

AT 244/Bst.
Dr. Ko/Pr.

Diskussion zu Referat Nr. 5

Verschiedene Rückfragen:

Die Frage des Säureschutzes stellt bei den AT-Anlagen wegen des Bau-Volumens einen Engpass dar. Die Bauherren haben zu spät Unterlagen erhalten, wie die Säureschutzarbeiten durchgeführt werden müssen.

Obering. Palmer:

Die Betriebsergebnisse des Säureschutzes in Leuna standen verhältnismäßig erst spät zur Verfügung. Wegen der Besonderheit des angreifenden Produktgemisches, Schwefelsäure vermischt mit Säureteer und Kohlenwasserstoffe, ist es bei der Rohstofflage im Kriege sehr schwierig, ein Säureschutzverfahren zu finden, das den betrieblichen Anforderungen gerecht wird. Es standen daher der Klärung dieser Frage sehr viele Schwierigkeiten im Wege. Diese konnten erst durch langwierige Verhandlungen und Besprechungen geklärt werden.

Dipl.-Ing. Fischer:

Wie geschieht die Auskleidung senkrechter Flächen bei Säuregruben etc. ?

Dr. Henning:

Das Mauerwerk darf nicht an Folien geklebt werden sondern muss "selbsttragend" ausgeführt werden. Die Mauerarbeiten müssen so sorgfältig durchgeführt werden, dass zwischen den Steinen und der Folie keine Hohlräume entstehen. In diesen Hohlräumen würde sich die durch das Mauerwerk dringende Säure sammeln und das Mauerwerk von der Folie abspalten.

AT 204/Art. 1
Dr. KG/Pz

Referat Nr.: 5

Referant: Dr. Ing. A. Henning

Thema: Säureschutz in AT-Anlagen

In den letzten abschliessenden Besprechungen ist, soweit für den Säureschutz Kunststoff-Folien oder Anstriche mit Lacken infragekommen, das Schwergewicht auf Kunststoffe und Lacke mit Basis Polyvinylchlorid gelegt worden. Hierzu gaben folgende Überlegungen Anlass: Schwefelsäure tritt in den verschiedensten Konzentrationen und Temperaturen auf, wobei an vielen Stellen die Beständigkeit der normalerweise für Schwefelsäure vorgesehenen Kunststoffe nicht mehr ausreichend ist, wenn nicht ein zusätzlicher Schutz durch Ausmauerung vorgenommen wird. Bei Konzentrationen über 90 % waren sowohl Oppanolfolien als auch Kunststoff-Folien auf Polyvinylchloridbasis im direkten Angriff nicht mehr als beständig zu bezeichnen. In welchem Umfang die abbremsende Wirkung von aufgelegtem Mauerwerk zurücklichtigt werden kann, lässt sich wohl bezüglich der Temperaturen errechnen, bezüglich des chemischen Angriffes kann man aber nur Erfahrungen sammeln. Diese Erfahrungen liegen zur Zeit noch nicht in genügendem Umfang vor. Nun ist bei der AT-Schwefelsäure eine besondere Erschwernis, dass diese Säure nicht rein ist, sondern Kohlenwasserstoffe in verschiedener Form enthält. (Olefine, Paraffine). Diese Kohlenwasserstoffe wirken auf Oppanol, Bitumina und bituminöse Anstriche zersetzend, erweichend bzw. sogar lösend. Da diese Wirkung durch aufgelegtes Mauerwerk nicht abgebremst werden kann, haben wir empfohlen, überall dort, wo Säure mit starken Gehalten an Kohlenwasserstoffen auftritt, kein Bitumina, bituminöse Anstriche oder Oppanolfolie zu verwenden, sondern hier Kunststoffe auf Basis Polyvinylchlorid zur Anwendung zu bringen. Es besteht durchaus die Möglichkeit, dass auch diese Kunststoffe nicht als restlos beständig anzusehen sind, jedoch sind sie unter den vorliegenden Umständen auf alle Fälle überlegen. Es sind die besten Kunststoffe, die uns für diesen Zweck zur Zeit zur Verfügung stehen.

In Versuchsversuchen, die in allgemeinen über 6 Wochen gingen, wurden bei den verschiedensten Säurekonzentrationen mit verschiedenen Kohlenwasserstoffgehalten vergleichende Versuche mit Folien aus Polyvinylchlorid-Kunststoffen und Oppanol durchgeführt. (Polyvinylchlorid-Kunststoffe: Glaxol, Igallit, Mipolan, Decolith, Gattasyl usw.)

Dr. Ing. A. Henning
Dr.-Kd/Pz

Referat Nr.: 5

Referant: Dr. Ing. A. Henning

Thema: Säureschutz in AT-Anlagen

In den letzten abschliessenden Besprechungen ist, soweit für den Säureschutz Kunststoff-Folien oder Anstriche mit Lacken infragekommen, das Schwergewicht auf Kunststoffe und Lacke mit Basis Polyvinylchlorid gelegt worden. Hierzu gaben folgende Überlegungen Anlass: Schwefelsäure tritt in den verschiedensten Konzentrationen und Temperaturen auf, wobei an vielen Stellen die Beständigkeit der normalerweise für Schwefelsäure vorgesehenen Kunststoffe nicht mehr ausreichend ist, wenn nicht ein zusätzlicher Schutz durch Aufmauerung vorgenommen wird. Bei Konzentrationen über 90 % waren sowohl Oppanolfolien als auch Kunststoff-Folien auf Polyvinylchloridbasis im direkten Angriff nicht mehr als beständig zu bezeichnen. In welchem Umfang die abbremsende Wirkung von aufgelegtem Mauerwerk berücksichtigt werden kann, läst sich wohl bezüglich der Temperaturen errechnen, bezüglich des chemischen Angriffes kann man aber nur Erfahrungen sammeln. Diese Erfahrungen liegen zur Zeit noch nicht in genügendem Umfang vor. Nun ist bei der AT-Schwefelsäure eine besondere Erschwernis, dass diese Säure nicht rein ist, sondern Kohlenwasserstoffe in verschiedener Form enthält. (Olefine, Paraffine). Diese Kohlenwasserstoffe wirken auf Oppanol, Bitumina und bituminöse Anstriche zersetzend, erweichend bzw. sogar lösend. Da diese Wirkung durch aufgelegtes Mauerwerk nicht abgepremt werden kann, haben wir empfohlen, überall dort, wo Säure mit starken Gehalten an Kohlenwasserstoffen auftritt, kein Bitumina, bituminöse Anstriche oder Oppanolfolie zu verwenden, sondern hier Kunststoffe auf Basis Polyvinylchlorid zur Anwendung zu bringen. Es besteht durchaus die Möglichkeit, dass auch diese Kunststoffe nicht als restlos beständig anzusehen sind, jedoch sind sie unter den vorliegenden Umständen auf alle Fälle überlegen. Es sind die besten Kunststoffe, die uns für diesen Zweck zur Zeit zur Verfügung stehen.

In Versuchsversuchen, die im allgemeinen über 6 Wochen gingen, wurden bei den verschiedensten Säurekonzentrationen mit verschiedenen Kohlenwasserstoffgehalten vergleichende Versuche mit Folien aus Polyvinylchlorid-Kunststoffen und Oppanol angestellt. (Polyvinylchlorid-Kunststoffe: Vinidur, Isalit, Ripolan, Decolith, Guttasyn usw.)

076

02032

AT 244/Erf.
Dr. K. B. P.

Referat Nr. 5

Für die angegebenen Versuche wurde Igelit von Bitterfeld verwendet und zwar besonders die Masse, die im gleichen Ansatz von Troisdorf für den Säureschutz in den AT-Anlagen in vielen 1000 qm angefertigt wird. Eindeutig zeigt sich die Überlegenheit dieser Kunststoffe gegenüber Oppanol, besonders wenn bei hohen Konzentrationen hoher Gehalt an Kohlenwasserstoffen vorliegt, z.B. bei Rohsäure mit 85-87 % und 110-130 g/l. Während ORG nach 35 Tagen unter Quellerscheinungen und Blasenbildungen stark erweicht, waren an den Igeliten in gleicher Versuchszeit keine merklichen Veränderungen festzustellen.

Grundsätzliches beim Säurebau:

Niemals säurefeste Ausmauerung auf ungeschützten Beton, Stahlbeton oder Mauerwerk. Ist damit zu rechnen, dass wie in Kandeln, Gruben usw. eine dauernde Beanspruchung der Säure vorliegt, so Kunststoff-Folie; bei nur gelegentlichen Beanspruchungen auch Lacke auf Polyvinylchloridbasis, diese auch für das übrige Mauerwerk, Stahlkonstruktionen usw.

077

02033

AT 204/Bfr.
Dr. KB/Pf.

Diskussion zu Referat Nr. 5

Verschiedene Rückfragen: Die Frage des Säureschutzes stellt bei den H_2S -Anlagen wegen des Bau-Volumens einen Engpass dar. Die Bauherren haben zu spät Unterlagen erhalten, wie die Säureschutzarbeiten durchgeführt werden müssen.

O **Obering. Palmer:**

Die Betriebsergebnisse des Säureschutzes in Leuna standen verhältnismäßig erst spät zur Verfügung. Wegen der Besonderheit des angreifenden Produktgemisches, Schwefelsäure vermischt mit Säureteer und Kohlenwasserstoffe, ist es bei der Rohstofflage im Kriege sehr schwierig, ein Säureschutzverfahren zu finden, das den betrieblichen Anforderungen gerecht wird. Es standen daher der Klärung dieser Frage sehr viele Schwierigkeiten im Wege. Diese konnten erst durch langwierige Verhandlungen und Besprechungen geklärt werden.

Dipl.-Ing. Fischer:

Wie geschieht die Auskleidung senkrechter Flächen bei Säuregruben etc. ?

O **Dr. Henning:**

Das Mauerwerk darf nicht an Folien geklebt werden sondern muss "selbsttragend" ausgeführt werden. Die Maurerarbeiten müssen so sorgfältig durchgeführt werden, dass zwischen den Steinen und der Folie keine Hohlräume entstehen. In diesen Hohlräumen würde sich die durch das Mauerwerk dringende Säure sammeln und das Mauerwerk von der Folie absprennen.

078

02034

Referat Nr. 5.

Referent: Dr. Köhler

Thema: Alkylierung und Destillation.

Reaktionsbedingungen, Schwefelsäureverbrauch, Betriebsverfahren in der Destillation; Schwierigkeiten bei zu hohem C_3 - und C_4 -Gehalt.

Die Alkylierung und Destillationsanlage ist in Leuna seit März 1943 in Betrieb. Durchschnittlich laufen 8 Rührwerke für eine Produktion von 36 000 - 40 000 tate, das entspricht einer Belastung von 4 500 - 5 000 tate / Rührwerk. Damit sind die Rührwerke jedoch noch keineswegs ausgefahren. Versuche haben gezeigt, dass es möglich ist, die Rührwerke erheblich stärker zu belasten. Ausserdem beträgt der Oleringehalt, der in die Alkylierung gehen kann Dehydriergase nur 16 - 18%. Bei Erhöhung des Dehydriergasumsatzes könnte die Leistung der Rührwerke ohne Schwierigkeiten gesteigert werden.

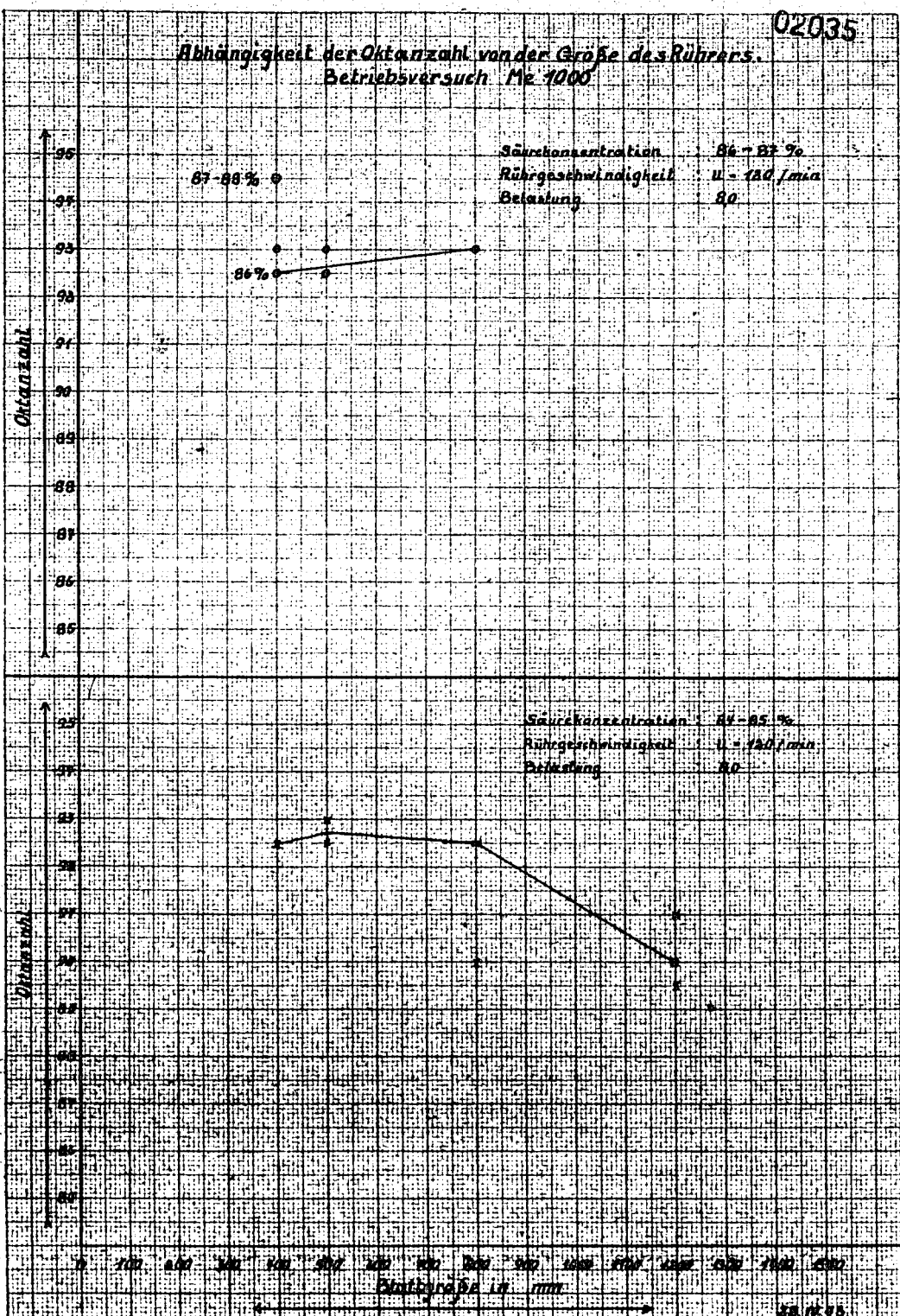
Der entscheidende Punkt in der Alkylierstufe ist der Schwefelsäureverbrauch. Wie wir heute wissen, wird der Säureverbrauch massgeblich beeinflusst von der Fahrweise der Dehydrieranlage. Beim Alkylieren mit Isobutylen, wie es anfangs bei der Umstellung des T 52-Verfahrens auf das AT-Verfahren durchgeführt wurde, lag der Säureverbrauch unter 15%. Nach Umstellung auf n-Butylen stieg der Säureverbrauch schlagartig auf 30% und stieg im Verlauf einiger Monate auf 45% an. Bei der Dehydrierung von n-Butan entsteht Butadien. Kleinversuche mit synthetischen Gemischen haben gezeigt, dass bereits ein Gehalt von 2% Butadien den Säureverbrauch auf 50% erhöht. Die Bildung von Butadien ist temperaturabhängig. Temperaturerhöhung in der Dehydrierung erhöht den Butadiengehalt und steigert sofort den Säureverbrauch. Die Senkung des Säureverbrauches konnte daher nur durch Temperaturerniedrigung in der Dehydrierung erreicht werden. Wie bereits berichtet, ist es uns gelungen durch Verbesserung der Kontakt- und Rauchgasverteilung und durch Kontakttrocknung die Dehydriertemperatur zu erniedrigen. Der Säureverbrauch in der Anlage fiel dadurch auf 20%. Bei der jetzigen Fahrweise entstehen in der Dehydrierung noch etwa 0,5% Butadien, d. s. 2,5 - 3% bezogen auf die Olefine. Seit einigen Monaten wird der Säureverbrauch bei 20% gehalten.

Man hat es eindeutig erwiesen, dass das in Dehydriergas vorhandene Butadien den Säureverbrauch stark erhöht, wurde versucht, die Butadien selektiv herauszuhydrieren. Es gelang im Kleinversuch mit Hydrierkontakten bei geringem Druck und erhöhtem Druck, das Butadien in Gegenwart von C_3 -Olefinen bis zu Butylen zu hydrieren. Im Kleinversuch gelang es in hochdruckarten Anlagen zu ergeben in der Alkylierstufe einen Säureverbrauch von 10 - 15%. Die drucklose Hydrierung von Dehydriergas wurde auch im Grossversuch studiert. Leider gelang es nur bei niedrigen Gasdrücken, einen Teil des Butadiens zu entfernen. Der Säureverbrauch konnte dabei nur um 5,5% erniedrigt werden. Da die drucklose Hydrierung ohne erheblichen Umsatz an Hydrierkontakt, die erforderliche, werden nur bei hohem Druck, die drucklose Hydrierung unter Druck durchgeführt. Im beschriebenen Versuch wird in der

078

02035

Abhängigkeit der Oktanzahl von der Größe des Rührers.
Betriebsversuch Nr. 1000



080

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

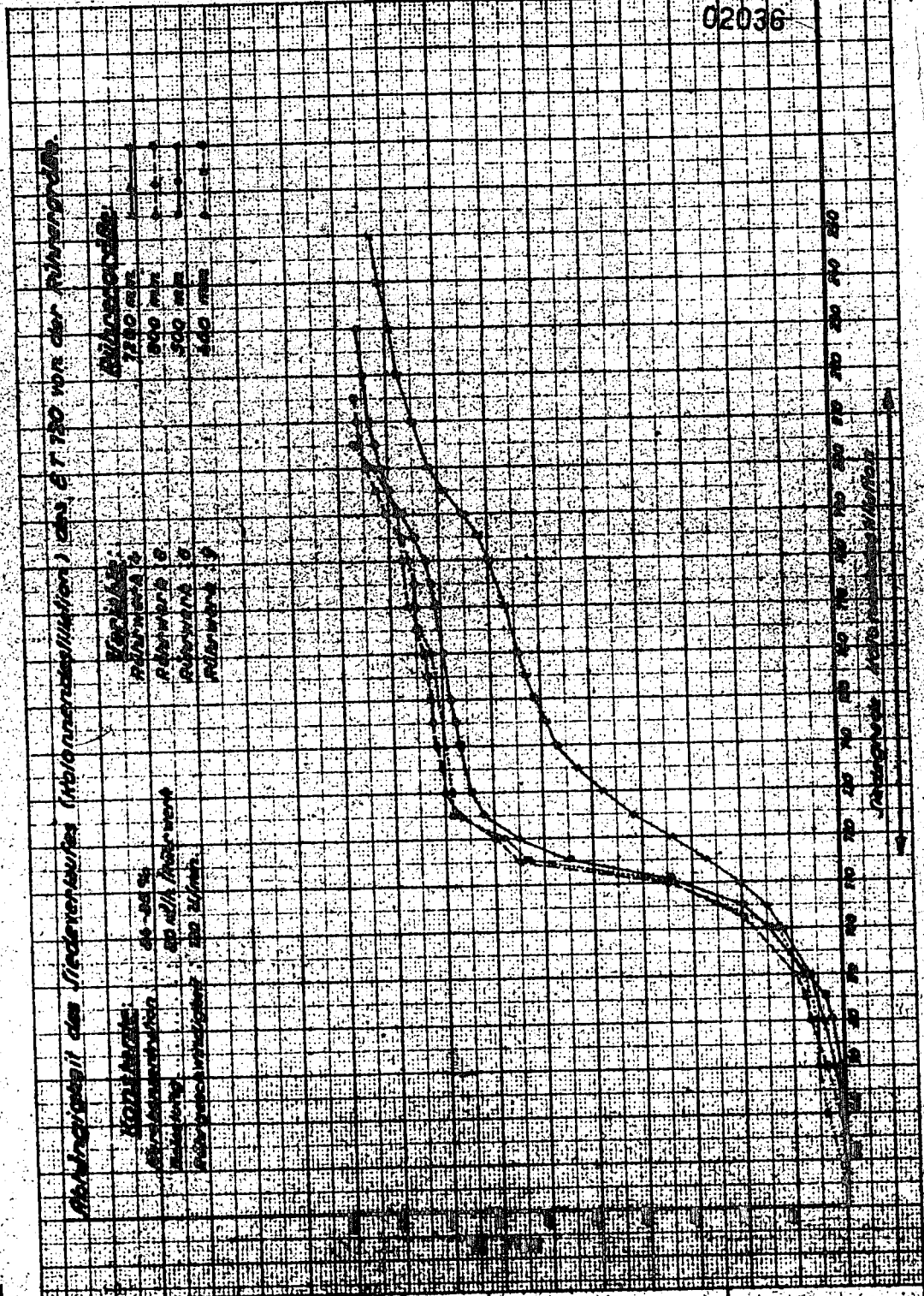
Bild 7

080

2810432

POOR COPY 12

02036



051

Ammoniakwerk Marzburg
Gesellschaft für chemische Industrie
Langen-Warten (1000 Marzburg)

Bild 2

081

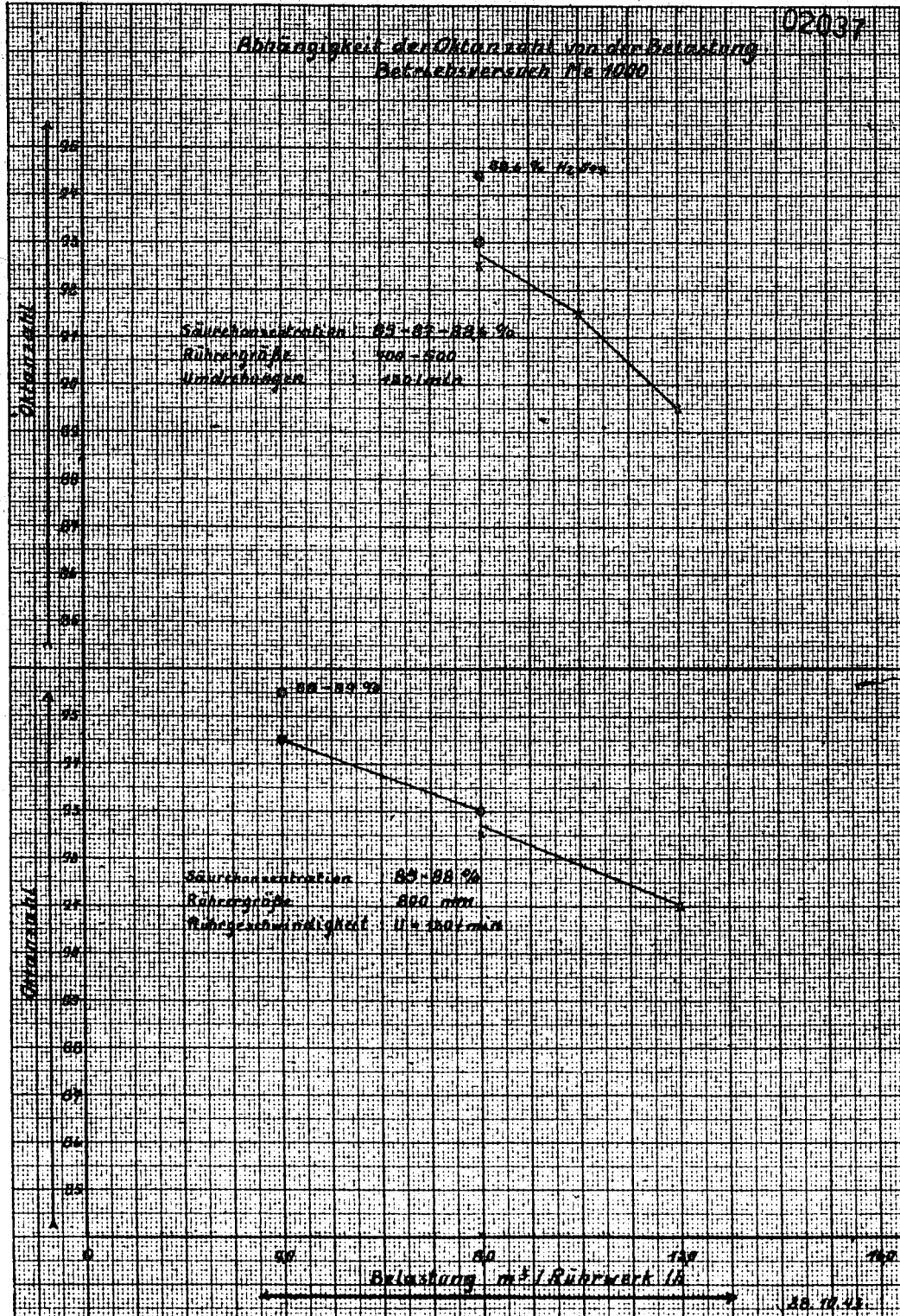
SK 107243

18. April 1958

POOR COPY 12

02037

Abhängigkeit der Oktanzahl von der Belastung
Betrachtsergebnis No 1000



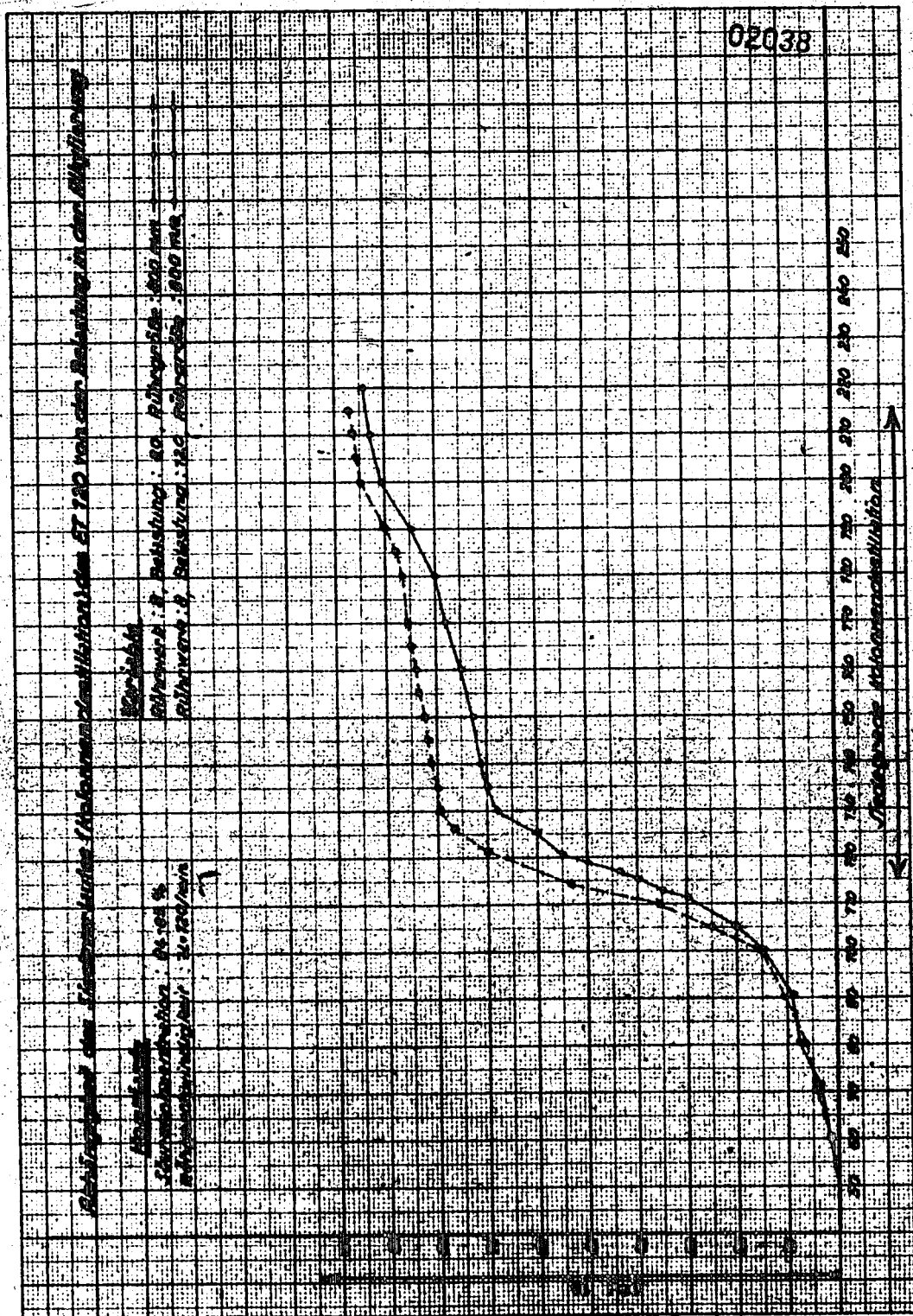
082

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Merseburg)
388 A4 (210x297 mm)

Bild 3 082 2810431

POOR COPY 12

L I L S X V O Y



Bestimmung der Temperaturabhängigkeit der spezifischen Heisswasserkapazität in der Ammoniaklösung

Versuchsaufbau:
 Flüssigkeit: 80% Ammoniaklösung, 20% Wasser
 Flüssigkeit: 80% Ammoniaklösung, 20% Wasser

Versuchsaufbau:
 Flüssigkeit: 80% Ammoniaklösung, 20% Wasser
 Flüssigkeit: 80% Ammoniaklösung, 20% Wasser

083

Ammoniakwerk Merseburg
 Gesellschaft für beschränkte Haftung
 Launa-Werke (Kraus Merseburg)

Bild 4

083

SK. 701243 z

19 April 1944

3417, A 4 (20x207 mm)

POOR COPY 12

nächsten Wochen durchgeführt werden. Wenn es gelingt, das Butadien in der Produktionsanlage selektiv aufzuhydrieren, so wäre eine weitere Möglichkeit gegeben, den Säureverbrauch zu erniedrigen.

