

Erfahrungsaustausch: Balglinsen.

1.) Werk

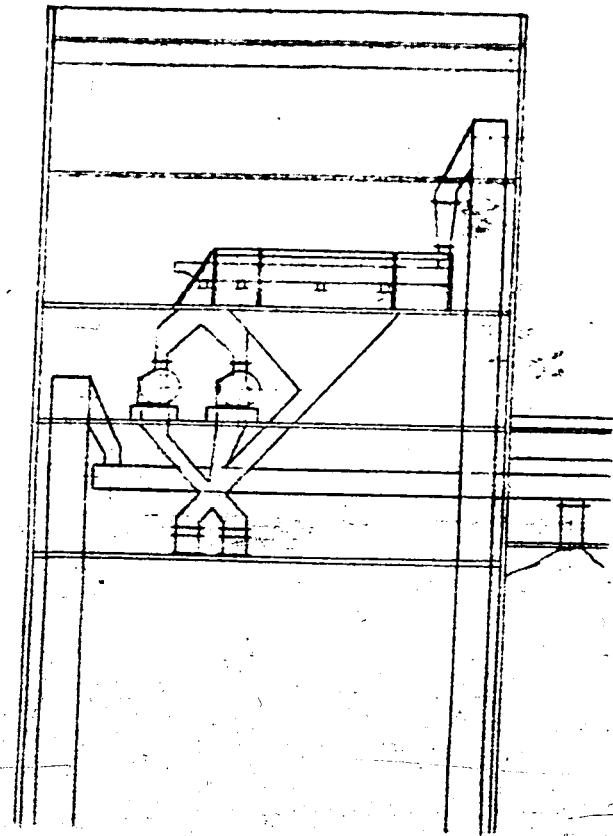
	Gasphase	Summphase
2.) Werden Balglinsen verwendet? Seit wann und aus welchem Grund?		
3.) Druck atü		
4.) Temperatur °C		
5.) Treten Temperaturschwankungen auf und in welchen Grenzen? °C		
6.) In welchen Leitungen werden die Linsen eingebaut? (z.B. Steigleitungen zwischen den Öfen)		
7.) Werden sie nur in geraden Rohrsträngen oder auch an Formstücken verwendet?		
8.) Welche NW?		
9.) Material der Rohrleitungen und Formstücke?		
10.) Material der Balglinsen?		
11.) Sind die Flanschen besonderen Beanspruchungen unterworfen, z.B. Biegung der Flanschverbindung bei Verbindungsleitungen zwischen den Öfen?		
12.) Sind für das Anziehen der Flanschverbindungen besondere Vorschriften zu beachten?		
13.) Welche Störungen treten an den Balglinsen auf?		



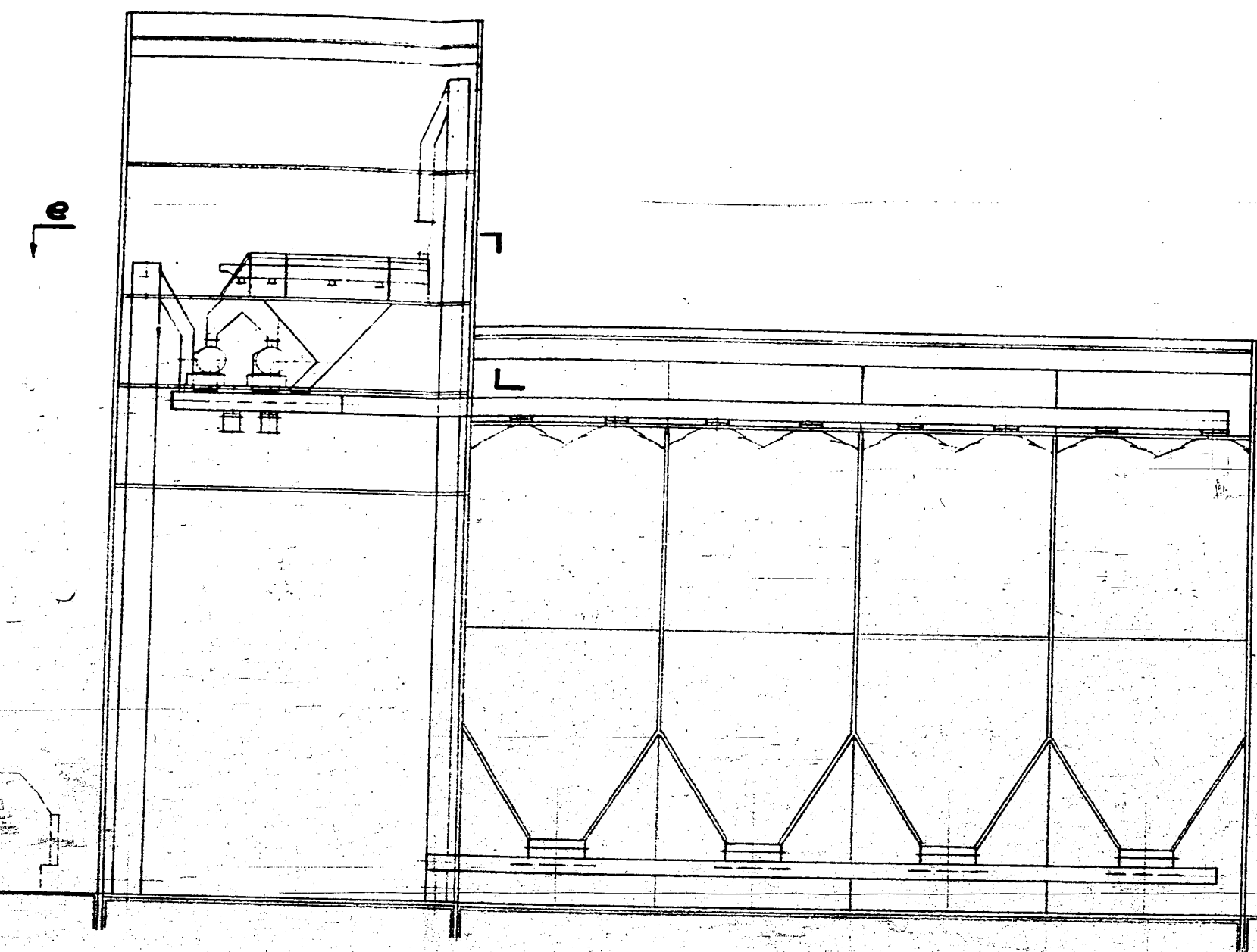
Drawing of  
Grounding Plant  
for  
Coal Paster

Bay No. 1677

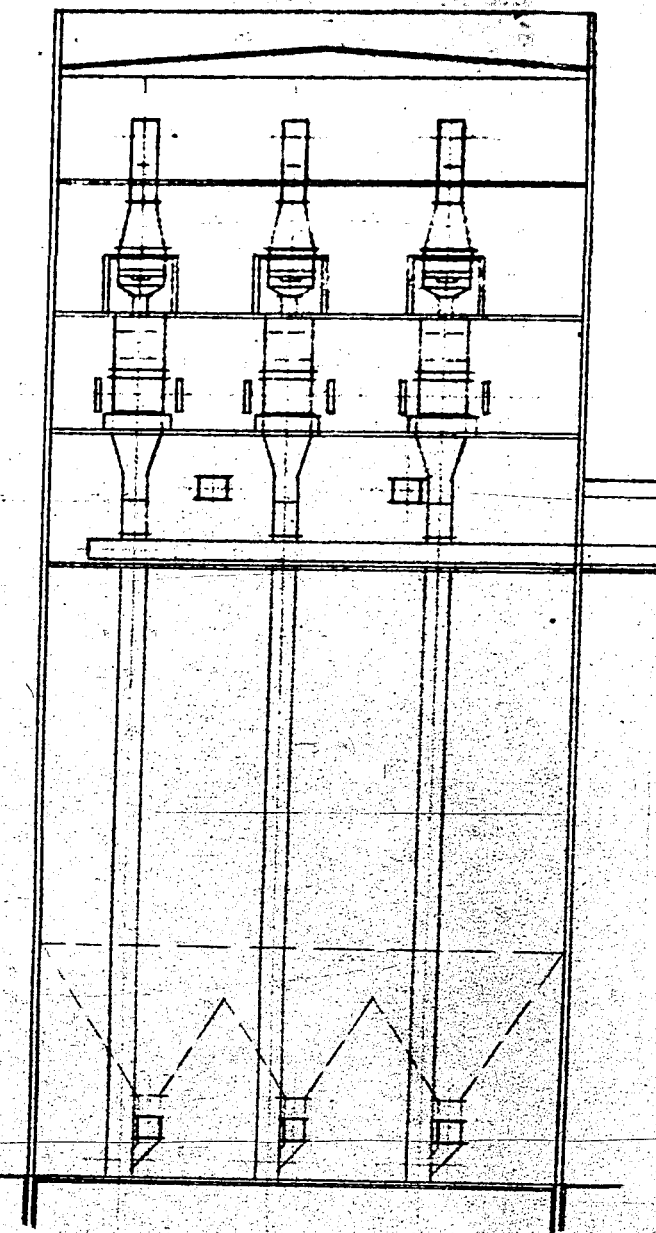
Wahlweise: Unter den Weizenstühlen  
Sammelstürzen angeordnet.



Schnitt a-b

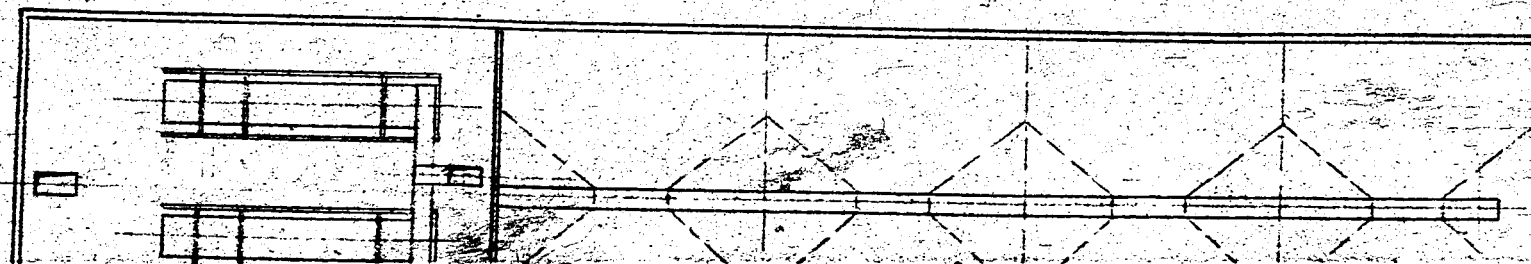


Wahlweise: Je Siebystem ein Senkrecht-  
radler u. Buntrotständer.

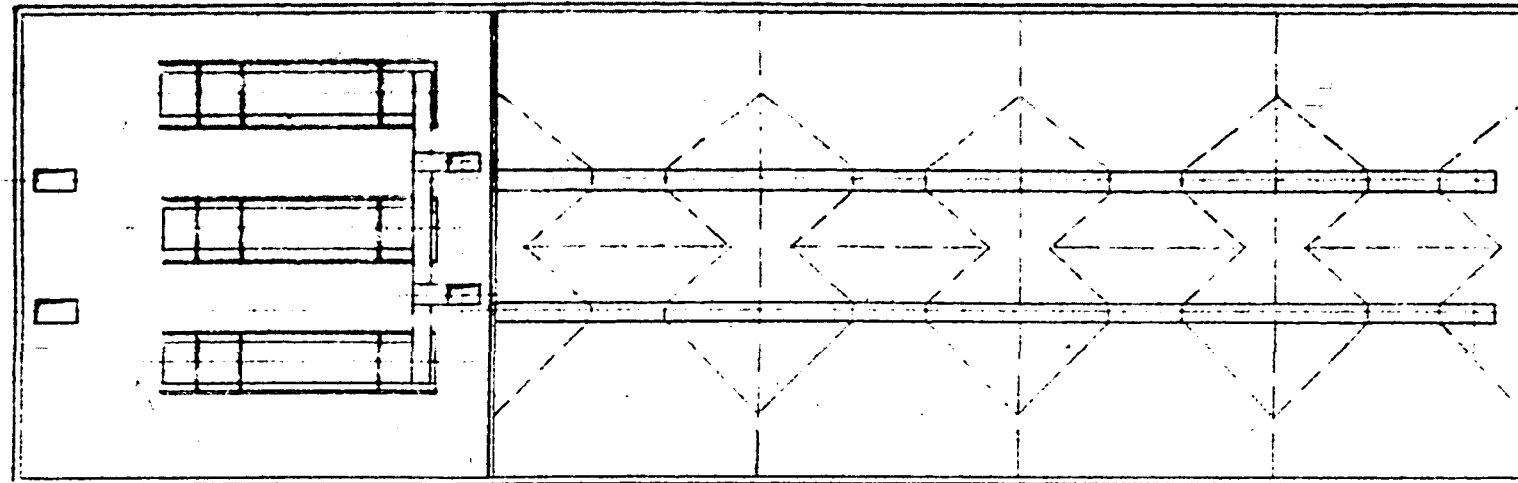


Schnitt e-f

45000



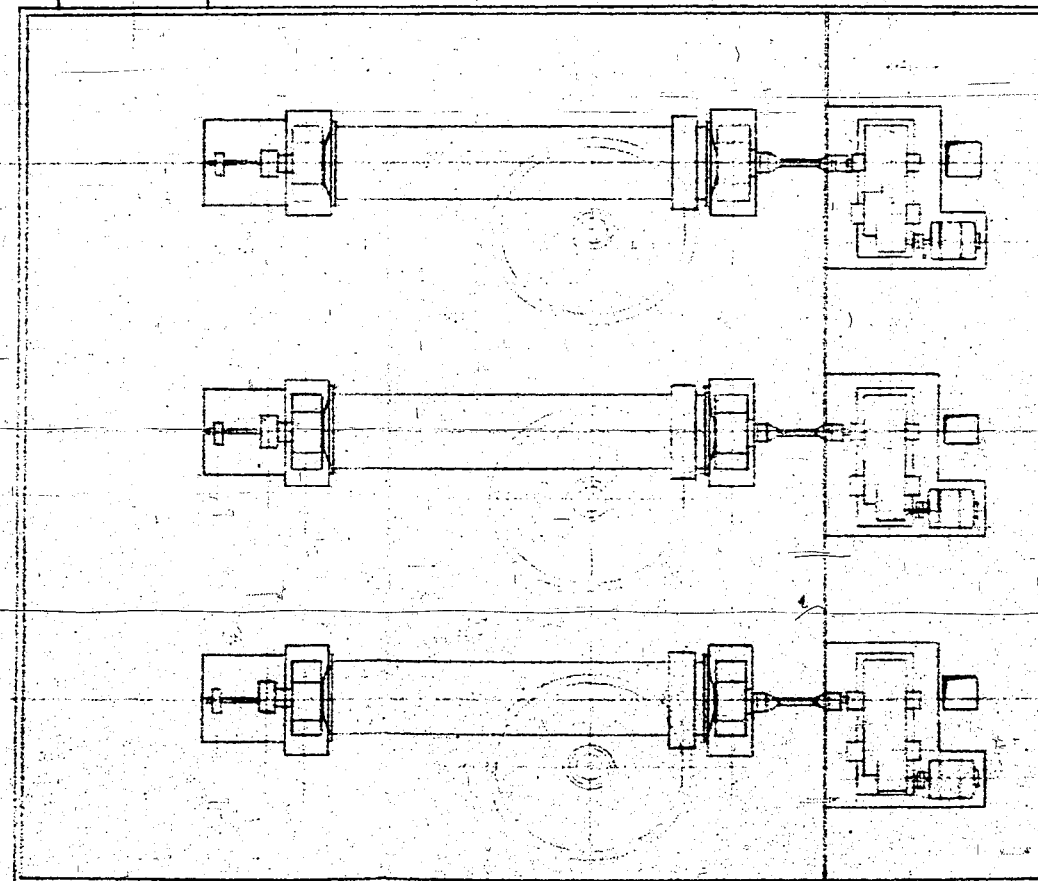




*Schnitt g-h*

FRIED. KRUPP-GEWÄSSERWERK A.G.  
MAGDEBURG - RUCKAU

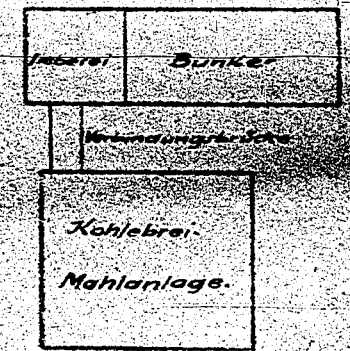
*Mitte Werkträger*



5500

28000

45.0m x 30.0m



*Mitte Werkträger*

2

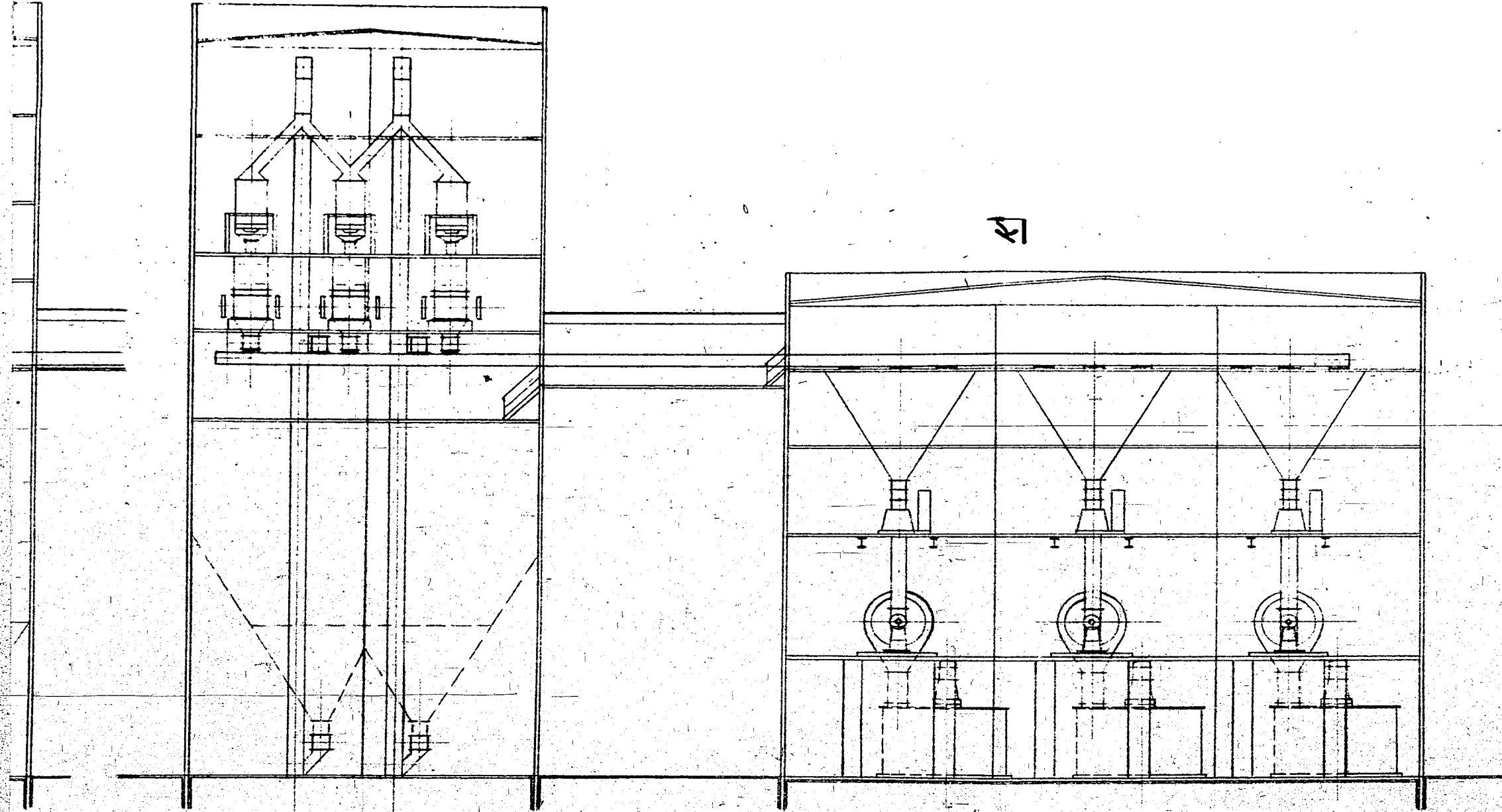
90206

cht-

Schnitt c-d

67

67



14000

10000

26000

50000

67

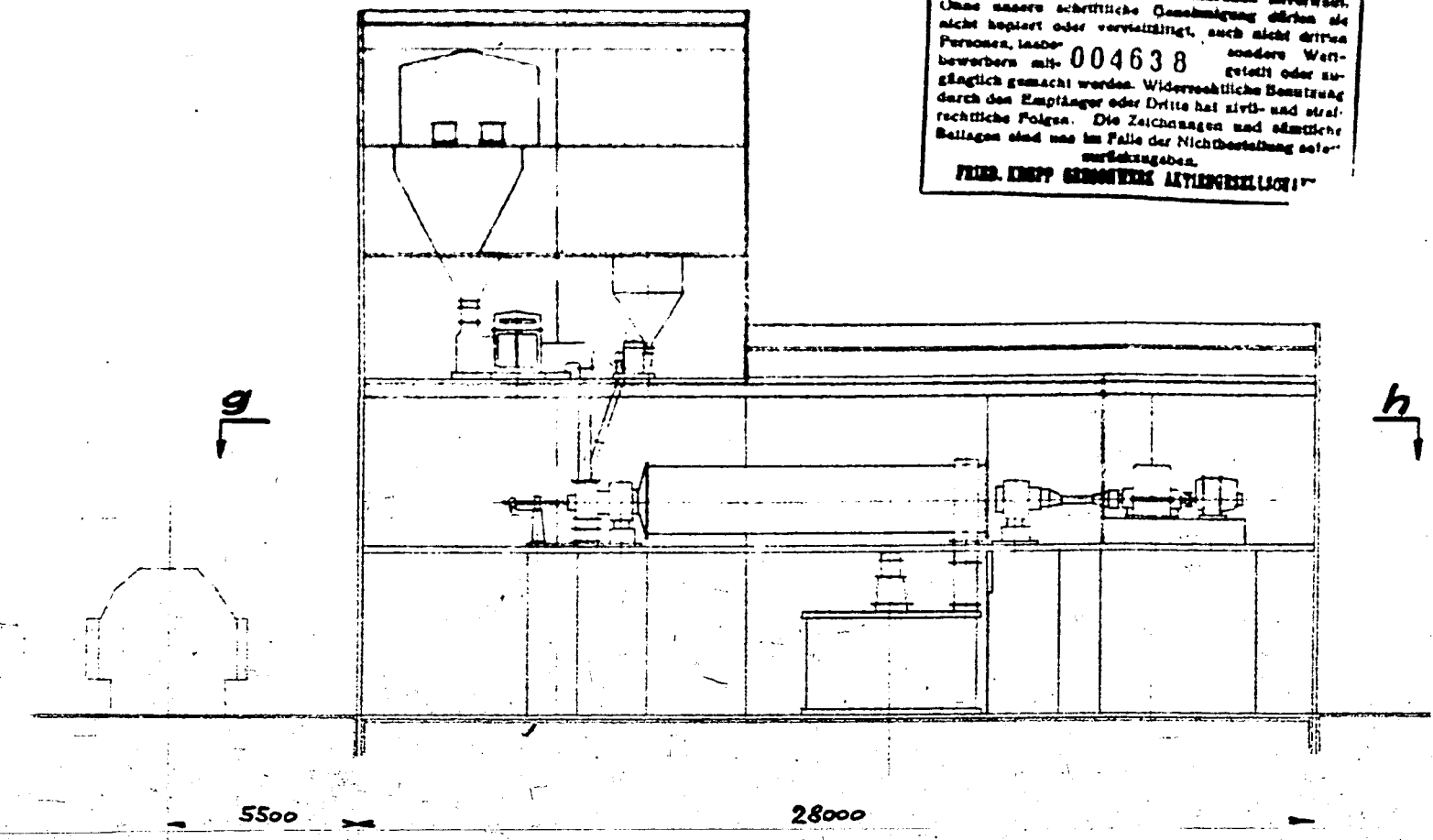
67

Schnitt i-k

3

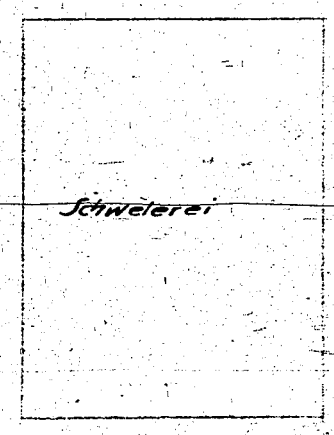
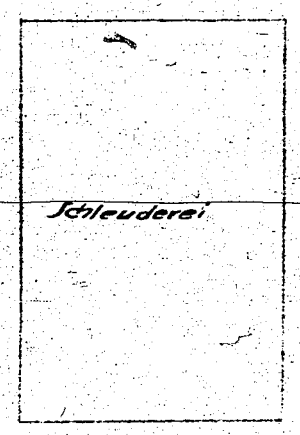
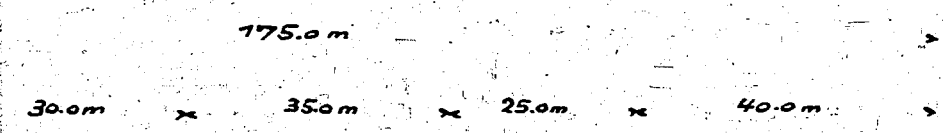
00207

Alle Rechte an diesen Zeichnungen sind dem  
 Auftraggeber vorbehalten. Sie sind dem Auf-  
 traggeber nur zum persönlichen Gebrauch zuverfü-  
 gbar. Jede andere schriftliche Genehmigung dürfen sie  
 nicht kopieren oder vervielfältigen, auch nicht Dritten  
 Personen, insbe- **004638** sondere Wett-  
 bewerbern mit- gestellt oder zu-  
 gänglich gemacht werden. Widerrechtliche Benutzung  
 durch den Empfänger oder Dritte hat zivil- und straf-  
 rechtliche Folgen. Die Zeichnungen und sämtliche  
 Beilagen sind nur im Falle der Nichtbestellung außer-  
 achtzugeben.  
**FRIED. KRUPP GRUSONWERK AKTIENGESELLSCHAFT**



**Lageplan.**

Maßstab 1:1000



**4**

**Fried. Krupp Grusonwerk A.G. Magdeburg-Buckau**

Aufschrift

**Trockenkohlen-Sieb- u. Ölkohlebrei-Mahlanlage.**

Maßstab 1:200

Union Rhein. Braunk. Kraftstoff A.G. Hwerk Weselung

T. B. 7	Tag	Name
Gezeichnet	3.6.38	Lehky.
Geprüft		
Gesehen		

Zeichnung Nr.

