

AT 244/Err.  
Dr. KS/Ps.

Referat Nr. 2.

#### Kontaktverteilung.

Bei dem Ausbau des Kontaktes aus dem Dehydratorofen konnte jedesmal festgestellt werden, dass der Kontakt, welcher sich in dem nach der Ofenseite zugekehrten, also inneren Rohren eines Bündels befand, wesentlich stärker geschwärtzt war und einen wesentlich höheren Koksgehalt hatte als der Kontakt aus den Aussenrohren. In ähnlichem Zusammenhang damit stand die Tatsache, dass das Durchbleiben des Kontaktes in den Rohren, welche nach dem Anfahren der Isobutandehydrirung für das TGS-Verfahren häufig auftrat und zeitweise zum Aufreißen der Rohre führte, bevorzugt an Innenrohren erfolgte. Die Erscheinungen waren nur dadurch zu erklären, dass in den Innenrohren ein wesentlich höherer Umsatz, verbunden mit stärkerer Cracking und erhöhter Koksabscheidung stattfand als in den Aussenrohren. Die Ursache dafür war, wie bei den Ofenbündeln, in ungleichmäßiger Produktbelastung der einzelnen Rohre einerseits oder andererseits in ungleichmäßiger Rauchgasverteilung auf die einzelnen Bündelrohre zu suchen. Ausserdem war beobachtet worden, dass der durch den Kontaktabrieb erzeugte Kontaktsplitt in den Innenrohren angereichert war, während die Aussenrohre nahezu frei von Splitt waren. Dieser Umstand führte auch dazu, dass sich die Schlitzrohre der Innenrohre stark mit Splitt zusetzten, während die Schlitzrohre der Aussenrohre frei waren (Bild 3: Schlitzrohre mit waagerechten Schlitzzen)

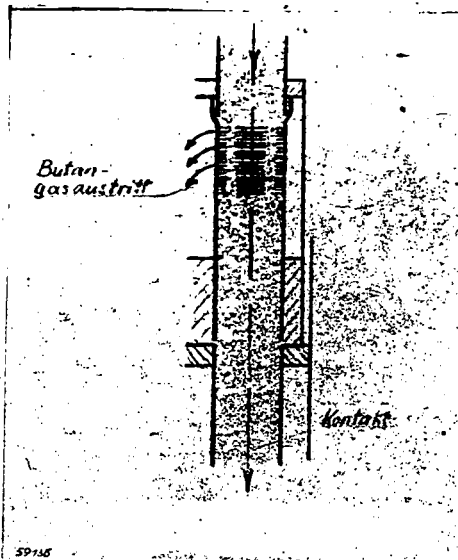


Bild 3: Kontaktaustragvorrichtung mit waagerechten Schlitzzen (alte Ausführung).

AT 244/Art.  
Dr. 10/Pa.

Referat Nr. 24

Durch diese Schlitzrohre findet am unteren Bündelende die Trennung des Reaktionsgases vom Kontakt statt. Die 1 mm breiten Schlitzlöcher verstopften sich bei den Innenrohren mit feinkörnigem Splitt und boten somit dem Gasstrom einen grossen Widerstand.

In Modellversuchen konnte nachgewiesen werden, dass der splittreichere Kontakt der Innenrohre dem Butangas einen höheren Strömungswiderstand bietet als der splittfreie Kontakt, der sich im Betriebsofen in den Aussenrohren befindet. Durch die Innenrohre konnte nur eine um 30% geringere Gasmenge strömen als durch die Aussenrohre. Unter Verwendung eines mit Splitt versetzten Schlitzrohres aus einem ausgebauten Betriebsofen im Modellversuch zeigte sich, dass der Butangasdurchsatz durch die Innenrohre infolge des grossen Strömungswiderstandes des Splittversatzes nur 15% des Durchsatzes durch die Aussenrohre beträgt. (4. Bild: Kontakt- und Splittverteilung auf die 16 Rohre eines Bündels im ursprünglichen Betriebszustand). Diese ungleichmässige Verteilung des Kontaktsplittes hat folgende Ursache: In dem schrägen Kontaktzulaufrohr von der Verteilerspinne zum Bündelkopf setzt sich der Splitt nach unten ab und gelangt bevorzugt auf die Innenrohre, da das Zulaufrohr über den Innenrohren endet.

Verteilung des Splittes auf die 16 Rohre eines Bündels eines Betriebsofens.

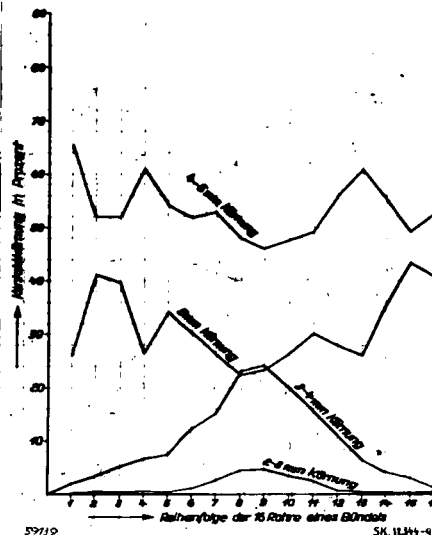


Bild 4: Siebanalyse des Kontaktes bei altem Betriebszustand.

AT 244/Erz.  
Dr. KB/24.

Referat Nr. 2;

23187

Eine Lösung des Problems ist im 5. Bild dargestellt; durch den schaufelförmigen Einsatz ist der unterliegende Splitt gezwungen, bis zur Mitte des Bündelkopfes zu rutschen und sich von dort gleichmäßig auf alle Rohre zu verteilen.

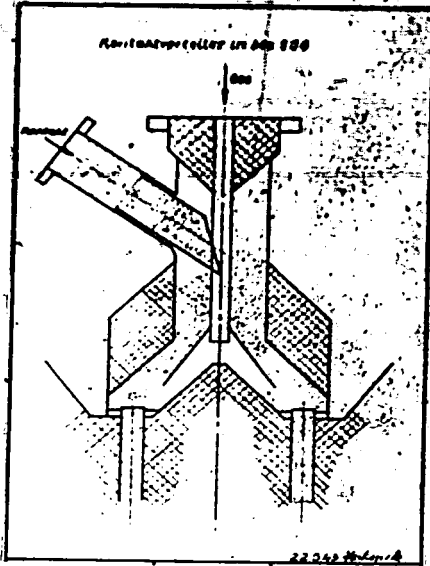


Bild 5: Im Betrieb verwendete Ausführung d. Kontaktverteilung.

Einen Vorschlag mit noch besserem Ergebnis zeigt das 6. Bild (mit Siebanalyse des Kontaktes).

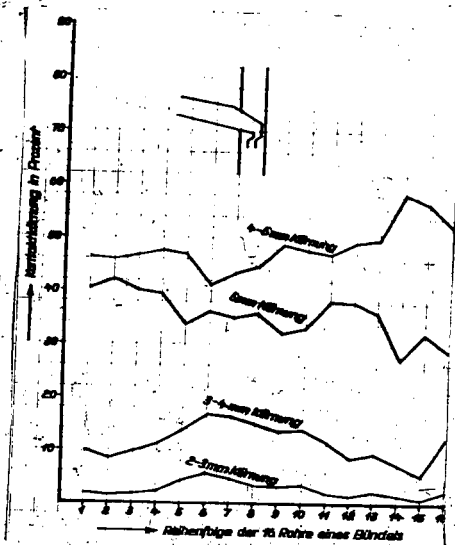


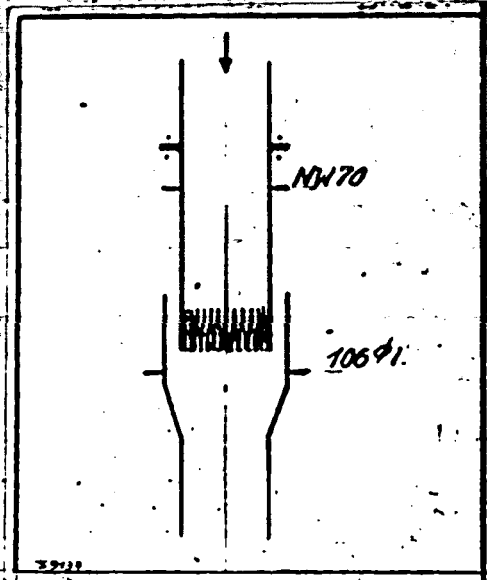
Bild 6: Ausführungsform einer Kontaktverteilung mit Siebanalyse.