Bei der Dehydrierung bilden sich auch geringe Mengen hochsiedender Öle aromatischen Charakters; auf die gebildeten Olefine bezogen etwa 1,0 Gew.-%. Diese Aromaten gelangen mit den C₄-Produkten in die Alkylierung. Da der Verdacht bestand, dass auch diese Aromaten den Säureverbrauch beeinflussen könnten, wurden diese Produkte in der Grossanlage vorübergehend durch Einschaltung einer Destillationskolonne entfernt. Die verflüssigten Dehydrierprodukte wurden in einer aus dem T 52-Verfahren freigewordenen Kolonne destilliert und die Aromaten im Sumpf der Kolonne abgezogen. Der Säureverbrauch blieb jedoch unverändert.

Im Hinblick auf den hohen Säureverbrauch wurden in der Anlage eine Reihe von Grossversuchen durchgeführt. Es wurden Versuche zum Studium des Einflusses

- a) der Grösse des gewählten Rührers,
- b) der Belastung der Alkylierung
- c) der Rührgeschwindigkeit

durchgeführt.

Auf Grund der halbtechnischen Versuche, die zur Planung der jetzigen Produktionsanlage führten, war eine Rührergrösse von 800 mm Durchmesser gewählt worden. Bei den Untersuchungen wurde die Rührergrösse von 400 mm bis 1200 mm variiert. Die besten Ergebnisse wurden bei 800 mm erzielt. Bei den gewählten Bedingungen lag die O.Z. bei 92,5 - 92, bis 120° gingen in der Kolonne 70% des Alkylates über.

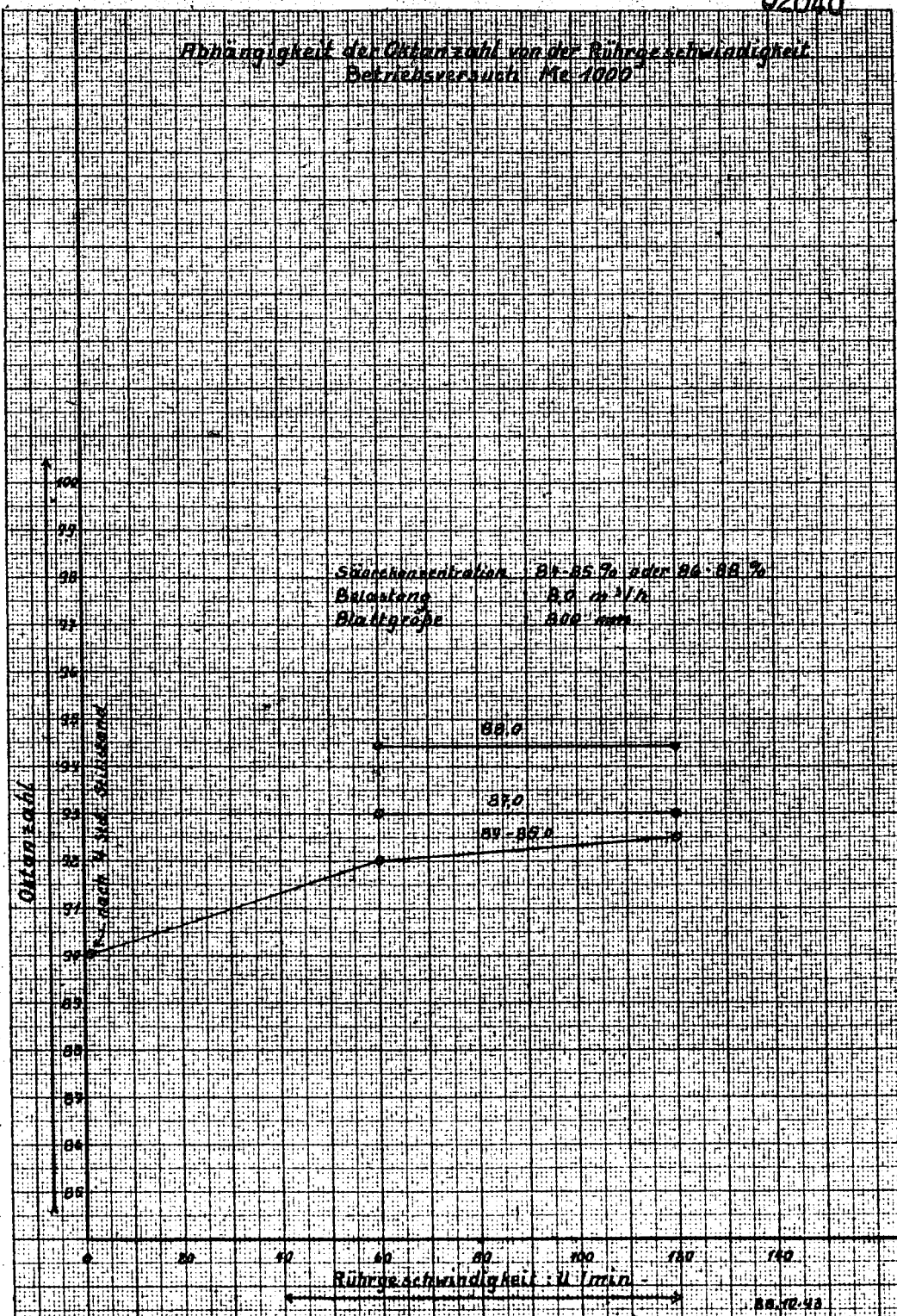
Vergrösserung des Blattührers auf 1200 mm verschlechterte die Produktqualität erheblich. Die O.Z. Zahl fiel auf 90, der Siedeverlauf wurde so schlecht, dass bis 120° nur noch 35% übergingen. Verkleinerung des Rührers bis auf 500 mm brachte keine Verschlechterung der Produkteigenschaften, erst bei 400 mm trat eine geringe Verschlechterung ein. (Siehe Bild 1 und 2.)

Änderung der Belastung der Rührwerke.

Es wurden Belastungen 4,0, 8,0 und 12,0 m³/h/Rührwerk gefahren. Mit steigender Belastung sinkt die O.Z., und die Produktzusammensetzung verschlechtert sich. Z.B. beträgt die O.Z. bei 4-facher Belastung 94,5 und fällt bei 12-facher Belastung bis auf 91. Bei der Belastung 8,0 m³/h/Rührwerk, wie sie der Anlage zugrunde gelegt ist, beträgt bei der gefahrenen Säurekonzentration von nur 85 - 88% die O.Z. noch 93,0. (Siehe Bild 3 und 4.)

02040

Abhängigkeit der Oktanzahl von der Rührgeschwindigkeit.
Betriebsversuch Me 1000



085

Ammoniakwerk Merseburg.
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Leuna-Werke (Merseburg)
Vollgas

Bild 5

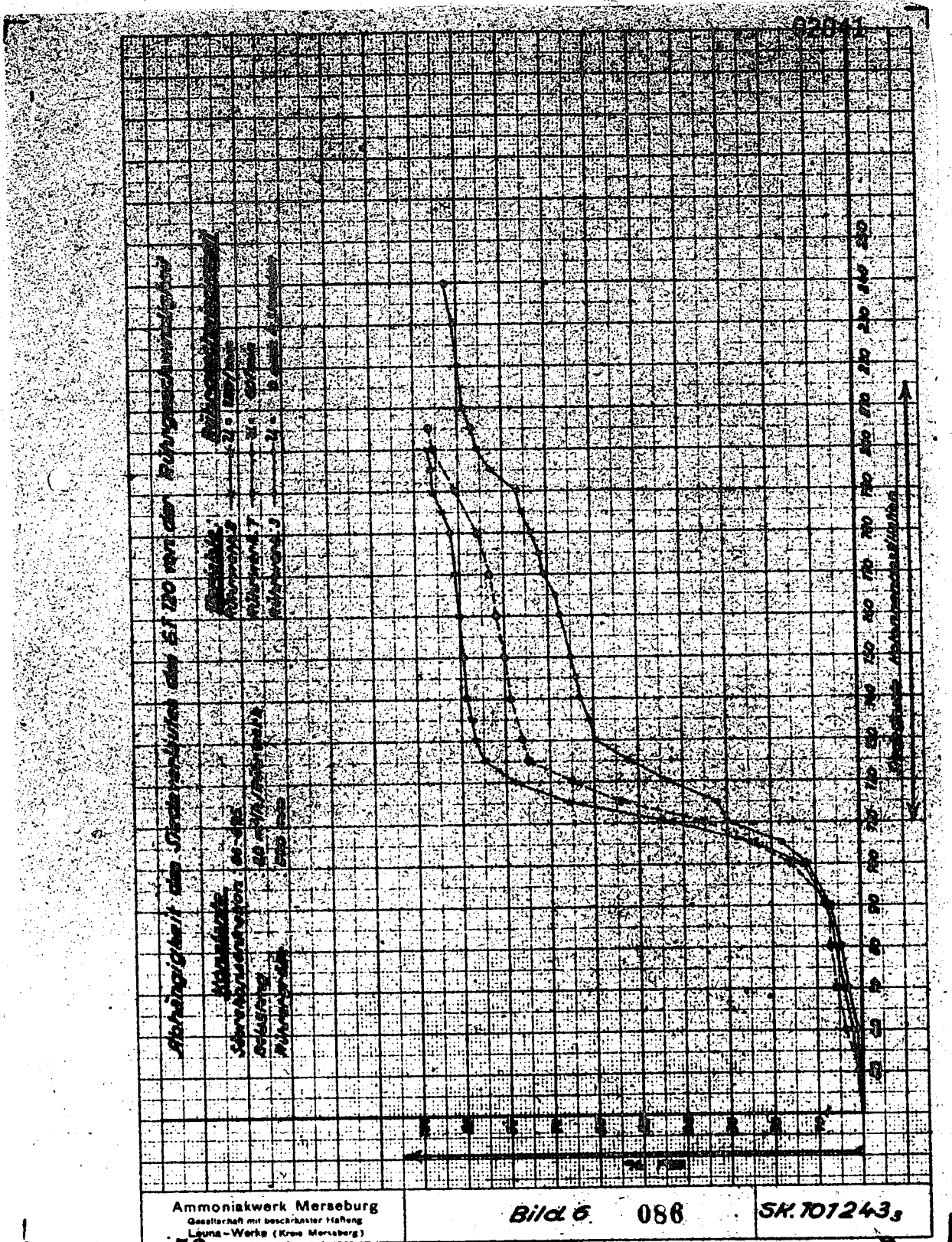
065

2810433

388 A4 (210x297 mm)

POOR
COPY

12



19 April 1950 241 1/4 A4 (210x297 mm)

POOR
 COPY

12

02042

AT 214/1972, - Versuch Nr. 4
Dr. K3/Pz.

Änderung der Rührgeschwindigkeit.

Die Rührgeschwindigkeit wurde von 120 U/min bis 0, d.h. bis zum völligen Stillstand des Rührers variiert. Mit steigender Rührgeschwindigkeit steigt die O.Z.. Im Bereich von 60 - 120 ist die Änderung jedoch ganz unwesentlich. Dagegen fällt die O.Z. bei völligem Abstellen des Rührers, d.h. bei Rührgeschwindigkeit 0 stark ab. Nach 4-stündigem Stillstand wurden O.Z. von nur 90 festgestellt. Ähnlich verhält sich die Produktzusammensetzung. Die besten Werte liegen bei 120 U/min; bis 120° gehen in der Kolonne 80% des Alkylates über.

Nach 4-stündigem Abstellen des Rührers war die Produktanalyse sehr schlecht, bis 120° gingen nur noch 4% des Alkylates über. Steigerung der Rührgeschwindigkeit über 120 U/min dürfte keine Verbesserungen ergeben.

Zusammenfassung der Grossversuche.

Die Grossversuche in der AT-Anlage haben gezeigt, dass die günstigsten Ergebnisse mit Rührern von 800 mm und bei Rührgeschwindigkeiten von 120 U/min erzielt wurden. Die Auslegung der Anlage mit der Belastung von 8,0 m³/h/Rührwerk ergab ebenfalls befriedigende Resultate. Steigerung der Belastung bis auf 12,0 m³/h führt zur Verschlechterung der Produktqualität. Die bei der Planung auf Grund der halbtechnischen Versuche zugrunde gelegten Grössen entsprechen im wesentlichen den optimalen Bedingungen.

Weiterhin wurde der Einfluss des S-Gehaltes der techn. Butane auf den Säureverbrauch untersucht.

Versuchsbedingungen und Ergebnisse.

Der S-Gehalt der in der AT-Anlage verarbeiteten Butane beträgt max. 30 - 40 mg org. S/m³ Gas; der S-Gehalt im n-C₄H₁₀ liegt nach den gefundenen Werten etwas höher als im i-C₄H₁₀. Der org. S wird in der Dehydrierstufe der Anlage teilweise zu H₂S reduziert.

Auf Grund der Ergebnisse von Kleinversuchen wurde versucht, durch Einbau von NaOH-Wäschen den organ. S und den H₂S zu entfernen. Es wurden 3 Grossversuche gefahren:

- 1.) Waschversuch mit 15 - 20 %iger NaOH in der Gasphase
- 2.) Waschversuch mit 15 - 20 %iger NaOH in flüssiger Phase bei 30° und 3 - 4 atü
- 3.) Waschversuch mit 15 - 20 %iger NaOH in Flüssigphase bei 5° und 0,3 - 0,5 atü.

Die Grossversuche ergaben folgende Resultate: In allen Fällen wurde das n-C₄H₁₀ - i-C₄H₁₀-Gemisch mit 15 - 20 %iger NaOH behandelt. Der erste Grossversuch wurde in Gasphase durchgeführt. Um zu dem besten Resultat zu kommen, wurde der Filterbehälter der AT-Anlage als Laugewäsche umgebaut. Das Dehydriergas wurde mit 120 U/min 15 - 20 %iger NaOH gemischt. Der Wascheffekt war gut.

087

12

Das Ausgangsgas der Laugewäsche gab mit Pb-Azetatpapier keine Färbung mehr. Der Schwefelwasserstoff wurde restlos ausgewaschen. Der Versuch wurde 14 Tage gefahren. Das Ergebnis war negativ. Der Säureverbrauch lag unverändert zwischen 27 - 30%. Nach 14 Tagen wurde die Wäsche wieder abgestellt. Der Säureverbrauch in der Alkylierung blieb unverändert bei 27 - 30%.

Die weiteren Grossversuche wurden in flüssiger Phase durchgeführt. Zu diesem Zwecke wurde die in der AT-Anlage vorhandene Reservelaugewäsche so geschaltet, dass das $n-C_4H_{10} - n-C_5H_{12}$ -Gemisch in flüssiger Phase gewaschen werden konnte. Die Wäsche erfolgte mittels Umlaufpumpe und Orificemischer sehr intensiv bei 30° C. Jedoch bleibt der H_2SO_4 -Verbrauch während der Versuchszeit unverändert bis 30%. Als letzter Grossversuch wurde noch das $n-C_4H_{10} - n-C_5H_{12}$ -Gemisch in 2 umgebauten Rührwerken mit 15 - 20%iger NaOH bei 5° C und 0,5 atü in Flüssigphase behandelt. Das Produkt wurde dann wie bei der Alkylierung mit dem Rührer innig vermischt und die NaOH umgepumpt. Nach den S-Bestimmungen sank der Gesamtschwefelgehalt von 1,3 mg S/100 g (d.s. 34 mg S/m³ Gas) im Eingang auf 0,85 mg S/100 g (22 mg S/m³ Gas) im Ausgang. Eine Erniedrigung des Säureverbrauches trat nicht ein. Der Säureverbrauch betrug unverändert 30 Gew. %. Die Versuche liefen mehrere Wochen.

Zusammenfassung:

Die in der Anlage durchgeführten Grossversuche ergaben einwandfrei, dass der Einbau von Laugewaschen, sowohl in Flüssig-, als auch in Gasphase den Säureverbrauch in der Alkylierung nicht beeinflusst. Es kann angenommen werden, dass die geringen Mengen der vorhandenen S-Verbindungen von max. 30 - 40 mg S/m³ Gas ohne Einflüsse auf den Verlauf der Alkylierung sind.

Zusammenfassend kann gesagt werden:

Es steht heute eindeutig fest, dass der Säureverbrauch in erster Linie von der Dehydrierung abhängt. Um den Säureverbrauch in der Anlage auf ca. 20/ zu halten sind folgende Massnahmen erforderlich:

- 1.) Änderung der Rauchgasverteilung und Kontaktverteilung nach den bereits geschilderten Methoden (Siehe Referat Nr. 2).
- 2.) Trocknung des Kontaktes.
- 3.) Verhinderung der Überstatung des Kontaktes.

Die zur Alkylierung verwendete Wäsche muss es 1-2%ig sein. Die Säure wird sie in 10-15%iger Konzentration verwendet. Die Wäsche wird bei 30° C bei 10-15%iger NaOH-Lösung bei 5° C durchgeführt. Wie schon erwähnt, trat bei diesen Versuchen keine Erniedrigung des Säureverbrauches ein. Der Säureverbrauch betrug unverändert 30 Gew. %.

Zusammenfassung:

Die in der Anlage durchgeführten Grossversuche ergaben einwandfrei, dass der Einbau von Laugewaschen, sowohl in Flüssig-, als auch in Gasphase den Säureverbrauch in der Alkylierung nicht beeinflusst. Es kann angenommen werden, dass die geringen Mengen der vorhandenen S-Verbindungen von max. 30 - 40 mg S/m³ Gas ohne Einflüsse auf den Verlauf der Alkylierung sind.

02044

AT 244/Erfr.
Pa. Nr. 122

Referat-Nr. 6

<u>Säurekonzentration</u>	<u>O.Z.</u>
92	95
88	93 - 94
85	93
82	92
80	unter 92

Es treten stärkere Nebenreaktionen auf, es bilden sich leichter und höher siedende Produkte. Zum Beispiel stieg der Gehalt an hochsiedenden Produkten mit 83 - 85%iger Säure von 1 - 2% bei 90% der Säure bis auf 5 - 8%. Weiterhin bilden sich ungesättigte Produkte, die Jodzahlen stiegen in der Anlage bei Säurekonzentration von 83 - 85 über 5g/100 g. Die vom HLM geforderten Reinheitsgrade können dann nicht mehr eingehalten werden. Es ist wichtig, die Säurekonzentration nicht unter 88% absinken zu lassen.

Hinsichtlich des Säureverbrauchs war nach den bisherigen Betriebserfahrungen kein Unterschied, ob mit 98 %iger Säure bis 92% oder mit 96 %iger Säure bis 90% gefahren wird.

Wie bekannt, wurde das Anfahren der AT-Anlage so vorgenommen, dass vorerst die Dehydrierung noch mit $i-C_4H_{10}$ betrieben wurde. Die bei der Alkylierung mit $i-C_4H_{10}$ erhaltenen Produkte waren von vorzüglicher Qualität. Die O.Z. betragen 96,5 bis 97,0; Vorlauf und Nachlauf entstanden praktisch nicht. Allerdings hatte die Säure noch 95% und der $i-C_4H_{10}$ -Spiegel lag bei 70 - 80 Vol.%. Auch die nach dem Umstellen der Dehydrierung anfangs erhaltenen Mischalkylate aus $i-C_4H_{10}$ und $n-C_4H_{10}$ waren von vorzüglicher Qualität. O.Z. 96 - 96,5; die Säurekonzentration lag allerdings noch sehr hoch bei 93 - 95 % und die $i-C_4H_{10}$ Konzentration betrug 55 - 65%.

Reaktionsbedingungen der Alkylierung.

Von grösster Wichtigkeit ist hier der Isobutanspiegel in der Alkylierung. Grundsätzlich gilt die Regel, je höher der $i-C_4H_{10}$ -Spiegel, desto niedriger der Säureverbrauch, desto besser die entstandenen Produkte.

Der $i-C_4H_{10}$ -Spiegel in der Alkylierung darf nicht unter 45 Vol.% absinken. Die Butantrennungsdestillation muss stets so betrieben werden, dass diese Bedingungen eingehalten wird. Im normalen Betrieb sind im Rührwerk folgende Verhältnisse erforderlich:

45 - 50 Vol. %	$i-C_4H_{10}$
12 - 15 Vol. %	Alkylat
2 - 3 Vol. %	C_3
1 - 2 Vol. %	C_5
Rest	$n-C_4H_{10}$

089

02045

AT 244/Krf.
Dr. Kf/Pz.

Referat Nr. 6

Entscheidend ist jedoch nur der $i-C_4H_{10}$ -Spiegel. Ein höherer Gehalt an C_3 oder C_4 -Kohlenwasserstoffen bringt keine Nachteile, solange der $i-C_4H_{10}$ -Spiegel 45 % beträgt. Weiterhin soll das Verhältnis der Säure : K.W. im Rührwerk 50 : 50 sein. Verschiebt sich dieses Verhältnis zu Gunsten der Säure, dann steigt der Säureverbrauch.

Destillationsanlage.

Über die Destillationsanlage, insbesondere über die bei uns durchgeführten Vergleiche der Raschigring- und Glockenbodenkolonne zur Trennung von Butan ist schon im letzten Erfahrungsaustausch berichtet worden. Dazu ist nichts Neues zu berichten. Schwierigkeiten sind durch die Bildung von SO_2 in der Destillation aufgetreten. In der Alkylierstufe entstehen besonders bei niedrigen Säurekonzentrationen Schwefelverbindungen, die sich in der Laugewäsche nicht neutralisieren lassen. In der Vordestillation werden diese bei der hohen Temperatur von $170 - 180^\circ$ im Verdampfer aufgespalten und das entstandene SO_2 geht mit über Kopf und gelangt mit dem Butan in die Butanabtrennung und Propankolonne. Weiterhin wird auch in den Benzinkolonnen, in der Redestillations- und in der Vorlaufkolonne nochmals SO_2 gebildet. Mit dem im Produkt vorhandenen Wasser bildet sich schweflige Säure und es treten Korrosionen auf, wenn das SO_2 nicht rechtzeitig neutralisiert wird. Wir hatten aus diesen Gründen in der Anlage anfangs Korrosionen an Reglern, Kondensatoren usw. Um das SO_2 zu neutralisieren, wurde 1 - 2 %ige Natronlauge eingespritzt. Jedoch gelang es nur, die Sumpfprodukte zu neutralisieren. Völlig beseitigt wurde das SO_2 erst nach Einspritzen von Ammoniak.

Es werden

0,3 - 0,4 hg/h in die Vordestillation

0,1 hg/h in die Redestillation

Ammoniak eingespritzt. Die Produkte werden dadurch schwach ammoniaklich, und die Korrosionen haben aufgehört. Leider treten jetzt Versetzungen mit $(NH_4)_2SO_4$ und $(NH_4)_2S$ in der Anlage besonders an den Reglern auf. Gelegentlich müssen auch Kondensatoren und Vorheizler umgestellt und gereinigt werden.

Betriebschwierigkeiten mit dem Butan von Hesselings und Brück.

Der hohe Gehalt an C_3 , 10 - 12%, führte zu einer Erhöhung des C_3 -Spiegels in der gesamten Anlage. Die Propankolonne war nicht in der Lage, die grossen Propanmengen zu entfernen. Der $i-C_4H_{10}$ -Spiegel in der Alkylierung fiel von 45 Vol.-% auf 36 - 38%. Dadurch stieg der Säureverbrauch bis auf 25%; die Produktionsqualität ging zurück.

090

POOR
COPY

12

02046

At 241 / Krf.
Dr. 10 / Pz.

Referat Nr. 6

Noch grösser waren die Störungen durch den S-Gehalt des
Brenner C_4H_{10} , der vorübergehend auf

13 - 14 mg S / 100 g C_4H_{10}

anstieg. In der Folge traten starke Verstopfungen an den
Vorheizern und Kondensatoren auf.

C_5 -Gehalt und Vorlauf.

Bei niedriger Säurekonzentration bilden sich C_5 - C_7 Kohlen-
wasserstoffe. Die C_5 Kohlenwasserstoffe gehen in der Vor-
destillation nur teilweise in das Benzin, obwohl im Rücklauf-
verhältnis von 1 : 0,8 gefahren wird. Ein Teil geht mit in
das Butan und damit in die Isolanlage und Dehydrierung, ohne
dass jedoch bisher Störungen auftraten. Die im Benzin vor-
handenen Spuren C_4 , C_5 - C_7 Kohlenwasserstoffe wurden bei
3,5 - 4 atü Betriebsdruck in Vorlaufkolonne herausdestil-
liert. Wird die Säurekonzentration bei 90% gehalten, dann
fällt fast kein Vorlauf an.

Wir konnten für mehrere Wochen die Nachstabilisierung ganz
stilllegen, ohne dass der Siedepunkt des Endproduktes unter
80° abfiel.

081

02047

AT 244/Brü,
Dr. Br./ca.

Beantwortung an Referat 6.

Dir. Dr. Ottens:

Es wurde erwähnt, dass das Brüxer Butan, das wegen Butanmangels in Mitteldeutschland in Leuna in der Alkylierung eingesetzt wurde, starke Schwefelablagerungen ergeben habe. Wurden in Leuna Analysen über den Schwefelgehalt gemacht, und wo haben sich die Verstopfungen bzw. Ablagerungen gezeigt?

Dr. Strätz:

In den Vorheizern der Butan-Trennkolonne setzten sich Eisensulfate, Ammonsulfate und Ammonsulfide ab und verstopften die Rohrbündel. Qualitative und quantitative Analysen über den Schwefelgehalt wurden in Leuna nicht gemacht. Es ist dringend zu raten, dass der Schwefelgehalt des Butans in Brüx vor dem Anfahren der AT-Anlage beträchtlich gesenkt wird.

Dir. Dr. Ottens:

Können die Ablagerungen durch Einblasen von Wasserdampf in den Kolonnensumpf vermieden werden?

Dr. Strätz:

Die Isomerisierung muss ein absolut wasserfreies Eingangsprodukt erhalten. Es ist daher das Einspritzen von Dampf nicht möglich. In AT-Anlagen ohne Isomerisierungsanlage, wie z.B. Brüx, könnte das Einblasen von Dampf angewendet werden. Betriebserfahrungen über die Verwendung von Einblase-Dampf liegen nicht vor. Das Wasser muss jedoch weitmöglichst vor der Dehydrierung wieder abgechieden, bzw. aus den Kreisläufen entfernt werden.

Dr. Hüttner:

Haben sich an den Böden der Kolonnen Ablagerungen von Ammonsulfat gezeigt?

092

02048

AT 244/Erfr.
Dr. Kd/Pz.

Diskussion zu Referat 6.

Dr. Strätz:

An den Kolonnenböden konnten bisher nennenswerte Ablagerungen nicht festgestellt werden.

