

02129

AT 244/Bef. Referat Nr. 16.
Dr. KB/Pz.ALKYLIERUNG

<u>Produkt</u>	<u>Art der Analyse</u>	<u>Zahl der Analysen</u>
Schwefelsäure der Rührwerke	Dichte und Säuretitration	täglich
Schwefelsäure der Rührwerke	Kohlenstoffbestimmung	1-mal wöchentl.
i-Butan von Hydrierung Leuna	Stockanalyse und Schwefelbestimmung	15-Tages-Proben
i-Butan aus Kesselwagen	Stockanalyse und Schwefelbestimmung	Durchschnittsproben aus mehreren Kesselwagen
Kreislauf-i-Butan	siehe Destillation	
n-Butan/Butylen-gemisch	siehe Dehydrierung	
Büttangemisch aus d. Mischstrecke	Stockanalyse	1-mal wöchentl.
Butan-Alkylat-gemisch aus der Laugewäsche	Stockanalyse und Benzingerhalt	2-mal "
Butanteilströme in die Mischstrecke	Wasserbestimmung	nach Bedarf
Laugewäsche und Laugetauchung	Titration	täglich
Schwefelsäure der Rührwerke	Dichtebestimmung	} von der Schicht durchzuführen
Laugewäsche und Laugetauchung	Titration	

DESTILLATION

Einspritzprodukt der n/1- und Propankolonnen	Stockanalyse	10-Tagesproben
Sumpfprodukt der n/1-u. Propankolonnen	"	10- "
Rücklauf der n/1- u. Propankolonnen	"	10- "
Einspritzprodukt der Vordestillation	s. Ausgangsprodukt Laugewäsche der Alkylierung	
Sumpfprodukt d. Vordestillation	Siedebeginn	v. d. Schicht durchgeführt.

173

02130

AT 244/Erz.
Dr.K8/Pz.

Referat Nr. 16

DESTILLATION (Fortsetzung)

Produkt	Art der Analyse	Zahl der Analysen
Rücklauf der Vordestillation	s. Einspritzprodukt d.n/i-Trennung	
Sumpfprodukte Benzinstabilisierung u. Redestillation	Siedebeginn	von d. Schicht durchgeführt.
Destillat der Redestillation	Engleranalyse und Leuna-Bromzahl	" "
Vorlauf AT-Rückstand (Tetra)	Engleranalyse	Tankabschlussproben vor dem Versand.
Propan aus Entpropanisierung		
Abstreifwasser im Destillat von sämtl. Kolonnen	Titration	täglich

ISO-ANLAGE

n-Butan aus n-1-Kolonne	Destillation in der Leunakolonne	täglich
Eingangsgas Ofen	Destillation in der Leunakolonne u. Gew.% HCl	"
Ausgangsgas Ofen	(wie vor)	"
Einspritzprodukt der Kolonne	nur Gew.% HCl	"
Sumpfprodukt der Kolonne	Destillation in der Leunakolonne und Gew.% HCl	"
Kopfprodukt	nur Gew.% HCl	"
n-Butan aus n-1-Kolonne	Wasserbestimmung	nach Bedarf
Laugetauchung für Entspannungsgas	Titration	täglich
Kühlwasser	Prüfung auf neutrale Reaktion	von der Schicht durchzuführen.

174

02131

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

V

Fertigprodukt-Untersuchung.

Das Fertigprodukt muss den mit dem RLM vereinbarten Lieferbedingungen entsprechen und wird nach den in den "Bauvorschriften für Flugmotoren (BVM)/Prüfvorschriften für Flugmotorenkraftstoffe", herausgegeben vom Technischen Amt des RLM, beschriebenen Methoden untersucht.

Für die Bestimmung der Jodzahl wird wegen Jodmangels eine Bromzahl-Ausweichmethode angewandt, deren Resultate mit der Jodzahl-Bestimmung nach Hanus verglichen wurden. Für das Alkylatbenzin (ET 120) sind folgende Produkteigenschaften gefordert:

	Oktanzahl	unverbleit mindestens 92
	Dichte bei 15° C	0,700-0,720 kg/Ltr.
Siede- verhalten	Siedebeginn	nicht unter 80° C
	Siedende	nicht über 200° C
	Reaktion des Destillationsrückstandes	neutral
	Anilinpunkt	73 - 74° C
	Dampfdruck (n.Reid b. 37,8°)	höchstens 0,25 ata
	Verdampfungsrückstand	höchstens 5 mg aus 100 cm ³
	Schwefelgehalt	höchstens 0,05 Gew.%
	Jodzahl	höchstens 3 g/100 g
	Schmelzpunkt	nicht über -60° C
	Korrosion	Kupferstreifen test neg.
	Inhibitorgehalt	0,01 Gew.%

175

02132

Referat Nr. 17.

Referent: dipl.-Ing. Hubler (Hydrierwerk Scholven)

Thema: Luftschuttabbau und Luftschutzfragen für AT-Anlagen.

Die steigende Gefährdung der Hydrierwerke durch Fliegerangriffe bedingt in zunehmendem Masse einen Schutz der Apparate, Maschinen und Rohrleitungen gegen Auswirkung von Brand- und Sprengbomben. Diese Notwendigkeit ergibt sich für die AT-Anlagen umso mehr, als in den Arbeits- und Lagerbehältern grosse Mengen flüssiger Kohlenwasserstoffe gestapelt werden. Es ist jedoch nicht möglich, durch eine einzige Massnahme einen vollkommenen Schutz der Anlagenteile zu erreichen. Es müssen vielmehr eine Reihe von Schutzmassnahmen zur Anwendung gelangen.

Bei der AT-Anlage Scholven ist der starken Verfrachtung aus der Luft bereits bei der Planung durch eine aufgelockerte Bauweise Rechnung getragen worden. Darüber hinaus sind für die verschiedenen Betriebsbauten und Tanklager die in folgenden aufgeführten Luftschutzeinrichtungen getroffen worden.

1. Brandbombensichere Dächer.

Sämtliche wichtigen Gebäude, wie Mischerbau, Kompressorrennhaus, Schwefelsäureaufbereitung und Schichthaus sind mit brandbombensicheren Dächern versehen. Die Dächer bestehen aus einer 20 cm starken Eisenbetondecke, auf die zusätzlich 1 - 2 Lagen Ziegelsteine in Flach- oder Wellenlage trocken verlegt werden.



Bild 1: Überdachung der Abwehler zu den Filterwerken des Mischerbau.

POOR
COPY

12

2.) Überdachung der Tankanlagen von freiliegenden Behältern.

Einem gleichen Schutz durch brandbombensicheren Überdachung erhalten die oberirdisch aufgestellten Produktbehälter, wie Abscheider zu den Rohrleitungen (in der AT-Anlage Schmelzen sind die Abscheider in besonderen Nebenbauten zu dem eigentlichen Hauptteil der Mischanlage aufgestellt), Feinabscheider, Laugewaschbehälter, Frischsäurebehälter und Notentleerungstanks.

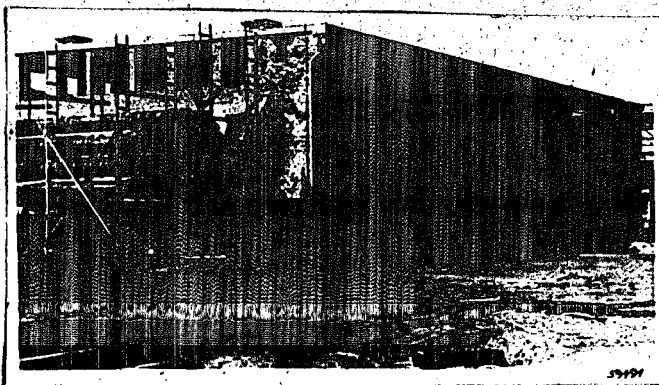


Bild 2: Überdachung der Behälter der Feinabscheidung und Laugewäsche.

3.) Überdachung von freiliegenden Rohrleitungen und Armaturenbedienungsständen.

Auch die freiliegenden Rohrleitungen und Armaturenbedienungsstände zu den unterirdischen Produktlagern sind durch brandbombensichere Überdachung geschützt. Ausserdem sind die Rohrleitungen und Bedienungsstände gegen die Tanks durch eine Brandmauer mit etwa 2,5 m Höhe abgeriegelt. Die Rohrleitungsüberdachung wird nach der Tankseite durch diese Brandmauer abgegrenzt.

02134

AT 244/Berf.
Dr. K. K. / Pa.

Referat Nr. 17.

Nach der vorderen freien Seite sind die Rohrleitungen bis in Höhe des obersten Rohrstranges durch eine zweite niedrigere Mauer als die Brandmauer gegen Splitterschlag von Sprengbomben geschützt. Durch diese beiden Mauern wird eine Rohrtaube gebildet, in welcher die Rohrleitungen splittersicher liegen. Für eine genügende Belüftung der Rohrtaube ist Sorge zu tragen, um die etwaige Bildung von Gasen zu verhindern.

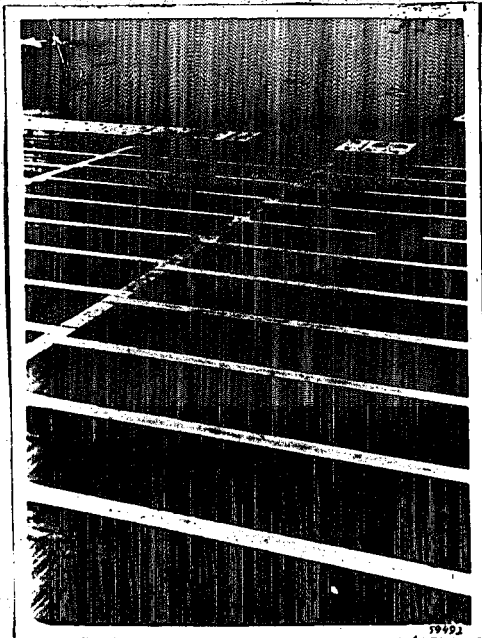


Bild 3.: Überdachung des Notentleerungstanklagers.

4.) Splitterschutz:

Eine Sicherung aller wichtigen freistehenden Apparate wird durch die Aufstellung von Splitterschutzmauern aus Trockenmauerwerk erreicht. Mit diesem Schutz sind z.B. die um die Kolonnen der Destilla-

02135

M 244/Bf.
Dr. K. Pa.

Referat Nr. 17.

tionanlagen aufgestellten Apparate und die in Freie stehenden, zu der Kühlbutanverflüssigung gehörenden Apparate, wie Kondensatoren, Blaseschleider usw. vornehmen. Die Stärke der Splitterschutzmauern richtet sich nach ihrer Höhe und beträgt zwischen 0,5 bis 1,0 m.

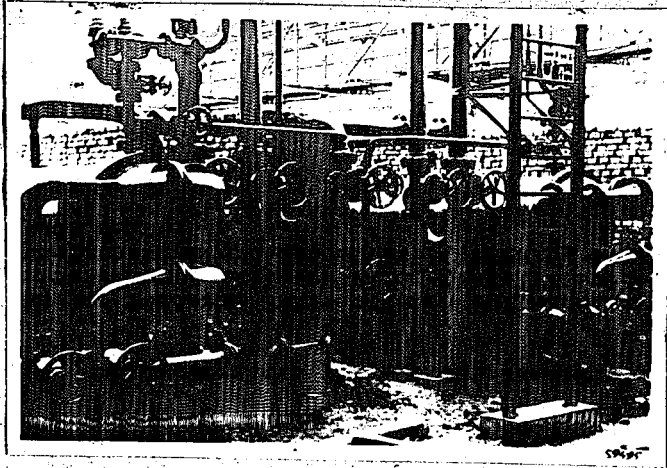


Bild 4: Splitterschutz für Kühlbutannachkühler.

Die an der vorderen Seite offenen Pumpenhäuser zu den unterirdischen Tankklägern sind ebenfalls durch Splitterschutzmauern geschützt. (Bild 5, siehe folgende Seite)

AT-244/Erz.
Dr. K8/Pz.

Referat Nr. 17.

02136

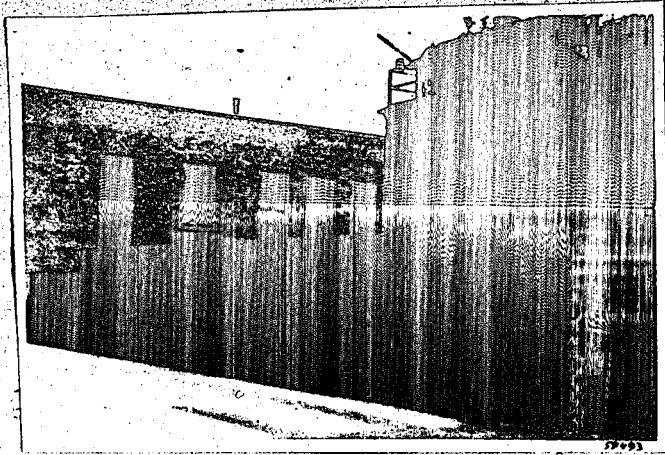


Bild 5: Pumpenhaus für Zwischentanklager 5,
Splitterschutzwand vor dem Bau.

Desgleichen die Pumpen innerhalb der Bauten und zwar sind jeweils zwei Pumpen von einander getrennt. Die Gas-kompressoren innerhalb des Maschinenhauses sind dagegen einzeln durch Splitterschutzmauern geschützt.



Bild 6: Pumpenhaus für Zwischentanklager 5,
Splitterschutzmauern zwischen den Pumpen.

Zu den Luftschutzeinrichtungen können auch die Massnahmen für die Katastrophen- und Notentleerung der oberirdischen Behälter gerechnet werden.

180

02138

AT 244/Bf.
Dr. KB/Pa.

Referat Nr. 17.

7.) Einbau von Elektroventilen für Notentleerungs-
leitung.

Eine besondere Wirksamkeit des Notentleerungssystems kommt zustande, wenn die Notentleerung in den gegebenen Fällen schnell vorgenommen wird. Aus diesem Grunde sind die Abgänge aus den Behältern in die Notentleerungsleitungen mit Elektroventilen ausgerüstet. Die Elektroventile sind zum größten Teil so angeordnet, dass ihre Bedienung von gegen Brandwirkung geschützter Stelle aus auch von Hand vorgenommen werden kann.

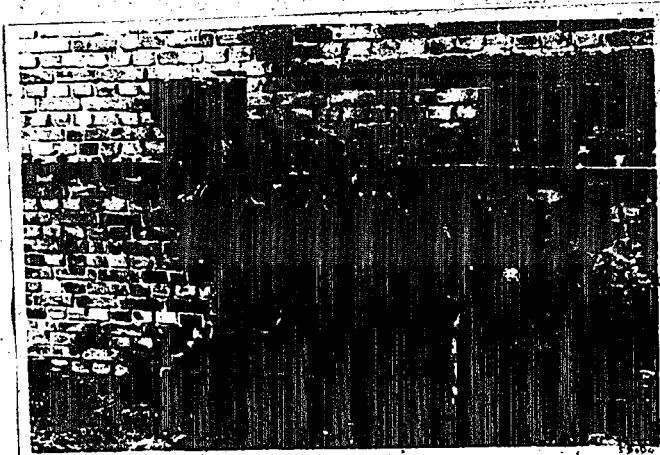


Bild 7: E - Ventil für Notentleerung der Abscheider
zu den Rührwerken im Mischerbau.

Für die Notentleerung der Apparate der Destillationsanlagen sind nur handbetätigte Ventile eingebaut, die im Zuge der unterirdisch liegenden Rohrleitungen in Armaturenschächten untergebracht sind. Diese Notentleerungsarmaturen sind innerhalb der Destillationsanlagen so angeordnet, dass sie schnell erreichbar sind und gut bedient werden können.

Die Betätigung der Elektroventile erfolgt im Übrigen von Schalttafeln aus, die, für jeden Betrieb getrennt, ebenfalls an möglichst geschützter Stelle aufgestellt worden sind. Eine ursprünglich geplante Notstromver-

182

02139

AT 244/Erf.
Dr.K8/Pz.

Referat Nr. 17.

sorgung der Elektroventile von einer Zentralstelle aus wurde mit Rücksicht auf die Schwierigkeit in der Beschaffung der hierzu gehörenden Einrichtungen einstweilen zurückgestellt. An ihrer Stelle wurde die im nächsten Punkt aufgeführte Kohlenstaurelöschanlage eingebaut.

Auch die Füll-, Abfüll- und Verdampferleitungen an den unterirdischen Produktbehältern wurden in Tanknähe mit Elektroventilen ausgestattet, um in Bedarfsfälle eine möglichst schnelle Abriegelung der Behälter gegen die Rohrleitungen vornehmen zu können. Die Betätigung dieser Elektroventile erfolgt gleichfalls von Schalttafeln aus, die jeweils in den Pumpenhäusern untergebracht sind.



Bild 8: E-Ventile an unterirdisch gelagerten Produktbehältern.

02140

AT 244/Bsf.
Dr. K6/Pz.

Referat Nr. 17.

8.) Kohlensäurelöchanlagen

Zur Brandbekämpfung innerhalb des Mischerbaues, der Feinabscheidung und Lauganlage, des Notentleerungslagers und der Destillationsanlagen ist eine Kohlensäurelöchanlage eingebaut worden.

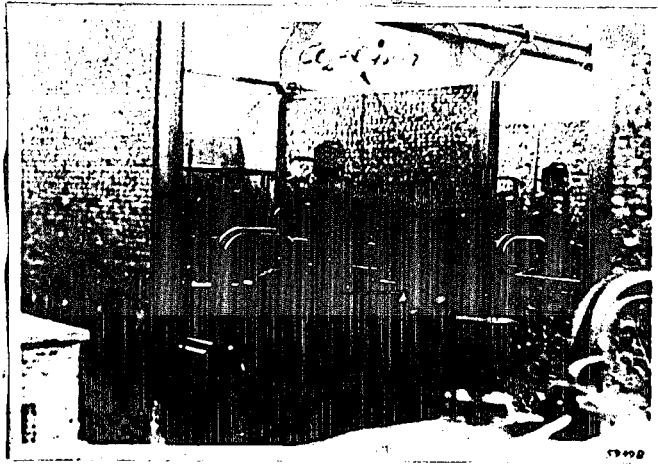


Bild 9: Kohlensäurelöchanlage im Mischerbau.
Anordnung der Gasaustrittsdüsen am oberen Rührwerksteil.

Die zu der Löchanlage gehörenden Kohlensäureflaschen werden in zwei von einander getrennt errichteten Stationen untergebracht, die jede 126 Flaschen umfasst. Von diesen Stationen aus wird die Kohlensäure durch unterirdisch verlegte Leitungen zu den einzelnen Betriebsgebäuden geleitet. Die Auslösung der Löchanlage erfolgt selbsttätig von dem Brandherde aus durch das Aufschmelzen von Schmelzlotgliedern, die über eine Seilzugeinrichtung und mittels elektrischer Schalter das Öffnen der Kohlensäureflaschen betätigen. Neben der selbsttätigen Auslösung sind eine Reihe von Schaltern eingebaut, durch welche eine Betätigung der Kohlensäurelöchanlage von Hand erfolgen kann. Einige Räume innerhalb der vorgenannten Betriebe sowie die Destillationsanlagen werden wegen der besonderen örtlichen Umstände im Bedarfsfalle nur durch Handaus-

184

02141

AT 244/Str.
Dr. 10/1a.

Referat Nr. 17.

Übung mit Kohlenstaube beschrift.

Zum Schutze der Belegschaft sind gleichfalls besondere Vorkehrungen getroffen und zwar werden für die Leute der Notbelegschaft, die während der Fliegerangriffe die Betriebe weiterfahren, Kleinbunker zur Aufnahme von 1, 2 und 4 Mann aufgestellt. Für die übrige Belegschaft wird ein Hochbunker errichtet.

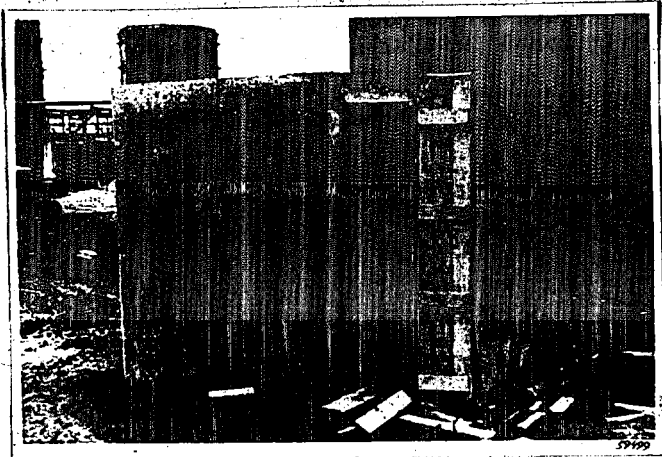


Bild 10: Kleinbunker für 4 Mann.

Ein besonderer Schutz der AT-Anlagen gegen Sicht aus der Luft soll durch die Tarnung eines Teiles des Geländes im Anschluss an die vorhandene Werkstarnung erreicht werden.

AP 22A/Drf.
Dr. 10/22.

Diskussion zu Referat 17.

- Dir. Dr. Giesen:** Was macht Scholven bei Fliegeralarm?
- Obering. Stärker:** Bei Tage wird im Falle eines Fliegeralarms abgestellt, wenn die Möglichkeit eines Angriffes besteht. Bei Nacht wird auch bei Fliegeralarm durchgeföhren, wenn nicht die direkte Gefahr eines Angriffes auf das Werk zu erkennen ist. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass bei Tag ein Werk von Feind viel leichter ausgemacht werden kann als bei Nacht.
- Dr. Hüttner:** Was versteht man in Leuna unter "in sich fahren" der AT-Anlage?
- Dr. Strätz:** Die AT-Anlage Leuna wurde bisher nur einmal "in sich geföhren". Hierbei wurden sämtliche Butan- und Propankolonnen, die Rührwerke und die grossen überirdischen Behälter entspannt. Die Kolonnen waren in 2 bis 3 Minuten entspannt. Das Produkt aus den Rührwerken lief infolge des geringen Druckes nur sehr langsam ab. In Zukunft werden deshalb die Rührwerke beim Entspannen unter Stickstoffdruck von 5 - 6 atü gesetzt. Beim Wiederanföhren wurde mit Stickstoff zuerst die Schwefelsäure und dann das Butan in die Rührwerke zurückgedrückt. Die Anlage war nach knapp 10 Stunden wieder in Betrieb.
- Dr. Hüttner:** Wohin werden in solchen Fällen die Entspannungsgase geleitet?
- Dir. Dr. Giesen:** Das bei der Entspannung frei werdende Gas soll in Leuna über Rückkühler entspannt werden. Diese Entspannungsart wurde bisher noch nicht versucht, da bei entsprechenden Winterverhältnissen das Butan vielleicht wieder über das Werk herunterkommen wird und zu Explosionsgefahr geben könnte.

AT 244/Brf.
Dr. B. P.

Diskussion zu Referat 17.

02143

Bei der Verwendung einer zentralen Entspannung über Rückkühlwerke besteht die Möglichkeit, dass grosse Butanmengen als geschlossene Wolken sich über das Werk lagern und bei Entzündung verheerende Folgen haben können.

Dipl.-Ing. Fabian:

In Scholven ist geplant, die Entspannungsgase in einer 300er Leitung, die etwa 1 m unter Fabriksplanie verlegt wird, zu einer auf einer Halde abseits stehenden Fackel zu geben. Versuche sind damit bisher noch nicht gemacht worden. Die Halde liegt so weit abseits vom Werk, dass im Falle einer Entzündung der Gase eine Gefährdung des Werkes nicht zu erwarten ist.

Dir. Dr. Nedelmann:

Können die Entspannungsgase über Kraftwerks-Kamine abgeblasen werden?

Obering. Stärker:

Beim Abstellen des Kesselhauses bei Höchstalarmsstufe gelangt Luft in den Schornstein, und kann dadurch mit den Butanen ein Brand verursacht werden.

Döbbring. Palzer:

Die Astra Romana entspannt ihre Butane in eigens dazu erstellten Kaminen. Die Kamine sind so aufgestellt, dass sie an den Werksgrenzen liegen. Da die Raffinerie der Astra Romana häufig über starke Überschüsse an Heizgasen verfügt, wurde diese Art der Abfackelung laufend durchgeprüft. In früheren Jahren hatten diese Kamine eine Zündflamme, um die Gase beim Austritt aus den Kaminen zu verbrennen. Seit dem Kreisgeintritt Ruminiens sind diese Zündflammen nicht mehr in Betrieb, und werden die Gase über die Kamine entspannt. Brände und Schadensfälle in der Raffinerie sind dadurch seither nicht entstanden.

187

02144

AT 244/Erf.
Dr. K8/Pz.

Referat Nr. 18.

Referent: Dipl.-Ing. Palzer, Oberingenieur.

Thema: Stand des AT-Programmes.

Die vorausgegangenen Referate haben eine zusammenfassende Übersicht über alle die Fragen gegeben, die im Laufe der Abwicklung des T 52 - und AT - Programmes an den Chemiker und Ingenieur herangetreten sind. Was im Labor und am Reissbrett erarbeitet wurde, wurde hier in kurzen, knappen Worten zusammengefasst. Es stehen somit den Werken, die ihre AT-Anlagen in Bälde erstmalig anfahren, sämtliche Erfahrungen zur Verfügung; die von den Planungsstellen in Leuna erarbeitet wurden. Besonders durch das Anfahren der AT-Anlage Leuna im Februar 1943 wurden die Erfahrungen in ihrem Umfang wesentlich vergrößert. Insbesondere waren wir dadurch in der Lage, die seitherigen Erfahrungen der T 52-Anlagen hinsichtlich der Gültigkeit für das AT-Verfahren zu kontrollieren. Beim T 52-Verfahren war das wesentliche Gebiet des Erfahrungsaustausches die Dehydrierung. Die nachgeschalteten Anlagen, wie Polymerisation, Hydrierung, Destillationen etc. waren von der Fahrweise der Dehydrierung nur in geringem Maße abhängig. Beim AT-Verfahren ergaben sich für die Dehydrierung ganz neue Momente, da die in der Dehydrierung gewonnenen Produkte sich je nach Fahrweise der Dehydrierung in der Alkylierung ganz verschieden verhalten. Bei den vorausgegangenen Referaten haben Sie immer wieder gesehen, wie stark die beiden Hauptanlagenteile Dehydrierung und Alkylierung gekoppelt sind. Über das AT-Verfahren sind noch umfangreiche Untersuchungsarbeiten durchzuführen, so dass sich für weitere Erfahrungsaustausche, besonders nach dem Anfahren der nächsten AT-Anlagen Scholven und Stettin, reichliches Material für Besprechungen und Austausch ergibt. Parallel zu diesen umfangreichen Arbeiten auf den verfahrenstechnischen und konstruktiven Gebieten will ich in diesem Referat eine Übersicht geben über die organisatorische Abwicklung des AT-Programmes. Viele Schwierigkeiten, die sich der Abwicklung des AT-Programmes in den Weg gestellt haben, sind durch die stark zusammengefasste zentrale Planung im AT-Programm vielen Bauherren nicht in dem tatsächlichen Umfang zur Kenntnis gekommen. Das AT-Programm wurde von der Firma Friedrich Uhde K.G., Leuna, als Planungszentrale in der zweiten Hälfte des Jahres 1941 im Anschluss an das

02145

AT 244/Arf.
Dr. 18/Pz.

Referat Nr. 18

T 52-Programme übernommen. Die Vorarbeiten für das AT-Programm überschneiden sich mit den Schlussarbeiten für die T 52-Anlagen Scholven und Stettin. Auf Grund der beim T 52-Programm gemachten Erfahrungen wurden bei Aufstellung des AT-Programmes von uns nachdrücklichst darauf hingewiesen, dass dieses umfangreiche Programm nur dann in den verlangten Zeiten durchgezogen werden kann, wenn das Programm eine besondere Dringlichkeit erhält, und wenn die Auftragsabwicklung einsohl. Kontingentierung und Terminverfolgung an der Planungsstelle zentral zusammengefasst wird. So wurde das AT-Programm innerhalb des neuen "Göring-Planes" im Jahre 1941 gestartet. Auf Grund unserer gemachten Erfahrungen hat sich unsere vorgesetzte Dienststelle, der Gebechemie, durch verschiedene Besprechungen mit der gesamten deutschen Industrie stark dafür eingesetzt, um dem Aufgabengebiet des neuen Göring-Planes den nötigen Nachdruck in der Industrie zu verleihen. Das AT-Programm lag damals in einer so hohen Dringlichkeitsstufe, dass sich die Industrie um Aufträge für das AT-Programm riss, und dass es bei der Vergabe der Aufträge nicht zu nennenswerten Schwierigkeiten kam. Mit der beginnenden Kontingentierung konnten uns jedoch nicht die erforderlichen Kontingentmengen gegeben werden, wie sie in den Baureife-Erklärungen verlangt wurden. Ein grosser Teil der im Jahre 1941 getätigten Bestellungen konnten nicht mehr in diesem Jahr mit Kontingenten belegt werden. Gerade das Kontingentwesen hat sich bei der Abwicklung des AT-Programmes sehr nachteilig ausgewirkt. Während der Abwicklung haben wir eine Unsumme von Änderungen im Kontingentierungswesen durchzuführen gehabt, die immer wieder neue Verzögerungen der Termine auslösten. Durchschnittlich trat in jedem Quartal irgend ein besonderer Engpass, bald auf dem Gebiete der Eisenzuteilung, bald auf dem Gebiete der Nichteisen-Metallzuteilung, bald auf dem Gebiete der legierten Stahlzuteilung neu in Erscheinung, sodass das AT-Programm in seiner Bestellabwicklung niemals gleichmässig durchgezogen werden konnte, obwohl organisatorisch und bestellmässig von uns alle Voraussetzungen erfüllt worden sind. Weiterhin machte sich bei der Abwicklung des Bestellwesens nachteilig bemerkbar, dass die Dringlichkeitseinstufung sich im Laufe der Zeit sehr verschlechterte, so dass es heute kaum noch möglich ist, ohne ganz besonderen persönlichen Einsatz aus den Werkstätten der deutschen Industrie Teile zu erhalten, die in der Dringlichkeit des Mineralöl-Programmes und damit in der Dringlichkeitsstufe II liegen. So weit - durch Änderungen oder verspätete Kontingentierung bedingt - wir jetzt noch Aufträge unterbringen müssen, wird immer wieder festgestellt,

189

02146

AT 244/Zrf.
Dr. Kb/Fa.