**IW3284**

80208

Analysis of a  
Suggestion for  
Abstracting Canadian  
Formation in Coal-  
Hydrogenation Plants

Bag No. 1677.

Wesseling, den 18. August 1944.

Eine Betrachtung über den in der Aktennotiz vom 5.4.44 gemachten Vorschlag zur Bekämpfung der Kaviarbildung.

In der Aktennotiz vom 5.4.44 wird die Vermutung ausgedrückt, daß die in unseren Sumpfkammern auftretende Kaviar- und Salzkrustenbildung unter der Einwirkung von Wasserdampf erfolgt. Hierzu ist auf zwei in der Zeitschrift "Elektrochemie" Jahrgang 1941 S.101 und der Chem. Fabrik 1940, S.405 veröffentlichte Arbeiten von Fuchs und Spillner verwiesen, welche die Löslichkeit einiger Salze in Wasserdampf bei verschiedenen Drucken behandeln.

Die Auswertung der Ergebnisse dieser Arbeiten für die in unseren Sumpfkammern vorliegenden Verhältnisse ergibt folgendes: Zunächst eine vergleichende Betrachtung über die Größenordnung der nach Spillner möglichen und der tatsächlich in Kaviar und den Salzkrusten gefundenen  $\text{Ca CO}_3$ -Mengen. Nach Spillner beträgt die Löslichkeit von  $\text{Na Cl}$ , das ist des  $\text{H}_2\text{O}$ -Dampf löslichsten der untersuchten Stoffe bei  $407^\circ$ .

Bei 250 Atmosphären Dampfdruck 600 mg/ je kg Dampf  
" 80 " " " g mg/ je " "

Die Löslichkeit von  $\text{Ca CO}_3$  in Wasserdampf ist nicht untersucht. Sie dürfte, da die Löslichkeit von  $\text{Ca CO}_3$  in flüssigem Wasser erheblich geringer als für  $\text{Na Cl}$  ist (sie beträgt in Gegenwart von  $\text{CO}_2$ , die in unseren Sumpfkammern reichlich vorhanden ist, nur  $1/200$  der  $\text{Na Cl}$ -Löslichkeit), auch in der Dampfphase weit geringer als für  $\text{Na Cl}$  sein.

Die Öfen einer Kohlekommer werden stündlich von etwa 5 to  $\text{H}_2\text{O}$ -Dampf durchströmt. Dieser Dampf hat einen Partialdruck von knapp 80 atü. Danach könnten nach Spillner vom Dampf folgende  $\text{Ca CO}_3$ -Mengen mitgeführt werden:

Wenn die $\text{Ca CO}_3$ -Löslichkeit, $1/1$	der Löslichkeit von $\text{Na Cl}$ beträgt	
	in einer Betriebsperiode v. 70 Tagen	
" " " " " "	$1/10$	= 50 kg
" " " " " "	$1/100$	= 5 kg
" " " " " "	$1/200$	= 0,5 kg
		= 0,25 kg

Zur Zeit der starken Kaviar- und Salzabscheidung fassen sich bis 30 to  $\text{Ca CO}_3$  in den ausgebauten Öfen einer Kohlekommer.

Das ist das 600-, 6000-, 60 000- und 120 000-fache der oben angegebenen Löslichkeitswerte von  $\text{Ca CO}_3$ .

Weiterhin: Es ist unvorstellbar, wie die Ausscheidung von festen  $\text{Ca CO}_3$  aus der Dampf Lösung erfolgen soll. Gelöste Stoffe scheiden sich nämlich dann ab, wenn, wie beispielsweise durch Eindickung oder Unterkühlung, eine Übersättigung der Lösungen eintritt. Nach den in der Arbeit von Spillner angeführten Zahlenangaben könnte eine Übersättigung bei fallendem Druck und fallender Temperatur erfolgen. Diese Bedingungen treten wohl in einer Dampfturbine, nicht aber in unseren Kohleöfen ein.

Die Arbeiten von Spillner sind demnach als Beweis dafür anzusehen, daß im  $\text{H}_2\text{O}$ -Dampf gelöstes  $\text{Ca CO}_3$  bei der  $\text{Ca CO}_3$ -Abscheidung in unseren Kohleöfen keine oder ebenfalls nur eine sehr untergeordnete Rolle spielen kann.

Aus den in der Aktennotiz gemachten Vorschlägen, dem Kaviar



durch chemische Mittel zu Leibe zu gehen, ist ersichtlich, daß dem Verfasser die zahlreichen über die Kaviarbildung gemachten Arbeiten insbesondere der I.G. Leuna unbekannt sind. Die dort gemachten Versuche zur Bekämpfung der Kaviarbildung auf chemischem Wege begannen mit dem Auftreten des ersten Kaviars. Alle in der Aktennotiz gemachten Umsetzungen bis auf die chemisch unmöglichen sind in klein-, teilweise auch großtechnischem Maßstabe ohne befriedigende Ergebnisse ausprobiert worden. Dies schließt die Wiederholung zweckdienlicher Versuche zu gegebener Zeit nicht aus. Sie stehen als einer der ersten Punkte auf dem Versuchsprogramm unserer leider nicht fertiggestellten Kleinversuchsanlage.

Zur näheren Orientierung ist eine Abschrift der Aktennotiz vom 5.4.44 beigelegt, wobei einige den Verfasser zu Fehlschlüssen veranlassende Irrtümer berichtigt wurden. Ferner ist eine eigene in diesem Zusammenhang interessierende eigene Arbeit über Kaviarbildung aus dem Jahre 1936 mit einem auf späteren Erkenntnissen fußenden Nachtrag beigelegt, die unter anderem die Möglichkeit, daß flüssiges Wasser bei der Kaviarbildung eine Rolle spielen kann, behandelt.

#### Zusammenfassung.

In der Aktennotiz vom 5.4.44 wird die Vermutung ausgesprochen, daß die Kaviarbildung in unseren Kohleöfen unter der Einwirkung von Wasserdampf erfolge. Jedwede Erklärung, wie der Verfasser sich diesen Vorgang vorstellt, fehlt. Die als Beleg angeführten Literaturstellen beweisen, daß sowohl größenordnungsmäßig als auch physikalisch die Bildung der großen in unseren Kohlekammern auftretenden  $\text{Ca CO}_3$ -Mengen nicht über den in den Kohleöfen befindlichen  $\text{H}_2\text{O}$ -Dampf erfolgen kann.

Der ohne erkennbaren Zusammenhang mit der ausgesprochenen Vermutung gemachte Vorschlag die Kaviarbildung chemisch zu bekämpfen, bietet nichts Neues. Die zahlreichen darüber gemachten Arbeiten sind dem Verfasser offensichtlich nicht hinreichend bekannt. Alle vorgeschlagenen Reaktionen bis auf die chemisch unmöglichen sind, ohne bemerkenswerte Erfolge bringen zu können, erprobt.

*P. Herbst*

Documents re:- Alkylation (AT)  
Plant at Wesseling including  
Plant Design  
Flow Sheet  
Operating Requirements  
Plant Costs  
Description of the Process -  
Installation - Operation  
Minutes of Conferences  
Material Consumption  
Required Laboratory Tests  
Operating Precautions

Resin Regeneration

Bag No. 1677

**Geheim**

-2-

- 1.) Dies ist ein Geschäftsgeheimnis im Sinne des § 26 R.D.G.B.
- 2.) Weitergabe nur verschlossen, bei Postbefreiung als "Einschreiben".
- 3.) Nachsicht nur bei Genehmigung des Empfängers nach geltendem Recht.

**A. Allgemeine Angaben:**

1. Name und Bezeichnung: **AT 244-Anlage Union Rheinische Braunkohlen Kraftstoff AG. Wesseling Bez. Köln**  
Fernruf Wesseling 242 - 245  
Köln 90 881 - 90 885  
Fernschreiber: 03886  
Kraftstoff Wess
2. Inhaber des Verfahrens: **I.G. Farbenindustrie AG.**
3. Standort der Anlage: **Wesseling Bez. Köln**  
in dem bereits bestehendem Werke
4. Bauherr: **Union Rheinische Braunkohlen Kraftstoff AG., Wesseling Bez. Köln**
5. Sachbearbeiter: **Union Rheinische Braunkohlen Kraftstoff AG., ausserdem ist die Firma Uhde, Ingenieurbüro und Fabrik für Chemische Apparate, Zweigbüro Leuna-Werke, in Zusammenarbeit mit der Firma Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H., Leuna-Werke, mit der Projektierung und Ausführung der Anlage beauftragt.-**

**B. Kapazität:**

1. Bestehende Anlagen: **Zurzeit besteht bei der Union Rheinische Braunkohlen Kraftstoff AG. keine Betriebsanlage zur Erzeugung von AT 244.**

2. Kapazität der zu erstellenden Anlage: **Obigem Antrag sind verschiedene Ausbaustufen zugrunde gelegt, die wie folgt bezeichnet werden sollen:**

**I. Ausbaustufe I:**

für eine max. Kapazität von ca. 26 000 Jato AT 244 Fertigprodukt, siedend bis 170°C und ca. 2500 Jato AT 244 Rückstand, siedend über 170°C.

**II. Ausbaustufe II**

für eine max. Kapazität von ca. 54 000 Jato AT 244 Fertigprodukt, siedend bis 170°C und ca. 3000 Jato AT 244 Rückstand, siedend über 170°C.

Die zur Erzeugung vorgenannter Mengen erforderlichen Kontaktmassen sind vom Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H., Leuna-Werke anzufordern.-

Eine eigene Erzeugungsanlage besteht bei der Union Rheinische Braunkohlen Kraftstoff AG. nicht.

3. Begründung:

Die Notwendigkeit der Steigerung der Produktion an Hochleistungstreibstoffen.

C. Beschreibung des zur Anwendung kommenden Verfahrens:

Das Verfahren besteht aus drei Stufen. In der ersten Stufe wird n-Butan in ein Gemisch von n-Butan und n-Butylen durch Dehydrierung übergeführt.-

In der zweiten Stufe wird Isobutan mit dem gebildeten n-Butylen bei grossem i-Butan-Ueberschuss in Gegenwart von hochkonzentrierter Schwefelsäure als Katalysator in einen i-Oktan-Treibstoff übergeführt.-

Die dritte Stufe trennt den erzeugten Treibstoff vom Butan-gemisch. Dieses Gemisch wird seinerseits in i-Butan und n-Butan zerlegt; das i-Butan wird der Alkylierstufe, das n-Butan der Dehydrierstufe wieder zugeführt.-

Der Treibstoff führt die Bezeichnung AT 244, die Oktanzahl beträgt mindestens 92. Die Rohstoffgrundlage ist i-Butan und n-Butan, die bei der Benzinsynthese aus Braunkohle bezw. Erdöl anfallen.-

Schema nebst eingehender Beschreibung ist beigelegt.-

D. Unbedenklichkeits-Erklärungen:

Die Verhandlungen mit den zuständigen Behörden sind aufgenommen. Die genehmigten Unbedenklichkeits-Erklärungen werden dem Reichsamt nachgereicht.-

Die Anlage wird nach den gleichen Richtlinien, die für die luftschutztechnische Gestaltung des Werkes Rheinbenzin gelten, ausgeführt.-

E. Bautechnische Angaben:

Die Antragstellerin ist darauf hingewiesen worden, dass die Ausführung der Bauten entsprechend dem Erlass des Herrn Reichsmarschall vom 20. Juni 1941 in einfachster Form und unter weitestgehender Anwendung von Behelfsbauweisen erfolgen muss, wobei alle nicht unbedingt notwendigen Aufwendungen, wie für Schönheit der Arbeit, architektonische Gestaltung, Ausstattungen und dergl. zu unterbleiben haben.-

Die bautechnischen Angaben werden nach den zurzeit bestehenden vorläufigen Entwürfen gemacht. Es besteht die Möglichkeit, dass gewisse Abänderungen vorgenommen werden, um zu zweckdienlicheren Lösungen zu kommen.-

1) Umfang der Anlage:

a) Hauptanlagen, gleichzeitig neu zu erstellende Anlagen:

Trennanlage für das Rohbutan  
Butan-Säure-Zwischen- und Fertiglager,

Dehydrierungs-Anlage, bestehend aus 3 Dehydrier-Ofen-  
gruppen für die Ausbaustufe I und 6 Dehydrier-Ofen-  
gruppen für die Ausbaustufe II, einschl. der dazu  
gehörigen Kontakt-Regenerationen,  
Butan-Kompressoren-Anlage mit 3 Kompressoren in der  
Ausbaustufe I und 4 Kompressoren in der Ausbaustufe II,  
Verflüssigungsanlage,  
Stabilisierungsanlage,  
Ölwäsche,  
Alkylierungs-Anlage, bestehend aus 8 Einheiten für die  
Ausbaustufe I und 14 Einheiten für die Ausbaustufe II,  
einschliesslich Betriebsreserven,  
Lauge- und Wasserwäsche,  
Destillation zum Trennen von AT 244-Rohprodukt u. Butan  
von AT 244 Fertigprodukt und  
Rückstand  
von i-Butan und n-Butan  
von i-Butan und Propan,  
Kühlbutan-Kompressoren-Anlage,  
Schwefelsäure-Regenerations-Anlage,  
Die Leistung der Trennanlage für Rohbutan, der Ver-  
flüssigungsanlage, der Ölwäsche, der Stabilisierungs-  
Anlage für Butan und der AT 244-Destillationen sind für  
den Endausbau von 54 000 Tajo bemessen.-

b) Nebenanlagen:

Ausbau des Kraftwerkes: Zur Aufstellung kommen

- 1 Kessel 100/125 stuto Dampf 80 atü 500°
- 1 Gegendruckturbogenerator 12 500 kW bei  $\cos \varphi = 0,7$
- 1 Dampfumformer 3,5/2,5 atü

Für den Ausbau des Kraftwerkes wird der erforderliche  
Genehmigungsbescheid beim Herrn Reichsminister bean-  
tragt.-

1 neue Trafounterstation

Erweiterung des Kabelnetzes  
Erweiterung des Wasserleitungsnetzes mit neuen Brunnen  
Erweiterung des Dampfnetzes, des Kanalisationsnetzes,  
Anschluss der Leitungen für Stickstoff, Pressluft,  
Heizgas usw.

Neue Rohrbrücken,

Ausbau der Werkstrassen

Neubau einer Reparaturwerkstatt, in der die in der  
Neuanlage anfallenden kleineren Reparaturen vor-  
genommen werden können.-

Grösse der Betriebsfläche: Eine Vergrösserung der vor-  
handenen Grundfläche des gesamten Werkes wird nicht  
vorgenommen und der Bebauungsplan der Gesamtanlage  
nicht wesentlich verändert.- Bebannt werden ca. 60000 qm.

2) Bauzeit:

Für die Bauzeit sind die Richtlinien des neuen Göringplanes  
massgebend.-

Voraussichtlicher Beginn der Arbeiten auf der Baustelle:



für Ausbaustufe I und II:	1.2.42
Beginn der Montagearbeiten für Ausbaustufe I	1.7.42
Beendigung der Montagearbeiten für Ausbaustufe I	1.4.43
Teilweise Inbetriebnahme für Ausbaustufe I	1.3.43
Vollproduktion: für Ausbaustufe I:	1.5.43
für Ausbaustufe II:	1.9.43
Beendigung aller Arbeiten auf der Baustelle	1.10.43

3. Bau- und Montagearbeiter:

Bauarbeiter:

für Ausbaustufe I	195 000 Tagewerke mit 1250 Mann
für Ausbaustufe II	270 000 " " 1800 "
	davon 10% betriebseigene

Montagearbeiter:

für Ausbaustufe I	270 000 Tagewerke mit 950 Mann
für Ausbaustufe II	430 000 " " 1600 "
	davon 30% betriebseig.

4. Kostenangaben:

a) Gesamtinvestierung:

Die Gesamtinvestierung schätzen wir

für Ausbaustufe I	auf RM 23.550.000.--
für Ausbaustufe I und II zus.	" 36.900.000.--

b) Finanzierung:

Finanzierung durch das RM, Verhandlungen wurden aufgenommen.--

c) Veranschlagte Baukosten für bautechnischen Teil:

für Ausbaustufe I	RM 8.450.000.--
für Ausbaustufe I und II zus.	" 11.900.000.--

für Apparate:

für Ausbaustufe I	RM 15.100.000.--
für Ausbaustufe I und II zus.	" 25.000.000.--

d) am 30.9.41 verbaut: Summe  
des bautechn. Teiles: 0 %

5. Materialbedarf:

Ausbaustufe I Ausbaustufe I u. II zus.

a) Eisen

Maschineneisen	22 500 to	37 600 to
Baueisen	5 200 "	7 600 "

	<u>Masch. Eisen</u>	<u>Baueisen</u>
1. Quartal nach Zusenzuteilung	40%	40%
2. " " "	25%	25%
3. " " "	15%	20%
4. " " "	10%	10%
5. " " "	5%	5%
6. " " "	2,5%	
7. " " "	2,5%	

Als erstes Quartal gilt der Zeitabschnitt, in dem es möglich ist, grössere Aufträge zu erteilen.-

b) Nichteisenmetalle:

Ausbaustufe I Ausbaustufe I u. II zus.

Aluminium	18 to	26 to
Chrom	12 "	21 "
Kupfer	25 "	35 "
Quecksilber	0,1 "	0,1 "
Mangan		1,5 "
Molybdän	0,100	0,3 "
Nickel	1,1	1,8 "
Blei	36 "	64 "
Zinn	1,0 "	2,6 "
Vanadium	0,06 "	0,1 "
Wolfram	0,1 "	0,2 "
Zink	1,0 "	1,5 "
Silicium	0,011	0,015
Antimon	0,006	0,072

c) Baumaterial:

Zement	6 000 to	9 000 to
Kies	24 000 cbm	30 000 m <sup>3</sup>

d) Ziegelsteine: 3 000 000 Stck. 4 500 000 Stck.

e) Holz:

Schnitt- u. Schalholz	4 000 cbm	5 000 cbm
Bünd- u. Kastholz	4 500 "	6 000 "

f) Natur- und Konstruktionschuk

für Dichtungen	900 kg	1200 kg
" Kabel udgl.	1100 "	1500 "

F. Betriebstechnische Angaben:

1. Angaben über die zu verarbeitenden Roh- und Betriebsstoffe:

a) Art und Beschaffenheit:

	<u>Ausbaustufe I</u>	<u>Ausbaustufe II</u>
Reinheit:		
i-Butan	95%	95%
n-Butan	95%	95%

b) Butan-Mengen:

i-Butan	19 000	34 000
n-Butan	13 000	30 000

c) Herkunft:

Union Rheinische Braunkohlen Kraftstoff AG., Wesseling Bez. Köln

d) Sicherstellung des Bezuges:

Fällt in eigener Erzeugung an.

2. Kontaktbedarf:

Der Kontakt wird von der Firma Ammoniakwerk Merseburg bezogen und ist bei Vollerzeugung von AT 244 - Produkt für Dehydrierung von Normal-Butan für beide Ausbaustufen folgender Einsatz erforderlich:

	<u>Ausbaustufe I</u>	<u>Ausbaustufe II</u>
Erstmaliger Einsatz für die ersten 2 Jahre	50 m <sup>3</sup> 120 m <sup>3</sup>	100 m <sup>3</sup> 220 m <sup>3</sup>

Die für die Herstellung des Kontaktes erforderlichen Metallmengen und Hilfsstoffe werden von dem Hersteller des Kontaktes, der Firma Ammoniakwerk Merseburg, entsprechend angefordert.