Dir. Dr. Giessen:

Wie ist der hohe Schwefelgehalt des Bräuer Butans zu erklären?

Dir. Dr. Ottens:

Höchst wahrscheinlich kommt der Schwefel mit dem Gas aus der Sumpphase, wo die hohe Ausscheidung durch den Eisenkontakt veranlasst wird.

Dr. Fischer:

In Leuna wird das Gas der Hydrierung vor Abgabe an die Treibstoffbetriebe nochmals entschwefelt.

Dir. Dr. Ottens:

Man müsste unter diesen Umständen die Butane der Sumpphase der Gasphase zuleiten, da die Gasphase besser entschwefelt wird.

093

02049

AT 244/Erf.
Dr. K6/32

Referat Nr.: 7

Referent: Hr. Grenacher

Thema: Messtechnik der AT-Anlage (Betriebs Erfahrungen)

1) Mengenmessung:

a) Ovalradzähler:

Zur Messung der Einwangs- und Endprodukte für die Abrechnung der Konten sind Ovalradzähler von Bopp & Reuther eingesetzt. Sie haben sich zur Messung des n-Butans, des i-Butans, ferner für die Messung der Eingangsprodukte zu den Rührwerken (Butan-Butylengemisch, i-Kreislaufbutan, i-Frischbutan) als durchaus brauchbar erwiesen. Auch der Ovalradzähler, der den Produktausgang von der Regenwäsche misst, hat monatelang ohne Störung durchgehalten. Laufende Störungen haben wir an den Ovalradzählern, die in der Destillation eingesetzt sind. Für das Destillat der Propantrennkolonne scheint es hauptsächlich eine Materialfrage zu sein. Von den uns zur Verfügung stehenden Zählern erwies sich der aus Leichtmetall als zu weich. Der Zähler mit Bronzematerial war wegen des Ammoniakgehaltes des Produktes ungeeignet. Ein Zähler mit Ovalrädern aus Eisen zeigte Rostansatz, wenn auch nur in Spuren, die aber immerhin zu Störungen ausreichten. Besser geeignet wäre vermutlich V2A, was aber zur Zeit nicht ausprobiert werden kann. Am Destillat der Re-Destillation war merkwürdigerweise ein grosser Anfall von Schmutz festzustellen, obwohl das Produkt durch mehrere Kolonnen hindurchgegangen ist. Vielleicht sind es Verunreinigungen der Rohrleitungen. Sie haben es jedenfalls notwendig gemacht, eine Messscheibe statt des Ovalradzählers zu verwenden, die sogar jetzt durch eine Segmentscheibe ersetzt werden musste, die durch Schmutz weniger beeinträchtigt wird. Um die Störmöglichkeiten an den Ovalradzählern zu verringern, haben wir in Laufe der Zeit die Momentananzeigevorrichtung aus den Zählern entfernt. Eine besondere Art von Störungen trat an solchen Zählern auf, die vor die Tanks geschaltet waren. Bei Tankentpannung traten Vergasungen des Flüssigproduktes innerhalb der Zähler auf. Druckhalteventile (Druckregler) hinter dem Ovalradzähler haben diese Störungen beseitigt. Zur Absperrung sollten möglichst die Original-Ventile von Bopp & Reuther verwendet werden. Beim Absperrern der Zähler ist darauf zu achten, dass kein Flüssigkeitsdruck auf dem Zähler entsteht (Kolbenwirkung des Ventiles), der die Ovalräder verdrücken kann.

084

AT 244, Entf.
Dr. K.G. P.

Referat Nr. 7

b) Messschalben:

Die Kolonnen-Ein- und Ausgänge werden mit Messscheiben gemessen. Korrosionen sind an Scheiben bisher nicht beobachtet worden. Die Messleitungen sind mit dem Produkt gefüllt. Wo Gefahr besteht, dass das Produkt wasserhaltig sein kann, sind den Messleitungen Ölleitungen, die mit etwa 40 warmem Öl bespült werden, parallel geführt. Die Leitungen sind zusammen isoliert. Als Messgeräte sind Mengenschreiber und Mengenregler von Siemens & Halske eingebaut. Die Auswertung der Diagramme mit dem Wurzelplanimeter ergab keinerlei Nachteil. Zur Messung von Hoch- und Niederdruckdampf sind Ringwaagen eingesetzt. Die weitaus häufigste Art der Störungen tritt bei diesen Messungen an den Wirkdruckleitungen auf, durch Anfall von Wasser im Produkt. Da zwei hintereinander geschaltete Wasserabscheider das Wasser vom Messgerät nicht einwandfrei fernhalten, sind diese Abstreifer noch mit Zwischenwänden versehen worden. Zu einer Füllung der Wirkdruckleitungen mit Wasser haben wir uns noch nicht entschließen können, da dadurch das Abstreifen der Leitungen unmöglich gemacht und eine laufende Kontrolle der Ausgleichsgefäße auf richtige Füllung notwendig wird.

2) Analysen-Apparate:

Zur laufenden Überwachung des Betriebes sind noch eine Reihe von Analysen-Apparaten eingesetzt. Das Abgas vom Spaltofen wird mit einem beweglichen Wärmeleitgerät, das einen Messbereich von 0 - 25 % Wasserstoff hat, laufend untersucht. Störungen können auftreten durch mitgerissene Öltröpfchen. Sie werden durch Vorschalten eines Filters (Glaswolle) vermieden. Die Überwachung der Butan-Trenn-Kolonne erfolgt durch ein Gerät, das die Siedepunkte der Sumpf- und Kopfprodukte laufend anzeigt. Das Gerät, das von Dr. Lang entwickelt wurde, lässt das Kopf- bzw. Sumpfprodukt unter einem geregelten Druck von genau 800 mm Quecksilber sieden, wobei Quecksilber-Thermometer die sich dabei einstellenden Temperaturen anzeigen. 1 % Verunreinigung von n-Butan in i-Butan gibt eine Temperaturänderung von ca. 0,1 C. Um die Korrektur für den Propangehalt anzubringen, ist ein Pollux-Dichteschreiber für i-Butan mit besonders hoher Empfindlichkeit eingesetzt. In die Zuleitung zum Gerät von Dr. Lang sind Chlorkalium- und Glaswolle-Filter eingeschaltet. Die Zuleitung zum Pollux-Dichteschreiber wird beheizt. Zur Messung von Undichtigkeiten im Spaltofenbau ist ein sogenannter Butan-Schnüffler und zur laufenden Registrierung des Sauerstoffgehaltes im Wälgas ein Apparat, der 0 - 5 % Sauerstoff laufend registriert, eingesetzt, die beide auf dem Prinzip der Wärmetönung beruhen. Da das Wälgas keine verbrennbaren Bestandteile enthält, muss laufend eine kleine Menge Wasserstoff zugegeben werden.

02051

AT 244/Erfr.
Dr. KG/Pz

Referat-Nr. 7

Vor dem Kompressor ist ein Wärmetönungsapparat für 0 - 2 % Sauerstoff als Sicherheitsapparat eingeschaltet. Die Ein- und Ausgangsprodukte für die Spaltöfen werden durch Pollux-Dichteschreiber normaler Empfindlichkeit laufend überwacht.

3) Regelung:

a) Geräte:

Als Regelgeräte sind eingesetzt: Mengenregler, Druckregler, Temperaturregler und Standregler von Siemens & Halske, elektrische Temperatur- und elektrische Standregler von Dipl. Ing. Weis, Druckregler von Betriebskontrolle Leuna.

Das Eingangsprodukt zum Spaltöfen wird hinter dem Butan-Verdampfer durch einen Druckregler auf konstanten Druck gehalten. Vor den Öfen geschaltete Mengenregler halten den Ofeneingang konstant.

Zur Regelung der Kolonnen haben wir allgemein Mengen- und Temperaturregler eingesetzt, die Einspritzmenge und Einspritztemperatur (Temperaturregler hinter Vorwärmer) konstant halten. Mit Ausnahme der Kolonne IV (Redestillation) - wo durch einen Temperaturregler im Kopf der Kolonne bei steigender Temperatur der Rücklauf erhöht wird - wird der Rücklauf ebenfalls durch einen Mengenregler konstant gehalten. Um einen gleichmäßigen Kolonnendruck zu halten, regelt ein Druckregler die Kühlwassermenge zum Kondensator. Die abgehende Destillatmenge wird durch einen Standregler am Rücklaufbehälter geregelt.

Für die Regelung des Dampfes zum Verdampfer der Kolonnen sind drei verschiedene Arten von Regelungen verwendet. Bei der Stabil-Kolonne I (AT-Vordestillation), der Propan-Trennkolonne (III) und der Nachstabil-Kolonne (V) ist folgende Ausführung angewendet: Sicherheitsapparat eingeschaltet. Die Ein- und Ein-Temperaturregler, dessen Fühler in Gasrohr zum Verdampfer eingebaut ist, regelt den Dampf zum Verdampfer. Der Standregler vom Sumpf beeinflusst die abgehende Sumpfmenge.

5) Regelung: TRG Sumpf ~~zum Dampf zum Verdampfer~~
Schnell: TRG Sumpf ~~abgehende Sumpfmenge~~

a) Geräte: Als Regelgeräte sind eingesetzt: Mengenregler, Druckregler, Temperaturregler und Standregler von Siemens & Halske, elektrische Temperatur- und elektrische Standregler von Dipl. Ing. Weis, Druckregler von Betriebskontrolle Leuna.

Das Eingangsprodukt zum Spaltöfen wird hinter dem Butan-Verdampfer durch einen Druckregler auf konstanten Druck gehalten. Vor den Öfen geschaltete Mengenregler halten den Ofeneingang konstant.

Zur Regelung der Kolonnen haben wir allgemein Mengen- und Temperaturregler eingesetzt, die Einspritzmenge und Einspritztemperatur (Temperaturregler hinter Vorwärmer) konstant halten.

POOR
COPY

12

02052

AM 244/Erz.
Dr. Kb/Pz

Referat Nr. 7

Bei der Butan-Trenn-Kolonne Iia und Iib beeinflusst der Temperaturregler vom Sumpf die abgehende Sumpfmenge und der Standregler vom Sumpf den Dampf zum Verdampfer, wobei der Fühler vom Temperaturregler in den Sumpf eingebaut ist. Dieser Schaltung, die von Herrn Dipl. Ing. Weis ausgearbeitet und als Überkreuzschaltung bezeichnet wurde, liegt die Erkenntnis zugrunde, dass bei steigender Dampfmenge nicht die Temperatur des Sumpfes sondern zuerst der Sumpfstand beeinflusst wird. (Bericht Dipl. Ing. Weis).

Schema: TRg Sumpf ~~→~~ Dampf zum Verdampfer
StRg Sumpf ~~→~~ abgehende Sumpfmenge

Für die Butan-Trenn-Kolonne Iic und die Redestillationskolonne IV wird der Dampf zur Kolonne durch einen Mengenregler auf konstanter Menge gehalten. Der Standregler vom Sumpf beeinflusst wie bei den anderen Kolonnen die abgehende Sumpfmenge. Die Sollwerteneinstellung der Dampfmenge muss dabei von Hand erfolgen, was besonders nachteilig bei schwankendem Wärmehalt des Dampfes ist, insbesondere, da der Druckregler von Siemens & Halske für die Konstanzhaltung des Niederdruckdampfes nicht den Anforderungen gerecht wird. Der Druckregler derselben Firma für den Hochdruckdampf arbeitet zufriedenstellend. Störungen an den Mengen-, Temperatur- und Druckreglern selbst sind nicht aufgetreten. Beim Standregler traten Hemmungen an den beweglichen Teilen des Druckwandlers auf, die laufend zu Störungen führten. Verkrustungen an der Stopfbüchse waren vorübergehender Art.

b) Regelventile:

Den weitaus grössten Anteil der Störungen brachten die Ventile. Es handelt sich durchgehend um Korrosion und Verkrustungen am Sitz, die zu verschiedenen Zeiten verschieden stark waren und ein mehrmaliges Auswachsen der Ventile bedingten. Ungünstig in dieser Richtung ist sicher auch ein zu hoher Druckabfall am Ventil, evtl. Auftreten von Kavitation. Korrosion ist aufgetreten besonders an der Einspritzung der Kolonne I (Stabil-Kolonne). Sie ist behoben durch Zugabe des Ammoniaks vor dem Regelventil. Verkrustungen waren zu verzeichnen an der Kolonne II (Butantrennung) und auch am Destillat der Kolonne IV (Redestillation).

097

POOR
COPY

12

02053

AT 244/Erf.
Dr.K8/Pz.

Referat Nr. 8:

Referent: Dr. Strätz

Thema: Isomerisation.
Gegenwärtiger Stand, Betriebserfahrungen,
Umsatz, Kapazität.

Isomerisation:

Der Zweck der Isomerisation ist, den Überschuss an $n-C_4H_{10}$ im Rahmen der MS-Produktion in $i-C_4H_{10}$ überzuführen, um das $n-C_4H_{10}$ weswegen der Alkylat-Produktion zuzuführen.

Das in Leuna für die MS-Produktion entwickelte Verfahren arbeitet in Gasphase bei 25 - 100° mit $AlCl_3$ und HCl bei 16 - 17 atü.

Verfahrensbeschreibung:

Das aus der Butantrennung kommende $n-C_4H_{10}$ wird im Vorheiz-zer auf 110 - 120° erhitzt bzw. verdampft und über eine Mischdüse gemeinsam mit dem Kopfprodukt der HCl-Kolonne über einen Luftkühler dem Ofen zugeleitet. Das gasförmige Kopfprodukt der HCl-Kolonne enthält 75 - 80% HCl; im Eingang Ofen werden 10% HCl gehalten. Die Zugabe von HCl erfolgt aus Chlorwasserstoffbomben, die durch Erwärmen auf 40° in einem Wasserbad auf den erforderlichen Druck gebracht werden. Im Ofen strömt das $n-C_4H_{10}$ - HCl bei 95 - 100° und 16 - 17 atü Druck in Gasphase von unten nach oben durch die Raschigringschicht. Durch Spuren vorhandener bzw. sich durch Zersetzung bildender Olefine bildet das $AlCl_3$ eine schlammartige Molekülverbindung, die über die Raschigringschicht nach unten fließt. Der Schlamm wird diskontinuierlich entleert und in Kübel abgezogen und auf die Halde gefahren. Von Wichtigkeit ist der sog. freie Raum von 1 - 2 m im Oberteil des Ofens, der den Zweck hat, das sublimierende $AlCl_3$ zur Nachreaktion zu bringen, damit es dann in Form von leichtflüssigem Schlamm in den Ofen zurückfließt. Diese Anordnung hat sich in der halbtechnischen Anlage gut bewährt. In der Grossanlage reicht, wie später noch erläutert, der freie Raum nicht aus.

(Bild 1.)

098

POOR
COPY

12

02054

AT 244/Krf.
Dr. K6/Pz.

Referat Nr. 8.

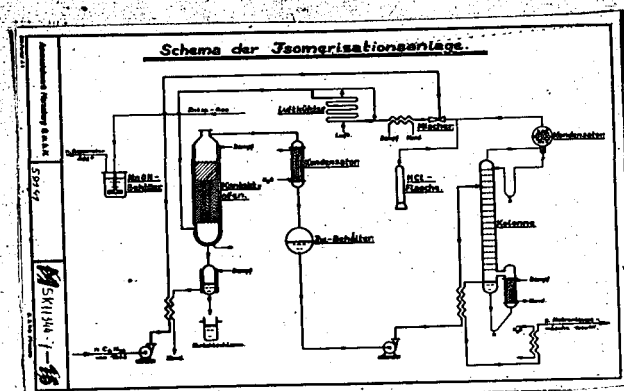


Bild 1:

Das Reaktionsgemisch verlässt den Ofen oben gasförmig mit 100° und wird im nachgeschalteten Kondensator, der mit Kreislaufwasser gefüllt wird, vorflüssigt und läuft in einen Zwischenbehälter. Von hier aus wird das Reaktionsgemisch in die Chlorwasserstoffkolonne eingespritzt und vom HCl befreit. Die Kolonne arbeitet bei 22 atü, das Kopfprodukt, das zu 75 - 80% aus HCl besteht, vermischt sich in der Mischdüse mit dem $n\text{-C}_4\text{H}_{10}$ und geht wieder in den Iso-Ofen zurück. Der HCl-freie Sumpf gibt in einem Wärmeaustauscher einen Teil der Wärme an das Eingangsprodukt ab und läuft durch einen Wasserkühler zur NaOH-Wäsche der Alkylierung und wird dann in der AT-Destillation zerlegt. Das nicht eingesetzte $n\text{-C}_4\text{H}_{10}$ geht wieder in die Anlage zurück.

Der Kontaktofen hat einen Durchmesser von 1000 mm in Louna, bzw. 1700 mm in den anderen Anlagen.

Ofenfüllung:

Der Ofen ist folgendermassen gefüllt:

- 2 m Raschigringsäule
- 1 m Kontakt
- 1 -2 m freien Raum oben.

Die Louna-Anlage ist für 4000 t/ato ausgelegt.

Die Anlage ist seit 1.1.1944 in Betrieb.

099

DOOR
COPY

12

02055

AT 244/Erf. Referat Nr. 8
Dr. K8/Pz.Apparative Änderungen.

Beim Anfahren der Anlage zeigten sich nur wenige apparative Mängel, sodass an der Anlage nur sehr wenig verändert zu werden brauchte.

Im einzelnen handelt es sich um folgende Punkte:

- 1.) Der vorgesehene Luftkühler vor Eintritt in den Ofen, der zur Einstellung der Ofen-Eingangstemperatur vorgesehen ist, erwies sich als überflüssig. Die Abstrahlung dieses Systems war so gross, dass die Temperatur um 100° abfiel. Um die Ofeneingangstemperatur mit $90 - 95^{\circ}$ zu halten, war es erforderlich, das $n\text{-C}_4\text{H}_{10}$ im Vorheizler bis auf 200° zu überhitzen. Nachdem wir den Luftkühler ausgeschaltet hatten, genügte es, die Vorheizertemperatur max. bis auf 120° zu halten. Es ist zweckmässig, die Luftkühler in sämtlichen Anlagen zu entfernen.
- 2.) Die Mischdüse zum Mischen der Butandämpfe und dem Kopfprodukt der Kolonne war in der Louisa Anlage mit 6 - 8 mm ausgelegt. Der Querschnitt war zu klein und wurde auf 18 mm erweitert.
- 3.) Weitere Störungen ergaben sich durch Undichtwerden einiger Walzstellen an den Kondensatoren am Ofenausgang. Es trat HCl ins Freie. Die Störungen wurden an einem Kondensator behoben durch Verschweissen der Walzstellen. Ferner wurden auch Rohre im Betrieb undicht, sodass HCl ins Kreislaufwasser trat. Die Rohre wiesen Materialfehler auf. Die undichten Rohre wurden zugeschweisst. Seit Wochen sind derartige Störungen nicht mehr aufgetreten. Auch der Kolonnenkondensator gab einmal Anlass zu Störungen, da auch hier ein Rohr undicht wurde. Die Untersuchungen deuteten auf Materialfehler. Das Rohr wurde ebenfalls zugeschweisst. Seither sind am Kolonnenkondensator keine Störungen mehr aufgetreten.
- 4.) Der Wärmeschrank zum Aufheizen der HCl-Flaschen erwies sich als unbrauchbar. Vorgesehen war ein Wärmeschrank, der mit Niederdruckdampf beheizt werden sollte. Die Beheizung war nicht ausreichend, die Temperatur im Wärmeschrank stieg auf max. 10°C . Die Bomben werden jetzt in warmes Wasser von 40° gelegt und so entspannt. Das Aufheizen des Wasserreservoirs, erfolgt mit Niederdruckdampf. Die Entloerung geht jetzt glatt vor sich.
- 5.) Vernichtung des AlCl_3 -Schlammes:
Der abgezogene AlCl_3 -Schlamm wurde bisher in den vorgesehenen Kibel abgestreift und auf die Halde gefahren. Infolge der HCl-Entwicklung traten dort erhebliche Geruchsbelästigungen auf. Wir planen, in Zukunft den Schlamm vorher in einer Zementgrube mit Kalk oder basischen Erden zu neutralisieren, und erst dann auf die Halde zu fahren.

100

AT 244/Erf.
Dr. K8/Pz.6.) Lagerung d

Für die Lagerung des Raumes vorgehalten. Es ist notwendig, die Untergründe aufbewahrt zu werden.

Es ist notwendig, die Untergründe aufbewahrt zu werden.

Betriebsverfahren

Beim Füllen der Anlage ca. 60% Gehalt auf 100%

Nach einigen Tagen ge Korrosionen im Ofen waren ist inzwischen vorübergehend. Das Wasser kam hier musste 100% bergend H₂O Wasserquelle hat jetzt ein

Man kann heute Korrosionen

Sublimation.

Schwierigkeit

In der halben mit Erfolg d. In der Ofenraum von 2 m³ freie Raum

Im Grossbetriebe Butanstrom nach etwa 14 Tagen, da der ohnung zeigt niert war.

Um dieses P. Reihe von G.

Es wäre ver. der Versuch (durch Hin- und Herbewegung der Statoren erh. ser Richtung

POOR
COPY

12

POOR
COPY

02056

AT 244/Erf. Referat Nr. 8
Dr. KG/Pz.

6.) Lagerung der HCl-Flaschen.

Für die Lagerung der HCl-Flaschen ist bisher kein Raum vorgesehen worden. Wir haben die Flaschen behelfsmässig in verschiedenen Bauten splittersicher aufbewahrt.

Es ist notwendig, in den einzelnen Anlagen für sichere Unterbringungsräume zu sorgen.

Betriebserfahrungen und Störungen.

Beim Füllen der Anlage mit Produkt, mussten in der Leuna-Anlage ca. 60 Bomben HCl eingespritzt werden, um den HCl-Gehalt auf 10% zu bringen.

Nach einigen Wochen Betriebszeit traten in der Anlage einige Korrosionserscheinungen auf. Die Temperaturstutzen in den Öfen waren stark angegriffen. Die Ursache der Korrosion ist inzwischen geklärt worden. Das Eingangs-Butan hatte vorübergehend einen Feuchtigkeitsgehalt von 0,1..0,2 Gew.%. Das Wasser kam aus der Butandestillation der AT-Anlage. Hier musste infolge Verstopfungen in den Vorheizern vorübergehend H₂O eingespritzt werden. Nach Abstellen dieser Wasserquelle trat keine Korrosion mehr auf. Das n-C₄H₁₀ hat jetzt einen H₂O-Gehalt von 0,02 - 0,03 Gew.%.⁴

Man kann heute mit grosser Wahrscheinlichkeit annehmen, dass Korrosionen nicht mehr eintreten.

Sublimation.

Schwierigkeiten macht uns noch die Sublimation des AlCl₃.

In der halbertechnischen Anlage sind diese Schwierigkeiten mit Erfolg durch den sogenannten freien Raum beseitigt worden. Im Ofen ist oberhalb der Kontaktschicht ein freier Raum von 2 m vorgesehen, der den Zweck hat, das sublimierende AlCl₃ zur Nachreaktion zu bringen. Leider reicht der freie Raum der Grossanlage nicht aus.

Im Grossbetrieb sublimiert ein Teil des AlCl₃ mit dem Butanstrom und setzt sich in den Kondensatoren fest, und nach etwa 14 Tagen müssen die Kondensatoren abgestellt werden, da der Wärmübergang zu schlecht wird. Die Untersuchung zeigte, dass ein Teil der Rohre mit AlCl₃ zuzublimiert war.

Um dieses Problem zu lösen, führen wir gegenwärtig eine Reihe von Grossversuchen durch.

Es wäre verfrüht, über die Ergebnisse und Einzelheiten dieser Versuche zu sprechen. Es ist uns bisher gelungen (durch Hintereinanderschaltung der Öfen und durch Änderung der Strömungsrichtung) die Verstopfungen der Kondensatoren erheblich herabzusetzen. Weitere Arbeiten in dieser Richtung sind in Gange.

02057

AT 244/Erf.
Dr. KB/Pz.

Referat Nr. 8

Regler- Erfahrungen.

Die Inbetriebnahme der vorgesehenen Regler war mit Schwierigkeiten verbunden. Insbesondere war die ursprünglich vorgesehene Regelung der Kolonne nicht brauchbar. Es war vorgesehen, die Dampfmenge der Kolonne durch einen Temperaturregler zu steuern. Der dazu notwendige Temperaturfühler sass am 6. Boden der Kolonne. Es zeigte sich, dass der Temperaturregler viel zu ungenau arbeitete; die Dampfmenge war erheblichen Schwankungen unterworfen. Weiterhin brachte der Niveauregler zum Einspritzen des Eingangsproduktes in die Kolonne starke Schwankungen.

Die Regelung der Kolonne geschieht jetzt folgendermassen:

- a) Einspritzmenge mit Mengenregler (Siemensregler); der vorgesehene Niveauregler im Anfallbehälter wurde ausgeschaltet.
- b) Die Dampfmenge wird mit Mengenregler eingestellt. (Der vorgesehene Temperaturregler ist abgestellt).
- c) Der vorgesehene Druckregler, der den Druck vom Abgas aus steuert, hat sich bewährt und ist geblieben.
- d) Die Kopftemperatur wird mit dem Kühlwasser von Hand geregelt. Der Temperatur-Regler ist nicht in Betrieb. Allerdings sind die Kondensatoren so reichlich ausgelegt, dass bei der herrschenden H₂O-Temperatur von 10° das Wasser fast abgesperrt ist.
- e) Der Niveauregler im Kolonnensumpf zum Entspannen des Sumpfes hat sich bewährt und ist geblieben.
- f) Der Druck des Kolonnendampfes wird mit einem Druckregler konstant gehalten.

Die Kolonne, die bei der ursprünglichen Schaltung der Regler stark schwankte, ist erheblich ruhiger geworden.

In der übrigen Anlage ist gegenwärtig nur der Mengenregler für das Eingangsprodukt der Ofen in Betrieb. Der Regler arbeitet wie alle Mengenregler einwandfrei.

Der Temperatur-Regler, der den Dampf für den Vorheizer steuert, ist abgestellt, da er zu grob arbeitet.

Der Druckregler für den Ofen, der das Kreislaufwasser steuert, ist noch ausser Betrieb. Das Wasser wird von Hand geregelt. Der Druckregler wird ausgebaut und durch einen Siemens-Druckregler ersetzt.

Die Anlage läuft jetzt ruhig. Die Anlage lässt sich von Hand gut steuern.

Die Gräfenmesser haben sich inzwischen auch eingespielt. Leider traten bisher an den verschiedenen Messvorrichtungen Verstopfungen durch Al₂O₃-Schlamm und Rost ein.

02057

mit Schwierigkeiten
rünglich
ar. Es war
inen Tem-
Tempera-
igte sich,
itete;
terworfen.
tzen des
kungen.

dermassen:

glert);
ter wurde

stellt.
stellt).

vom Abgas
eben.

von Hand
n Betrieb.
ich ausge-
atur von

spannen des

am Druck-

ung der
geworden.

Mengenregler
Der Regler

Vorheizler
st.

Wasser
wird von Hand
durch einen

t sich von

angespült.
svorrichtun-
t ein.

102

02058

AT 244/Erf.
Dr. K8/Pz.

Referat Nr. 8.

Reaktionsbedingungen, Umsatz und Kapazität.

Die Isomerisation wird bei 95 - 100° gefahren (Gasphase).
Druck 16 atü
HCl : 10 Gew.%.
In der Anlage wurden bisher folgende Ergebnisse erzielt:

Bei 95° beträgt der Umsatz 25 - 30 %; bei 100° wurden Umsätze von 35 - 40% erreicht. Die Reaktion verläuft sehr selektiv, die Ausbeute beträgt 95 - 97%. Pro Ofen werden 2,0 m³/h, das ist eine Belastung von 2,9 m³/h/m² Kontakt durchgesetzt. Die Leistung der Leuna-Ofen war mit 250 kg i-C₄H₁₀ / h geplant. Es wurden bisher 300 kg i-C₄H₁₀ / h erreicht. Die bei der Planung zugrunde gelegten Werte von 25 % Umsatz, 95 % Ausbeute, Bel.: 2,5 sind also überschritten worden.