040

AT 244/Erfr. Referat Nr. 27.  
Dr. K. P.

Hierbei wird durch Umlenkung des zulaufenden Kontaktes eine vollständig gleichmässige Verteilung des Splitts erreicht, wie die Siehanalyse nachweist, während bei der vorher gezeigten Anordnung (Bild 5) noch geringe Splittbildung an den seitlichen Rohren eintritt (Ursache: Stauung des zulaufenden Kontaktes am Butangaseintrittsrohr).

Nach Einbau derartiger Kontaktverteiler-Vorrichtungen in Betriebsöfen war immer noch, jetzt aber in unregelmässiger Anordnung, Splittvorsatz der Schlitzrohre zu beobachten, gegenüber der zuerst aufgetretenen regelmässigen Verstopfung der Innenrohre. Die endgültige Lösung konnte also nur im Austausch der Schlitzrohre gegen eine geeignete Gasaustrittsvorrichtung gesucht werden. Es wurde die Form eines Tauchrohres gewählt, dessen Ende zur Verringerung der Gasaustrittsgeschwindigkeit mit einem Zackenkranz versehen ist. (7. Bild: verbesserte Kontakt-Austragsvorrichtung). Nach Modellversuchen tritt ein Tanzen des Kontaktes durch die Gasströmung und dadurch bedingtes Mitreissen in den Produktgasweg bei gerade abgeschnittenem Tauchrohre bei der doppelten, bei Ausführung des Tauchrohres mit Zacken erst bei der dreifachen Normalbelastung ein. Diese Gasaustrittsvorrichtung ist ohne Störung seit Monaten in der Dehydrieranlage Louna in Betrieb. Mit dem Einbau der Kontaktverteilung und der Gasaustrittsstutzen an den Betriebsdehydrieröfen ist eine gleichmässige Butangasbelastung aller Bündelrohre gewährleistet. Nach dem Einsatz des aktiveren Dehydrierkontaktes für n-Butandehydrierung mit einer kürzeren Lebensdauer muß im laufenden Betrieb ein grösserer Kontaktabrieb eingestellt werden, um die zulässige Kontaktlebensdauer nicht zu überschreiten. Diese Forderung kann dadurch erfüllt werden, dass der Kontakt im Schleuskreislauf mit Maschensieben von 4 mm Weite an Stelle der früher verwendeten Siebe von 2 mm Maschenweite ausgesiebt wird. Infolge dieser Massnahme enthält der Kontakt im Dehydrierofen jetzt nur noch geringste Mengen Splitt. Es muss aber immer die Möglichkeit eines den früheren Verhältnissen entsprechenden grösseren Splittanteiles im Ofen, sei es durch Anwendung eines weniger abriebfesten Kontaktes, sei es durch Verlängerung der Kontaktlebensdauer, in Rechnung gesetzt werden. Die besprochenen Massnahmen zur Beseitigung des ungünstigen Einflusses ungleichmässiger Verteilung des Kontaktsplittes dürfen daher durch die Anwendung von 4mm-Sieben und der dadurch bedingten Verringerung des Splittanteils im Betriebskontakt nicht als unnötig oder überholt betrachtet werden.



**Bild 7:** Im Betrieb neu eingebaute Kontaktaustragvorrichtung.

**Rauchgasverteilung:**

Gleichzeitig mit den Untersuchungen über die Kontaktverteilung wurden Versuche zur gleichmäßigen Verteilung des Rauchgases auf die einzelnen Bündelrohre begonnen. Auch bei den kontaktseitig verbesserten Betriebsöfen zeigte sich noch immer ein höherer Koksgehalt auf dem Kontakt aus Innenrohren; letztere wurden offensichtlich stärker beheizt als die Aussenrohre. Durch Einbau von Rauchgasverteilerschürzen in Höhe des oberen und unteren Ringkanals zeigte sich noch keine Verbesserung. ( 8. Bild: Rauchgasverteilerschürze )

AT 204/Br.  
Dr. K. B.

Referat Nr. 2

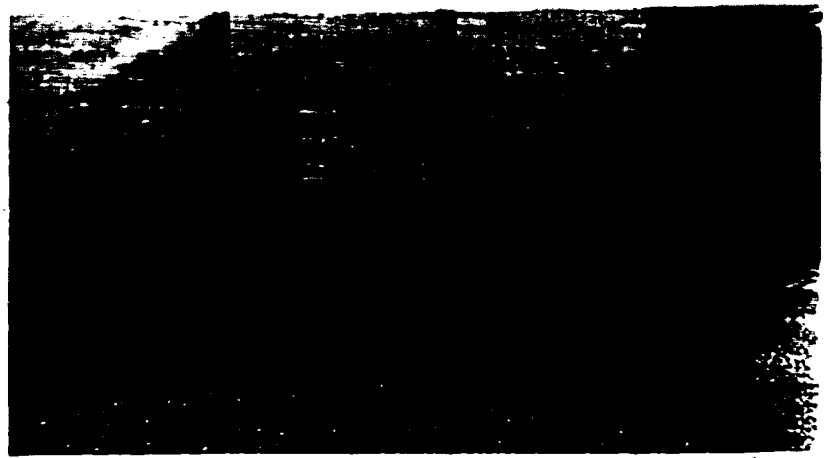


Bild 8: Bündel mit Rauchgasverteilerschürze.

Um zu exakten Ergebnissen zu kommen, wurde an einem in Betrieb befindlichen Dehydrierofen ein Bündel mit Luft in Strömungsrichtung von unten nach oben gefahren; die Unterschiede in den Luftaustrittstemperaturen am Bündelkopf wurden gemessen (9. Bild).

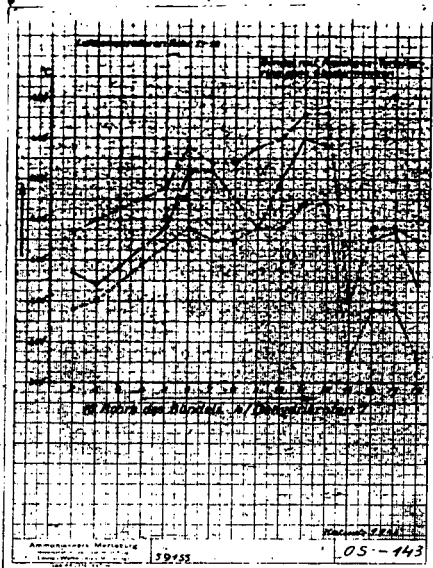


Bild 9: Versuche zur Rauchgasverteilung.

AT 244/Drf. Referat Nr. 2  
Dr. KB/Pz.

Der Temperatursprung bei Rohr 12 ist durch die dort sitzende Thermohülse verursacht. Die gemessenen Lufttemperaturen stellen das Abbild der unterschiedlichen Beheizung der Bündelrohre dar. Nachdem hierbei bevorzugte Beheizung der inneren Bündelrohre eindeutig festgestellt war, wurde empirisch mit der Verbesserung des vorliegenden Zustandes begonnen. Durch die Anbringung von Analysenstutzen an den 15 Rohren eines Bündels konnte der Umsatz in den Rohren kontrolliert werden und zeigte im ursprünglichen Betriebszustand Unterschiede von 12% im Oleringehalt des Reaktionsgases (10. Bild) und die gleiche Verteilungsform wie bei der Temperaturverteilung des mit Luft gefahrenen Versuchsbündels (Bild 9). Umsatz und Ausbeute nach Stockanalyse zeigt das 11. Bild.

