351}{92 \cdot 273} = 0,314 \text{ m}^3/\text{kg}$$

$$V = \frac{11100 \cdot 0,314}{3600} = 0,97 \text{ m}^3/\text{sec}$$

Geschwindigkeit der Kolonne: $c = 0,4 \text{ m/sec}$

$$F = \frac{0,97}{0,4} = 2,4 \text{ m}^2$$

$$D = 1 600 \text{ mm } \varnothing$$

Flüssigkeitsbelastung:

Eingang 3776 kg/h

Rückfluß 11100 kg/h

14876 kg/h

$$\frac{14876}{0,79} = 19 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$\text{Belastung } \frac{19}{2,4} = 8 \text{ m}^3/\text{m}^2/\text{h}$$

Verdampfer:

Butylchlorid + Rückfluß verdampfen $11\ 100 \cdot 80,5 = 900\ 000\ \text{kcal/h}$

Heizfläche:

$$f = \frac{900000}{1000 \cdot 30} = 30\ \text{m}^2$$

$F = 50\ \text{m}^2$ gewählt
 =====

Dampfverbrauch:

$$\frac{925000}{500} = 1\ 850\ \text{kg/h}$$

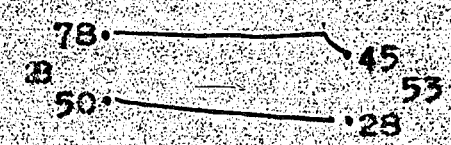
Kondensator:

Butylchlorid verflüssigen: $11\ 100 \cdot 80,5 = 900\ 000\ \text{kcal/h}$
 Butylchlorid kühlen: $11\ 100 \cdot 0,44 \cdot 53 = 150\ 000\ \text{kcal/h}$

 $1050\ 000\ \text{kcal/h}$

Kühlfläche:

$$F = \frac{1\ 050000}{300 \cdot 39} = 90\ \text{m}^2$$



$$\Delta t = 39^\circ$$

$F = 100\ \text{m}^2$ gewählt
 =====

2 Elemente zu $50\ \text{m}^2$

Kühlwassermenge

$$\frac{1\ 050000}{12\ 000} = 90\ \text{m}^3/\text{h}$$

BAG

Target

HCl-Abspaltung:

2171

30/4.03

Betriebsdruck: 20 atü

Abspaltofen:

Die Abspaltung ist in 2 Gruppen aufgeteilt

Eingang: 3,1 t/h n-Butylchlorid (Drucksatz)
 Umsetzung: 1,85 t/h n-Butylchlorid (Spaltung)
 Überschuß: 1,25 t/h n-Butylchlorid

Ausgang: 1,25 t/h n-Butylchlorid
 0,71 t/h HCl
 1,09 t/h n-Butylen
 0,035 t/h Rückstand

Temp. des Prod. am Ausgang $\sim 450^{\circ} \text{C}$
 " " " " " Eingang $\sim 750^{\circ} \text{C}$

Verweilzeit des Produktes in der Spaltzone ~ 1 sec
 Wärmehang $12 \text{ kcal/mol} = 130 \text{ kcal/kg n-Butylchlorid}$
 Material des Ofens Sicromal 7

HCl; m = 36,5
 Sdpkt = 90° bei 20 atü
 Verd.W.r. = 78 kcal/kg bei 20 atü
 ep gasf = 0,194

n-Butylen m = 56
 Sdpkt = $+118^{\circ}$ bei 20 atü
 Verd.W.r. = 56 bei 20 atü
 ep gasf = 0,39
 ep liq. = 0,54

i-Butylchlorid m = 92,5
 Sdpkt = 230° bei 20 atü
 Verd.W.r. = 49 kcal/kg bei 20 atü
 ep fl. = 0,44 kcal/kg
 ep gasf. = 0,22 kcal/kg

Erf. Wärmemenge zur HCl-Abspaltung

Erwärmen d. Eingg.: $3 \cdot 100 \cdot (230 - 20^{\circ}) \cdot 0,44 = 265 \text{ 000 kcal/h}$
 Verdampfen: $3 \cdot 100 \cdot 49 = 152 \text{ 000 "}$
 Überhitzen: $3 \cdot 100 \cdot (450 - 230) \cdot 0,22 = 150 \text{ 000 "}$
 Spaltung: $1 \cdot 850 \cdot 130 = 240 \text{ 000 "}$

807 000 kcal/hWärmeinhalt des Gemisches am Ausgang d. Ofens:

1 250 $\cdot 0,22 = 274 \text{ kcal/h}$
 0 710 $\cdot 0,194 = 138 \text{ "}$
 10900 $\cdot 0,39 = 425 \text{ "}$
 35 $\cdot 0,3 = 32 \text{ "}$

3 035 $\cdot 0,28 = 869 \text{ kcal/h}$ $c_p m = 0,28$ über 230°C

600000408

BAG Target

$$1\ 250 \cdot 0,44 = 549 \text{ kcal/h}$$

$$\frac{549}{425} = 1,29$$

$$\frac{1,29}{32}$$

30/4.08

$$3\ 085 \cdot 0,37 = 1135 \text{ kcal/h}$$

Wärmeaustauscher:

$$c_p = 0,37 \quad \text{von } 118 \div 230^\circ\text{C}$$

Produkt (abgehend) abkühlen auf 150°C , dadurch steht als Wärmemenge zur Verfügung:

$$\begin{array}{r} 3\ 100 \cdot 0,28 \cdot (450-230) = 190\ 000 \text{ kcal/h} \\ 3\ 100 \cdot 0,37 \cdot (230-150) = 80\ 000 \text{ " } \\ 1\ 250 \cdot 49 = 60\ 000 \text{ " } \\ -) 8\% \text{ Verlust d. Abstr.} = 20\ 000 \text{ " } \\ \hline Q = 310\ 000 \text{ Kcal} \end{array}$$

Mit dieser Wärmemenge kann das eintretende Produkt erwärmt werden um:

$$\frac{310\ 000}{3400 \cdot 0,44} = \sim 220^\circ$$

bei einer Eintrittstemp. $\sim 10^\circ$ also Austrittstemp. aus d. Wärme-

$$\sim 230^\circ\text{C}$$

Da das n-Butylchlorid bei 20°atm erst bei ~ 230 verdampft, geht diese Verdampfung erst im Ofen vor sich.
Zwischen Wärmeaustauscher u. Kolonne ist kein Kühler mehr nötig
Sumpftemp. 140°

Produktvolumen bei Ofenverhältnissen:

daampfung Eingang b. 230° flüsig = $3,93 \text{ m}^3/\text{h}$. Nach der Ver-

b. 230°C

$$V = \left(\frac{22,4 \cdot 503 \cdot 1}{92,5 \cdot 273 \cdot 21} = 0,0213 \right) \cdot 3\ 100 = 66,0 \text{ m}^3/\text{h}$$

kurz vor der
Spaltung
b. 450°C

$$V = \left(\frac{22,4 \cdot 723 \cdot 1}{92,5 \cdot 273 \cdot 21} = 0,0305 \right) \cdot 3\ 100 = 94,5 \text{ m}^3/\text{h}$$

Ausgang
bei 450°C

$$V = \left(\frac{22,4 \cdot 723 \cdot 1}{92,5 \cdot 273 \cdot 21} = 0,0305 \right) \cdot 11250 = 31,8 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$V = \left(\frac{22,4 \cdot 723 \cdot 1}{36,5 \cdot 273 \cdot 21} = 0,078 \right) \cdot 710 = 55,4 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$V = \left(\frac{22,4 \cdot 723 \cdot 1}{56 \cdot 273 \cdot 21} = 0,0505 \right) \cdot 1\ 090 = 55,0 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$V = \frac{22,4 \cdot 723 \cdot 1}{20 \cdot 273 \cdot 21} = 0,056 \cdot 35 \cdot 21,61 = 41,014 \cdot 0,08$$

$$144,2 \text{ m}^3/\text{h}$$

Gewählt: Rohrdurchmesser 50 Ø mit C Ausgang = 21 m/sec

Ofenheizfläche:

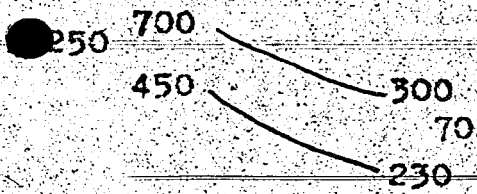
Eingang 3 100 kg/h n-Butylchlorid m. Temp. = 200° C
Heizgastemp. 700° K = 20

$$\frac{250 - 100}{1 - 155^0}$$

verd. 3100 · 49 = 152 000 kcal/h
 überh. 3100 · (450 - 230) · 0,22 = 150 000 kcal/h
 spalten 1 850 · 130 = 240 000 kcal/h

541 000 kcal/h

Δ t = 165°



$$F = \frac{541 000}{20 \cdot 150} = 180 \text{ m}^2$$

Ausführung des Ofens mit hängenden Heurnaldeln und Verdränger in der Spaltzone, sod B noch ein entsprechender Querschnitt für 1 sec Verweilzeit freibleibt.