3. Schwefelsäure-Bedarf für die Alkylierung:

	<u>Ausbaustufe I</u>	<u>Ausbaustufe II</u>
erstmaliger Einsatz 98%ig	360 to	720 to
laufender Bedarf bei Aufstellung einer eigenen Schwefelsäure-Konzentrationsanlage	Oleum 30%ig 1,5 to/Tag	3 to/Tag

Herstellungsort:

Der Herstellungsort der Schwefelsäure ist unbekannt, der Bedarf wird beim Schwefelsäure-Kontor in Berlin gemeldet und

entsprechende Zuteilung veranlasst.-

4. Natronlange-Bedarf für die Langwäsche:

	<u>Ausbaustufe I</u>	<u>Ausbaustufe II</u>
Erstmaliger Einsatz NaOH 10%ig	120 to	250 to
Verbrauch an NaOH 10%ig	1 to/Tag	2,5 to/Tag

5. Angaben über AT 244-Produkt:

a) AT 244-Produkt, bis 170° siedend, ca. 93% mindestens 92 Oktanzahl  
 AT 244-Rückstand, 170 - 210°C siedend, ca. 7%

b) Mengen:

Ausbaustufe I: Fertigprodukt	26 000	Jato
Rückstand	2 500	"
Ausbaustufe II: Fertigprodukt	54 000	"
Rückstand	3 000	"

c) Absatz:

über das RLM

6. Vollbetriebszeiten:

a) Tagesstunden	24 Stunden / Tag
b) Schichten	3 x 8 Stunden / Tag
c) Betriebstage in Jahr	330 Tage

G. Arbeitseinsatz

1. Angestellte

	<u>Ausbaustufe I</u>	<u>Ausbaustufe II</u>
a) kaufmännische	4	6
b) technische	18	24

2. Arbeiter

a) Facharbeiter	80	94
b) angelernte Arbeiter	110	137
c) ungelernete Hilfsarbeiter	115	155

3. Siedlungen für Stammarbeiter

100	120
-----	-----

H. Energie-Bedarf:

einschl. Dehydrierung, sowie Schwefelsäure-Konzentrationsanlage)

1) Strombedarf:

Eigenerzeugung	75 000 kWh/Tag	130 000 kWh/Tag
----------------	----------------	-----------------

3. Dampfbedarf:

- a) ND-Dampf
- b) HD-Dampf

4. Kraftgasbedarf:

Eigenerzeugung durch Restgas aus der Verflüchtigung.

5. Kohlebedarf: TBK 15

zusätzlich Jato 60 000 to 110 000 to

Der Bezug erfolgt von der Roddergrube und ist sichergestellt.-

1. Verkehrs- und Transportfragen:

1. Bahnanschluss:

Es ist Bahnanschluss an die KBE (Köln-Bonner-Eisenbahnen grosse Privatvollbahn) vorhanden.

2. Voraussichtliche Zahl der täglich ein- und ausgehenden Wagen:

Ausbaustufe I: eingehend:  $H_2SO_4 = 1$  Waggon/  
10 Tage

ausgehend: 86 to AT 244 = 6 Waggon/Tag

$H_2SO_4 = 1$  Waggon/  
10 Tage

Ausbaustufe II: eingehend:  $H_2SO_4 = 1$  Waggon/  
5 Tage

ausgehend/170 to AT 244 = 12 Waggon/Tag

$H_2SO_4 = 1$  Waggon/  
5 Tage

3. Wasseranschluss:

ist vorhanden

4. Gesamtbedarf an Transportmitteln:

Zusätzlicher Bedarf an Transportmitteln besteht nur für den Transport von Bauteilen. Hierfür sind vorhanden 14 eigene Lastkraftwagen, ferner stehen zur Verfügung ca. 49 angemietete Lastkraftwagen.-



-10-

K. -----

L. Anlage:

Verfahrenschema (M 4170 - 16).

Für die Ausführung der Gebäude und Anlageteile gelten im wesentlichen die gleichen Entwürfe, wie sie für die Anlage AT 244 Leuna projektiert und vorgelegt wurden.

Zusammenfassung:

Die Anlage dient der Erzeugung von Hochleistungs-Treibstoffen, sie ist kriegswichtig und dringlich.

Schema und Beschreibung

für

Sondertreibstoffanlage AT 244 einschließlich

Butylen - Herstellung.

(Zeichnung M 4150 - 16)

Die Anlage AT 244 dient zur Herstellung eines Sondertreibstoffes aus C<sub>4</sub>-Kohlenwasserstoffen, die als Nebenprodukt bei der Kohlehydrierung anfallen. Die Kohlenwasserstoffe werden entsprechend den Verfahrensvorschriften gereinigt, verflüssigt und getrennt den Vorratsbehältern ( 1 ) und ( 22 ) zugeleitet. Ein Teil dieses Produktes wird dem Vorratsbehälter ( 1 ) entnommen, in einem Verdampfer ( 2 ) vergast und über ein System von Wärmeaustauschern ( 3 ) dem Ofen ( 4 ) zugeführt, wo es über Kontakte dehydriert wird. Das austretende Gasgemisch wird in einem Kühler ( 5 ) herabgekühlt, anschließend gefiltert ( 6 ) und dem Gasometer ( 7 ) zugeführt. Die im Ofen ( 4 ) befindliche Reinigungsmasse wird in den Sammelbehälter ( 10 ) ausgeschleust und mittels Pencilbecherwerk dem Eingangsbehälter ( 11 ) am Regenerationsofen ( 8 ) zugeleitet. Die regenerierte Reinigungsmasse gelangt über Sammelbehälter ( 12 ) mittels PB-Werk in den Eingangsbehälter ( 9 ) des Dehydrierofens ( 4 ) zurück. Aus dem Gasometer ( 7 ) wird das Gasgemisch durch den Kompressor ( 13 ) angesaugt und auf 10 atü komprimiert. Im Kondensator ( 14 ) wird das Gas verflüssigt und anschließend einem Scheidebehälter ( 15 ) zugeführt. Der nicht verflüssigte Anteil wird in der Ölwäsche im Wascher ( 16 ) mit Öl im Gegenstrom unter 10 atü ausgewaschen, im Entgaser ( 18 ) aus dem Öl wieder entfernt und das Gasgemisch in den Gasometer ( 7 ) wieder zurückgeführt. Das entgaste Waschöl wird über den Kühler ( 18 a ) dem Waschturm ( 16 ) im Kreislauf wieder zugeleitet. Das vom Öl im Wascher ( 16 ) nicht absorbierte Gas wird dem Heizgas-Gasometer ( 17 ) zugeleitet und steht für die Brenner der Dehydrierung zur Verfügung. Das im Scheidebehälter ( 15 ) anfallende Flüssig-gas wird in der Stabilisier-Kolonne ( 19 ) bei etwa 25 atü von niedrig siedenden Kohlenwasserstoffen getrennt, wobei letztere dem Gasometer ( 17 ) zugeleitet oder nach Bedarf in die Treibgas-Anlage gegeben werden. Die im Sumpf der Kolonne ( 19 ) anfallenden schweren Kohlenwasserstoffe gelangen im flüssigen Zustand über eine Wasserabscheidung ( 20 ) in den Zwischenbehälter ( 21 ), dem der Zwischenbehälter ( 22 ) parallel geschaltet ist. Aus dem Zwischenbehälter ( 21 und 22 ) werden die Produkte im bestimmten Verhältnis gemischt und gelangen über ein Wärmeaustauschersystem ( 23 ) zu dem Mischbehälter ( 24 ), in dem ein Teil des Produktes zum Zwecke der Tiefkühlung verdampft wird. Die bei der Verdampfung anfallenden Gase gelangen über den Flüssigkeitsabscheider ( 25 ) in den Kühl-Butan-Kreislauf. Hier werden die Gase...

empresiert und anschließend im Kondensator ( 28 ) verflüssigt, die so wieder gewonnenen Flüssigprodukte werden über den Zwischenbehälter ( 29 ) wieder dem Produkteingang des Mischbehälters ( 24 ) zugeleitet.

Die in dem Mischbehälter ( 24 ) eintretenden flüssigen Kohlenwasserstoffe werden in Gegenwart von konzentrierter Schwefelsäure ( aus Behälter 25 ) als Katalysator teilweise zu AT-Produkt umgewandelt. Das Gemisch aus AT-Produkt, Kohlenwasserstoffen und Schwefelsäure gelangt zu der Scheideflasche ( 25 ), wobei in entsprechender Absatzeit die Trennung in Butan-AT-Gemisch und Schwefelsäure erfolgt. Die im Scheidebehälter ( 30 ) so wiedergewonnene Schwefelsäure gelangt als Kreislauf-Säure wieder zum Mischbehälter ( 24 ). Der aus dem Kreislauf abgezogene Verbrauch-säure-Anteil wird durch Frischsäure aus dem Behälter ( 25 ) ersetzt. Das in der Scheideflasche ( 30 ) abgeschiedene Gemisch aus Kohlenwasserstoffen und AT-Produkt gelangt über den Wärmeaustauscher ( 23 ) und dem Vorheizer ( 31 ) zu einer Feinabscheidung ( 32 ) in der, bei entsprechend langer Verweilzeit, die fast restlose Trennung zwischen Butangemisch und Schwefelsäure erfolgt. Diese Rest-Schwefelsäure wird diskontinuierlich dem Sammelbehälter ( 33 ) zugeleitet.

Das Gemisch aus Butan und AT-Produkt gelangt über einen Zwischenbehälter ( 34 ) zu einer Laugewäsche, um die letzten Spuren von Schwefelsäure zu neutralisieren. Vor dem Orifice-Mischer ( 35 ) wird aus dem Eingangsbehälter ( 37 ) verdünnte Natronlauge beigemischt und die Mischung anschließend im Scheidebehälter ( 36 ) getrennt.

Die in diesem Behälter anfallende Natronlauge wird so lange im Kreislauf geführt, bis dieselbe verbraucht und diskontinuierlich als stark verdünnte Lauge abgeschieden und dem Kandel zugeleitet wird. Das Gemisch aus Kohlenwasserstoffen und AT-Produkt gelangt aus dem Scheidebehälter ( 36 ) in eine anschließende zweistufige Wasserwäsche, in der die Restlauge mittels Wasser ausgewaschen wird und zwar in einem ähnlichen Prozeß, wie in der vorgeschalteten Laugewäsche. Für die Wasserwäsche wird vorgehen der Orifice-Mischer ( 38 ), der Scheidebehälter ( 39 ) und der Kondensat-Eingangsbehälter ( 40 ).

Das von Säure- und Lauge nunmehr befreite Gemisch von Butan und AT-Produkt gelangt über das Zwischenlager ( 41 ) in eine Destillationsanlage. Die Pumpe ( 42 ) fördert das Gemisch in die Stabilisier-Kolonne ( 43 ), wo das Gemisch in den sogenannten Butan-Kreislauf und das eigentliche AT-Produkt zerlegt wird.

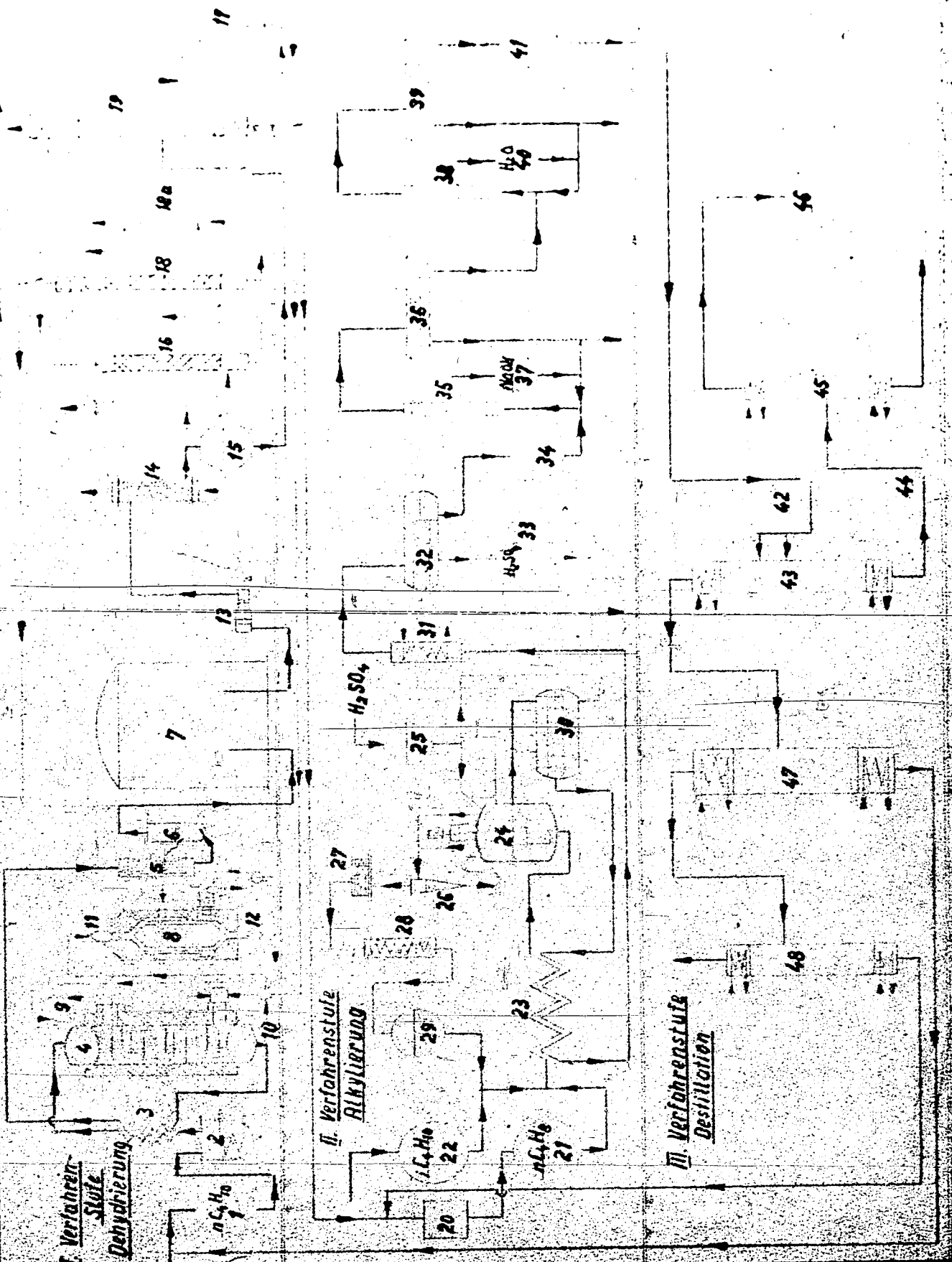
Aus dem Sumpf der Kolonne wird das AT-Produkt mittels einer Pumpe der Redestillation ( 45 ) zugeführt. In dieser Redestillation wird als Kopfprodukt der hochwertige Sondertreibstoff AT 244 gewonnen und dem Fertigproduktlager ( 46 )

geleitet. Das am Kolonnenaußkopf anfallende Produkt kann ebenfalls als Sonder-/treibstoff Verwendung finden. Die in der Stabilisierung abgetriebenen gasförmigen Butane gelangen in die C<sub>4</sub>-Trennkolonne ( 47 ), wobei die im Sumpf anfallenden Kohlenwasserstoffe dem Kreislauf vor der Dehydrierung über den Eingangsbehälter ( 1 ) zugeleitet werden. Die in der Kolonne abgetriebenen Kohlenwasserstoffe werden in einer Schlußkolonne ( 48 ) von den niedrigen Kohlenwasserstoffen weitgehend getrennt und gelangen die schweren Kohlenwasserstoffe vom Sumpf der Kolonne in den Kreislauf der AT-Anlage und werden vor der Butan-Trocknung ( 20 ) beigemischt.

Anlagen-  
VP-Nr.

Datum:

Name:



Friedrich Uhde, Ingenieurbüro.

Schema der AT 244-Anlage

M 4151-16

100  
100  
100





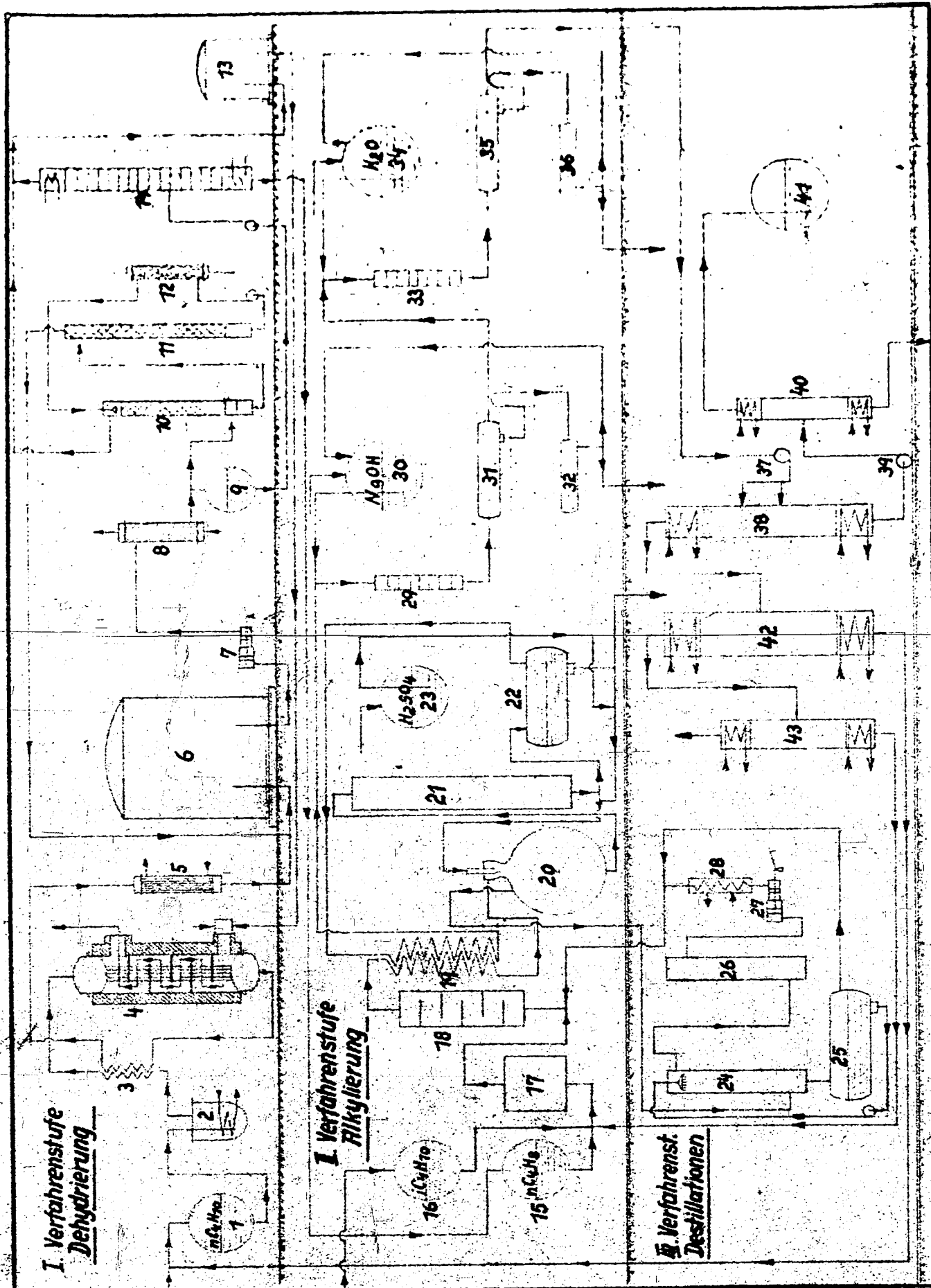
Der Platz nördlich der Gasfabrik wird vielleicht gerade ausreichen.

Die für den Antrag auf Baureifeklärung weiter notwendigen Angaben wird Uhde liefern.

Finansbedarf noch nicht klar. Im RM verhandelt Herr Siebert über Kredite, die das Luftkontor gibt.

11 Werke erhalten Alkylatauflage.

Anlage.



Ing.-Büro Uhde, Dortmund

Schema HT 244 - Anlage

M 3893 - 16

DIN-Format A4

31. Jan. 47

00  
100  
100  
100

AT 294

6.10.41

Angewandte Selbstkosten des AT-Produktes:

22 tce te Latex und Isobutan à RM 270.-/to	RM 5.640.000.--
60 ckm = 120 te Kontakt a " 3000.-/to	" 300.000.--
300 te Schwefelsäure 98% à " 100.-/to	" 30.000.--
333 te Natronlauge 10% à " 60.-/to	" 20.000.--
Gehälter: 22 Angestellte à RM 3000.-/Jahr	" 110.000.--
Löhne: 303 Arbeiter " " 3000.-/ "	" 915.000.--
Strom: 25.000 cce kWhd. à 2 Pfg.	" 500.000.--
Wasser: Kondensat 25 400 ckm à 1.--	" 25.400.--
" Kühlwasser 10 cce cce ckm à 1 Pfg.	" 100.000.--
Dampf: 20 200 cce te à 2.--	" 400.000.--
18 atk 22 cce " 2.50	" 130.000.--
Kleinstmaterial	" 300.000.--
Anteilige Verwaltungskosten	" 500.000.--
Anteilige Steuern	" 500.000.--
Lizenz 2 Pfg/kg auf 26 cce te	" 520.000.--
Amortisation 22,5% von 19.500.000.--	" 4.392.000.--
	<hr/>
	RM 17.403.400.--
Gutschrift: 2500 Jate Mektand à RM 180.-	" 450.000.--
	<hr/>
	RM 16.953.000.--

Kosten von 1 kg AT-Produkt somit

$\frac{16.953.000}{26.000.000} = \text{ca. } 65,2 \text{ Pfg.}$

A k t e n - N o t i z

Betr.: T 52-Anlage Leuna.

Die Leuna'er T52-Anlage für etwa 19 000 Tons Isooktan wurde Mitte 1941 in Betrieb genommen und ist, abgesehen von einigen Störungen, auf die später noch besonders eingegangen werden soll, zur Zufriedenheit von Leuna gelaufen. Zum T52-Verfahren ist zu sagen, daß es sich in 3 Verfahrensstufen gliedert, nämlich

- 1) Dehydrierung:  $1 - C_4 H_{10} \quad 1 - C_4 H_8 + H_2;$
- 2) Polymerisation:  $2 \cdot 1 - C_4 H_8 \quad 1 - C_8 H_{16};$
- 3) Hydrierung:  $1 - C_8 H_{16} + H_2 \quad 1 - C_8 H_{18}.$

Da die erste Verfahrensstufe, die Dehydrierung, übereinstimmt mit der Dehydrierung der AT 244 - Anlage, soll dieses Verfahren im folgenden näher beschrieben werden.

Die Hydrierung resp. die Treibgas-Anlage liefert ein gasförmiges Ausgangsprodukt, das in 6 Lagerbehälter je  $100 m^3$  Inhalt, ND 10 geleitet wird. Messung erfolgt über Ovalradzähler. Ferner geht in die Lagerbehälter das Kreislauf-Butan (flüssig) vom Rücklauf-Behälter der Butan-Kolonne, das vorher über 2 Verdampfer geleitet wurde. Außerdem pumpt man das von Böhlen in Tankwagen angelieferte Isobutan in die Lagerbehälter. Vor u. hinter den Lagerbehältern sind elektr. Ventile eingebaut. Die Behälter haben elektr. ind. Standanzeiger, Sicherheitsventile u.  $N_2$ -Anschluß.