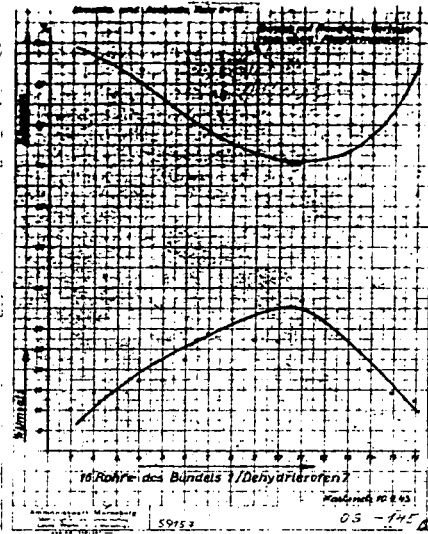
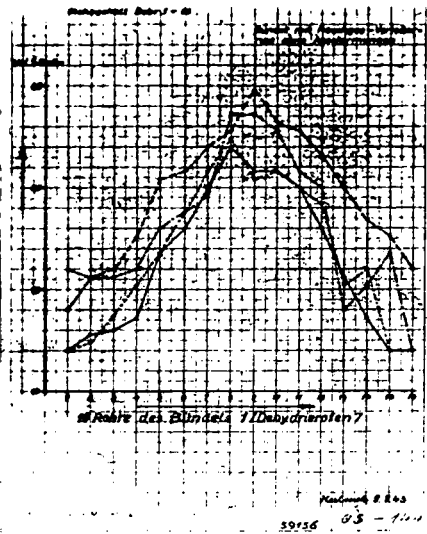


Bild 10: Versuche zur Rauchgasverteilung. (links)

Bild 11: Versuche zur Rauchgasverteilung. (rechts)

AT 244/Ref. Referat Nr. 2  
Dr. KB/Ps,

Nun wurden die Schlitzte in der Verteilerschürze an den  
Rohren 6-12 vollständig abgeschirmt, und der Versuch in  
dem mit Luft gefahrenen Bündel und durch Olerinbestimmung  
wiederholt. ( 12. und 13. Bild)

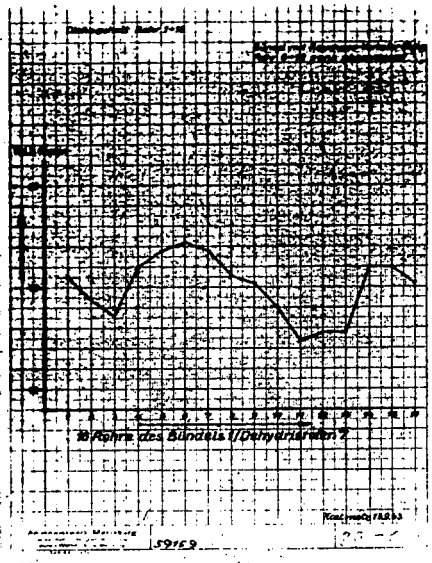
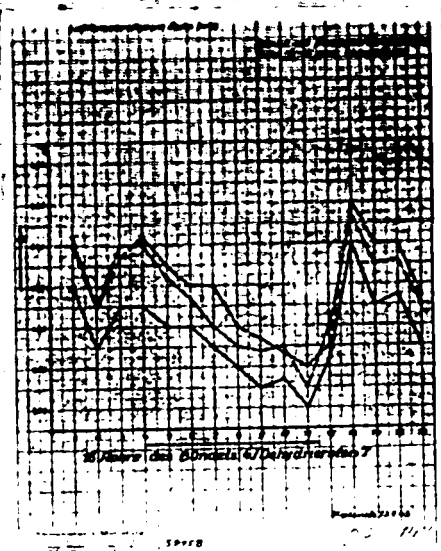


Bild 12 und 13: Versuche zur Rauchgasverteilung.



AT 244/251.  
Dr. KB/Pa.

Referat Nr. 2

Es ist deutlich zu erkennen, dass sich das Maximum an den Innenrohren in ein Minimum verkehrt hat. Daraufhin wurden die Abschirmungen an den Rohren 8, 9 und 10 wieder zu  $1/3$  entfernt. (14. und 15. Bild).

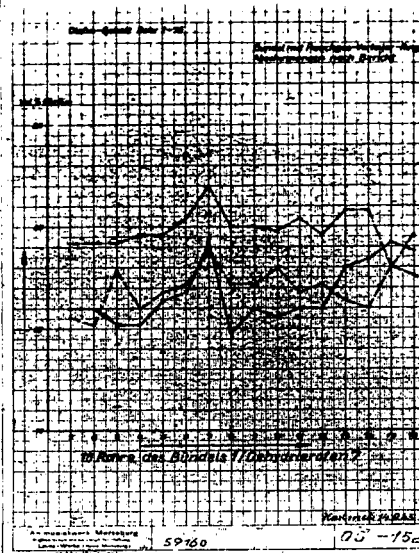
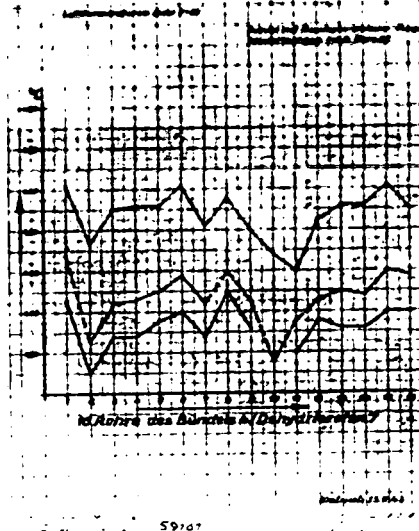


Bild 14 und 15: Versuche zur Radioaktivitätsverteilung vorläufiger Betriebszustand.

AT 244/Bri.  
Dr, KS/Ps.

Referat Nr. 3

Mit der Olefinanalyse konnte dabei eine Ausglei-  
chung der Rohre auf 3 - 4% gemessen werden. Es erwies sich als un-  
nötig, die entsprechenden Schlitzabschirmungen auch an der  
Verteilerschürze des unteren Ringkanals vorzunehmen. Die  
Ausführung der Analysenstützen zeigt das 16. Bild.

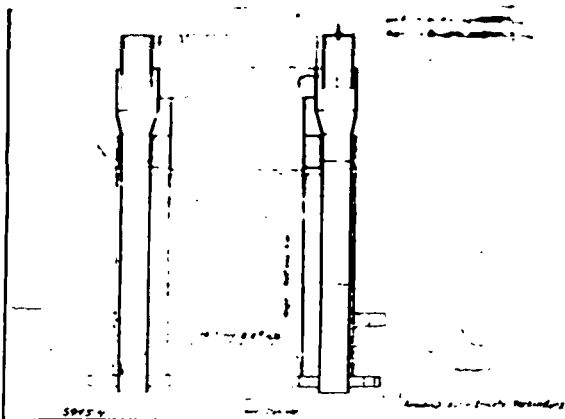


Bild 16: Analysenleitung an den Bündelrohren.

Die Umsatz- und Ausbeutebestimmungen und die Olefinanalysen bei den beschriebenen Versuchen wurden an einem Ofen durchgeführt, welcher hinsichtlich der Kontaktverteilung bereits verbessert war, also mit Kontaktverteilung und den neuen Gasaustrittsstützen ausgerüstet war. Die gemessenen 12% Differenz im Olefingehalt innerhalb der 16 Rohre ohne Verbesserung der Rauchgasverteilung müssen daher früher bei zusätzlicher ungleichmässiger Produktbelastung noch viel grösser gewesen sein, da sich die Auswirkungen der beiden ungünstigen Einflüsse von schlechter Splitt- und Rauchgasverteilung addieren.

Bei der Durchführung der beschriebenen Verbesserungen an den Dehydrieröfen kam es nicht allein darauf an, durch gleichmässigen Umsatz in allen Bündelrohren die Gesamtleistung des Dehydrierofens an Umsatz und Ausbeute zu heben, sondern auch besonders darauf, schädliche Überhitzung und dadurch bedingte vorzeitige Alterung des Kontaktes zu verhüten.

An einem umgebauten Betriebsofen waren 128 Analysenstützen angebracht worden; die Messungen ergaben durchschnittlich noch Differenzen von etwa 4% im Olefingehalt innerhalb der 16 Rohre eines Bündels. An einem zweiten Dehydrierofen waren weitere 4 Bündel mit Analysenstützen ausgestattet

wurden; die durchgeführten Olerikanalysen zeigen dasselbe Bild. Das an einem Versuchsbündel erzielte Ergebnis erwies sich damit für alle Öfen und alle Bündelgültig. Durch weitere Versuche kann der erreichte Zustand aber sicher noch verbessert werden; es ist dabei jedoch zu beachten, dass die Abschirmung anfallender Bündeln gleichmässig durchgeführt werden muss, um die gegenseitige Austauschbarkeit der Bündel weiterhin zu gewährleisten.