Wälzgasmenge:

$$\frac{541 000}{0,34 \cdot (700 - 300)} = 4000 \text{ Nm}^3/\text{h}$$

Eingang bei 700°

$$\frac{4000 \cdot 973}{273} = 14000 \text{ m}^3/\text{h}$$

Ausgang bei 300°

$$\frac{4000 \cdot 573}{273} = 8400 \text{ m}^3/\text{h}$$

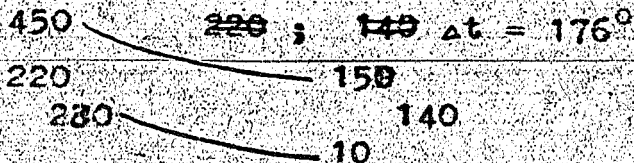
Kraftgasverbrauch:

$$\frac{541 000}{1600 \cdot 0,7} = 500 \text{ m}^3/\text{h}$$

Kraftgas Heizwert 1600 VE/m³

Wärmeaustauscher:

K = 80 für Rohrbündel



$$F = \frac{310 000}{80 \cdot 176} = 220 \text{ m}^2$$

gewählt 5 Tauscher 50 m² = 250 m²
davon für Mantel u. Rohre der ersten
2 Tauscher Material: Sicromal 7

Kolonne 4

HCl - Austreibung, 18 atü Betriebsdruck, Kopft. - 120°C, Saugpt. 140°C

Eingang: 1,42 t/h HCl
2,17 t/h Butylen
2,5 t/h Butylchlorid
0,07 t/h Rückstand

Abgang: 1,42 t/h HCl
Übergang: 2,84 t/h HCl
Rückfluß (1:1) 1,42 t/h HCl

Kältebedarf bereits errechnet mit 205 000 kcal/h bei Solekühlung
Durchmesser des oberen Teiles der Kolonne 800 mm Ø
" " " unteren " " " 1000 mm Ø
HCl-Verdampfungswärme 102 kcal/kg
cp Flüssig = 0,19; cp gasf. = 0,194
Gesch. in der Kolonne c = 0,10 m/sec

$$V_{\text{HCl}} = \frac{(22,4 \cdot 261 \cdot 1)}{(36,5 \cdot 273 \cdot 21 \cdot 0,049)} \cdot 2840 = 79,2 \text{ m}^3/\text{h} = 0,022 \text{ m}^3/\text{sec} \text{ oben}$$

$$V_{\text{HCl}} = \frac{(22,4 \cdot 413 \cdot 1)}{(36,5 \cdot 273 \cdot 21 \cdot 0,045)} \cdot 1120 = 64,0 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$V_{\text{Butylen}} = \frac{(22,4 \cdot 413 \cdot 1)}{(55 \cdot 273 \cdot 21 \cdot 0,029)} \cdot 2170 = 63,7 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$V_{\text{Flüss.}} = \frac{(2,5)}{0,79} = 3,2 \text{ m}^3/\text{h} = 0,0009 \text{ m}^3/\text{sec} \text{ unten}$$

nach Gertz Gasgeschwindigkeit: $F_{\text{oben}} = \frac{0,022}{0,10} = 0,22 \text{ m}^2$
 $F_{\text{unten}} = \frac{0,0303}{0,10} = 0,303 \text{ m}^2$

Flüssigkeitbelastung:

Rückfluß 1,420 t/h = 1,2 m³/h HCl oben

Eingang 2,17 t : 0,63 = 3,45 m³/h
2,5 t : 0,79 = 3,15 m³/h
Rückfluß = 1,2 m³/h
= 7,8 m³/h

unten

$$F_{\text{oben}} = \frac{1,2}{18} = 0,067 \text{ m}^2 = 300 \text{ Ø} = 0,07 \text{ m}^2$$

$$F_{\text{unten}} = \frac{7,8}{18} = 0,433 \text{ m}^2 = 200 \text{ Ø} = 0,5 \text{ m}^2$$

600000411

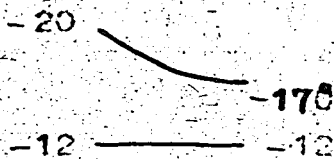
2/171 - 30/4.03

Bei den gewählten Kolonnendurchmesser 800 ϕ oben u. 1000 ϕ unten ergeben sich folgende Geschwindigkeiten