Durch eine Sammelleitung geht das Eingangsprodukt in 2 Butan-Verdampfer, in die auch noch das Kreislauf-Butan (dampfförmig) von der Butan-Kolonne geleitet wird. Die Verdampfer haben unten Rohrschlangen, oben ein Röhrenbündel-Erhitzer, Überströmventile u.  $N_2$ -Anschluß. Am Ausgang jedes Verdampfers ist ein Oelschnellschluß-Ventil eingebaut. Aus den Verdampfern geht nun das Produkt durch 4 Regeneratoren, von denen die ersten 3 Röhrenbündel-Austauscher sind und der vierte ein Schlangenaustauscher ist. In

*Man kann  
nicht  
atm. Druck*

der Sammelleitung zu den Regs befindet sich ein Dichteschreiber, Druckregeler, Meßscheibe mit Ringwaage u. Manometer. Vor Reg. I sind angebracht: 2 Ventile mit  $N_2$ -Zwischenleitung, Meßscheibe mit Ringwaage, Ölschnellschluß-Ventil u.  $N_2$ -Zuleitung mit elektr. Ventil. Das Produkt fließt in den Regs von oben nach unten um die Bündel herum. Zwischen den Regs sitzt je 1 Manometer. Nach passieren der Regs tritt das Produkt in den Spitzenvorwärmer ein und gelangt dann in den Spaltofen, der 8 Bündel mit je 16 Rohren von je 56 mm  $\phi$  hat, die auf eine Länge von 5,5 m beheizt sind. Gesamt-Heizfläche 123 m<sup>2</sup>, Gesamt-Kontakt-Volumen 1 500 ltr. Am Gaseingang in den Spaltofen ist ein Sicherheits-Ventil und ein luftgesteuerter Druckschreiber eingebaut. Das <sup>Gas</sup> durchströmt zusammen mit dem Kontakt die einzelnen Rohre der Bündel von oben nach unten.

*Druck:  
1 ata*

Kontaktweg vom Regenerations-Ofen kommend: Becherwerk, Einfüllbunker, Schwingsieb, Leitung zum Schließbunker mit 2 elektr. Ventilen mit Sperrstickstoff, Schließbunker, Ausgangsleitung mit 2 elektr. Ventilen mit Sperrstickstoff u. Selenzelle, Verteiler mit 8 Leitungen zu den Bündeln, 16 Rohre in den Bündeln, Ausschleußvorrichtung mit Luft-u. Wasserkühlung, Ausgangsleitung mit 2 elektr. Ventilen mit Sperrstickstoff, Ausschleußbunker, Ausgangsleitung mit 2 elektr. Ventilen mit Sperrstickstoff, Schwingsieb, Becherwerk, Regenerationsofen.

Gasweg: Ringförmige Sammelleitung um die obere Hälfte des Spaltofens, 4 nach oben führende Abgangsleitungen, von denen jede sich wieder in 2 Leitungen gabelt, sodaß insgesamt 8 Gaszufuhrleitungen bogenförmig zu den Bündeln gehen. Analoges Bild am unteren Ausgang des Spaltofens.

*n* Wälzgasweg: 3 Heizgasgebläse mit je 2 500 m<sup>3</sup>/h, 1,25 ata, 5,5 MißWE, Tauchung,  $N_2$ -Zuleitung mit elektr. Ventil, Ringwaage, elektr. Ventil mit Umgang, Brenner, Brennkammer, Düse. Das Wälzgas durchströmt das ausgemauerte Ofeninnere von unten nach oben, teilt sich oben in Teilströme um die 8 Bündel von oben nach unten und tritt zum Teil 12 500 m<sup>3</sup>/h in die Brennkammer zurück (Injektorwirkung der Düse). Der andere Teil (5 700 m<sup>3</sup>/h) strömt oben in den Spitzenvorwärmer ein, tritt unten aus, strömt durch den Luftvorwärmer (362 m<sup>2</sup> Heizfläche) und geht dann über Dach.



3 Windgebläse (für alle 7 Spaltöfen), je 5 000 m<sup>3</sup>/h, 1,25 ata, Tauchung, elektr. Ventil, Manometer, Ringwaage. Die Gebläse drücken die Frischluft durch Luftvorwärmer in die Brenner.

Wulsgas-Temperaturen: Brennkammer 1400°, Düse zum Spaltofen 1 150°, Bündel oben 800°, unten 720°, Spitzenvorwärmer oben 710°, Luftvorwärmer-Ausgang 450°, Eingang 15°.

Der weitere Gasweg: Aus Spaltofen über Schlangen-Austauscher und 3 Röhrenbündel-Regs, Strömungsrichtung von unten nach oben durch die Bündel, Ausgangsleitung aus letztem Reg hat Überdachleitung mit Doppelventilen u. N<sub>2</sub>-Anschluß. In Ausgangsleitung selbst Doppelventil mit N<sub>2</sub>-Anschluß, Meßscheibe mit Ringwaage, Druckschreiber, Temperatur-u. Dichteschreiber, Öl-Schnellschluß-Ventil. Aus den Regs gelangt das Gas in 3 Gaskühler je 360 m<sup>2</sup> Kühlfläche, Doppelventile mit N<sub>2</sub>-Anschluß. Aus den Gaskühlern durchströmt das Gas die Intensiv-Gasfilter-Anlage (Baumwoll-Filtertücher). In der Ausgangsleitung zum Gasometer (5000 m<sup>3</sup>, 200 mm W.S.) ist eingebaut: Ringwaage, Dichteschreiber, Widerstands-Thermometer, Manometer, Ultrarotschreiber.

00232

Temperatur-u. Druckschnitt durch die T 52.

6 Lagerbehälter für  $1 - C_4H_{10}$ ; Betriebsdruck 10 atü, Probedruck 15 atü.

2 Verdampfer je  $26 m^2$  Verd.-Fläche u. je  $23 m^2$  Überhitzerfläche,  
3 050 kg ND-Dampf für untere senkrechte Schlange; für oberes Bündel 350 kg ND-Dampf pro Std.; Überströmventil 10 atü, Ausgang Verdampfer  $p = 5$  ata;  $T = 55^\circ C$ . Vor Regs automatischer Druck-u. Mengenregler. Temperatur der Regs: Eing. Reg 4- $50^\circ$ , Ausgang Reg 4 -  $160^\circ$ , Ausgang Reg 3 -  $270^\circ$ , Ausgang Reg 2 -  $380^\circ$ , Ausgang Reg 1 (Schlangenweg) -  $490^\circ$  bei  $p$  3,2 ata.

Temperatur-Eingang Vorheizer	$490^\circ$	bei 3,2 ata
"            Ausgang            "	$550^\circ$	
"            Eingang Spaltofen	$550^\circ$	bei 2,3 ata
"            "                    "	$520^\circ$	" 1,3 "
"            Eingang Reg 1	$520^\circ$	(Schlangenweg)
"            "                    2	$455^\circ$	
"            "                    3	$370^\circ$	
"            "                    4	$285^\circ$	
"            Ausgang            4	$200^\circ$	bei 1,15 ata
"            Eingang Gaskühler	$200^\circ$	
"            Ausgang            "	$45^\circ$	

Regenerationsofen.

Der ausgeschleuste Kontakt aus den Spaltöfen geht über Becherwerk, Schwingsieb, Einfüllbehälter, oberer Kontaktbehälter ( $1,8 m^3$ ) in den Reg.-Ofen. Fassungsvermögen des Reg.-Ofens:  $9,5 m^3$  Kontakt, davon  $6 m^3$  beheizt. Im Reg.-Ofen sind 2 zylinderförmige Siebe mit verschiedenen Durchmessern eingebaut. Der Kontakt gleitet nun zwischen diesen Drahtsieben langsam nach unten und wird seitwärts von dem heißen  $O_2$ -haltigen Wälzgas durchströmt. Leuna fuhr früher Wälzgas von unten nach oben, doch hat sich diese Fahrweise wegen des erhöhten Abtriebs des Kontaktes nicht bewährt. Der abgebrannte Kontakt tritt unten aus dem Reg.-Ofen in den unteren Kontaktbehälter ( $1,8 m^3$ ), Becherwerk, Einfüllbunker, Schwingsieb und geht weiter, wie auf Seite 2 beschrieben, zurück zum Spaltöfen. Der Reg.-Ofen hat unten eine Ausschleußvorrichtung, die wassergekühlt ist. Das Regenerieren des Kontaktes erfolgt durch Rauchgas, dem 2 - 2,5% Luftsauerstoff zugegeben werden. Erzeugt wird dieses Rauchgas durch einen Brennofen für  $100 - 200 m^3$  Heizgas

pro Std. (400 000 WB). 2 Luftgebläse für je 4 000 m<sup>3</sup>/h liefern die Verbrennungsluft (300-400 m<sup>3</sup>/h) und die Regenerationsluft, die durch einen Sauerstoffschieber dem Rauchgas in der erforderlichen Menge zugemischt und zusammen mit diesem durch 3 Leitungen seitlich in verschiedenen Höhen in den Regenerationsofen geleitet wird. Rauchgaseintritts-Temperatur: 580 - 620°. Geht dann über einen Luftkühler zurück zum Wälzgasgebläse (40 000 m<sup>3</sup>/h) oder geht über Dach. In Leitung zum Reg.-Ofen N<sub>2</sub>-Anschluß und elektr. Ventil.

Einzelheiten über T 52 - Leuna  
-----

Analyse des Eingangsprod. (Lagerbehälter).

i - C<sub>4</sub>H<sub>10</sub> = 85 - 94%;      n - C<sub>4</sub>H<sub>10</sub> = 3 - 8%  
i - C<sub>4</sub>H<sub>8</sub> = 0,3 - 1,5%;    n - C<sub>4</sub>H<sub>8</sub> = 1,2 - 2%  
C<sub>3</sub>H<sub>8</sub> etwa 0,7%;            wenig C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>

Analyse d. Ausgangsprod. (Ofen-Ausgang)

i - C<sub>4</sub>H<sub>10</sub> = 55 - 60%;      n - C<sub>4</sub>H<sub>10</sub> = etwa 6%  
i - C<sub>4</sub>H<sub>8</sub> = 9 - 11%;        n - C<sub>4</sub>H<sub>8</sub> = 2 - 3%  
C<sub>3</sub>H<sub>8</sub> = 1 - 2%;    C<sub>3</sub>H<sub>6</sub> etwa 2%;    C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> = 0,2 - 0,4%  
C<sub>2</sub>H<sub>4</sub> = 0,2 - 0,6%;    CH<sub>4</sub> = 3 - 4%;    H<sub>2</sub> = 11 - 13%  
CO = 0,1 - 0,2%;    N<sub>2</sub> = 2 - 4%;    H<sub>2</sub>S Spuren, ebenso O<sub>2</sub>

Gasbelastung je Ofen u. Std.:      1 500 m<sup>3</sup>  
Kontaktdurchgang " " " :          680 ltr.  
Größe des oberen Kontakt-Bunkers:    1,6 m<sup>3</sup>  
Leerlaufzeit des oberen Kont."      2 Std. 20 Min.  
Spül-u. Füllzeit: des " " 2      30 Min.  
C-Gehalt des ausgeschleusten Kontaktes: 4-6%.

Der C-Gehalt des regenerierten Kontaktes ist abhängig

- 1) vom C-Gehalt des verbrauchten Kontaktes
- 2) von der Ausschließzeit u. Temperatur des Reg.-Ofens sowie vom O<sub>2</sub>-Gehalt des Reg.-Gases.

Steht für 2 Spaltöfen 1 Reg.-Ofen zur Verfügung, so kann man von max. 8% C im Kontakt auf etwa 3% C regenerieren. (Bei weniger Ausgangs-C entsprechend weniger) Sind für 2 Spaltöfen auch

2 Reg.-Öfen verfügbar, so regeneriert man von 5% C auf 0,5%. Die Verweilzeit im Reg.-Ofen, die durch die Ausschleußzeit eingestellt wird, beträgt in Leuna (4 Spaltöfen u. 2 Reg.-Öfen in Betrieb) im Mittel 1 Std. u. 15 Min. Hinzu kommt noch eine Spül- u. Füllzeit des oberen Bunkers von rund 15 Min. Die Regenerations-Temperatur soll ungefähr mit der Dehydrierungs-Temperatur übereinstimmen und max. 620 - 650° nicht überschreiten. Als optimaler O<sub>2</sub>-Gehalt im Wälzgas wird 2 - 2,5% eingehalten. Früher wurde in Leuna mit höheren O<sub>2</sub>-Gehalten regeneriert, doch haben sich dabei häufig starke Wärmetönungen im Reg.-Ofen ergeben, die sogar zum Schmelzen der Siebeinsätze führten und den Kontakt schädigten.

Zusammensetzung des Kontaktes: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 5% Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Der Dehydrierungskontakt für AT 244 hat 8% Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 2% K<sub>2</sub>O sowie ein aktiviertes Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, das durch Auflösen des Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in NH<sub>3</sub> O<sub>3</sub> und anschließendem Fällen mit NH<sub>3</sub> gewonnen wird.

Kontaktverbrauch: 1 ltr. Kontakt pro Tag u. Ofen  
" " " " 200 Jato Prod.

(wurde von Leuna noch nicht erreicht)

Größe des Kontaktes: Kugeln von etwa 5 mm Ø.

Mengen und Verbräuche.

Produkt von Hydrierung 1 710 kg/h aus Tankwagen (Brabag) 1540 kg/h.

Prod.-Ausgang Lagerbehälter: 15 920 kg = 28 400 ltr; Ausgang  
Verdampfer: 1 350 Nm<sup>3</sup>/h = 1 325 m<sup>3</sup> - 5 ata u. 55°C. Eingang Vor-  
heizer 1 350 Nm<sup>3</sup>/h = 1 215 m<sup>3</sup> eff.

Prod.Eingang in 1 Ofenbündel: 170 Nm<sup>3</sup> = 223 m<sup>3</sup> eff.

" Ausg. aus 1 " : 245 Nm<sup>3</sup>/h = 570 m<sup>3</sup>.

Gesamt-Kaltgas: 1 500 m<sup>3</sup>/h.

Prod.-Eingang Reg.: 1 650 + 325 = 1 975 Nm<sup>3</sup>/h = 4 660 m<sup>3</sup>  
(1,3 ata, 550°)

Prod.-Ausg. Reg.: 1 975 Nm<sup>3</sup>/h = 3 000 m<sup>3</sup> (1,15 ata, 200°)

Ges.-Ausgangsgas: 9 000 Nm<sup>3</sup>/h = 14 000 m<sup>3</sup> (1,1 ata, 200°)

Prod.-Eingang Filterbau: 10 200 m<sup>3</sup> eff. 45°

" " Gasometer: 8 300 Nm<sup>3</sup>/h = 9 650 m<sup>3</sup> eff.

Von der Entgasungskol. zum Gasometer 800 Nm<sup>3</sup> = 1 630 kg

Von der Borsig-Destillation:

12 670 kg = 22 600 ltr Kreislauf-Butan flüssig z. Lagerbehälter

12 670 " = 4 750 Nm<sup>3</sup> " " gasförmig z. Verdampfer

Kühlbutan-Kaltgas: 1 500 Nm<sup>3</sup>/h = 1 750 m<sup>3</sup> eff. 40 Nm<sup>3</sup> je Bündel.

Hochdruck-Dampf: 11,9 to/h = 1 600 m<sup>3</sup>, W = 25 m/S. 8,6 to für  
Borsig-Destillation; 2,2 to für Di-u.Tri-Dest.; 0,75 to für  
Oelwäsche; 0,35 to für Polymer.-Anlage.

Niederdruck-Dampf: 6,5 to/h, davon für Borsig-Dest. 0,5 to,  
0,5 to für Oelwäsche.

Saalewasser: 25 m<sup>3</sup>/h

Rückkühlwasser: 1 605 m<sup>3</sup>/h

460 m<sup>3</sup>/h für Borsig-Dest.

200 " " Gaskühler

350 " " Kondensatoren

500 " " NH<sub>3</sub> - Verflüssigung

Einige Störungen in der Leuna - er T 52 - Anlage.

In Leuna waren früher die Rohrbündel der Spaltöfen aus PF 30-Material (28 - 30% Cr). Bewährte sich nicht, da häufig Rohrreißer bei Verstopfungen in den einzelnen Rohren auftraten. Leuna fertigt z.Zt. die Rohrbündel aus Sichromal 8 an (8% Cr) und hat keine Rohrreißer mehr, während Pölitz und Scholven noch PF 30-Bündel haben und dringend Sichromal 8 benötigen.

Zu Verstopfungen in einzelnen Rohren der Rohrbündel kommt es auch z.Zt. noch. Die Ursache dieser Störung liegt darin, daß die Kontaktkugeln sich derart lagern, daß sie eine Art lockere Brücke bilden. Dadurch kommt es zu einer Wärmestauung, die eine erhöhte Spaltwirkung und damit eine stärkere C-Abscheidung zur Folge hat, was zur Stabilisierung der Verstopfung und durch dauernde Überhitzung der Rohrwandung bis zum Rohrreißer infolge Versprödung des Materials führt.

Ursachenbekämpfung: Vergrößerung des Rohrdurchmessers. Verhältnis von Kontaktdurchmesser zu Rohrdurchmesser muß mehr als 1 : 6 betragen. Rohrdurchmesser in Leuna z.Zt. 56 mm bei 5 mm Kontaktdurchmesser. Früher hatte Leuna 10 mm Kontaktdurchmesser, häufige Verstopfungen. AT-Anlagen bekommen 70er Rohre. Neben dieser Ursache hat vermutlich auch die Spaltgeschwindigkeit, ausgedrückt in der C-Neubildung, einen gewissen Einfluß auf Rohrverstopfungen.

Wirkungsbekämpfung: Es ist von großer Wichtigkeit, sofort festzustellen, ob und wo sich Verstopfungen gebildet haben. Zu diesem Zweck hat man in Leuna in jeden der 16 Ausschleußkanälen Stimmgabeln eingebaut. Beim Entleeren der Schleußkammern nach unten fallen immer eine Anzahl Kontaktkugeln auf die betreffende Stimmgabel. Durch laufendes Abhorchen der Stimmgabeln mit einem Hörrohr läßt sich das Nachrutschen des Kontaktes in den einzelnen Bündelrohren überwachen, insbesondere, wenn durch leichte Schläge mit einem Holzhammer auf das untere Bündelende nachgeholfen wird. Ist nun eine bleibende Verstopfung in einem Rohr festgestellt, was während meines 7tägigen Aufenthaltes in Leuna zweimal der Fall war, so muß der Ofen abgestellt, das betreffende Bündel entleert und mit N<sub>2</sub> gespült werden. Nach Abmontierung der Schleußvorrichtung und Wasserkühlung wird in das verstopfte Rohr von unten ein Eisendraht eingeführt und das Rohr so gesäubert.



Anschließend wird das Bündel durch Abpressen auf Dichtigkeit geprüft und wieder zusammen gebaut. Dauer der Reparatur: etwa 1/2 Tag

In der Anfahrperiode arbeitete in Leuna die Butan-Kolonne schlecht, sodaß mit dem rückgeführten Kreislauf-Butan noch Polymerisat in die Dehydrierung gelangte. Als Folge davon traten erhebliche Störungen in der Schlußvorrichtung durch Verklebungen der Schlußkammern ein. Ferner verklebte der Kühler und die Filter. Inzwischen ist die Störungsquelle beseitigt.

In den Kühlern und der Filteranlage treten noch heute Verkrustungen und Verstopfungen auf, die durch mitgerissenen Kontaktstaub und Feuchtigkeit hervorgerufen werden. Die Kühler müssen öfter gereinigt werden und die Filter sind z.Zt. außer Betrieb. Es wird beabsichtigt, vor die Kühler eine Wasser- oder Oelwäsche einzubauen.

In der Kontakt-Zuleitung zwischen oberem Kontaktbunker und Ofen sitzt eine Selenzelle, die bei Leerlaufen des Einfüllbunkers anspricht (läßt Licht durchscheinen) und durch Stillsetzen der Ausschleußvorrichtung die etwa 2 Std. 20 Min. dauernde kontinuierliche Ausschleusung des Kontaktes unterbricht, damit der Aufgabebunker wieder gefüllt werden kann. Während der Füllzeit geht die Dehydrierung des Isobutans weiter. Nun arbeitet die Selenzelle nicht immer einwandfrei und muß laufend beobachtet werden. Leuna beabsichtigt, in die Kontakt-Füll-Leitung eine Art Propeller oder eine Spannfeder einzubauen, die das Aufhören des Kontakt-Flusses anzeigen soll.

Bemerkenswert sind noch die lauten Schwingungen in der Druckleitung der Luftgebläse, die sich aber durch bessere Befestigung der Leitung leicht beseitigen lassen.

Kleinere Störungen in der Automatischen- u. Handsteuerung der Anlage kommen noch häufiger vor. Zu ihrer Beseitigung müssen gut eingearbeitete Elektriker zur Verfügung stehen, wie ganz allgemein die Anlage nur von einem tadellos geschulten Bedienungspersonal gefahren werden kann, wie es in Leuna der Fall ist.

Der  $H_2S$ -Gehalt des Leuna-er Heizgases ruft üble Korrosion in den Luftvorwärmer für die Verbrennungsluft der Dehydrierungs-Wälzgaserhitzer hervor. Durch Verkürzen der Luftvorwärmer will man ein Kondensieren der korrosiven schwefligen Säure verhindern u. dadurch diese Störungen beseitigen. Z.Zt. fährt man teilweise ohne Luftvorwärmer, wie auch, nach Angabe von Leuna, ohne Spitzer Vorheizer gefahren werden kann. (Scholven)

6.11. AT  
Wessling, den 21.12.1943  
T/Ma/-J.

Notizen zur AT-Besprechung in Halle am 15.12.1943  
Versitus Dir. Dr. Giesen.

Die Leistung der geplanten AT-Anlagen zusammen beträgt nur 230 000 Jato bei der heutigen Fahrweise. Nach Inbetriebnahme der DHD-Anlagen kann 350 000 Jato AT-Produkt, mit der projektierten Isomerisierung 400 000 Jato erzeugt werden. Das RLM braucht für den neuen Einheitstreibstoff auch DHD-Benzin.-

Der Dehydrierungskontakt ist empfindlich gegen hohe Temperaturen, es steigt der Schwefelsäureverbrauch sehr stark mit steigender Dehydrierungstemperatur von etwa 18 - 24% bei 550° auf 50% bei 620°.-

Der Kontaktbedarf beträgt später 160 Tonne. Davon kann Merseburg 80 Tonne, Oppau, wenn wieder hergestellt, 30 Tonne, später 60 Tonne erzeugen. Vorrat 180 t. Anlagen genügen bis März/April 1945. Neue Kontaktfabrik in Heydebreck geplant, die Verarbeitung der Tonerde (Lösen, Füllen, Glühen) soll aber irgendwie erfolgen, wo viel Kondensat zur Verfügung, 50 stunde Bedarf. In Heydebreck nur Verformung des Kontaktes. Tonerde kommt aus Gegend von Düren.-

Leuna geht wegen H<sub>2</sub>-Mangel auf Dieselöl und DHD über, hat daher wenig Butan. Bekommt von Böhlen und Magdeburg. Auch von der Ruhr soll Butan nach Leuna gefahren werden. Scholven kann seine Anlage nicht ausfahren aus Mangel an Betriebsarbeitern. Wir sollen später Iso gegen Normalbutan mit Scholven austauschen. Ob Brück oder Böhlen vorgesogen werden soll, soll noch entschieden werden. Im Januar soll ein Erfahrungsaustausch stattfinden, wobei auch über die Frage, ob eine Nachhydrierung erforderlich ist, gesprochen werden soll.-

1/III  
B 2x  
2A  
19  
T

*Wessling*

00239

Abschrift  
17.4.44/B.

I, II, III, B, T, K.

Streng vertraulich

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H., Leuna Werke /Krs.Merseburg

An

Union Rheinische Braunkohlen Kraftstoff AG.  
Herrn Direktor Dr. Müller von Blumencron  
Wesseling Bz. Köln.

*Translated  
by  
H.H.W.  
Process in  
Report.*

*Bg  
AT*

Leuna-Werke, 12. April 44.  
AWP Dr.KH/Me.