Referat Nr. 18.

dass die Industrie durch andere verdringlichere Programme nicht mehr in der Lage ist, Aufträge für den Mineralölplan durchzuführen. Diese sich daraus ergebenden Schwierigkeiten wurden von uns rechtzeitig erkannt, und wir haben in Übereinstimmung mit dem Gebechemie ein zentrales Terminbüro aufgezogen. Diese zentrale Terminnachtreibung wurde von uns zunächst so organisiert, dass wir den federführenden Teil der Terminnachtreibung übernahmen. Die einzelnen Bauherren stellten zu uns Termin-Ingenieure ab, die die von uns zugewiesenen Terminaufgaben durchführten. Entsprechend den Erfordernissen wurde hierfür das Reichsgebiet in verschiedene Sektoren eingeteilt, den jeweils ein Termin-Ingenieur verantwortlich zu bearbeiten hatte. Durch die Personal-Knappheit bei den einzelnen Werken bedingt, ging ein Termin-Ingenieur nach dem anderen unserer Terminstelle verloren. Wir haben daher unser eigenes Terminbüro stärker ausgebaut und haben jetzt in jüngster Zeit das Terminwesen noch schärfer zusammengefasst, indem wir unser Augenmerk insbesondere auf Engpass- und Schwerpunktstermine legten. Bei der geringen Dringlichkeit des Mineralölplanes ist uns vollkommen klar, dass es unmöglich ist, die verlangten bzw. zugesagten Anfahrtermine zu halten, wenn wir nicht durch persönlichen Einsatz das herausholen, was herauszuholen ist. Unsere Termin-Ingenieure sind mit Ausweisen des Gebechemie ausgestattet, der jedoch bei der eisen-schaffenden Industrie auf Grund einer Anordnung der Reichsstelle Eisen und Metalle nicht dazu ausreicht, um eine nachhaltige Terminnachtreibung bei den Vormaterial-Lieferanten durchzuführen. Trotz wiederholter Vorstösse des Gebechemie ist es bisher nicht gelungen, diese Schwierigkeiten zu beseitigen.

In letzter Zeit haben sich verschiedene Bauherren in die Terminnachtreibung selbst eingeschaltet und haben damit vielfach neue Schwierigkeiten hervorgerufen. Bei der Vergabe der Aufträge waren wir stets bemüht, den einzelnen Werken möglichst gleichartige Aufträge zu erteilen, um gewissermassen eine Serienfertigung zu ermöglichen. Es ist daher ganz selbstverständlich, dass über die Reihenfolge der Auslieferungen unser zentrales Terminbüro allein bestimmen kann, da sonst die von uns gebildeten Schwerpunkte nicht durchgezogen werden können. Durch Besprechungen mit den einzelnen Bauherren haben wir die Engpässe für das Anfahren der Anlagen festgestellt und haben daraufhin gewisse Schwerpunktsprogramme gebildet. Entsprechend ihrem Bau- und Montagezustand haben wir die AT-Anlagen in 3 Gruppen eingeteilt:

190

02147

AT 214/Bef. Referat Nr. 16
Dr. K. P.

Gruppe I: AT-Anlage Scholven, AT-Anlage Floesti,
AT-Anlage Stettin.

Gruppe II: AT-Anlage Wuppeling, AT-Anlage Erdz,
AT-Anlage Böhlen

Gruppe III: AT-Anlage Blochhammer.

Ia) Das Anfahren der AT-Anlage Scholven soll unter allen Umständen für April erzwungen werden, da die Montage- und Bauarbeiten für den Anfahrzustand so weit abgeschlossen sind, dass lediglich einige Schlussarbeiten zu leisten sind. Unser Haupteinsatz ist zur Zeit auf die Fertigstellung der Destillationsanlagen und der Schwefelsäure-Konzentration gerichtet. Die AT-Anlage Scholven wird bei Erreichung dieses Anfahrzustandes auf eine Leistung von ca. 45 - 50 000 tate AT-Produkt gebracht werden können. Für den weiteren Ausbau und die Erreichung der Vollproduktion von 83 000 tate sind noch ca. 6 Monate erforderlich.

Ib) AT-Anlage Floesti.

Bei der AT-Anlage Floesti ist der Anfahrzustand in ähnlicher Weise erreicht wie bei der AT-Anlage Scholven, und soll die Alkylierung voraussichtlich im April zum Anfahren kommen. Bei der AT-Anlage Floesti sind in der Hauptsache einige Schlussarbeiten an den Energie-Erweiterungsanlagen durchzuführen. Durch die bekannten Ereignisse im August vorigen Jahres in Floesti fällt jedoch ein Teil der Zulieferungen für die Vorproduktion aus, so dass die Anlage Floesti nur auf eine Leistung von ca. 18 000 tate AT-Produkt beim Anfahren kommt. Hierbei ist Voraussetzung, dass beim Anfahren der Anlage ein genügender Stock an Iso-Butanen gebildet ist, um das spätere Fertigwerden der Isomerisierungsanlage durch Isobutan-Einlagerung zu überbrücken. Diese Vortronnanlage zur Isobutan-Erzeugung ist bereits seit Februar in Betrieb. Für die Isomerisierungsanlage sind noch eine Reihe von Schwierigkeiten zu überwinden, da die Firma Astra Romana die Anlage ursprünglich nicht in dem von uns gewünschten Sinne ausbilden und montieren lassen wollte. Die Isomerisierungsanlage ist für die AT-Anlage Floesti von besonderer Bedeutung, da bei den rumänischen Produkten zu wenig Isobutan vorhanden ist. Falls keine unerwarteten Ereignisse eintreten, werden die Alkylierung im April und die Isomerisierung voraussichtlich im Mai in Betrieb kommen.

02148

AT 244/Erz.
Dr. Kb/Fz.

Referat Nr. 18.

10) AT-Anlage Stettin.

Die AT-Anlage Stettin ist bis auf die Destillationen und die Schwefelsäure-Konzentrationsanlage anfahrbereit. Wegen Werkstatt-Schwierigkeiten bei der Firma Borsig-Berlin lässt sich die Fertigstellung der Destillationen noch nicht überschauen.

Die Schwefelsäure-Konzentration ist in dem Umfang fertig, wie sie ursprünglich geplant war, d.h. für einen Schwefelsäureverbrauch von 12 - 15 %. Für die nachträglich gestellte Forderung, die Schwefelsäure-Konzentration für mindestens 20 % Schwefelsäureverbrauch auszuliegen, muss noch die Montage der Erweiterungsanlage durchgeführt werden. Falls die AT-Anlage Stettin mit der Schwefelsäure-Konzentrationsanlage im Umfang der ersten Planung angefahren wird, wird sich eine wesentliche Steigerung der seitherigen T 52-Produktion nicht erreichen lassen. Insbesondere kann die bei der Tagung besprochene Kontakttrocknungsanlage bis zum Anfahren nicht erstellt werden.

Die AT-Anlage Stettin wird ihren Anfahrzustand wahrscheinlich im Mai erreichen. Es ist eine Anfahrproduktion von ca. 35 - 40 000 tate AT-Produkt vorgesehen. Das Erreichen der Vollproduktion von 53 000 tate AT ist wesentlich von der Fertigstellung der Erweiterung der Schwefelsäure-Konzentrationsanlage und von dem Aufstellen der Kontakttrocknungsanlage abhängig.

Gruppe IIa) AT-Anlage Wesseling.

Die AT-Anlage Wesseling litt von Anfang an unter einem starken Personalmangel, und wurde durch die bekannten Ereignisse im Westen im Jahre 1943 die Personallage von Monat zu Monat schlechter. Erst auf Grund unserer Vorstellungen beim Geboehmie und unserer dauernden Nachtreibung in der Personalfrage wurden für Wesseling Bau- und Montagekräfte frei gemacht. Wenn auch die Zahl der zur Verfügung stehenden Kräfte bei weitem nicht ausreichend ist, so hat doch gerade der Einsatz des Werkes Wesseling dazu geführt, dass die Anlage trotz grösster Schwierigkeiten in der Personalfrage auf einen Stand gebracht werden konnte, um die Anlage voraussichtlich im Juni / Juli 1944 anzufahren.

Engpässe ergaben sich insbesondere bei der Destillation und bei der Schwefelsäure-Konzentration. Die AT-Anlage Wesseling wird im Anfahrzustand eine Leistung von 12 - 15 000 tate AT haben, während das Erreichen der Vollproduktion mit 28 000 tate insbesondere von folgenden Engpässen abhängig ist:

02149

AT 224/44. Referat Nr. 10
Dr. Meyer.

- 1.) Fortfertigung der ersten Fertiger
- 2.) Lieferung und Montage der Elektro- zur Rest-
gas-Gebläse (Dampf).
- 3.) Lieferung und Montage der Konzentration-
anlage zur Gaseinleitung.

Für die AT-Anlage Wessoling war eine Einbeziehung in das Schwerepunktprogramm besonders schwierig, weil die Anlage infolge der geringen Produktion in wesentlichen Teilen von den übrigen Anlagen abweicht.

I Ib) AT-Anlage Brix.

Infolge der knappen Butan-Situation in Mittelfruchtland muss das Anfahren der AT-Anlage Brix vor Böhlen erzwungen werden. Diese Änderung in der Reihenfolge der Anfahrtermine wurde vor ca. 3/4 Jahr festgelegt.

Bei der AT-Anlage Brix sind in wesentlichen die gleichen Schwierigkeiten wie bei der AT-Anlage Wessoling, nur dass der Gesamt-Montagelast weiter zurück ist, da viele Lieferungen, die für Wessoling bereits auf der Baustelle sind, für Brix noch nicht erfolgt sind. Die Montage verläuft parallel zu den Anlieferungen. Die Bauarbeiten sind in grossem Umfang bis auf das Gebäude der Schwefelsäure-Konzentrationsanlage beendet. Der Anfahrtermin der AT-Anlage Brix soll durch besonderen Einsatz bis zum Juli / August 1944 erzwungen werden. Im Anfahrzustand wird die AT-Anlage ca. 25 - 30 000 tate AT-Produktion haben, während der Vollproduktionszustand mit 55 000 tate AT drei bis vier Monate später erreicht werden soll.

I Ic) AT-Anlage Böhlen.

Die AT-Anlage Böhlen ist im Umfang der Bauarbeiten beendet. Der Montage-Einsatz konnte erst sehr spät erfolgen, da - wie oben bereits erwähnt - die AT-Anlagen der Gruppe I und die AT-Anlage Brix in der Belieferung vorgezogen werden mussten. Für die AT-Anlage Böhlen ist als Anfahrtermin September 1944 vorgesehen mit einer Anfahrleistung von 20 - 25 000 tate AT, während die Vollproduktion mit 58 000 tate etwa Ende des Jahres erreicht wird.

198

AT 214/Brf.
Dr. KB/Pz.

Referat Nr. 18.

02150

Wesentliche Ergebnisse bei der AT-Anlage Böhlen sind:

- 1.) Destillationsanlage, Lieferant Rheinmetall-Borsig, Berlin.
- 2.) Schwefelsäure-Konzentrationsanlage, Lieferant: Uhde, Dortmund.
- 3.) Ölväse, Lieferant: Bawag.
- 4.) Zwischenbehälter, Lieferant: Dehnen, Oberschlesische Kesselwerke, Dampfkesselfabrik Uebigau, Dresden.
- 5.) Isomerisierungsanlage, hinsichtlich der Kontakt-Ofen.

Gruppe III, AT-Anlage Schlesien.

Die AT-Anlage Schlesien war von allem Anfang an gegenüber dem anderen AT-Bauvorhaben sehr benachteiligt. Durch die Schwerpunktsarbeiten für das Hydrierwerk (Ausbau I und II) konnte unserer Baustelle Personal nicht gegeben werden. Die Bauarbeiten, die bei anderen Werken im wesentlichen in ca. 1 Jahr bewältigt wurden, ziehen sich bei Schlesien nun schon seit 1 3/4 Jahr hin. Die Bauarbeiten sind zu ca. 60 % erledigt. Erst in allerletzter Zeit ist unser dauerndes Bemühen von Erfolg gekrönt gewesen, etwas mehr Personal für die Baustelle zu erhalten.

Für die Montage der AT-Anlage Blochhammer sind dieselben Schwierigkeiten zu erwarten, wie sie seither aufgetreten sind, da Montage-Personal bisher nur in ungenügender Weise gestellt werden kann. Den Feststellungen unseres Terminbüros entsprechend, müsste es bei geeigneten Personaleinsatz möglich sein, die AT-Anlage Blochhammer im Dezember 1944 anzufahren und zwar mit ca. 15 - 20 000 tate AT-Produkt. Die Vollproduktion mit 52 000 tate wird im Frühjahr 1945 erreicht werden.

Zusammenfassend muss hier noch gesagt werden, dass die oben genannten Termine nur Gültigkeit haben, wenn keine unvorhergesehenen Ereignisse eintreten, die die Bauvorhaben in der Dringlichkeit schlechter stellen oder wesentliche Industriezweige, die als Zulieferanten infrage kommen, durch Bombenschäden ausfallen. Bombenschäden haben sich bis jetzt in nicht-nennenswertem Umfang wie folgt bemerkbar gemacht:

- 1.) Getriebe für Kompressoren, Pumpen, Kühler etc.
durch längeres Ausfallen der Fa. Hilfol, Hannover.
- 2.) Lieferung von Lagerbehältern für Produktionslagerung,
infolge Ausfall von Blechlieferungen durch Gasmangel
und sonstige Ereignisse in Westen (Thyssen-Milheim,
GHR-Oberhausen).
- 3.) Verzögerte Auslieferung von Siemensteilen durch
Feindeinwirkung bei den Deutschen Röhrenwerken.
- 4.) Auf dem Gebiete der Messinstrumente und des Regler-
wesens, durch teilweisen oder ganzen Ausfall folgender
Firmen:

Siemens & Halske, Berlin
Hartmann & Braun, Frankfurt / Main
I.C. Bokardt, Cannstatt
Bopp & Rauther, Mannheim
Voigt & Häfner, Frankfurt / Main
Betriebskontrolle, I.G. Ludwigshafen.

Über die Zustände auf dem Gebiete des Messinstrumenten- und Reglerwesens haben wir Herrn Dir. Dr. Köhler als Kommissar für das AT-Programm bereits Meldung erstattet und weisen anlässlich unserer heutigen Besprechung die Bauherren darauf hin, dass wesentliche Engpässe dieses Gebietes bis zum Anfahren ihrer Anlagen nicht beobachtet werden können. Es muss daher unter allen Umständen versucht werden, mit einem Minimum an Messinstrumenten beim Anfahren auszukommen. Es ist zweckmässig, dass die Bauherren ihre übrigen Anlagen, die seit langem in Betrieb sind, eingehend darauf durchsehen, ob gewisse Messinstrumente und Regler, die für die Zwecke der AT-Anlage geeignet sind, aus diesen eingelaufenen Betrieben ausgebaut werden können. Es gibt in jedem Werk eine Reihe von Anlagen, die nicht dauernd in Betrieb oder nur teilweise belastet sind. Herr Dr. Köhler hat die Angelegenheit auf der Kommissar-Sitzung zur Sprache gebracht. Herr Dr. Ernst hat daraufhin die erforderlichen Sondervollmachten zur Sicherstellung der betriebsnotwendigen Teile erhalten.

Wir machen auf diesen Engpass ganz besonders aufmerksam, da die Schäden der einschlägigen Industrie so gross sind, dass sie beim Wiederaufbau in erster Linie ihr Augenmerk auf vordringlichere Programme richten müssen. Es wäre daher sehr begrüssenswert, wenn uns die einzelnen Bauherren in Bälde Unterlagen zur Verfügung stellen, aus denen wir entnehmen können, welche Instrumente und Regler nicht beschafft werden können und daher mit Hilfe des Gebochemie in der Dringlichkeit umgestuft werden müssen.

5.) Elektro-technische Lieferungen.

Durch den Bombenschaden bei der Fa. Wülfel, Hannover, wurden fast sämtliche Schleusenmotoren, die wir für die einzelnen Dehydrationsanlagen bestellt hatten, vernichtet. Das gleiche gilt für die Rührwerksmotoren. Die Motoren wurden auf Wunsch von Wülfel eingeschickt und sind bei einem Fliegerangriff zum grossen Teil verbrannt. Die Frage der Neulieferung ist noch nicht geklärt, da die Werke der elektrotechnischen Industrie, die diese Motoren geliefert haben, wie Siemens-Schuckert, AEG und BBC ebenfalls schwere Fliegerschäden erlitten haben.

Bei der Lieferung von Schaltern ergaben sich wesentliche Schwierigkeiten durch die Feindeinwirkung bei Voigt & Häffner.

Wir sind darum bemüht, durch unseren besonderen Einsatz diese Fliegerschäden möglichst schnell zu kompensieren, stossen dabei jedoch auf erhebliche Schwierigkeiten. Es lässt sich noch nicht zu jedem einzelnen Punkt sagen, wie wir die Schwierigkeiten beheben können. Entsprechend der oben genannten Terminplanung versuchen wir auf alle Fälle, in der benötigten Reihenfolge diejenigen Teile heranzubringen, die anfahrnotwendig sind.

Dringlichkeit der Einstufung.

Für die weitere Abwicklung des AT-Programmes ist es ein vollkommen unmöglicher Zustand, dass Anlagen, die ein Vierteljahr oder 4 Monate vor dem Anfahren stehen, weiterhin in der Dringlichkeitsstufe II bleiben. Unserer Ansicht nach muss jede Anlage, die kurz vor dem Anfahren steht, etwa ein halbes Jahr vor dem Anfahren in ihrem gesamten Umfang in die Dringlichkeitsstufe I umgestuft werden. Nur auf diese Art ist es möglich, den Lieferzustand hinsichtlich der Engpasslieferungen einigermaßen zu kompensieren. Wir haben bisher bei dem Gobechemie für diese Einstellung zwar volles Verständnis gefunden, es ergab sich jedoch keine Möglichkeit, diese Einstufung auszudrücken. So müssen wir jetzt bei sämtlichen Engpass-Schwierigkeiten für jedes einzelne Teil die bekannte umfangreiche Massnahme der Dringlichkeitsumstufung vornehmen, die normalerweise eine Bearbeitungszeit von ca. 8 - 12 Wochen erfordert. Bei einer generellen Umstufung der Rostlieferungen für die Anlagen würden sich diese Schwierigkeiten und der Personalaufwand bedeutend reduzieren lassen. Es ist u.E. unerlässlich, dass diese Frage der gesamten höheren Einstufung einer Anlage einige Monate vor dem Anfahren der Anlagennummern aufgegriffen wird, wenn das AT-Produkt tatsächlich in der uns immer wieder betonten Dringlichkeit benötigt wird. Bei den meisten Anlagen

haben sich Terminverzögerungen von ca. 10 - 12 Monaten gegenüber den Baureife-Schätzungen ergeben. Ein Teil dieser Terminverzögerungen ist bedingt durch die sehr knappen Kontingenzzuweisungen in früheren Quartalen, ein grosser Teil ist jedoch veranlasst durch die vordringlichen Programme, die im Laufe des Jahres 1943 dem AT-Programm vorgeschaltet wurden. Wenn das III damit rechnet, dass die Produkte noch in diesem Jahr zur Verfügung stehen, dann müssen auch ganz einschneidende Massnahmen getroffen werden, um die Dringlichkeit des AT-Programmes wieder so heranzubringen, wie es im Jahre 1941 zu Beginn des Programmes gewesen ist.

Die oben erwähnte Schwerpunktsprogrammabildung wurde aber nicht nur hinsichtlich der Reihenfolge des Anfahrens der einzelnen Anlagen bei geschmälerter Produktion durchgeführt, sondern wir haben auch Schwerpunkte bei den einzelnen Sachgebieten gebildet. Diese Schwerpunktsbildung haben wir vorgenommen auf Grund der jeweils festgestellten Engpässe in den Werkstätten der deutschen Industrie. Diese Schwerpunktsprogramme sind folgende:

- 1.) Zwischenbehälter
- 2.) Siromalteile
- 3.) Armaturen
- 4.) Pumpen
- 5.) Kompressoren
- 6.) Messinstrumente und Reglerwesen
- 7.) elektrotechnische Ausrüstungen
- 8.) Destillationsanlagen
- 9.) Ölwäsche
- 10.) Schwefelsäure-Konzentrationsanlagen.

Eine Reihe dieser Schwerpunkte wurden gleich zu Beginn des Programmes gebildet und zwar hauptsächlich die Schwerpunkte Armaturen, Pumpen, Kompressoren und elektrotechnische Lieferungen. Für diese Teile wurde festgelegt, dass jedes Werk vorläufig nur die Stückzahl erhält, die unbedingt zum Anfahren der Anlage notwendig sind. Erst wenn alle Werke mit diesen Teilen versehen sind, erhalten in der gleichen Reihenfolge die Werke ihre Restlieferungen wie Kapazität für Vollproduktion, eingebaute Betriebsreserve und anschliessend die erforderliche Lagerreserve. Durch diese Schwerpunktabildung ist es uns möglich, allen Baustellen die für das Anfahren notwendigen Teile rechtzeitig zu geben, soweit nicht ganz besondere Schwierigkeiten eingetreten sind, wie z.B. die oben erwähnten Fliegenschäden oder die Schwierigkeiten auf dem Gebiet der Stahlgussbeschaffung. Die Frage der Stahlgussbeschaffung für die Ventile und Schieber ist

noch nicht ganz geklärt, da die Armaturen-Industrie nicht in der Lage ist, Stahlgussventile zu liefern, wenn die Stahlgrosseren Rohguss anliefern, von dem nur etwa 10 % für die wirkliche Fertigung ausgebracht werden können.

Ausser diesen hier genannten Schwerpunkten wurden noch weitere Schwerpunktsprogramme gebildet hinsichtlich der Rührwerke, Feinabscheider, Kühler, Kondensatoren, Gebläse etc. Bei der Abwicklung dieser Schwerpunktsprogramme haben sich jedoch nennenswerte Schwierigkeiten nicht ergeben, sodass ich auch auf diese Punkte nicht eingehen. Erwähnen möchte ich noch, dass häufig Schwierigkeiten eingetreten sind, die bei Beginn der Planung und der Konstruktion nicht zu erwarten waren. So haben wir z.B. für alle AT-Anlagen für sämtliche Rohrbündel-Apparate, soweit sie als Wärmeaustauscher, Kühler, Kondensatoren, Vorheizler infrage kommen, einheitlich die Rohrabmessungen 25/21 mm gewählt. Bei diesen grossen Mengen an Rohren, die für diese Rohrbündel-Apparate benötigt wurden, hat sich dann herausgestellt, dass die Stahlwerke nicht in der Lage waren, diese von uns benötigten Rohrmengen schnellstens zu liefern. Nur durch die Benutzung von längsgeschweissten Rohren - soweit betrieblich vertretbar - ist es gelungen, diesen Engpass zu beseitigen.

Ein besonderer Engpass, der von uns auch als Schwerpunkt behandelt wird, ist das Gebiet der Lagerbehälter. Wir haben bei dem AT-Programm für sämtliche Werke die sogenannten Zwischenproduktionsbehälter als Behälter von 100 m³ Inhalt ausgebildet. Die Behälter haben einen Durchmesser von 3 m und sind etwa 16 m lang; die Wandstärke beträgt etwa 18 - 22 mm bei einem Betriebsdruck von 10 atü unter Berücksichtigung des entsprechenden Schweißfaktors. Von diesen Behältern sind für das AT-Programm ca. 320 - 350 Stück erforderlich. Soweit die Behälter in die direkte Produktion eingesetzt werden, sind sie von uns alle beschafft worden. Soweit sie lediglich als Zwischenproduktbehälter infrage kommen, können wir zum Anfahren der Werke nur eine begrenzte Zahl zur Verfügung stellen. Diese Reduzierung der Behälter beim Anfahren ist vertretbar, weil die Produktmengen beim Anfahren ebenfalls reduziert sind. Ausserdem weise ich bei dieser Gelegenheit darauf hin, dass wir in Deutschland es zwar gewöhnt sind, zwischen 2 Verfahrensstufen jeweils eine Zwischenproduktlagerung vorzunehmen, was in anderen Ländern nicht üblich ist. So haben wir z.B. bei der AT-Anlage Floesti auf Wunsch der Astra Romana eine viel geringere Zwischenproduktlagerung vorgesehen. Es muss daher beim Anfahren der deutschen Anlagen möglich sein, mit einer geringen Anzahl Zwischenproduktbehältern auszukommen.

02155

AT 244/Erf.
Dr.Kb/Pz.

Referat Nr. 18.

Die von uns vorgesehene Ring- und Verschiebeleitungen bei den Zwischenproduktlagern ermöglichen das Anfahren mit einer geringeren Anzahl von Behältern. Der Betriebsmann muss sich auf alle Fälle jetzt schon mit dem Gedanken vertraut machen, dass er beim Anfahren der Anlage nicht die volle Zahl der Zwischenproduktbehälter greifbar hat. Es ist von uns für das Behälterprogramm folgende Planung vorgeschrieben:

Scholven und Stettin haben ihre Lagerbehälter bereits alle erhalten, zumal ein Teil der Behälter bereits aus dem T-52-Programm vorhanden war. Die für das AT-Programm neu angelieferten Behälter waren in Scholven und Stettin schon eingebaut, als die Schwierigkeiten im Behälterbau eintraten.

Die AT-Anlage Wesseling hat bisher 18 Behälter erhalten. Die gleichen Stückzahlen an Behältern sollen die Werke Brück, Böhlen und Schlesien erhalten, bevor wir den Werken die restlichen Behälter liefern können. Es sind daher für das Anfahren der Anlagen jeweils etwa 50% der unterirdischen Lagerbehälter sichergestellt.

Bezüglich des weiteren Schwerpunktes : Sicromal- Lieferungen (Deutsche Röhrenwerke Poensgen) kann festgestellt werden, dass nach Beseitigung der Schwierigkeiten nunmehr mit der Auslieferung der Sicromalteile in grossem Umfange begonnen wurde. Wesseling, Brück und Böhlen haben bereits sämtliche Teile erhalten, die für das Fertigstellen der Anfahr- Dehydrieröfen erforderlich sind. Die Schweißarbeiten der Sicromalteile auf der Baustelle haben bereits bei Wesseling und Böhlen in vollem Umfange eingesetzt, während auf den Baustellen Brück und Schlesien hierzu noch gewisse Voraussetzungen fehlen.

Im wesentlichen kann also festgestellt werden, dass die Belieferung der einzelnen Baustellen in dem Umfang und der Reihenfolge erfolgt ist, wie es dem Anfahrzustande der Baustellen entspricht. Für die aufgetretenen zeitlichen Verschiebungen im AT-Programm können weder die Bauherren noch die Planungsstelle verantwortlich gemacht werden, da von diesen Stellen aus immer wieder darauf hingewiesen wurde, dass die DringlichkeitsEinstufung des AT-Programmes nicht ausreichend ist. Die Bauherren und die Planungsstelle haben durch ihre laufende Zusammenarbeit und ihre wiederholten Besprechungen und Meldungen an die vorgesetzten Dienststellen immer wieder bewiesen, dass ohne besondere Unterstützung von oben ein solch umfangreiches Programm nicht in dem Tempo durchgezogen werden kann, wie es ursprünglich geplant war. Das AT-Programm umfasst an maschinentechnischen Lieferungen und Montage etwa 170 bis 190 Millionen RM, während für die bautechnische Investierung etwa 90 - 100 Millionen RM.

199

POOR
COPY

12

aufzubringen sind. Eine weitere Zahl, die über den Umfang des AT-Programmes Aufschluß gibt, ist der Gesamt-Eisenbedarf, der mit etwa 220 - 250 000 t zu veranschlagen ist, in der chemischen Industrie ist ein einheitliches Programm in diesem Umfang bisher nicht gestartet und durchgeführt worden. Es lagen keinerlei Erfahrungen vor, wie ein solches Programm zweckmäßig abgewickelt werden muss. Die Ingenieurkräfte, die der Planungstelle von Anfang an zur Verfügung standen, waren zu gering. Die von den vorgesetzten Dienststellen zugesagten zusätzlichen Ingenieurkräfte sind niemals gestellt worden. Trotzdem ist es uns gelungen, sämtliche Schwierigkeiten so weit zu meistern, als es in unseren Kräften lag. Es muss jedoch nochmals nachdrücklichst darauf hingewiesen werden, dass das Erzingen der Anfahrtermine nur dann möglich ist, wenn wir von den vorgesetzten Dienststellen die erforderliche Unterstützung erhalten. Diese Möglichkeit ist seither im AT-Programm nicht gegeben.

Nach diesem Überblick über den Stand der AT-Anlagen möchte ich noch auf einen Umstand hinweisen, der den Einsatz unseres Terminbüros noch wesentlich intensiver gestalten kann. Wie bereits oben erwähnt, haben wir eine eigene Stelle in unserem Terminbüro geschaffen, die sich mit den Engpassterminen der Lieferungen beschäftigt. Für die rechtzeitige Nachfassung der Engpasstermine ist es unbedingt erforderlich, dass uns regelmässig, in gewissen Zeitabschnitten, Rückstandslisten eingeschickt werden. Diese Rückstandslisten sollen von unseren Montage-Ingenieuren gemeinschaftlich mit den zuständigen Stellen der Bauherren aufgestellt werden. In den Rückstandslisten müssen sämtliche Teile gekennzeichnet sein, ob sie anfahrnotwendig oder vollproduktionsnotwendig sind. Da wir unser ganzes Augenmerk zunächst auf das Anfahren sämtlicher AT-Anlagen richten, müssen wir die Lieferungen für das Erreichen der Vollproduktion so lange zurückstellen, bis sämtliche AT-Anlagen wirklich angefahren sind. Bei der Auslieferung durch die Zulieferer ist es uns vollkommen gleichgültig, von welchen Werken die Teile bestellt und kontingentiert worden sind. Die Anlieferung erfolgt auf die Baustelle, bei der das Teil am dringendsten für das Erreichen des Anfahrzustandes notwendig ist. Soweit uns Teile gelegentlich durch verspätete Meldung der Zulieferer entgehen, behalten wir uns vor, die Teile von den Baustellen, die sie noch nicht benötigen, dorthin umzulagern, wo sie dringend zum Anfahren benötigt werden. Es wird selbstverständlich Wert darauf gelegt, dass ungünstigste Transporte vermieden werden, und dass Teile, die schon eingebaut sind, nicht wieder ausgebaut werden, wenn sie rechtzeitig für die anderen Baustellen vom Lieferanten beschafft werden können.

02157

AT 244/Brf. Referat Nr. 18.
Dr. K. Pz.

Für die weitere Abwicklung der AT-Anlagen sind folgende Punkte zu besprechen:

1.) Lieferungen von Kontakt, Schwefelsäure, Salzsäure und Aluminium-Chlorid.
Von unserer Planungsstelle aus wird die Frage der Kontaktlieferungen so weit geklärt, dass für die genannten Hilfsprodukte Schwierigkeiten beim Anfahren der einzelnen AT-Anlagen nicht zu erwarten sind. Insbesondere haben wir in letzter Zeit die Schwefelsäure-Lieferung so weit sichergestellt, dass alle Werke über den Stand ihrer Anlieferungen unterrichtet sind. Bezüglich der Kontaktlieferung für die Dehydrierung sind die Festlegungen noch nicht so weit getroffen, dass sie sämtlichen Bauherren schon zugänglich gemacht werden können. Wir werden jedoch auch hierfür in Kürze die erforderlichen Bestellunterlagen den Bauherren zustellen. Bei den Aluminiumchlorid-Lieferungen zeichnen sich im Augenblick keine Schwierigkeiten ab. Bei den Salzsäure-Lieferungen sind mengenmäßig Schwierigkeiten nicht zu erwarten, während hinsichtlich der HCl-Produktion darauf hingewiesen werden muss, dass nur eine Produktionsstätte in Deutschland zur Verfügung steht.