Gaeschwindigkeit oben $c = 0,042$ m/sec
 " " unten $c = 0,047$ m/sec
 Flüssigkeitsbelastung unten $= 10$ m³/m²/h

Dehlegator: 1,42 t/h HCl gehen gasförmig ab
 1,42 t/h HCl werden als Rückfluß kondensiert

K = 150



$$Q = 1420 \cdot 102 = 145\ 000 \text{ kcal/h}$$

$$F = \frac{145000}{150 \cdot 6,5} = 150 \text{ m}^2 \text{ effektive}$$

$$\text{Solmenge} = \frac{145\ 000}{5\ 500} = 22,3 \text{ m}^3/\text{h u. } - 20^\circ \text{ Temp.}$$

Umkehrverdampfer: Verdunstet werden 1,42 t/h HCl

Heizung mit 6 atü Dampf, Sumpft. 140°

t = 154° C
 $\Delta t = 24^\circ$ C
 K = 100

$$Q = 142\ 000 \text{ kcal}$$

$$F = \frac{142\ 000}{100 \cdot 24} = 6 \text{ m}^2$$

Dampfverbrauch = $\frac{142000}{530000} = 0,3 \text{ t/h Dampf 6 atü}$

Kolonne 5

600000412

BAG

Target 17)

2171

-30/4.03

Kopf temp. 50°, Sumpf 140°, Betriebsdruck 4 atü;

Eingang: 2,5 t/h n-Butylchlorid
2,17 t/h n-Butylen
0,07 t/h Rückstand

Ausgang: 2,17 t/h n-Butylchlorid + Rückstand
Rückfluß 1:2: 4,35 t/h " "
Übergang: 6,5 t/h " "
Sumpfabg.: 2,5 t/h n-Butylchlorid
n-Butylchlorid m = 56 r = 70 (bei 4 atü)

C = 0,22 m/sec in der Kolonne

$$V = \frac{22,4 \cdot 323 \cdot 1}{56 \cdot 273 \cdot 5} = 0,095 \cdot 6500 = 615,0 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$V = \frac{22,4 \cdot 323 \cdot 1}{50 \cdot 273 \cdot 5} = 0,105 \cdot 70 = 7,4 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$= 622,4 \text{ m}^3/\text{h} = 0,173 \frac{\text{m}^3}{\text{sec}}$$

$$F = \frac{0,173}{0,22} = 0,79 \text{ m}^2$$

Flüssigkeitsbelastung:

Übergang: 6500 : 0,63 = 10,30 m³/h
Eingang: 2500 : 0,79 = 3,20 m³/h
= 13,50 m³/h

$$F = \frac{1350}{18} = 0,75 \text{ m}^2$$

gewählt 1 Kolonne 1000 ø = 0,78 m²

Kondensator:

Übergang: 6,5 t/h n-Butylen + 0,07 t/h Rückstand
Wasser 28° auf 38° erw. K = 300

50 50 16 6500 · 70 = = 455 000 kcal/h
12 40 16 6500 · 10 · 0,57 = = 38 000 kcal/h
38 22 Q = 493 000 kcal/h
28

$$F = \frac{493000}{300 \cdot 18} = 102 \text{ m}^2$$

gewählt = 100 m²

Wassermenge $\frac{493\ 000}{10\ 000} = 50 \text{ m}^3/\text{h}$ Kühlwasser

600000413

BAG Target APJ

2/171 - 30/4.08

Umlaufverdampfer:

Übergang 6,5 t/h n-Butylen verd.

$$5 \text{ atü Dampf} = 162^{\circ}$$

$$\Delta t = 22^{\circ}$$

$$K = 1000$$

$$6500 \cdot 70 = 455\,000 \text{ kcal/h}$$

$$+ \text{Verl. } 10\% = 45\,000$$

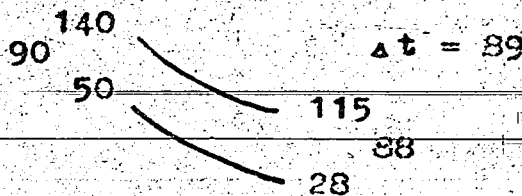
$$= 500\,000 \text{ kcal/h}$$

$$F = \frac{500\,000}{1000 \cdot 22} = 23 \text{ m}^2 \text{ Heizfläche}$$

$$\text{Dampfverbrauch} = \frac{5000\,000}{500000} = 1 \text{ t/h Dampf } 5 \text{ atü}$$

Sumpfkühler:

2,5 t/h n-Butylchlorid + Rückstand abkühlen 140° auf 115°
 $K = 150$ $2500 \cdot 25 \cdot 0,57 = 35\,500 \text{ kcal/h}$



$$F = \frac{35\,500}{150 \cdot 89} = 2,7 \text{ m}^2$$

$$\text{Wasserverbr.} = \frac{35\,500}{20\,000} = 2 \text{ m}^3/\text{h Kühlw.}$$

600000414

BAU Target

197

Kolonne 6

Kopftemp. 78°, Sumpftemp. 120°, Betriebsdruck 0 atü;

Eingang: 2,5 t/h n-Butylchlorid
20,07 t/h Rückstand IIÜbergang: 7,5 t/h n-Butylchlorid
Rückfluß 1:2: 5 t/h " "Abgang: 2,5 t/h " "
Sumpf: 0,07 t/h Rückstandn-Butylen $m = 92,5$ $r = 80,5$ $c = 0,40$ m/sec in der Kolonne

$$V = \frac{22,4 \cdot 351 \cdot 1}{92,5 \cdot 273 \cdot 1} = 0,311 \cdot 7500 = 2340 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$V = \frac{22,4 \cdot 351 \cdot 1}{50 \cdot 273 \cdot 1} = 0,58 \cdot 70 = 40 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$F = \frac{0,66}{0,40} = 1,65 \text{ m}^2 = \frac{2380 \text{ m}^3/\text{h}}{0,66/\text{m}^3/\text{sec}} = 0,66/\text{m}^3/\text{sec}$$

Flüssigkeitsbelastung: $18 \text{ m}^3/\text{m}^2/\text{h}$ Eingang: 2500 : 0,79 = 3,20 m³/h
Rückfluß: 5000 : 0,79 = 6,40 "

$$= \frac{3,20 + 6,40}{1} = 9,60 \text{ m}^3/\text{h}$$

$$F = \frac{9,60}{18} = 0,54$$

gewählt 1 Kolonne 1000 ϕ mit $F = 1,73 \text{ m}^2$ damit $c = 0,38$ m/sec
Fl.Beh. = $5,5 \text{ m}^3/\text{m}^2/\text{h}$ Kondensator:Übergang: 7,5 t/h n-Butylchlorid $K = 300$
Wasser 28° auf 50° erw.

$$\Delta t_m = 38$$

$$q_{er.} = 35$$

$$7500 \cdot 80,5 = 603\,000 \text{ kcal/h}$$

$$7500 \cdot 33 \cdot 0,44 = 109\,000 \text{ "}$$

$$Q = 712\,000 \text{ kcal/h}$$

$$P = \frac{712\,000}{300 \cdot 25} = 68 \text{ m}^2$$

gewählt 2 x 40 = 80 m²

$$\text{Wassermenge} \frac{712000}{22000} = 32 \text{ m}^3/\text{h} \text{ Kühlwasser}$$

600000415

20)

Umlaufverdampfer:

Übergang 7,5 t/h n-Butylen verd.

D.A.G.

30/4.0

$$\begin{aligned} 2 \text{ atü Dampf} &= 122^{\circ} \\ \Delta t &= 22^{\circ} \\ K &= 1000 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 7500 \cdot 80,5 &= 603\,000 \text{ kcal/h} \\ + \text{Verl. } 8\% &= 47\,000 \text{ "} \end{aligned}$$

$$Q = 650\,000 \text{ kcal/h}$$

$$F = \frac{650\,000}{1000 \cdot 22} = 30 \text{ m}^2 \text{ Heizfläche}$$

$$\text{Dampfverbrauch } \frac{650\,000}{500\,000} = 1,3 \text{ t/h Dampf } 2 \text{ atü}$$

Wascher: m. NaOH u. Wasser, ruck 5 atü flüssigEingang: 2,5 t/h n-Butylen = 4 m³/hVerweilzeit: 1/2 /h = 2 m³ + Füllungzus. 3 m³ Inhalt auf 5 m Länge

$$F = \frac{3}{5} = 0,6 \text{ m}^2$$

gew. = 1 Wascher 800 Ø

600000416

BAG

Targe

2171

30/4.

Zusammenstellung der Energien

Dampf	9 to/h
Wasser	630 m ³ /h
Strom	580 kW
(installiert)	910 kW
Kraftgas	1000 m ³ /h

ENDING OF

REEL 28

Documents - Photographed

Date:

18 July 1945

Mach. No.

Photographed By:

P. J. Carr Sp 11/21 3/4
21.5 N.R.