Betrifft: Spezifische Zahlen für Alkylat.

Bedauerlicherweise haben wir es bisher verabsäumt, Ihnen die versprochenen spezifischen Zahlen für die Erstellung der Alkylat-Kalkulation für Ihren Liefervertrag mit dem RLM zu übersenden. Wir holen dieses jetzt nach und schlagen Ihnen vor, mit nachfolgenden Werten zu rechnen. Die mitgeteilten Zahlen stellen Betriebszahlen dar bzw. sind sie korrigiert auf eine vorläufige Ausbeute von 80% Alkylat bezogen auf das eingesetzte Butan. Alle Zahlen beziehen sich auf 1 t Alkylat.

Ausbeute	80 %
Kontakteinsatz	5 - 7 kg
Schwefelsäure- verbrauch	20% bezogen auf Alkylat
Einsatz an frischer Schwefelsäure	15% der vorgeh. Menge
Verbrauch a. NaOH	ca. 0,4% bezogen a. Alkylat
Dampfverbrauch	7,4 t Hochdruckdampf 8,0 t Niederdruckdampf
Wasserverbrauch	533 m <sup>3</sup> zuzügl. 10% Frischwasser- verbrauch
Stromverbrauch	200 kW Hochspannung 235 kW Niederspannung, ohne Strom für Rückkühlwerk
Heizgasbedarf	2,1 Mio WE
Leutebedarf	170 Betriebsarbeiter für die gesamte Anlage
Gutschriften:	9,7 m <sup>3</sup> Kondensat.

Wir bemerken, dass sich diese Angaben aus den besonderen Betriebsverhältnissen der hiesigen Anlage ergeben. Der Energieverbrauch kann sich bei Ihnen etwas anders aufteilen. Wir schlagen Ihnen daher vor, die Zahlen für Ihre Anlage in Wesseling von Ihren Ingenieuren nachprüfen zu lassen.

Heil Hitler !

gez. Unterschriften.

Wesseling, den 2. Dezember 1943.  
V1/Dr.H1/Th.

Aktenvermerk.

Betrifft: Analytik der AT-Anlage.

Mit Inbetriebnahme der AT-Anlage wird die regelmässige Ausführung der im folgenden zusammengestellten Analysen erforderlich. Dieser Aufstellung wurden im wesentlichen in Leuna gewonnene Erfahrungen zugrunde gelegt.

1.) Butan-Anlieferung v.d.Treibgasanlage	:	10	täg. Ø	Dest.Anal.
2.) Einspritzung Butan-Kolonne	:	10	"	"
3.) Kopfprodukt d. "	:	10	"	"
4.) Sumpfprodukt d. "	:	10	"	"
5.) Kopfprodukt d. " Entpropanisierung	:	10	"	"
6.) Sumpfprodukt d. "	:	10	"	"
7.) Eingang Dehydrierung	:	15	"	" je Ofen; 1 x tägl. Wasserbest. (nicht über 0,1 %)
8.) Ausgang	:	15	"	" je Ofen; 1 x tägl. H <sub>2</sub> -Bestimmung je Rohrbündel n. Wärmeleitfähigkeitsgerät; 2 x wöchentl. Olefinbestimmung je Ofen; Stichproben Staub- und Ölbestimmung nach Gasreiniger
9.) Butan-Buten-Gemisch (flüssig) [Komprimat]	:	3	"	Olefinbestimmung
10.) Abgas d. Ölwäsche	:	10	"	Ø Dest.Anal. (ferner Heizwertschreiber)
11.) Öl der Ölwäsche [B-M'81 200 - 300°]	:			regelmässige Kontrolle der Dichte (2 stünd.) x
12.) Austreibegas d. Ölwäsche	:			1 x wöchentl. Dest.Anal.
13.) Mischgas vor Rührbehälter	:			10 täg. Ø Dest.Anal. (gesamt)
14.) Ablauf aus Rührbehälter	:	x 3	x	wöchentl. je Rührbehälter Verhältnis von Säure, Alkylat u. Butan, Dichte u. Konzentration d. Säure, Destillationsanalyse des säurefreien Flüssigproduktes [3-4 % C <sub>3</sub> ; 45 % i C <sub>4</sub> ; 35 % n C <sub>4</sub> ; 1-2 % C <sub>5</sub> ; 15 % >C <sub>5</sub> ]
15.) Abgas aus	:			30 täg. Ø Dest.Anal. (gesamt)
16.) Flüssigprodukt nach Feinabscheider	:			2 x wöchentl. Säurebestimmung
17.) " " Laugewäsche	:			1 x wöchentl. Laugebestimmung
18.) Kopfprodukt der Vordestillation	:			2 stünd. Verdampfungsproben (NH <sub>3</sub> -Best. im Wasseranfall des Rückfl.-Behälters [0,1 - 0,3 %] 1 x tägl.)
19.) Sumpfprodukt " "	:	x 4	x	stünd. Siedeanalyse [S.A. 78 - 80°]
20.) Kopfprodukt der Redestillation	:	x 4	x	stünd. Siedeanalyse
21.) Sumpfprodukt " "	:	x 4	x	stünd. Siedeanalyse [S.A. 200°]
22.) Kopfprodukt der Vakuumdestillation	:	x 4	x	stünd. Siedeanalyse
23.) Sumpfprodukt der " "	:	x 4	x	stünd. Siedeanalyse
24.) Stabilisiertes Alkylat	:			Ø Probe aus je 3 Behältern: O.Z. [92]; J.Z. n. Manus [43]; Verd. Rückst. [45 mg]; [Dichte 0,700 - 0,720]; A.P. [73 - 74]; Dampldr. [40,25]; Fp. [4-60°]; S.A. [480°]; <180° [85 %]; S.E. [4200°]; ges. S [40,05 %]
25.) Kopfprodukt der Stabilisierung	:			30 täg. Ø Dest.Anal. u. 4 stünd. Siedeanalyse x S.E. [60 - 70°]
26.) Schwefelsäure Anlieferung	:			Dichte u. freie H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> je Wagen
27.) " zur Regenerierung	:			C-Gehalt 1 x wöchentl.; Prüfung auf Butanfreiheit je Wagen; freie H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> je Wagen x
28.) Lauge der Laugenwäsche	:			x Dichte und freie NaOH tägl. 1 x
29.) Kontakt vor der Regeneration	:			Tages Ø je Ofen C-Gehalt
30.) " nach " "	:			" " " " " "
31.) Regenerationsgas der Kontaktregenerierung:	:			Ø <sub>2</sub> -Gehalt Stichproben

Besonders gross ist demnach die Zahl der Gasdestillationsanalysen. Während die schnellstens zu erledigenden Punktanalysen zweckmässig im Betriebslabor ausgeführt werden, wären sämtliche Ø Proben vom Hauptlaboratorium zu übernehmen. Voraussichtlich sind im Betriebslabor täglich 1 - 2, im Hauptlaboratorium 3 Gasproben durch Destillation zu untersuchen. Für das Betriebslabor erscheint die Verwendung der Normaldruck-Kolonne geeigneter als die übliche Leuna-Apparatur, da sie einfacher zu bedienen ist und zur Dephlegmatorkühlung lediglich feste Kohlensäure benötigt. Flüssiger Stickstoff würde aus der bestehenden Verflüssigungsanlage zur Versorgung des Betriebslabors nicht in ausreichender Menge zur Verfügung stehen.

Insgesamt würden für die Ausführung der Analysen der AT-Anlage zusätzlich folgende Apparaturen benötigt:

1. Im Hauptlaboratorium: 2 Podbielniak-Apparaturen u. 1 Leuna-Apparatur bzw. 1 Podbielniak-Apparatur u. 2 Leuna-Apparaturen, 1 Molwaage, 1 Dampfdruck-Apparatur, 1 Drehschmidt-Apparatur, 1 modifizierte Jantzen-Kolonne u. 1 Glassiebbojen-Kolonne nach Groll.
2. Im Betriebslaboratorium (ausser der normalen Laboratoriumsausstattung): 2 Normaldruck-Kolonnen für Gasdestillation, 2 "Normal-Kolonnen" für Flüssigdestillation, 2 Orsat-Apparaturen mit Verbrennungsöfen, 4 Bropipetten für Olefin-Absorption, 6 Apparaturen zur Bestimmung des Säure-Alkylat-Butan-Verhältnisses, 4 ASTM-Destillations-App., 2 Engler-Destillations-App., 2 Titrierausrüstungen, 1 Apparatur zur Wasserbestimmung mit Magnesiumnitrid.

Verteiler: B/B9/V1 2 x

*R. Müller*

Bg v. Rindler

FRIEDRICH UHDE K.G.

Leuna

Einschreiben

Firma

Union Rhein. Braunkohlen Kraftstoff A.G.

z.Hd. Herrn Obering. Dr. Neubauer

(22) Wesseling, Bez. Köln  
Postfach 4

B 14

II	III		
- 7. MRZ 1944			
Erledigt	Abg.		

Unser Zeichen:  
AT 244/Erfahrungsaustausch

Leuna, den  
2. März 1944

Betr. Erfahrungsaustauschbesprechung am 14. und 15. März 1944

Wir kommen zurück auf unser Schreiben vor einigen Tagen, mit dem wir Ihnen mitteilten, dass wir im März eine Erfahrungsaustauschbesprechung in Leuna abhalten wollen. Der von uns genannte Termin vom 14. und 15. März 1944 bleibt bestehen und senden wir Ihnen in Anlage Kopie des vom Ammoniakwerk Merseburg aufgestellten Programms für die Erfahrungsaustauschbesprechung. Wir geben Ihnen die Referate bereits vorab bekannt, damit sich Ihre einzelnen Sachbearbeiter mit den Gebieten vor der Besprechung eingehend beschäftigen können und alle Rückfragen, die sie zu den einzelnen Referaten haben, möglichst vorher schriftlich festlegen, damit wir bei den anschliessenden Besprechungen zu den Referaten in schneller Rede und Gegenrede die Punkte erledigen können. Das Programm für die Tagung ist sehr umfangreich, und bitten wir Sie daher, für die bevorstehende Diskussion nur solche Themen vorzusehen, die wirklich im Rahmen einer so grossen Besprechung erledigt werden können. Soweit Fragen der einzelnen Anlagen nicht anlässlich der Tagung besprochen werden können, stehen selbstverständlich die Sachbearbeiter unseres Büros im Anschluss an die Tagung zur Verfügung.

Wir bitten Sie bei dieser Gelegenheit nochmals, sich mit Ihrer Reise so einzurichten zu wollen, dass sämtliche Beteiligten zu Beginn der Tagung um 9 Uhr anwesend sind.

Wir hoffen Sie und die interessierten Herren Ihres Werkes bei der Tagung begrüßen zu dürfen.

Heil Hitler!

Friedrich Uhde K.G.

Anlage  
1 Programmkopie

Pz/H. D/ 2 x Wess/Dr. Gie/Pz/Re

00242

AMMONIAKWERK MERSEBURG  
G.m.b.H.

AT 244/Erfahrungsaustausch  
Dr.Gie/Pz.

P r o g r a m m  
für  
die Erfahrungsaustausch- Besprechung  
am 14. und 15. März 1944  
-----

Tagungsort: Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H., Leuna Werke  
Vortragssaal.  
Beginn der Tagung: Dienstag, 14.März 1944, 9 Uhr.

<u>Referat-Nr.</u>	<u>Vortragender</u>	<u>T h e m a</u>
✓1	✓Dr.Fischer oder Dr. Strätz	Beschreibung des AT-Verfahrens
✓2	Dr. Henning	Stand der Säurearbeiten und Lieferungsprogramm für Säure- baustoffe.
✓3	Dr. Herbert	<u>Dehydrierung.</u> Umbau der Ofen(Rauchgasverteilung) Kontaktverteilung, Umbau der Aus- tragvorrichtungen, Kontakt-Regene- neration, Kontakt-Trocknung, Nachhydrierung des Spaltgases, Nebenprodukte, Restgaszusammen- setzung.
✓4	Dr. Hüttner oder Dr. Spillner	<u>Materialfragen in der Dehydrie- rung, Umbauten und Vorschläge von Pölitz.</u>
✓5	Dr. Fischer oder Dr. Strätz	<u>Alkylierung und Destillation.</u> Reaktionsbedingungen, Schwefel- säureverbrauch, Betriebserfah- rungen in der Destillation, Schwierigkeiten bei zu hohem C <sub>3</sub> und S-Gehalt.
✓6	✓Dr. Strätz oder Dr. Fischer	<u>Isonierisation.</u> Gegenwärtiger Stand ( Betriebs- erfahrungen, Umsatz, Kapazität).
✓7	Dr. Fischer oder Dr. Strätz	<u>Betriebszahlen für AT-Verfahren.</u> Umsatz, Ausbeute, Energie, Leute- bedarf für Gesamtanlage mit Aus- nahme der H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Konzentration.

B/Dr.Gie/Dr.Kö/Dr.Hanisch/Dr.Fischer/Dr.Menschick/Dr.Strätz/ -2-  
Dr.Herbert/D.I.Weidmann/D.I.Ihlenburg/Ol.Krinke/Dr.Henning/Pz/Dr.Hz/  
Gehehen Dr.Kranepuhl/IG Berlin BüroDr.Ringer/RLM Dr.List/Dr.Beyer/  
die beteiligten Bauherren



Programm für Erfahrungsaustausch- Besprechung

-2-

<u>Referat-Nr.</u>	<u>Vortragender</u>	<u>Thema</u>
✓ 8	D.I. Weidmann	<u>Erfahrungen des Betriebsingenieurs</u> Pumpen- und Stopfbüchsenfragen, Schlosserbedarf bei Normalbetrieb.
✓ 9	Dr. Zerbart	<u>Analytische Erfahrungen beim</u> <u>AT-Verfahren.</u> Betriebsüberwachung und analyti- sche Methoden ( Leuna- Kolonne) H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> - Überwachung.
✓ 10	Dr. Menschick	<u>Schwefelsäure- Aufbereitung.</u> Beschreibung des Verfahrens, neuere Erkenntnisse, Ausdeute und Kapa- zität der Anlage, Energie und Leutebedarf.
✓ 11	D.I. Inlenburg	<u>Erfahrungen des Betriebsingenieurs</u> <u>in Konzentrationsbetrieb.</u> Materialfragen in der Schwefel- säure-Aufbereitung, Schlosser- bedarf bei normalen Betrieb.
12	ein Herr von Scholzer	Luftschutzplanung und Luft- schutzfragen.
✓ 13	Dr. Müll ↑	Ausrüstung für Belegschaft und Betrieb in der Schwefelsäure- Konzentrationsanlage.
14	D.I. Falzer	<u>Stand des AT-Programmes.</u> Allgemeine Fragen, Terminfragen, Apparate-Austausch, Betriebs- kontrolle.

Bei der Durchführung der Besprechungen kann nach Bedarf die Reihenfolge der Referate geändert werden.

*[Handwritten signature]*

Wesseling, den 22. März 1944.  
H/Bak.

A k t e n n o t i s

Betr.: AT-Anlage Erfahrungsaustausch.

Am 14. und 15.3.44 fand in Leuna unter Leitung von Herrn Dr. Giesen eine Erfahrungsaustauschbesprechung über das AT-Verfahren statt. Die wichtigsten Ergebnisse dieser Besprechung sind folgende:

1. Kontakttrocknung. Es hat sich herausgestellt, dass schon Spuren von Wasser die Ausbeute in der Dehydrierstufe vermindern. Bei vollkommenem Ausschluss von Wasser können die Temperaturen in der Dehydrierung bei gleichbleibendem Umsatz von etwa 19 % um 20° gesenkt werden. Hierdurch steigt die Butylen-Ausbeute von 75 auf 85 %, die Bildung von Butadien geht zurück und damit fällt der Schwefelsäureverbrauch in der Alkylierungsstufe von 45 auf 20 %. Leuna hofft, hier auf 16 % herunterzukommen.

Der Ausschluss des Wassers wird bewirkt durch scharfe Trocknung des regenerierten Kontaktes vor Eintritt in die Dehydrierstufe. Leuna hat eine passende Apparatur entwickelt, die in einem Exemplar in der AT-Anlage in Leuna bereits läuft. Das Verfahren beruht darauf, dass der Kontakt in einem Behälter gestapelt wird und dass durch diesen Behälter ein Strom von scharf getrocknetem Stickstoff geleitet wird. Es muss ein Stickstoffkreislauf erstellt werden, in dem der Stickstoff durch konzentrierte Schwefelsäure auf einen Gehalt von 0,04 g H<sub>2</sub>O/cbm getrocknet wird. Durch diese Trocknung entstehen Kosten von RM 3.- pro Tonne AT-Produkt.

2. Entfernung des Butadien. Leuna stellt zurzeit Versuche an, um das in dem Butan-Butadien-Gemisch hinter dem Hydrierungssofen vorhandene Butadien durch selektive Hydrierung zu entfernen. Herr Dr. Giesen teilte mit, dass die Versuche Aussicht auf Erfolg versprechen. Weiteres wurde nicht mitgeteilt. Jedenfalls würde bei Einführung dieser Hydrierung der Schwefelsäure-Verbrauch in der Alkylierung weiter absinken.

3. Kontaktverbrauch. Es wurde angegeben, dass der Verbrauch an Dehydrierungs-Kontakt sich auf 7 kg pro Tonne AT-Produkt beläuft.

4. Ausbeute. Die Ausbeute an AT-Produkt beträgt etwa 75 % bezogen auf eingesetztes Butan-Gemisch. Die Verluste verteilen sich folgendermassen: Propan 0,5 %, Kohlenstoff in der Dehydrierung 0,5 %, Verluste in der Schwefelsäure 1 %, Restgas der Dehydrierung 6 - 8 %, der Rest von 12 - 15 % wird verursacht durch Undichtigkeit der Apparatur. Jedenfalls können hier durch exakte Montage und sorgfältige Überwachung die Verluste eingeschränkt werden.

5. Termine. Die Inbetriebsetzungstermine der zurzeit in Bau befindlichen AT-Anlage werden hauptsächlich durch folgende Lieferungen bestimmt:

Siemens-Regler  
elektrische Schalter und Relais  
Stahlguss-Armaturen.

wenden

Die Apparatur für die Gel-Wäschen werden so spät fertig, dass sie zum Anfahren der Anlagen nicht vorhanden sein werden, d.h. die Anlagen müssen ohne die Gelwäschen anfahren.

Ein schwieriger Punkt ist die Montage der Glasleitungen in der Säure-Konzentration. Die Verlegung dieser Leitungen erfordert viel Übung und Sorgfalt. Die Werke wurden aufgefordert, einige zuverlässige Arbeiter nach Leuna zu schicken, damit diese dort eingearbeitet werden können.

2

I  
III  
R  
T  
TA

AT 244  
**A k t e n - N o t i z**  
- . . . . .

Betr.: Besprechung mit der Fa. U h d e am 22.1.42.

Anwesend waren:

Herr Arimont            Fa. Uhde Dortmund  
Herr Dir.Dr.Nedelmann      Fa.UK Wesseling (zeitweise)  
Herr Dir.O.I.Moll  
Herr O.I.Dr.Neubauer  
Herr Dr.Korzillius

Gegenstand der Besprechung:  
Schwefelsäure-Entölung u. Konzentration der AT 244.

---

Im Kostenanschlag der Fa.Uhde vom 9.12.41.sollen in der Schwefel-  
säure-Entölung u. Konzentration der AT 244 - Anlage 3 650 Jato  
 $H_2SO_4$  92%ig = 10,68 Tato = 0,445 Stdto zur Herstellung von  
28 500 Jato AT-Rohprodukt = 84 Tato = 3,5 Stuto aufgearbeitet  
worden. (Das Jahr ist mit 8 000 Betriebsstunden eingesetzt worden.  
Für den zweiten Ausbau kommt die jeweils doppelte Menge in Frage.

Wie aus dem an Hand der Besprechung entworfenen Schema zu er-  
sehen ist, gelangt die 92%ige  $H_2SO_4$  zusammen mit dem AT-Rohpro-  
dukt und etwa 6% Polymerisationsprodukte aus dem Mischbehälter  
in die Scheideflasche. In dieser setzt sich die schwerere  $H_2SO_4$   
mit den Verunreinigungen und Resten Rohprodukt unten ab und wird  
durch eine Kreiselpumpe kontinuierlich einem Hochbehälter  
(7,5 m<sup>3</sup>) zugepumpt. Hieraus wird das <sup>Produkt</sup> in einen ebenso  
großen Tiefbehälter geleitet und weiter mittels zweier Zentri-  
fugalpumpen in 2 Verdünnungsbehälter gedrückt, in denen die  
92%ige Säure durch entsprechende Wasserzugabe auf 50% verdünnt  
wird. Die hierbei auftretende Erwärmung auf 104°C bewirkt zu-  
sammen mit der Verdünnung einen Zerfall der Öl-Säure-Emulsion.  
Die mechanische Trennung des Abfalloels von der 50%igen  $H_2SO_4$   
erfolgt in den Vorabscheidern (Verweilzeit 1-2 Std) und an-  
schließend in den Absitzbehältern (Verweilzeit etwa 5 Std.) im  
kontinuierlichen Betrieb. Das Abfalloel aus beiden Abscheide-  
stufen gelangt in einen 1 m<sup>3</sup> großen Oeldruckbehälter und kann

aus diesen mittels Druck weitergeleitet werden. Die saubere 30%ige Abscheide-Säure fließt durch 2 Vorlagen in den Verdampfer oder in einen Tiefbehälter, aus dem sie mittels Zentrifugalpumpen ebenfalls in den Verdampfer gedrückt wird. In Verdampfer wird die 50%ige Säure unter Vakuum auf 65% konzentriert. Die Beheizung erfolgt durch einen daneben gebauten Heizkörper mittels Dampf, dessen Druck durch einen Dampfregler eingestellt wird. Das Vakuum wird durch einen Dampfstrahl-Saugapparat (Wiegand-Düse) erzeugt. Die abgehenden Brüden gehen über einen Kondensator in den Abwasser-Kandel. Obwohl sie, nach Angabe von Uhde, kaum noch sauer reagieren, soll auf Anordnung von Herrn Dir.Moll eine Kalkstein-Vorlage eingebaut werden. Die aus dem Verdampfer abgelassene 65%ige  $H_2SO_4$  fließt durch ein Spindelgefäß in den Tiefbehälter für 65%ige Säure und wird weiter von 2 Kreiselpumpen in einen Hochbehälter gepumpt, der als Vorlage für die nun folgenden 3 Konzentrationskessel dient. Durch direkte Beheizung mittels Heizgas (610 000 WE/h entsprechend  $153m^3$  Gas mit 4 000 WE) wird die 65%ige Säure auf 96% unter Vakuum und mit Depflegmatoren hochkonzentriert. Uhde schlug zu diesem Punkt folgendes vor:

- 1) Einbau eines Wälzgasgebläses, das etwa 16% an WE einsparen soll.
- 2) Statt des Rauchgas-Kamins Ableitung der Rauchgase mittels eiserner Einzelschornsteine (3)

Die aus den Konzentrationskesseln abziehenden sauren Brüden gehen durch je einen Kondensator und gemeinsam über eine Kalksteinvorlage in's Abwasser. Die konzentrierte 96%ige  $H_2SO_4$  fließt durch Schlammfänger u. Kühler in 2 Tiefbehälter und wird aus diesen von 2 Zentrifugalpumpen dem Aufgabeebehälter vor dem Alkylierungsgefäß zugeleitet. Da zur Alkylierung eine 98%ige  $H_2SO_4$  notwendig ist, wird aus den Oleum-Tiefbehältern über ein Meßgefäß noch 2% Oleum kontinuierlich der 96%igen Säure zugegeben, sodaß die  $H_2SO_4$  im Aufgabeebehälter 98%ig ist. Über die Art der Oleum-Zumischung konnte Uhde keine näheren Angaben machen, doch soll im März ds.J. in Leuna eine Mischapparatur (Regelstation) in Betrieb genommen werden.