2.) Weitere Aufgaben der Planungsstelle:

Bei der heutigen Erfahrungsaustauschbesprechung haben wir festgelegt, dass noch folgende Planungsarbeiten für die AT-Anlagen zu bearbeiten sind:

- a) Kontakttrocknungsanlage,
- b) Nachhydrierung zur Butadien-Beseitigung
- c) Säureteer-Verbrennung.

Die übrigen Planungsarbeiten sind so weit abgeschlossen, dass diese Nacharbeiten wahrscheinlich in Kürze abgeschlossen werden können.

3.) Kohlensäure-Löschfahrzeuge.

Hinsichtlich der Beschaffung der Kohlensäure-Löschfahrzeuge ist zu bemerken, dass die Angelegenheit so weit geklärt ist, dass wir mit Hilfe des RLM die Kohlensäure-Löschfahrzeuge bauen können. Die erforderlichen Fahrgestelle für die Wagen sind uns zugesagt, die übrige Ausrüstung wird von uns bestellt. Für die Herstellung der Löschfahrzeuge dürfen wegen Überlastung der Feuerwehrindustrie die einschlägigen Betriebe nicht benutzt werden. Aus diesem Grunde haben wir die Konstruktion und den Zusammenbau der Fahrzeuge in Leuna zusammengefasst und selbst übernommen. Die Fahrzeuge werden von uns nach Fertigstellung komplett geliefert.

201

4.) Funktionfreie Werkzeuge.

Funktionfreie Werkzeuge sind von uns in Leuna mit dem Betrieb so weit geklärt, dass wir den Werken die Unterlagen in Kürze zustellen können. Wir haben die erforderliche Anzahl an Werkzeugen auf ein Minimum beschränkt. Es wird uns daher möglich sein, dass wir die verhältnismäßig geringen Anforderungen von den betr. Stellen genehmigt erhalten.

5.) Regenerationsöfen.

Die Regenerationsöfen für die neuen AT-Anlagen sind von uns so geplant, dass sie Einsätze aus Drahtgewebe erhalten. Bezüglich der Beschaffung der Inneneinsätze aus Streckmetall muss darauf hingewiesen werden, dass für die Herstellung des von uns benötigten Streckmetalls in Deutschland nur eine einzige Maschine bei der Firma Sorst, Hannover, zur Verfügung steht. Wir haben bereits bei den T 52-Anlagen wegen eines Maschinenschadens starke Verzögerungen in der Auslieferung gehabt. Es steht zu erwarten, dass auch bei den AT-Anlagen dieser Engpass wieder in Erscheinung tritt. Es kann daher heute mit Sicherheit noch nicht gesagt werden, wann die Einsätze aus Streckmetall geliefert werden können.

6.) Ölwäuschen.

Bezüglich der Ölwäuschen ist es uns nicht möglich, zum Anfahrtermin die Ölwäuschen bereit zu stellen. Durch die bekannten Schäden bei der Bamag können wir die Liefermöglichkeiten heute noch nicht überschauen. Bei den Ölwäuschen handelt es sich im wesentlichen jedoch auch nur um eine Rückgewinnung der Butane aus den Restgasen, die die AT-Produktion mit etwa 6 % herabsetzen, falls sie nicht gewonnen werden. Es ist ohne weiteres möglich, die AT-Anlage ohne Ölwäsche zu betreiben. Wir sind bestrebt, die Ölwäuschen möglichst schnell im Anschluss an die Montage der übrigen AT-Anlage zu erstellen.

7.) Ausbildung von Anfahrpersonal.

Auf Grund der wiederholten Fragen möchte ich nochmals mitteilen, dass in dem Betrieb von Leuna das einschlägige Fachpersonal rechtzeitig ausgebildet werden soll.

AT 244/Erf.
Dr.KB/Pz.

Referat Nr. 18.

02159

Es handelt sich hierbei insbesondere um die Ausbildung
in der

Deyhdrierung,
Alkylierung,
Isomerisierung und
Schwefelsäure- Konzentration.

Die Bauherren müssen rechtzeitig die für die Produktion erforderlichen Betriebsleute auswählen, die sie nach Leuna zur Ausbildung schicken. Geben Sie uns möglichst umgehend die Personaldaten der abzustellenden Leute bekannt, damit wir mit dem Werk den Termin für den Einsatz der Leute festlegen können. Für die Schwefelsäure-Konzentrationsanlage ist es ausserdem noch erforderlich, dass die einzelnen Werke über ausgebildete Glas-Facharbeiter verfügen. Die Ausbildung dieser Leute kann ebenfalls in Leuna im Schwefelsäurebetrieb durchgeführt werden. Für die Montage ist es unbedingt erforderlich, dass Glas-Facharbeiter zur Verfügung stehen, da aus der einschlägigen Industrie erfahrungsgemäss Leute nicht gestellt werden können. Ebenso ist es wegen der Reparatur an Glasleitungen im laufenden Betrieb erforderlich, dass der Betrieb über gut ausgebildete Glas-Facharbeiter verfügt.

203

02160

AT 244/Brf.
Dr. KB/Pz.

III. Schlusswort und Vorschläge für die Abwicklung des
weiteren Erfahrungsaustausches.

Die Herausgabe der Berichte-Sammlung unserer Erfahrungsaustauschbesprechung vom 14. und 15. März 1944 hat sich durch verschiedene zeitbedingte Umstände und den Umfang der Referate etwas verzögert. Der grösste Teil des zusammengetragenen Materials ist jedoch nicht zeitgebunden.

Mit der Zustellung der Sammlung an die einzelnen Bauherren der AT-Anlagen haben wir daher den Betriebsleitern- und Männern alle Unterlagen an Hand gegeben, die für das Anfahren der AT-Anlagen wichtig sind.

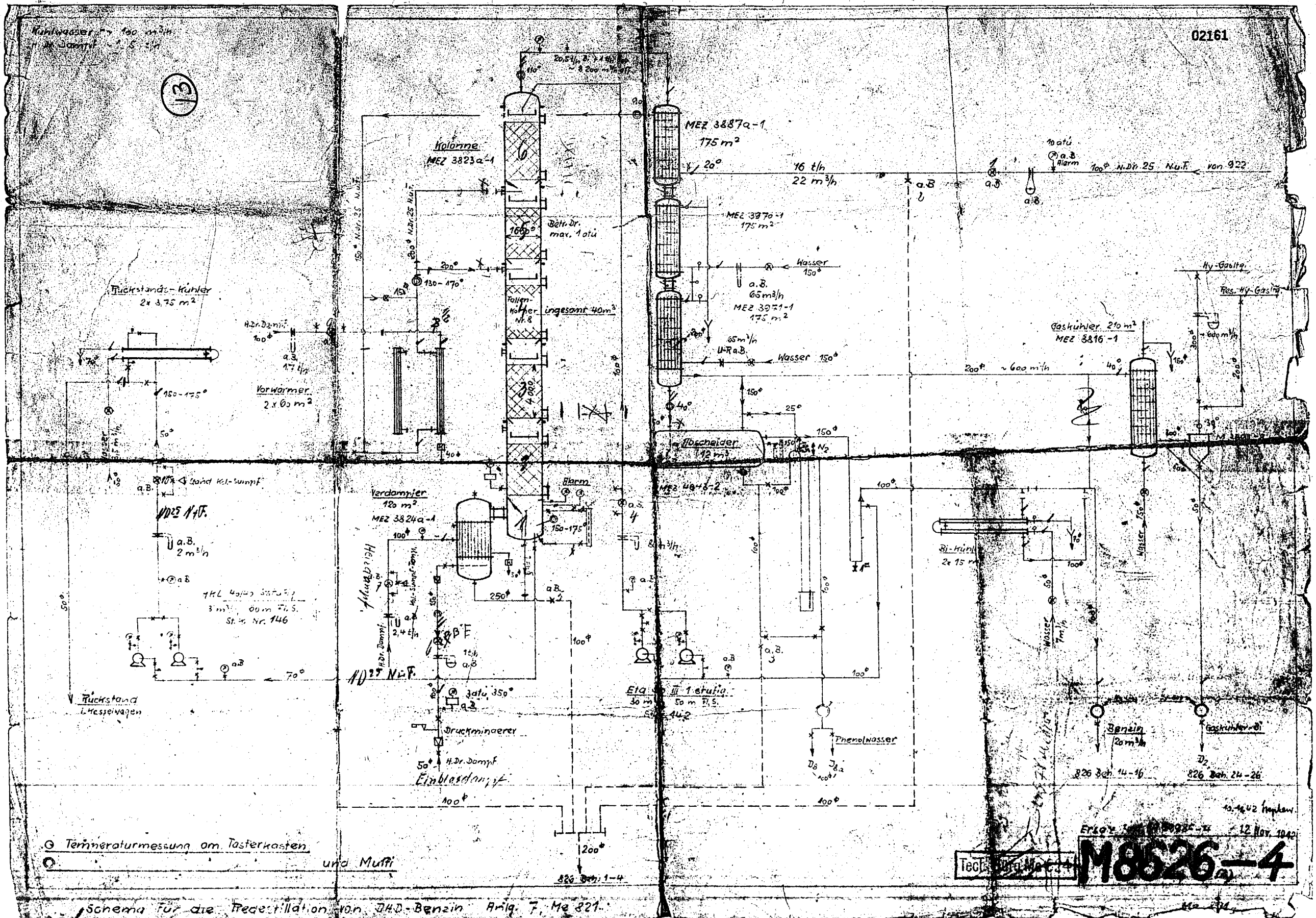
Entsprechend unserer früheren Festlegung wollen wir auch in Zukunft den Erfahrungsaustausch pflegen. Manche Probleme des AT-Verfahrens konnten bisher noch nicht in voller Systematik erfasst werden; andere Probleme bedürfen noch eingehender Untersuchungen, um die grösstmögliche Elastizität und Einfachheit der betrieblichen Fahrweise sicherzustellen. Je nach Rohstofflage und örtlich bedingten Besonderheiten werden sich daher die einzelnen Betriebe beim Anfahren ihrer Anlage mit der einen oder anderen Frage befassen müssen. Die sich dadurch ergebenden Erfahrungen sollen aber in der gleichen Weise wie seither allen Betrieben des AT-Programmes zugänglich sein. Mit dem Austausch dieser Erfahrungen können wir daher nicht warten, bis zu den in grösseren Abständen geplanten Erfahrungsaustauschtagungen. Wir bitten daher alle AT-Betriebe, uns laufend regelmässig ihre Betriebserfahrungen und Änderungen mitzuteilen, damit wir diese Fragen zentral bearbeiten und den übrigen Werken weiter berichten können. Herr Obering. Palzer wurde bereits früher mit den Aufgaben dieses zentralen Erfahrungsaustausches betraut. Die Anschrift lautet:

Dipl.-Ing. K. Palzer, Oberingenieur
i. Fa. Friedrich Uhde K.G.
Leuna, Krs. Merseburg
Postfach 55/57.

Wir bitten daher alle Werke, die mit ihrer AT-Anlage in Betrieb sind oder in Bälde in Betrieb kommen, um recht rege Mitarbeit bei unserem Erfahrungsaustausch von Anfang an. Nur bei ständiger Fühlungnahme und bei laufendem Erfahrungsaustausch ist es möglich, alle AT-Anlagen auf einen Produktionsstand zu bringen, der unserer Planung entspricht.

204

02161



○ Temperaturmessung am Tasterkasten
 und Muffe

Schema für die Redestillation von DAD-Benzol Anl. 7, Me 821

12.11.42
 Erl. 12.11.42
 12.11.42

M8526-4

POOR
 COPY

13

I. G. Ludwigshafen
Ammoniaklaboratorium Oppau

As Herrn Dir. Dr. P i e r
Hochdruckversuche

La. 558

02162

Kat-fabr. Heydebreck

20.12.

14

Ihre Zeichen Ihre Nachricht vom Unsere Nachricht vom Unser Heuzuruf Unsere Zeichen Ludwigshafen a. Rh.
Dr. G. W. / No. 10. Februar 43.

Betreff AT-Kontaktfabrik Heydebreck.

Wie Ihnen bekannt sein wird, ist geplant, in Heydebreck eine Ausweichanlage für die Herstellung von Aktiv-Tonerde sowie dreier auf ihr basierender Kontakte (DHD-Kontakt, Kontakt 7846 und Kugel-Kontakt für Butan-Dehydrierung) zu errichten. Der endgültige Auftrag seitens des Reichsamtes liegt allerdings noch nicht vor. Auf Anordnung von Herrn Dir. Dr. Müller-Cunradi werden die Entwurfsarbeiten von Herrn Dr. Heinze, der die Butylkontakt- und die Braunoxydfabrik in Heydebreck übernehmen soll, zusammen mit den Sachbearbeitern des Ammoniaklaboratoriums und Herrn Dipl. Ing. Müller (Büro Lampe) durchgeführt. Ein Bericht über einen Besuch der genannten Herren Anfang Dezember 1942 in Leuna ist Ihnen zugegangen.

Wir möchten Sie nun bitten, Herrn Dr. Heinze Gelegenheit zu geben, mit Ihren Herren (Dr. v. Fünser, Dr. Donath) über weitere Einzelfragen der Kontaktherstellung und -prüfung zu sprechen und uns einen hierfür geeigneten Zeitpunkt mitzuteilen.

Wichtig

I. G. Ludwigshafen

Vertraulich. Schriftw.

02163

Besuchs-Bericht

den 12. Dezbr. 1942

Ort der Besprechung Leuna 3./4. Dezbr. 1942

Anwesend waren	Dr. Hanisch	Vertraulich!
	" Hill	-----
Von der Firma <u>Leuna die Herren:</u>	" Hula	(Zeitsize)
	" Kading (AWP)	"
	Ob. Ing. " Sackmann	"
	" Herrele	"
Von der I. G. <u>Oppau die Herren:</u>	Dr. Drenler	
	" Eanbach	
	Reg. Ing. Miller	
	Dr. Heinze	

Betreff A F - Kontakanlage Heydebreck 659. Vertraulich

I. Teil

A) Zweck des Besuches war, Umfang und Ausgestaltung der geplanten Neuanlage in He sowie Einzelfragen des Verfahrens zu klären. Es sollen dort folgende drei, auf Aktiv-Tonerde als Träger aufgebaute, Kontakte hergestellt werden:

- I. DHD (od. HF) - Kontakt = Würfel aus Aktiv-Tonerde mit 5-10 % Holybdinsäure.
- II. Gasphase-Hydrierkontakt 7846 = Pillen aus 75 % Tonerde + 25 % Wolfram- und Nickelsulfid.
- III. Dehydrierkontakt zur Herstellung von Isobutylen (für T 52) bzw. Butylen (für A F 244) = Kugeln aus 90 % Al₂O₃, 8 % Cr₂O₃ (als Chromsäure) und 2 % K₂O.

B) Bedarf.

Dr. Kading nennt - unter Vorbehalt - folgende Zahlen für den Jahresbedarf an diesen Kontakten:

- I. (DHD) 5 - 800 t
- II. (7846) 6 - 700 t
- III. (AF-Kontakt) 1200 t (bei einer Lebensdauer von 400 Dehydrierstunden).

Dazu kommt noch:

- IV. Aminkontakt A 10 300 t, der in Leuna hergestellt wird.
- Insgesamt etwa 3 000 Tonne.

19. Dez. 1942
 A F = Alkylat-freibstoff.
 1942
 24-100-110

24-100-110

POOR COPY

Demgegenüber stehen folgende Kapazitäten:

Kontakt in Jato:	I	II	III	IV
Leuna ¹⁾	300	-	1200	300
Lu + Op ²⁾	300	600	600	-

womit der Bedarf reichlich gedeckt ist.

Die Anlage in He soll nun so bemessen werden, daß sie bei Ausfall eines der vorhandenen Werke die Hälfte des Bedarfs produzieren kann, also

He 300 I 300 II 600 III zus. 1200 Jato = 100 Moto.

0) Verformung:

- I. Für die Herstellung der Würfel, die bisher von Hand geschieht, wird nächstens in Leuna eine geeignete Vorrichtung ("Schnittgebäck-Maschine" von Werner u. Pfeleiderer) ausprobiert werden. (Herstellungsgang s. Schema 1) Außerdem ist für He eine Tränkapparatur erforderlich.
- II. Für 25 Moto Kontakt 7846 sind 2 Kiliapressen sowie geeignete Glühöfen für eine Nachbehandlung bei 600° im H₂- oder N₂-Strom vorzusehen.
- III. Zur Herstellung von Kugeln, die ja für das Ein- und Ausschleusen unangänglich geworden sind, sind drei Möglichkeiten in Betracht zu ziehen (vergl. Schema 2).

a) Rollkugeln (Leuna):

Verformen einer knetbaren Mischung aus A.T. ³⁾ bzw. für Zwischenkontakt 5530 aus Krümel-R.T. ³⁾ und Chromsäure + Alkali auf der Frankoma-Maschine. Durch gleichzeitige Verarbeitung mehrerer Stränge auf einer Maschine (z.Zt. 3-4, soll später auf 8 gesteigert werden) sind die Unkosten dieses Verfahrens von anfänglich 8.- RM/kg auf 3.- RM/kg zurückgegangen, der gegenwärtig in Leuna hergestellte Zwischenkontakt 5530 kommt damit auf etwa 6.-RM/kg. Außerdem hofft man mit weniger Aggregaten als vorgesehen auszukommen, sodaß überflüssige für He zur Verfügung stehen würden.

- 1) In Leuna wird z.Zt. die Kapazität für Kugelverformung (120 Moto) nicht ausgenutzt, da die Gesamtproduktion an Aktiv-Tonerde nur 120 Moto beträgt, wovon 40 Moto für DHD-Kontakt u.A 10 abgehen.
- 2) einschl. Pöhlitz mit 10 Moto = 120 Jato DHD-Kontakt.
- 3) A.T. = Aktiv-Tonerde / R.T. = reaktionsfähige Tonerde

-/-

POCR
COPY

14

b) Preßkugeln (nach Dr. Conrad, Op) :

Verformen einer geeigneten Tonerde-Mischung auf Pillenpressen mit halbkugelig ausgehöhlten Stempeln zu Kugeln¹⁾, die nach dem Aktivieren mit Chromsäure + Alkali getränkt werden. In Oppau hergestellte Proben waren sowohl mechanisch wie katalytisch befriedigend. Eine Kilianpresse für weitere Versuche ist seit längerer Zeit bestellt, ist aber kaum vor Frühjahr 45 zu erwarten.

c) Schleuderkugeln (nach Dr. Stöwener, Op) :

Verformen der zur Herstellung von A.T.dienenden Knetmasse (Schema 1 Stufe XI) mittels Strangpressen zu 6 mm-Würfeln, aus denen in einem mit verd. NH_3 -Wasser gefüllten horizontal sich drehenden Rohr (Schleuderrohr) innerhalb weniger Minuten Kugeln entstehen, die in üblicher Weise aktiviert und getränkt werden. Die erste (kleine) Probe solcher Schleuderkugeln wurde als "ausgezeichnet" beurteilt, eine spätere 200 Ltr.-Probe aus einer stark peptisierten Tonerde jedoch als "schlecht".

Die beiden Oppauer Verfahren b) und c) wären sowohl aus gewerbehygienischen Gründen (die Chromsäure wird erst zum Schluß zugegeben), wie auch auf Grund der viel niedrigeren Gestehkosten²⁾ vorzuziehen. Sie erscheinen neuerdings dadurch besonders aussichtsreich, daß jetzt im Betrieb die mechanische Haltbarkeit der Kugeln die chemische überwiegt. Solange früher das Verhältnis umgekehrt lag, wurden die durch Tränkung hergestellten Kontakte infolge des Abriebs der äußeren, mit Cr angereicherten Schicht schneller unwirksam. Leuna schlägt daher vor, nochmals einen Großversuch zu machen, zu dem allerdings 16 m³ Kontakt erforderlich sind.

Für die Glühbehandlung sollte man auf jeden Fall Kanal- bzw. Schachtöfen für 2 x 100 Moto versehen.

Die Frage, ob die Neuanlage (mit einer bestimmten Quote) beschäftigt werden soll oder nicht, wobei Befürchtungen für die Kalkulation geäußert werden, soll noch im Einvernehmen mit Herrn Dir. Dr. Pier geklärt werden.

D) Über Einzelheiten der Herstellung von Aktiv-Tonerde (vergl. Schema 1) wird im 2. Teil berichtet.

1) unter Einpadern mit Al-Seife als Gleitmittel

2) Bei einem Vergleich der drei Verfahren sind die Arbeitsgänge von der Aktivierung ab zu zählen.

-/-

POOR
COPY

14

Für Heydebreck sind folgende Punkte wichtig:

1) Wasserfrage.

Zur Auswaschen der gefüllten Tonerde werden große Mengen an Kondenswasser (etwa 20 m³/h) benötigt, das in He nach Mitteilung von Herrn Dr. Wengler nicht zur Verfügung steht. Falls es keine andere Möglichkeit gibt, ist daher eine Wekattit-Anlage vorgesehen. Nach Angabe von Leuna kostet eine solche Anlage für 15 m³/h 600 000.-RM. Außerdem ist noch zu prüfen, ob teilweise Trinkwasser verwendet werden kann.

2) Abwasserwertung.

Bei einer Produktion von 100 Tons = 150 kg/h Al₂O₃ entsteht bei der Fällung stündlich eine Lösung von etwa 350 kg NaNO₃ in 1,5 m³ Wasser; weitere 20 kg NaNO₃ gehen ins Waschwasser. In Oppau wird die Lösung an die Salpeterfabrik verkauft; in Leuna ist keine Gelegenheit zur Eindampfung, auch fällt die Lösung von vornherein viel verdünnter an, sodaß man sie weglassen läßt. In He, wo dieser Weg nicht gangbar ist, könnte vielleicht eine Eindampfung im Anschluß an die Kalkammonsalpeter-Fabrik eingerichtet werden.

3) Platzbedarf.

Leuna warnt eindringlich davor, den Bauraum zu knapp zu bemessen, da für die zahlreichen Arbeitsgänge, bei denen Handarbeit unvermeidlich ist, und für die Vortrocknung geformter Kontakte an der Luft viel Platz benötigt wird. In Leuna steht für die Herstellung der Aktiv-Tonerde ein Flachbau von etwa 30 x 80 m zur Verfügung, für die Verformung ein 6-geschossiger Bau von etwa 20 x 40 m Grundfläche (in dem allerdings noch 2 Kontakte in kleinerer Menge fabriziert werden), für die analytische und technologische Prüfung 4 Labor- und Technikerräume von je etwa 12 x 15 m, mit allen erforderlichen Maschinen, Glühöfen, Prüfapparaten usw. ausgestattet, und endlich ein ausgedehntes Lagerhaus für Rohstoffe und Fertigwaren.

Anschließend an die Besprechungen und Betriebsbesichtigungen wurde auch noch Gelegenheit zu einem kurzen Gang durch die Dehydrieranlage gegeben, bei der die elegante Ausgestaltung der umfangreichen elektrischen Betriebssteuerung und -überwachung besonders bemerkenswert ist.

II. Teil

Einzelheiten der Fabrikation. (vergl. Schema 1 und 2)

Stufe I. Das von Hoesch, Düren, bezogene Tonerdehydrat hat durchschnittlich folgende Zusammensetzung:

Al ₂ O ₃	66 %	65-66 %	} Analyse eines Giulini-Tonerdehydrats zum Vergleich.
SiO ₂	0,02-0,03 %	0,03 %	
Na ₂ O	0,5 - 0,7 %	1,4 %	
Fe ₂ O ₃	< 0,01 %	0,03 %	

-/-

POOR
COPY

14

Die Satrienlauge muß chlor- und eisenfrei sein (wird in He von der Chlorfabrik geliefert). Das Kondenswasser wird in Leuna zur Entfernung von Ölsäuren über A-Kohle filtriert (zur Wasserfrage s. Teil 1). Für Transport und Lagerung der Salpetersäure stehen V₂A-Tanke zur Verfügung (für He: Topfbatterie oder Betonbehälter, oppaniert und ausgemauert, sowie Vindurleitungen vorgesehen). Lösegefäße ebenfalls V₂A (für He emailiert).

Stufe II. Die vorhandenen Klärbehälter werden nicht benutzt, da die Lösung genügend rein ist.

Stufe III. Fällung in Holzbottichen mit Holzrührer und V₂A.-Kühlschlange diskontinuierlich. (Für He kontinuierliche Fällung in kleinem Rührbehälter vorgesehen). Für jeden Ansatz wird soviel Kondenswasser zugegeben, daß die Konzentration zum Schluß etwa 30 g Al₂O₃/Liter beträgt (in Op etwa 80 g/Ltr.) Das p_H wird auf 6-6,5 gehalten (Op 6,5-7), doch macht die Kontrolle mittels Antimonelektrode in Leuna noch Schwierigkeiten ¹⁾ (Aushilfe Reagenspapier von Merck). Früher wurde zur Erzielung eines guten Kontakts noch saurer (p_H 5-6) gefällt, doch blieb dann ein Teil des Al₂O₃ in Lösung, und es gab Störungen bei der Filtration (starker Tücherverbrauch, Niederschlag zu schleimig). Von Herrn Dr. Haubach wird auf den Zusammenhang zwischen Korngröße (bzw. Schmittgewicht) und Konzentration bei der Fällung hingewiesen. Leuna hat auch schon versucht, kontinuierlich zu fällen durch Zusammenströmenlassen von Aluminatlösung, Säure und soviel Wasser, daß die Temperatur nicht über 50° stieg, in einer Pumpe (Chromgußpumpen von Fa. Weise Söhne).

Stufe IV - VIII. Abtrennen und Auswaschen der R.T. erfolgt wie in Op in 2 Stufen auf Filterpressen mit Zwischenaufschlammung, aber ohne die in Op ursprünglich eingeführte Zwischentrocknung. Ob diese eine solche Verbesserung der Kontakt bewirkt, daß sie auch für He beibehalten ist, muß noch geklärt werden; für die Auswaschung an sich ist sie nicht erforderlich. Der Filterkuchen von der 1. Presse (R.T. ausgewaschen) enthält 11-12 % Al₂O₃ und 1-1,2 % NO₃ (= 10 % bezogen auf Al₂O₃),

¹⁾ Eine Verbesserung brachte die Vorschaltung einer grobporigen Filterplatte vor dem feinporigen Filter in der Elektrolyt-Heberleitung.

der von der 2. Presse (R.T.gewaschen) nur noch 0,06 - 0,1 % H_2O_3 ¹⁾ = 0,5 - 1 % bez. auf Al_2O_3 . Die bei 150° getrocknete R.T. enthält 68 - 72 % Al_2O_3 , 0,4 - 0,5 % H_2O_3 und 0,07 % H_2O (= 0,1 % bezogen auf Al_2O_3). In Leuna wurde die Zwischentrocknung - abgesehen vom Platzbedarf und den Unkosten - hauptsächlich deshalb wieder verlassen, weil die von der sauren Fällung H_2SO_4 im Niederschlag eingeschlossenen Säurereste peptisierend wirkten und die 2. Filtration sehr erschwerten (Abhilfe durch Zugabe von NH_3 zum Waschwasser). Für He wird der Vorschlag gemacht, die Filtration mittels Drehfilter und Zwischenaufschlammungen in 2 (nötigenfalls 3) Stufen vollkontinuierlich durchzuführen, was vermutlich auch eine Wasserersparnis bringen dürfte. Entsprechende Versuche sollen bei der Versuchsgruppe Lu vorgenommen werden.

Stufe IX - XI. Die weitere Verarbeitung der R.T. geschieht in Leuna auf zwei Wegen: Der für die Herstellung von DHD-Kontakt benötigte Anteil wird so wie in Op getrocknet, gemahlen, peptisiert, auf Bleche gestrichen und in Würfel geschnitten (Weg a). Die Knetter sollten nicht größer als für 800 Ltr. Gesamteinhalt gewählt werden, da sie sonst überbeansprucht werden. - Der größere Teil der feuchten R.T. wird jedoch direkt mit HNO_3 in Knetmaschinen peptisiert, wobei ein dickflüssiger Brei entsteht, der in flache Pfannen ausgegossen wird (Weg b). Dieser zweite, zur "Krumel-R.T." führende Weg stellt zwar eine wesentliche Vereinfachung des Verfahrens dar, liefert aber einen Kontakt von geringerer Aktivität (Zwischenkontakt 5530).

Stufe XII. Trocknung in beiden Fällen im dampfbeheizten Heißluft - schränken, deren Temperatur, um Rißbildung bei den Würfeln zu verhindern, innerhalb 24 Std. ganz langsam von 50° auf 120° gesteigert wird (Klimaanlage ?) Für b) wird auch Sprühtrocknung geplant.

Stufe XIII - XV. Für die Kalzinierung sind zwei große Kanaltöfen (Werner und Pfeleiderer) mit direkter Gegenstrom-Gasheizung und 4 Hubtüren zum Ein- und Ausschleusen der Wagen vorhanden (Anfangliche Mühsal konnten behoben werden). Die Krumel-R.T. wird nur auf $170 - 180^\circ$ erhitzt (Gaseingang 240° , Gase Ausgang $80 - 100^\circ$), sodaß sie bis zur

¹⁾ steigt bei zu saurer Fällung bis 0,5 % an.

Böhmitstufe entwässert wird (85 % Al₂O₃). Für diesen Zweck wäre nach Lounner Ansicht ein Schachtofen ungeeignet gewesen (zu hoher Gaswiderstand), im übrigen spielt aber der Ofentyp keine Rolle. Auch die direkte Heizung mit Rauchgasen wird als unbedenklich angesehen.

Stufe XVI. Mahlen des Fertigprodukts entweder in 2 Stufen mit Scheibenmühlen und anschließend Porzellankugelmühlen¹⁾, oder am besten in einer Pendelmühle mit Windsichtung (Neumann & Besser, Aachen), die in einem Arbeitsgang ein sehr feines Produkt liefert.

Die Verformung zu Kugeln geschieht durch ein etwa 8 m langes Frankona-Aggregat, das aus Strangpresse, Zuführungsband, Rollmaschine und Trockenband besteht. Die Masse muß sehr steif sein und läßt sich nur in kleinen Knauern herstellen. Auch bei reichlicher Einpuderung der Stränge mit gemahlener R.T. muß die Rollmaschine ständig durch Bürsten von Teigresten befreit werden (trotzdem ca. 4/3 Ausschuß!). Wenn die Kugeln soweit getrocknet sind, daß sie nicht mehr kleben, werden sie auf Blechen 24 Std. an der Luft, dann in Trockenschränken fertig getrocknet und in einer ausgemauerten Drehtrommel in Ansätzen von je 800 Ltr. mittels axial eingeführter Verbrennungsgase 8 Std. auf 420° gehalten, gekühlt, gesiebt und auf schrägen Leesebändern sortiert. Nur die in der ersten Hälfte des Bandes abrollenden Kugeln sind brauchbar (1. Wahl), die später abrollenden (2. Wahl) werden nochmals aufgegeben; was auf dem Band hängenbleibt, wird als Ausschuß vermahlen und wieder der Knetmasse zugesetzt.