Hinsichtlich AlCl₃-Verbrauch und HCl-Verbrauch wurden folgende Werte erreicht:

Der AlCl₃-Verbrauch lag trotz der Sublimationsschwierigkeiten und der anfangs sehr ungleichmässigen Fahrweise infolge der Reglerschwierigkeiten nur bei 1,2 Gew.%. Der Verbrauch an HCl betrug im Monat Februar 0,6 Gew.%, bezogen auf die Produktion an i-C₄H₁₀. Dabei ist zu berücksichtigen, dass die Anlage durch Betriebsstörungen mehrere Male grössere Mengen HCl verlor. Der Verbrauch an HCl ist nur eine Frage der Dichtigkeit. Da die Anlage sehr dicht ist, wird der Verbrauch bei sonst störungsfreiem Betrieb noch erheblich fallen.

103

POOR
COPY

12

02059

AT 244/Bef.
Dr. KB/Pz.

Diskussion zu Referat 8.

- Dir. Dr. Nedelmann: Entspricht der Umsatz in den Isomerisierungsöfen dem chemischen Gleichgewicht?
- Dr. Strätz: Der Gleichgewichtszustand liegt höher.
- Dir. Dr. Nedelmann: Sind die Apparate in der Isomerisierung aus Eisen oder aus Spezialmaterial hergestellt?
- Dr. Strätz: Alle Apparate sind aus Eisen. Wesentliche Korrosionserscheinungen sind bisher nicht eingetreten. Die Versuche laufen jedoch noch zu kurzfristig, um ein entscheidendes Urteil zu geben. Es muss immer wieder darauf hingewiesen werden, dass die in die Isomerisierung eingehenden Butangemisch absolut wasserfrei sein müssen. Bei geringster Vernachlässigung dieser Forderung treten sofort Korrosionen auf, wie es sich bei einem Betriebsfall in Leuna gezeigt hat. Die Korrosionen bieten zwar keinen Anlass zur Besorgnis, aber der Betriebsmann muss sein Augenmerk ständig auf den Wassergehalt des Butans richten.

02060

AT 244/ Erf.
Dr. K8/Pz.

Referat Nr. 9

Referent: Dr. Strätz

Thema: Betriebszahlen für AT-Verfahren-

Umsatz, Ausbeute, Energie, Leutebedarf für
Gesamtanlage mit Ausnahme der H₂SO₄-Kon-
zentration.

In der Dehydrirerstufe wurde bisher ein Umsatz von 20%
und eine Ausbeute von 85% erreicht. Bei der Planung wur-
den 25% Umsatz und 85% Ausbeute zugrundegelegt. Die
geplante Ausbeute ist erreicht. Infolge des erhöhten
Säureverbrauches konnte bisher der Umsatz von 25% nicht
erreicht werden. Es ist zu erwarten, dass nach Einbau
der techn. Trocknungsanlage der Umsatz bis auf 25% ge-
steigert werden kann.

In der Alkylierstufe wird das Olefin 100 %ig umgesetzt.
Er reagiert 1 Tl. n-C₄H₁₀ mit 1,18 Tl. i-C₄H₁₀, das be-
deutet, dass in der Anlage 1 Tl. i-C₄H₁₀ mit 1 Tl.
n-C₄H₁₀ verarbeitet wird.

Die Produktbilanz der gesamten AT-Anlage liegt heute
folgendermassen:

Produktion an EF 120	75 %	} 79% Benzin
AT Rückstand	2 - 3 %	
AT-Vorlauf	0,5 - 1,0 %	
flüssig Propan	0,5 %	
% C	0,5 %	
Restgabe zum Heizen der Ofen	6 - 8 %	
1% Verluste mit der H ₂ SO ₄	1,0 %	
Verluste	12 - 15 %	

Wenn auch 12 - 15% Verluste mehr hoch erscheinen, so
ist dabei zu bedenken, dass in der Anlage bei 20% Um-
satz die Produkte mehrfach im Kreislauf gefahren werden,
d.h. bei einmaligen Durchgang werden 2% des Butans ver-
loren. Mit Steigerung des Umsatzes werden die Verluste
noch sinken.

POOR
COPY

12

T-52-Anlage

Produktion 23101 d.a. 27700 jehr T-52

Energien der T-52 und AT-Anlage.

	HD.Dampf l/l T52	ND.Dampf l/l T52	H.Spannung KWh/l T52	N.Spannung KWh/l T52	Rückkühlwasser m ³ /l T52	Frischwasser m ³ /l T52	Heizgas KWh/l T52	Stickstoff m ³ /l T52	Pressluft m ³ /l T52
Verfeinerung	—	2.02	—	152.6	32.5	—	2.9	268.0	—
Amoco Dest. I u. Oelwäsche	0.63	0.25	303	30.0	153.0	—	—	—	—
Ammerisation	—	0.07	—	17.0	12.0	—	—	—	—
Werkstoffdest. II u. Di-Trackst.	2.28	0.09	—	15.1	72.5	3.2	—	—	—
Verfeinerung	0.26	0.18	82	47.5	17.3	0.86	—	—	—
Gesamt:	3.17	2.61	385	262.2	287.3	4.06	2.9	268.0	1210
			471			3280			

AT-Fabrikation

Produktion 27700 jehr d.a. 25000/ato

	HD.Dampf l/l ET120	ND.Dampf l/l ET120	H.Spannung KWh/ET120	N.Spannung KWh/ET120	Rückkühlwasser m ³ /ET120	Frischwasser m ³ /ET120	Heizgas KWh/ET120	Stickstoff m ³ /ET120	Pressluft m ³ /ET120
Verfeinerung	—	1.28	—	98.5	24.0	—	2.1	117.0	—
Amoco Dest. I u. Oelwäsche	0.14	0.16	206	12.0	94.0	—	—	—	—
Ammerisation	4.92	0.06	—	72.5	143.0	—	—	—	—
Werkstoffdest.	0.19	4.40	—	24.0	143.0	7.75	—	—	—
Verfeinerung	1.21	1.53	—	24.2	143.0	7.75	—	—	—
Gesamt:	6.46	7.43	165	231.2	547.0	15.5	2.1	117.0	44.7
mit Turbinendampf	1.54	—	371	—	—	70.30	—	—	—

Der Niederdruckdampf der Turbine wird ins Niederdruckdampfnetz entspannt und wird zum Heizen der Kolonnen benutzt.

19. April 1948

2061

AT 244/Ref.
Dr. K8/22.

Referat Nr. 9

Kontaktverbräuche

Die Lebensdauer des Dehydrierkontaktes soll 300 Stunden betragen, d.h. es muss in 300 Stunden pro Ofen $2,3 \text{ m}^3$ aus dem Kreislauf entfernt werden,

d.h. pro Monat muss pro Ofen $5,5 \text{ m}^3$

d.s. $5,25 \text{ to}$ Kontakt verbraucht werden.

Da die mechanische Lebensdauer grösser ist als 300 Stunden muss zusätzlich noch ganzer Kontakt aus dem Kreislauf entfernt werden. Die Entfernung des Splittes erfolgt im Gegensatz zu früher jetzt mit 4 mm Maschen sieben.

Leistung des Kontaktes:

1 to Kontakt produziert 150 to ET 120.
oder
für 1 to ET 120 werden 6,7 kg Kontakt verbraucht.

Bei der T 52-Anlage war der Kontaktverbrauch niedriger:
pro to Kontakt wurden 200 to T 52 produziert
d.s. 5 kg Kontakt / to T 52.

Energieverbräuche

An Hand beiliegender Tabelle wurden vom Vortragenden -- die Energieverbräuche beim T 52 und AT-Verfahren verglichen. Die erreichten Energiezahlen liegen unter den bei der Planung zugrundegelegten Daten.

Leutebedarf:

Die AT-Anlage Leuna arbeitet mit insgesamt 160 Mann Belegschaft und 21 Angestellten.

Die 160 Mann bestehen zu

50 % aus deutschen Männern
30 % aus ausländischen Männern
15 % aus deutschen Frauen
5 % aus ausländischen Frauen.

In den Zahlen ist eine Reserve von 10% für Urlauber und Kranke eingeschlossen. Die Belegschaft reicht völlig aus, um die Anlage ohne Produktionsbeeinträchtigung zu fahren und im Katastrophenfall auch bei Fliegerangriff in 3 - 5 Minuten abzustellen.

02063

AT 244/Ber.
Dr.KB/Pz.

Referat Nr. 9

Dabei ist zu berücksichtigen, dass sogar ein grosser Teil der Belegschaft für Luftschutzzwecke als Feuerwehrruppe, Brandwachen usw. eingesetzt ist.

Die Verteilung der Belegschaft auf die einzelnen Betriebe ist in den nachfolgenden 7 Bildern anschaulich dargestellt.

Bild 1 gibt einen Überblick über die Zahl der Meister, Laboranten und Büroangestellten.

Insgesamt sind

15	Betriebsmeister
4	Maschinenmeister
1	Laborant
1	Büroangestellter

erforderlich. Der in dieser Zusammenstellung mit aufgezählte Obermeister ist nur zu 50% in der AT-Anlage tätig.

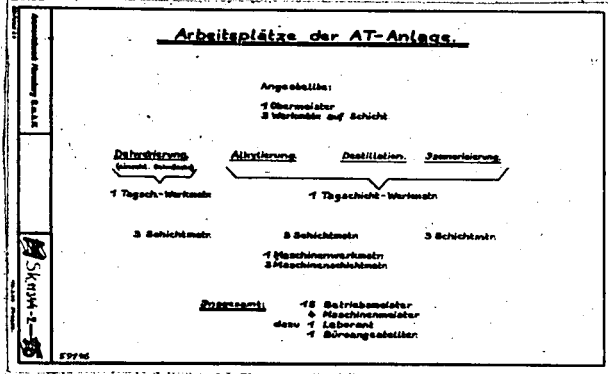


Bild 1: Angestellte in der AT-Anlage Leuna.

Bild 2 zeigt einen Grundriss der AT-Anlage.

Die Anlage erstreckt sich über einen Bereich von 250 m in nordöstlicher Richtung und 310 m in Ostwest Richtung. Der Arbeitsbereich der einzelnen Meister ist ersichtlich. Der grüne Kreis stellt den Obermeister dar, der die ganze Anlage überwacht.

Die 2 blauen Kreise mit dem Buchstaben T sind die 2 Tageschichtmeister. Der eine überwacht die Dehydrierung, einschließlich Ölwäsche und Tanklager 960, der andere überwacht die Alkylierung, Destillation und Isolanlage. Auf Schicht III ein Werkmeister für die Gesamtanlage verantwortlich. Es sind ihm 3 Schichtmeister: a) für Dehydrierung

108

02064

AT 244/Erst.
Dr. KS/Pz.

Referat Nr. 9

b) Alkylierung
unterstellt.

c) für Destillation und Isoanlage

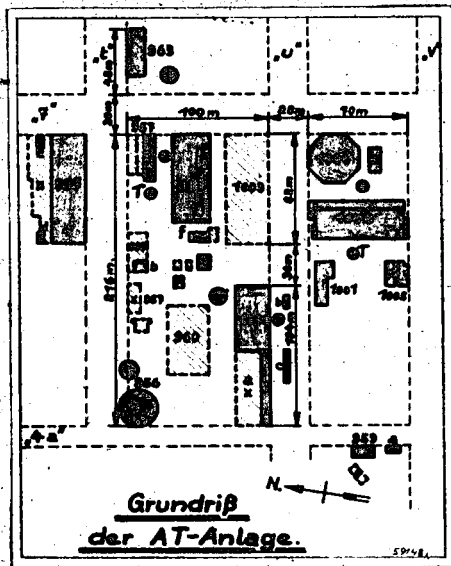


Bild 2: Grundriss der AT-Anlage Leuna.

Auf Bild 3 sind der Leutebedarf der Dehydrationsanlage und die jeweiligen Arbeitsplätze dargestellt. Die Bezeichnungen, die auch für die folgenden Bilder gelten, besagen folgendes:

Die roten Kreuze + sind	Wachsel-Schichtarbeiter
die roten Kreise • sind	Vorarbeiter auf Wechsel- schicht
die blauen Kreuze + sind	Tagschichtarbeiter
die blauen Kreise • sind	Tagschichtvorarbeiter

In Betrieb sind 11 Dehydrationsöfen, 2 Trocknungsöfen,
2 Regenerationsöfen, 1 Filter, 4 Luftgebläse,
1 Heißgasgebläse, 3 Bitumkompressoren und 1 Kühl-
anlage.

02065

AP 200/Brt.
Dr. KU/Pz.

Referat Nr. 9

Gesamtbedarf: 60 Mann

Die Einzelheiten siehe Bild.

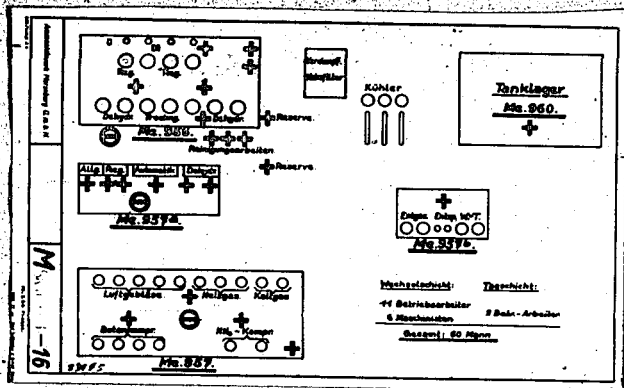


Bild 3: Leutebedarf der Dehydrierung und Gaskondensation.

Auf Bild 4 ist der Leutebedarf der Alkylierung, Kühbitenanlage dargestellt. In Betrieb sind: 8 Rührwerke mit den Abscheidern, 3 Feinabscheider, 1 Laugwäsche, 1 Kälteanlage.

Dazu werden insgesamt 37 Mann benötigt.

Einzelheiten siehe Bild 4.

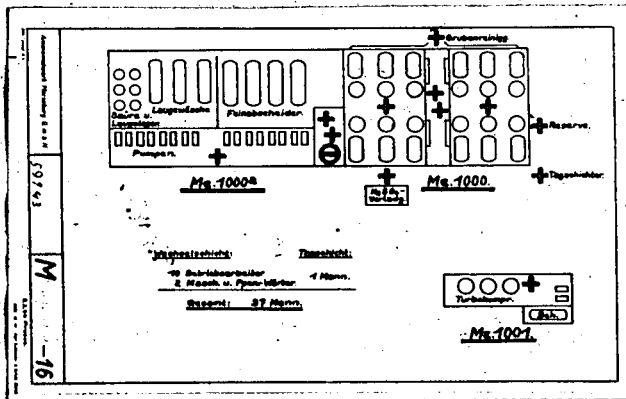


Bild 4: Leutebedarf der Alkylierung und Kühbitenanlage.

02066

AT 204/Spr.
Dr. H. H. H.

Referat Nr. 9.

Bild 5 zeigt den Leutebedarf der Destillationsanlage, des Rückkühlwerkes und des Tanklagers.

In Betrieb sind: 1 Vordestillation, 2 Butankolonne, 1 Ethyloxykation, 1 Redestillation und 1 Nachstabilisierung; dazu kommen insgesamt 45 Pumpen, wovon 30 - 35 in Betrieb sind.

Für diesen Betrieb sind 28 Mann erforderlich.

Einheiten siehe Bild 5.

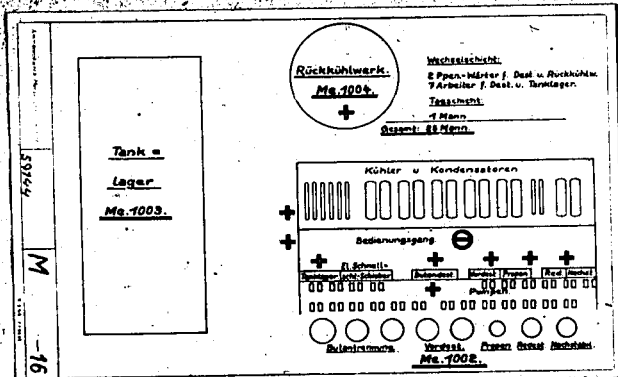


Bild 5: Leutebedarf der Destillation, des Tanklagers und des Rückkühlwerkes.

Bild 6 zeigt die Isomerisationsanlage. Für 2 Isoöfen und 1 HCl-Kolonne in Betrieb sind insgesamt 11 Mann erforderlich.

Im Hinblick auf die Anfahrschwierigkeiten sind auf Tagsschicht 2 Mann vorhanden; davon kann einer später wegfallen.

(Bild 6 siehe folgende Seite)

02067

AT 204/Bef.
Dr. KB/Ps.

Referat Nr. 9

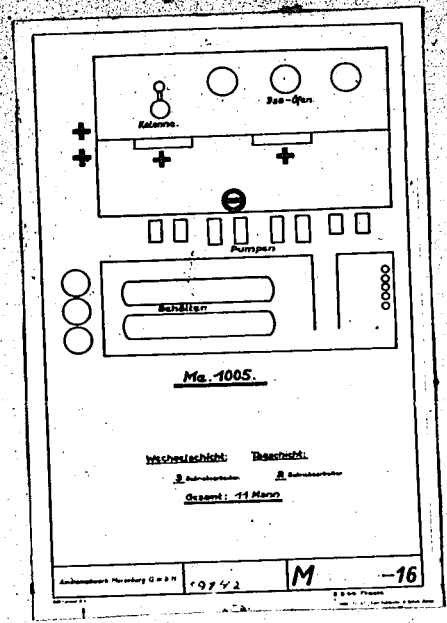


Bild 6: Leutebedarf der Iso-Anlage.

Bild 7 umfasst den Leutebedarf des Laboratoriums, des Büros und der Verladestation für Butan und Benzin.

Im Labor sind 11 Leute vorgesehen. Die 5 Arbeitskräfte für Stockanalysen können bei normalen Betrieb auf 3 reduziert werden. In der Leuna-Anlage werden 5 benötigt, da viele Versuche und Entwicklungsarbeiten durchgeführt werden.

Für das Büro sind 5 Leute erforderlich, für die Verladestation insgesamt 5 für Entladung der Butanlingen (bis zu 8/Tg.), Abfüllung von Propan, Rückstände, Pflanz und HF 120.

(Bild 7: (siehe folgende Seite))

02068

AT 204/201,
Dr. 10/20.

Referat Nr. 9.

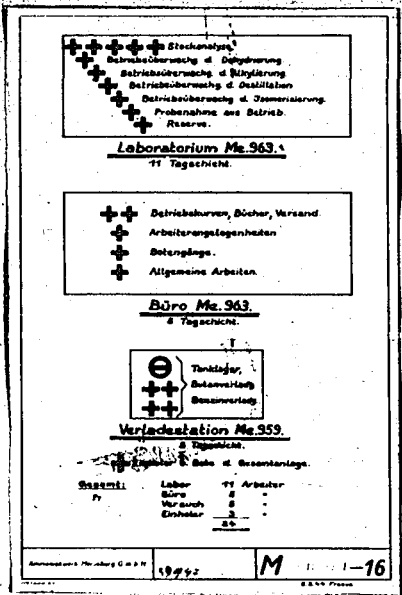


Bild 2: Leitungsdiagramm des Laboratoriums, des Büros und der Verladestation für Butan und Benzol.

Bemerkung: Diskussion zu Referat 9 wurde mit Referat 10 zusammengefasst (siehe dort).

113

02069

AT 244/Ref.
Dr. KS/Pz.

Referat Nr. 10:

Referent: Dipl.-Ing. Weidmann

Thema: Erfahrungen des Betriebsingenieurs
Reparaturschlosserbedarf in der AT-Anlage
Leuna.

Der Schlosserbedarf für die Betreuung der in der AT-Anlage vorhandenen Apparate und Maschinen wird nach Abschluss der Versuchsarbeiten und Bauarbeiten auf etwa 90 - 100 Mann geschätzt. Die Verteilung auf die einzelnen Betriebe zeigt die anliegende Übersicht. Danach sind 70 - 80 Mann einschl. Schichtschlosser laufend in der AT-Anlage beschäftigt, während 15 - 20 Mann laufend aus den Hilfsbetrieben z.B. Holzwerkstätte für Gerüste, Transportbetriebe, Hauptwerkstätte, Isolierbetrieb u.a.m. gestellt werden müssen. Die Verteilung auf Deutsche und ausländische Arbeiter, auf Schlosser, Hilfsschlosser und Helfer ist eine Annahme, die den jeweiligen Zeitläufen angepasst werden muss. (Anlage 1 Übersicht)

114

02070

AT 244/Bst.
Dr. K6/P4

Referat Nr. 10

Reparaturschlosserbedarf der AT-244-Anlage Leuna

Bau	Schlosser		Vollhandw.		Schlosser, Helfer u. Hilfschlosser				insgesamt	
	Deutsche R-S	M-S	Ausl. R-S	M-S	Deutsche R-S	M-S	Ausl. R-S	M-S	Deutsche	Ausl.
1. Dehydrierung Me 956	7	1	5	0	2	0	5	2	10	12
2. Butanver- flüssigung Me 957	in (1)	2	-	1	-	1	-	2	3	3
3. Lager Me 960	1	-	1	-	-	-	1	-	1	2
4. Mischerbau Me 1000 u. Me 1000a	7	2	2	2	2	2	-	1	13	5
5. Iso-Anlage Kältebutan u. Destilla- tion Me 1001, 1002 u. 1005	5	3	2	2	-	1	1	1	9	6
6. Lager Me 1003	2	-	2	-	-	-	1	-	2	3
zus.	22	8	12	5	4	4	8	6	38	31
									70	80

Bem.: Für die Arbeiten, die in Werkstätten vorgenommen werden, sind etwa 20 % mehr Leute einzusetzen. Der Gesamtleutebedarf für die Instandhaltung der Anlage beläuft sich somit auf rd. 90 = 100 Mann.

R-S = Rohrschlosser
M-S = Maschinenschlosser

115

AT 20/21.
Dr. 10/11.

Diskussion zu Referat 9 und 10.

Obering. Stärker:

Wieviele Leute benötigt die Betriebskontrolle für die AT-Anlage in Leuna?

Dr. Gramacher:

Durchschnittlich 14 Mann.

Dr. Käding:

Es muss unbedingt darauf hingewiesen werden, dass die Leunaer Energiezahlen für die Planung zu ungünstig sind, da die Leunaer Anlage nur halb belastet ist, und ausserdem sehr viel Energien für Versuche aufgewandt werden.

Dir. Dr. Giesen:

Trotzdem sind die Durchschnittsenergiezahlen von Leuna niedriger als diejenigen, die dem Reichsamt bei der Planung angegeben wurden.

Dr. Strätz:

Bei steigender Produktion, d.h. bei Besserung der Butanlage in Mitteldeutschland, ist ein Absinken der Leunaer Energiezahlen zu erwarten.

Dir. Dr. Giesen:

Es ist erwünscht, dass bei dem nächsten Erfahrungsaustausch die anderen Werke ihre Angaben über den Personal- und Energiebedarf machen, nachdem heute Leuna im ganzen Umfang seine Zahlen dem Erfahrungsaustausch zur Verfügung gestellt hat. Die Werke müssen bei Aufstellung dieser Übersicht darauf achten, dass die Aufteilung in der gleichen Art durchgeführt wird, wie es Leuna für die heutige Besprechung gemacht hat. Die Aufteilung ist in Leuna so gewählt worden, da gerade diese Unterteilung gute Rückschlüsse auf das Arbeiten der einzelnen Anlagenteile machen lässt. Es sei nur darauf

AT 244/Erf. Diskussion über Referat 9 und 10.
Dr. KB/Pz.

hingewiesen, dass z.B. der Dampfverbrauch der Butantrennung ein Maßstab für die Höhe des Umsatzes in der Dehydrierung darstellt.

Dr. Mehner:

In den Leuna-Energiezahlen fehlen die Energien für die Trennung in Iso- und Normalbutan der Eingangsprodukte, da diese Trennung in der Abteilung Hydrierung durchgeführt wird.

Dir. Dr. Giesen:

Diese Energien machen nur etwa 5 % des Verbrauchs der Butantrennung aus.

AT 244/Erz.
Dr. KÖ/Pz

Referat Nr.: 11

Referent: Dipl. Ing. Fuchs

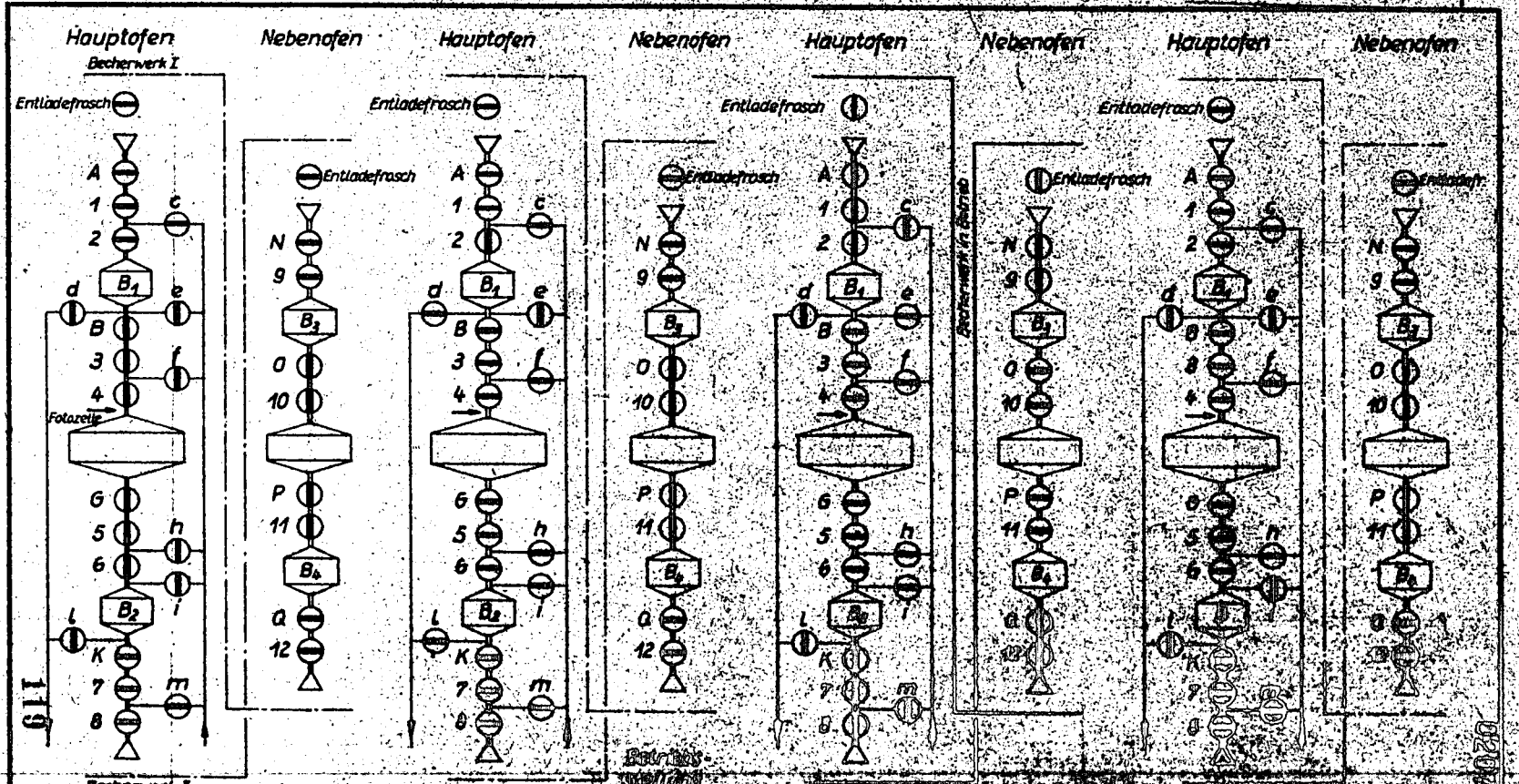
Thema: Die automatische Steuerung des Kontaktumlaufs

Bei der Planung der automatischen Steuerung des Kontaktumlaufs im Ofenhaus war folgende Aufgabe gestellt:
Es mussten für die Auswechslung des verbrauchten bzw. die Neueinfüllung des regenerierten Kontaktes innerhalb einer halben Stunde ca. 35 Absperrorgane 2 x in einer bestimmten Reihenfolge betätigt werden. Es war ohne weiteres klar, dass diese beiden Vorgänge nur durch eine automatische Steuerung betriebssicher abgewickelt werden konnten. Eine Lösung dieser Frage etwa durch entsprechenden Personalaufwand hätte neben diesem nicht unerheblichen Aufwand eine ziemliche Betriebsunsicherheit in die ganze Anlage gebracht. Wir entschlossen uns daher in Leuna im Jahre 1940, die Automatisierung dieser Vorgänge zu wählen. Über das Betriebsergebnis der Anlage in Leuna kann von uns gesagt werden:

Von den anfallenden Störungen sind etwa 85 % mechanischer, die restlichen rein elektrischer Natur. Bei den mechanischen Störungen entfällt der Löwenanteil auf verschmutzte Schieber, ausserdem werden auch an den Klappen bisweilen nicht unbeträchtliche Störungen beobachtet. Alle Störungen - seien sie elektrischer oder mechanischer Art - zeigen sich im Leuchtbild der Anlage durch Blinken an. Entgegen den anfänglichen Befürchtungen von Betriebsseite aus hat die elektr. Apparatur - wie aus diesen Angaben hervorgeht - einwandfrei gearbeitet. Sie wird auch heute noch bezüglich der auftretenden Fehler laufend statistisch überwacht.