#### Allgemeine Änderungen:

Im Zuge des Umbaus der Betriebsöfen der Dehydrieranlage nach den geschilderten Gesichtspunkten wurde auch der Austausch der Rohre von 56 mm Durchmesser, wie sie bei der i-Butandehydrierung verwendet wurden, gegen solche mit 70 mm Durchmesser vorgenommen. Diese Umstellung hat sich hinsichtlich der Ausbeute nicht nachteilig ausgewirkt; bei dem grösseren Rohrdurchmesser war die Möglichkeit einer Ausbeuteverschlechterung durch Wandüberhitzung in Erwägung zu ziehen. Die Öfen mit 70er Rohren ermöglichen aber niedrigere Belastungen infolge grösseren Reaktionsraumes bei gleichem Durchsatz, was sich auf den Umsatz günstig auswirkt. Für die n-Butandehydrierung war 700-fache Kontaktbelastung gefordert gegenüber 1000-facher beim i-Butan. Mechanische Störungen sind an den erweiterten Rohren ebenfalls nicht aufgetreten. Der störungsfreie Betrieb der Dehydrierung wird nach wie vor durch die Abhorchkontrolle der Stimmgabeln sichergestellt. Die mechanischen Verluste im Ofenbau sind gering und betragen etwa 5% bei 12 - 15% mechanischen Verlusten in der Gesamtanlage; sehr bewährt hat sich der von der Betriebskontrolle Leuna entwickelte Butanschnüffelapparat, dessen Prüfergebnisse durch die in mehrmonatlichen Abständen vorgenommene Flammenprobe im Ofenhaus jedesmal bestätigt wurden. Die Massnahmen, welche zur weitestgehenden Abdichtung des Ofenbaues geführt haben, waren: Zuschweissen aller heissen Flanschen, welche bei gewöhnlichen Reparaturen oder bei Überholung des Ofens nicht gelöst werden müssen; Anbringung einer Blechabschirmung am Ofenkopf, um die heissen Flanschen vor kalter Zugluft zu schützen; Anwendung temperaturbeständiger Schrauben und die Temperatursenkung bei der Normalbutan-Dehydrierung. Die Laufzeiten der Dehydrieröfen konnten dabei bis zu 250 Tagen und darüber gesteigert werden.

Nach der Umstellung von i-Butan- auf n-Butan-Dehydrierung machte sich zunächst starker Ölanfall im Dehydrierergas durch Versetzungen des ersten (kältesten) Wärmeaustauschers störend bemerkbar. Wir reinigen denselben nunmehr in regelmässigen Abständen von 4 - 6 Wochen durch Auskochen mit Mittelöl oder AT-Rückstand, wobei sich Umgänge an den Austauschern sehr bewährt haben, welche das Abstellen des Ofens während der Reinigungszeit von etwa 6 - 8 Stunden vermeiden. Das Öl fällt weiterhin teils am Koksfilter, teils am Gaskühler je nach seinem Siedeverhalten an und wird dort täglich abgestreift; es ist stark aromatisch und verdankt seine Bildung offenbar der Diensynthese zwischen einem Teil des anfallenden Butadiens einerseits und Butylen andererseits und abschliessender Aromatisierung im Dehydrierofen. Wir beabsichtigen, das am Gaskühler anfallende Öl mit einem Siedebereich von 250 - 400° zum Auskochen der Wärmeaustauscher zu verwenden.

AT 244/Brf. Referat Nr. 2.  
Dr. K5/Pz.

Die Kaltgasgebläse sind seit 3 Monaten stillgelegt; häufigere Störungen an den Schleusen haben sich dadurch nicht eingestellt. Das Abstellen der Kaltgasgebläse wurde ermöglicht durch eine weitere erreichte Temperatursenkung in der Dehydrierung bei den im Nachfolgenden beschriebenen Versuchen zur Trocknung des Dehydrierkontaktes.

#### Kontaktstrocknung

Einen weiteren, wesentlichen Fortschritt in der n-Butan-dehydrierung brachte die Vortrocknung des Dehydrierkontaktes.

Es war durch frühere Versuche bekannt, dass ein Wasserdampfgehalt im Butangas von mehr als 0,1 Vol.% die Dehydrierung ungünstig beeinflusst. Die laufende analytische Überwachung des n-Butans in der Dehydrierstufe der AT-Anlage ergab stets Werte von 0,03 - 0,05 Vol.% Wasserdampf, welche somit weit unter der genannten Schädlichkeitsgrenze liegen. Es bestand aber noch eine zweite Möglichkeit, dass Feuchtigkeit in das Dehydriergas gebracht wurde:

Der hochaktive Kontakt konnte an einer Stelle seines Schleusenkreislaufes Wasser adsorbieren und auf diese Weise in den Reaktionsofen einbringen. Aus den Ergebnissen der durchgeführten Wasserbestimmungen des Kontaktes gelangten wir zu dem wichtigen Erkenntnis, dass der Kontakt im Regenerationsofen durchschnittlich 0,7 Gew.% Wasser adsorbiert. Daraus errechnet sich unter den Betriebsverhältnissen der Dehydrieranlage durch das vom Kontakt eingebrachte Wasser ein Wasserdampfgehalt von etwa 0,25 Vol.% im Dehydriergas, welcher damit weit über dem zulässigen Feuchtigkeitsgehalt von 0,1 Vol.% liegt. Den Feuchtigkeitsgehalt des Kontaktes in den verschiedenen Stufen seines Schleusenkreislaufes zeigt das 17. Bild.

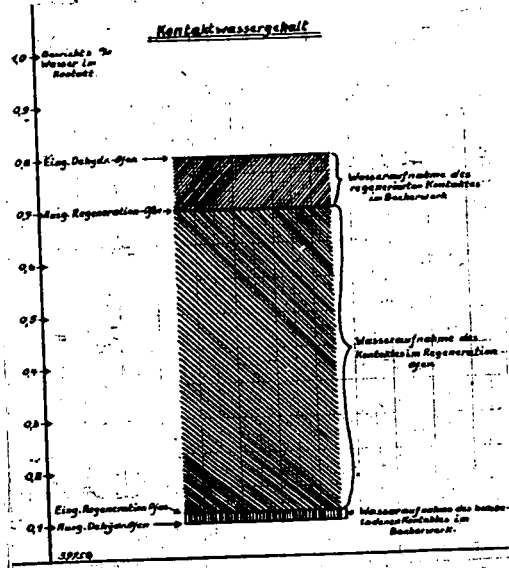


Bild 17.4 Feuchtigkeitsgehalt des Dehydrierkontaktes. 049

Der koksbeladene Kontakt verlässt den Dehydrierofen trocken und nimmt auf dem Wege zum Regenerationsofen im Becherwerk praktisch keine Feuchtigkeit auf, da sein Adsorptionsvermögen durch die Koksbeladung sehr stark verringert ist. Der regenerierte Kontakt verlässt den Regenerationsofen mit etwa 0,7 Gew.-% Wasser und nimmt im Becherwerk zusätzlich noch etwa 0,1 Gew.-% Wasser auf. Die Wasseraufnahme des Kontaktes im Regenerationsofen ist bedingt durch einen Wasserdampfspiegel von 5 - 8 Vol.-% im Wälzgas des Regenerationsofens, welcher sich durch direktes Zubrennen von Heizgas zur Aufrechterhaltung der Regenerationstemperatur und durch Verbrennung der Kohlenwasserstoffverbindungen des Kokes einstellt. Das Adsorptionsvermögen des regenerierten Kontaktes wird dadurch veranschaulicht, dass der Feuchtigkeitsgehalt einer Kontaktprobe nach 24-stündigem Lagern an der Luft von 0,7 Gew.-% auf 5,3 Gew.-% angestiegen war.

Es musste somit möglich sein, bei Ausschaltung des ungünstigen Einflusses der Feuchtigkeit auf die Dehydrierung durch Vortrocknen des Kontaktes eine erhebliche Umsatzsteigerung bezw. Temperatursenkung bei gleichbleibendem Umsatz zu erzielen. Eine Temperatursenkung bei der Dehydrierung des n-Butans musste aber von grösster Bedeutung werden. - Die bisherigen Betriebserfahrungen der AT-Anlage Treuna haben nämlich ergeben, dass der Schwefelsäureverbrauch in der Alkylierstufe von der Dehydriertemperatur des n-Butans abhängig ist. Der Grund dafür ist die Entstehung steigender Butadienmengen mit steigender Dehydriertemperatur aus Gleichgewichtsgründen. Ausserdem musste sich eine Temperatursenkung günstig auf die Dehydriererausbeute auswirken. Neben der Durchführung von Kleinversuchen zur Untersuchung der Bedingungen, unter welchen die Trocknung des Kontaktes technisch ausgeführt werden kann, war es erforderlich, den Einfluss der Kontaktvortrocknung auf den Umsatz bei der n-Butandehydrierung im Betriebsofen zu untersuchen, wobei die Kontaktvortrocknung zunächst nur behelfsmässig durchgeführt werden konnte.