Prüfmethoden.

Zur Überwachung der laufenden Produktion gibt es leider noch keine anderen Methoden als die Ausprüfung der fertigen Kontakte im Versuchsofen. Beim DHD-Kontakt²⁾ wird von jedem Faß eine 2 Ltr.-Probe an den Hydrierbetrieb zur Prüfung geschickt (Bestimmung der Aromatisierung durch den Anilinpunkt), doch sind die Ergebnisse mitunter so schwankend, daß die Beurteilung noch recht unsicher ist, z.B. ist

- 1) Durch eiserne Kugelmühlen wird das Produkt zu stark verunreinigt. -/-
- 2) Das DHD-Verfahren arbeitet in 3 Temperaturstufen mit 3 verschiedenen aktiven Kontakten: für 510°: käufli. Tonerde + 5 % MoO₃, für 490°: A.T. (Durchschnittsqualität) + 5 % MoO₃; für 470° A.T. beste Qualität + 10 % MoO₃.

02170

- 8 -

es noch nicht erwiesen, ob die normale Struktur, die bisher immer angestrebt wird, der "kristallinen" überlegen ist. Man hat lediglich festgestellt, daß es für die Aktivität günstig ist, wenn die R.T. mit möglichst kleiner Teilchengröße hergestellt wird, sodaß sie noch keine Röntgeninterferenzen gibt. Außer der umfangreichen analytischen Kontrolle werden noch folgende Prüfungen durchgeführt:

Peptisierbarkeit der R.T.

Plastizität im Plastometer

Absorptionsfähigkeit der A.T.

Schüttgewicht (DHD-Kontakt 0,7 - 0,8, Al₂O₃ in Kugelform 0,8-0,85, Kugelkontakt (A.T. 244) 0,9 - 0,95.

Druckfestigkeit der Würfel (Nadeldruckapparat) und Kugeln ¹⁾ (Schopper-Apparat).

Springfestigkeit der Kugeln (Aufschleudern auf eine Platte).

Abrieb. (Nimmt bei sehr großer Härte wieder zu!).

Der Athylentest, den man früher als Maßstab für die Aktivität des DHD-Kontaktes angesehen hatte, ist wieder verlassen worden, da keine zuverlässige Parallität besteht.

Heinze

an: Ammoniakwerk Merseburg GmbH., Leuna
IG., Werk Heydebreck (Hr. Dr. Sönksen)
Herrn Dr. Wietzel
" Dr. Drexler
" Dr. Haubach
" Dipl. Ing. Müller
" Dr. Heinze
" Dr. Conrad
Hochdruck-Versuche Lu

1) Früher wurden 20-30 kg Festigkeit verlangt, jetzt nur noch etwa 10 kg.

POOR
COPY

14

Schema 1 :

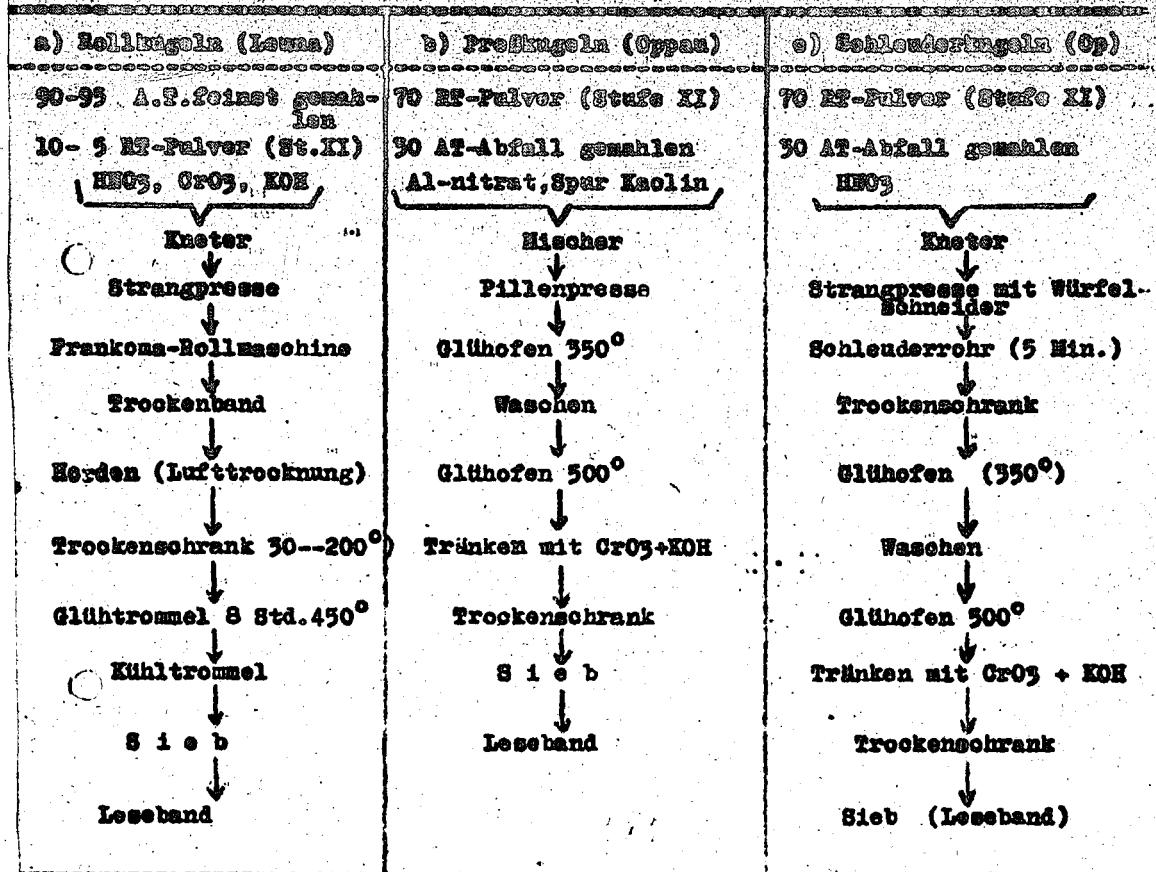
Herstellungsgang der Aktiv-Tonerde (A.T.)

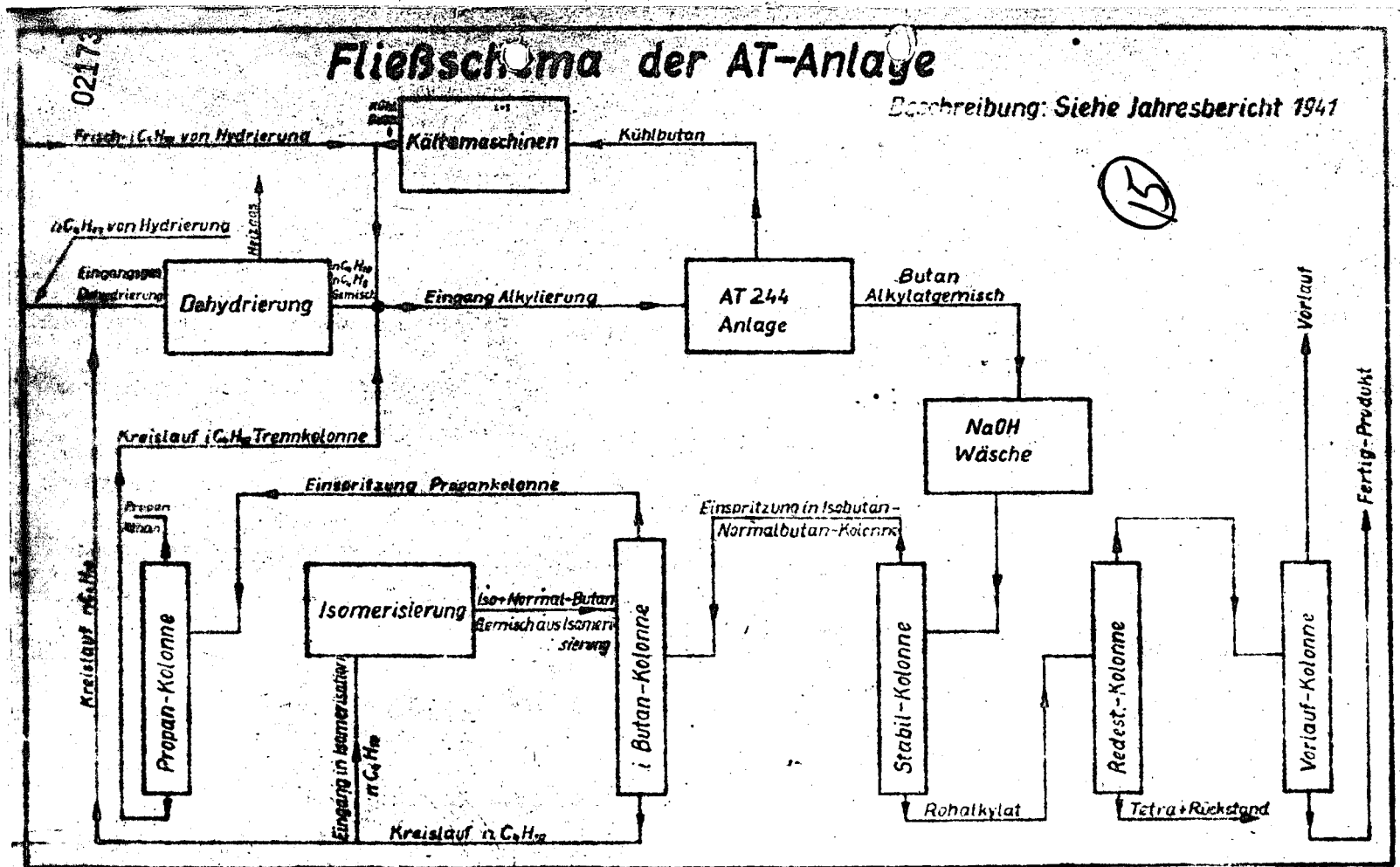
Stufe	in Oppau	in Leuna:		in Heydebreck geplant:
I	Auflösen von käufl. Ton-erdehydrat in Natronlauge bei 120°	wie Op		wie Op
II	Klären der Aluminatlösung (Abscheidung von Fe ₂ O ₃ und SiO ₂)	(ist vorgesehen, wird aber nicht durchgeführt)		wie Op
III	Fällung der Aluminatlösung mit Salpetersäure bei 50° und pH 6,5-7 diskont.	wie Op aber stärker verdünnt, pH etwa 6-6,5		wie Op aber kontinuierlich
IV	1. Filtration auf Filterpressen, kurzes Auswaschen	wie Op		1. Filtration auf Drehfilter, kurzes Auswaschen.
V	Zwischentrocknung des Filterkuchens auf Blechen im Dampfschrank (140°) diskontinuierl.	(keine Zwischen-trocknung)		Zwischentrocknung des auf Aeroform-Füllwalzen zer-kleinerten Kuchens in einem kontinuierlichen Trockner.
VI	Mahlen der R.T. ungew. auf etwa 4900 Maschen/cm ²			wie Op
VII	Aufschlännen der R.T. und unter NH ₃ -Zusatz bis pH 7	wie Op		wie Op
VIII	2. Filtration auf Filterpressen, sehr gründliches Auswaschen, Trockenbläsen	wie Op		wie Op
IX	Trocknen des Filterkuchens auf Blechen im Dampfschrank (140°) bis auf 64-68 % Al ₂ O ₃	Weg a) wie Op	Weg b) (keine Trocknung)	Trocknung kontinuierlich wie oben Stufe VI
X	Mahlen der R.T. in Porzellan-Kugelmühle auf etwa 6400 Maschen/cm ²	wie Op (vor Kugelmühlen noch Scheibermühlen)		wie Op
XI	Peptisation der R.T. mit wenig HNO ₃ in Knetmaschinen unter Zugabe von Abfall. Ausstreichen d. Knetmasse auf Bleche, Schneiden zu Würfeln.	wie Op		wie Op
XII	Vortrocknen an der Luft, Trocknen auf dampfheizen Platten 10 - 12 St.)	wie Op, Trocknen in Dampfschränken bei langsam steigender Temperatur (50-120°) 24 Std.		Eindunsten im Dampfschrank, dann Trocknung im Kanalofen mit Feuerungsgasen im Gegenstrom bis 180° = Krümel - R.T.
XIII	1. Kalzinierung der Würfel im Kanal- oder Schachtofen bei 450°	wie Op (Kanalofen)		wie Op
XIV	Waschen der Würfel, Zugabe von NH ₃ bei 80°	wie Op		wie Op
XV	2. Kalzinierung der Würfel im Schachtofen (420°) = A.T.	2. Kalzinierung auch im Kanalofen		wie Op
XVI	Absieben der Würfel (für DHD) Feinstmahlen der restlichen A.T. in Kolloplex-nutsche 92 % 10000 Maschen/cm ²	wie Op Pendelmühle mit Wind-sichtung		Mahlen der Krümel - R.T. (85 % Al ₂ O ₃) in Porzellan-Kugelmühlen und Sieben wie Op (evtl. Pendelmühle)
	Tonerde - Mischung für Kugelkontakt :	90 - 95 % A.T. 10 - 5 % R.T. (Stufe XI) mit etwas HNO ₃ pept.		80 % Krümel - R.T. mit HNO ₃ peptis. 20 % A.T.-Abfall als Magerungsmittel = Zwischenkontakt 5530
		= endgültiger A.T. - Kontakt		

02171

Schem. 2.
~~.....~~

Herstellung des A.F.-Kontaktes.
 (Kugellkontakt für Dehydrirung)





POOR
COPY

15

02171

16

Beobachtung

Einleitung

Ich melde am 12. 6. 1944 dem Militär ab und traf am 1. 5. 1944 in Leuna eine An Nr. 5. 1944 durfte ich das Werk betreten. Die Alkylierungsanlage war im Betrieb die Heizanlage wegen Kohlenmangel abgestellt. Am 2. 5. 1944 wurde die Iso-Anlage versuchsweise angefahren. Es gelang nicht die Anlage zu einem ruhigen Fahren zu bringen und sie wurde bald abgestellt, um eine Änderung zu machen, die gestattet sollte, die Salzsäure-Kolonne allein in Freilauf zu fahren. Am 12. 5. 1944 sollte die gesamte An-Anlage abgestellt werden. Die Alkylierung wurde am 25. 5. 1944 wieder angefahren, und einen Tag darauf die Iso-Anlage; jedoch nur für kurze Zeit, denn am 28. 5. 1944 mußte der ganze Betrieb wieder abgestellt werden. Am 3. 6. 1944 wurde die Alkylierung angefahren und erst am 8. 6. 1944 versuchte man, die Salzsäure-Kolonne von der Iso-Anlage in Freilauf zu fahren. Dies gelang ebenfalls nicht. Man versuchte eine Verstopfung der Kolonne und stellte sie am 19. 6. 1944 wegen Unmöglichkeit ab. Die Unmöglichkeit der Freilauf zu fahren, und die Kolonne nicht zu fahren, ist mit Al. 11. - Kolonne verbunden. Die Kolonne der Salzsäure und die Anlage der Salzsäure wurden am 20. 6. 1944 und am 1. 7. 1944 wieder abgestellt. Die Alkylierungsanlage in Freilauf zu fahren.

POOR COPY

16

Die AT-Anlage

I. Allgemeines

Beilage I, ein Schema der gesamten AT-Anlage in Leuna, soll zur allgemeinen Orientierung dienen. -

Wenn man von der Butylenerzeugung abieht, sind hier kaum prinzipielle Unterschiede gegenüber der ~~Butylenerzeugung~~ festzustellen. -

Wichtig ist, daß hier die Isolanlage als "Spitzenanlage" gedacht ist (und somit entbehrlich), weil sonst das Werk über ausreichende Mengen Isobutan von der Hydrierung und von außerhalb zu verfügen scheint. -

Die Merkapthanwäsche und die Schwefelsäuretrocknung vor der Alkylierung sind hier nicht vorhanden. -

Die Kuhlbutananlage arbeitet hier mit Turbokompressoren, die von Hochdruckdampf angetrieben werden. Der Abdampf wird bei der Destillation verwendet. -

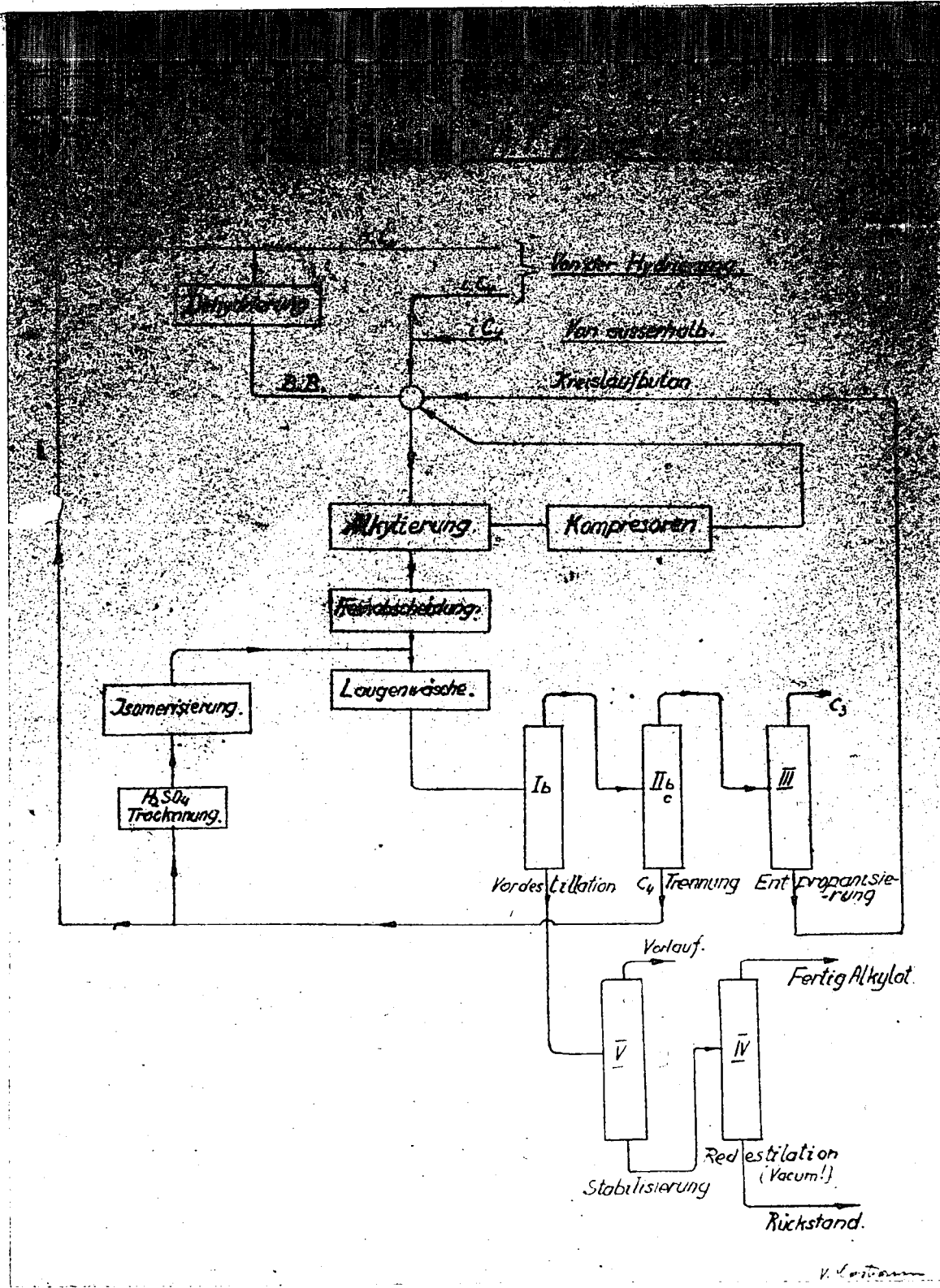
Bei der Destillation treten manche Unterschiede in Art und Steuerung der Kolonnen auf. Außerdem ist hier die Nachstabilisierkolonne der Redestillation vorgeschaltet. Die Redestillation wird unter Vakuum vorgenommen. -

Für die Einsatzmischung, die man in Leuna verarbeitet, werden folgende Ausgangsstoffe benutzt:

	C ₃	10 ₄	C ₄ ^{="}	nC ₄	C ₅	
"Isobutan"	2-3	65-90	2	Rest	-	Gew. %
"Ersislaufbutan"	2	85-85	-	Rest	-	Gew. %
B. D.	-	5	17-18	Rest	1 %	Gew. %

POOR
COPY

16



POOR
COPY

16

02177

Eine Orientierung über die zusammensetzung bei der Alkylierung gibt folgende Tabelle an:

	C_4	Butylat	Alkylat	C_3	C_2	C_1	
Einzugs-Mischung	99	7	-	3	99	2	Gew. %
Reaktions-Mischung	45	-	15	3	99	2	Gew. %

Die Zahlen sind abgerundet.

Die 15 % Realkylat werden bei der Destillation wie folgt:

Verlauf	Alkylat	Bottom	Verluste	
0,5	97	2,0	0,5	Gew. %

Einen Überblick über den Spez. Energieverbrauch der Anlage gibt folgende Tabelle, die nach Angaben von Herrn Dr. Strüts zusammengestellt wurde. Die Zahlen beziehen sich auf eine Tonne Fertig-Alkylat.

Anlageteil:	HD-Dampf 12 atü 250°C %	HD-Dampf 2 atü (Sätt.) %	Hochspannung für Blakk. W. KW.St.	Nieder- Spannung (Pumpen) KW.St.	Rückkühl- wasser m^3
Alkylierung	4,29*	0,06		72,5	143
Butantrennung	0,19	4,4	100 KW.St.	24,0	143
Vordestillat. Nachstabil. Redestillat. Entrep.	1,21	1,53		24,0	143

*Entspannt von 12 atü u. 250°C auf 2atü (Sättigung).

Der Hochdruckdampf-Verbrauch bei der Alkylierung, dessen Hauptanteil auf die Kompressoren fällt, gibt keinen Anhaltspunkt über den Energieverbrauch unserer Anlage. Berücksichtigt man aber, daß unsere Kompressoren, laut Lieferung, einen Energieverbrauch von:

$$\frac{1,078 \cdot 10^3 \cdot 4,5 \cdot 10^2}{4,9 \cdot 10^2 \cdot 4,5 \cdot 10^2} = 2,12 \text{ kcal./N.m}^3 \text{ Gas}$$

haben, und das pro Tonne Alkylat $6 m^3$ Nitobutan flüssig

$$\left(= \frac{6 \cdot 0,56 \cdot 10^6 \cdot 22,4}{58 \cdot 10^3} = 1,3 \cdot 10^3 \text{ Nm}^3 \text{ Gas} \right) \text{ verdampft werden,}$$

POOR
COPY

16

02178

- 4 -

und, es errechnet sich für unsere Kugelmessung einen
Zerfallswert von ca.:

$$1,3 \times 10^3 + 2,12 \times 10^3 = 2,75 \times 10^3 \text{ kcal/t. Fertig-Alkylat.}$$

Der Chemikalienverbrauch ist hier im Durchschnitt, für das fertige
Alkylat:

20 - 25 % Schwefelkohlenstoffverbrauch
0,2 - 0,3 % Leinölverbrauch.

Das Fertig-Alkylat setzt sich zusammen aus ca. 85 % aus C₆-K.V. und
ca 15 % aus C₁₂-K.V. und hat folgenden Abnahmebedingungen zu ent-
sprechen:

V.P. (Reid)	max. 0,25
O.Z.	min. 92
D ₁₅	0,700-710
Englerdest.: IBP	min. 80°C
FBP	max. 200°C
-125	min. 80 %
Jedoch nach Kamm	3 %
Copper strip test	negativ
Verdampferdruck. 100°C	max. 0,5 mg
S-Gehalt	max. 0,05 %
Schmelzpunkt	tiefer wie -60°C
Siedepunkt	73 - 74

Weiterhin bestehen Bestimmungen über die "Überladungsfähigkeit"
des Treibstoffes.

POOR
COPY

16

Die Maßnahme

An Hand der Anlage II, die vereinfachten Schema der Abfertigung, soll der Arbeitsgang und die Art der Betriebsabrechnung im Lohn erklärt werden.

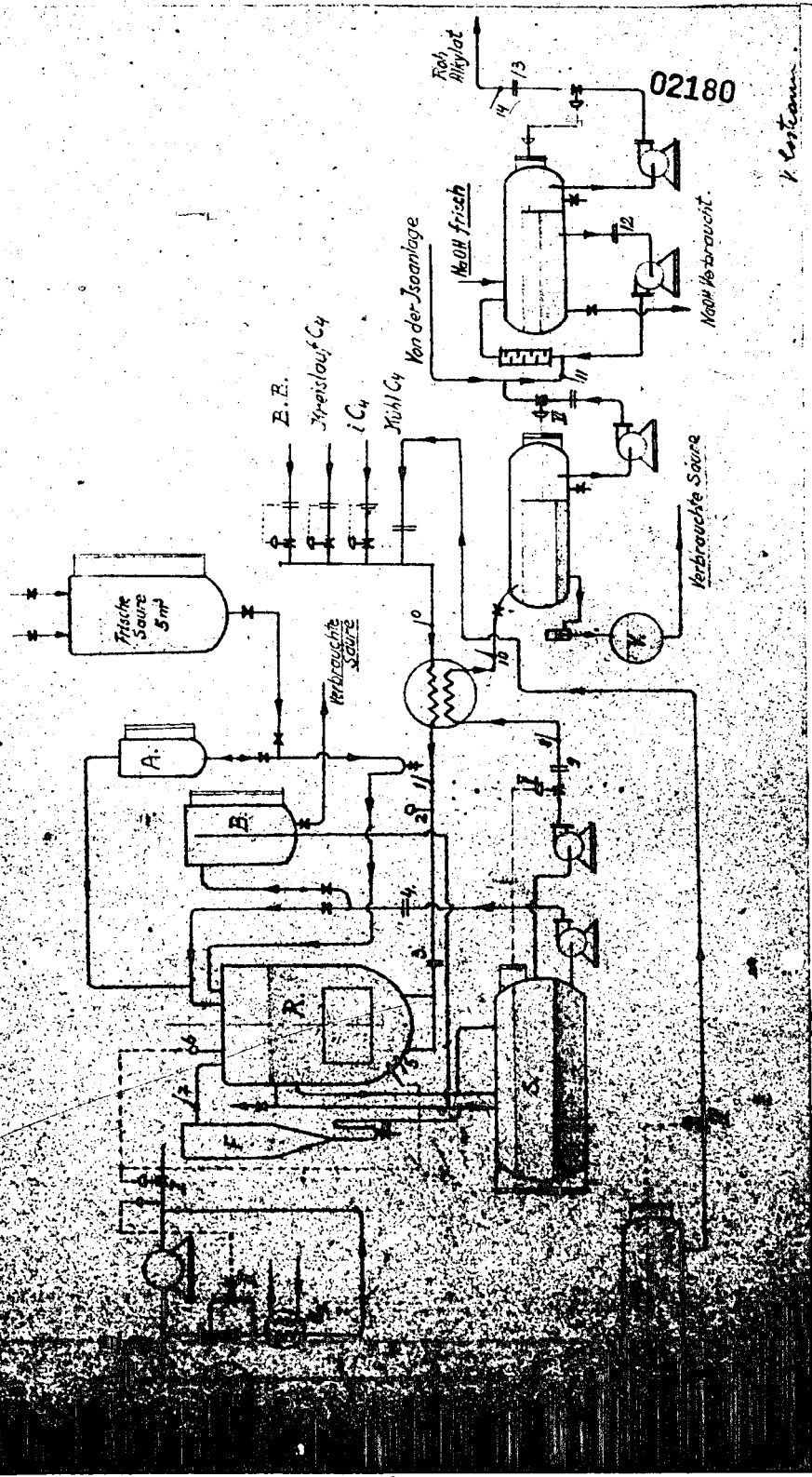
Die einzelnen Komponenten der Säureerzeugung werden durch Mengeregler in die Mischstrecke eingespritzt. Das Kälbutter wird zusätzlich eingespritzt. Die Menge des Kälbutter wird durch den Stufenregler des Kälbutterbehälters (KB) bestimmt. Die Mischung wird dann, durch Wärmeaustausch mit dem Reaktionskylat, auf ca. 5-8°C abgekühlt und, auf die Mischer verteilt, in diese von unten eingespritzt. Die Verteilung auf den einzelnen Mischern wird durch Handsteuerung unter Druckkontrolle vorgenommen. Es werden bei der Einspritzung kontrolliert und stündlich notiert: Die Temperaturen (Messstellen 0 u. 1) und der Druck und die Einspritzmenge für jeden Mischer (Messstellen 2 u. 3).- Durch den Mischer (R) findet ein ständiger Schwefelsäure-Kreislauf statt. Die Säure wird aus dem unteren Teil des Abscheiders (S) in den Mischer von oben eingepumpt und läuft seitwärts aus dem Mischer, zusammen mit den Reaktionsprodukten, wieder in den Abscheider ab. Bei dem Schwefelsäurekreislauf werden kontrolliert und stündlich notiert: Schwefelsäuremenge (Messstelle 4, an der Druckseite der Pumpe), Dichte und Konzentration und Stand der Säure im Abscheider. Alle 8 Stunden wird eine dem Säureverbrauch entsprechende Säuremenge aus dem Schwefelsäurekreislauf abgezogen, im Behälter B abgemessen und fortgepumpt. Eine entsprechende Menge Frischsäure wird dann durch H_2 Druck aus dem H_2 -Frischsäurebehälter in den Messbehälter A getrieben, abgemessen und in den Mischer abgelesen. Dabei ist zu beachten, daß man, um ein konstantes Säurevolumen im Kreislauf zu halten, stets ca. 20 g weniger Frischsäure zuzusetzen ist, als man vorbrauchte Säure abgezogen hat.

POOR
COPY

16

Beilage II

Schema der Alkylierungsanlage



POOR
COPY

16

Bei den Mischern werden kontrolliert und ständig registriert:
Die Temperatur im Rührbehälter unten. (Meßstelle 5), Druck auf
den Behälter (Meßstelle 6) und Temperatur in Kaltgasleitung
(Meßstelle 7).-

Die Mischer werden durch Verdampfen eines Teiles der Einspritz-
mischung gekühlt. (Hierbei werden, wegen der guten Schwefelsäure-
löslichkeit, kaum Butylene verdampft. Das "Eiltebutan" setzt sich
zu ca. 50-55% $1C_4$, 40-45% $2C_4$ und C_3 - je nach dem "Propanspiegel" -
zusammen.) Das "Butankaltgas" wird von dem Kompressor C über den
Abscheidekegel F und den Regler I angesaugt und auf 6 atü kompri-
miert. (Normalerweise darf sich im Abscheidekegel keine Schwefel-
säure ansammeln. Dies muß öfters am kleinen Ablassventil unter dem
Kegel probiert werden.)