Zur Bedienung der Anlage sind nach Uhde 2-3 Mann erforderlich, was vermutlich nicht ausreichend ist.

Über die Zusammensetzung und das Verhalten des Abfallöls in Rohrleitungen sowie über die Verwertung des täglich in einer Menge von etwa 640,-kg anfallenden Abfallproduktes konnte Uhde keine näheren Angaben machen. Es wurde vorgeschlagen, das Abfallöl dem Kohlebrei für die Sumpphase zuzumischen.

Den geringen Säureverlusten von max. 1% (Brüden der Konzentrationskessel) steht ein dauernder Überschuß in 96%iger  $H_2SO_4$  gegenüber, der laufend aus dem Säure-Kreislauf herausgezogen werden muß. Die zu diesem Zweck notwendigen Lagerbehälter sind im Kostenvoranschlag von Uhde nicht vorgesehen. Es muß aber ein Lagervolumen von etwa  $20 m^3$  vorhanden sein. Ferner ist mit dem Schwefelsäure-Verband Fühlung zu nehmen, wer die 96%ige Überschuß-Säure abnimmt.

Eine ähnliche Anlage wie Uhde uns anbietet, läuft in Wolfen.

In Oppau (Bau 160) ist eine Hochkonzentrations-Anlage in Betrieb. Mit beiden Werken sowie mit Leuna soll in diesbezüglichen Fragen Verbindung aufgenommen werden.

gez.: Dr. Korzillius

Verteiler:

I  
III  
P  
B  
TA  
B3 2x





**DORTMUNDER UNION BRÜCKENBAU-  
AKTIENGESELLSCHAFT  
WERK DORTMUND**

Postanschrift: Dortmund Union Brückenbau-Aktiengesellschaft,  
Werk Dortmund, Postfach 942

Drehwert  
Brückenbau

Fernsprecher  
27 45

Fernschreiber  
0 3 021

An die  
Bauleitung der At-Anlagen  
Wesseling  
Herrn Direktor Moll  
Wesseling b.Köln

1	11	11			
Erledigt.					

12. JAN 1942

Abgelegt: *h*

Ihre Zeichen

Ihre Nachricht vom

Unser Hausruf

Unsere Abt. u. Zeichen

42 1153

Ha/M Berlin N4, 10.1.42

Betreff

A t - Anlage Wesseling - Ofenhaus -

Invalidenstr. 36/37

Wir beziehen uns auf die mit Ihrem sehr geehrten Herrn Direktor Moll am Mittwoch, den 7.1.42, gehabte Unterredung und senden Ihnen absprachegemäss die Querschnittskizzen Blatt 01-04 für den obigen Bau.

Wie mit Herrn Moll besprochen, werden wir die auf den Blättern 01 und 04 dargestellten Konstruktionen anbieten. Das Angebot geht im Laufe der nächsten Woche voraussichtlich an die Ammoniakwerke ab.

Heil Hitler !

**Dortmunder Union Brückenbau-  
Aktienge. ell. u. stl  
Konstruktionsbüro**

*[Handwritten Signature]*

4 Anlagen

St D 7092  
7 41 20000  
G/0223

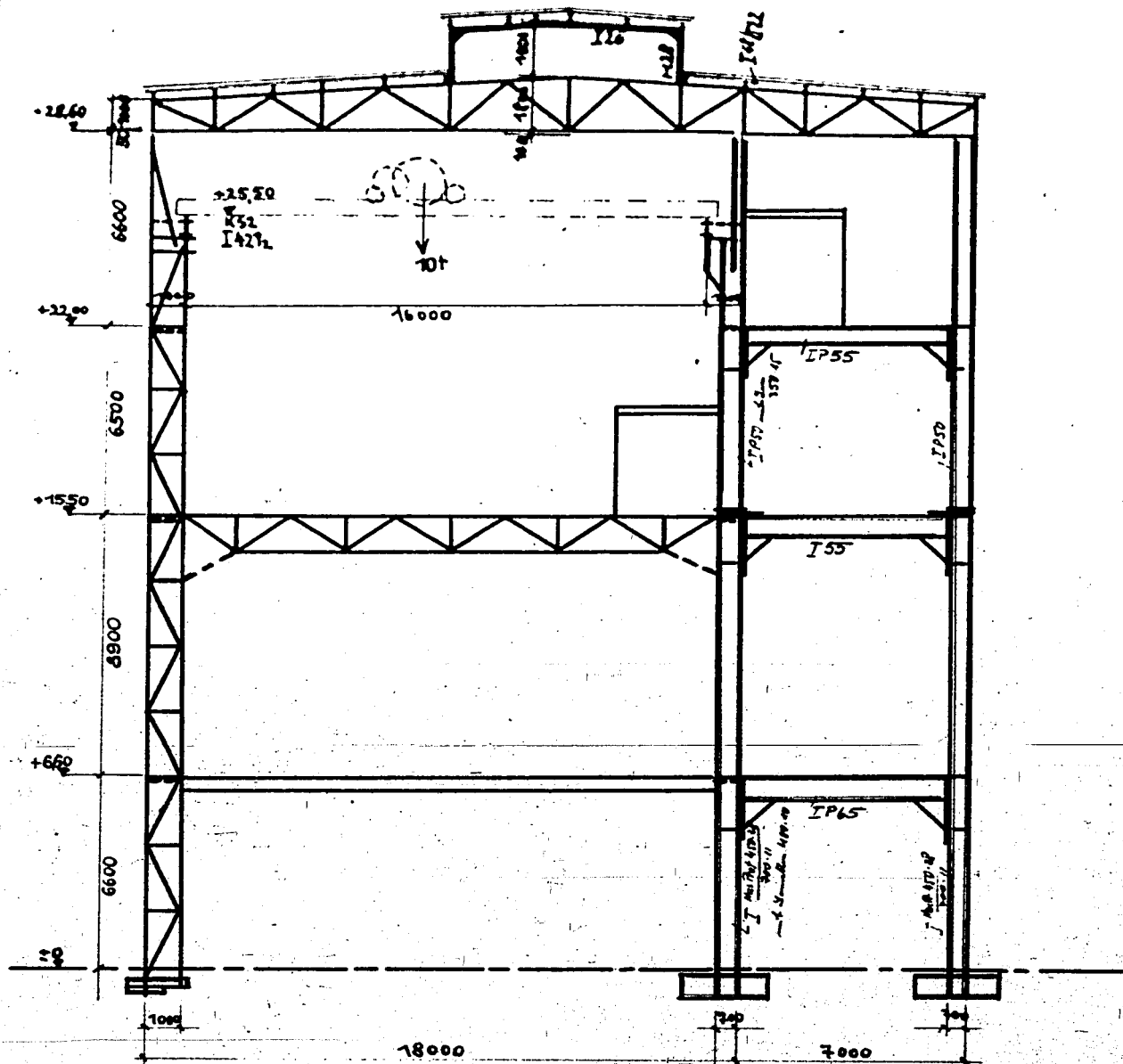
Ø D.U.

Reichsbank Düsseldorf 36/835

Postcheck Köln 69223

10250





St D 1610  
11 39 30

Dortmunder Union Brückenbau-A.G.

5.1.42  
Kriegell

0252

1

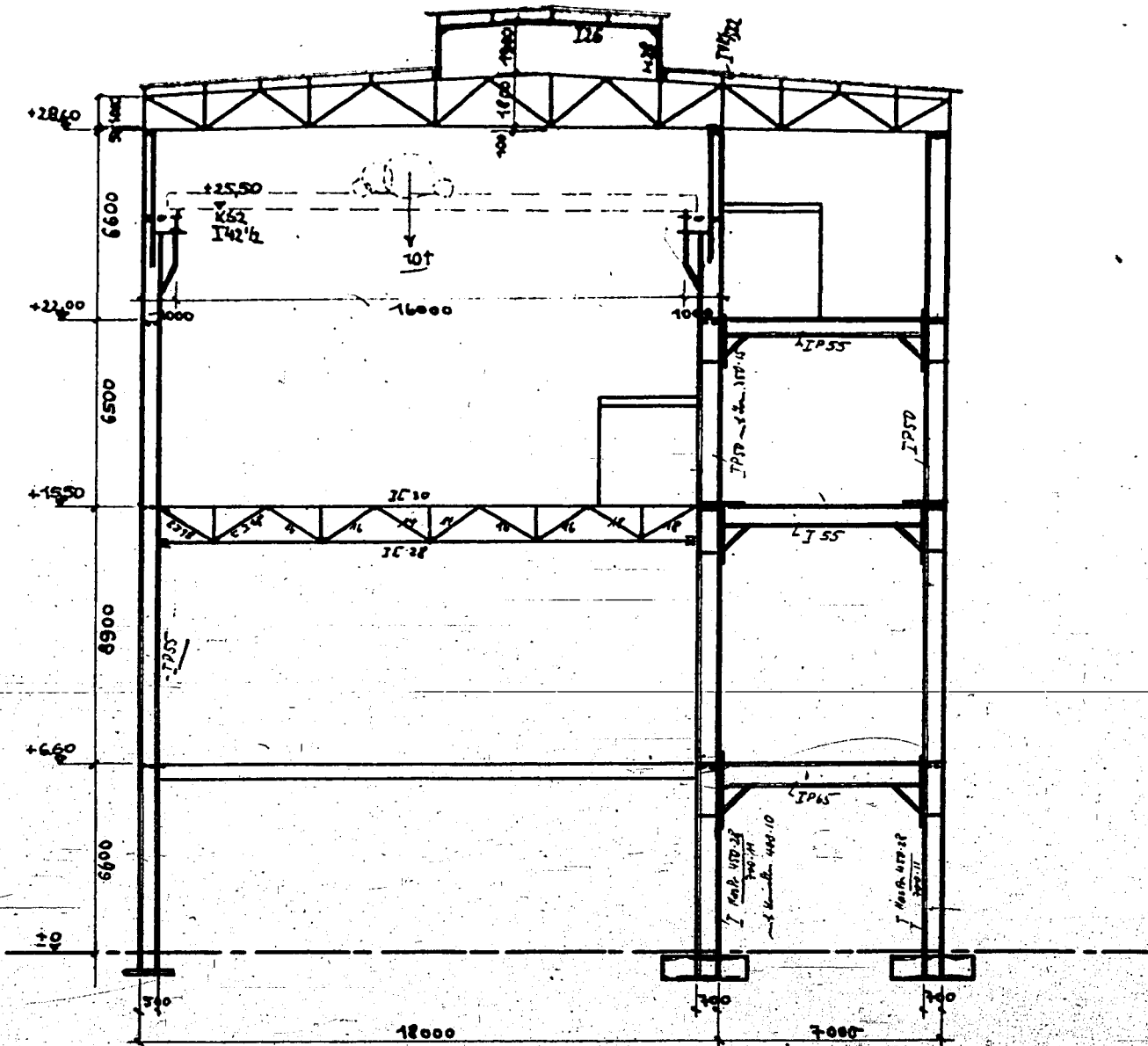
7

0253

RT Röhlingen  
Bau 358

— 04 —

Kom.:



St. D. 1610  
11 39 30

⊗ Dortmund Union Brückenbau-A.G. ⊗

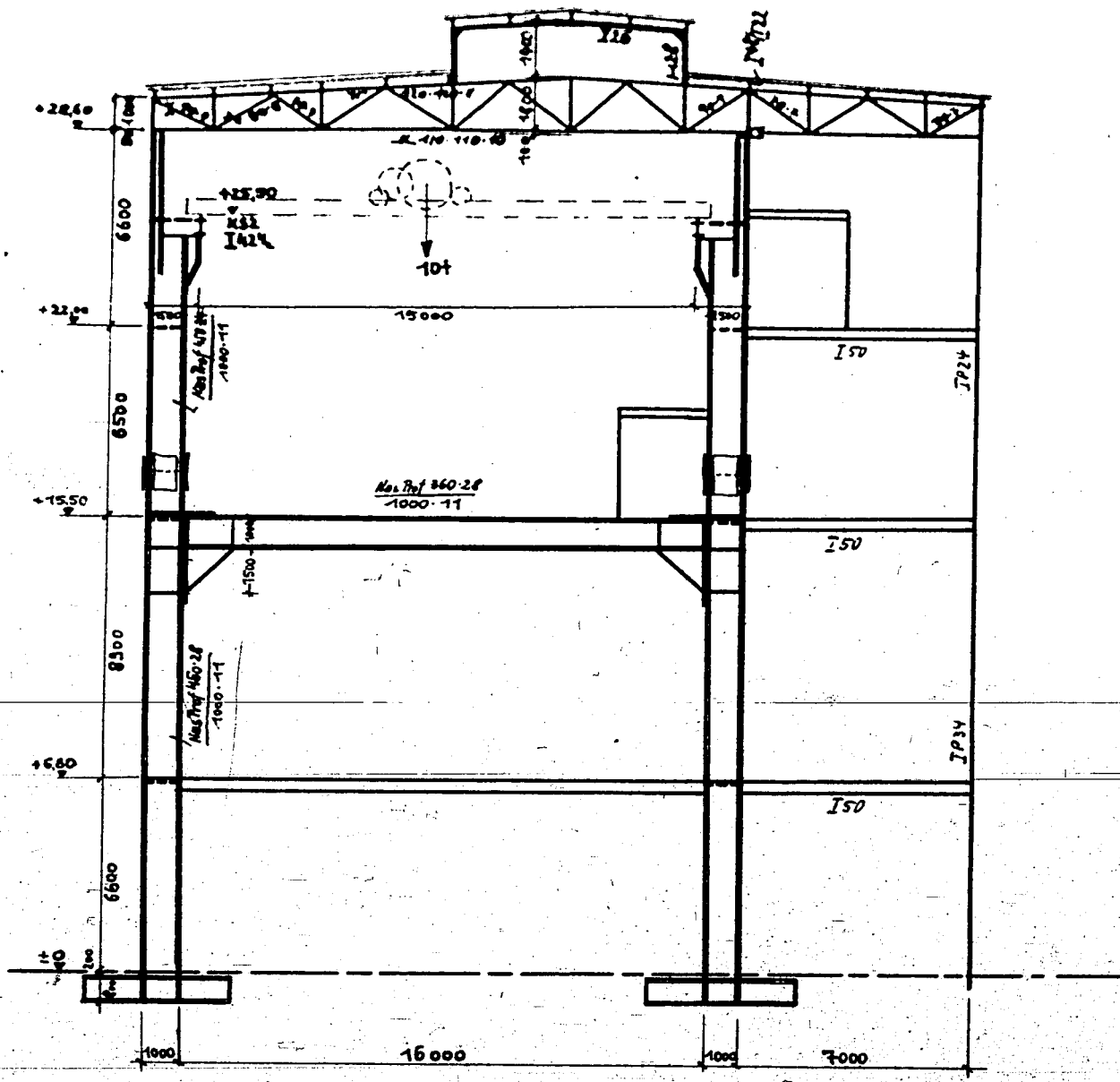
5.1.42  
König

0254

R.T. Anlagen  
Bau 358

— 02 —

Komb.:



Ausführung als Vollwandrahmen

St D 1610  
11 39 30

 Dortmunder Union Brückenbau-A.G. 

31.12.41  
Kongehl

0255

Wessling, den 15. August 1941  
T/Me/-J.

A k t e n n o t i s . -

Anlässlich der Besprechung über die Baureiferklärung für die AT 244-Anlage wurde auch über die Verwertung der bei der AT-Anlage anfallenden ~~schwachen~~ Schwefelsäure gesprochen. Diese Schwefelsäure fällt verunreinigt an und wird auf 70% verdünnt, damit der Teer abgesogen werden kann. Es ist vorgesehen, dass auf allen Anlagen eine Hochkonzentrations-Anlage nach Pauling aufgestellt werden soll, in der die Säure etwa 96% hoch konzentriert werden kann. Da für die Fabrikation 98%ige Säure benötigt wird, wird vorgeschlagen, 30%iges ~~Leuna~~ zu kaufen und mit diesem die 96%ige Säure auf 98% zu bringen. Es besteht auch die Möglichkeit, die Säure nur auf 91% zu konzentrieren und in diesem Zustand zu verkaufen. Sie ist dann wasserhell, während wir für die Fabrikation keine wasserhelle Säure benötigen. Ueber die Schwefelsäurefrage sollen wir mit Leuna Fühlung nehmen, dort ist Dr. Brauss zuständig. Zu erwähnen ist, dass bei der DHD-Anlage auch eine Schwefelsäurewäsche vorgesehen ist, bei der ein Säureteer anfällt.-

I  
III  
B  
TA  
T

00256



- A b s c h r i f t -

Schema und Beschreibung für Sondertreibstoffanlage AT 244

einschließlich Butylen-Herstellung (Zeichnung M 4150-16)

Die Anlage AT 244 dient zur Herstellung eines Sondertreibstoffes aus  $C_1$ -Kohlen-Wasserstoffen, die als Nebenprodukt bei der Kohlehydrierung anfallen. Die Kohlenwasserstoffe werden entsprechend den Verfahrensvorschriften gereinigt, verflüssigt und getrennt den Vorratsbehältern ( 1 ) und ( 22 ) zugeleitet. Ein Teil dieses Produktes wird dem Vorratsbehälter ( 1 ) entnommen, in einem Verdampfer ( 2 ) vergast und über ein System von Wärmeaustauschern ( 3 ) dem Ofen ( 4 ) zugeführt, wo es über Kontakte dehydriert wird. Das austretende Gasgemisch wird in einem Kühler ( 5 ) herabgekühlt, anschließend gefiltert ( 6 ) und dem Gasometer ( 7 ) zugeführt. Die im Ofen ( 4 ) befindliche Reinigungsmasse wird in den Sammelbehälter ( 10 ) ausgeschleust und mittels Pendelbecherwerk dem Eingangsbehälter ( 11 ) am Regenerationsofen ( 8 ) zugeleitet. Die regenerierte Reinigungsmasse gelangt über Sammelbehälter ( 12 ) mittels FB - Werk in den Eingangsbehälter ( 9 ) des Dehydrierofens ( 4 ) zurück. Aus dem Gasometer ( 7 ) wird das Gasgemisch durch den Kompressor ( 13 ) angesaugt und auf 10 atü komprimiert. Im Kondensator ( 14 ) wird das Gas verflüssigt und anschließend einem Scheidebehälter ( 15 ) zugeführt. Der nicht verflüssigte Anteil wird in der Ölwäsche im Wascher ( 16 ) mit Öl im Gegenstrom unter 10 atü ausgewaschen, im Entgaser ( 18 ) aus dem Öl wieder entfernt und das Gasgemisch in den Gasometer ( 7 ) wieder zurückgeführt. Das entgaste Waschöl wird über den Kühler ( 18a ) dem Waschturm ( 16 ) im Kreislauf wieder zugeleitet. Das vom Öl im Wascher ( 16 ) nicht absorbierte Gas wird dem Heizgas-Gasometer ( 17 ) zugeleitet und steht für die Brenner der M Dehydrierung zur Verfügung. Das im Scheidebehälter ( 15 ) anfallende Flüssig-Gas wird in der Stabilisier-Kolonne ( 19 ) bei etwa 25 atü von niedrig siedenden Kohlenwasserstoffen getrennt, wobei letztere dem Gasometer ( 17 ) zugeleitet oder nach Bedarf in die Treibgas-Anlage gegeben werden. Die im Sumpf der Kolonne ( 19 ) anfallenden schweren Kohlenwasserstoffe gelangen im flüssigen Zustand über eine Wasserabscheidung ( 20 ) in den Zwischenbehälter ( 21 ), dem der Zwischenbehälter ( 22 ) parallel geschaltet ist. Aus dem Zwischenbehälter ( 21 und 22 ) werden die Produkte im bestimmten Verhältnis gemischt und gelangen über ein Wärmeaustauschsystem ( 23 ) zu dem Mischbehälter ( 24 ), in dem ein Teil des Produktes zum Zwecke der Tiefkühlung verdampft wird. Die bei der Verdampfung anfallenden Gase gelangen über den Flüssigkeitsabscheider ( 26 ) in den Kühl-Butan-Kreislauf. Hier werden die Gase mit dem Kompressor ( 27 ) komprimiert und anschließend im Kondensator ( 28 ) verflüssigt, die so wieder gewonnenen Flüssigprodukte werden über den Zwischenbehälter ( 29 ) wieder dem Produkteingang des Mischbehälters ( 24 ) zugeleitet. Die in dem Mischbehälter ( 24 ) eintretenden flüssigen Kohlenwasserstoffe werden in Gegenwart von konzentrierter Schwefelsäure ( aus Behälter 25 ) als Katalysator teilweise zu AT-Produkt umgewandelt. Das Gemisch aus AT-Produkt, Kohlenwasserstoffen und Schwefelsäure gelangt zu der Scheideflasche ( 30 ), wobei in entsprechender Arbeitszeit die Trennung in Butan-AT-Gemisch und Schwefelsäure erfolgt. Die im Scheidebehälter ( 30 ) so wiedergewonnenen Schwefelsäure gelangt als Kreislauf-Säure wieder zum Mischbehälter ( 24 ). Der aus dem Kreislauf abgezogene Verbrauchsäure-Anteil wird durch Frischsäure aus dem Behälter ( 25 ) ersetzt. Das in der Scheideflasche ( 30 ) abgeschiedene Gemisch aus Kohlenwasserstoffen und AT-Produkt gelangt über den Wärmeaustauscher ( 23 ) und dem Vorheizler ( 31 ) zu einer Feinabscheidung ( 32 ) in der, bei entsprechend langer Verweilzeit, die fast restlose Trennung zwischen Butangemisch und Schwefelsäure erfolgt. Diese Rest-Schwefelsäure wird diskontinuierlich dem Sammelbehälter ( 33 ) zugeleitet. Das Gemisch aus Butan und AT-Produkt gelangt über einen Zwischenbehälter ( 34 ) zu einer Laugewäsche, um die letzten Spuren von Schwefelsäure zu neutralisieren. Vor dem Orifice-Mischer ( 35 ) wird aus dem Eigenbeg Eingangsbehälter ( 37 ) verdünnte Natronlauge beigemischt und die Mischung anschließend im Scheidebehälter ( 36 ) getrennt. Die in diesem Behälter anfallende Natronlauge wird so lange im Kreislauf geführt, bis dieselbe verbraucht und diskontinuierlich als stark verdünnte Lauge abgeschieden und

dem Kandel zugeleitet wird. Das Gemisch aus Kohlenwasserstoffen und AT-Produkt gelangt aus dem Scheidebehälter ( 36 ) in eine anschliessende zweistufige Wasserwäsche, in der die Restlaug mittels Wasser ausgewaschen wird und zwar in einem ähnlichen Prozess, wie in der vorgeschalteten Laugewäsche. Für die Wasserwäsche wird vorgesehen der Orifise-Mischer ( 38 ), der Scheidebehälter ( 39 ) und der Kondensat-Eingangsbhälter ( 40 ). Das von Säure und Laug nunmehr befreite Gemisch von Butan und AT-Produkt gelangt über das Zwischenlager ( 41 ) in eine Destillationsanlage. Die Pumpe ( 42 ) fördert das Gemisch in die Stabilisier-Kolonne ( 43 ), wo das Gemisch in den sogenannten Butan-Kreislauf und das eigentliche AT-Produkt zerlegt wird. Aus dem Sumpf der Kolonne wird das AT-Produkt mittels einer Pumpe der Redestillation ( 45 ) zugeführt. In dieser Redestillation wird als Kopfprodukt der hochwertige Sondertreibstoff AT 244 gewonnen und dem Fertigproduktlager ( 46 ) zugeleitet. Das im Kolonnensumpf anfallende Produkt kann ebenfalls als Sondertreibstoff Verwendung finden. Die in der Stabilisierung abgetriebenen gasförmigen Butane gelangen in die C<sub>4</sub>-Trennkolonne ( 47 ), wobei die im Sumpf anfallenden Kohlenwasserstoffe dem Kreislauf vor der Dehydrierung über den Eingangsbhälter ( 1 ) zugeleitet werden. Die in der Kolonne abgetriebenen Kohlenwasserstoffe werden in einer Schlusskolonne ( 48 ) von den niedrigen Kohlenwasserstoffen weitgehendst gereinigt und gelangen die schweren Kohlenwasserstoffe vom Sumpf der Kolonne in den Kreislauf der AT-Anlage und werden vor der Butan-Trocknung ( 20 ) beimischt.