Bezüglich des Personalaufwandes ist folgendes zu sagen:
Es empfiehlt sich, je Schicht einen Elektriker vorzusenden, der praktisch die Anlage fährt und evtl. auftretende kleinere Störungen oder auch das Auswechseln von Schieberantrieben vornimmt. Darüberhinaus sind bei grossen Reparaturen an den Ofen 2 Elektriker zusätzlich erforderlich, die die Ab- und Anmontieren der Schieber und sonstiger elektr. Geräte vornehmen.

158 4 41
Elektro-Betrieb Me 24b
Hauptzeichnungs-Regulator E



Betriebsstellung
Spülstellung
Füllstellung
Stillstellung

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.
Elektro-Betrieb 10.1.62

Schieber-, Ventil- und Klappenstellung
während einer Durchschleusperiode.

AT 44-2007

AT 244/Err.
Dr. KB/Pz.

Diskussion zu Referat 11.

Im Anschluss an das Referat wurde Herr Dipl.-Ing. Fuchs nach dem Personalbedarf für den Betrieb und die Wartung der Automatik und für die Montage der Automatik befragt.

Herr Dipl.-Ing. Fuchs gab folgenden Personalbedarf an:

Bedienung: 1 Schicht-Elektriker
(mittlerer Qualität)

Wartung: 2-3 Reparatur-Elektriker
(hochwertige Leute)

Montage: 3 hochqualifizierte
Elektriker

ca. 7 Hilfselektriker

dazu für Kabelver-
legung:

20-30 Mann (Elektriker
und Maurer.

02076

AT 244/Hrf.
Dr. Kb/Pz.

Referat Nr. 12.

Referent: Dipl.-Ing. Weidmann.

Thema: Erfahrungen des Betriebsingenieurs.
Pumpen- und Stopfbüchsenfragen.

In der AT-Anlage müssen Butan, Schwefelsäure, Natronlauge, Benzin, Chlorwasserstoff, Wasser und Gemische aus diesen Flüssigkeiten gefördert werden. Betriebsschwierigkeiten, die unmittelbar mit der apparativen Gestaltung der Anlage zusammenhängen, zeigten sich bei den dafür notwendigen Pumpen nicht. Die Zulaufleitungen sind für die grösstmöglichen Mengen ausreichend bemessen. Schwierigkeiten sind lediglich an den Pumpenstopfbüchsen aufgetreten. Sie sind u.E. so weit überwunden, dass ein Dauerbetrieb gewährleistet ist.

Unsere Amag- Säure-Pumpen haben normale Ausführung in Guss-eisen. Die KSB- Produktpumpen haben Leuna- Propanstopfbüchsen mit Dampfheizung oder elektrischer Heizung. Nach längeren Versuchen, die z.T. Herr Dipl.-Ing. Friedrich mit Weichpackungen verschiedenster Herkunft ausführte, benutzen wir heute für Säure- und Kohlenwasserstoffpumpen für alle Drehzahlen, vorkommende Drücke, Temperaturen und Produkte die in Bild 1 dargestellte Packungsart mit Grafitringen als einfachste und beste Lösung. Über einen Grundring aus Gusseisen sind Grafitringe, die ohne Bindemittel hergestellt sind, gelegt. Vereinzelt sind auch noch Blei- Sinusringe in Betrieb, jedoch bauen wir heute keine Bleiringe mehr ein.

(Bild 1, siehe folgende Seite)

121

02077

122

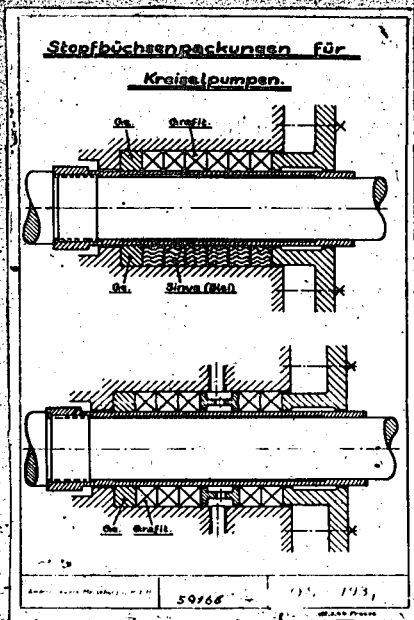


Bild 11 Stopfbüchsenpackungen für Kreiselpumpen.
 Obere Stopfbüchse: oben Packung mit Grafitringen,
 unten Nibare Packung mit Sinusringen.
 Untere Stopfbüchse: Packung mit Grafitringen
 und Laverne für HCl- haltige Produkte.

In der Isomerisierung ist eine Stopfbüchse mit Zwischen-
 laterne für HCl- haltige Produkte in Betrieb. Benzol wird
 als Sperrflüssigkeit verwendet. Die Stopfbüchse beansprucht
 mehr Wartung, das Einregulieren der Sperrflüssigkeit macht
 während des Betriebes manchmal Schwierigkeiten. Dass von
 der Sperrflüssigkeit unkontrollierbare Mengen in das zu für-
 dernde Produkt gelangen, macht sie nur beschränkt verwend-
 bar. Die von uns empfohlene Verwendung von
 Schmieröl als Sperrflüssigkeit wird bei uns s.Bt. erprobt.
 Unsere Erfahrungen sind noch nicht vor. Versuchsweise
 sind in der Isomerisierung Filtrirringe im Wechsel mit Klingerit-
 ringen zu verwenden. Man lässt noch ein volleres Fak-
 tum zu. Die Filtrirringe sind in der Beobachtung gefordert.
 Die Filtrirringe sind in der Beobachtung gefordert.
 Es hat sich gezeigt, dass die Filtrirringe eine
 gute Wirkung haben. Die Filtrirringe sind in der Beobachtung gefordert.

122

02078

123

AT 234/Brt.
Dr. KB/Pn.

Referat F. 12.

Für den zuverlässigen Betrieb von diesen Pumpen muss beachtet werden:

1. Einwandfreier Zusammenbau
2. Gleichförmigkeit und Reinheit der Produkte.
3. Laufende sorgfältige Pflege.

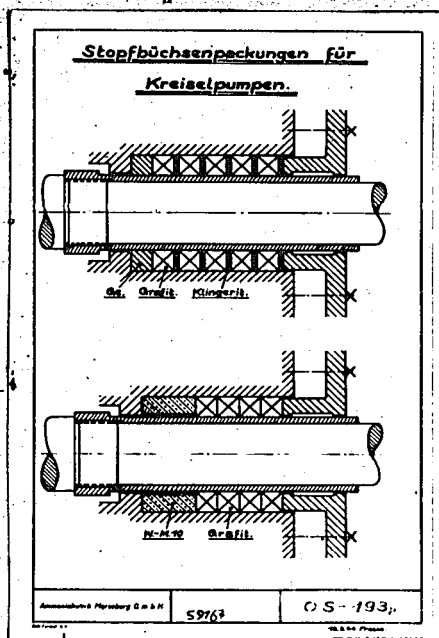


Bild 2: Versuchs-Stopfbüchsenpackungen für Kreiselpumpen.
Oben: Grafitringe mit Klingerit-Zwischenringen
Unten: Packung mit nur 4 Grafitringen und einem Füllkörper aus Metall.

Zu li.

Die Welle einschl. der aufgezogenen Wellenschoner darf nicht mehr als 0,02 - 0,03 mm schlagen. Dass beim Festziehen des Wellenschoners kein Verbiegen der Welle eintritt, muss besonders beachtet werden.

123

AT 244/Exp.
Dr. Kb/Ps

Zu 2:
Die Gleichförmigkeit des Produktes ist sehr wichtig für die Lebensdauer der Pumpenstopfbüchse. Wasser und Salz in den Flüssigkeiten führen zur raschen Zerstörung der Packung. Sie bilden beim Undichtwerden der Stopfbüchse an irgend einer Stelle Kristalle und diese schleifen die Packung aus. Deshalb sind z.B. früher in der Laugewäsche die Pumpen, die Butan und 10 % Natronlauge zum Orifizemischer fördern, sehr oft zum Erliegen gekommen. Seitdem für jedes Produkt eine besondere Pumpe aufgestellt ist, sind diese Schwierigkeiten behoben. Um den Gefahren undichter Stopfbüchsen zu begegnen, sind die Pumpenräume ausreichend zu belüften.

Zu 3:
Beim Betrieb der Pumpen müssen die Stopfbüchsen ausreichend beheizt sein. Geringe Undichtigkeiten sind sofort durch leichtes Nachziehen zu beseitigen. Der Zustand der Wellenschoner muss laufend beobachtet werden. Je reiner ein Produkt ist, um so weniger Pflege, um so weniger Heizung braucht die Pumpe. An einer Stelle läuft eine Pumpe bei sehr gleichmässigem und wasserfreien Produkt vollkommen ohne Heizung. Vorteilhaft hat sich eine Statistik über die Arbeiten an den Stopfbüchsen erwiesen, die die Pumpenschlosser selbst führen müssen. Mag sie richtig oder falsch geführt werden, der Schlosser fühlt sich kontrolliert und weiss, dass er u.U. für zu häufiges oder zu seltenes Nachziehen an der Pumpe zur Rechenschaft gezogen werden kann. Eine grössere Anzahl von Pumpen von Ihnen ist über ein Jahr ohne Grundreparatur mit Auswechseln von Wellenschonern oder vollkommener Neuverpackung in Betrieb. Die Flansche an den Stopfbüchsen, auf denen die Stopfbüchsen festgezogen werden, beginnen sich vereinzelt über das Gewinde abzuziehen. Anscheinend sind die Gewinde durch saure Produkte und das häufige Auftreten von Schwitzwasser zerstört. Wir haben Vorschläge zur Umänderung der Flanschbefestigung ähnlich den Flanschanschlüssen von Hochdrucköfen konstruiert. Wir werden sie erproben und zur gegebenen Zeit davon berichten.

02080

AT 244/Erf.
Dr. Kb/Pz.

Referat Nr. 12.

Ausser den Pumpenstopfbüchsen sind noch wichtige Stopfbüchsen
an den Butankompressoren der Butanverflüssigung,
an den Rührwerken des Mischerbaues.

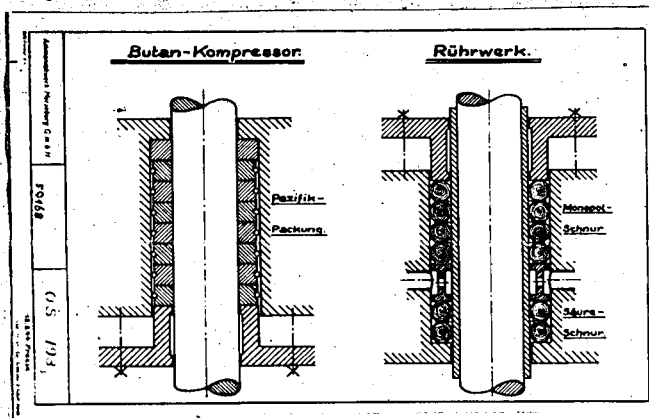


Bild 3: Stopfbüchsen der Butankompressoren und der Rührwerke.

Mit den Stopfbüchsen der Butankompressoren für die Butan-Butylen-Verflüssigung haben wir bis heute keinerlei Störungen gehabt. Den uns von der Fa. Rheinmetall-Borsig eingestellten Ölverbrauch der Zylinderstopfbüchschmierung haben wir stark verringert. Dagegen sind wir nicht von der uns angegebenen Ölqualität abgegangen. Die Rührwerkstopfbüchsen sind mit Säure- und Benzin-Monopolsehnur teils voll teils je zur Hälfte verpackt. In die eingebauten Laternen wird wöchentlich Fett eingepresst. Schwierigkeiten sind bis heute ebenfalls nicht aufgetreten.

Versuche mit Stopfbüchsenpackung aus Grafit für Ventile sind noch im Gange. Wir untersuchen hier vor allem den Einfluss der Bindemittel, um die Ringe mechanisch unempfindlicher zu machen.

1295

02061

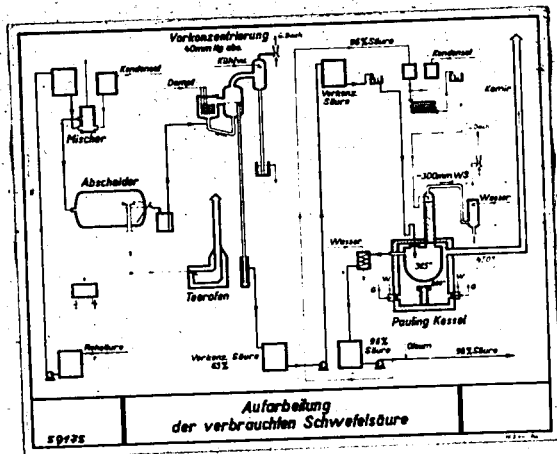
AT 200/194.
Dr. 10/194.

Referat Nr. 13.

Referent: Dr. Menschiok

Thema: Beschreibung des Verfahrens, neuere Erkenntnisse, Ausbeute und Kapazität der Anlage, Energie- und Leutebedarf.

Vorausgesetzt sei, dass sich an dem Arbeitsprinzip, das für die Aufarbeitung festgelegt worden war, - nämlich Verdünnung mit Wasser, Teerabscheidung, Vorkonzentrierung der Säure in Vakuum, Hochkonzentrierung in Paulingkessel auf 96% und Hochstellung auf 98% mittels Oleum - prinzipiell nichts geändert hat.



An einzelnen Stufen des Verfahrens waren dagegen erwartungsgemäß gewisse Änderungen notwendig, da aus Zeitmangel für die Schmelzeinweiserstellung, die übrigens im Rahmen der AT-Fabrikation nur einen verhältnismäßig kleinen Nebenprodukt darstellt, keine eigene Versuchsanlage erstellt werden konnte.

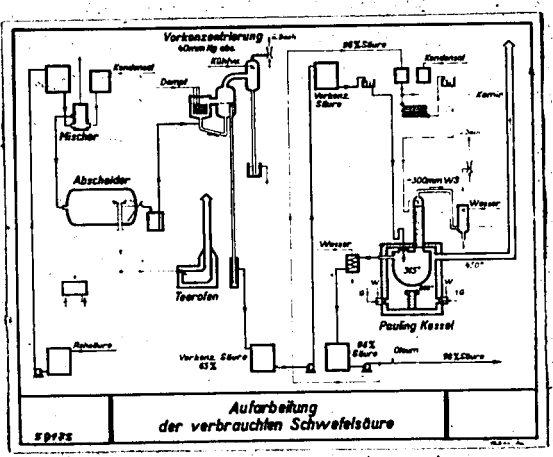
AT 24/197.
Dr. 13/73.

Referat Nr. 13.

Vorbereitet Dr. Menschiok

Thema: Beschreibung des Verfahrens, neuere Erkenntnisse, Ausbeute und Kapazität der Anlage, Energie- und Leutebedarf.

Vorausgesetzt sei, dass sich an dem Arbeitsprinzip, das für die Aufarbeitung festgelegt worden war, - nämlich Verflüchtigung mit Wasser, Teerabscheidung, Vorkonzentrierung der Säure in Vakuum, Hochkonzentrierung in Paulingkessel auf 98% und Hochstellung auf 98% mittels Oleum - prinzipiell nichts geändert hat.



An einzelnen Stufen des Verfahrens waren dagegen erwartungs- gemäss gewisse Änderungen notwendig, da aus Zeitmangel für die Schwefelsäurevorbereitung, die übrigens im Rahmen der AT-Produktion nur einen verhältnismässig kleinen Neben- betrieb darstellt, keine eigene Versuchsanlage erstellt werden konnte.

AT 24/2f. Referat Nr. 13.
Dr. K. P.

Die wichtigsten Änderungsmöglichkeiten ergaben sich jedoch schon sehr bald nach der Inbetriebnahme unserer Anlage, sodass sie noch rechtzeitig bei der Erstellung der übrigen AT-Konzentrierungsanlagen berücksichtigt werden konnten.

Der Antransport der Rohsäure erfolgt nach wie vor in Kesselwagen (Entfernung 2 km). Anfänglich ab und zu mitgeliefertes aufschwimmendes Benzin tritt praktisch nicht mehr auf. Auch der Benzinanfall bei der Säureverdünnung hat sehr stark nachgelassen.

An der Säureverdünnungsapparatur hat sich der Rührer als überflüssig erwiesen (Undichtigkeiten an der Stopfbüchse fielen weg). Der Gasraum über der Flüssigkeit musste vergrößert werden, da sonst Teer und Säure in die Entlüftungsleitung hochspritzte. Beim Mischen wird nämlich oft der Siedepunkt der Flüssigkeit erreicht. Die Ablaufleitungen zum Teerabscheider hatten anfangs nur 40 mm ϕ und waren Ursache zu sehr vielen Verstopfungen. Seit der Erweiterung auf 100 mm ϕ bei stets vorhandenem Gefälle kann der Teer frei abschwimmen und gibt nicht mehr zu Störungen Anlass. Dies ist besonders wichtig, wenn aus irgend einem Grunde gelagerte Säure aufgearbeitet werden muss, wobei der Abfallteer im frischen heissen Zustand ausserordentlich zäh ist und in Form von Klumpen auf der Säure schwimmt. Stark gealterte Säure ist zweckmässig mit einem grossen Überschuss nicht gealterter Säure zusammen aufzuarbeiten.

Die Teerabscheider haben in der ursprünglichen Form, nämlich kleine Vorabscheider und dahinter geschaltete Nachabscheider hauptsächlich deshalb nicht befriedigt, weil der ablaufende Teer aus dem ersten Abscheider sehr viel Säure enthält (bis zu 35% H_2SO_4), während der Teer im Nachabscheider meist fest wird und mühsam periodisch herausgeholt werden musste. Die Zusammenlegung in einen grossen Abscheider brachte schlagartig einen säurearmen ohne Schwierigkeiten ablaufenden Teer. Sehr grosse Teerauslauföffnungen und gute Wärmeisolation und Heizbarkeit der Teerleitungen sind unbedingt notwendig.

Die Teerbeseitigung erfolgt z.T. durch Verbrennen und solange der 2. Verbrennungssofen noch nicht erstellt ist, z.T. durch Verladen in Aschewagen, die zur Halde gehen. Um den Teer auch nächts verbrennen zu können, müssen noch einige Vorkehrungen wegen Fliegerricht getroffen werden. Ein kleiner Stapelraum zur vorübergehenden Aufnahme von Teer sollte vorgesehen sein.

AT 244/Err. Referat Nr. 13.
Dr. K6/Fz.

Die Vorkonzentrierung schien bei Inbetriebnahme der am besten arbeitende Teil der Anlage zu sein. Als aber nach etwa 1 Monat die Belastung der Anlage wuchs, ging die Dampfaufnahme stark zurück. Eine erhebliche Versteerung der Heizfläche des Verdampfers war die Ursache, die leider immer noch - auch nach Inbetriebnahme des Grossabscheiders - periodisch auftritt und eine Reinigung der Apparatur erfordert. Es wurden verschiedene Mittel versucht, um die Laufzeiten zwischen den notwendigen Reinigungen zu verlängern.

1. Anbringung von grossen Öffnungen zum Abschöpfen des Teeres von der Säureoberfläche.
2. Anbringung von Sieben bzw. Siebtöpfen am Säureauslauf, um plötzliche Verstopfungen der Ablaufleitungen zu vermeiden.
3. Erweiterung der Ablaufleitung von 40 mm \varnothing auf 50 mm \varnothing (Glas), um so den Teer möglichst rasch von der Säureoberfläche der Vorkonzentrierung ohne Verstopfung in die Säurevorlage abzuziehen, wo er während des Betriebes abgeschöpft werden kann.

Wir haben zwar den Eindruck, dass die 3. Massnahme noch die beste ist.

4. Nach eingetretener Versteerung kochen wir die Vorkonzentrierungsaggregate einige Tage mit Wasser, wovon laufend ein Teil durch frisches ersetzt wird. Es wird so zwar keine vollständige Reinigung erzielt, aber die gängliche Demontage der mit Blei verlöteten Apparatur kann dadurch hinausgeschoben werden und ist, wenn sie nach einiger Zeit doch notwendig wird, durch die Aufkochung der Verkrustungen wesentlich erleichtert.

Die Betriebsdauer bis zur nächsten Demontage konnte durch obige Massnahmen immerhin von 1 Monat auf etwa 3 Monate erhöht werden. Die Konzentration der Ablaufsäure sinkt während einer Betriebsperiode von etwa 68% allmählich auf etwa 62% H_2SO_4 ab.

Der Einbau eines Dampfdruckreglers zur Vermeidung zu hoher Temperaturen und Säurekonzentrationen und damit zu hohen Bleiangriffen sei nur erwähnt.

Die Konzentrierung im Paulingkessel konnte bei normaler Aufgabe der vorkonzentrierten Säure nur kurze Zeit betrieben werden, da sich die Dephlegmatoren mit einer koksartigen Masse zusetzten. Dies führte zu der jetzt noch beibehaltenen Massnahme, die AT-Säure direkt in den Kessel einzuführen und den Dephlegmator mit Wasser und reiner

02085

AT 244/Erfr. Referat Nr. 13.
Dr. Kb/Pz.

Schwefelsäure zu beaufschlagen. Dazu wurde die im Nachbetrieb anfallende 75 %ige Säure verwendet, die mit Kondensatwasser auf 15 - 30% verdünnt wird. Dieser Fremdsäurezusatz bedingt den Anfall überschüssiger Fertigsäure, die noch 1 - 2 g C/l enthält und tief rot gefärbt ist. Erst vor kurzem wurde die Mischapparatur für Dephlegmatorsäure fertiggestellt, die die Fertigsäure mit Wasser zu mischen gestattet, und wodurch der lästige Säureüberschuss wegfällt. Die optimale Säuremenge- und Konzentration für den Dephlegmator muss noch ausprobiert werden. Ferner sind u.a. Untersuchungen darüber im Gange, ob unter Zusatz von Salpetersäure günstiger gearbeitet werden kann.

Die Hochstellung mit Oleum, die n.W. in Zukunft wegfällt, erfolgte chargenweise, die Rücklieferung in Kesselwagen.

Die Ausbeute an Schwefelsäure beträgt 85 - 90%.

Die Leistungsfähigkeit der Anlage lässt sich etwa folgendermassen angeben:

2 Mischapparaturen (ohne Reserve)
à 25 tato SO_3 = 50 tato SO_3
2 Vorkonzentrierungen (+ 1 Reserve)
à 15 - 20 tato SO_3 = 30 - 40 tato SO_3
6 - 7 Paulingkessel (+ 1 - 2 Reserve)
à 5 - 6 tato SO_3 = 35 - 40 tato SO_3

Die Leistung eines Paulingkessels würde bei gut vorkonzentrierter Säure (ohne Verteuerung) bis auf 6 - 7 tato SO_3 kommen, bei normaler Fahrweise des Dephlegmators wesentlich höher.

Der Energieverbrauch der Anlage beträgt etwa:

Dampf = 1,2 to / to SO_3
Heizgas: 200 m^3/h à 2500 WE je Paulingkessel
= 2,0 Mill WE / To SO_3
= 3,0 Mill WE / to H_2O
Strom: 15 - 20 Kwh / to SO_3

02086

AT 244/Erfr.
Dr. K5/Pz.

Referat Nr. 13.

Leutebedarf in der Schwefelsäureaufbereitung.

A - Wechselschicht

Normalerweise in Betrieb:

7 Paulingkessel
2 Verdünnungsapparaturen
für Roh-AT-Säure
2 Vorkonzentrierungen
1 Mischapparatur für
Dephlegmatorsäure

1 Teerabscheidung
1 Teerverbrennungsofen
1 Teerverladung für Halde

ferner

Leutebedarf:

2 Mann / Schicht

1 - 2 Mann / Schicht

1 Mann / Schicht

3/4 Postenmann
1/2 Schichtmeister

B - Tagschicht.

für Betriebsarbeiten
für Laborarbeiten

ferner

6 Mann
2 - 3 Mann

1/2 Sicherheitsmeister
1/2 Werkmeister.

130

02087

AT 244/Art.
Dr. KS/Pz.

Diskussion zu Referat 13.

Verschiedene Rückfragen:

Ist der Kohlenstoffgehalt der Verbrauchssäure von der Fahrweise der AT-Anlage abhängig?

Sind bei dem Bericht von Herrn Dr. Menschick bereits die Erfahrungen der Kontakttrocknung verwendet worden?

Dr. Strätz:

Der Kohlenstoffgehalt der Verbrauchssäure, kurz "AT-Säure" genannt, ist von der Fahrweise der AT-Anlage sehr stark abhängig. Bei der Alkylierung wird die Schwefelsäure in ihrer Konzentration nicht durch Verdünnung mit Wasser heruntersetzt, sondern es entsteht die scheinbare Konzentration unter dem Einfluss der chemischen Vorgänge, insbesondere der Bildung der Säureester. Bei einem Einsatz von 96 %iger Säure und einer scheinbaren Konzentration von 88 - 89 % der AT-Säure enthält letztere etwa 5 - 6 % Kohlenstoff; wird unter gleichen Bedingungen die AT-Säure auf 85 % scheinbare Konzentration heruntergefahren, so bilden sich schon 10 - 12 % Kohlenstoff. Die kohlenstoffreichere AT-Säure lässt sich zweifellos viel schwieriger aufarbeiten und muss bedeutend schneller der Aufarbeitung zugeführt werden, als eine AT-Säure mit geringeren Kohlenstoffgehalt. Das gesamte Gebiet der scheinbaren Konzentration ist systematisch noch nicht durchgearbeitet. Auf Grund der Betriebserfahrungen kann jedoch

131

02088

AT 244/Ref.
Dr. KB/Pz.

Diskussion über Referat 13.

gesagt werden, dass die in den Referaten gegebenen Anhaltzahlen für Alkylierung und Schwefelsäurekonzentration in der Höhe der optimalen Verhältnisse liegen.

Dr. Schönfelder:

Wie wirkt sich der Iso-Butylengehalt im Spaltgas bei dem Anfall an AT-Säure in der Alkylierung aus?

Wird der Schwefelsäureverbrauch und damit die Belastung der Schwefelsäurekonzentrationsanlage massgeblich beeinflusst von dem Butadiengehalt im erzeugten Dehydriergas?

Dr. Strätz:

Bei höherem Iso-Butylen-Spiegel sinkt der Säureverbrauch, d.h. die Belastung der Schwefelsäurekonzentrationsanlage sinkt. Wie aber bereits früher festgestellt, ist die Gemischt-Fahrweise in der Dehydrierung in ihrem tatsächlichen Verhältnis Normalbutan : Isobutan noch nicht restlos geklärt. Abschliessend kann über den optimalen Säureverbrauch bei Gemischt-Fahrweise noch nichts gesagt werden. Bei Verwendung von reinem Iso-Butylen in der Alkylierung wird sich wahrscheinlich ein Säureverbrauch ergeben, der den früheren Annahmen entspricht. Infolge des Mangels an Isobutan bei den deutschen AT-Anlagen werden auf diesem Gebiet wohl kaum Versuche im grössten technischen Massstab gemacht werden können. Die einzige Anlage, aus der wir derartige Versuchsergebnisse erhalten können, wird voraussichtlich die AT-Anlage Floesti sein, da die aus den Crackanlagen kommenden Olefine wesentlich höhere Bestandteile an Isobutylen aufweisen, als wir sie in unseren deutschen Anlagen erzeugen werden.

132

02089

AT 294/Ref.
Dr. 28/Pz.