Zur Erreichung eines konstanten Druckes an der Saugseite des Kom-
pressors wird ein Teil des kompr. Gases durch den Regler II über
den Kühler K_2 zurück in die Saugleitung des Kompressors abgelassen.
Der Rest des Gases wird im Kühler K_1 verflüssigt und fließt in den
Tank KB. ab. Der Regler III hält einen konstanten Druck über dem
Tank.

Die Regler I, II und III sind sehr wichtig für ein ruhiges Laufen
der gesamten Anlage. Der Regler I hält die Temperatur im Rührbehäl-
ter. Es kann nach Wahl, entweder von der Temperatur (Temperaturfüh-
ler neben der Meßstelle 5) oder vom Druck (Meßstelle 6) gesteuert
werden. Bei der Zusammensetzung der Einspritzmischung die man zur
Zeit in Louma verwendet, (wenig C_3 !) steuert dieser Regler meist
aus. Man hält dann einen konstanten Druck auf der Saugleitung des
Kompressors und dadurch eine konstante Temperatur in den einzelnen
Rührbehältern, durch den Regler II, der den Gasumlauf um den Kom-
pressor regelt. Wenn auch dieser Regler aussteuert wird sein Um-
schlag soweit aufgemacht, bis der Regler wieder in den Regelbereich kommt.

POOR
COPY

16

Der Regler III hält einen konstanten Druck auf dem Tank K3. Er sichert dadurch, zusammen mit dem Regler II, den Ruhrbehälter eine gleichmäßige Isobutan- SO_2 und Abfuhr. Bei einem ungleichmäßigen Isobutan-Kreislauf neigen die Mischner zur Schaumbildung, wobei sich manchmal Emulsionen bilden, die sich im Abscheider 8 nicht mehr gut trennen. Dann reißt die Alkylatpumpe aus. (Erhöhung des spez. Gewichtes!) Am besten hilft man sich dann dadurch, daß man den Druck auf dem entsprechenden Ruhrbehälter etwas erhöht (wobei natürlich auch die Temperatur etwas ansteigt). Man kann auch die Einspritzung etwas zurücknehmen oder die Rührung für kurze Zeit abstellen. Zu den Temperaturen in den Ruhrbehältern sei noch bemerkt, daß man diese auch durch die Dosierung des Isobutans bei der Einspritzung beeinflussen kann. Man kann dadurch wieder in den Steuerbereich des Reglers I kommen.

Wie früher gesagt, fließt die Schwefelsäure zusammen mit den Reaktionsprodukten aus dem Ruhrbehälter in den Abscheider 8 ab. Hier trennen sich nun die vorübergehend gebildeten Emulsionen und die Alkylatpumpe scheidet aus dem Abscheider das Rohalkylat ab. Die Menge wird durch den Standregler V bestimmt. Die vereinigten Rohalkylatströmungen von den einzelnen Ruhrwerksaggregaten gelangen dann, durch den Wärmeaustauscher, in die Feinabscheidung. Es werden hierbei kontrolliert und stündlich notiert: Die Menge Rohalkylat (Meßstelle 9) und die Temperaturen (Meßstellen 8 und 10).

Von den vier vorhandenen Feinabscheidern ist hier nur einer im Betrieb. Die Menge Säure, die beim normalen Lauf der Anlage mitgerissen und hier abgeschieden wird, ist sehr gering.

In Feinabscheider wird ein konstanter Alkylatstand durch den Regler VI gehalten. Der Überschuss wird von einer Pumpe in den Laugenkreislauf der Laugenwäsche hineingepumpt.

POOR
COPY

16

Unterwegs nimmt das Realkylat das "Schlammwasser" von der Zee-
anlage mit.

Die Arbeitsweise der Laugeanlage ist aus dem Schema leicht zu er-
sehen. Es wird eine konstante Menge (ca. 25-30 ckm) 10-12 %ige Lauge
im Kreislauf gefahren bis die Konzentration auf 2-3 % gefallen ist,
dann wird die alte Lauge ganz oder teilweise abgelassen und wieder
frische eingefüllt. Im Laugekreislauf wird durch den Regler VII ein
konstanter Alkylatstand gehalten. Es werden dabei kontrolliert und
stündlich notiert: Alkylattemperaturen (Messstellen 12 und 14), Alky-
latmenge (Messstelle 15) und Laugeausgabe (Messstelle 12). Der Lauge-
verbrauch beträgt ca. 0,3 %.

Außer der bisher angegebenen Betriebskontrolle werden noch die
Drücke an den Druckseiten sämtlicher Pumpen und die Ampere sämtlicher
Elektromotoren der Anlage kontrolliert. Über die analytische Über-
wachung der Anlage wird weiter unten berichtet.

Ich gebe anschließend eine Tabelle mit den wichtigsten Betriebs-
daten, die sich beim längeren Beobachten der Anlage als normale
Durchschnittswerte ergaben.

POOR
COPY

16

02184

Die Betriebsdaten der Alkylierungsanlage in Leuna.

	Maßstabe	Wert	Bemerkungen
Rührwerke			
Stärke D ₂₀		1,710-1,730	
" n ³ /h	(4)	708	
" Abzug Lu		640	alle acht Stunden
" Zusatz Lu		595	
% Abfallstunde		81-85	
% Frischstunde		96	
Stärke-Stand		90-120	
Einspritzung			
Druck atü	(2)	3,5-4,5 atü	
Einspritzung Menge n ³ /h	(3)	10,5-11,5	
Produktmenge n ³ /h	(5)	7,5-8,5	
Temperatur unten °C	(8)	+1,5 + -1,5	
Butankaltgas °C	(7)	+1,4 + -3,5	
Druck atü	(6)	0,2 + 0,5	
Wärmeaustauscher			
Mischbutan Eingang °C	(0)	25,5	keine Durchschnittswerte. (Bei 4 Rührbehältern in Betrieb.)
" Ausgang °C	(1)	7	
Rehalkylat Eingang °C	(8)	0,2	
" Ausgang °C	(10)	25	
Laugeküche			
Prod. Eingang °C	(11)	22-24	je nach der Zahl der Rührbehälter, die in Betrieb sind.
" Ausgang °C	(14)	29-31	
" Menge	(13)	-----	
Lauge %		4,5 - 9	
n ³ -Strömung n ³ /h	12	-----	Es wurde das Verhältnis 1:1 - 1:1,5 gehalten.
Mischstricke (Für einzelne Komponenten:)			
Tankdruck		6-6,5	Je nach der jeweiligen Zusammensetzung der Komponenten und nach der Zahl der Rührbehälter, die in Betrieb sind.
Temperatur		20-26°C	
Menge n ³ /h		-----	

POOR COPY

16

III. Faktoren, die die Alkylierung beeinflussen können:

1. Zusammensetzung der Einsatzmischung

Laboratoriumsversuche ergaben in Lenna, bei der Alkylierung von reinem n-Butylen bzw. Isobutylen mit Isobutan, bei verschiedenen Isobutankonzentrationen unter sonst gleichen Bedingungen, die Ergebnisse, die in den Kurven 1 und 2 (Beilage III) wiedergegeben sind. Im Bezug auf das Siedeverhalten wurden bei der Alkylierung von n-Butylen mit Isobutan folgende Zahlen festgestellt:

is ₄ -Konzentration	80 %	40 %
Vorlauf (bis 98°C)	2 %	8 %
Nachlauf (ab 120°C)	5 %	12 %
Fraktion 98-120°C	92 %	80 %

Es ergibt sich aus den Kurven und aus der Tabelle:

- I) Daß die Einsatzmischung an ungesättigten, nach Möglichkeit, nur n-Butylen enthalten darf.
- II) Die allgemeine Regel, daß die Nebenreaktionen begünstigt werden, je kleiner die Konzentration des Isobutans gehalten wird.

Will man die Anlage möglichst auslasten, so folgt für die Komponenten der Einsatzmischung, daß diese sehr rein sein müssen. Eine Verdünnung mit n₄ setzt - bei derselben Belastung der Anlage - die Produktion herab. In Lenna arbeitet man auf eine Reaktionsmischung folgender Zusammensetzung:

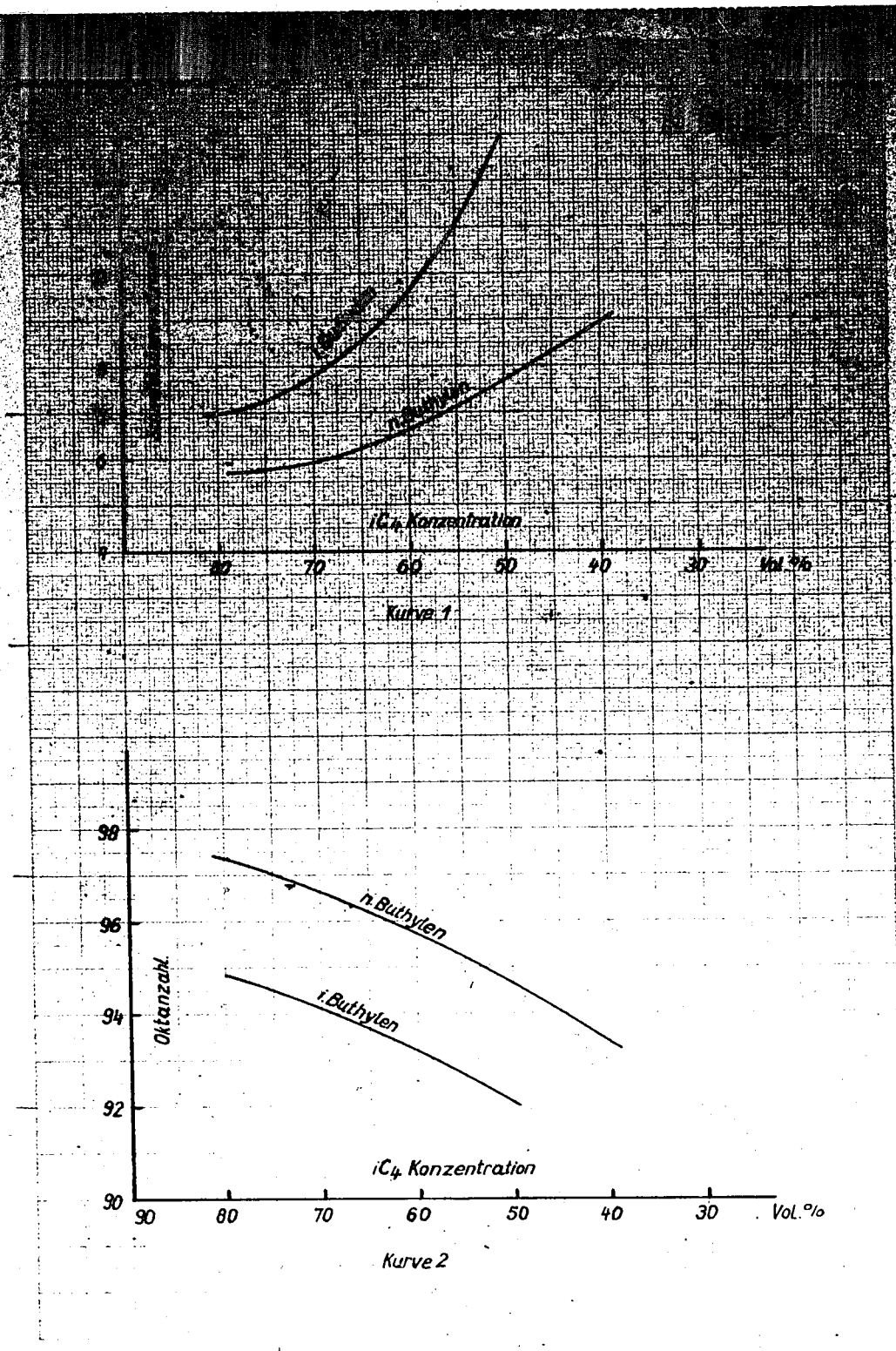
is ₄	Alkylat	C ₃	n ₄	C ₅	Gew. %
45,5	14,5	3	35	2	

Berücksichtigt man, daß lt. den Erfahrungen in Lenna pro Mol Butylen ca. 1,15 Mol Isobutan verbraucht werden, so für die Einsatzmischung:

is ₄	Butylen	C ₃	n ₄	C ₅	Mol B.
53,0	7,2	3,9	34,3	1,6	

POOR
COPY

16



POOR
COPY

Die molare Konzentration von Isobutan zu Butylen und also $10 : 7,2 = 7,3 : 1$ sein. Wenn man nun, wie es bei dem 1. Fall ist, von einem B.B. mit einem Gehalt von ca. 46 Mol-% Butylen und 54 Mol-% Isobutan ausgeht und einmal mit "Isobutan" von 70 % ein zweites Mal mit einem von 90 % alkyliert, so errechnet sich das Verhältnis von Ab. an "Isobutan" für den ersten Fall zu:

$$1 : \frac{(7,2 + 46) \cdot 0}{7,2} = 1 : 4,7$$

und für den zweiten Fall zu:

$$1 : \frac{(7,2 + 46) \cdot 0}{7,2} = 1 : 1,6$$

Bei einer Belastung der Rührbehälter mit 8 cbm/h ergibt sich pro Rührbehälter eine Verarbeitung von $8/3,7 = 1,40$ cbm B.B. für den ersten Fall und $8/4,6 = 1,73$ cbm B.B. für den zweiten Fall. D. h., daß bei der Erhöhung der Reinheit des "Isobutans" von 70 auf 90 % die Kapazität der Anlage um

$$\frac{(1,73 - 1,40) \cdot 100}{1,40} = \frac{0,33 \cdot 100}{1,40} = 23,6\% \text{ erhöht}$$

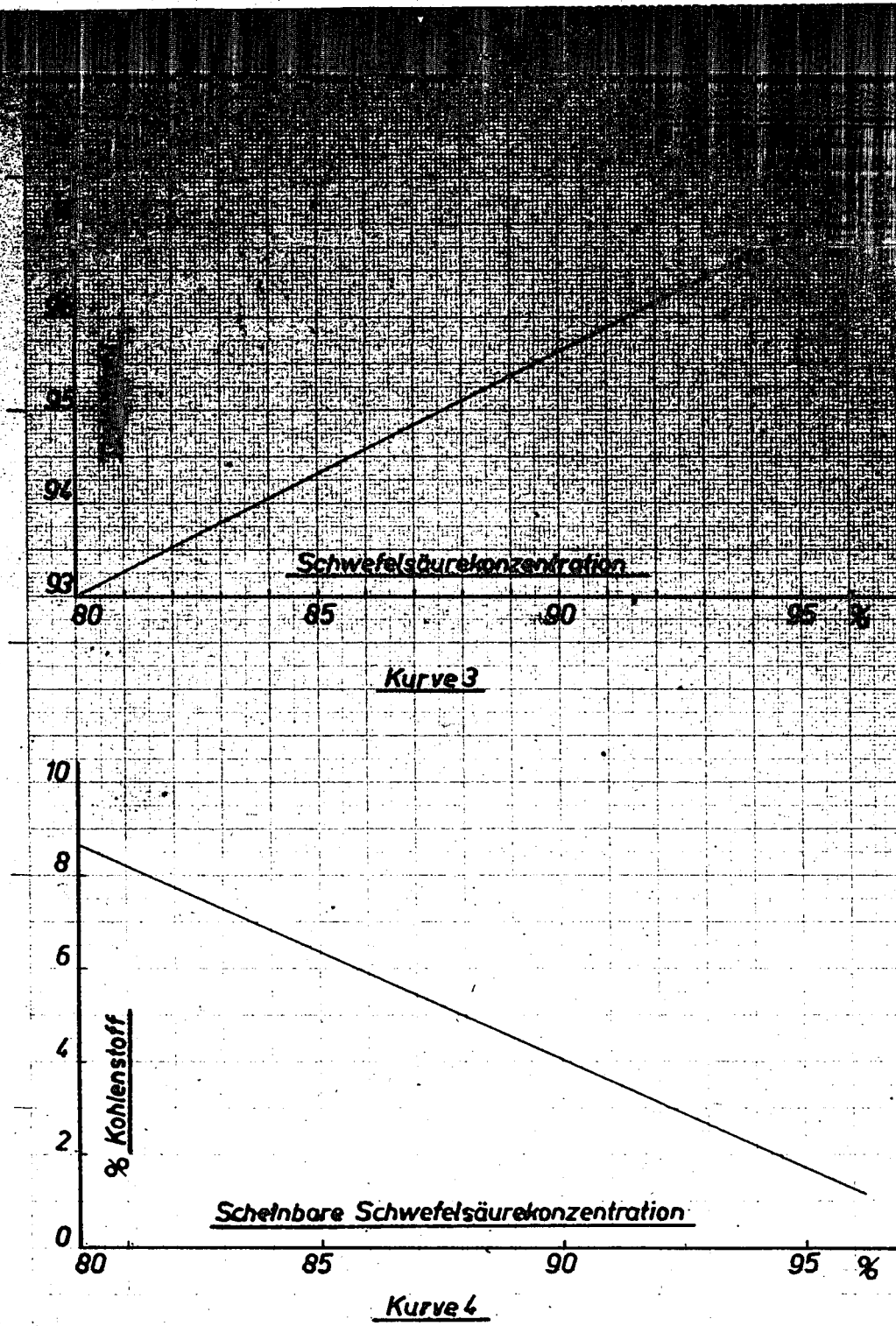
werden kann.

2. Die Schwefelsäurekonzentration

Die Oktanzahlen der Alkylaten fallen desto höher aus, je konzentrierter die für die Alkylierung benutzte Schwefelsäure war.

Kurve 3 (Beilage IV) stellt diese Abhängigkeit graphisch dar.

Die Werte gelten unter der Voraussetzung, daß man von 98 % H_2SO_4 ausgegangen ist. Wenn man mit 96 % H_2SO_4 anfährt, erreicht man bei 83 % H_2SO_4 eine O.Z. von nur 91,5 - 92. Dies wird verständlich, wenn man berücksichtigt, daß die Schwefelsäure während ihrer Verwendung bei der Alkylierung, normalerweise nur durch Verdünnung mit organischen Stoffen, die bei den Nebenreaktionen entstehen, an Konzentration verliert. Die Verdünnung der Säure mit Wasser, das entweder in der Frischsäure schon enthalten ist, oder auch durch die Feuchtigkeit der Einsatzmischung verursacht werden kann, ist viel schädlicher für die Alkylierung.



POOR
COPY

16

Unter der Voraussetzung, daß die Rührgeschwindigkeit, die in der Form gelöst wurden, bei günstigen Arbeitsbedingungen dieses Reaktionsgemisch haben würden, gibt sich der G-Gehalt der Säure einem Anstieg für diese Verbindung durch organische Stoffe. Man hat nun in Leuna, im Großbetrieb, während einer längeren Arbeitsperiode den G-Gehalt der Säure bei verschiedenen Durchmischungen bestimmt. Die Ergebnisse sind in der Kurve 4 (Beilage IV) wieder gegeben. Die Kurve gibt einen Anhaltspunkt über den zu erwartenden G-Gehalt der Säure, wenn man von 90 % Säure ausgegangen ist. Wenn man in der Tat einen viel kleineren G-Gehalt gefunden hat, so heißt es, daß die Säure nicht nur mit organischen Stoffen, sondern auch durch die Feuchtigkeit der Einsatzmischung verunreinigt worden ist, oder daß man nicht von 90 % Säure ausgegangen ist. Man hat dann eine schlechtere O.Z. zu erwarten als sonst bei derselben Säurekonzentration. - Die einzelnen Messpunkte der Kurve streuen aber sehr stark. Dr. Herbert ist der Ansicht, daß diese Streuung die Folge einer, wenn auch geringer, jauchin noch vorhandener Feuchtigkeit der Einsatzmischung ist, die sich während der Arbeitsperiode in welche man die Kurve aufgenommen hatte, etwas verändert haben könnte. Die Kurve würde dann bei einer mittleren, zulässigen Feuchtigkeit der Einsatzmischung gelten.-

In Bezug auf die Schwefelsäurekonzentration, wäre noch zu erwähnen, daß Dr. Strüts beim Arbeiten mit Säure von 90 - 92 %, eine besondere Neigung zur Schaumbildung in den Rührbehältern feststellen konnte. -

Weiterhin, mit zunehmender Schwefelsäurekonzentration, nimmt die Verlaufs-Menge (Kopf Zgl. V) ab. Beim Arbeiten mit einer Schwefelsäurekonzentration von über 90 %, wird nach Angaben von Dr. Strüts die Kolonne V entbehrlich!

3. Das Rühren

Beim völligen Abstellen des Rührwerkes ergab sich in Leuna, lt. Angaben von Dr. Strüts, eine O.Z. von 90, die mit der Rührgeschwindigkeit, unter sonst gleichen Bedingungen, bis auf ca. 93 bei 60 U/min. anstieg. Ein weiteres vergrößern der Rührgeschwindigkeit bis auf 120 U/min. ergab keine Verbesserung der O.Z. mehr.

POOR
COPY

16

Das Rühren ist in Schwefelsäure leichter möglich als das Rühren in der Schwefelwasserstoffsäure bei 90 bis 100 Grad Celsius. Wenn man die Säure nicht allzu oft übermäßig zu kochen bringt, da sich die Säure durch die Wirkung von der K.V.-Säure, wegen der guten Durchmischung der Säure, leichter, sehr leicht trennt, folgt hieraus die Notwendigkeit einer guten Durchmischung. Dies wird sichergestellt durch:

- 1.- Eingraben der Säuremischung und umgeben der Schwefelsäure.
- 2.- Vorhanden des Rührapparats.
- 3.- Durch Rühren.

Das Rühren kommt also nur zusätzlich zu den anderen Faktoren.

4. Die Belastung der Rührbehälter

Die Belastung der Mischer gibt ein Maß für die Verweilzeit der Einseitmischung im Kontakt mit der Schwefelsäure. Hieraus, und aus dem was in dem Abschnitt über das Rühren gezeigt wurden, folgt, daß die Belastung die Reaktion beeinflussen mußte. -

In der Tat zeigte sich in Angaben von Dr. Strüts, daß bei Belastungen der Mischer von 4 bis 12 cm/h, unter sonst gleichen Bedingungen, sich Oktanzahlen von 94,5 bis 91,0 ergeben. Mit steigender Belastung verschlechtert sich der Siedeverlauf ebenfalls. Bei einer Belastung von 8 cm/h und einer Säurekonzentration von 65 - 68 %, soll man hier eine O.Z. von noch 93 bekommen haben. -

5. Das Verhältnis H₂O₂ zur K.V.-Mischung.

Am besten hat sich hier das Verhältnis 1:1 bewährt. Höhere Verhältnisse, wie 2:1 bis 3:1, sollen sich hinsichtlich des Schwefelwasserstoffes schlecht umgekehrt haben und sonst keine Vorteile bieten. -

POOR
COPY

16

3. Die Leuna

Die Temperatur in Mauther soll lt. den Aufzeichnungen, die man in Leuna gemacht hat, zwischen 21 und 23°C gehalten werden.

Das Arbeiten bei niedrigen Temperaturen wird hochgradig in Betracht zu ziehen und wahrscheinlich würde man dann eine längere Verweilzeit für die Reaktion brauchen. (Veränderung der Anlageneffizienz!)
Niedere Temperaturen ergeben schlechtere O.Z. und Siederverlauf des Alkyllats. Der Schwefelsäureverbrauch steigt dann ebenfalls an.

Alle aufgeführten Faktoren greifen durch ihren Einfluss auf die Benzinsubstanz, Siederverlauf und O.Z. des Benzins und Schwefelsäureverbrauch eng ineinander hinein. Die angegebenen Arbeitsbedingungen, die in Leuna eingehalten werden, sollen ein wirtschaftliches Optimum des Verfahrens, für Leuna-Verhältnisse, gewährleisten. Diese Erfahrungen dürften auch auf Ploesti übertragbar sein. Verzicht ist da beim Schwefelsäureverbrauch geboten.

IV. Chemikalienverbrauch

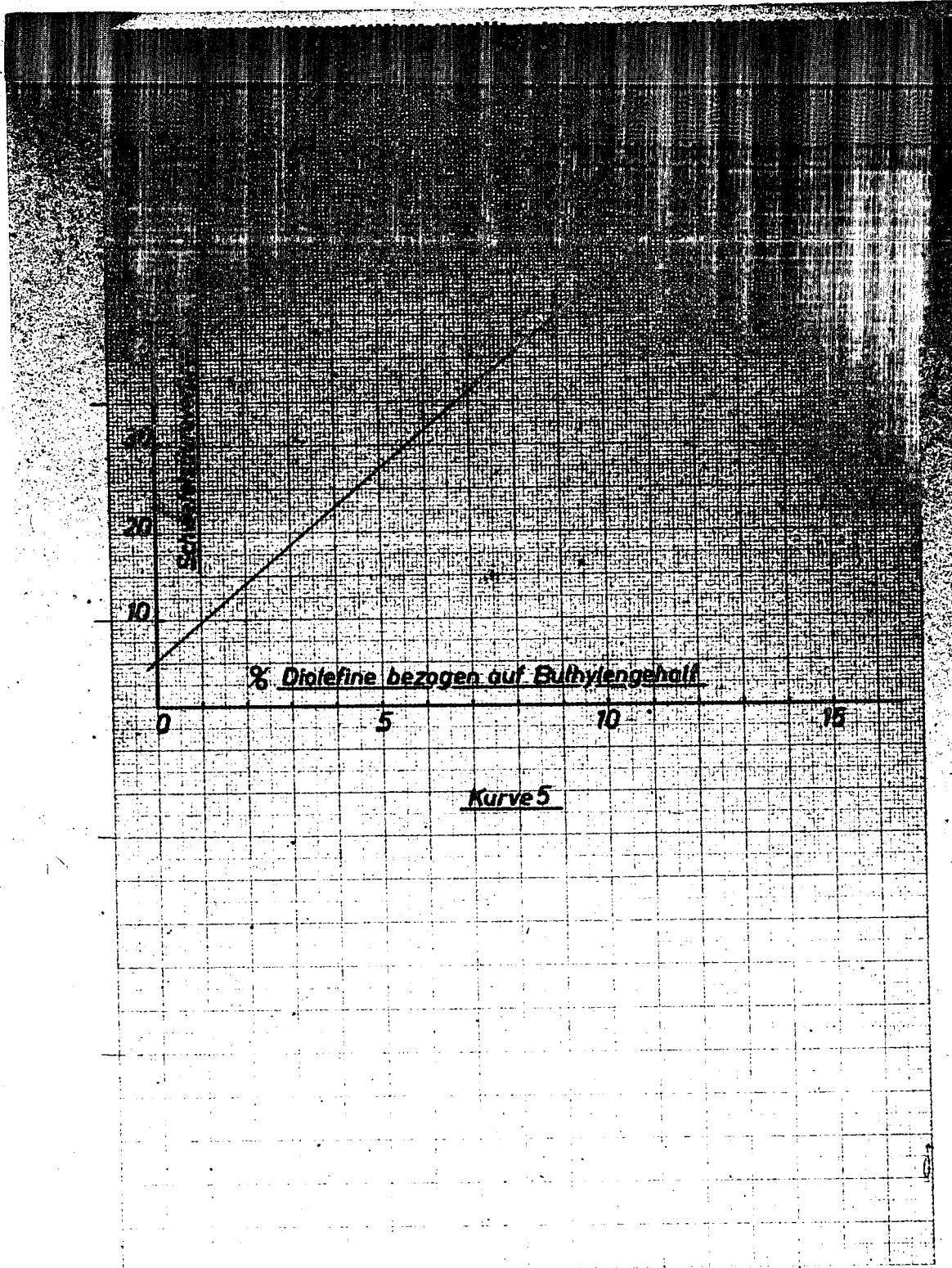
1. Der Schwefelsäureverbrauch

Der Schwefelsäureverbrauch wird von sämtlichen oben angegebenen Faktoren, die die Alkylierung beeinflussen können, mit beeinflusst.

Man ist in Leuna der Ansicht, daß beim Einhalten der angegebenen optimalen Bedingungen, der Schwefelsäureverbrauch hauptsächlich durch den Gehalt der Mineralölfraktion an Diolofine gegeben ist. In der Kurve 3 (Beilage V) wurde diese Abhängigkeit graphisch dargestellt. Für unser F.-B. wäre laut dieser Kurve, bei einem Butadien Gehalt (bezogen auf Diolofine) von $0,46 \cdot 0,25 = 1,15\%$, ein Schwefelsäureverbrauch von ca. 11% zu erwarten.

POOR
COPY

16



POOR
COPY

16

Man arbeitet s. 20. in Leuna mit einem Schwefelkohlenstoffstrom von 20 bis 25 %.

2. Leunawerksverbrauch

Der Leunawerksverbrauch ist in Leuna, lt. Angabe von Herrn Dr. Straß, ca. 0,3 %.

V. Überwachungspersonal

Die Alkylierung wird in Leuna "schichtweise", von einem Meister und 3 Manipulanten gefahren. Außerdem sind für die gesamte AI-Anlage 2 Obermeister am Tage eingesetzt. Die Pumpen werden ständig von einem Pumpenschlosser, der für die ganze AI-Anlage verantwortlich ist, überwacht. Die Regel- und Meß-Apparate werden täglich von der Feinmechanischen-Betriebsabteilung kontrolliert und eingestellt. -

POOR COPY

16

1. Beschreibung des Apparates

1.1. Aufbau

Die hier beschriebene Apparatur, die hier laufend verwendet wird, besteht aus folgenden Hauptbestandteilen: einer nach (Borelli) konstruierten, die unter Verwendung eines besonderen, die hier durch den Hersteller, der die hier angeführten Teile über die "Koch-Zelle" gibt, besteht, was ich über die Apparatur von Dr. Kerschich beschreiben habe.

Sehr gut hat mir hier die sog. "Koch-Zelle", die von der Firma E. Jung (Berlin-Steglitz) gebaut wird, gefallen. Der Apparat arbeitet nach dem Auftriebsprinzip und gestattet eine sehr genaue Mischungsverhältnisbestimmung innerhalb 5 Minuten in Verbindung mit einer Dampfdruckmessung könnte dieser Apparat ein brauchbares Schnellanalyseverfahren für unser B.B. bzw. andere Gase abgeben.

Die Trennung des Isobutans von Butan wird hier durch eine 30 Minuten lange Absorption des Isobutylens in 65 % Schwefelsäure durchgeführt. Gemischungsanteile werden durch Absorption in Bromwasser bestimmt. Wie die Butadienbestimmung hier gemacht wird, ist mir unbekannt.