Zu diesem Zweck wurde über den regenerierten feuchten Kontakt in einem der nicht in Betrieb befindlichen Dehydrieröfen bei 500 - 525° C, also unterhalb der Dehydriertemperatur, 1000 m<sup>3</sup> Stickstoff / h gefahren. Die Verweilzeit des Kontaktes im Trocknungsöfen beträgt dabei 2 1/2 Stunden. Die Fahrweise geht aus dem 18. Bild hervor (Skizze) Anstelle der üblichen Betriebsbecherperiode, wobei mit dem Becherwerk I der regenerierte Kontakt in den Dehydrierofen und mit dem Becherwerk II der koksbeladene Kontakt in den Regenerationsofen gefahren wird, treten 2 Becherperioden. In der ersten Periode wird der regenerierte Kontakt in den Trocknungsöfen gefahren und der koksbeladene Kontakt, wie üblich, aus dem Dehydrierofen in den Regenerationsofen. In der anschliessenden zweiten Periode wird der getrocknete Kontakt aus dem Trocknungsöfen mit Becherwerk I durch eine

AT 22/22  
Dr. 13/22

Referat 22/22

einfache Fahrsvorrichtung nach Beckerwerk II gefahren und aus diesem in den Dehydratorofen. Dieses Verfahren zur Kontakttrocknung ist von vornherein als behelfsmäßig zu betrachten und besitzt folgende Nachteile:

- Der getrocknete Kontakt verlässt den Trocknungs-Dehydratorofen infolge der Schließschüttlung kalt und nimmt im Beckerwerk wieder Feuchtigkeit auf (etwa 0,1 Gew.-%).
- Kontakt und Trocknungsgasstoff werden im Gleichstrom geführt. Der Gasstoff verlässt den Trocknungs-Dehydratorofen mit etwa 0,5 Vol.-% Feuchtigkeitsgehalt (berechnet und im Betriebsversuch analytisch bestimmt); der Kontakt ist daher nicht vollständig getrocknet.
- Bei der Schaltung von 2 Dehydratoröfen auf einen Trocknungs-Dehydratorofen verdoppelt sich die Verweilzeit des Kontaktes im Dehydratorofen auch bei betriebmäßig schnellstmöglicher Schließung des Trocknungs-Dehydratorofens, da immer ein Dehydratorofen abwechselnd mit trockenem Kontakt bedient werden muss.
- Das Verfahren erfordert zusätzliche Kapazität an Dehydratoröfen.

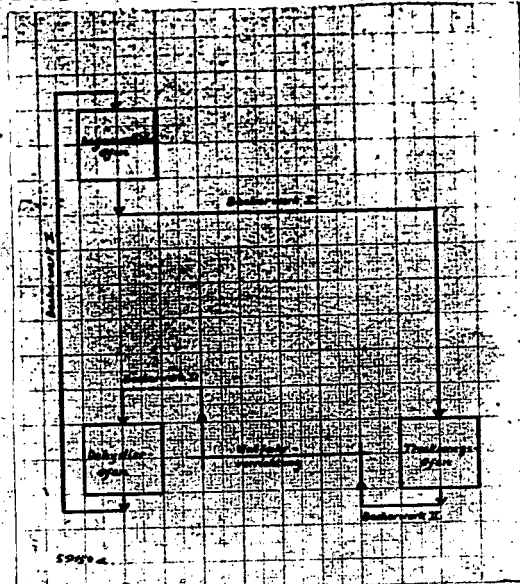


Bild 18: Fahrweise der Beckerwerke bei behelfsmäßiger Kontakttrocknung.

Die Auswirkung der Kontakttrocknung in einem geschalteten Dehydrierofen wird durch das folgende Diagramm veranschaulicht.

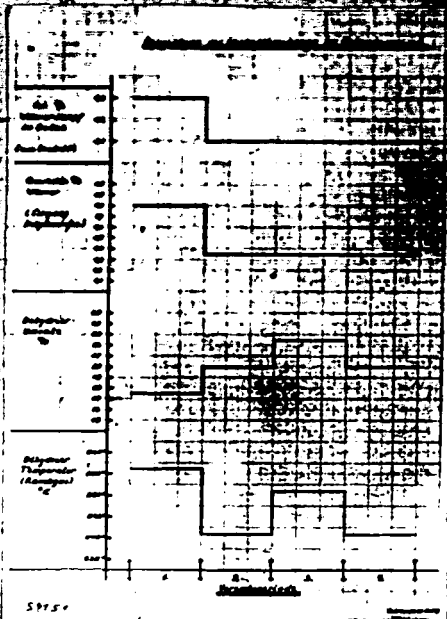


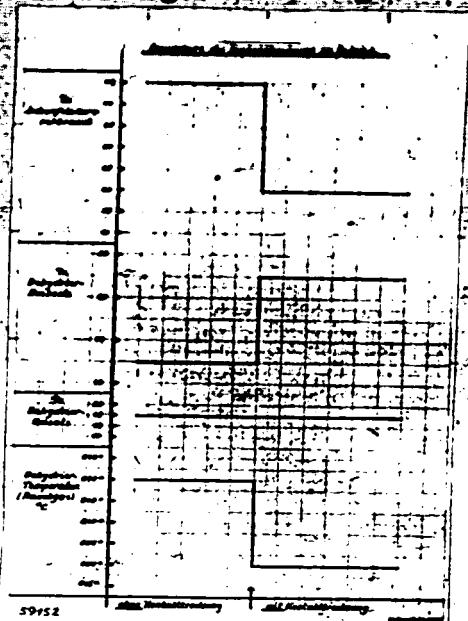
Bild 19: Versuchsergebnisse der Kontakttrocknung.

Die erste Versuchsperiode stellt den Betriebszustand des Dehydrierofens ohne Kontakttrocknung dar. In der zweiten Versuchsperiode konnte durch die Vortrocknung des Kontaktes die Dehydriertemperatur um  $15^{\circ}$  gesenkt werden, gleichzeitig stieg der Umsatz von 17,5% auf 20%. Bei Wiedererhöhung der Dehydriertemperatur um  $10^{\circ}$  stieg der Umsatz weiter auf 22,5% an (dritte Versuchsperiode). Die vierte Versuchsperiode ist die Wiederholung der zweiten mit gleichem Ergebnis und wurde im laufenden Betrieb weitergeführt. Die Zuschaltung eines zweiten Dehydrierofens auf denselben Trocknungssofen zeigte bei diesem zweiten Dehydrierofen dieselbe günstige Auswirkung der Kontakttrocknung auf den Dehydrierumsatz wie bei dem zuerst geschalteten Dehydrierofen. Auf Grund dieser Versuchsergebnisse wird die gesamte Dehydrieranlage Leuna nach der beschriebenen Fahrweise seit einigen Monaten mit dem durch Stickstoff behelfsmässig getrockneten Kontakt mit Erfolg gefahren. Es sind 4 Dehydrieröfen mit 2 Trocknungsöfen und 2 Regenerationsöfen in Betrieb; es sind je 2 Dehydrieröfen auf einen Trocknungssofen und einen Regenerationssofen geschaltet. Zur Trocknung sind  $2000 - 2500 \text{ m}^3 \text{ N}_2/\text{h}$  erforderlich. Diese betriebmäßige Trocknung des Kontaktes führte im Durchschnitt zu einer Temperaturenkung von  $15 - 20^{\circ} \text{ C}$  im Dehydrierofen. Bei gleichbleibendem Umsatz von 18 - 20%

AT 204/Br.  
Dr. 10/Br.

Referat Nr. 20

stieg bei der niedrigeren Kontakttemperatur die Dehydrier-  
ausbeute von 70 - 72% auf 80 - 82% an. Der Schwefelsäureverbrauch  
in der Alkylierungsstufe sinkt von 50% auf 20 - 25% zurück. In  
20. Bild sind diese Ergebnisse dargestellt.