Diskussion über Referat 13

Der Butadiengehalt wirkt sich sehr nachteilig für die Alkylierung aus. Mit höherem Butadiengehalt steigt der Schwefelsäureverbrauch sehr stark an. Bei Anlagen, die in der Dehydrierung wegen Knappheit an Ofen-Kapazität sehr scharf d.h. bei hohen Temperaturen fahren müssen, muss das bei der Normalbutan-Dehydrierung anfallende Butadien durch Nachhydrierung beseitigt werden, um den Schwefelsäureverbrauch in der Alkylierung in normalen Grenzen zu halten. Die Versuche über die Nachhydrierung sind in Leuna noch nicht abgeschlossen. Die Frage wird bei einem späteren Erfahrungsaustausch behandelt werden.

Dir. Dr. Giesen:

Bei den Ausführungen von Herrn Dr. Strätz ist zu berücksichtigen, daß die Dehydrierung von Isobutan eine schlechtere Ausbeute erbringt als die Dehydrierung von Normalbutan.

Obering. Stärker:

Nach den Ausführungen der Referate über Alkylierung und Schwefelsäurekonzentration wird für die weitere Planungsarbeit der AT-Anlagen mit einem Säureverbrauch von etwa 20 % gerechnet. Die Scholvenener Schwefelsäurekonzentration ist aber nur für einen Säurebedarf von 16 % ausgelegt. Es ist daher zu überlegen, ob in Scholven weitere 2 Paulingkessel aufgestellt werden müssen, um die Gesamtkapazität von 20 % Kreislaufsäure verarbeiten zu können.

Dir. Dr. Giesen:

Es ist zweckmässig, erst die Leunaer Betriebsergebnisse der intensiven Kontakttrocknung und der Druck-Nachhydrierung abzuwarten, vordem die Scholvenener Schwefelsäurekonzentration erweitert wird. Falls sich an der augenblicklichen Situation nichts ändert und keine vordringlicheren Versuchsarbeiten in der Leuna AT-Anlage gemacht werden müssen, wird über diese Frage in etwa 2 - 3 Monaten ein abschliessendes Urteil zu erwarten sein.

133

02080

AT 244/Er.1.
Dr. K. Pz.

Diskussion über Referat 13.

Obering. Palzer:

Infolge der bekannten Schwerpunktbildung im AT-Programme haben wir in Scholven bewusst nur einen der beiden Mischerbauten fertiggestellt, sodass wir in Scholven zunächst nur eine AT-Produktion von ca. 50 000 bis 55 000 tate unter günstigen Umständen erreichen können. Bis zur Erreichung der Vollproduktion kann daher ohne weiteres mit der Aufstellung der 2 weiteren Paulingkessel gewartet werden.

Dir. Dr. Nedelmann:

Soll mit 98 %iger oder mit 96 %iger Säure gefahren werden?

Dir. Dr. Giesen:

Man kann in der Alkylierung sowohl mit 98 %iger als auch mit 96 %iger Säure fahren. Welche Fahrweise mit Rücksicht auf den Betrieb in der Alkylierung und der Schwefelsäurekonzentration und unter Berücksichtigung der Transport und Anlieferungsverhältnisse für Oleum bzw. Frischsäure am zweckmässigsten ist, kann zur Zeit abschliessend noch nicht beurteilt werden.

Obering. Palzer:

Es wird von uns noch mit der Wirtschaftsgruppe chemische Industrie, Fachabteilung Schwefelsäure verhandelt, ob die ursprünglich geplante Verwendung von Obbum zu Gunsten einer einheitlichen Belieferung von 96 %iger Schwefelsäure wegfallen kann. Wir haben auf alle Fälle der Fachabteilung gemeldet, dass auf Grund der Leunaer Betriebserfahrungen eine Verwendung von Oleum nicht erforderlich sei, und dass Wert darauf gelegt wird, sämtliche AT-Anlagen mit 96 %iger Säure zu beliefern. So lange ein abschliessendes Urteil der Fachabteilung noch nicht vorliegt, wird für die neuen Werke Wesseling, Brück, Böhlen und Bleichhammer die Möglichkeit der Oleum-Eismischung vorgesehen. Die ursprünglich dafür vorgesehenen Behälter werden also ausgeliefert und aufgestellt. Es handelt sich hierbei um einen verhältnismässig kleinen Lieferungsumfang.

02091

AT 244/Bst.
Dr. K5/Ps.

Diskussion über Referat 13.

Dir. Dr. Nedelmann:

Bestehen ausser der Teerverbrennung noch anderweitige Verwendungsmöglichkeiten für den Säureteer?

Dir. Dr. Giesen

Die Versuche zur anderweitigen Verwendung der Teere sind noch nicht abgeschlossen. Technische Grossversuche können auch erst dann mit Erfolg durchgeführt werden, wenn konstante Betriebsverhältnisse in der AT-Anlage erreicht sind, und damit die Gewähr gegeben ist, dass die anfallenden Säureteere in ihrer Beschaffenheit innerhalb bestimmter Grenzen festlegbar sind.

Obering. Palzer:

Es sind Versuche gemacht worden, um den anfallenden Säureteer zur Verstärkung der Vernebelungsanlage zu benutzen. Die Versuche sind günstig ausgefallen. Die Säureteere werden mit Luftunterschuss verbrannt, sodass eine starke Russbildung eintritt, die die Nebelbildung bei Verwendung von Nebelsäure verstärkt. Es handelt sich jedoch hierbei um eine ganz ungleichmässige Abnahme der anfallenden Säureteermengen, sodass die jetzt vorgesehene Aufstellung von Säureteerverbrennungsöfen in unmittelbarer Nachbarschaft der Konzentration beibehalten werden muss. Diese Säureteerverbrennungsöfen für den normalen Betriebsfall sind von uns für alle AT-Anlagen vorgesehen.

Auf dem Gebiete der Verwendung der Säureteere sind Versuche grösseren Massstabes zur nutzbaren Verwendung noch nicht gemacht worden, da viele andere Probleme hierfür noch keine Zeit freigelassen haben. Die Durchführung von Versuchen in grossem Massstab bei anderen interessierten Stellen scheiterten bisher daran, dass der Säureteer praktisch nicht transportfähig ist.

135

02092

AT 244/Ref.
Dr. K8/Pz.

Diskussion über Referat 13.

Dir. Dr. Ottens:

Man sollte versuchen, die Säureteere unter den Paulingkesseln zu verbrennen. Die Paulingkessel werden mit verhältnismäßig hohen Abgas-Temperaturen gefahren, sodass sich der Schwefelgehalt kaum gefährlich auswirken könnte.

Obering. Palzer:

Bei der Planung der Schwefelsäurekonzentrationsanlage haben wir bewusst auf die Verbrennung der Säureteere unter den Paulingkesseln verzichtet, da irgendwelche vergleichbaren Versuchsergebnisse zur damaligen Zeit nicht vorlagen. Wir haben daher sämtliche Schwefelsäure-Konzentrationsanlagen für Gasbeheizung ausgelegt, die für einen Betrieb im Anfahrzustand bestimmt die einfachste und zuverlässigste Beheizungsart ist.

Dipl.-Ing. Ihlenburg:

So bald die laufenden Versuchsarbeiten in der Konzentrationsanlage geringer geworden sind, wird Leuna versuchsweise einen Paulingkessel auf Beheizung mit Säureteer umstellen.

Dir. Dr. Nedelmann:

Kann man den Säureteer mit Schwerölmischen und zum Anreiböl geben?

Dir. Dr. Giesen:

In Leuna besteht kein Interesse, diesen zähen Säureteer in der Hydrierung einzusetzen. Leuna wird in absehbarer Zeit auf diesem Gebiet keine Versuche machen können.

Dr. Schönfelder:

Scholven hat vor, Versuche in dieser Beziehung durchzuführen und wird nach Anlaufen seiner Anlage baldigst derartige Versuche machen.

Obering. Palzer:

Die Astra Romana (AT-Anlage Floesti) hat vor, den anfallenden Säureteer in ihren Ölbeheizten Vorheizern zu verbrennen. Falls Versuchsergebnisse aus Rumänien vorliegen, werden wir darüber berichten. Säureteere aus anderen Anlagen der Mineralöl-Verarbeitung werden bei der Astra Romana

136

02093

AT 244/Ref.
Dr. IG/Pz.

Diskussion über Referat 13.

schon laufend für diese Zwecke eingesetzt. Bei den Besprechungen gaben jedoch die Herren zu, dass sie bisher Säureteere in dieser Zähigkeit und dieser Zusammensetzung noch nicht verarbeitet haben.

Dir. Dr. Giesen:

Ist der Heizwert der Säureteere so, dass es sich überhaupt lohnt, ihn unter Paulingkesseln oder in Vorheizern zu verbrennen?

Dipl.-Ing. Reichardt:

Nach den uns vorliegenden Werten hat der Säureteer einen durchschnittlichen Heizwert von 9 200 WZ./kg.

02094

Dr. Ing. Thies

Thies

Dipl.-Ing. Thiesburg

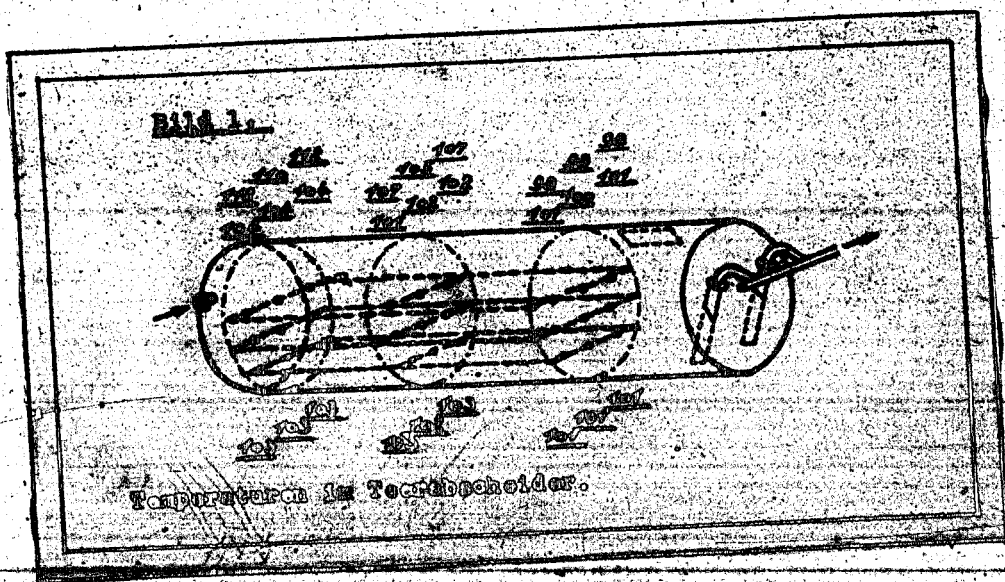
Thema: Ingenieur-Erfahrungen in der Schwefelsäure-Aufbereitung.

I. Teerabscheidung.

Bei dem G r o s s a b s c h e i d e r zur Trennung des Teeres von der verdünnten Säure muss man auf Einbauten, die eine gleichmässige Verteilung garantieren könnten, wegen der Versetzungsgefahr durch Teer naturgemäss fast restlos verzichten. Es tauchte deshalb die Befürchtung auf, dass sich bei dem geringen Durchfluss durch den grossen Behälter tote Zonen bilden, und die Säure in dünnem Strom, also mit geringer Verweilzeit, an den toten Zonen vorbeistreicht. (Die theoretische Verweilzeit beträgt in Leuna 25 bis 45 Stunden).

Da der Abscheider über 100° arbeitet, im Freien steht und nicht geheizt wird, müssen tote Zonen im unteren Teil des Behälters sich durch Abkühlung anzeigen. Die Temperaturmessung an 27 Stellen während des Betriebes ergab folgendes Bild:

Bild 1.



02095

AT 244/Erf. Referat Nr. 14.
Dr. KS/Pz.

Von den 3 senkrecht durch die Behälterwand gedachten Ebenen zeigen die in der Mitte und am Säureauslauf eine gute Temperaturverteilung. In der Einlaufebene sind die Temperaturen am Stutzen und an der gegenüberliegenden Wand gleich, sinken aber nach unten um 7° ab. Der Temperaturabfall vom Eingang bis zum Säureauslauf beträgt etwa 10° , entsprechend der Verweilzeit. Das Bild zeigt, dass ausgesprochene tote Ecken nicht auftreten; ein Tiefersetzen des Einlaufstutzens dürfte die Verhältnisse in der Einlaufebene noch etwas verbessern. Der Temperaturabfall oben am Teerauslauf ist dadurch bedingt, dass der Teer eine grössere Verweilzeit im Abscheider hat als die Säure.

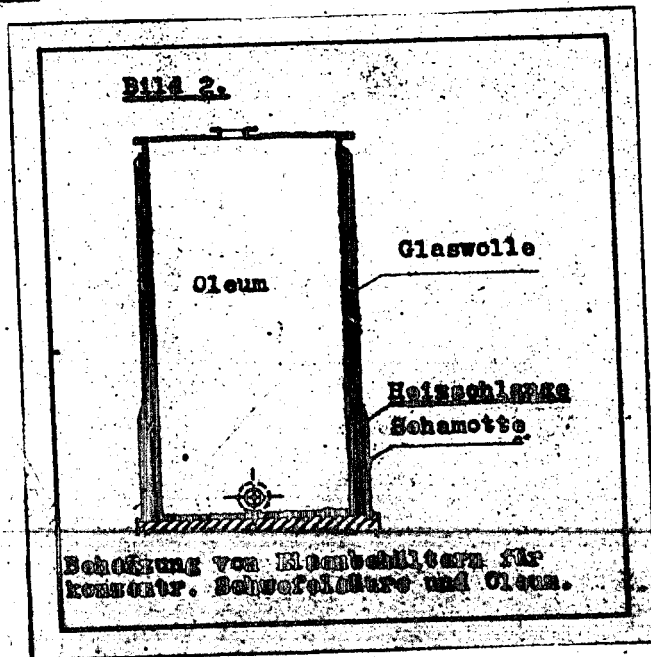
II. Pumpen.

In der Säureaufbereitung werden für dicke und dünne Säuren bei allen Temperaturen stopfbüchlose Pumpen aus Siliziumeisen vom Wesslinger Gusswerk in Wesseling, Bez. Köln, verwendet.

III. Material für Behälterbau.

- a) Bei Säurekonzentrationen über 70% ist Flusseisen als Baustoff für Behälter üblich. Vorsicht ist jedoch geboten bei höheren Temperaturen. Insbesondere dürfen Dampfheizschlangen nicht unmittelbar auf die Behälterwand gelegt werden. Eine Schamotte-Zwischenlage zwischen Behälter und Heizschlange ist zu empfehlen (Bild 2) Die innere Wandtemperatur sollte 45° C möglichst nicht überschreiten.

Bild 2.



139

02096

AT 214/B.1.
Dr. K. Pz.

Referat Nr. 14.

b) Bei Konzentrationen unter 70% H_2SO_4 wurde früher nur Blei oder verbleites Eisen verwendet. Zur Ersetzung von Blei sind Ankleidungen mit Vitridur oder Gummi auf ausgemauertem Schutz zum Schutze dieser Ankleidungen vor Überhitzung mit bestem Erfolg verwendet worden. Gummierte flache Deckel ohne keramischen Schutz (Bild 3) haben sich bei vorkonzentrierter Säure (80 - 85° C) bewährt; bei Dünnsäure (d.h. 50 - 55 %ige Säure aus dem Abscheider mit Temperaturen von 80 - 100°) wurde die Gummirung eines Deckels rastlos zerstört.

Bild 3. und 4

Bild 3.



Deckel für Behälter für vorkonz. Säure mit Temperaturen bis 80° C flach und gummiert.

Bild 4.



Deckel für Behälter für Dünnsäure mit Temperaturen über 80° C gewölbt, gummiert und ausgemauert.

Der flache Deckel wurde durch einen gewölbten ersetzt, der gummiert und ausgemauert wurde. (Bild 4, siehe oben)

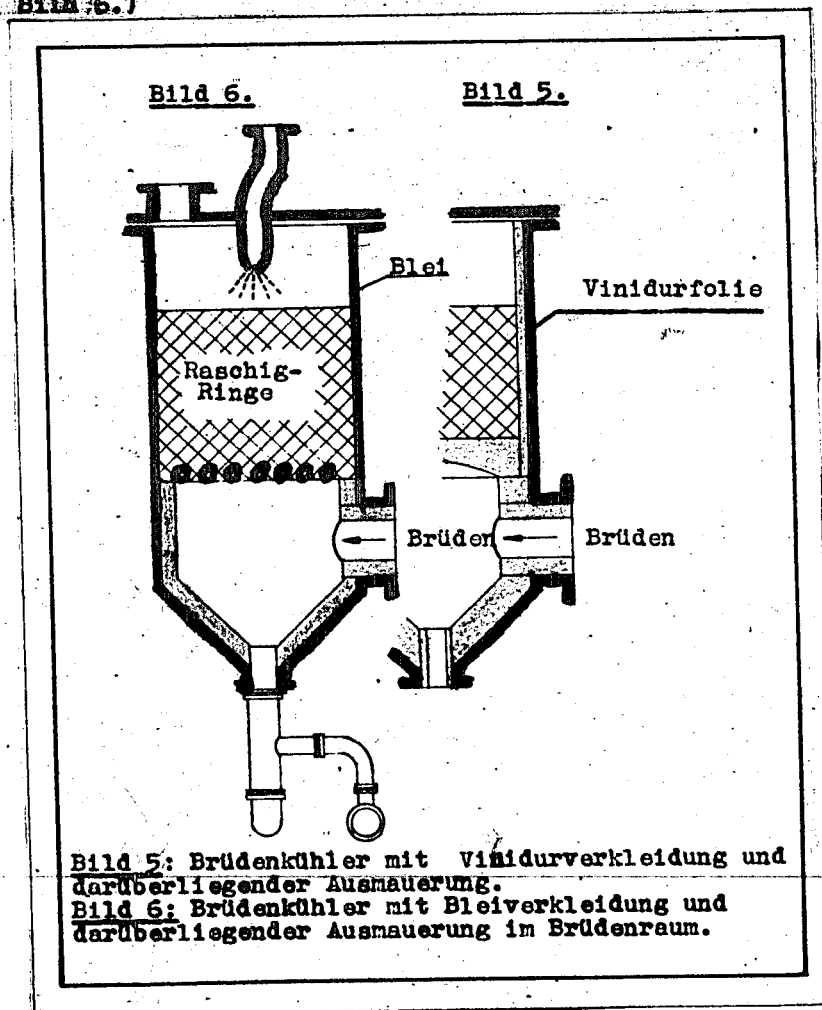
02097

AT 244/Bf.
Dr. KU/Pz.

Referat Nr. 14.

Auch einige Brückenkühler der Paulings wurden mit Vinidurverkleidung und darüberliegender Ausmauerung an Stelle der Bleiverkleidung erfolgreich betrieben. (Bild 5.)

Bleiverkleidete Behälter zeigten Angriffe im Brückenraum durch heisses SO_2 . Deshalb sollten verbleite Abscheider und verbleite Dünnsäurebehälter auf der ganzen Innenfläche, mindestens aber im Brückenraum ausgemauert werden. Verbleite Brückenkühler zeigten auch in unteren heißen Brücken-Eingangsraum starke Bleikorrosionen, bis dieser Raum nach Bild 6 durch Ausmauerung geschützt wurde. (Bild 5.)



141

02098

AT 244/Erf. Referat Nr. 14.
Dr. KG/Pz.

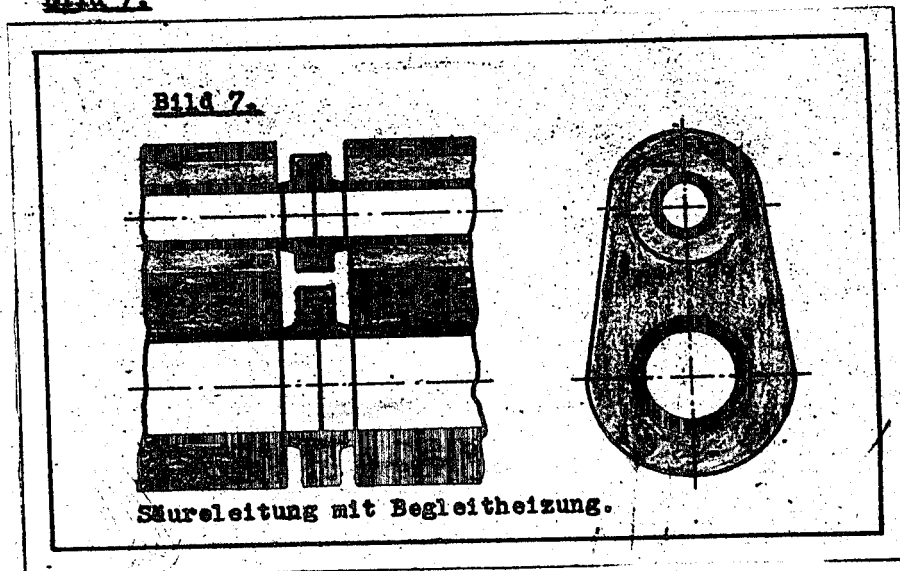
IV. Material für Leitungen.

a) Dicke Säure.

Für Schwefelsäure zwischen 70 und 98% ist Gusseisen als Werkstoff üblich. Es wurde im Gebäude der Aufbereitung ohne Anstände verwendet. Auf Rohrbrücken wurden für Roh- und Fertigsäure flusseiserne Leitungen versucht. Der Angriff ist bei den Leitungen stärker als bei flusseisernen Behältern, weil die schützende Sulfatschicht von der strömenden Säure leicht weggespült wird und dann von neuem blankes Eisen dem Angriff der Säure preisgegeben ist. Geringe Strömungsgeschwindigkeiten vermindern den Angriff; man sollte möglichst nicht über 0,5 m/sec. gehen.

Man muss bei flusseisernen Leitungen für dicke Säure ängstlicher als bei Behältern dafür sorgen, dass die Temperaturen nicht über 40 bis 50° C steigen. Die Begleitheizung wird in einem bestimmten Abstand von der Säureleitung verlegt (Bild 7) und zur Verminderung ihrer Wärmeausstrahlung für sich isoliert, ehe sie die gemeinsame Glaswollumwicklung mit der Säureleitung erhält. Die Isolierung kann so berechnet werden, dass bei Aussentemperaturen zwischen -15 und +15° die Temperaturen in der Säureleitung - unabhängig von der Strömungsgeschwindigkeit - zwischen +15 und +45° liegen. Bei Aussentemperaturen über +15° muss die Heizung abgeschaltet werden. Versuche mit solcher Isolierung sind in Leana im Gange.

Bild 7.



b) Teerleitungen

werden aus Flusseisen mit Heilmantel hergestellt. Sie müssen mindestens 100 mm I.W. haben, um bei schlechtem Teer nicht zu verstopfen.

Bei Neigungen von 15% hat eine nicht verbleite Teerleitung in 8 Monaten keine Korrosionen gezeigt. Bei einer Neigung von 5% ist eine andere Leitung gleicher Ausführung ziemlich schnell durchkorrodiert. Offenbar fließt der Teer hier zu träge, sodass sich geringe Mengen von Säure während des Durchfließens aus dem Teer abscheiden und in Unebenheiten der Leitung Korrosionen hervorrufen.

c) Dünne Säure

Als Leitungsmaterial für Schwefelsäure unter 70% H_2SO_4 kam früher nur Blei oder Siliziumeisen in Frage. Bleileitungen konnten in Leuna wegen der starken Einschränkung des Bleikontingentes nicht verwendet werden. Siliziumleitungen fielen wegen Beschaffungsschwierigkeiten, ferner wegen ihrer Sprödigkeit bei gleichzeitig hohem Eisenkontingentgewicht aus.

Es wurden für die dünnen Säuren fast ausschliesslich Glasleitungen verwendet. Glas ist gegenüber Temperaturschwankungen unempfindlicher als Siliziumeisen, ist bei kleinen Leitungsdurchmessern (etwa 50 mm) nicht spröder als dieses und hat den wesentlichen Vorteil, dass man die Strömungsvorgänge beobachten kann. Nach Überwindung gewisser Anfangsschwierigkeiten in der Verlegung und Abdichtung steht die Glasleitung der Bleileitung hinsichtlich der betrieblichen Sicherheit kaum nach; sie hat gegenüber der Bleileitung die Vorteile der Durchsichtigkeit und der leichteren Reinigung.

Um Glasleitungen im Säurebau einwandfrei dicht zu bekommen, muss man:

1. Die Holzrollen der Flanschverbindungen durch Rollen aus geeignetem Material ersetzen. In Leuna wurde Neoresit (vom Neoresit - Strangpresswerk in Zossen) mit grossem Erfolg verwendet. Als Ausweichmaterial wurden etwas kleinere Eisenrollen hergestellt mit einer Zwischenlage aus Pappe oder Klingerit zwischen Eisenrollen und Glas.

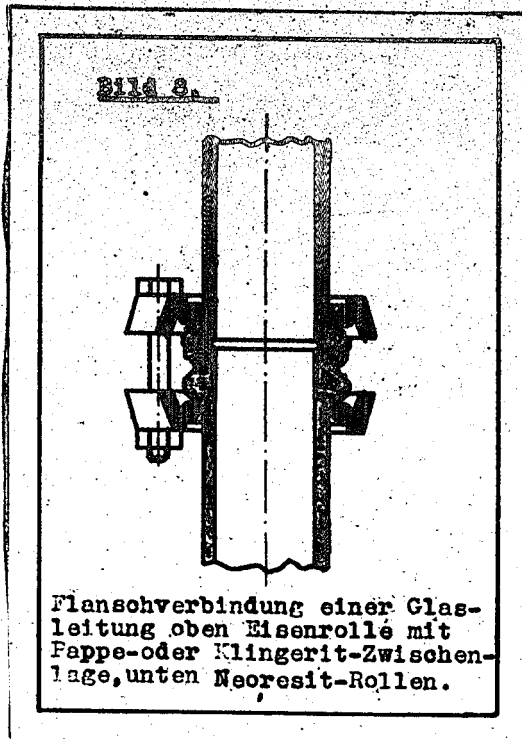
(Bild 8) (siehe nächste Seite)

AT 244/Erz.
Dr. KB/Pz.

Referat Nr. 14

02100

Bild Nr. 8.



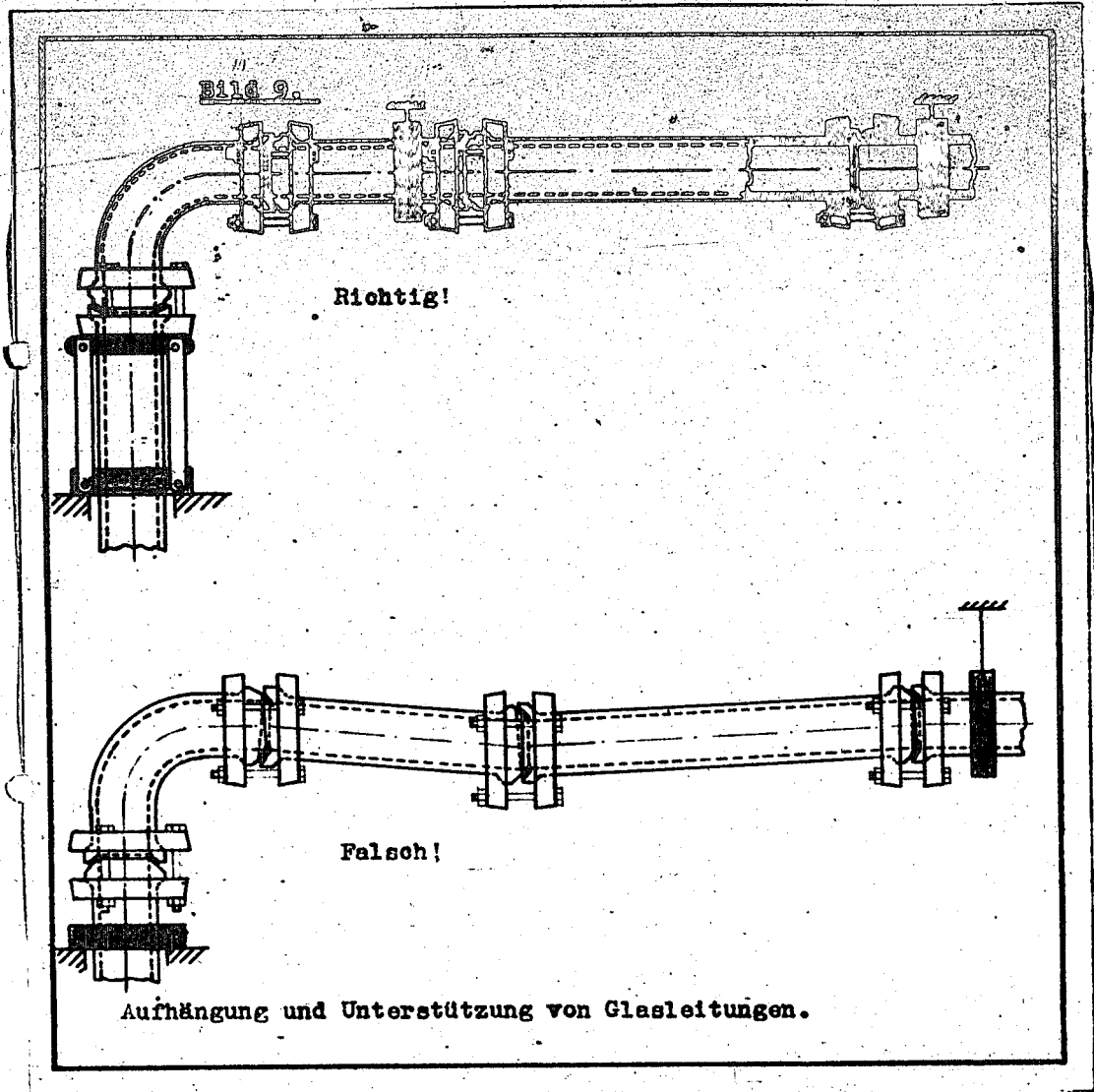
- Waagerechte Leitungen müssen mindestens nach jeder zweiten Flanschverbindung eine Aufhängung oder Unterstützung erhalten. ~~Für eine tragfähige Durchgehende einer schlecht befestigten Leitung führt zu Undichtigkeiten.~~ (Bild 9) (siehe folgende Seite).
3. Bei senkrechten Leitungen muss mindestens eine Schelle oder Aufhängung unmittelbar unter eine Flanschverbindung greifen, damit die Leitung nicht durchrutscht.