2. Darstellung der Ergebnisse

Für die analytische Überprüfung der Messwerte gebe ich anschließend eine Abschrift der Messprotokolle:

Protokoll einer Messung am B.B.

Die Analyse erfolgt an der Probestation, die das Messgerät mit dem Analysator verbindet. (Die beschriebene Apparatur ist in beiliegender Zeichnung dargestellt). Der Analysator besteht aus der Analysenstation mit dem notwendigen Zubehör und einem Gaszylinder, der die Analysenstation mit dem Analysator verbindet. Die Analysenstation besteht aus dem Analysator, dem Analysenrohr und dem Analysenrohr. Die Analysenstation ist mit dem Analysator verbunden. Die Analysenstation ist mit dem Analysator verbunden. Die Analysenstation ist mit dem Analysator verbunden.

Die Analyse wurde am 1.1.1951 durchgeführt. Die Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle dargestellt.

mittels, Mittels einer Dampfzählung, die an die Dampf-
schicht gelangt wird, wobei man das Gas nach in die
Kühlschicht. In der Dampfzählung, die die Kohlenstoff-
nicht ab verdunstet wird, da die sich nicht verdunstet
Die Dampfzählung in der Dampfzählung, die die Kohlenstoff-
Mengen des Benzins, den Überträgen den Dampf für be-
steht, wenn das Kohlenstoffvolumen konstant bleibt und keine Ab-
nahme mehr zu verzeichnen ist. Man liest nun das Volumen
ab und errechnet das Verhältnis der Schwefelsäure

Beispiel

Es sind vorhanden: 500 ccm H_2SO_4
75 " Benzol
250 " Wasser
500 ccm =

Die 500 ccm Säure entsprechen 50,4 % der Gesamtmenge. Die
75 ccm Benzol entsprechend 11,9 % der gesamten Kohlenwasser-
stoffe (Gesamt Kohlenwasserstoffe = 75 + 250).

Bestimmung der Konzentration der Schwefelsäure und des
Benzol

Die Säure wird nach dem Ablesen der Volumen in einen Schei-
detrichter gegeben. Zur Bestimmung des spez. Gew. läßt man
einen Teil der Säure ab und spindelt ihn bei 20°C. Zur Be-
stimmung der Konzentration wägt man etwa 8 g in einem Wä-
ggläschen auf der Analysenwaage ab, gibt dann die abgemessene
Menge in einem 500 ccm Maßkolben und schüttelt kräftig durch.
Mit der Pipette werden 10 ccm = 1/50 der Mischung entnommen
und mit H_2SO_4 titriert. Methylorange als Indikator.

$$\% H_2SO_4 = \frac{\text{Verbr. ccm } NaOH \cdot 4.9 \cdot 100}{1000 \cdot \frac{1}{50} \text{ der Mischung}}$$

/*

Die in der Kühlanlage angesammelten Kohlenwasserstoffe kö-
nendurch Stickstoffanalyse auf $16,4H_{10}$, $28,4H_{10}$ und C_7H_8 untersucht
werden.

Kohlenstoffbestimmung in der Schwefelsäure

Der in der Schwefelsäure vorhandene Kohlenstoff wird in einen
Cerlakolben im Kohlendioxyd oxydiert und die sich bil-
denden Gase in verdünnter Kalilauge absorbiert. Die Gewichts-
zunahme der Kalilauge ist ein Maß für den Kohlenstoffgehalt
der Schwefelsäure.

Apparat

Ein 500 ccm fassender Cerlakolben wird mit 150 ccm verdün-
nter H_2SO_4 1:1 und 50 cm geschliffener Chromstange gefüllt und zu
ein Bündel gesetzt. Zur vollständigen Oxydation schaltet man
hinter den Kolben ein mit Kupferoxyd gefülltes Quarzrohr. Zur
Trocknung des Kohlendioxyds wurden 2 U-Röhren hinter das
Quarzrohr geschaltet. Das erste ist mit Chlorcalcium und konz.
 H_2SO_4 teilweise gefüllt, das zweite mit Phosphorpeperoxyd.

Das Natriumchlorid wird dann in einem geeigneten Gefäßgewicht, das mit verdünnter Salzsäure (1%) gesättigt ist, gelöst. Der Inhalt des Gefäßes schließt sich wieder ein mit Wasserstopfenkappe und einem Korkstopfen. Dieser dem Gefäßchen wird ein kleines Messerschiffchen angebracht und ein 10 ccm. großer Aspirator angehängt. Durch Zusammen Anziehen des Hoppers aus dem Aspirator wird Kohlensäurefreie Luft durch die Apparatur gesaugt. Vor Eintritt der Luft in das Gefäßchen geht sie durch eine Waschflasche mit 2%ige Lösung (1%) und durch einen Trockenschlauch, der mit Natriumsulfat gesättigt ist, und ist somit Kohlensäurefrei.

Bestimmung:

Die Schmelzgefäße und Chlorzelle in Gervaiskolben sind von der ersten Bestimmung auf dem Sandbad 2 Stunden lang zu kochen. Etwas überschüssiger Kohlenstoff wird dadurch beseitigt. 2 ccm der zu untersuchenden Substanzmenge werden analytisch gewogen und mit dem Gläschen in dem Gervaiskolben getrocknet. Der Kaliapparat und das anschließende P_2O_5 -Röhrchen sind vorher gewogen. Durch Auslaufen des Hoppers aus dem Aspirator wird Kohlensäurefreie Luft durch die Apparatur gesaugt und zwar 3 Liter in der Sekunde an Messerschiffchen. Auf dem Sandbad wird der Kolben erwärmt, bis die H_2SO_4 siedet (Wasserabkühlung anstellen). Ebenfalls wird die Flüssigkeit unter dem Quersrohr angezündet. Sind ca. 7 Liter Wasser aus dem Aspirator gelaufen, ist die Bestimmung beendet. Der Kaliapparat und das anschließende Phosphorperoxydröhrchen werden wieder gewogen.

$$\% C = \frac{\text{Ges. Gewichtszunahme} \cdot 0,02727 \cdot 100}{\text{Einwaage}}$$

Beispiel	Einwaage 3,4200 gw.	
	Kaliapparat nach der Bestimmung	212,5200 g
	vor " " "	212,1200 g
	Gewichtszunahme	0,5000 g

	P_2O_5 -Röhrchen nach der Bestimmung	50,4215 g
	vor " " "	50,4005 g
		0,0210 g

Ges. Gewichtszunahme =	0,5000 g
	0,0210 g
	0,5210 g

$$\% C = \frac{0,5210 \cdot 0,02727 \cdot 100}{3,4200} = 4,15 \% C.$$

3. Die Feuchtigkeit in den Gasen wird hier mit Magnesiumnitrid, nach der Methode, die in "Kreuzstoffchemie" (1939), Heft 17) angegeben ist, bestimmt.

POOR
COPY

16

02197

III. Die Installation

In dem Beilage IX-VIII sind die Schaltungen der einzelnen Zellen angegeben. Die Reihenfolge der Kolonnen ist in Beilage I gezeigt worden.

Die Anlage arbeitet ohne nennenswerte Störungen. Die auf der Kolonne IIb, eine der beiden Futurtrunkkolonnen, sind ständige Kolonnen mit Raschigringen gefüllt. Die Kolonne II b ist eine Gleichstromkolonne, die unter jedem Boden mit einer 90 mm Schicht von Raschigringen versehen ist. Neben dieser Kolonne ist eine Raschigringkolonne von denselben Dimensionen aufgestellt.

Die Dimensionen der beider Kolonnen sind:

R. R. - Kolonne

Kol.-Durchmesser 2900mm
 Kol.-Höhe 32 m
 Anzahl Verteilböden 6
 Raschigring: ϕ innen 18 mm
 ϕ außen 27 mm

Einspritzung in der 2ten Schicht
 von oben, oberhalb des Verteiler-
 bodens Nr. 3

Regelung: Beilage VII

ge. B. - Kolonne

2500 mm
 32 m
 Bödenanzahl 73
 Bodenabstand 360 mm
 Einspritzung auf Boden
 52 (von unten!)

Regelung: Beilage VII.

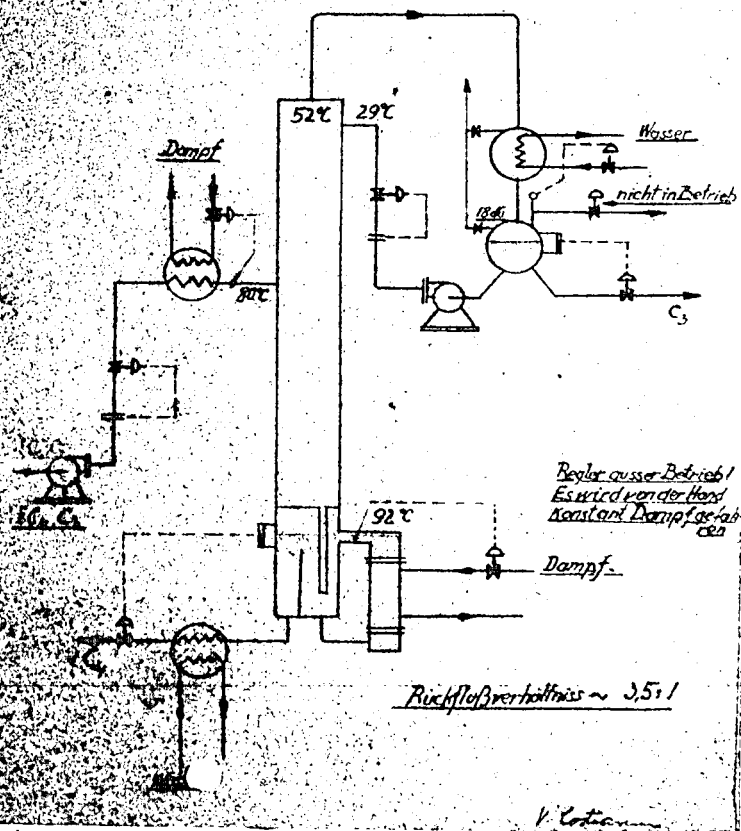
Herr Dr. Strüts hat das Verhalten beider Kolonnen in Bezug auf Trennschärfe und Verarbeitung untersucht. Die Ergebnisse sind in der Beilage IX graphisch dargestellt.

Aus den Kurven kann man sehen, daß bei derselben Reinheit des Kopfproduktes die Verarbeitung der beiden Kolonnen sich wie 20 : 32 oder wie 25,4 : 40,6 verhält; in beiden Fällen also wie 1,1,6 zu Gunsten der Gleichstromkolonne.

POOR
 COPY

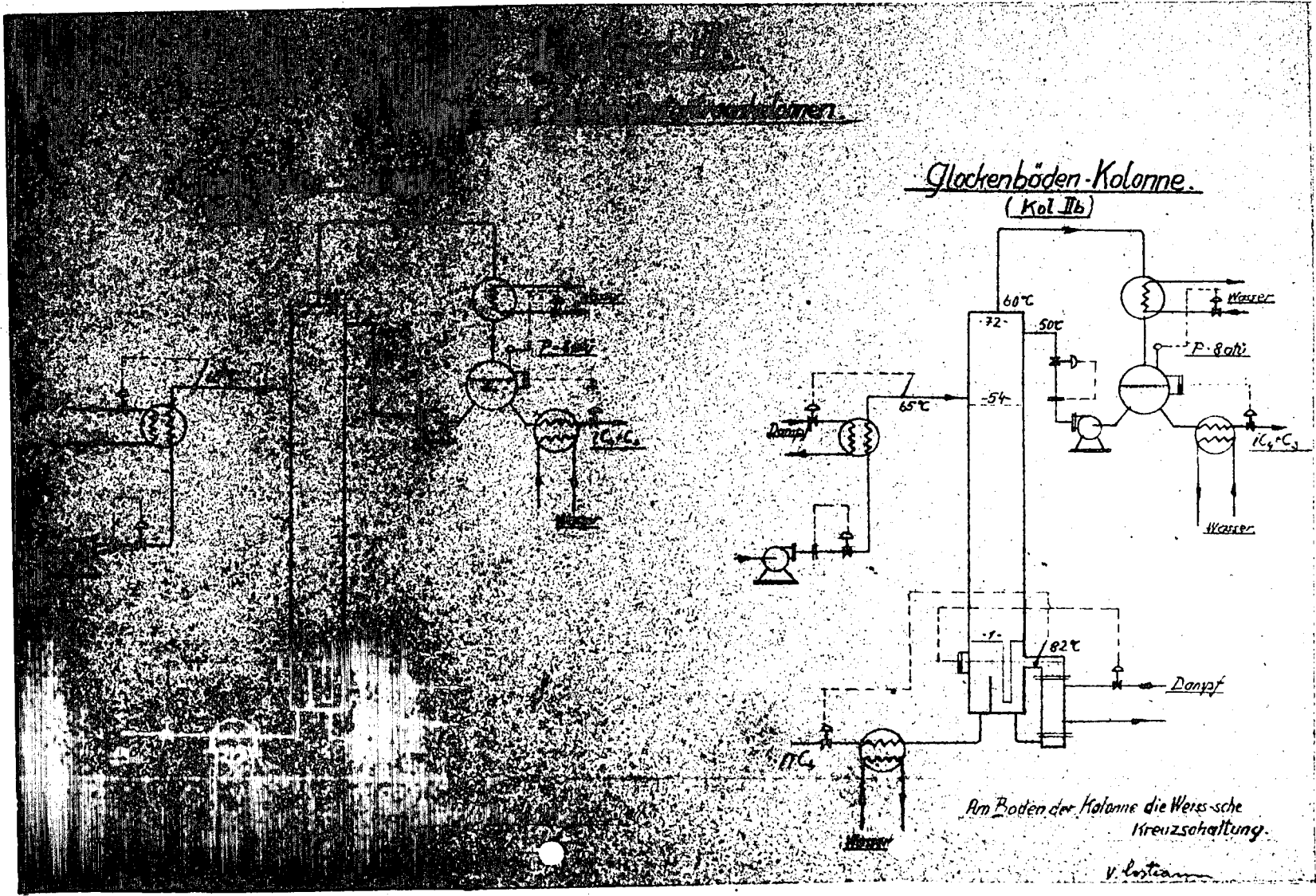
16

Steuerung der Entpannsier-Kolonne.
(Kol. III)



POOR
COPY

16

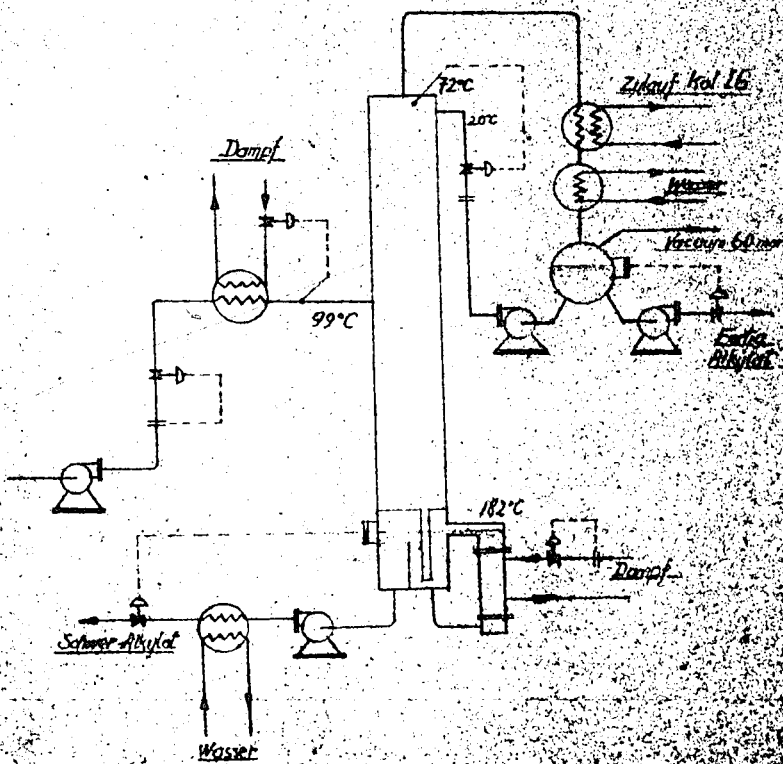


POOR
COPY

16

02200

Steuerung der Redestillations-Kolonne
(Kol. IV)



POOR
COPY

16

02201

Die Tatsache, daß sowohl bei der R. R. - Kolonne als auch bei der G. R. - Kol. die Reinheit des Kopfproduktes ziemlich stark mit zunehmender Verarbeitung abnimmt, deutet auf eine Überlastung der beiden Kolonnen, im untersuchten Bereich, hin.

Die Gleecksbüdenkolonne hat am Boden eine in Leuna entwickelte Steuerungsart: die "Weiß'sche Kreuzsteuerung". Das Prinzip, das aus der Beilage VII zu ersehen ist, ist einfach und die Kolonne arbeitet mit dieser Schaltung einwandfrei. In der Ausführung ist aber diese Schaltung sehr kompliziert, so daß sie für Ploestier Verhältnisse kaum zu empfehlen wäre.

In Leuna baut man zur Zeit eine dritte Kolonne für die Butantrennung und noch eine Vordestillationskolonne auf.

In den Kolonnen I b und IV wird an der Saugseite der Einsatzpumpe Ammoniak eingespritzt. Das Ammoniak wird einer Bombe entnommen, die sich in einem Wasserbade befindet. Die Dosierung erfolgt durch Auswahl einer geeigneten Einspritzdüse (0,02 - 0,06 mm) und durch das Einhalten eines bestimmten Druckes in der Bombe (heissen des Wasserbades).

Der Ammoniakverbrauch war, bei 32 m³ Einsatz Kol.Ib, ca. 4 kg in 24 Stunden.

Die Pumpen laufen alle einwandfrei. Eine Graphitpackung dauert hier 10 - 20 Tage.

In Anfang sollen einige Pumpen stark geleckt haben durch die Packungen sollen sich so schnell verbraucht haben. Herr Ir. Strüts meint, daß dies eine Folge des schlechten Richtens von Pumpe und Motor-Achse gewesen ist. Dementsprechend müssen die Pumpen beim erstmaligen Aufahren genau darauf geprüft werden.

Die Destillationsanlage wird hier schichtweise von einem Meister und drei Manipulanten gefahren.

POOR
COPY

16

02204

Bestimmung

Die Schwefelbestimmung und Chrombestimmung im Corliakolben sind von der ersten Bestimmung auf dem Sandbad 2 Stunden lang bei einem Strom vorhandener Kohlendioxid wird dadurch beseitigt.
 2 cem der zu untersuchenden Schwefelbestimmung werden analytisch gewogen und mit dem Gleichem in dem Corliakolben gebracht. Der Kaliapparat und das anschließende P₂O₅-Röhrchen sind vorher gewogen. Durch Auslaufen des Wassers aus dem Aspirator wird kohlenstofffreie Luft durch die Apparatur gesaugt und um etwa 3 Liter in der Sekunde am Blasenähler. Auf dem Sandbad wird der Kolben erwärmt, bis die H₂SO₄ siedet (Wasserkühlung anstellen). Ebenfalls wird die Flasche unter dem Quarzrohr angezündet. Sind ca. 7 Liter Wasser aus dem Aspirator gelaufen, ist die Bestimmung beendet. Der Kaliapparat und das anschließende Phosphorperoxydröhrchen werden wieder gewogen.

$$\% C = \frac{\text{Ges. Gewichtszunahme} \cdot 0,2727 \cdot 100}{\text{Einwaage}}$$

Beispiel: Einwaage 3,4200 gr.
 Kaliapparat nach der Bestimmung 212,6200 g
 " " " " " 212,1200 g
 Gewichtszunahme 0,5000 g

P₂O₅-Röhrchen nach der Bestimmung 50,4213 g
 " " " " " 50,4003 g
 0,0210 g

Ges. Gewichtszunahme = 0,5000g
 0,0210 g
 0,5210 g

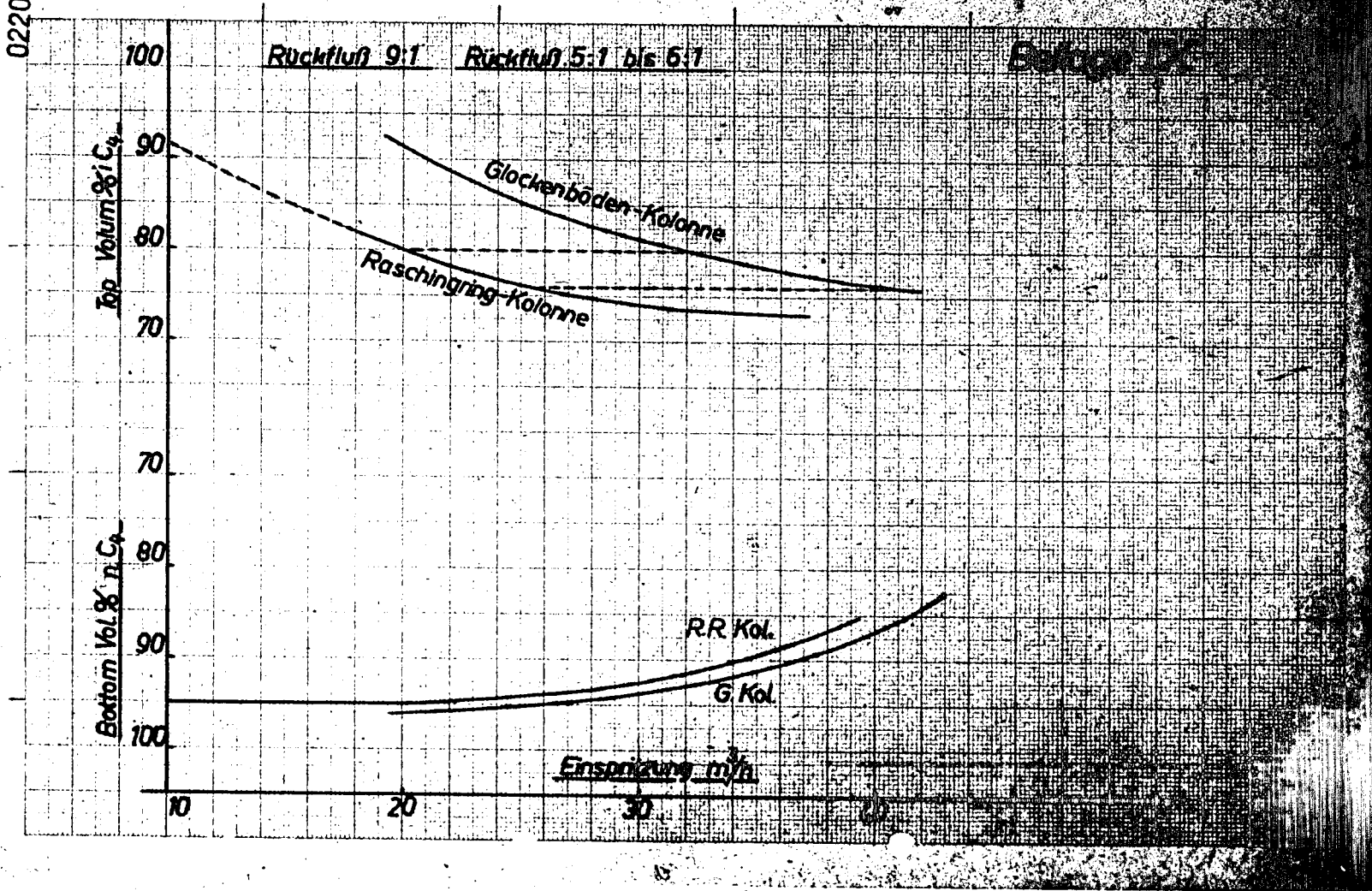
$$\% C = \frac{0,5210 \cdot 0,2727 \cdot 100}{3,4200} = 4,15 \% C.$$

3. Die Feuchtigkeit in den Gasen wird hier mit Magnesiummetrid, nach der Methode, die in "Brennstoffchemie" (1939, Heft 17) angegeben ist, bestimmt.

POOR
 COPY

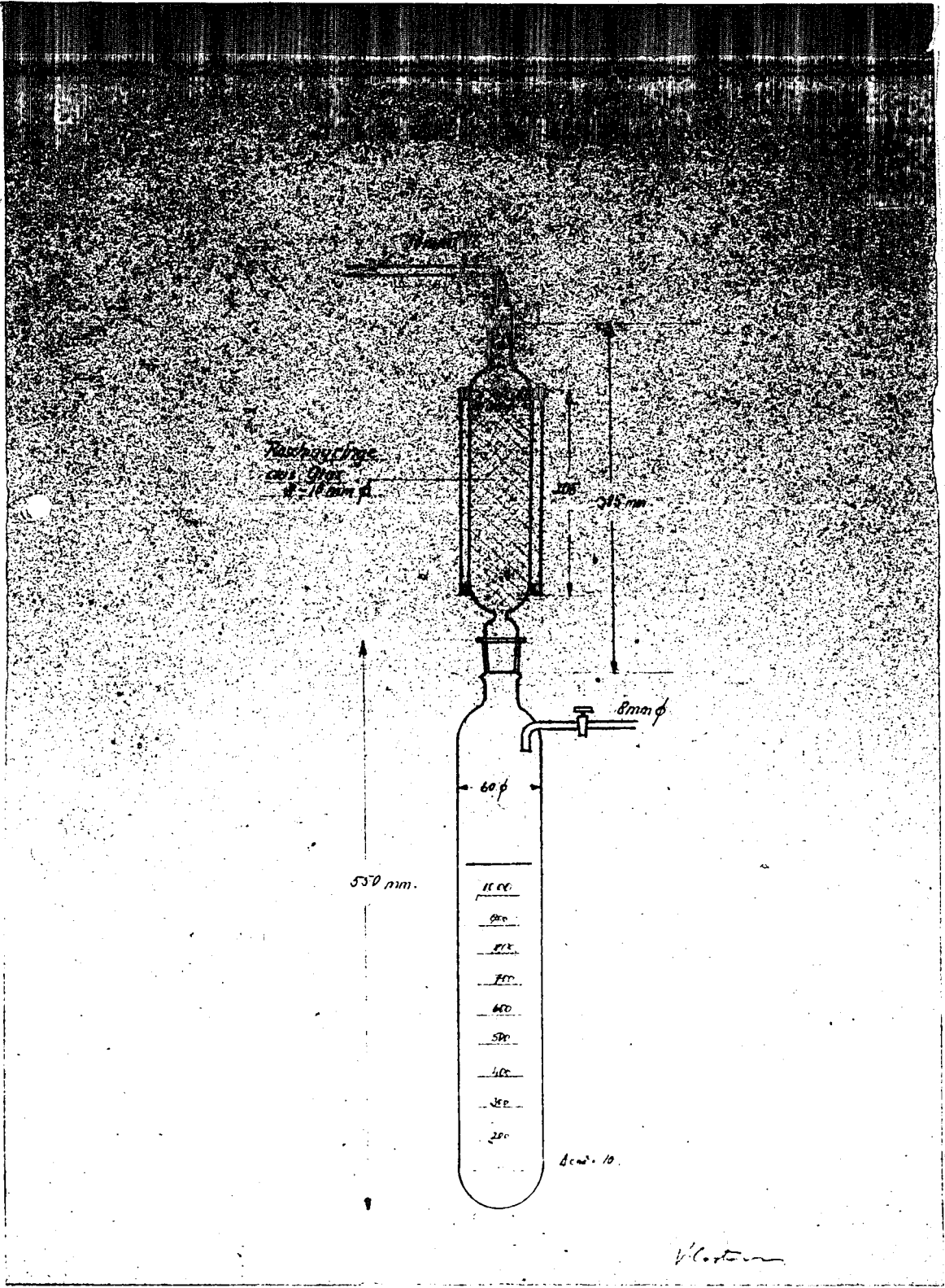
16

02205



POOR
COPY

16



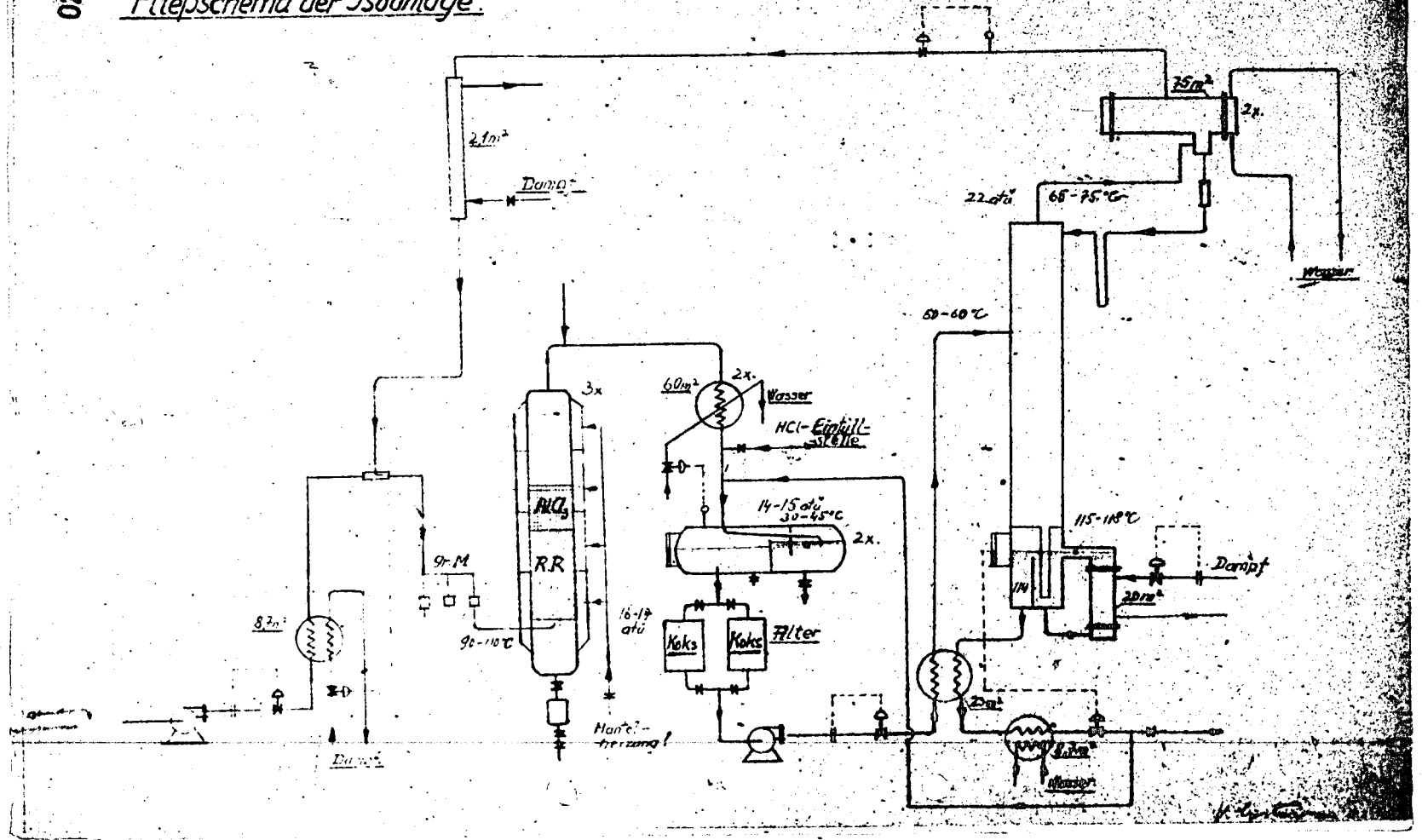
POOR
COPY

16

02207

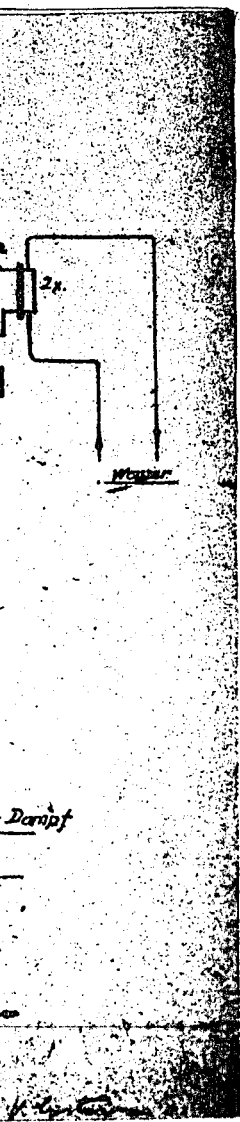
Beilage XI

Fließschema der Isoanlage



POOR
COPY

16



17

02208

Louise Welter, am 2. Mai 1944

Geheim!