**Bild 20:** Betriebsergebnisse mit behelfsmässig vor-  
getrocknetem Kontakt.

Unter Einsatz von neuem Dehydrierkontakt und der dadurch bedingten niedrigeren Dehydrier-temperatur konnte mit der beschriebenen Kontakt-trocknung sogar ein Schwefelsäureverbrauch von nur 16% in der nachgeschalteten Alkylierungsstufe erreicht werden; wir lagen damit im Bereiche des für die AT-Anlage veranschlagten Schwefelsäureverbrauches. Diese Tatsache beweist auch ganz eindeutig, dass der derzeit noch höher liegende Verbrauch an Schwefelsäure im laufenden Betrieb durch die in der Dehydrierstufe angewandte Temperatur bedingt ist. Weitere Verbesserungen können in der Hauptsache nur durch Weiterentwicklung in der Dehydrieranlage erwartet werden. Der Einfluss der Kontakt-trocknung auf die Dehydrieranlage und den Säureverbrauch wurde durch Abstellen und Wiederinbetriebnahme der Trocknung mehrmals bestätigt. Die so durchgeführte Lösung des Problems der Kontakt-trocknung kann, wie bereits erwähnt, nur als behelfsmässig betrachtet werden. Bei Durchführung der Kontakt-vortrocknung in einer Form, bei welcher die geschilderten Nachteile dieser behelfsmässigen Trocknung vermieden werden,



ist mit einer weiteren Verbesserung des Ergebnisses zu rechnen. Über die Planung einer derartigen Trocknungsanlage wird Herr Öbering. Keinke referieren.

Die Wasseraufnahme des Kontaktes im Regenerationsofen kann auch nicht verhindert werden, wenn das direkte Zubrennen von Heizgas vermieden wird. Es stellt sich aus der Feuchtigkeit der zur Koksverbrennung benötigten Luft und aus dem Wasser, welches bei der Verbrennung der wasserstoffhaltigen Koksanteile entsteht, immer noch ein Wasserdampfpegel von etwa 2,5 - 3 Vol.-% im Wälzgaskreislauf des Regenerationsofens ein, welcher ausreicht, um den Kontakt in unerwünschter Weise mit Wasser zu beladen.

Durch Zufahren grösserer Mengen trockenen Stickstoffs konnte aber eine Senkung des Wasserdampfpegels und deutliche Verringerung der vom Kontakt aufgenommenen Wassermenge erzielt werden.

Die Auswirkung der behelfsmässigen Kontakttrocknung zeigt sich auch deutlich in der Gegenüberstellung zweier gut vergleichbarer Monatsbetriebsergebnisse der AT-Anlage Leuna. Gleich war in beiden Fällen die Betriebszeit des eingebauten Kontaktes, nämlich 4 Monate, die eingestellte Kontaktlebensdauer mit 300 Stunden und der Umsatz in der Dehydrierung mit etwa 20 %. Im ersten Fall, alter Betriebszustand, betrug die Produktion 2 700 t (in 31 Tagen) mit 5 Öfen, im zweiten Fall, mit umgebauten Dehydrieröfen und behelfsmässiger Kontakttrocknung, 3 000 t mit 4 Öfen.

Im alten Zustand lag die Dehydriertemperatur bei 580°C bei 4 Stunden Kontaktverweilzeit, 3,5 % C auf dem Kontakt und 40 % Schwefelsäureverbrauch in der Alkylierstufe.

Im zweiten Fall lag die Dehydriertemperatur bei 550°C bei 8 Stunden Kontaktverweilzeit, 1,8 % C auf dem Kontakt und 22 - 23 % Schwefelsäureverbrauch in der nachgeschalteten Alkylierstufe.

Die Dehydrierausbeute stieg von 75 % auf 85 %, die Ausbeute in der Gesamtanlage war nahezu um 10 % angestiegen.

Dr. Köhler  
Dr. Köhler

Diskussion zu Referat 2.

Dr. Dr. Hedelmann:

Ist Kontakttrocknung mit Luft möglich?

Dr. Herbert:

Nur unter ganz besonderen Vorsichtsmassnahmen könnte mit Luft getrocknet werden. Der Dehydrierkontakt wird nämlich nicht vollständig, sondern nur auf "schwarzen Korn", d.h. bis auf einen bestimmten restlichen Kohlenstoffgehalt regeneriert. (Kürzere Regenerationszeit bei gleicher Aktivität.)

Die Kontakttrocknung muss bei verhältnismässig hoher Temperatur durchgeführt werden. Es besteht daher die Gefahr, dass der letzte Kohlenstoffrest im Kontakt abbrennt und hierbei der Kontakt durch unkontrollierbare Temperatursteigerung verbrannt wird.

Dr. Hüttner

erwähnte folgende Änderungen an den Pölitzer Dehydrierofen:

- 1) Anstelle der früher eingebauten flachen Rauchgas-Drosselteller hat Pölitz jetzt konische Teller zur besseren und feineren Regulierung angebracht. Die Massnahme hat sich sehr gut bewährt, da mit den Drosseltellern jetzt wirklich reguliert werden kann.
- 2) Die Trennung des Spaltgases vom Dehydrierkontakt am Ende des gemeinschaftlichen Weges durch die Rohre des Dehydrierofens wurde in Pölitz anders ausgebildet als in Leuna. Die Anordnung der Trennstelle "Gasweg / Kontaktweg" bei den Ausführungen Leuna und Pölitz gibt das nachstehende Bild in etwa wieder. (siehe folgende Seite).

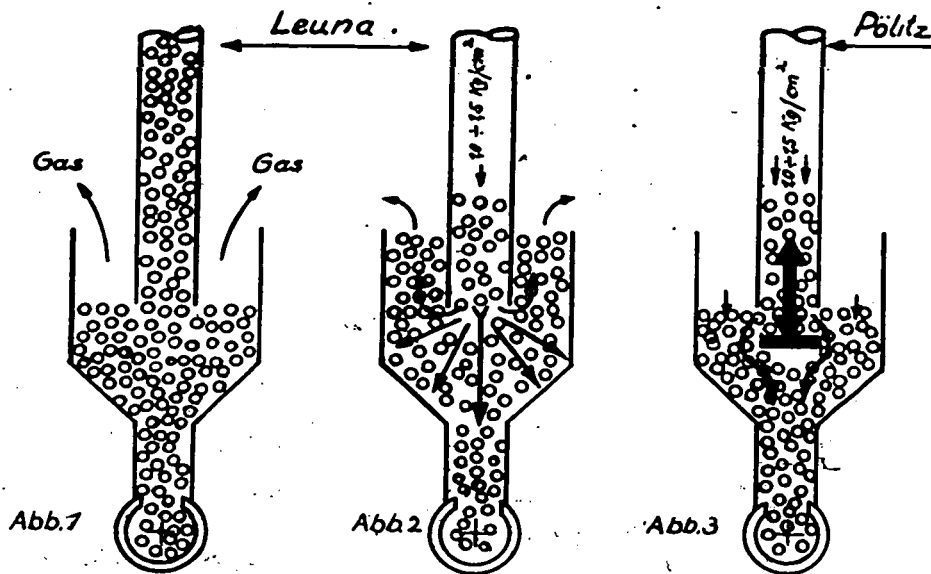
23203

AT 244/Ref.  
Dr. Kb/Ps.

Diskussion zu Referat 2.

USK 513R

## Trennkammer T52-Dehydrier-Ofen Bild 21

Name: *Pölit*  
Datum: 17.4.44  
Anlage: LVB-Nr.:

Friedrich Uhde, Ingenieurbüro u. Fabrik für chem. Apparate

Leuna, Kr. Merseburg

**Bild 21.** Anordnung der Trennstelle "Gasweg/Kontaktweg" bei den Ausführungen Leuna und Pölit

Bei der endgültigen Ausführung der Trennkammer hat Pölit statt der im Bild dargestellten geraden Fallplatten eine etwas geneigte Platte eingebaut. Bei dieser Anordnung wird der Druck der Kontaktsäule von der Platte aufgenommen, es wird hierbei also vermieden, dass der Druck der Kontaktsäule von dem Kontakt bis zur Schleuse selbst getragen werden muss.

056

AT 244/247. Discussion zu Referat 2.  
Dr. K. P.

Durch das Abfließen der Kontaktsäule soll das Abfließen des Kontaktes nach oben, entgegen dem eigentlichen Kontaktweg vermieden werden. Das abströmende Gas muss bei der Pölitzer Anordnung den Kontakt bei ovtl. Mitreissen höher anheben als bei der Leuna Ausführung.