Bag No. 1478

Target 30/5.05

Rheinpreussen

BAG No. 1478

TARGET 30/5.05

Rheinpreussen

(a) Analytical Methods.

1. Determination of Potential Gum in Synthesis Gas.
2. Evaluation of activated charcoal.
3. Estimation of Benzol Content of Gases.
4. Determination of Finely Divided Paraffin in Gases.
5. Determination of  $\text{SO}_2$  in Presence of  $\text{H}_2\text{S}$  in Technical Gases.
6. Colorimetric Determination of  $\text{CS}_2$ .
7. Analytical Methods for Plant Control in Manufacture of Synthetic Alcohol.
8. Determination of Fatty Acids in Aqueous Solution.
9. Control Tests for Gas Purifying Masks ("Feinreiniger")
10. Analysis and Working Up of Fischer-Tropsch Catalyst.

00260

1478

30/5.05

(A). Analytical Methods

1478-1  
30/5105

Treibstoffwerk, den 18. August 1945  
Bo/Rk.

Methode zur Bestimmung des Harztestes in Gasen mit  
Formaldehyd-Schwefelsäure-Reagenz.

Das Reagenz besteht aus einer Mischung von 1 Vol. Teil Formaldehyd (40 Vol.%) und 30 Vol. Teilen konz. Schwefelsäure (Dichte 1,84). Der Test ist auf eine gelb-braune Endfarbe abgestellt, die der Färbung von n/500 Jodjodkaliumlösung entspricht.

Das zu untersuchende Gas wurde zunächst durch eine als wasserabscheidend dienende Flasche und anschliessend durch einen Trockenturm mit  $\text{CaCl}_2$  geleitet. Mittels eines nachgeschalteten Strömungsmessers, der die Gasgeschwindigkeit von 15 Ltr./Std., sodaß bei der festgesetzten Versuchsdauer von 8 Stunden 120 Ltr. Durchgang erreicht sind, können Gasschwankungen genau festgestellt und behoben werden. Daran schließt sich das mit Formaldehyd-Schwefelsäure gefüllte Gefäß an und schliesslich noch eine Gasuhr. Das Gefäß selbst hat eine waschflaschenähnliche Gestalt von 22 mm l. Weite und 170 mm Höhe, in das bis zu 1 cm vom Boden entfernt eine Röhre von 3,8 mm l. Weite führt. In das Gefäß selbst werden 25 cm<sup>3</sup> des Reagenzes eingefüllt.

Sollte innerhalb 8 Stunden die Färbung einer n/500 Jodjodkaliumlösung erfolgt sein, so kann "vor der Feinreinigung" diese zulässige Verfärbung als 100 % angesehen werden und bei entsprechend anderer Zeit kann Umrechnung erfolgen.

13  
00262

1478-2  
30/5.05

Untersuchung der Aktivkohle.

In der Aktivkohle werden der Wassergehalt und die Restbeladung an Benzin festgestellt.

Wassergehalt.

Der Wassergehalt wird in erster Linie nach der "Periode des Kühlens" ermittelt. Aus verschiedenen Höhen der Adsorber werden Aktiv-Kohle-Proben gezogen und davon  $93 \text{ cm}^3$  (=  $33\frac{1}{3} \text{ g}$ ) in einen Rundkolben gefüllt und soviel Xylol zugegeben, dass die Kohle in dem Kolben mit Xylol gut bedeckt ist. Dann wird unter Aufsatz eines Kühlers, der seitlich eine Bürette besitzt, solange erhitzt, bis sich kein Wasser mehr an den Wandungen niederschlägt. Die übergegangenen  $\text{cm}^3$  Wasser mit 3 multipliziert, ergeben den %-Gehalt an Wasser in der Aktiv-Kohle.

Benzin-Bestimmung an der "A.K." im Gas nach dem Schlusskühler.

Durch einen kleinen mit Aktivkohle gefüllten Adsorber werden in einer Stunde etwa 400 l Gas durchgeleitet. Die Kohle wird dann anschliessend mit Wasserdampf ausgedämpft und  $\text{cm}^3$  Benzin in einem Messzylinder abgelesen.

Der Gehalt an Benzin errechnet sich folgendermassen:

$$\frac{\text{cm}^3 \text{ Bi} \times 0,71}{\text{l Gasdurchgang}} \cdot 1000 = \text{g Bi/m}^3 \text{ -Gas}$$

0,71 = spez. Gewicht von Benzin.

Restbeladung.

$100 \text{ cm}^3 = 36 \text{ g}$  Aktiv-Kohle aus den Adsorbern werden im kleinen Adsorber mittels Wasserdampf ausgedämpft, um die restlichen Anteile an Benzin zu ermitteln, Ablesung erfolgt im Messzylinder und Ausrechnung wie folgt:

$$\text{cm}^3 \text{ Benzin} \times 0,71 = \% \text{ Benzin.}$$



Methode zur Bestimmung des Adsorptionswirkungsgrades  
gemeinsam mit der Ruhrchemie, O.-Holten, festgelegt.

Durch einen Absorptionsturm von 80 mm lichter Weite und 900 mm Aktivkohleschütthöhe, der mit einem Dampfmantel und einer Heizschlange von  $\frac{1}{4}$ "-Rohr ausgestattet ist, werden im Laufe von 24 Std. ca.  $4 \text{ m}^3$  Gas mit gleichbleibender Geschwindigkeit von unten nach oben durchgeschickt. Der Adsorber ist mit der gleichen Aktivkohle zu füllen, wie sie in der Grossanlage zur Verwendung gelangt. Zur Erzielung einer gleichmässigen Durchnschnittsprobe wird das perforierte Probegasrohr so tief in die Austrittsleitung eingeführt, dass ein gutes Durchschnittsmuster des Gases aus allen Zonen gewährleistet ist. Von dem Probenahmerohr aus passiert das Gas zwecks Abscheidung etwa mitgerissener Wassertröpfchen eine Abscheiderflasche von 5 l Inhalt und geht dann über die Gasuhr in der Adsorber. Vor dem Beginn der Bestimmung müssen die Abscheiderflasche und die Gasuhr gründlich durchgespült werden, um Luftreste zu verdrängen.

Nach Ablauf der Beladungszeit wird der Adsorber abgenommen und mit einem Schlangenkühler nebst Scheidevorlage verbunden. An die Abscheidevorlage wird ein Kondensationsgefäss von ca.  $250 \text{ cm}^3$  (als Waschflasche ausgebildet), angeschlossen, das von einem Dewargefäss, mit Hilfe einer geeigneten Kältemischung (z.B. Alkohol mit Kohlensäure) auf minus  $70 - 80^\circ$  gekühlt wird. Die Ausdämpfung des Adsorbers erfolgt in der Weise, dass zunächst durch Heizmantel und Heizschlange 10 Minuten lang Dampf geschickt wird. Die hierbei entwickelten Gase werden bereits durch Abscheidegefäss und Kondensationsgefäss geleitet. Nach Ablauf der 10 Minuten wird - unter Beibehaltung der indirekten Heizung - langsam entspannter Dampf in der Richtung von oben nach unten durch die Kohle geschickt. Der Schlangenkühler wird mit dem gleichen Kühlwasser beschickt, wie der Kondensator der Hauptanlage. Die Ausdämpfung soll 1 Stunde lang in der Weise geleitet werden, dass im Verlaufe dieser Zeit 1 l kondensiertes Wasser ausfällt.

Nach beendigter Ausdämpfung wird die Kohle des Versuchsadsorbers durch Einblasen von Luft oder Stickstoff von unten nach oben getrocknet, bis das oben austretende Gas an kaltem Metall keinen Beschlag mehr erzeugt (während dieser Trocknung ist der Dampfmantel und die Heizschlange unter Dampf zu halten).

Im Anschluss an die Trocknung wird der Heizdampf abgestellt und die Kohle mit dem Gasstrom bis zum Abkühlen weiterbehandelt.

Nach beendiger Ausdämpfung wird das in der Kältemischung befindliche Kondensationsgefäß allmählich auf eine Temperatur von 20° erwärmt, mit dem Kondensat in der Abscheidevorlage vereinigt und nach Abtrennen des Wassers gewogen. Aus Gewicht und Gasdurchgang durch die Uhr ergibt sich der Restgehalt des Gases an Benzin.

Zur Erreichung zuverlässiger Ergebnisse darf nur solche Aktivkohle verwendet werden, die schon 1-2 mal mit Benzin in dem für die Analyse bestimmten Gas beladen und ausgedämpft worden war.

1478-3

30/5.05

Methode zur Schätzung des Rohbenzolgehaltes in Gasen mit Formaldehyd-Schwefelsäure-Reagens.

Das Reagens besteht aus einer Mischung von 1 Vol. Teil Formaldehyd (40 Vol.%) und 30 Vol. Teilen konz. Schwefelsäure (Dichte 1,84). Der Test ist auf eine konstant gelb-braune Endfarbe abgestellt, die durch Auflösungen von 20 g Ferri-Ammoniumsulfat in 100 cm<sup>3</sup> dest. Wasser bei Zimmertemperatur (18-20°C) charakterisiert ist bzw. ungefähr der Farbe einer n/200 Jodkaliumlösung entspricht.

Bei Ausführung des Testes wird die Zeit ermittelt, bei konstanter Geschwindigkeit, die zur Erreichung des festgelegten Farbtones erforderlich ist. Die Gasgeschwindigkeit soll ungefähr 600 cm<sup>3</sup>/min betragen bei 5 cm<sup>3</sup> Reagens in einem normalen Reagensglas von ungefähr 15 mm  $\varnothing$ . Aus beiliegender Kurve ist für die gefundene Beobachtungszeit, bis zur Erreichung des festgelegten Farbtones, der zugehörige Benzolgehalt auf der Ordinate abzulesen.

Die Methode gibt fast vollkommen quantitative Resultate bei einem Benzolgehalt von 0 - 3 g/m<sup>3</sup> Gas.

Bemerkung:

Es ist zu beachten, dass bei extrem hohen gehalten des Gases an ungesättigten Kohlenwasserstoffen, wie Propylen und Butylen, auch ohne die Anwesenheit von Benzol bei längerer Einwirkung eine schwache Braunfärbung entsteht.

1478-9

30/5.05

Methode zur Bestimmung des Gehaltes des Gases an Paraffinnebeln.

Die Gasprobeentnahme erfolgt laut untenstehender Skizze an der Hauptgaseintrittsleitung kurz vor der Aktivkohleanlage.

Der Gasdurchsatz wird auf 360 l / Std. eingestellt. Nach 5 000 l Durchsatz wird der Apparat abgenommen, die Watte wird mit Äther im Soxhlet-Apparat warm extrahiert. Der nach dem Abdampfen des Äthers auf dem Wasserbad verbleibende Rückstand wird im Trockenschrank bei 100° C (30 min.) getrocknet und gewogen. Dieser Rückstand wird als Paraffin bezeichnet.

Hierzu addiert wird die eventuelle Gewichtszunahme des gläsernen in die Mitte des Glasrohres reichenden Probenahmerohres.

Bei besonderen örtlichen Schwierigkeiten, wie z.B. zu hoher Gasfeuchtigkeit, erfolgt die Probenahme in einer abgeänderten, diesen Verhältnissen angepassten Form.

00267

1478-5  
30/5.05

*Uetzmann*

Ein Beitrag zur Bestimmung von  
SO<sub>2</sub> neben H<sub>2</sub>S in technischen Gasen.

von Dipl.-Ing. R o t h und Dr.phil. O h m e, Dortmund.

Bei der Überwachung der Trockengasreinigung ergibt sich die Notwendigkeit, SO<sub>2</sub> neben H<sub>2</sub>S zu bestimmen. Hierfür fanden in der Technik unter anderen 2 Verfahren Anwendung, die kritisch untersucht wurden. Die Arbeitsvorschriften für diese beiden Verfahren sind folgende:

I. Verfahren:

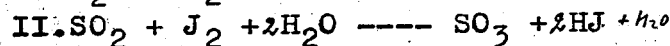
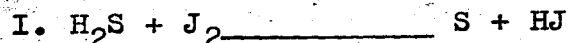
Das Gas wird durch  $\frac{n}{10}$  Jodlösung hindurchgeleitet, wodurch Schwefelwasserstoff und Schwefeldioxyd oxydiert werden.  $\frac{n}{10}$  Natriumthiosulfatlösung wird nachgeschaltet, um mitgeführtes Jod zurückzuhalten. Nach dem Durchleiten wird die Jodlösung mit Natriumthiosulfat titriert. Der Jodverbrauch ist der Gesamtmenge an H<sub>2</sub>S und SO<sub>2</sub> äquivalent. Der Gehalt an Schwefelwasserstoff wird in der üblichen Weise durch eine Parallelbestimmung mit Cadmiumacetat festgestellt. Durch Subtraktion der H<sub>2</sub>S-Menge von der Gesamtmenge H<sub>2</sub>S + SO<sub>2</sub> wird die SO<sub>2</sub>-Menge erhalten.

II. Verfahren:

Das Gas wird durch  $\frac{n}{10}$  Jodlösung geleitet, wobei der Schwefelwasserstoff und Schwefeldioxyd durch Jod oxydiert werden.  $\frac{n}{10}$  Natriumthiosulfat wird nachgeschaltet, wodurch vom Gasstrom mitgeführtes Jod festgehalten wird. Nach dem Durchleiten wird die Jodlösung durch Titration mit Natriumthiosulfat entfärbt, und die durch die Jodoxydation aus SO<sub>2</sub> entstandene Schwefelsäure mit  $\frac{n}{10}$  Natronlauge titriert und auf SO<sub>2</sub> g/Nm<sup>3</sup> berechnet. Der Schwefelwasserstoffgehalt wird mit Cadmiumacetat in einer Parallelbestimmung ermittelt.

Bei beiden Verfahren werden H<sub>2</sub>S und SO<sub>2</sub> durch Jod oxydiert.

Diese Jodoxydation gehen nach folgenden Gleichungen vor sich:



Beim Verfahren I wird die zur Oxydation von H<sub>2</sub>S und SO<sub>2</sub> verbrauchte Menge Jod als quantitatives Maß für die Gesamtmenge an SO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>S benutzt. Beim Verfahren II werden die aus SO<sub>2</sub> durch

Einwirkung des Jodes gebildeten  $\text{SO}_4$ -Jonen durch Titration mit Natronlauge bestimmt. Die  $\text{H}_2\text{S}$ -Menge wird bei beiden Verfahren in einer Parallelbestimmung mit Cadmiumacetat erhalten. Zum Vergleich beider Verfahren wurde eine gemessene Gasmenge durch  $\frac{n}{10}$  Jodlösung hindurchgeleitet. In der erhaltenen Jodlösung wurde nach Verfahren I  $\text{SO}_2 + \text{H}_2\text{S}$  durch Titration mit  $\frac{n}{10}$  Natriumthiosulfat ermittelt. In der durch Titration mit Natriumthiosulfat ermittelten, in der durch Entfärbung der Jodlösung wurde nach Verfahren II durch Titration mit  $\frac{n}{10}$  Natronlauge das  $\text{SO}_2$  bestimmt.

Ergebnisse:

Tafel I

Versuch	Mit Cd-acetat bestimmte Menge $\text{H}_2\text{S}$ g/Nm <sup>3</sup>	Verfahren I $\text{SO}_2$ g/Nm <sup>3</sup>	Verfahren II $\text{SO}_2$ g/Nm <sup>3</sup>
1.	2,20	0,303	0,0141
2.	2,74	0,58	0,00336
3.	3,19	0,254	0,0126
4.	0,15	0,27	0,00927

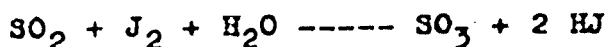
Die Ergebnisse für die Schwefeldioxydwerte weichen stark voneinander ab. Die Werte nach Verfahren II sind stets kleiner. Zur Aufklärung dieser Abweichung wurde eine bekannte Menge reines Schwefeldioxyd im Stickstoffstrom durch Jodlösung geleitet und die entstandene Schwefelsäure nach Entfärbung gel mit Thiosulfat mit Natronlauge titriert.

Tafel II.

Versuch	Angewandte Menge $\text{SO}_2$ in g	Durch Titration mit $\frac{n}{10}$ NaOH gefundenes $\text{SO}_2$ in g	Fehlmengen in %
1.	0,0605	0,0560	- 7,4
2.	0,0535	0,0485	- 9,4
3.	0,0343	0,0310	- 6,1

Die durch Titration mit  $\frac{n}{10}$  Natronlauge gefundenen  $\text{SO}_2$ -Werte sind stets zu niedrig. Diese Differenzen können folgendermaßen erklärt werden:

Bei der Oxydation von  $\text{SO}_2$  mit Jod entsteht nach der Gleichung II die äquivalente Menge Jodwasserstoff



Dieser Jodwasserstoff muß bei der Titration der gebildeten Schwefelsäure mit Natronlauge mit titriert und berücksichtigt werden. Vor der Titration mit Natronlauge wird jedoch die Jodlösung mit Natriumsulfat entfärbt. Die durch Oxydation entstandene Jodwasserstoffsäure macht aus  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  die entsprechende Thio-Säure frei, die äußerst instabil ist und nicht zu übersehende Umlagerungen erfährt. Diese Reaktionen sind für die verschieden falschen  $\text{SO}_2$ -Werte bei der Titration mit Natronlauge verantwortlich zu machen. Als weiterer Beweis für dieses Verhalten der HJ-säure wurde reiner Schwefelwasserstoff im Stickstoffstrom durch Jodlösung geleitet. Nach Entfärbung der Lösung mit Thiosulfat wurde versucht, die gebildete Jodwasserstoffsäure durch Titration mit  $\frac{n}{10}$  Natronlauge zu bestimmen.

Tafel III

Versuch	Angewandte Menge $\text{H}_2\text{S}$ g	Gefundene Menge $\text{H}_2\text{S}$ durch Titration der HJ-säure mit NaOH g	Fehlmenge
1.	0,0262	0,0248	- 5,3 %
2.	0,0439	0,0422	- 3,9 %

Die gefundenen Werte sind in der selben Größenordnung zu niedrig. Es zeigt sich also, daß HJ-säure in Gegenwart von Natriumthiosulfat nicht titriert werden kann.

Aus diesem Grunde ist es auch nicht möglich,  $\text{SO}_2$  durch Titration der durch Oxydation mit Jod gebildeten Schwefelsäure zu bestimmen da hierbei stets Jodwasserstoff in Gegenwart von Thiosulfat auftritt.

Der auftretende Jodwasserstoff beeinflusst auch noch in anderer Hinsicht die Werte. Wegen der geringen Verwandtschaft des Jods zum Wasserstoff hält sich eine wässrige Lösung von Jodwasserstoff sehr schlecht. Sie färbt sich infolge von Jodausscheidung in kürzester Zeit braun.<sup>1)</sup> Das zurückgebildete Jod täuscht demnach bei der Oxydation von  $\text{H}_2\text{S}$  und  $\text{SO}_2$  einen zu geringen Jodverbrauch vor. Ein weiterer Fehler, vor allem bei Koksgasuntersuchungen, entsteht durch Anlagerung von Jod an im Gas enthaltene ungesättigte Kohlenwasserstoffe.<sup>2)</sup> Diese Reaktion würde einen zu

1) Vgl. Frladwell, *Analyt. Chemie I*, S. 305

2) *Schriften: Gasanalyse in der Technik*, Aufg. 1931. S. 39



grossen Jodverbrauch für die Oxydation von  $H_2S$  und  $SO_2$  ergeben.  
Als Fehlerquelle bei Verfahren I treten also auf:

1. Rückbildung von Jod aus Jodwasserstoff.
2. Zusätzlicher Jodverbrauch für ungesättigte Kohlenwasserstoffe etc.

Bei Verfahren II kommt zu den 2 genannten Fehlerquellen noch hinzu:

3. Umsetzung des Jodwasserstoffes mit  $Na_2S_2O_3$  und Zerfall der entstehenden Säure.

Zusammenfassend ist zu sagen, daß beide Verfahren für die Bestimmung von  $SO_2$  neben  $H_2S$  nicht brauchbar sind.

Im folgenden ist ein Verfahren angegeben, das es ermöglicht, die Bestimmung von  $SO_2$  neben  $H_2S$  einwandfrei durchzuführen.

Durch Veröffentlichungen von Mutschin u. Pollak <sup>3)</sup> ist bekannt, daß sich  $SO_4^{2-}$  durch Titration mit  $BaCl_2$  und Natriumrhodizonat als Tüpfelindikator quantitativ bestimmen läßt.

Diese Tatsache wurde für die vorliegenden Verhältnisse überprüft. Aus einer eingestellten Natriumsulfitlösung wurde mit  $H_2SO_4$   $SO_2$  entwickelt und im Stickstoffstrom durch Jodlösung geleitet. Es wurde der Jodverbrauch bestimmt und das gebildete  $SO_4^{2-}$  anschließend in der Lösung nach der Rhodizonatmethode mit  $BaCl_2$  titriert.

Ergebnisse:           Tafel IV

Versuch	Angewandte Menge $SO_2$ in g, bestimmt mit $J_2$	Gefundene Menge $SO_2$ in g durch Titration mit $BaCl_2$		
		1.	2.	Mittel
1.	0,0470	0,0476	0,0474	0,0475
2.	0,0680	0,0688	0,0682	0,0685

Die Werte zeigen eine hinreichende Übereinstimmung. Zur weiteren Erhärtung dieses Ergebnisses wurden Versuche durchgeführt, eine bekannte Menge  $SO_2$  bei Anwesenheit von  $H_2S$  zu bestimmen. Aus einer bekannten  $Na_2SO_3$ -Lösung wurde mit  $H_2SO_4$  eine bestimmte Menge  $SO_2$  entwickelt, was außerdem noch durch Titration mit Jod kontrolliert wurde. Das entwickelte Schwefeldioxyd wurde im Stickstoffstrom unter Zusatz von  $H_2S$ , das aus  $Na_2S$  entbunden wurde, durch Jodlösung geleitet, der Natriumthiosulfatlösung nachgeschaltet war. Die durch Oxydation entstandenen  $SO_4^{2-}$ -Ionen wurden

3) *Analy. Chem.* 106. 385

mit BaCl<sub>2</sub> titriert.