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

Aktennotiz

Behelfsmäßige Trocknung des Dehydrationskontaktes der AF-Anlage mit Isobutan

Die Vorversuche zur behelfsmäßigen Trocknung des Dehydrationskontaktes mit Isobutan werden aus zwei Gründen durchgeführt:

1. benötigten wir seitweilen die gesamte für die Kontakttrocknung in der Dehydrationsanlage zur Verfügung stehende Stickstoffmenge zur Durchführung von Versuchen mit einem Kontakttrocknungsgefäß, welches in der für die technische Trocknungsanlage vorgesehenen Ausführungsform (beschrieben in Referat O.L.Keinke, AF-Erfahrungsaustausch 14./15.3.44) zu Versuchszwecken an einem Betriebsdehydrationsgefäß eingebaut werden war.
2. hat Louisa für den Betrieb der AF-Anlage Schelven die Durchführung der behelfsmäßigen Kontakttrocknung mit Isobutan vorgeschlagen, da in Schelven die zur Kontakttrocknung nach der in Louisa angewandten Methode erforderlichen Stickstoffmengen nicht zur Verfügung stehen. (Reisebericht Dr. Strüts 1.3.44 und Besprechungsbericht Schelven 1.3.44).

Vorgeschichte

Die behelfsmäßige Kontakttrocknung mit Stickstoff ist in der Aktennotiz vom 14.2.44 und in dem Referat "Dehydratation", AF-Erfahrungsaustausch 14./15.3.44 beschrieben. Bei dem Versuchsversuch diese Fahrweise beibehalten, es wurde lediglich der Stickstoff in Trocknungs-Dehydrationsgefäß durch Isobutan ersetzt. Das Isobutan wurde dem Kreislauf-Isobutan der AF-Anlage (Sumpffprodukt der Entgasung) entnommen, in dem Reserve-Dampfverdrämper der Dehydrationsanlage verdampft und in üblicher Weise durch die zur Kontakttrocknung bestimmten Dehydrationsgefäße bei so niedriger Temperatur gefahren, daß nur geringfügiger Umsatz des Isobutans zu Isobutylen eintrat. Das Isobutan wurde nun gemeinsam mit dem Normalbutan/butylengas der Dehydrationsstufe wieder kondensiert und in die Alkylierungsstufe gefahren; sein Hauptanteil wurde bei der Einstellung der Kreislauf-Isobutanmenge in der Alkylierungsstufe berücksichtigt.

Versuchsbedingungen

Das Kreislauf-Isobutan hatte während der Versuchsperiode folgende Zusammensetzung: 72% i-Butan, 20% n-Butan und 8% Propen. Der Feuchtigkeitsgehalt des Kreislauf-Isobutans schwankt im allgemeinen zwischen 0,01 und 0,03 Vol.-% Wasserdampf, während der Versuchszeit lag er im Durchschnitt bei 0,02 Vol.-%, entspricht also dem Feuchtigkeitsgehalt des bisher zur Kontakttrocknung verwendeten Stickstoffs. Nach dem Ergebnisse einiger Kleinversuche

POOR COPY 17

(Abstrakte von 14.2.44/Schembild 3) hat Isobutan eine bessere Trocknungswirkung als Stickstoff unter gleichen Bedingungen. In ein Gesetz des Isobutans bei der Kontakttrocknung unter diesen Bedingungen vertrieben werden sollte, konnte nur eine Temperatur (im Kontakt) von $450-460^{\circ}\text{C}$ gegenüber $520-530^{\circ}\text{C}$ bei Verwendung von Stickstoff in Trocknungsdehydratoren gefahren werden; dabei haben wir 1600 kg/h Isobutan gegenüber 1000 kg/h Stickstoff ausgesetzt; um durch die höhere Kontaktbelastung des Dehydrators in Trocknungsöfen bei $450-460^{\circ}\text{C}$ auf nur $1-2\%$ Umsatzrückgang auf dem Kontakt hatte sich dabei noch kein Kohlenstoff in feststoffähnlichen Mengen abgeschieden; es war auch keine Anreicherung des Kontaktes zu erkennen. Es wurde während 2 Tagen ein Trocknungsöfen mit einem angeschalteten Dehydrator gefahren mit Ueberschuss des angeschalteten Dehydrators nach 4 Betriebstagen; 3 Tage hatten wir einen weiteren Trocknungsöfen mit Isobutan mit 2 angeschalteten Dehydratoren in Betrieb.

Versuchsverfahren

Die angeschalteten n-Butan-Dehydratoren wurden während der Versuche mit der gleichen Temperatur weiter gefahren wie bei der vorausgegangenen Betriebsperiode mit Stickstoff-Kontakttrocknung. Der Dehydratorumsatz ging nach Beschickung der Dehydratoren mit dem durch Isobutan vorgetrockneten Kontakt um $1-2\%$ zurück. Der Wassergehalt des vorgetrockneten Kontaktes war im Durchschnitt um $0,05-0,1\%$ Gew.-% höher als bei der Trocknung mit Stickstoff.

Die Temperatursenkung von etwa 70°C beim Fahren des Trocknungsöfens mit Isobutan hatte trotz der höheren Butanbelastung und des besseren Trocknungsvermögens von Butan gegenüber Stickstoff eine geringe Verschlechterung des Ergebnisses der Kontakttrocknung zur Folge. Durch den geringen in Trocknungsöfen eingetretenen Umsatz könnte vielleicht auch durch analytisch nicht feststellbare Kohlenstoffabscheidung die Spitzenaktivität des regenerierten Kontaktes herabgesetzt worden sein, was sich in einem Rückgang des Dehydratorumsatzes auswirken muß. Wegen Isobutanmangels mußten die Versuche abgebrochen werden, so daß Erfahrungen und Vergleichswerte gegenüber der beabsichtigten Kontakttrocknung mit Stickstoff über längere Betriebsperioden nicht gesammelt werden konnten.

Beobachtungen

Bei der beabsichtigten Trocknung des Dehydratorkontaktes wurde versuchsweise der Stickstoff durch Isobutan ersetzt. Die Kontakttrocknung mußte dabei mit einer um etwa 70°C erniedrigten Temperatur in Trocknungs-Dehydratoren durchgeführt werden, um unerwünschten Dehydratorumsatz des Isobutans zu vermeiden. Bei die-

Der Versuch zeigt eine geringere Wirkung des Polyhydratkontaktes in den eingeschalteten 2-Schalen-Reduktionszellen von 1-4 gegenüber der Kontaktreaktion mit Stickstoff gas. Die Versuchsdauer war aus betrieblichen Gründen auf 6 Tage beschränkt.

Für den Aufbau der AT-Anlage Scholven ergibt sich aus diesen Versuchen, daß die dort vorgesehene behelfsmäßige Trocknung des Polyhydratkontaktes mit Leuchtgas an sich nach den gleichen Verbesserungen hinsichtlich des Schwefelkohlenstoffverbrauches in der Alkylierstufe führen wird, wie in der AT-Anlage Isman. Es ist zu erwarten, daß durch Versuche mit Änderung der Belastung, Temperatur und Kontaktverweilzeit in Trocknungspolyhydratofen in Scholven noch Verbesserungen des beschriebenen Versuchsergebnisses erreicht werden können.

ges. Dr. S t r ä t z ges. Dr. H e r b e r t

POOR
COPY

17

HAUPTLABORATORIUM
Vermehrungsgruppe No. 219
B. 360/43 d

02211

Leuna Werke, den 6.1.1943

Geheim!

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

Me 26/2721/43g

Dr. Pohl II

Herstellung hochklopfester isoparaffinischer Treibstoffe durch
Alkylierung aliphatischer Kohlenwasserstoffe

Ht.

02212

Inhaltsverzeichnis

	Seite
<u>A.) Einleitung</u>	1
Bisherige Möglichkeiten der Isooktanherstellung in Deutschland	1
Die Alkylierung, ein neuer Weg zur Herstellung isoparaffinischer Treibstoffe	1
Patent- und Literaturübersicht	2
Warum Alkylierung?	3
<u>B.) Beschreibung der Alkylierapparatur in Me 244</u>	4
<u>C.) Die Reaktionsbedingungen der Schwefelsäurealkylierung von Isobutan mit Butylenen</u>	5
1. Temperatur	5
2. Der Druck	5
3. Die Isobutankonzentration	5
4. Die Alkylatkonzentration	9
5. Normalbutan- und Propankonzentration	10
6. Die Säurekonzentration	10
7. Die Emulgierung	12
8. Das Einbringen der Olefine	12
9. Ableitung der Alkylierwärme	12
10. Die Verweilzeit	15
11. Das Schwefelsäurekohlenwasserstoff-Volumenverhältnis im Reaktionsraum	16
12. Regel zu den Reaktionsbedingungen	16
<u>D.) Alkylatausbeute</u>	16
<u>E.) Säureverbrauch und Säureaufarbeitung bei der Alkylierung</u>	17
<u>F.) Vergleich der Alkylateigenschaften mit denen des T 52-Produktes</u>	18
<u>G.) Einiges zur technischen Durchführung der Alkylierung in den AT 244-Anlagen</u>	23
1. Besprechung eines Fließ- und Mengenschemas	23
2. Die Mitverarbeitung von Propylen, insbesondere im technischen Betrieb	30
3. Größtmögliche Menge Alkylat aus gegebener Butanmischung	31
<u>H.) Zusammenfassung</u>	32
Literaturverzeichnis	33

A.) Einleitung

Bisherige Möglichkeiten der Isooktanherstellung in Deutschland

Die Entwicklung der Flugmotoren zu immer höheren Leistungen stellt an die Kraftstoffe bezüglich ihres Klopfverhaltens gesteigerte Anforderungen. Die Klopfestigkeit eines Kraftstoffes wird in Oktanzahlen und heute vor allem durch die Überlabbarkeit angegeben. Hochüberladbare Kraftstoffe sind die mehrfach verzweigten Isoparaffine, vor allem solche mit quaternärem C-Atom, Aromaten, Alkohole und gewisse Äther, wie z.B. Isopropyläther, die meist in Mischung und nach Zusatz von Bleitetraäthyl verwendet werden. In diesem Bericht werden nur die Isoparaffine behandelt. Isooktane, die besonders gefragten Isoparaffine, werden bisher in Deutschland durch Polymerisation von Isobutylen und Hydrierung des erhaltenen Diisobutylens hergestellt. Isobutylen entsteht im wesentlichen durch Dehydratisierung von Isobutylalkohol und neuerdings vor allem durch Dehydratierung des Isobutananteils der Flüssiggase, z.B. aus der Benzinsynthese nach der katalytischen Hochdruckhydrierung zur Verfügung. Auch Feld- und Krackgase, sowie Gase der neuen HF- bzw. DHD-Anlagen können zur Isooktanerzeugung herangezogen werden. Die großtechnische Isooktanherstellung mit Isobutan als Rohstoffgrundlage wird heute im sogenannten T 52-Verfahren an mehreren Stellen in Deutschland durchgeführt. In einer ersten Verfahrensstufe wird Isobutan bei ca 600° über Aluminiumchromoxydkatalysatoren zu Isobutylen dehydriert. Bei einem Umsatz von 25 % erzielt man in dieser Verfahrensstufe eine Isobutylenausbeute von etwa 85 % und mehr. Nach Abtrennen des bei der Dehydrierung anfallenden Wasserstoffs, sowie der durch Krackung entstandenen C₁ - C₃-Kohlenwasserstoffe (näheres siehe Seite 24) wird das Isobutylen bei ca 50 Atm. und 80 - 100° in einer zweiten Verfahrensstufe der Polymerisation über Phosphorsäurekatalysatoren polymerisiert. Das erhaltene Polymerisationsprodukt, im wesentlichen Diisobutylen neben geringen Mengen Tri- und Tetraisobutylen, wird in der dritten Verfahrensstufe der Hydrierung zu den gesättigten Kohlenwasserstoffen hydriert. Nach Redestillation erhält man daraus das sogenannte T 52-Produkt (näheres siehe Abschnitt E).

Die Alkylierung, ein neuer Weg zur Herstellung isoparaffinischer Treibstoffe

Ein neuer Weg zu isoparaffinischen Kohlenwasserstoffen, insbesondere zum Isooktan, bot sich nach Auffinden der Kondensationsmöglichkeit vor allem der Isoparaffine wie Isobutan, Isopentan und anderen mit aliphatischen Olefinen wie Äthylen, Propylen, Butylen usw. Bisherige Anschauungen von der Reaktionsträgheit paraffinischer Kohlenwasserstoffe müssen - wie die Durchführbarkeit dieser überraschenden Reaktion zeigt - aufgegeben werden. Dieses wird umso mehr gefordert, da diese Alkylierungen, wie thermodynamische Rechnungen und Experimente zeigen, schon bei gerätlichen Temperaturen durchführbar sind. Für die besonders leichte Kondensierbarkeit der Isoparaffine mit Olefinen ist wahrscheinlich der Wasserstoff am tertiären Kohlenstoffatom verantwortlich zu machen, er verhält

sich ähnlich wie der Wasserstoff an der aromatischen Doppelbindung in Benzol, dessen Alkylierung mit Olefinen schon lange bekannt war. In einer Patent- und Literaturübersicht soll die Entwicklung der Alkylierung bis zum Beginn eigener Arbeiten auf diesem Gebiete kurz veranschaulicht werden.

Patent- und Literaturübersicht

Erste Hinweise der Möglichkeit einer Kondensation von Olefinen mit Paraffinen erhielt man bei den Arbeiten über die Polymerisation von Olefinen zu Treibstoffen. R.F. Buthruff (1) fand z.B. bei Anwendung von Aluminiumhalogenid-Doppelsalzen als Katalysatoren bei der Polymerisation von Propan-Propylen-Gemischen eine über 100 %ige Ausbeute an flüssigen Produkten, bezogen auf eingesetztes Propylen. Dieser Befund kann nur durch Alkylierung des Propylens mit Paraffinen erklärt werden. Ähnliches soll bei der Polymerisation mit heißer Schwefelsäure nach dem sogenannten Hot-Acid-Verfahren der Shell Development beobachtet sein. Parks und Todd (2) veröffentlichten 1936 thermodynamische Rechnungen über die Alkylierung von Isobutan und Isobutylen, die die Durchführbarkeit dieser Reaktion bei niedrigen Temperaturen zeigten. Ihre Ergebnisse, schon lange vor ihrer Veröffentlichung vorgelegen, wurden erst veröffentlicht, nachdem Ipatieff und von Gross (3 u. 4) 1935 erstmalig experimentell die Alkylierung von Äthylen und Isobutylen mit Isobutan, Isopentan und 2,2,4-Trimethylpentan mit Erfolg durchführten. Sie verwendeten Borfluorid, aktiviert durch in Wasser oder Fluorwasserstoff fein verteiltes Nickel als Katalysator bei 20 - 50 Atm. und 70 - 300° F. Ipatieff, v. Grosse, Pines und Komarewsky (5, 6, 7, 8 u. 9) fanden später die Verwendbarkeit von Aluminiumchlorid und Aluminiumbromid, aktiviert durch Chlorwasserstoff als Alkylierkatalysatoren. Mit Hilfe dieser und ähnlicher Katalysatoren gelang ihnen sogar die Alkylierung von Normalparaffinen mit Ausnahme von Methan, Äthan und Propan. Wahrscheinlich findet in Gegenwart dieser als Isomerisierungskatalysatoren bekannten Verbindungen primär eine Isomerisierung der Normalparaffine statt. Dunstan und Birch (10) ließen sich die Verwendung von konz. Schwefelsäure als Katalysator für die Alkylierung von Isoparaffinen mit Olefinen, außer mit Äthylen, patentieren. Sie arbeiteten in der Flüssigphase bei 15 - 85° F. Ihre 1938 veröffentlichten Ergebnisse (11, 12, 13, 14) sind auch hinsichtlich der Alkylierung mit Olefinpolymeren, wie z.B. mit Diisobutylen als Olefinkomponente, interessant. Die erhaltenen Produkte waren mit jenen identisch, wie sie bei Alkylierung mit den monomeren Olefinen erzielt werden. Nach einem Patent der N.V. de Bataafsche Petroleum Maatschappij (15) arbeitet man ebenfalls mit Schwefelsäure, aber unter solchen Bedingungen, daß die Reaktionsteilnehmer in der Gasphase vorliegen. Ende 1938 erscheinen dann plötzlich zahlreiche weitere Arbeiten und Patente.

Eine weitere Möglichkeit der Kondensation von Isoparaffinen mit Olefinen besteht durch Anwendung hoher Drücke und Temperaturen. Diese sogenannte thermische Alkylierung läßt sich vorzugsweise mit niedrigen Olefinen, insbesondere mit Äthylen, durchführen (16, 17). Als paraffinische Komponente dient meist Isobutan, ob-

POOR
COPY

18

wohl auch Normalparaffine wie Propan, Normalbutan und n-Pentan, ebenso leicht wie Isoparaffine reagieren sollen. (17)

Trotzdem in Deutschland bezüglich der Durchführung der Alkylierreaktion kein Patentschutz besteht und nur ausländische Patente vorhanden sind, war es auf Grund der schon vorhandenen zahlreichen ausländischen Literatur nicht möglich, unsererseits grundsätzliche Schutzrechte zu erwerben. Eine mehr spezielle Ausführungsform ist zwar zum Patent gemeldet worden, wir wissen aber nicht, ob selbst dieses geschützt werden wird. Die uns zugängliche Literatur machte trotzdem, wie aus diesem Bericht hervorgeht, weitgehende und umfangreiche Entwicklungsarbeiten erforderlich. Es ist daher selbstverständlich, daß sich die I.G. bei der Errichtung von AT 244-Anlagen außerhalb der I.G. Farbenindustrie, wie hier vorweg genommen werden soll, Lizenzen geben läßt.

Warum Alkylierung?

Für die großtechnische Isooktanerzeugung auf dem Wege der katalytischen Alkylierung zeigte sich das Verfahren mit konz. Schwefelsäure als Katalysator bezüglich Ausbeute und Qualität der Produkte am vorteilhaftesten. In Amerika dienen als Rohstoffgrundlage im wesentlichen die Olefin- und Iso-Paraffinanteile der in großen Mengen vorhandenen Crack- und Feldgase. In Deutschland sind wir, durch die andersartige Rohstoffgrundlage, im wesentlichen auf die Butananteile der Flüssiggase aus der Druckhydrierung von Kohle angewiesen, aus denen dann durch Dehydrierung Butylen herstellbar ist. Die Verwendbarkeit von Normalbutylen in der Alkylierung - bisher konnte zur Herstellung von Isooktan nur Isobutylen verwendet werden - ist besonders hinsichtlich des beschriebenen T 52-Verfahrens interessant. Gewinnt man z.B. Normalbutylen durch Dehydrieren des Normalbutananteils der Flüssiggase und kondensiert anschließend das erhaltene Butylen mit Isobutan, so ergeben sich gegenüber obigem T 52-Verfahren, wie leicht zu erkennen, folgende Vorteile:

- 1.) Die besonders kostspielige und ausbeuteverringende Dehydrierstufe ist jetzt nur noch für etwa die Hälfte der Ausgangsbutane erforderlich.
- 2.) Fortfall der gesamten Diisobutylenhydrierung und
- 3.) eine meist doppelt so große Rohstoffbasis.

Diese Gründe waren zwingend, auch in Deutschland die Kondensation von Olefinen mit Isoparaffinen zu bearbeiten und bei dem großen Bedarf an hochklopfestem Flugtreibstoff, wenn möglich, großtechnisch zu entwickeln. Wir begannen im Oktober 1938 mit systematischen Versuchen über die Alkylierung von Schwefelsäure als Katalysator. Sie wurden in klein- und halbertechnischem Maßstabe soweit geführt, daß ihre Ergebnisse ermöglichten, Produktionsanlagen in Launa und an verschiedenen anderen Stellen außerhalb der I.G. Farbenindustrie zu planen und zu bauen, die z.T. bereits in wenigen Monaten in Betrieb kommen werden. Die größte Anlage mit einer Produktion von ~8 to Alkylat/Stunde wird in Scholven, die kleinste mit einer solchen von ca 4 to Alkylat/Stunde wird in Pülitz errichtet. Insgesamt sollen 350 000 - 400 000 Jato Alkylat hergestellt werden.

Die thermische Alkylierung wurde infolge der begrenzten und anderen Aufgaben dienenden Äthylenbasis in Deutschland im hiesigen Werk nicht bearbeitet. In Amerika dient sie zur Herstellung von Heohexan, dem 2,2-Dimethylbutan aus Äthylen und Isobutan. Man verwendet Heohexan als leichtflüchtige Mischkomponente für Flugtreib-

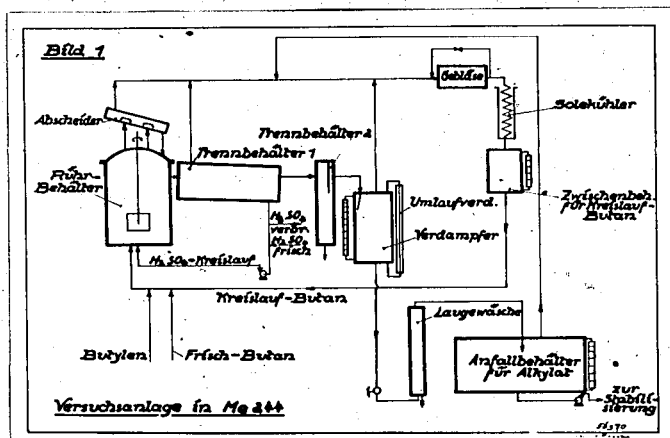
POOR
COPY

18

stoff. Neohexan hat die Oktanzahl 94 sowie die gleiche Bleiempfindlichkeit und Mischoktanzahl wie Isooktan.

B. Beschreibung der Alkylierapparatur in Me 244

Die ersten Versuche wurden in eisernen Druckautoklaven und in sogenannten Drehhalskolben aus Glas im Laboratorium durchgeführt. Die erzielten Ergebnisse veranlaßten uns, schon Mitte 1939 halbt Technische Anlagen herzurichten. Eine dieser Apparaturen, in Me 244 erstellt, ermöglichte im kontinuierlichen Betrieb die Herstellung von 10 - 15 kg Alkylat/Stunde.



Die Alkylierapparatur in Me 244 besteht im wesentlichen aus einem 300 l Rührbehälter mit eingebautem Hoeschrührer. Die im Rührbehälter aufrecht erhaltene Emulsion von Schwefelsäure mit den Reaktionsprodukten läuft kontinuierlich in den Trennbehälter 1 über. Die abgeschiedene Schwefelsäure wird nach Ablassen eines bestimmten Teiles verbrauchter Schwefelsäure und nach Zusatz einer entsprechenden Menge Frischschwefelsäure in den Rührbehälter zurückgepumpt. Die Kohlenwasserstoffe, also Butan und Alkylat, gehen über den Trennbehälter 2 zur nochmaligen Abscheidung etwaiger mitgerissener Schwefelsäure in den sog. Verdampfer. Im Verdampfer

POOR
COPY

18

wird ein Großteil der im Überschuss vorhandenen Butane abgetrieben, während das Alkylat mit noch ca 10 - 20 % Butan durch eine Lauge- wäsche in den Alkylatanfallbehälter gepumpt wird. Durch Stabilisa- tion und Redestillation erhält man aus diesem Produkt das ferti- ge Alkylat. Die Ableitung der Reaktionswärme geschieht durch aus dem Rührbehälter verdampfende Kohlenwasserstoffe. Die gasförmigen Kohlenwasserstoffe werden in einem oberhalb des Rührbehälters lie- genden Abscheider von mitgerissenen Flüssigkeitströpfchen befreit. Man vereint diesen Gasstrom mit den aus dem Verdampfer abgetriebe- nen Butananteilen, komprimiert mit einem Gebläse auf 2 - 3 Atm. und verflüssigt mit einem Solekühler. Die verflüssigten Butane mit geringen niedrigsiedenden Alkylatanteilen gehen über einen Zwi- schenbehälter und nach Vermischung mit Frischbutylen und Frisch- butan in den Rührbehälter zurück. Die vor allem in dieser Appara- tur gewonnenen chemischen und technischen Erfahrungen und Reaktions- bedingungen werden im folgenden aufgezeigt.

C. Die Reaktionsbedingungen der Schwefelsäurealkylierung von Iso- butan mit Butylenen

1. Die Temperatur

Die Alkylierung wird zweckmäßig in einem Temperaturbereich von -10 bis +20° durchgeführt. Während Ausbeute, Produktbeschaffenheit und Reaktionsgeschwindigkeit nur schwach temperaturabhängig sind, bestimmte uns der oberhalb +5° stark anwachsende Schwefelsäure- verbrauch Temperaturen um 0° für die Alkylierung zu wählen. Die Anwendung noch niedrigerer Temperaturen bringt keinen Vorteil. Auskristallisieren der Schwefelsäure ist durch die während der Reaktion gebildeten und in der Säure gelösten Sulfosäuren und Ester erst unterhalb -10° zu befürchten. Dies bestimmt die untere Grenze der Alkyliertemperaturen.

2. Der Druck

Infolge Abfuhr der gesamten Reaktionswärme von ungefähr 250 Kcal/ kg Alkylat durch verdampfende Kohlenwasserstoffe des Reaktionsge- misches wird der Druck durch den Siededruck dieser Kohlenwasserstof- fe bei der Alkyliertemperatur von 0° bestimmt. Der Druck ist also von der Alkyliertemperatur und von der Zusammensetzung der im Reak- tionsraum vorhandenen Kohlenwasserstoffe (Alkylat, Isobutan, Nor- malbutan und Propan) abhängig. Bei 0° werden im praktischen Be- trieb meist Drucke von 1,2 - 1,5 ata gemessen.

3. Die Isobutankonzentration

Die Isobutankonzentration ist in Bezug auf Säureverbrauch, Aus- beute und Qualität der erzeugten Alkylate besonders wichtig. Diese Bedingung wird bisher in Literatur und Berichten im sog. Olefin- Isoparaffin-Verhältnis des in die Alkylierung eingehenden Reak- tionsgemisches angegeben. Wir ersetzen diese Angabe zweckmäßiger durch die Isobutankonzentration in Vol%, bezogen auf die im Reak- tionsraum vorhandenen gesamten Kohlenwasserstoffe. Durch diese Maßnahme können die wahren Reaktionsverhältnisse erkannt und si- chere Schlüsse gezogen werden.

Bei der großen unterschiedlichen Reaktionsfähigkeit zwischen Olefinen und Isobutan ist es notwendig, um Polymerisation der Olefine in Gegenwart konzentrierter Schwefelsäure zu Gunsten der Alkylierung des Isobutans zu vermeiden, eine hohe Isobutankonzentration einzuhalten. Je größer die Polymerisationsneigung des Olefins, eine umso höhere Isobutankonzentration ist erforderlich. Die untere Grenze, bestimmt durch Schwefelsäureverbrauch, Ausbeute und Qualität der Alkylate, liegt z.B. bei Alkylierung mit Butylen II und Butylen I bei 40 - 45 Vol%, bei Isobutylen, dem weitaus reaktionsfähigeren Olefin, bei 70 Vol%. Höhere Isobutankonzentrationen begünstigen in jeder Hinsicht die Alkylierreaktion, während niedrigere Isobutankonzentrationen zu erhöhtem Säureverbrauch, schlechten Olefinausbeuten und weniger guten Produkten führen. Letzteres zeigt sich im motorischen Verhalten hinsichtlich Überladbarkeit und Oktanzahl und im Siedeverhalten, da komplexere Produkte mit geringerem Gehalt an gewünschten Isooktanen durch Sekundärreaktionen gebildet werden. Die außerordentliche Bedeutung der Isobutankonzentration soll in einigen graphischen Darstellungen gezeigt werden.

Bild 2

Die weniger erwünschten Alkylatanteile (niedriger und höher als Oktane siedend) bei der Alkylierung mit Normal- und Isobutylen in Abhängigkeit von der Isobutankonzentration.

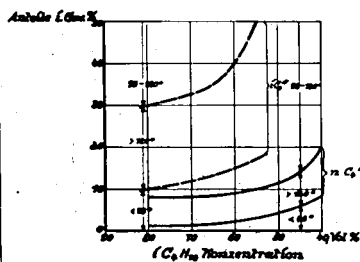


Bild 2 zeigt deutlich die mit fallender Isobutankonzentration zunehmende Bildung niedriger und höher als Isooktane siedenden Alkylatanteile, sowohl bei der Alkylierung mit Normalbutylen, als auch

bei der Alkylierung mit Isobutylen. Die bei Isobutylenalkylaten im Vergleich zu Normalbutylenalkylaten größeren Anteile an andern als Isooktane siedenden Kohlenwasserstoffen, sowie auch die stärkere Abhängigkeit der Bildung dieser weniger erwünschten Isoparaffine von der Isobutankonzentration, lassen sich durch die größere Reaktions-, insbesondere durch die größere Polymerisationsfähigkeit von Isobutylen gegenüber Normalbutylen, erklären.