- 3) In dem Kontakteinlauf wurden schräge Rinnen eingebaut, die die Entmischung des Kontaktes im wesentlichen aufheben. Anordnung siehe beigefügte Abbildung. (Bild 22)
- 4) Die Analysenstutzen aus Eisen wurden entgegen der Anordnung Leuna unterhalb der Wasserkammern eingeführt. Die Analysen von Leuna und Pölitze sind gleichartig.
- 5) Die beiden Schürzen ( obere und untere) zur gleichmässigen Rauchgasverteilung im Dehydrierofen wurden in Pölitze noch nicht eingebaut, da Pölitze wegen des grossen Isobutan- Anfalles seit Monaten mit 4 Öfen fährt und deshalb praktisch keine Umbauarbeiten vornehmen kann. Ausserdem hat Pölitze wegen der gleichmässigen Rauchgasverteilung einige Versuche eingeleitet, über die abschliessend noch nicht berichtet werden kann. Soweit sich Pölitze dazu entschliessen wird, die Schürzen einzubauen, soll dies bei der Umstellung von T 52 auf AT geschehen. Die Umstellung in der Destillation bedingt sowie so eine Abstellung der gesamten Anlage für mehrere Tage.

Dir. Dr. Giesen:

Diese Fragen sind zum grossen Teil bei früheren Erfahrungsaustausch- Besprechungen durchgearbeitet worden. Die von Pölitze gewählte Anordnung der Trennkammer " Produktgas / Kontakt" hat praktisch gegenüber der Leuna-Ausführung keine Vorteile, da bisher in keinem Falle ein Überreissen des Kontaktes durch Druck auf die Kontaktsäule oder zu hohe Gasgeschwindigkeit festgestellt werden konnte. Auf Befragen bestätigen auch die Herren von Scholven, die die gleiche Ausführung wie Leuna haben, dass die Form der Trennkammer den praktischen Anforderungen des Betriebes genügt.

POOR  
COPY

65

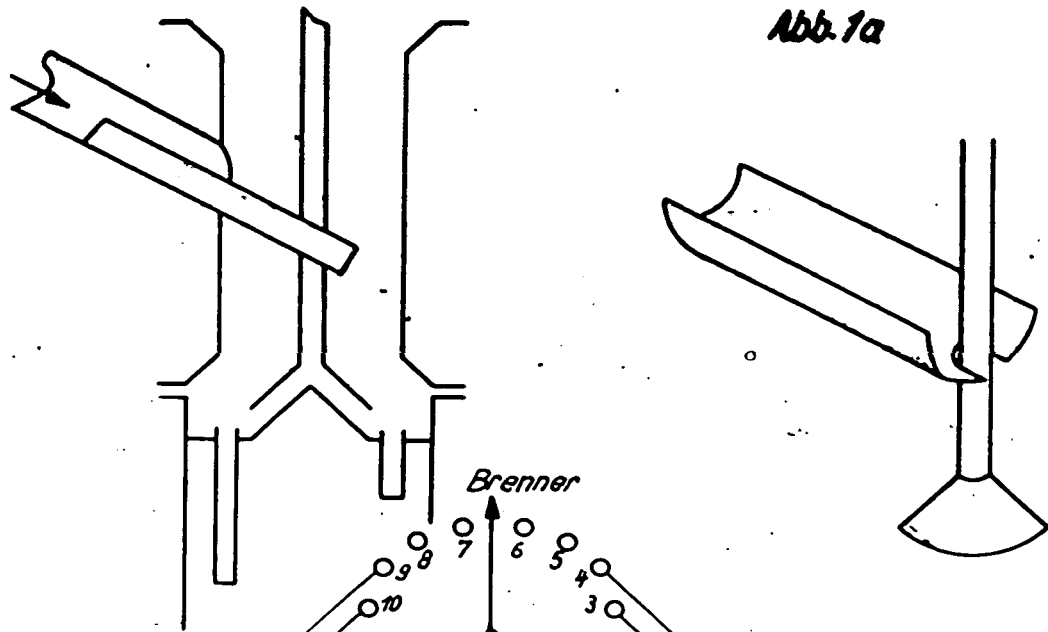
# Kontakteinkaufrohr im Oberteil

23205

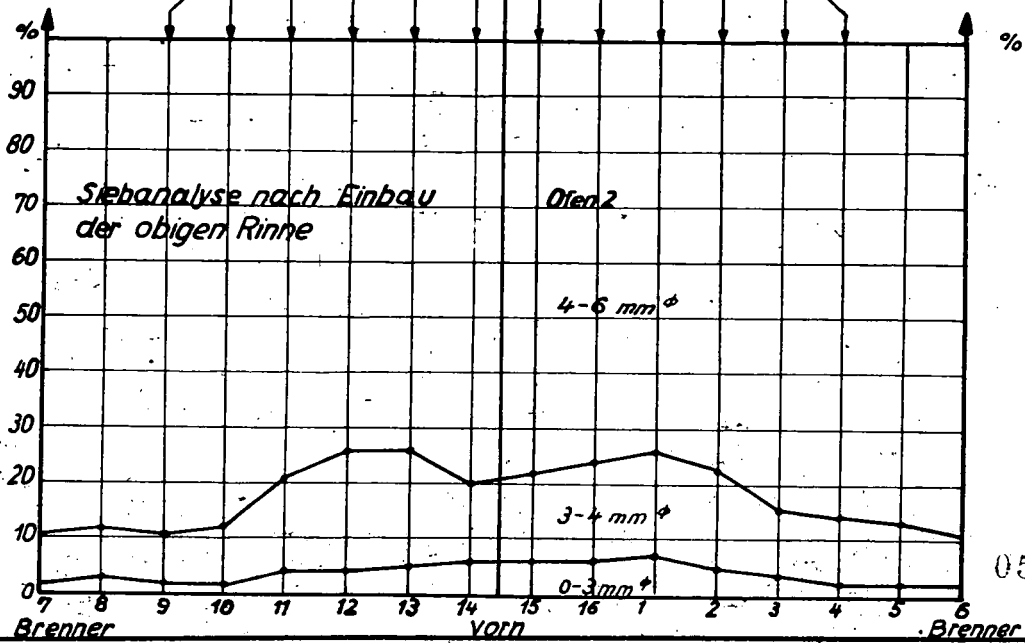
# Bild 22

Abb. 1a

USK 514R



Anlage: LVB-Nr.: Datum: 17.4.1944 Name: Fleische



Friedrich Uhde, Ingenieurbüro u. Fabrik für chem. Apparate | Leuna, Kr. Merseburg

23 24/27.  
Dr. H. P.

Diskussion zu Referat 2.

Wegen des Einbaues der Rauchgasverteileranlagen machte Herr Dr. Giesen darauf aufmerksam, dass vor Umstellung auf das II-Verfahren, d.h. in der Dehydrierung von Isobutan auf Normalbutan die Behälter nach den Leuna-Erfahrungen unbedingt eingebaut werden müssen.

Dr. Hüttner:

Werden in Leuna Magnet-Abscheider in Kontakt-Kreislauf verwendet?

Dr. Strätz:

Leuna wollte bei den anfänglichen Betriebserfahrungen Magnet-Abscheider einbauen. Da jedoch ca. ein Vierteljahr nach Inbetriebnahme der Dehydrierung das Anfallen von unerwünschten Eisenteilen aufhörte, wurden in Leuna Magnet-Abscheider nie eingebaut.

Dr. Hüttner:

Werden in Leuna heisse Flanschen im Dehydrier-Ofenhaus noch abgeleuchtet?

Dr. Strätz

teilt dazu mit, dass durch das weitgehende Verschweissen der heissen Flanschverbindungen die Undichtheiten im Ofenhaus viel geringer geworden sind; das Ablichten mit Fackeln erfolgt nur ab und zu.

Obering. Palzer:

Bei den neuen Dehydrieranlagen Wesseling, Brix, Böhlen und Blechhammer wurde eine vollkommen neue Flanschverbindung gewählt, die sich bei gleichen Betriebsbedingungen bestens bewährt hat. Über den Vergleich der beiden Flanschverbindungsarten siehe beiliegendes Bild (Bild 23).

Dr. Lauppe:

Scholven hatte ebenfalls bei den nicht umgebauten Ofen Unterschiede im Umsatz in den einzelnen Rohren bis zu 5 % gemessen.