Ergebnisse: Tafel V

Versuch	Angewandte Menge H <sub>2</sub> S in g	Angewandte Menge SO <sub>2</sub> in g bestimmt mit J <sub>2</sub>	Durhd Titr. mit BaCl <sub>2</sub> gef. Menge SO <sub>2</sub>
1.	~ 0,0001	0,033	0,033
2.	~ 0,0002	0,033	0,033
3.	~ 0,0124	0,0165	0,0166

Die Übereinstimmung der Werte ist sehr gut.

Es wurde nun SO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>S im Koksgas nach den 3 Verfahren ermittelt. Die Ergebnisse waren folgende:

Tafel VI

Versuch	H <sub>2</sub> S g/Nm <sup>3</sup> bestimmt durch Cadmiumacetat	SO <sub>2</sub> g/Nm <sup>3</sup>		
		Verfahren I	Verfahren II	Neues Verf.
1.	2,74	0,58	0,00336	0,382
2.	3,19	0,254	0,0126	0,316
3.	0,15	0,27	0,00927	0,200

Auf Grund der in Tafel IV und V wiedergegebenen Ergebnisse mit bekannten SO<sub>2</sub>-Gehalten müssen die Werte nach dem neuen Verfahren als richtig bezeichnet werden. Die oben genannten 3 Fehlerquellen für Verfahren I und II kommen bei diesem Verfahren in Wegfall.

Es wird deshalb folgende neue Arbeitsweise zur Bestimmung von SO<sub>2</sub> neben H<sub>2</sub>S vorgeschlagen.

Das Gas wird zur Oxydation von H<sub>2</sub>S und SO<sub>2</sub> durch Jodlösung hindurchgeleitet, der zum Auffangen von mitgerissenen Joddämpfen entstandene Schwefelsäure wird mit BaCl<sub>2</sub> und Natriumrhodizonat als Tüpfelindikator titriert<sup>3)</sup> und auf SO<sub>2</sub> g/Nm<sup>3</sup> berechnet. Der H<sub>2</sub>S-Gehalt wird durch eine Parallelbestimmung mit Cadmiumacetat ermittelt.

Zusammenfassung

Zwei in der Technik angewandte Verfahren zur Bestimmung von SO<sub>2</sub> neben H<sub>2</sub>S wurden kritisch untersucht. Es zeigte sich, daß beide Verfahren ungenaue Werte ergeben. Es wurde deshalb ein neues Verfahren ausgearbeitet und dafür eine Arbeitsvorschrift angegeben.

1478-6  
30/5.05

Colorimetrischer Schwefelkohlenstoff-Nachweis in Gasen.

Erforderliche Reagenzien:

- 1) 5 g KOH in 5-10 ccm  $H_2O$  lösen und mit Äthylalkohol auf 100 ccm auffüllen.
- 2)  $CuSO_4$ -Lösung 2%ig.
- 3) Eisessig.

Das zu untersuchende Gas wird nach Verreinigung verdünnter Kalilauge ( $H_2S$ -Entfernung)  $\frac{1}{2}$  Stunde lang mit einer Geschwindigkeit von 0,5 l pro Stunde durch ein Reagenzglas geleitet, das 5 ccm von Reagenz 1) enthält. Danach 1 Tropfen Reagenz 2) zusetzen und mit Eisessig ansäuern.

Schwefelkohlenstoff liefert denn Gelbfärbung bis Ausfällung eines gelben Niederschlages.

Vor Feinreinigung entsteht unter diesen Bedingungen dicke gelbe Trübung (entsprechend ca. 1-2  $CS_2$ /100 ccm).

Sy-Gas-Hauptleitung liefert nur noch geringe Färbung.

0273

1478-7  
30/5.05

Tr.V., den 20. März 1942  
Dr. Ko./Sch.

Alkohol-Anlage, Analysenvorschriften.

**Inhalt:**

**Grundsätzliches zur Probenahme**

**A. Analysenvorschriften für folgende Proben:**

**I. Angelieferte Rohprodukte**

1. Frischsäure
2. Natronlauge
3. Phenolatlauge

**II. Hilfestoffe und Zwischenprodukte**

1. Ester aus Tank
2. Ester nach Mischer
3. Restsäure
4. Rohalkohol
5. Blubbertopf, Kaskade
6. Blubbertopf, Entgasung
7. Lauge vor Gasolverdampfung
8. Wasser nach Gasolverdampfung
9. Phenolatlauge aus Diolenreinigung
10. Frischsäure
11. Fertigsäure
12. Säure aus Vorverdampfer
13. Fallwasser
14. Pumpenwasser
15. Lutterwasser
16. A-Kolonne

### III. Fertigprodukte

#### 1. Isopropylalkohol

- a) Proben vom Lauf zur Betriebskontrolle
- b) Proben aus der Vorlage
- c) Versandproben aus Kesselwagen

#### 2. Ethylalkohol

- a) Proben vom Lauf zur Betriebskontrolle
- b) Proben aus der Vorlage
- c) Versandproben aus Kesselwagen

#### 3. Fuselöl

- a) Proben vom Lauf zur Betriebskontrolle
- b) Versandproben

#### 4. Dilanol

- a) Proben aus der Dilanolreinigung
- b) Versandproben

#### 5. Äther

- a) Proben vom Lauf zur Betriebskontrolle
- b) Versandproben

### IV. Besondere Untersuchungen

#### 1. Ketonbestimmung

Grundsätzliches zur Probenahme:

An jeder Probestelle sind täglich 2 mal Proben zu nehmen. Ist wegen eines Stillstandes der Anlage die Probenahme nicht möglich, so werden die Proben frühestens eine Stunde nach dem Anfahren des Betriebes genommen. In jedem Falle ist der Grund für das Fehlen einer Bestimmung genau anzugeben.

Werden die Proben aus Standgläsern oder längeren Zuleitungen genommen, so muss man vor der eigentlichen Probenahme erst die Flüssigkeit, die noch von der letzten Probenahme im Standglas oder in der Leitung steht, ablaufen lassen.

Frischeure

Farbe

Bestimmung der Wichte bei 15°, Errechnung der %  $H_2SO_4$  an Hand der Tabelle.

Bestimmung der Konzentration durch Titration.

Rund 1 g der Probe wird in einem Erlenmeyer eingewogen, mit Wasser verdünnt und mit 1-n-Natronlauge titriert.

Berechnung:

$$\% H_2SO_4 = \frac{\text{Verbrauch an Natronlauge} \cdot 4,9}{\text{Einwaage}}$$

Beispiel:

Einwaage 0,9875 g

Verbrauch an 1/1-n-Natronlauge 15,2 ccm

$$\% H_2SO_4 = \frac{15,2 \cdot 4,9}{0,9875} = 75,3$$

Wenn  $SO_2$ -Geruch zu beobachten ist, so ist das im Protokoll anzugeben.



I. 2.

Naionlange:

Die Ermittlung der Konzentration erfolgt gleichfalls mit Hilfe der bei 15° bestimmten Wichte.

- 5 -

00278

## II. 1.

Ester aus Tank: (Wichte bei 20°).

Nach längerem Stehen setzt sich zuweilen auf dem Ester eine Schicht ab, daher ist der Ester vor dem Zinwägen gut zu durchmischen. Dann werden 100 g der Probe in einen 1 l-Kolben ein gewogen, mit 160 cm<sup>3</sup> Wasser versetzt und gut durchmischt. Der Alkohol wird abdestilliert. Zum Schluss lässt man noch 5 Minuten bei 100° kochen. Das Destillat wird solange mit gekörntem Kaliumcarbonat versetzt und geschüttelt, bis ein fester Rückstand von ungelöstem Carbonat auftritt. Pulverförmiges Kaliumcarbonat ist ungeeignet, da sich damit keine scharfe Trennschicht erzielen lässt. Die obere Schicht wird in dem mit Messstellung versehenen Schüttelsylinder abgelesen.

Berechnung des Alkohols:

Gewichtsprozent ROH = cm<sup>3</sup> obere Schicht · 0,8.

Der nach der Destillation im Kolben verbleibende Säurerest wird im gleichen Kolben zurückgewogen, bei 15° gespindelt und der H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Gehalt wird von der Tabelle abgelesen.

Berechnung der Schwefelsäure im Ester:

Gewichtsprozent H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> =  $\frac{\text{Säurerückwaage} \cdot \% \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ aus Tabelle}}{100}$

Beispiel:

Einwaage 100 g

obere Schicht im Destillat

nach Aussalzen mit Kaliumcarbonat: 24 cm<sup>3</sup>

Gewichtsprozent ROH 24 · 0,8 = 19,2 %

Säurerückwaage : 156 g

Wichte bei 15° 1,315. 40,9 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Gew.-% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> =  $\frac{156 \cdot 40,9}{100} = 63,9 \%$

II. 2.

Ester nach Fischer

Wichte bei 20°

600 g werden in einen 1 l-Kolben eingewogen. Der Alkohol wird abdestilliert (Siedepunkt 100°) und mit Kaliumcarbonat ausgesalzen.

Berechnung des Alkohols:

$$\text{Gew.-% ROH} = \frac{\text{ausgesalzene cem (obere Schicht)} \cdot 0,8}{6}$$

Der nach der Destillation im Kolben verbliebene Säurerest wird im gleichen Kolben zurückgewogen, bei 15° gespindelt und der H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Gehalt aus der Tabelle abgelesen.

Berechnung der Schwefelsäure nach Ester aus Fischer:

$$\text{Gew.-% H}_2\text{SO}_4 = \frac{\text{Säurerückwaage} \cdot \% \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ aus Tabelle}}{600}$$

Beispiel:

Einwaage: 600 g

obere Schicht im Destillat nach  
Aussalzen mit Kaliumcarbonat:

$$\text{Gew.-% ROH} : \quad 61 \text{ cem} \\ \frac{61 \cdot 0,8}{6} = 8,14 \%$$

Säurerückwaage : 521 g

Wichte bei 15° = 1,225; 30,5 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

$$\text{Gew.-% H}_2\text{SO}_4 = \frac{521 \cdot 30,5}{600} = 26,5 \%$$

II. 3.

Restsäure

Wichte bei 15° und Bestimmung des  $H_2SO_4$ -Gehaltes nach Tabelle.

Die Bestimmung des Alkoholgehaltes erfolgt genau so wie beim Ester nach Mischer (Abschnitt II. 2.).

II. 4.

Rohalkohol

Der Inhalt der Vorlagen 12 und 13 besteht gewöhnlich aus 2 Schichten. Es werden angegeben: Gesamthöhe der Flüssigkeit in der Vorlage und Höhe der oberen Schicht. Sind die Vorlagen bis zum Überlauf gefüllt, so beträgt die Gesamthöhe 135 cm.

Bestimmung des Alkoholgehaltes:

Obere Schicht:

100 ccm der Probe werden so lange mit gekörntem Kaliumcarbonat versetzt und geschüttelt, bis ein fester Rückstand von ungelöstem Carbonat auftritt. Die obere Schicht wird in dem mit Messteilung versehenen Schüttelzylinder abgelesen.

Berechnung des Alkoholgehaltes:

$$\text{Gew.-% ROH} = \frac{\text{ccm ausgesalzene Schicht} \cdot 0,8}{D_{20}^{20}}$$

Beispiel:

Zur Bestimmung eingesetzt: 100 ccm obere Schicht

Wichte der Probe bei 20° : 0,852

ausgesalzener Alkohol : 86 ccm

$$\% \text{ ROH} = \frac{86 \cdot 0,8}{0,852} = 80,7 \%$$

Untere Schicht:

Die Bestimmung des Alkohols erfolgt genau so wie in der oberen Schicht.

II. 5. und II. 6.

Blubbertopf, Kaskaden

Blubbertopf, Entgasung

1 cem wird mit 1-n oder 1/10-n-Schwefelsäure titriert.

Indikator: Methylorange.

$$\% \text{ NaOH} = \frac{\text{cem 1-n-H}_2\text{SO}_4 \cdot 4}{1,1}$$

$$= \frac{\text{cem 0,1-n-H}_2\text{SO}_4 \cdot 0,4}{1,1}$$

IX. 7.

Leuce vor Gasolverdampfung

Die Ermittlung der Konzentration erfolgt mit Hilfe der bei  
15° bestimmten Wichte.

10284



Wasser nach Gasolverdampfung

Bestimmung des  $p_H$ -Wertes.

II. 10.

Frischsäure

Die Säure wird nach Möglichkeit aus dem Hahn an der Säurepumpe entnommen, andernfalls aus dem Standglas am Dosiergefäß.

Für die Wichte bei 15° wird der Prozentgehalt an  $H_2SO_4$  aus der Tabelle abgelesen.

II. 11. und II. 12.

Fertigsäure und

Säure aus Vorverdampfer

Bestimmung des Prozentgehaltes aus der Wichte bei 15°.

0287

II. 13. und II. 14.

Fallwasser

Pumpwasser

Bestimmung des  $P_H$ -wertes.

0288

IX. 15.

Lutterwasser

Das Lutterwasser wird aus dem Probehahn im Innern der Anlage entnommen (nicht aus dem Abscheider im Freien). Die Probe wird in einen 1 l-Kolben singewogen, der Alkohol abdestilliert (Siedende 100°) und das Destillat ausgesalzen.

Gew.-% ROH =  $\frac{\text{ausgesalzene gem. 0,8}}{\text{Einwaage}} \cdot 100$

Besteht die Probe aus 2 Schichten, so ist die gesamte Menge zur Bestimmung einzusetzen.

Bestimmung des  $P_H$ -wertes:

Etwasige Öltröpfchen sind vor der Untersuchung durch Filtrieren zu entfernen.

II. 16.

A-Kolonne

**Benzolbestimmung:**

5 ccm der Probe werden in einem Eggertröhrchen mit 40 ccm Wasser geschüttelt, anschliessend wird die obere Schicht abgelesen. Eine scharfe Trennung der Schichten wird durch Zugabe einiger Körnchen Kochsals erreicht.

**Berechnung:**

Vol.-% Benzol = obere Schicht nach dem Schütteln(20).

**Beispiel:**

Eingesetzte Probe: 5 ccm

obere Schicht nach dem Schütteln: 3,4 ccm

Vol.-% Benzol:  $3,4 \cdot 20 = 68$  Vol.-%

Der Benzolgehalt wird für alle mit Probehähnen versehenen Kolonnenböden bestimmt. Ausserdem werden alle Thermometer der A-Kolonne abgelesen.

III.

Untersuchung der Fertigprodukte

Handelt es sich bei der Untersuchung der Fertigprodukte um die Betriebsüberwachung, so werden nur die wichtigsten Daten bestimmt.

Die Versandproben werden jedoch eingehender untersucht.



III. 1. a)

Isopropylalkohol

Proben vom Lauf zur Betriebskontrolle

Es werden bestimmt:

1. Wichte bei 15° (auf 4 Stellen genau).
2. Mischbarkeit mit Wasser.

Isopropylalkohol muss in jedem Verhältnis mit Wasser mischbar sein. Man gibt 10 ccm Isopropylalkohol in einen Schüttelsylinder und fügt zunächst tropfenweise Wasser hinzu, dann füllt man auf 20 ccm, 50 ccm, schliesslich auf 100 ccm Gesamtvolumen auf. Es darf in keinem Fall eine Trübung auftreten.

III. 1 b)

Proben aus der Vorlage

Angzugeben ist:

1. Wichte bei 15° (auf 4 Stellen genau)
2. Mischbarkeit mit Wasser
3. Brechungsindex bei 20° ( $n_D^{20}$ )
4. Säuresahl: mg KOH/100 ccm.

a)

III. 1 e)Verfahren zur Kesselwasser

1. Wichte bei 15°
2. Mischbarkeit mit Wasser
3. Brechungsindex bei 20°
4. Säurezahl mg KOH/100 ccm
5. Jodzahl
6. Gew.-% H<sub>2</sub>O
7. Siedeanalyse nach Krämer - Spilker.

6. Gew.-% H<sub>2</sub>O.

Die Wasserbestimmung mit Magnesiumnitrid nach Dietrich und Conrad beruht auf der Gleichung:  $Mg_3N_2 + 6 H_2O = 2 NH_3 + 3 Mg(OH)_2$  und der Bestimmung des gebildeten Ammoniaks.

Nach einer Einwaage von ca. 5 - 7 g Magnesiumnitrid in einen Erlenmeyerkolben wird ein Schliff aufgesetzt, an dem ein Tropftrichter und ein Tropfenfänger angeschmolzen sind. An den Tropfenfänger schliesst sich ein senkrecht stehender Kühler an. Die Verlängerung des Kühlers reicht bis zum Boden einer Saugflasche, die 50 ccm n/10-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> enthält und mit einer Wasserstrahlpumpe in Verbindung steht, um ein Zurücksteigen der Schwefelsäure während der Destillation zu verhindern. Die durchgesaugte Luft wird mit Chlorcalcium oder mit Bleigel getrocknet. Die Alkoholprobe (50 ccm) gibt man aus dem Tropftrichter zu dem Magnesiumnitrid. Man destilliert so lange, bis ein Stossen und Spritzen des Magnesiumnitrids auftritt. Dann wird der Überschuss der vorgelegten Schwefelsäure mit n/10-Natronlauge zurücktitriert.

Berechnung:

$$\text{Gew. - Wasser} = \frac{\text{Verbrauch an } H_2SO_4 \cdot 5,405}{50 \cdot \text{Dichte des Alkohols} \cdot 10}$$

Beispiel:

50 ccm Isopropylalkohol (D<sub>20</sub> = 0,786)  
50 ccm n/10-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> vorgelegt

b)

III. 1 e)

48,2 ccm n/10 NaOH zurücktitriert  
1,8 ccm n/10 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> verbraucht.

$$\text{Gew.-% Wasser} = \frac{1,8 \cdot 5,405}{50 \cdot 0,786 \cdot 10} = 0,025 \% \text{ H}_2\text{O}$$

Das zur Wasserbestimmung benutzte Magnesiumnitrid muss frei von Ammoniak sein. Zur Entfernung der letzten Ammoniakspuren gibt man das Magnesiumnitrid in eine heisse Porzellanschale und kühlt im Exsikkator über Phosphorpentoxyd (bei Anwesenheit von Calciumchlorid) ab.

III. 2 a)

Butylalkohol.

Proben vom Lauf zur Betriebskontrolle.

Es werden bestimmt:

1. Dichte bei 15°.
2. Trübungspunkt und Löslichkeit in Wasser.

Das System sek. Butylalkohol-Wasser besitzt eine Mischungslücke. Die untere Grenze der Mischungslücke liegt bei 20,00 Gew.-% sek. Butylalkohol und 80,00 Gew.-% Wasser (bei 20°). Zur Bestimmung des Trübungspunktes werden mit einer Pipette oder Bürette 25 cm<sup>3</sup> Butylalkohol und 80 cm<sup>3</sup> Wasser genau abgemessen und in ein 300 cm<sup>3</sup> fassendes Reagenzglas gegeben. Die Mischung wird in einem Wasserbad (300 cm<sup>3</sup> Becherglas) unter Umrühren langsam erwärmt bis eine Trübung auftritt. Die dazu gehörige Temperatur wird an einem in zehntel Grade geteilten Thermometer abgelesen. Wenn die Mischung bei Zimmertemperatur schon trübe ist, muss sie zur Ermittlung der Trübungstemperatur langsam abgekühlt werden bis die Trübung verschwindet. Nach der Messung füllt man das Reagenzglas fast bis zum Rand mit Wasser auf und mischt gut durch. Es darf jetzt keine Trübung mehr vorhanden sein.

Das oben angegebene Mischungsverhältnis entspricht einem 20,15 %igen Alkohol. Die Abweichung von dem vorgeschriebenen Prozentgehalt von 20,00 % kann aber bei der Bestimmung des Trübungspunktes vernachlässigt werden.

III. 2 b)

Proben aus der Vorlesung

Angabe ist:

1. Wichte bei 15°.
2. Trübungspunkt und Löslichkeit in Wasser. (III. 2 a).
3. Brechungsindex bei 20° ( $n_D^{20}$ ).
4. Säuresahl mg KOH/100 ccm.

00297

III. 2 c)

Vergandproben aus Kesselwasser

1. Wichte bei 15°.
2. Trübungspunkt und Löslichkeit in Wasser. (III 2 a) 2).
3. Brechungsindex bei 20°.
4. Säuresahl mg KOH/100 cem.
5. Jodzahl.
6. Gew.-% H<sub>2</sub>O (vergl. III. 1 c).
7. Siedeanalyse nach Krämer - Spilker.



III. 4 a)

Proben aus der Diäthylreinigung

1. Farbe
2. Wichte bei 15°
3. Siedeanalyse (ASTM): Es ist anzugeben, wann Schwärzfärbung und SO<sub>2</sub>-Geruch auftritt.

00299

**Äther**

**Proben von Lauf zur Betriebskontrolle**

**1. Vol.-% Alkohol.**

100 ccm der oberen Schicht aus dem Ätherwäscher werden mit 200 ccm Wasser geschüttelt. Nach der Trennung der Schichten wird die obere Schicht abgelesen (= Vol.-% Äther). Zieht man diesen Wert von 100 ab, so erhält man den Gehalt an Alkohol.

Die Ausbildung einer scharfen Trennschicht wird durch Zusatz einiger Körnchen Kochsals nach dem Schütteln erreicht.

**2. Vol.-% Wasser.**

100 ccm Äther werden mit 100 ccm Benzol (Motorenbenzol) versetzt und in Wasserbestimmungsapparat nach Hofmann/Marcussen zum Sieden erhitzt. Nach ungefähr einer halben Stunde vergrössert sich die abgeschiedene Wasserschicht nicht mehr. Die abgelesenen ccm geben den Wassergehalt in Vol.-% an.

a)

III. 5 b)Versuchsprotokoll

1. Farbe.
2. Wichte bei 15°.
3. Vol.-% Alkohol (vergl. Abschnitt III. 5 a).
4. Vol.-% Wasser. (III. 5 a).
5. OH-Zahl.
6. Jodzahl.
7. Prüfung auf Peroxyde.
8. Dampfdruck nach Reid.
9. Abdampftest.
10. Siedeanalyse (ASTM).

5. OH-Zahl.

Die zu untersuchende Substanz wird in einen 100 ccm Rundkolben eingewogen. Die Einwaage ist so zu wählen, dass ein mindestens 100 facher Überschuss an Acetylchlorid vorhanden ist. Im allgemeinen ist eine Einwaage von 0,2 g ausreichend. Die Probe wird in 5 ccm trockenem Pyridin gelöst und mittels der Deros-Bürette mit 5 ccm 1 - 1,5 molarer Acetylchlorid-Lösung versetzt, wobei die Spitze der Bürette nahezu in die Lösung eintaucht. Man hat darauf zu achten, dass von dem Reaktionsprodukt zwischen Pyridin und Acetylchlorid nichts an der Bürette hängen bleibt. Darauf wird der Kolben mit einem gut schliessenden Gummistopfen verschlossen und 5 Minuten im Wasserbade unter ständigem Schütteln auf 65 - 70° erhitzt. Man kühlt dann unter der Wasserleitung ab, gibt 10 ccm Wasser hinzu und schüttelt kräftig durch und erhitzt noch 5 Minuten. Nach dem Abkühlen wird der Kühler mit Wasser gut durchgespült und die Mischung nach Zusatz von Phenolphthalein mit n/2-alkohol. KOH titriert. Die S.Z. der Probe ist gesondert zu bestimmen. Ein Blindversuch ohne S-Einwaage ist in der gleichen Weise durchzuführen.

Berechnung:

$$\text{OH-Zahl} = \frac{(\text{Blindversuch} - \text{Hauptversuch}) \cdot 28,055}{\text{Einwaage}} + \text{S.Z.}$$