AT 244/Erf.
Dr. K6/PE

Referat 14

02101

Bild 9



Aufhängung und Unterstüztung von Glasleitungen.

02102

AT 244/Brf.
Dr. H. P.

Referat Nr. 14

Blei wurde als Leitungsmaterial für einige Paßstücke benutzt, welche fabrikmässig nicht in Glas herzustellen waren. Solche Paßstücke wurden in den Brüdenleitungen zwischen Paulings und Brüdenkühlern so stark angegriffen, dass die Kühleranordnung nachträglich geändert werden musste, um das Bleipaßstück durch Glas ersetzen zu können.

Zur Einsparung von Blei wurden Paßstücke in kalten Brüden- und Sauerwasserleitungen auch in Vinidur ausgeführt. Die Lochkästen über den Paulings, sowie die Ein- und Ausläufe für die Kästen, sind ebenfalls aus Vinidur angefertigt. Hier wirkt sich jedoch nachteilig aus, dass das Vinidur höhere Temperaturen als 60 - 70° nicht verträgt. Wir müssen mit Rücksicht auf diese Leitungen die Temperaturen für Dephlegmatorsäure und vorkonzentrierte H_2SO_4 niedriger halten, als es betriebstechnisch notwendig ist; die Lochkästen wie auch die Einläufe sind häufig durch zu hohe Temperaturen deformiert worden.

V. Dichtungsmaterial

Es wurden durch zahlreiche Versuche für alle Produkte und Temperaturen die best geeigneten Dichtungen festgestellt. Soweit wie möglich, wurden daneben die Ausweichstoffe ermittelt, die ebenfalls brauchbar sind.

Produkt	Leitungs- baustoff	bestes Dichtungsmaterial	2. bestes	3. bestes
Gas, Pressluft, Wasser, neutrales Abwasser	FE/GE	Pappe m. Sedrapix	-	-
Saures Abwasser bis 60°	Glas	Igelit	Gat (Gummi 366)	Klingerit
Saures Abwasser heiss	Glas	Gat	Klingerit	-
Säure von 50-75% bis 100° C	Glas	-	-	Gummi 366
96-%ige H_2SO_4 320° C	Sil.-Eis.	Blauasb. in Firnis getränkt	-	-
Oleum	FE	Weissasb. in Wasser	Klingerit	-
Kaminleitungen	FE	" "	-	-

DOOR
COPY

12

02103

Dr. Ing. / Ref. Referat Nr. 14

Produkt	Leitungs- baustoff	Bestand- teile	2. Dichtung	3. Dichtung
Dephlegmator, unterster Schluss	FE	U. Ab. m. Dichtung beim Abfluss d. Dephlegm. d. Dephlegm.		
Dephlegmator obere Schließe	FE	Pappe m. Dichtung		
Briden kalt	Glas	Weichigkeit grau	Gat	Klingorit
Briden heiss	Glas	Gat	Klingorit	Weichigkeit

Unter den verschiedenen im Handel befindlichen Gesteinsqualitäten hat sich nur die Qualität 2m6a bewährt. Gesteins- und Klingorit-Dichtungen können mit Graphit ersetzt werden.

VI. Säurefeste Ausmauerungen

Die Ausmauerung der Behälter und Apparate besteht aus Keracidsteinen, die in SWK verlegt werden. Von der Ausmauerungslage der Dephlegmatorschließe ist die Ausmauerung, an deren anliegende Schicht aus Hartporzellanplatten gemacht. Für die beiden inneren Keracid-schichten muss man darauf achten, dass das zur Verwendung kommende Material gut dicht gepresst und gebrannt ist. Poriges und rissiges Material hat nur kurze Lebensdauer. Den untersten Flansch als Mauertragring auszubilden, hat sich nicht bewährt. Der zwischen Dephlegmator und Pauling liegende Siliziumeisen-Ring wurde nachträglich auf 32 mm verstärkt. (B. 10)

Bild 10. (siehe nächste Seite)

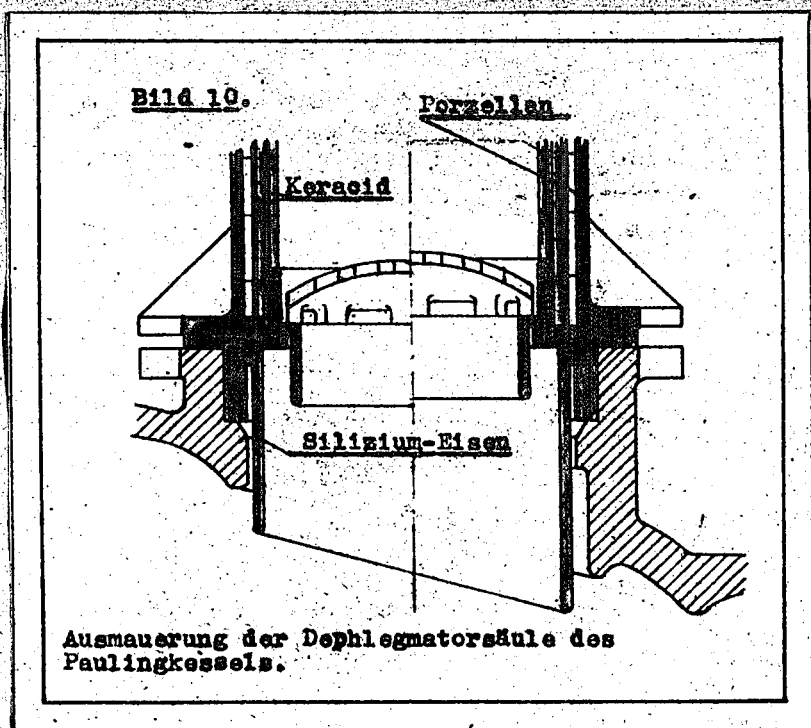
POOR COPY

AP 214/2
B. 15/22

Referat Nr. 1

U2104

Bild 10



02105

AT 244/Ref. Referat Nr. 3
Es. K3/Pa.

VII. Bedarf an Schlossern und Hilfschlossern.

Für die laufenden Reparaturen bei einer Anlage von etwa 6 Paulingkesseln werden nach den Erfahrungen von Leuna 15 Mann benötigt, davon etwa ein Drittel Hilfschlosser. In diese Zahl sind 3 Schichtschlosser, 1 Schweißer, ferner 1 Schlosser und 2 Helfer, welche ständig mit dem Überholen von Schiebern und Gangbarmachen von Schrauben zu tun haben. Die laufenden und grösseren Reparaturen der Anlage werden von den übrigen 8 Mann durchgeführt. Von ihnen sind zweckmässig 2 für die Ofenreparaturen, 2 für Pumpen, Gebläse und Kühler, 2 für die Vorkonzentration und Bleiarbeiten und 2 für Glas- und Vinidurarbeiten spezialisiert. Es ist möglich, dass die Zahl der Schlosser nach mehreren Einfahrmonaten etwas vermindert werden kann.

02106

AT 196/197,
Dr. 197/198.

Diskussion zu Referat 14.

Dis. Dr. Giesen:

Es ist erfreulich, dass einmal von der Ingenieurseite her ausgesprochen wird, dass Glas ein geeignetes Konstruktions- und Betriebsmaterial für die chemische Industrie ist. Dem Referat ist zweifellos zu entnehmen, dass die Verwendung des Glases als Baustoff in den letzten Jahren wesentliche Fortschritte gemacht hat. Der Chemiker ist an die Verwendung des Glases als Baustoff aus seinen Versuchs- und Laborarbeiten gewöhnt. Da das Glas als Baustoff in den Schwefelsäurekonzentrationsanlagen so viele Korrosionsprobleme löst, muss unbedingt alles getan werden, um weitere Versuche in dieser Richtung zu machen, um alle nicht unbedingt benötigten Mengen an Blei und sonstigen kriegswichtigen und schwer beschaffbaren Rohstoffen auf ein Minimum zu reduzieren. Es ist aber erstaunlich, dass für Reparaturen an den Glasleitungen so viele Leute benötigt werden. Hier muss durch Zusammenarbeit von Konstruktionsbüro und Betrieb unbedingt noch ein Wandel geschaffen werden.

Dipl.-Ing. Ihlenburg:

Die Reparaturen an den Glasleitungen sind nicht nur bedingt durch das Zubruchgehen von Leitungen, die Glasleitungen werden vielmehr so oft auseinander genommen, um sie zu reinigen und überwachen. Die Reparaturarbeiten wegen des Zubruchgehens von Glasleitungen halten sich dagegen heute schon in fast normalen Grenzen. Bei Leitungen aus anderen Werkstoffen ergeben sich im Schwefelsäurebetrieb ebenfalls sehr hohe Reparaturarbeiten durch die erforderlichen Reinigungs- und Überwachungsarbeiten. Der Betriebsingenieur muss sein Hauptaugenmerk darauf richten, dass Glasleitungen stets so verlegt werden, dass sie

150

02107

H. 24/192.
Dr. 12/192.

Diskussion zu Referat 14.

leicht zugänglich sind und gleichzeitig gut gegen Herabfallende Gegenstände von höher gelegenen Bühnen und Bedienungsgängen geschützt sind. Sämtliche Säureleitungen müssen ebenso wie die Leitungen aus anderen Baustoffen einen Flanschsenschutz erhalten, um das Bedienungspersonal gegen ausbrechende Säure zu schützen. Bei Glasleitungen wird als Flanschsenschutz zweckmässigerweise Igelit-schlauch verwendet.

- Dipl.-Ing. Fischer:** Wie machen sich Witterungseinflüsse auf die Glasleitungen bemerkbar?
- Dipl.-Ing. Ihlenburg:** Bis jetzt haben sich keine Schäden durch Witterungseinflüsse gezeigt, da die Leitungen verhältnismässig grosse Temperaturschwankungen vertragen. Glasleitungen, die mit 100° heisser Säure gefüllt waren und durch Unachtsamkeit mit kaltem Wasser bespritzt wurden, sind regelmässig nicht zu Bruch gegangen.
- Dir. Dr. Giesen:** In der organischen Abteilung in Leuna liegen schon jahrelang an verschiedenen Stellen Glasleitungen, an denen sich bisher Witterungseinflüsse niemals ungünstig ausgewirkt haben.
- Dipl.-Ing. Fabian:** Aus welchem Material sind die Füllkörper in der Dephlegmatorsäure der Paulingkessel gefertigt?
- Dr. Menschiek:** In den Dephlegmatorsäulen werden normalerweise oben Porzellanringe und unten Ringe aus Ferro-Silizium verwendet. Die Porzellanringe haben einen gewissen natürlichen Verschleiss und müssen in bestimmten Perioden ausgetauscht werden. Die Ferro-Siliziumringe dagegen sind als absolut beständig zu bezeichnen. Wegen des hohen Gewichtes der Ferro-Siliziumringe und wegen der verlangten Einsparung an Eisen soll man die ganze Dephlegmatorsäule nicht mit solchen Ringen füllen.

151

02108

AT 244/Brf.
Dr. KB/Fz.

Diskussion zu Referat 14.

Dipl.-Ing. Fabian:

Ist die Verwendung von Glasringen möglich?

Dr. Menschiok:

Beim Überkochen des Paulingkessels können Temperatursprünge von 180° C auf 320° C auftreten, sodass die Gefahr besteht, dass Glasringe hierbei in nennenswerter Menge zerspringen. Für die erste Füllung und das Anfahren der Konzentrationsanlage sollte man daher die oben angegebene Füllungsart verwenden. Nach eingelaufenem Betrieb können Versuche zur Verwendung von Glasringen gemacht werden.

152

02109

AT 244/ Erf.
Dr. K. Pz.

Referat Nr. 15

Referent: Dr. Milz.

Thema: Ausrüstung für Belegschaft und Betrieb in der Schwefelsäure-Konzentrations-Anlage.

Zur Ausrüstung für Belegschaft und Betrieb in der Schwefelsäure-Konzentrations-Anlage gehören Betriebs- und Sicherheitsgegenstände, die direkt oder indirekt dem Unfallschutz dienen. Sie können zugleich im Alkylierbetrieb angewandt werden. Für den Bau der Anlagen sowie für die Beschaffung der Betriebs- und Sicherheitsmittel sind die Eigenschaften der vorhandenen Produkte unter den normalen Betriebsbedingungen und unter Berücksichtigung aussergewöhnlicher Verhältnisse massgebend, gemäss folgender Übersicht:

Alkylierbetrieb:

Produkt: Flüssige und gasförmige Butane, Alkylat und hochprozentige Schwefelsäure.

Temperatur und Druck: 0° bzw. Raumtemperatur, 1,2 - 1,4 ata bzw. drucklos bzw. Pumpendruck etwa bis 15 at.

Ausführung der Anlage:
Nenndruck 10 at, Flanschverbindungen ND 25,
Material: Schmiedeseisen.

Schwefelsäure-Aufbereitung:

Produkt: Schwefelsäure in Konzentrationen von 50 bis 96 % und Oleum, ferner Säureteer.

Temperatur der verdünnten Säure 90 - 120° bzw. Raumtemperatur.
Temperatur der konzentrierten Säure 330° bzw. Raumtemperatur.

Ausführung der Anlage:
ND-Betrieb bzw. Vakuum bis 50 mm Hg.

Material: schmiedeeiserner bzw. verbleite oder mit Igalit ausgelegte und ausgemauerte Apparate. Leitungen vorzugsweise aus Glas, auch aus Kunststoff oder Blei, sonstige Anlageteile aus Guss-eisen, Blei, Porzellan, Eisen-Silizium.

153

POOR
COPY

12

02110

AT 244/Erz.
Dr.KB/Pz.

Referat Nr. 15

In den Hydrierwerken ist das Arbeiten mit Kohlenwasserstoffen nach den Vorschriften und aus der Praxis bekannt. Mit der Inbetriebnahme der AT-Anlagen kommen die Vorschriften für den Betrieb der Schwefelsäure neu hinzu. Die allgemeinen Betriebsvorschriften (des Ammoniakwerkes Merseburg) machen Angaben über das Arbeiten mit ätzenden Flüssigkeiten (Säure, Lauge, Ammoniak); ebenso das Merkblatt: Sammlung der Unfallverhütungsvorschriften für Metallhütten und Schwefelsäurefabriken vom 1.4.1934. Das Werbeblatt 7, 1941, der Berufsgenossenschaft der chemischen Industrie gibt wichtige Druckschriften und deren Bezugsquellen bekannt.

Um die Bedienung und den Betrieb in der Tat zu schützen, hat der Schwefelsäurebetrieb zusätzliche Hilfsmittel erdacht und zwar im Voraus oder auf Grund von weiteren Erfahrungen; dazu gehören auch Gegenstände, die ein handliches Arbeiten ermöglichen.

Die folgenden angeführten Betriebs- Sicherheits- Hilfsmittel beziehen sich auf eine Paulinganlage mit insgesamt 8 Paulingkesseln. Die Anlage 1943 in Betrieb kamen; 4 Kessel sind für den AT-Betrieb bestimmt. Zu bemerken ist, dass diese Pauling-Anlage zu einem Betrieb mit andersartigen Schwefel- u. Schwefelsäure-Betrieben gehört, von denen Erfahrungen und Hilfsmittel übernommen und ausgetauscht werden können, und dass der Schwefelsäurebetrieb Leuna die Mittel hinsichtlich ihrer Eignung auch im Interesse anderer Werke ausbildet und prüft, wozu die Betriebswerkstätte, D.I. Ihlenburg, und die Hauptwerkstätte, Dr. Henning, zur Verfügung stehen. Je nach Bedarf werden die folgenden von der Schwefelsäure, Aufbereitung angegebenen Maßnahmen auch in der Alkylierung angewandt.

Gegenstände: x)

Stückzahl: Anwendung:

I. Sicherheits- Hilfsgegenstände für die Bedienung:

- | Gegenstände: | Stückzahl: | Anwendung: |
|---|----------------|--|
| 1. Anzug aus Ge-Ge-Faser oder Filzanzug, Hemd, Unterhose, Strümpfe und Hantschuhe mit Igelitgehäuten und mit Igelit gehäut. Gummihandschuhe oder Igelit-Handschuhe, geadichte Schutzbrillen (Mützen aus Igelitfaser). | für jeden Mann | Gummihandschuhe sind beim Arbeiten mit heißer Säure widerstandsfähiger, ebenso wird der Filzanzug bevorzugt. |

x) Angaben aus dem Schwefelsäurebetrieb: Dr. Menschik,
D.I. Ihlenburg
aus den Hauptwerkstätten: Dr. Ing. Henning.

154

12

02111

AB 244/193.
Dr. K./P.

Referat Nr. 15.

<u>Gegenstände</u>	<u>Stückzahl</u>	<u>Anwendung.</u>
2. Schutzanzug aus Igelitfolie	1	Kessel- und Behälterreinigung, Arbeiten bei direkter Berührung mit Säure.
3. Gummistiefel	2 Paer	siehe 2
4. Kopfschutzhauben aus Gummi mit Schauglas	6	siehe 2
5. Kopfschutzhelme aus Vinidur	1	siehe 2
6. Gasschutzgeräte übliche Gasmasken mit E-Säure-Einsatz und für den Luftschutz die allgemeiner anwendbare SM-Maske	20 - 25	für jeden Mann
7. Hauben mit Maske und Anschlußstück für einen Gasschutz-Einsatz oder Luftzufuhr. Frischluftmasken nach Bedarf zur letzteren gehören Pressluftschluche aus Gummi Spiral-Schluche Verteller	3 3 10 3	siehe 2
8. Rettungsgürtel mit Leine aus Vinidur-Faser.	3	siehe 2

II. Betriebs- Hilfsgegenstände :

9. Schöpfer mit Stiel für ca. 2 Liter aus Vinidur	4	Ausschöpfen von Behältern
10. Kästen 40 x 25 x 12 cm aus Vinidur oder Eisen	je 6	zum Auffangen von Leckläure
11. Säureeimer aus Vinidur oder Eisen	je 6	zum Wegtragen auch von heißen Säuren
12. Trichter zum Auffangen der Säure bei Reparaturen, an die Leitung einhängbar, aus Vinidur oder Eisen	je 2	um die Säure abzufangen

FOR COPY

12

Dr. Kb/Pz.

Netzent Nr. 15

02112

<u>Gegenstände</u>	<u>Stückzahl</u>	<u>Anwendung</u>
13. Wasserschläuche für Hydranten, aus Igelit oder Gummi je ca. 40 m.	je 2	
14. Strickleiter aus Fe-Ge-Faser	2	wenn normale Leiter nicht mehr anzubringen ist.
15. Stricke aus Fe Ge-Faser	6	nur für den Säurebetrieb genehmigt, zum Hochziehen von Gegenständen und Bau von Gerüsten
16. Bottiche \varnothing 500 Höhe 800 mm aus Eisen	4	zum Entleeren von Eimern, zum Auffangen von Säure bei Undichtigkeiten oder zum Sammeln der Eisensulfatkrusten beim Reinigen der Paulingkessel
17. Heber für Säureproben aus Vinidur	3	
18. Kästen und Flaschen aus Vinidur	3	für Säureproben
19. Kratzer für den Teerofen	1	
20. Kratzer für den Teerabscheider	1	bei Schwierigkeiten des Teerablaufes
21. Schutzdeckel aus Blech oder Vinidur mit Schauglas \varnothing 800 mm	2 bzw. 1	bei Arbeiten in Paulingkesseln oder in Behältern. Der Deckel wird so angeführt, dass Luftzufuhr von unten möglich ist. Durch das Schauglas wird das Arbeiten im Behälter dauernd beobachtet. Beobachter trägt Helmhaube usw. Der Mann im Kessel trägt Helmhaube, Maske und Igelit-folie-Anzug.

156

02113

AT 244/Erf.
Dr. Kb/Pz.

Referat Nr. 15.

<u>Gegenstände</u>	<u>Stückzahl</u>	<u>Anwendung</u>
22. Schutzbleche an offenen Säureauslauftrichter der Paulingkessel, ferner Flanschenschutz, Schutzrinnen unter gefährdenden Leitungen aus Eisen oder Igelit.		
23. Igelit-Folie oder Pa Ge-Tücher zum Überhängen oder Schürzen, Schulterstücke oder sonstige Bandagen aus Igelitfolie.		beim Öffnen von Flanschen und direkter Berührung mit Säuren.
24. Schraubenverbindungen der Flanschen bei Schiebern, als sog. Schieber Sicherung		besonders bei Eisen-Silizium-Schiebern, da diese leicht zerplatzen und die Säure ausströmen kann.
25. Ilo- Wagenschieber für Kesselwagen	1	für Rangierzwecke.
<u>III. Hilfsmittel für Unfälle, ausser normaler Ausrüstung.</u>		
26. Soda-Wannen (Lösung etwa 3%) ausgekleidet mit Vinidurfolie oder Weichigelit oder mit Platten ausgelegt.	4	bei Unglücksfällen zum Neutralisieren von Säure.
27. Kübel für Soda-Lösung (3%ig) oder Kalk	5	zum Reinigen der Hände und von Werkzeugen und zum Neutralisieren verspritzter Säure.
<u>IV. Warnungsschilder.</u>		
28. Vorsicht Säure!	20	
29. Nicht abstellen! Pressluft für Atemschutzmasken! Lebensgefahr!		
30. Nicht einsteigen, Gefahr vorhanden!	12	
31. Vorsicht Gasleitung!		

POOR
COPY

12

02114

AF 24/Erz.
Dr. K8/Pz.

Referat Nr. 19.

F
Firmen für Kunststoffgegenstände, wie:

Schutzkleidung, Handschuhe, Schläuche, Folien, Tücher
und dergl.:

- Rost & Co. Hamburg, Harburg, Wenderstr. 16,
- W. Kächele, Weilheim-Teck
- Atlas-Werk Ludwig Sattler KG, Mühlacker
- Dietsch & Illgen, Gummiwarenfabrik, Zeilendorf
- Bokodik, Troisdorf, Bez. Köln
- Erich Lehmann, Meerane i. Sa.

Schutzkleidung aus Fe Ge-Gewebe

Gebrg Bücking G.m.b.H., mech. Kleiderfabrik, Alsfeld
in Hessen

Gegenstände aus Vinidur :

- Schrupp & Müller, Betzdorf (Sieg)
- Keramchemie, Siershahn - Westerwald
- Horst Wolff G.m.b.H., Leipzig, C 1, Georgring 11.

Gegenstände des Gasschutzes:

Auer-Gesellschaft, Berlin (Optelixaube)
Drägerwerke, Lübeck.

Weitere Firmen kann die Verkaufsgesellschaft für Kunst-
stoff-Erzeugnisse m.b.H., Frankfurt a.M., Feuerbachstr. 50,
angeben.

Sollten beim Bezug oder der Verwendung von Kunststoff-
gegenständen Schwierigkeiten auftreten, so raten wir Ihnen,
sich mit genauen Angaben und Mitteilungen an Uhde-Leuna
zu wenden, damit wir uns in Ihrer Angelegenheit bei den
Hauptwerkstätten des Leuna-Werkes, Herrn Dr. Ing. Henning,
für Sie einsetzen können.

Bekanntlich kommt es trotzdem zu Unfällen, die aller-
dings zahlenmäßig und in ihrer Auswirkung durch die ange-
führten Massnahmen vermindert werden können. Ein in Leuna
eingeführtes Warnschild besagt:

POOR
COPY

12

02115

AT 244/Bef.
Dr. K5/Pz.

Referat Nr. 15.

" Verätzungen durch Schwefelsäure und Salzsäure sind sehr gefährlich! Sofort (zur Verdünnung der ätzenden Stoffe) die verätzten Stellen unter reichlicher Wasserverwendung abspülen.

Etwas durch eimerweises Übergießen oder durch Abspülen unter der Wasserleitung.

Vorher Kleider herunter! Nachher Kleider wechseln!

Wenn möglich, dem Wasser etwas Seife zusetzen. Aber nur, wenn sofort zur Hand. Das Abspülen mit Wasser deshalb nicht aufhalten!

Hierauf die verätzten Stellen mit der kühlenden und schmerzlindernden Brandbinde bedecken. Weitere Behandlung obliegt dem Arzt. "

Zur ersten Hilfe bei Unfällen steht der Verbandskasten zur Verfügung. Inhalt: Heftpflaster, Schnellverband, Binden, Watte, Mull, Dibromol (ein Jodersatz), Alioson oder andere Brandsalben.

Das Alioson ist ein in Leuna erprobtes und bewährtes Mittel gegen Verbrennung; sein Bezug von der Herstellerfirma Dr. Wernicke & Bayer, Dortmund, ist leider durch Bombenschaden unterbrochen. Bei einer Rundfrage nach anderen Brandbalsamen wurden Dermo-Tekt von Söhngen, Wiesbaden, genannt und auf Dermatol von Bayer verwiesen.

Nach Angabe der Apotheke Leuna soll TEBEGE, Tannin-Brandgelee von Dr. Akutiak, Wien, in jeder Menge zu beziehen sein. Die Universitäts-Klinik Bonn hatte gelegentlich einen mit Tanninazetat-Lösung (2 %) getränkten Verband empfohlen, dessen Anwendung, in Amerika eingeführt, ausser der Wirksamkeit den Vorzug haben soll, dass die Tanninazetatlösung immer wieder auf den Verband aufgetragen werden kann, ohne also den Heilungsprozess durch Abreißen des Verbandes zu stören. Besonders bei Verbrennungen ist es entscheidend, dass sofort an Ort und Stelle die erste Hilfe zuteil wird. Für diese Zwecke ausgebildetes Personal aus dem Betrieb und der Schlosserei führt vorschriftsmässig die erste Behandlung aus, z.B. bei Verbrennen mit Säure: Aufschneiden und Abreißen der Kleider, Baden mit Lösungen und Auftragen des Balsams, damit die verbrennende Säure nicht weiter in die Haut eingedrungen ist, bis der Patient zur ärztlichen Behandlung gelangt. Nach der ersten Hilfe erfolgt die sofortige Überweisung in ärztliche Behandlung.

02116

AT 244/25f.
Dr. K8/Pz.

Referat Nr. 15

Zur Überwachung der Betriebs- und Sicherheitshilfsmittel hat der Schwefelsäurebetrieb Leuna einen sog. Sicherheits- (Tages-) Meister für seine verschiedenen Anlagen eingesetzt. Der Betriebs- Sicherheitsmeister prüft das Vorhandensein und die ordnungsgemäße Ausführung der Hilfsmittel und ist für ihre richtige Anwendung verantwortlich; er ist als Betriebsmeister bei Reparaturen von Anfang bis Ende anwesend.