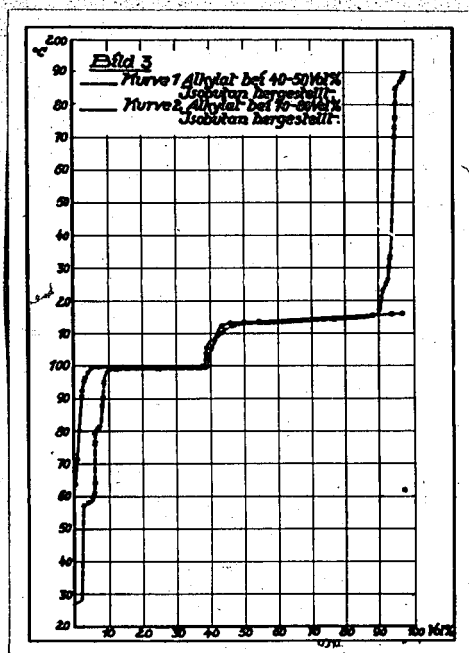
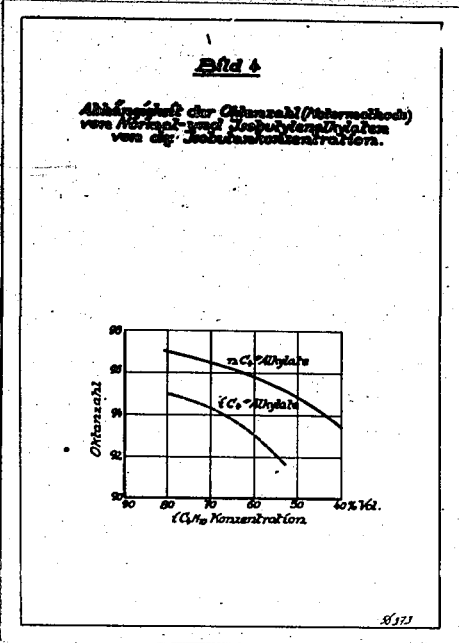


Bild 3 zeigt die Siedekurven zweier Normalbutylenalkylate, bei 70 - 80 Vol% und bei 45 - 50 Vol% Isobutankonzentration hergestellt. Auch hier ist die vermehrte Bildung niedriger und höher als Oktane siedender Kohlenwasserstoffe bei der Fahrweise mit 45 - 50 Vol% Isobutankonzentration im Vergleich zu jener bei 70 - 80 Vol% Isobutankonzentration zu sehen. (Eingehende Betrachtungen dieser Siedekurven siehe später Abschnitt G.) Die überraschende Bildung solcher Kohlenwasserstoffe aus Butylen und Isobutan kann nur durch Neben- und Sekundärreaktionen, vor allem durch Spalt-Polymerisations- und Isomerisationsreaktionen erklärt werden.



Man erkennt in Bild 4 eine Abnahme der Oktanzahl mit fallender Isobutankonzentration, sowohl bei einem Alkylat mit Isobutylen, als auch bei solchem mit Normalbutylen hergestellt. Verantwortlich für diesen Befund ist die mit fallender Isobutankonzentration erhöhte Bildung niedriger und höher als Isooktane siedender Kohlenwasserstoffe mit zugleich geringerer Klopfestigkeit.

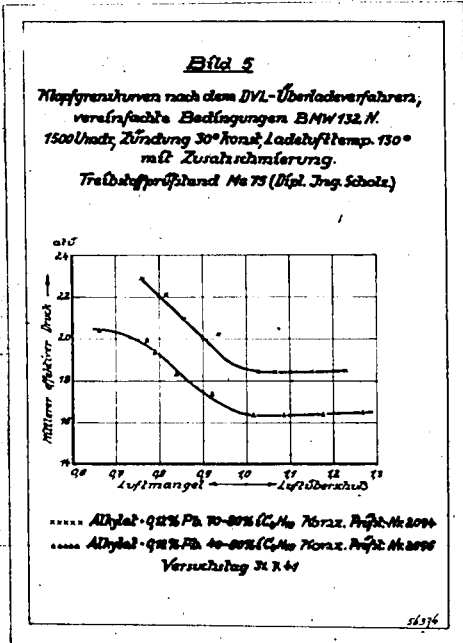
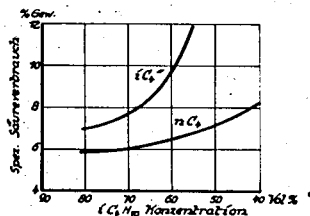


Bild 5 zeigt die Überladbarkeit zweier Normalbutylenalkylate, bei 70 - 80 Vol% und bei 45 - 50 Vol% Isobutankonzentration hergestellt. Die durchschnittlich ungefähr 2 Atm. niedrigere Überladbarkeit des bei 45 - 50 Vol% Isobutankonzentration hergestellten Alkylates muß naturgemäß, wie die Erniedrigung der Oktanzahlen mit fallender Isobutankonzentration erklärt werden. (Siehe hierzu Bild 4).

Bild 6

Abhängigkeit des spezifischen Säureverbrauches bei der Alkylierung mit Normalbutylen und Isobutylen von der Isobutankonzentration.



Die in Bild 6 ersichtliche Zunahme des spezifischen Säureverbrauches mit fallender Isobutankonzentration kann nur durch Zunahme der schon angedeuteten, Säure verbrauchenden Neben- und Sekundärreaktionen bei fallender Isobutankonzentration erklärt werden. Infolge größerer Reaktionsfähigkeit des Isobutylens gegenüber Normalbutylen findet man höheren Säureverbrauch, sowie stärkere Zunahme des Säureverbrauches bei fallender Isobutankonzentration, als bei Alkylierung mit Normalbutylen.

4. Die Alkylatkonzentration

Die Alkylatkonzentration wird angegeben in Vol% Alkylat, bezogen auf die im Reaktionsraum vorhandenen gesamten Kohlenwasserstoffe. Versuche, in denen reines Isooktan mit Schwefelsäure und Isobutan unter Alkylierbedingungen behandelt wurde, zeigten, daß Isooktan

a.F. in niedriger und höhersiedende gesättigte Kohlenwasserstoffe übergeht. Aus diesem Befund zu schließen, sollte weder die Alkylatkonzentration noch die Verweilzeit des Alkylates zu hoch gewählt werden. Eingehende Versuche haben aber gezeigt, daß Alkylatkonzentrationen im Bereich von 10 - 25 Vol% bei Verweilzeiten von 1 - 4 Stdn. keine sichtbaren Unterschiede aufwiesen, wenn bei gleicher Isobutankonzentration gearbeitet wird.

5. Die Normalbutan- und Propankonzentration

Ohne kostspielige Olefinkonzentrierung, sei es durch Metallsalzwäsche, azeotrope Destillation oder andere Maßnahmen, ist man bei der Alkylierung von Normalbutylen - durch Dehydrierung von Normalbutan oder aus sonstigen Crackprozessen gewonnen - gezwungen, die mehrfache Menge an Normalbutan mit in die Alkylierung einzuführen. Propan gelangt meist mit Isobutan in geringer Menge in die Alkylierung. Eine chemische Reaktionsbeteiligung dieser Normalparaffine konnte nicht festgestellt werden. Sie verhalten sich inert. Durch ihre Anwesenheit verdrängen sie aber Isobutan. Die Erniedrigung der Isobutankonzentration wirkt im schon bekannten Sinne verschlechternd. Es ist also von großem Vorteil, die Normalbutan- und Propankonzentration möglichst niedrig zu halten. Am günstigsten ist es natürlich, ihre Anwesenheit ganz zu vermeiden.

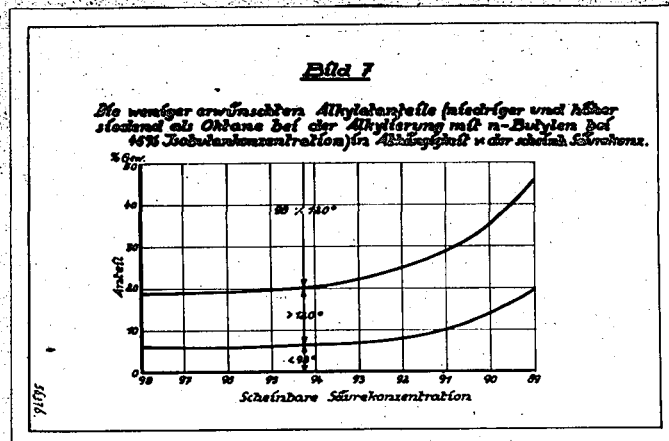
6. Die Säurekonzentration

Im kontinuierlichen Betrieb erwies es sich als zweckmäßig, eine scheinbare Säurekonzentration von 91 - 92 % durch Zusatz von frischer 98 %iger Säure aufrecht zu erhalten. Man spricht von scheinbarer Säurekonzentration, weil durch Mitführung von Schwefelsäureestern und Sulfosäuren, die während der Alkylierung als Zwischen- und Nebenprodukte entstehen, die wahre Säurekonzentration nicht gefunden werden kann. Bei einer scheinbaren Säurekonzentration von 91 - 92 % enthält die Alkyliersäure 2,5 - 3,5 % Kohlenstoff. Betrachten wir die scheinbare Säurekonzentration von Säuren, die aus frischer 98 %iger Schwefelsäure durch Alkylieren entstanden sind, so läßt sich folgendes sagen: Unterhalb 91 % wird die Alkylierung in schnell zunehmendem Maße verzögert. Die infolgedessen stark anwachsende Konzentration an Butylschwefelsäureestern in der Alkyliersäure begünstigt vor allem Polymerisationsreaktionen. Diese führen schon bei einer scheinbaren Konzentration von 88 - 89 % zu wesentlich niedrigeren Ausbeuten, hohem Säureverbrauch und schlechten Produkten.

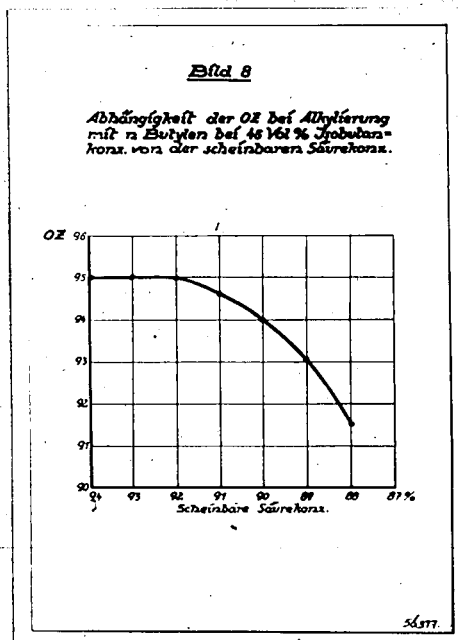
SSO

02223

- 11 -



In Bild 7 erkennt man deutlich die bei fallender Säurekonzentration zunehmende Bildung weniger wertvoller Alkylatanteile, die besonders ab 91 - 92 % scheinbarer Säurekonzentration einsetzt. Für die Entstehung solcher Isoparaffinkohlenwasserstoffe sind, wie schon beschrieben, Nebenreaktionen verantwortlich, die bei Verzögerung der Alkylierung durch Absinken der Säurekonzentration begünstigt werden.



Entsprechend der Bildung weniger wertvoller Isoparaffine sieht man in Bild 8 ein mit fallender scheinbarer Säurekonzentration immer stärker werdendes Absinken der Oktanzahl.

Anfrachterhaltung von Säurekonzentrationen über 97 - 98 % im Reaktionsraum führen durch Oxydation zur verstärkten Bildung von Sulfosäure und Schwefeldioxyd. Eine Folge davon sind erhöhter Säureverbrauch und verstärkte Harzbildung.

7. Die Emulgierung

Es ist selbstverständlich notwendig, die als Katalysator wirkende Schwefelsäure aus reaktionstechnischen Gründen mit den im Reaktionsraum vorhandenen Kohlenwasserstoffen gut zu emulgieren. Diese Maßnahme wird durch die während der Reaktion sich bildenden Ester und Sulfosäuren, die als Emulgatoren wirken, sowie durch die laufend aus dem Reaktionsgemisch verdampfende große Butanmenge begünstigt. An eine zusätzliche mechanische Emulgiervorrichtung brauchen aus diesen Gründen keine sehr hohen Anforderungen bezüglich der Emulgiervirkung gestellt zu werden. Wir arbeiteten im halbtechnischen Maßstabe, sowohl mit Rührern (Platten- und sog. Hoeschrührern) als auch mit Mischkolonnen und Mischdüsen. Die beste Emulgierung erzielten wir mit Mischkolonnen und erhielten Kohlenwasserstoffschwefelsäureemulsionen, die mehrere Tage Trennzeit benötigten. Da eine Produktverbesserung durch solch intensive Emulgierung nicht festgestellt wurde, wählten wir des geringen Energieverbrauches wegen und vor allem aus weiter unten besprochenen Gründen (Ableitungen der Alkylierwärme) den Rührbehälter mit einfachem Plattenrührer als Reaktionsraum. Die für die Emulgierung wichtigen Abmessungen eines von uns verwendeten und für die Alkylierung als besonders günstig befundenen Rührbehälters waren: Durchmesser 1650 mm, Standhöhe der Flüssigkeit 1750 mm, Durchmesser der Platte 500 mm, Höhe der Platte 200 mm, $n = 150 - 200$ Umdrehung/Minute. Bei einer Temperatur von 0° wurden 2 - 3 Kw benötigt. Mit einem solchen Rührbehälter stellen wir eine Zeit lang täglich 7 - 8 t Alkylat von einwandfreier Qualität her.

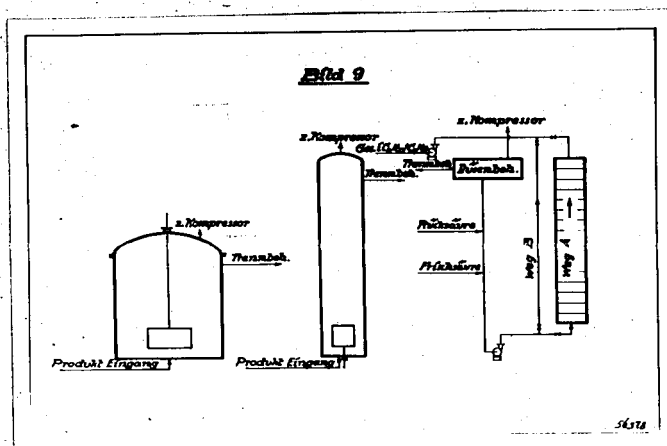
8. Das Einbringen der Olefine

Da hohe Olefinkonzentrationen in Gegenwart konzentrierter Schwefelsäure zu Polymerisationen führen, mischt man vorteilhafter die Olefine vor der Einspritzung mit der sowieso benötigten mehrfachen Menge Isobutan.

9. Ableitung der Alkylierwärme

Aus den Verbrennungswärmen der Reaktionspartner findet man eine Wärmetönung der Alkylierreaktion von ca 250 Kcal/kg Alkylat. In der beschriebenen Apparatur in Me 244 konnte dieser Wert experimentell sichergestellt werden. Wie schon beschrieben, wird diese Wärmemenge durch im Reaktionsraum verdampfende Kohlenwasserstoffe abgeführt, die nach Kompression und Kühlung wieder flüssig in die Alkylierung zurückkehren. Im Zuge unserer

halbtechnischen Versuche in verschiedenen Reaktionsräumen stellten wir hinsichtlich der Produktqualität, sowie des Schwefelsäureverbrauches, Einflüsse fest, die sich nur durch mehr oder weniger vorteilhafte Verteilung der Wärmeabfuhr deuten ließen:



In Bild 9 sind zwei Rührbehälter verschiedener Abmessungsverhältnisse, sowie eine Mischkolonne mit sog. Düsenbehälter aufgezichnet. Mischkolonne und Düsenbehälter können über den Weg der Düsenbehälter allein, auch über den Weg B betrieben werden. In jedem Fall wurde die Alkylierwärme durch aus dem Reaktionsgemisch verdampfendes Butan abgeführt. Bei der Alkylierung mit Isobutylen und bei sonst jeweils optimalen Bedingungen (die Alkylierung mit Isobutylen reagiert besonders deutlich auf Veränderungen der Alkylierbedingungen) erhielten wir aus mehreren gut übereinstimmenden Versuchen die in der folgenden Tabelle angegebenen Ergebnisse der Alkylatbeschaffenheit in Abhängigkeit vom verwendeten Alkylieraggregat. (Tabelle siehe Rückseite)

Die großen Unterschiede in der Alkylatqualität hinsichtlich der verwendeten Alkylierapparatur können nicht durch mehr oder weniger gute Emulgierungen von Schwefelsäure mit dem Kohlenwasserstoffen entstanden sein, denn man erhält trotz besserer Emulgierung im hohen und schlanken Rührbehälter, sowie in der Mischkolonne und Düsenbehälter geringwertige Produkte. Eine gleichmäßige Temperatur-

Reaktions- behälter	Düsenbehälter u. Mischkol.	Düsenbe- hälter	Rührbe- hälter	Rührbe- hälter
	Weg A	Weg B	Niedriger Flüssigkeitsstand	Hoher Flüssigkeitsstand
Verweilzeit	17% Düsenbehälter 83% Mischkolonne	100 %	100 %	100 %
Siedeanteil:				
98°	17 %	12 %	11 %	19 %
98 - 120°	54 %	55 %	70 %	48 %
120 - 170°	10 %	12 %	9 %	12 %
170°	19 %	11 %	10 %	21 %
OZ-Motermethode	93	94,5	95,5	92

verteilung kann auch nicht der Grund sein, denn 1. wurde eine solche nicht festgestellt und 2. ergibt nach unseren Versuchen selbst ein Temperaturunterschied von $\pm 5^\circ$ nicht solche Qualitätsunterschiede. Trotzdem muß der Grund in einer Wärmestauung gesucht werden, die wahrscheinlich mehr oder weniger lang im Bereich der gerade reagierenden Moleküle auftritt und mit den üblichen Temperaturmeßinstrumenten nicht erfaßt wird. Der Druck der hohen Flüssigkeitssäule im hohen Rührbehälter und in der Mischkolonne verhindert während einer wesentlich längeren Reaktionszeit die Butanverdampfung, als der nur geringe Druck der niedrigen Flüssigkeitssäule im breiten Rührbehälter und im Düsenbehälter bei der Fahrweise über den Weg B. Die Zeit, in der die Reaktionswärme nicht abgeführt werden kann, ist sicher gegenüber Zeiten, die die Wärmeleitung braucht, sehr klein, so daß eine meßbare Temperaturerhöhung nicht eintritt. Sie und die "molekulare Wärmestauung", wie wir diese Erscheinung nennen wollen, reichen aber offenbar aus, in erhöhtem Maße die primär gebildeten Isooktanmoleküle in Gegenwart konzentrierter Schwefelsäure wieder in Bruchstücke zu spalten, die durch Weiteralkylierung zu den schon mehrfach erwähnten niedriger und höher als Oktane siedenden Sekundärprodukten führen. Daher sind die Alkylate aus dem hohen Rührbehälter, sowie aus der Mischkolonne, zu einem höheren Prozentsatz komplexer siedend, als solche aus dem breiten Rühr- und Düsenbehälter. Neben der Qualitätsminderung zeigte sich, ebenfalls durch Spaltreaktionen bedingt, ein erhöhter Schwefelsäureverbrauch. Während der Schwefelsäureverbrauch bei der Alkylierung mit Isobutylen im niedrigeren Rührbehälter 8 - 10 %, bezogen auf das hergestellte Alkylat, betrug, beobachteten wir im hohen Rührbehälter und in der Mischkolonne einen solchen von 15 - 20 %.

Nachdem der niedrige Rührbehälter für Inhalte von 300 - 500 l als am geeignetsten erkannt war, wurde mit einem 6 cbm Rührbehälter aber denselben Abmessungsverhältnissen gearbeitet. (Siehe auch Seite 12, unten). Die erzielten Ergebnisse waren die gleichen, wie in den 300 - 500 l Rührbehältern. Zusammenfassend läßt sich folgendes sagen: Das für die Alkylierung geeignetste Reaktionsgefäß ist der niedrige und breite Rührbehälter mit einem Verhältnis von Rührbehälterbreite zu Höhe der Flüssigkeitssäule von ca 1 : 1

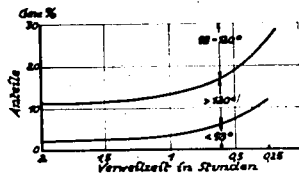
und Ableitung der Reaktionswärme durch aus dem Reaktionsgemisch verdampfendes Butan.

10. Die Verweilzeit

Unter Verweilzeit ist die Zeit zu verstehen, die die Kohlenwasserstoffe in dem von ihnen eingenommenen Reaktionsraum verweilen. Da die Verweilzeit ein Maß für die Reaktionsdauer der Alkylierung bzw. ein Maß für die Olefinbelastung sein soll, muß in unserem Falle bei Angabe der Verweilzeit gleichzeitig die Alkylatkonzentration im Reaktionsraum angegeben werden. Bei einer Alkylatkonzentration von 15 Vol% ist es zweckmäßig, bei Verweilzeiten von 30 - 60 Minuten zu arbeiten. Höhere Verweilzeiten zeigten keinen Einfluß auf die Alkylierreaktion, niedrigere Verweilzeiten sind ungünstig. Bei steigenden Alkylatkonzentrationen sind längere, bei fallenden Alkylatkonzentrationen kürzere Verweilzeiten notwendig.

Bild 10

Die weniger erwünschten Alkylatanteile (niedriger und höher als Oktan siedend) bei der Alkylierung mit n-Butylen in Abhängigkeit von der Verweilzeit (Alkylierung mit n-Butylen bei 40 Vol% Isobutylschwefelsäure und 15 Vol% Alkylatkonz.)



56511

In Bild 10 erkennt man bei Verkürzung der Verweilzeit unter 1 Stunde eine Zunahme unerwünschter Alkylatanteile. Die durch Verkürzung der Verweilzeit bedingte Erhöhung der Butylenkonzentration, aber besser der Butylschwefelsäurekonzentration in der Alkyliererschale begünstigt Nebenreaktionen mit allen für die Alkylierung ungünstigen schon mehrfach besprochenen Erscheinungen.

11. Das Schwefelsäurekohlenwasserstoff-Volumenverhältnis im Reaktionsraum

Am günstigsten ist ein Schwefelsäurekohlenwasserstoff-Verhältnis von 50 : 50. Verhältnisse höher als 67 Vol% und niedriger als 35 Vol% Schwefelsäure begünstigen Nebenreaktionen, die zu weniger erwünschten komplexeren Produkten führen.

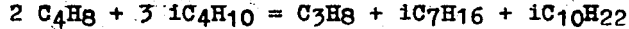
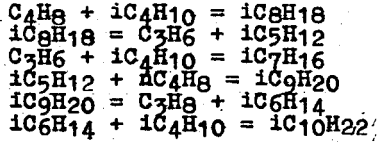
12. Regel zu den Reaktionsbedingungen

Aus den beschriebenen für die Alkylierung wichtigen Reaktionsbedingungen läßt sich folgende Regel erkennen:

Verschlechterung bzw. Verbesserung einer einzigen beliebigen Bedingung bringt eine Verschlechterung bzw. Verbesserung aller Ergebnisse, wie z.B. Alkylatqualität (Oktanzahl, Siedeverhalten, Bromzahl usw.); Säureverbrauch und Alkylatausbeute mit sich.

D. Alkylatausbeute

Bilanzversuche, im halbtechnischen Maßstabe durchgeführt, ergaben bei der Alkylierung von Isobutan mit Butylen eine Gesamtausbeute von 87 - 98 Gew.%, bezogen auf die eingesetzten Kohlenwasserstoffe. Aus dem Kohlenstoffgehalt der verbrauchten Alkyliersäure zu schließen, ist der chemische Ausbeuteverlust nur sehr gering, etwa in der Größenordnung von 0,3 - 0,5 %, die als Ester und Sulfosäuren mit der verbrauchten Schwefelsäure abgezogen werden. Die restlichen 1,7 - 1,5 % dürften Betriebsverluste sein. Die Alkylatausbeute, bezogen auf das eingesetzte Butylen, wurde mit 210 - 220 % bestimmt. Dies bedeutet, daß je kg Butylen 1,1 - 1,2 kg Isobutan reagieren. Günstigstenfalls sollte man nach der Reaktionsgleichung $C_4H_8 + iC_4H_{10} = iC_8H_{18}$ erwarten, daß also je kg Butylen 1,04 kg Isobutan miteinander zu Isooktan reagieren. Die Erklärung dieser scheinbaren übertheoretischen Ausbeute ist in einer teilweisen Aufspaltung primär gebildeten Isooktans zu suchen. Ein Reaktionsschema als mögliches Beispiel des Reaktionsablaufes soll dies deutlicher machen:



Nach diesem beispielsweise Reaktionsschema reagieren also effektiv 2 Mol Butylen mit 3 Mol Isobutan zu vollkommen gesättigten Produkten. Für diesen oder irgend einen ähnlichen Reaktionsablauf spricht die Tatsache, daß neben Isooktan auch Isopentan, Isopentan, Isheptan, Isononan usw. gefunden werden. (Siehe Abschnitt F). Die bei einer Ausbeute von 220 %, auf Butylen bezogen, auftretende Frage nach dem Verbleib des Wasserstoffs, konnte dagegen noch nicht geklärt werden. Die Lösung dieser Frage stellt an die Analytik besondere Schwierigkeiten. Man bedenke, daß 1. bei einer Verschiebung der mittleren Kohlenstoffzahl des Alkylates von

8 auf 7,94 aller Wasserstoff zwanglos untergebracht werden kann, also auf Hundertstel genaue Kohlenstoffbestimmungen durchgeführt werden müssen; 2. daß der überschüssige Wasserstoff (1,14 g Wasserstoff/kg Alkylat bei einer mittleren Kohlenstoffzahl von 8 und bei 220 % Butyleausbeute) zum Teil vorliegen kann als H_2 , dann auch in etwa gebildeten niedrigeren Kohlenwasserstoffen, wie Propan, Äthan usw., welche dann gelöst sind in einem großen Überschuß von Butanen und von vornherein mit eingeschlepptem Propan und 3., daß Teile des Wasserstoffs zur Reduktion von Schwefelsäure verbraucht werden, deren wahre Säurekonzentration aus schon bekannten Gründen nicht bestimmt werden kann.

E. Säureverbrauch und Säureaufarbeitung bei der Alkylierung

Wird die Alkylierung durch Zusatz von 98 %iger frischer Schwefelsäure bei einer scheinbaren Säurekonzentration von 91 - 92 % kontinuierlich betrieben, so findet man bei der Alkylierung des Normalbutylens einen Säureverbrauch, bezogen auf hergestelltes Alkylat von ca. 6 - 7 % 98 %iger Schwefelsäure bei einer Isobutankonzentration von 70 - 80 % und bei 45 - 50 % Isobutankonzentrationen einen solchen von ca. 7 - 8 % 98 %iger Schwefelsäure. Bei der Alkylierung des Isobutylens und bei einer Isobutankonzentration von 70 - 80 % ergibt sich ein Säureverbrauch von 7 - 8 % 98 %iger Schwefelsäure. (Siehe hierzu Bild 5) Wird mit Zusatz von 96 %iger Frischsäure und bei gleicher stationärer scheinbarer Säurekonzentration von 91 - 92 % gearbeitet, so findet man ziemlich genau einen doppelt so großen Verbrauch an 96 %iger Schwefelsäure, also statt 7 % 98 %iger Schwefelsäure 14 % 96 %iger Säure usw. Die Aufarbeitung der verbrauchten Alkyliersäure läßt sich nach folgendem Arbeitsgang durchführen:

Man verdünnt diese Säure auf ca. 50 - 60 % H_2SO_4 mit Wasser und erhitzt einige Minuten auf 120° . Die in der Säure gelösten organischen Bestandteile scheiden sich dabei auf der Säuroberfläche als Säureteer ab. Diesen läßt man nach einer Absitzzeit von ca. einer Stunde ab. Durch Destillieren konzentriert man die verdünnte Säure bis auf 96 % H_2SO_4 , wobei neben H_2O auch SO_2 und restliche ölige, leichtflüchtige organische Substanzen mit übergehen. Eine weitergehende Konzentrierung durch Destillation führt technisch zu Materialschwierigkeiten und hohen Ausbeuteverlusten durch Zersetzung. Ein noch vorhandener bräunlicher Farbton der 96 %igen Säure kann durch Aufkochen mit geringen Mengen konzentrierter HNO_3 entfernt werden. Diese Maßnahme ist aber zum Wiedereinsatz in die Alkylierung unnötig. Zusatz von Oleum bringt endlich die 96 %ige Säure wieder auf die gewünschte Konzentration von 98 % H_2SO_4 . Mehrere im Laboratorium durchgeführte Versuche ergaben gut übereinstimmend einen Säureverlust von 14 - 16 %, bezogen auf die frisch in die Alkylierung eingesetzte 98 %ige Säure. In der folgenden Tabelle sind die bei der Aufarbeitung erzielten Stoffbilanzen aufgezeigt.

02230

02230

Z. Aufbereitg. einges. verbr. Alkyliersäure	Säure n. Verdünnung u. Teerabscheidg.		Säure n. der Konz. durch Destillation		erhaltenener Säureteer		flüchtige org. Substanz	leichtflüchtige Kohlenwasserstoffe u. SO ₂								
	g	Konz. C-% S-%	g	Konz. C-% S-%	g	C-% S-%										
4000	91,7	3,1	30,8	3340	50,7	0,5	17,4	3399	96,2	0,2	32,7	104	77,2	5,8	108	142

Aus nebenstehenden Werten errechnet sich eine Schwefelausbeute bei der Schwefelsäureaufbereitung von 90 %. Andere Versuche ergaben Schwefelausbeuten bis zu max. 94 %. Rechnet man nun ungünstigenfalls bei der technischen Aufarbeitung der Alkyliersäure mit einem Verlust von 20 %, bezogen auf die in die Alkylierung eingesetzte 98 %ige Frischsäure, so ergibt sich der tatsächliche Säureverbrauch bei der Alkylierung mit Normalbutylen zu 1,2 - 1,6 % 98 %ige Schwefelsäure, bezogen auf hergestelltes Alkylat. Je to Alkylat werden also 11,8 bis 15,7 kg 100 %ige Schwefelsäure verbraucht, vorausgesetzt, daß 98 %ige Schwefelsäure in die Alkylierung eingesetzt wurde.

F. Vergleich der Alkylateigenschaften mit denen des T 52-Produktes

Im Folgenden werden die analytischen und die motorischen Kennzeichen einiger Alkylate aufgezeigt. Des besseren Vergleiches wegen, sind die entsprechenden Eigenschaften des T 52-Produktes, wie es durch Polymerisation von Isobutylen und Hydrierung des Diisobutylens erhalten wird, mit aufgeführt.

Das verwendete Normalbutylen bestand zu 40 % aus Butylen II und zu 60 % aus Butylen I, wie es bei der katalytischen Dehydrierung von Normalbutan anfällt. Unterschiede in den Alkylateigenschaften, bei Produkten mit Butylen I oder II hergestellt, wurden nicht gefunden und sind deshalb bei der Aufstellung nicht berücksichtigt. Die aufgezeigten Alkylate wurden bei optimalen Bedingungen, aber verschiedenen Isobutankonzentrationen hergestellt und von 1 - 2 % Rückstand durch Redestillation getrennt.