Dem Vorhandensein aller genannten Massnahmen und ihrer Beachtung beim Arbeiten in der Anlage ist es zu verdanken, dass bisher Unglücksfälle geringfügig geblieben sind.

Zur Abrundung des Referates interessieren schliesslich Fälle aus der Praxis.

Unglücksfälle von Betriebsleuten oder Schlossern in der Schwefelsäureaufbereitung:

- a) Übliche kleine Unfälle durch Verspritzen von Säure im Betrieb oder bei Reparaturarbeiten, meistens durch Unachtsamkeit.
- b) Beim Entleeren eines Säure-Kesselwagens durch Abdrücken mit Hilfe von Luft bzw. Stickstoff (1,5 at), reisst eine Flanschverbindung, die nicht in Ordnung war, ab und das ausströmende Oleum löst den Filzanzug eines Schlossers von Brusthöhe an im Augenblick auf. Das ausgebildete Personal des Betriebes und der Schlosserei greift vorschriftsgemäss ein. Die Verbrennung am Bauch und den Oberschenkeln war in ihrer Wirkung zweiten Grades bzw. dritten Grades (Auflockerung des Gewebes). Dauer der ärztlichen Behandlung ca. 3 Wochen. Diese Verbrennung mit Oleum war verhältnismässig schnell geheilt. Gefährlicher scheinen die Verbrennungen mit Roh-AT-Säure zu sein, weil diese, verunreinigt durch Kohlenstoffverbindungen u.a., leichter in eitrige Entzündungen übergehen können.
- c) Beim Arbeiten in einem Kessel ganz nach Vorschrift wird ein darüber befindlicher Flansch plötzlich undicht und warme Säure spritzt mit einem verhältnismässig kleinen Strahl auf den im Behälter eingesengten Reparaturschlosser. Er wird vom Feuerwehrmann und Sicherheitsmeister augenblicklich hochgezogen und schliesslich ist der Reparaturschlosser heil geblieben, aber die Rettungsleute hatten sich etwas mit Säure verbrannt. Dieser Fall führte zur Einführung der Deckel Nr. 21.

02117

AF 244/Err.
Pz. 42/Fz.

Referat Nr. 15.

Wie die Beispiele zeigen und aus den Fällen der Praxis bekannt ist, haben die Unfälle bekannte Gefahrenquellen zur Ursache und sind selbstverschuldet, oder sie sind durch unvorhergesehene Ereignisse und durch die Eignungslagen der Situation bedingt. Sie treffen das Personal und vermindern seinen Arbeitseinsatz, schädigen den Betrieb und die Produktion und bringen unliebsame Besuche von Kommissionen. Zur Verminderung dieser Vorkommnisse im Betrieb mit Schwefelstaub wurde die vorliegende Auswahl von Betriebs- und Sicherheitshilfsmitteln den Gästen des Erfahrungsaustausches angeführt, die sich später im eigenen Betrieb der AF-Anlagen durch neue Erkenntnisse und Erfahrungen im Interesse des Betriebes und des Personals ergänzen lassen.

161

02118

Dr. Hiltner

Referat an Referat 15.

Herr Dr. Hiltner konnte bei der Erfahrungsaustauschbesprechung nicht anwesend sein, und brachte daher Herr Obering. Palzer das Referat in seinen wesentlichen Auszügen zur Verlesung.

In der anschließenden Diskussion über Beschaffung der notwendigen Säureschutzkleidung für das Betriebspersonal in den Säurebauten wurde festgestellt, dass die Beschaffung auf sehr große Schwierigkeiten stößt. Die Genehmigung für den Bezug der benötigten Kleidung hängt stark von der Einstellung der örtlichen Gewerbeaufsicht ab. Die heute unter der kriegsbedingten Rohstofflage gelieferten Schutzkleidungen sind größtenteils zu dünn, um dem Betriebspersonal den nötigen Schutz zu geben.

Herr Dir. Dr. Giesen schlägt vor, dass von seinem Büro durch eine Rundfrage bei allen IG-Betrieben, die mit Säure arbeiten, geklärt werden soll, was diese Betriebe zur Zeit noch genehmigt und geliefert bekommen. Eine zentrale Beschaffung der Schutzkleidung wird nach Ansicht von Herrn Dir. Dr. Giesen nicht möglich sein.

Herr Obering. Palzer weist darauf hin, dass bei der Beschaffung der Schutzkleidung für Rumänien erhebliche Schwierigkeiten eintraten, die noch nicht als beseitigt gelten.

Herr Dr. Hiltner hält es für möglich, dass es in den Säurebetrieben wegen der ungenügenden Schutzkleidung zu Schwierigkeiten mit dem Betriebspersonal kommt. Es wird darauf hingewiesen, dass infolge der schlechten Säureschutzkleidung häufig Beschädigungen an der eigenen Kleidung des Betriebspersonals auftreten, die das betr. Gefolgschaftsmitglied durch die kriegsbedingte Rohstofflage heute nicht wieder beschaffen kann. Mit einer Wartersetzung der zerstörten Eigenkleidung kann sich bei den augenblicklichen Verhältnissen das Gefolgschaftsmitglied nicht zufrieden geben.

02119

AT 224/Hr.
Dr. KG/Ps.

Diskussion zu Referat 15.

Herr Dir. Dr. Giesen

schlägt vor, dass die verantwortlichen Betriebsführer in den sogenannten Säurebetrieben in solchen Fällen rechtzeitig den Vertrauensrat einschalten, um über die Arbeitsfront eine Einwirkung auf die örtliche Gewerbeaufsicht zu nehmen.

163

02120

AT 224/192.
Dr. H. H. P.

Referat Nr. 16

Referent: Dr. Koberger

Thema: Analytische Erfahrungen beim AT-Verfahren.

Für die analytische Überwachung der AT-Anlage werden neben bekannten Analysen-Methoden auch einige spezielle Untersuchungsmethoden angegeben. Der folgende kurze Überblick soll Art und Zahl der für die Betriebsüberwachung erforderlichen Analysen umfassen.

Vor der Besprechung der in den einzelnen Verfahrensstufen durchzuführenden Analysen sind noch einige allgemeine Gesichtspunkte zu erläutern. Da beim AT-Verfahren Flüssig-gase zum Einsatz gelangen, kommt für die Untersuchung derselben die Stockanalyse in Betracht, über welche im Rahmen dieses Referates nicht ausführlich gesprochen werden kann. Bekanntlich handelt es sich bei der Stockanalyse im Prinzip um eine fraktionierte Destillation im Vacuum, welche bei uns in der Leuna-Kolonne, einer Spiralboden-Kolonne, durchgeführt wird. Die einzelnen Fraktionen werden in Kältevorlagen aufgefangen und anschließend durch Dampfdruckbestimmung, Molekulargewichtsbestimmung in der Ritter'schen Molwage und Olefinbestimmung durch Absorption in 65 %iger H_2SO_4 für 1-Butylen, in 87 %iger H_2SO_4 für n-Butylen und Bromwasser für Propylen und Äthylen weiter untersucht, die abgepumpten Inertgase werden in der Drehschmidt-Apparatur analysiert.

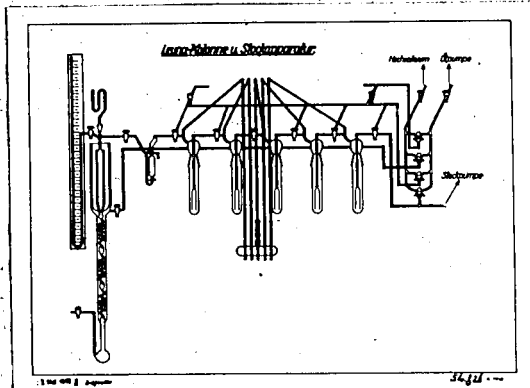


Bild 1: Stockapparat mit Leuna-Kolonne.

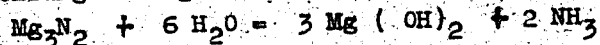
AT 24/187. Referat Nr. 16.
Dr. K. P.

02121

Besondere erwähnt muss dabei aber die Art der Probenahme werden. Aus der Gasphase, z.B. in der Dehydrierung, besteht sich diese natürlich einfach, indem die Gasprobe bei einer Momentanprobe direkt aus der Leitung in Gasometer oder evakuierte Gaswaage entnommen wird. Bei Durchschnittsproben in einem Aspirator, dem entweder durch eine Automatik oder durch halbstündliche oder stündliche Bedienung von Hand laufend kleine Gas Mengen zugeführt werden.

Zu Fehlern bei der Probenahme kommt es bei Proben aus der Flüssigphase der unter Druck verflüssigten Gase durch die mögliche Fraktionierung bei der Vergasung in das drucklose Auffanggefäß. Um diese Fehler zu vermeiden, wenden wir für die Vergasung der Probe das von Herrn Dr. Lang, Betriebskontrolle Hydrierung Leuna, entwickelte Verdampfergerät, D.R.P. 728 134 an, bei welchem das unter Druck verflüssigte Gas in eine Kapillare von der Temperatur des Flüssiggases entspannt und in einer nachgeschalteten, beheizten Kapillare, welche von der ersten Kapillare durch Wärmeisolation getrennt ist, vergast wird. Dieses Verdampfergerät ist an allen Stellen in der AT-Anlage in Verbindung mit automatischen oder von Hand bedienten Aspiratoren eingesetzt; an welchen Momentanproben und Durchschnittsproben aus der Flüssigphase unter Druck genommen werden. Die Aspiratoren sind in heizbaren Kästen untergebracht. Die Stockanalyse stellt die hauptsächlichste Analysenmethode für die AT-Anlage dar und wird in Anlehnung an die Erfahrungen der Hydrierung Leuna ausgeführt.

Für die Alkylierung und die Isomerisierungsanlage ist die Überprüfung des Feuchtigkeitsgehaltes der Eingangsprodukte in diese Verfahrensstufe von Bedeutung. Das zu untersuchende Flüssiggas wird in eine Kältefalle abgezogen, gewogen und aus dieser durch 3 hintereinandergeschaltete U-Röhren vergast, welche mit Mg-nitrid gefüllt sind. In zwei nachgeschalteten Waschflaschen, in welchen $n/20$ oder $n/10$ Säure vorgelegt ist, wird das aus dem Mg-nitrid unter Einwirkung des Wassers entwickelte NH_3 maßanalytisch bestimmt. Die Ammoniakentwicklung erfolgt nach der Gleichung:



Das Vergasen wird durch ein Wasserbad unter der Kältefalle reguliert, nach Beendigung der Vergasung wird das Gefäß vollständig durch heisses Wasser erwärmt und unter Durchleiten von mit H_2SO_4 vorgetrocknetem N_2 die letzten Feuchtigkeitsreste aus der erwärmten Kältefalle während etwa 1/2 Stunde ausgetrieben. In einem Blindversuch mit derselben Stickstoffmenge muss der Verbrauch des vorgetrockneten Stickstoffs an vorgelegter Säure ermittelt werden. Bei dieser Methode ist darauf zu achten, dass die Schläuchverbindungen möglichst kurz gehalten werden. Die U-Röhren z.B. immer Glas auf Glas gesetzt werden. Es ist nicht zweck-

mässige U-Röhren mit Glaswolle oder Watte abzuschließen; es könnten sich Spuren von Feuchtigkeit darauf niederschlagen und somit der Bestimmung schaden. Das Mg-nitrid spaltet schon an der Luft Ammoniak ab; es ist daher erforderlich, die Mg-nitridröhren vor jeder Bestimmung mit trockenem Stickstoff zu spülen, bis der austretende Stickstoff nach Geruch oder Reaktion mit angefeuchteten Curcumpapier ammoniakfrei ist. Zweckmässig leitet man dauernd einen schwachen Stickstoffstrom durch die Röhren. Bei einem mit Mg-nitrid neu gefüllten Röhren kann das Spülen mehrere Stunden dauern, bis der austretende Stickstoff ammoniakfrei ist. Bei der Probenahme für diese Bestimmungen aus der Flüssigphase ist darauf zu achten, dass sich der Probegast nicht an der tiefsten Stelle der Leitung befindet, da sonst durch dort befindliche Wassersäcke falsche, d.h. viel zu hohe Werte gefunden werden können. Nach dieser Methode werden nach Bedarf die Teilströme in die Alkylierung und das n-Butan für die Isoanlagerungsuntersuchung, insbesondere während der Anfahrperiode und nach Betriebsstörungen, wenn dabei das Auftreten von Feuchtigkeit in den Produkten vermutet werden kann. Zur regelmässigen Überwachung sind diese Wasserbestimmungen nicht erforderlich. Für die Analyse aus der Gasphase, z.B. im Eingangsbutan der Dehydrierung, werden die Mg-nitridröhren unmittelbar an die Leitung angeschlossen und die angewandte Gasmenge hinter den Waschflaschen mit vorgelegter Säure durch eine Gasuhr gemessen.

Einzelne Verfahrensstufen:

1. Dehydrierung.

Die Untersuchung des eingesetzten n-Butans erfolgt sowohl hinsichtlich Probenahme und Untersuchung in der bei der Stockanalyse geschilderten Weise. Das von der Hydrierung Leuna gelieferte Produkt und das Rückbutan (Sumpf der n-1-Trennung) werden mit 10 bis 15-tägigen Durchschnittsproben erfasst; von den in Kesselwagen angelieferten Produkten werden allgemeine Durchschnittsproben aus mehreren Wagen untersucht; ausserdem wird der Schwefelgehalt des Frischbutans bestimmt. Das Reaktionsgas der Dehydrieröfen wird in 15-tägigen Durchschnittsproben an der Ausgangsleitung der einzelnen Öfen abgenommen, dazu je eine Probe in der Eingangsleitung, zur Berechnung von Umsatz und Ausbeute der Dehydrierung aus der Analyse erforderlich, und in der Spaltgassammelleitung.

Zweimal wöchentlich werden an der Ausgangsleitung der Dehydrieröfen in einen Gasometer Momentenproben zur Bestimmung der Gesamtolefine mittels Bromwasser abgenommen, ebenso im Eingangsbutan der Dehydrierung und im Kondensat hinter der Kompression. Bei der Olefinbestimmung mit gesättigtem Bromwasser ist darauf zu achten, dass sich kein flüssiges Brom in der zur Absorption verwendeten Hempel-

02123

AT 244/Ref.
Dr. K. Fz.

Referat Nr. 16.

Pipette befindet; dadurch werden wegen Angriffs von Paraffin zu hohe Werte gefunden. Die Absorption erfolgt unter Schütteln bei 2' Einwirkungsdauer des Bromwassers. Die zurückbleibenden Paraffingase werden mit 30 %iger Kalilauge behandelt, um Bromdämpfe vor der Messung des festlichen Gases in der Burette zu absorbieren.

Einmal wöchentlich werden die Rauchgase der Dehydrieröfen auf ihren O_2 - und CO_2 -Gehalt überprüft.

Aus der Überdachleitung werden gelegentlich, insbesondere wenn Verluste im Ofenbau vermutet werden, Proben auf brennbare Gase untersucht, um die Überdachschieber auf Dichthaltung zu überprüfen; in derselben Weise wird die Butanspülung der Schlessbunker kontrolliert. Der Kohlenstoffgehalt des Kontaktes aus den Dehydrieröfen wird ein- bis zweimal wöchentlich bestimmt; die Kontaktprobe wird gemörsert und im Porzellantiegel mehrere Gramm zwei Stunden bei 700° unter Luftzutritt im Muffelofen geglüht. Das Erkalten muss im Exsikkator erfolgen. Bei Bestimmung des C-Gehaltes des regenerierten Kontaktes ist dessen Feuchtigkeitsgehalt zu berücksichtigen. Weitere Feuchtigkeitsaufnahme bei der Vorbereitung zur Analyse ist durch rasches Arbeiten zu vermeiden.

Neuerdings werden Bestimmungen des vom Kontakt adsorbiereten Wassers im Hinblick auf die Kontakttrocknung laufend durchgeführt.

Am Koksfilter werden monatlich einmal, gegen Schluss der Betriebsperiode des Koksfilters wöchentlich Staubbestimmungen durchgeführt. Durch ein Rundfilter, welches in eine geeignete Vorrichtung eingespannt ist, wird ein Gasstrom hinter dem Koksfilter während mehrerer Stunden geleitet (insgesamt 800 - 1000 l). Das vorher gewogene Filter ist nunmehr mit Öl und Kontaktstaub versetzt und wird nach dem Zurückwiegen mit Äther extrahiert; der Kontaktstaub bleibt zurück und wird wieder gewogen und auf mg in m^3 Gas berechnet. Bei der Bestimmung ist darauf zu achten, dass die Strömungsgeschwindigkeit des Gases im Analysenrohr der Strömungsgeschwindigkeit in der Produktleitung entspricht, um Absitzen von Staub im Analysenrohr durch zu geringe Strömungsgeschwindigkeit zu vermeiden; man erreicht dies durch Anwendung von Düsen bestimmter Weite im Analysenrohr je nach der Spaltgasmenge.

Ölwäsche

Das Abgas der Ölwäsche wird durch 14-tägige Durchschnittsproben mit Stockanalyse überwacht, das Eingangsgas und C_2 -Rückgas aus dem Entgasungsturm nach Bedarf durch Stockanalyse.

Das aus dem Entgasungsturm kommende Öl wird nach Bedarf auf Butangehalt geprüft.

-167

02124

AT 244/Bef.
Dr. Kd/Pz.

Referat Nr. 16.

2. Alkylierung.

Aus den Rührwerken werden täglich am Überlauf Proben in ein Gerät abgezogen, welches im Bild 2 dargestellt ist; die Schwefelsäure und das Alkylat fließen in die Vorlage, das Butan kondensiert sich im angeschlossenen Kühlgefäß. Die Raschigringsäule verhindert das Abdestillieren von Benzin. Durch das siedende Butan schäumt die Schwefelsäure und die Probenahme ist so langsam durchzuführen, 15 - 20 Minuten Dauer, dass keine Schwefelsäure mit in die Kühlvorlage gerissen wird; es sollen sich 500 - 600 cm³ Schwefelsäure in der Vorlage befinden. Durch eine Dampfschleife um die Vorlage in Höhe des Benzinstandes wird das Butan bei 80° C vollständig ausgetrieben, bis das Benzinvolumen konstant ist. Die Schwefelsäure soll dabei nicht mit erwärmt werden, um Zersetzung derselben zu vermeiden. Es wird nun das Vol.-Verhältnis Schwefelsäure zu Kohlenwasserstoffen einerseits und das Vol.-Anteil Benzin in den Kohlenwasserstoffen andererseits, der Alkylatspiegel, abgelesen bzw. berechnet.

Die Säure wird in einen Scheide-Trichter gegossen und nach dem Absitzen des Benzins bei 20° gespindelt und nach dem Verdünnen gegen Methylorange titriert. Durch die Titration wird die scheinbare Säurekonzentration bestimmt. Die Kohlenstoffbestimmung in der Schwefelsäure erfolgt einmal wöchentlich im Corleis-Kolben durch Oxydation mit Chromsäure und Bestimmung des gebildeten CO₂ mittels Absorption in Kalilauge. Zur vollständigen Oxydation ist eine beheizte CuO-Schicht in einem Quarzrohr nachgeschaltet. Diese Untersuchungsmethode ist aus der Kohlenstoffbestimmung in Eisen und Stahl übernommen.

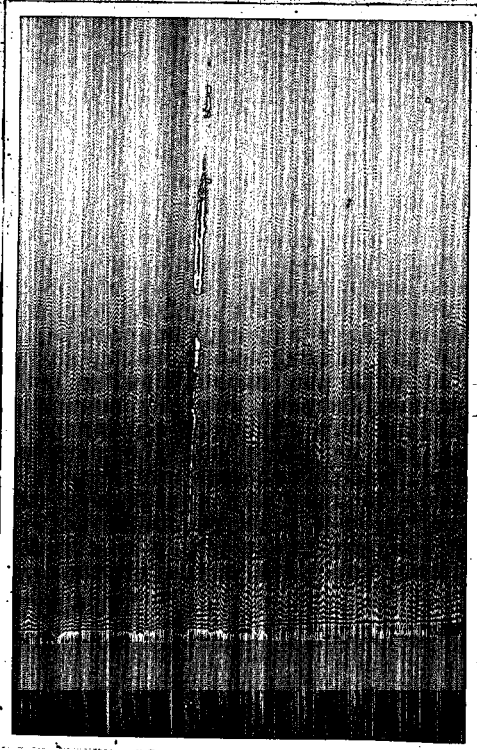
Ausser dieser Überwachung der Rührwerke wird das in die Alkylierung eingehende Isobutan in derselben Weise wie das Normalbutan für die Dehydrierung untersucht. Das Kohlenwasserstoffgemisch im Eingang zur Alkylierung wird wöchentlich einmal, das Benzin-Butangemisch im Ausgang der Laugewäsche wöchentlich zweimal zur Überprüfung des Isobutanspiegels nach dem Abtrennen des Benzins durch Stockanalyse untersucht; der Benzanteil zeigt den Alkylatspiegel an.

Die Überwachung der Zusammensetzung des Kreislauf-Kühlbutans ist nicht erforderlich.

Durch Titration wird täglich bestimmt: Konzentration der zugesetzten regenerierten Schwefelsäure und der Lauge in der Laugewäsche sowie Laugetauchung für Spannungsgase zum Gasometer. Letztere Titrationen werden auch von der Schicht durchgeführt; von der Schicht wird ausserdem die Dichte der Schwefelsäure in den Rührwerken einmal pro Schicht und die Reaktion des Produktes im Ausgang der Laugewäsche gegen Lakmus laufend überwacht.

168

Bild 2.



Apparatur
zur
Probenahme
aus den Rühr-
werken der
Alkylierung.

3. Destillation.

In der Vordestillation wird das Sumpfprodukt durch den Siedebeginn von der Schicht laufend überprüft. Die butanseitig nachgeschalteten n-1-Kolonnen werden nach dem bekannten Siedegerät der Betriebskontrolle Leuna gefahren. In 10-tägigen Durchschnittsproben werden Einspritzprodukte, Rücklauf und Sumpf in der Stockapparatur analysiert, dasselbe gilt für die Entpropanisierung. Für die Probenahme ist das Verdampfergerät an die Druckseite der Pumpen angeschlossen und wird in die Saugseite zurückgeführt, durch diese Proben ist gleichzeitig das Kreislauf-Isobutan für die Alkylierung und das n-Rückbutan für die Dehydrierung in seinem Reinheitsgrad überwacht. Von dem in der Entpropanisierung abgezogenen Propan werden Stockanalysen von der Verladeprobe des an die Hydrierung abgegebenen Produktes durchgeführt.

Benzinseitig wird der Sumpf der Nachstabilisierung durch Siedebeginn von der Schicht überwacht, ebenso das Fertigprodukt (Kopfprodukt der Redestillation) durch Engleranalyse. Von der Schicht werden auch laufend zweimal pro Schicht Bromzahlen nach der Leuna Methode ausgeführt, welche eine gute Überwachung der Betriebsverhältnisse in der Alkylierung gestatten. Die Leuna-Bromzahlbestimmung ist eine einfach durchzuführende Methode, welche von einem Schichtarbeiter ausgeführt werden kann. Es wird eine Lösung von Brom in Tetrachlorkohlenstoff bestimmter Bromkonzentration verwendet und damit 100 cm³ des zu unter-

02126

AT 244/Erf. Referat Nr. 16.
Dr. K6/Pz.

suchenden Alkylates auf schwache Gelbfärbung titriert; die cm^3 verbrauchter Tetrachlorkohlenstofflösung ergeben die Bromzahl in unter sich gut vergleichbaren Werten. Verschlechterung der Alkylierbedingungen werden sofort durch Ansteigen der Bromzahl des Alkylates angezeigt. Der Vorlauf und der Rückstand der Benzindestillation werden durch Engleranalyse überprüft. Wichtig ist die tägliche Titration des im Destillat der Kolonnen abgestreiften Wassers zur Überwachung des NH_3 -Zusatzes.

4. Isolanlage.

Es werden täglich Proben an folgenden Stellen genommen:

- 1.) Einspritzprodukt n-Butan aus n-i-Kolonne.
- 2.) Ofen- Eingangsprodukt
- 3.) Ofen- Ausgangsprodukt
- 4.) Einspritzung in HCl-Kolonne
- 5.) Sumpf der HCl-Kolonne
- 6.) Kopfprodukt der HCl-Kolonne.

Die Proben werden in eine Kältefalle abgezogen, hinter, welche drei Schraubenwaschflaschen mit Wasserfüllung und eine weitere Kältefalle geschaltet sind.

Das Produkt aus der 1. Kältefalle wird langsam durch die Wäscher vergast und in der 2. Kältefalle gewogen und einer anschließenden Destillation bei gewöhnlichem Druck in der Leuna-Kolonne zur Bestimmung des n-i-Verhältnisses und Propangehaltes unterworfen. Der in den Wäschern absorbierte Chlorwasserstoff wird titriert.

Die Genauigkeit der Analyse in der Leuna-Kolonne ist auch bei Durchführung der Destillation unter gewöhnlichem Druck durchaus befriedigend; die einzelnen Fraktionen: Propan, i-Butan und das im Sumpf verbleibende n-Butan werden durch Dampfdruckbestimmung auf Reinheit geprüft. Die Leuna-Kolonne wurde im Rahmen der Stockapparatur im Bild gezeigt; sie ist in der Zeitschrift für Analytische Chemie Nr. 108, S. 305 (1937) von Werner Wustrow beschrieben. Ausserdem ist sie in dem Band: Gasanalyse von Fritz Bayer, XXXIX, Band der Sammlung: Die chemische Analyse, herausgegeben von W. Böttger, Verlag F. Enke, Stuttgart, 1941, S. 93 dargestellt.

Die Leuna-Kolonne wird von der Dechema zur Anwendung als Laboratoriums-Kolonne empfohlen und ist durch die Hallische Laboratoriumsgeräte G.m.b.H. Halle a/ Saale, Bergstrasse 6, im Handel zu beziehen.

170

02127

AT 244/Bf.
Dr. KB/Pz.

Referat Nr. 16.

In der Isomerisationsanlage muss der Feuchtigkeitsgehalt des eingesetzten n-Butans überwacht werden. Die Lauge in der Tauchung für die Entspannungsgase wird täglich titriert. Die Acidität des Kühlwassers für die Kondensatoren wird laufend überprüft, um bei etwa vorkommenden Störungen durch schadhafte Kühlerrohre das Eindringen von Chlorwasserstoff in das Kühlwasser sofort erkennen und abstellen zu können.

Die beigelegte Zusammenstellung gibt nochmals einen Überblick über die in der AT-Anlage Leuna zur laufenden Betriebsüberwachung durchgeführten Analysen. Es ist daraus ersichtlich, dass die nötigen Analysen mit der von Herrn Dr. Strätz in seinem Referat über den Leutebedarf der AT-Anlage genannten Zahl von Laborhilfskräften ausgeführt werden können. Es fallen monatlich etwa 60 Stockanalysen an, das sind täglich 2 Analysen.

171

02128

AT 244/Erff.
Dr. K6/Pz.

Referat Nr. 16.

Analysenzusammenstellung für die AT-Anlage.DEHYDRIERUNG

<u>Produkt</u>	<u>Art der Analyse</u>	<u>Zahl der Analysen</u>
n-Butan von Hydrierung Leuna	Stockanalyse und Schwefelbestimmung	15-Tages-Proben
n-Butan aus Kesselwagen	Stockanalyse und Schwefelbestimmung	Durchschnittsprobe aus mehreren Wagen.
n-Rückbutan	siehe Destillation	
Dehydrierofeneingangsgas	Stockanalyse	15-Tages-Proben
Dehydrierofenausgangsgas aus 4 Öfen	"	15- " "
Dehydrierofen-Sammelleitung	"	15- " "
Dehydrierofeneingangsgas	Olefinbestimmung	2-mal wöchentl.
Dehydrierofenausgangsgas aus 4 Öfen	"	" "
n-Butan/Butylenkondensat	"	" "
Rauchgas der Dehydrieröfen	CO ₂ und O ₂	1-mal "
Dehydrierkontakt	Kohlenstoffbestimmung	2-mal "
Überdachleitung und Schleusbunkerspülung	brennbare Gase	nach Bedarf

KOKSFILTER UND ÖLWÄSCHE

Koksfilterausgangsgas	Staubbestimmung	1-mal monatlich
Ölwäsche, Restgas	Stockanalyse	15-Tages-Proben
" Eingangsgas	"	nach Bedarf
" C ₄ -Rückgas	"	" "
" Umlauföl	Butangehalt	" "

172