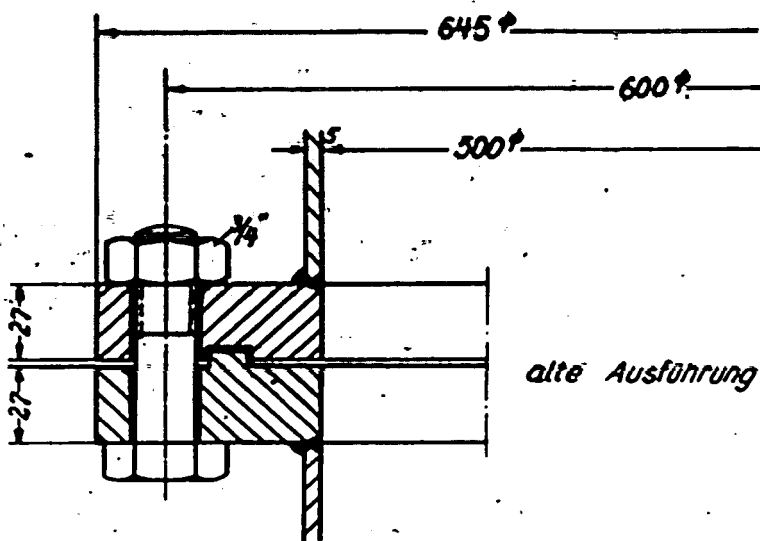
Wie ist die Verölung der Wärmeaustauscher bei der Normalbutan-Dehydrierung zu erklären?

MSK 515 R

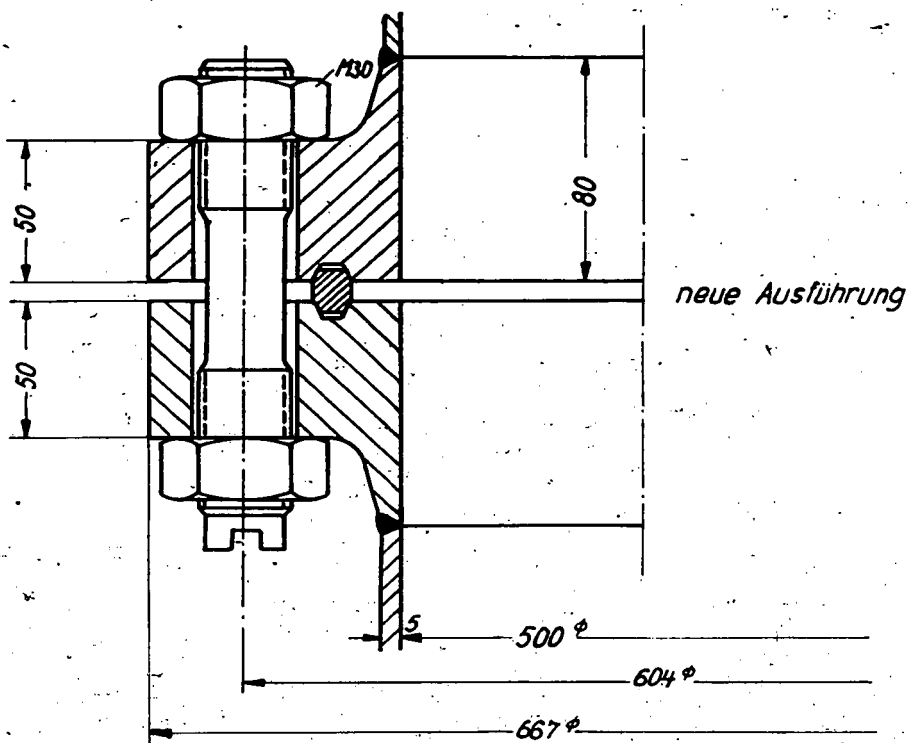
# Heiße Flanschen am Dehydratorofen.

23201

Bild 23



alte Ausführung



neue Ausführung

Anlage:  
LVB.-Nr.:

Datum: 20.4.44 Name: H. H. H.

Friedrich Uhde, Ingenieurbüro u. Fabrik für chem. Apparate

Leuna, Kr. Merseburg

060

AF 244/Ref.  
Dr. EB/Pa.

Diskussion zu Referat 2.

Dr. Strätz:

Bei der Dehydrierung von Normalbutan bildet sich ein Öl mit aromatischem Charakter. Das Kondensatgebiet liegt zwischen 100 und 200° C, sodass daher im kältesten Wärmeaustauscher (Wärmeaustauscher 1) die Kondensierung dieses Öles erfolgt.

Dr. Lauppe:

In Scholven war vorgesehen, den Kontakt mit Frisch-Isobutan anstelle von Stickstoff zu trocknen. Ist es möglich, hierfür Kreislauf-Isobutan zu verwenden; da die Frisch-Isobutanmenge für die Kontakttrocknung nicht ausreichend ist?

Dr. Strätz:

Das Kreislauf-Isobutan wird wahrscheinlich nicht trocken genug sein. Leuna wird sofort den Wassergehalt des Kreislauf-Isobutans feststellen.

Dipl.-Ing. Fischer:

Wird der Stickstoff zur Kontakttrocknung in Leuna im Kreislauf gefahren?

Dr. Strätz:

Vorläufig besteht wegen Mangels an Gebläsen hierzu keine Möglichkeit. Es ist jedoch vorgesehen, dass beim endgültigen Einbau der Kontakttrocknung Kreislauf-Stickstoff verwendet wird. Im übrigen wird hierzu das Referat von Herrn Obering. Keinke nähere Auskunft geben.



AT 244/247.  
Dr. KB/Ps.

Referat Nr. 3

Referent: Dipl.-Ing. Keinke, Oberingenieur.

Thema: Technische Durchführung der Kontakttrocknung beim AT-Verfahren.

Die Vorversuche haben gezeigt, dass der Kontakt in einer neu zu erstellenden Apparatur getrocknet werden muss. Die Trocknungsbedingungen sind: Behandlung des Kontaktes etwa 2 1/2 Stunden mit heissem Stickstoff; Feuchtigkeitsgehalt 0,05%  $H_2O/Nm^3$ , Temperatur 500° C. Die idealste Anlage wäre die mit einem zentralen Trocknungssofen in dem Regenerationsofenteil des Baues. (Bild 1)

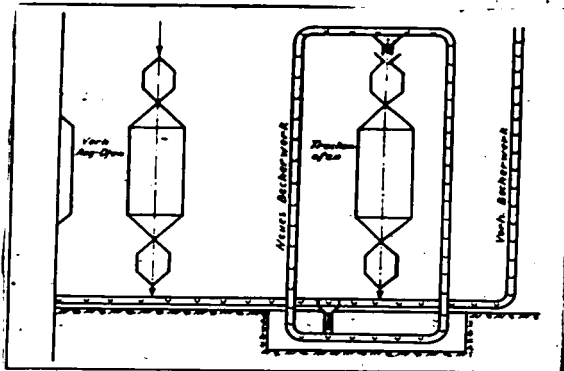


Bild 1: Zentrale Kontakttrocknung.

Der Ofen könnte ähnlich konstruiert sein, wie der jetzige Regenerationsofen. Dies Verfahren empfiehlt sich nicht, da der Kontakt auf dem Wege vom Trocknungssofen zum Dehydrierofen im Pendelbecherwerk aus der Luft wieder Feuchtigkeit aufnimmt. Jeder Dehydrierofen erhält dafür einen eigenen Trocknungssofen auf dem Platz, wo jetzt das obere Sieb für den Dehydrierofen steht. (Bild 2) (siehe folgende Seite). Der Ofen ist ein Schachtofen mit 1,8 m<sup>3</sup> Inhalt, der unter etwa 33° gegen die Horizontale geneigt steht, so dass der Kontakt durch die Schwerkraft hinein- und auch wieder herausläuft. (Bild 3) (siehe folgende Seite)



Bild 2: Anordnung des Trockenofens auf der oberen Ofenhausbühne.

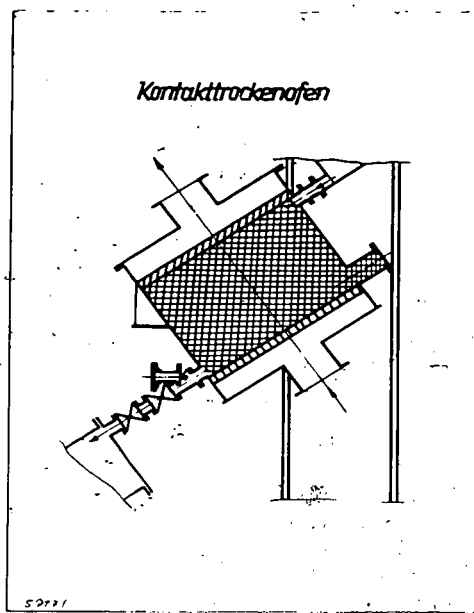


Bild 3: Kontakttrockenofen.

063

AT 244/Brf. Referat Nr. 3  
Dr. KB/ Pz.

Er wird mit heissem Stickstoff von 500° C beschickt. Nach Berechnungen, die jedoch nicht sehr zuverlässig sind, wird die Kontaktaufheizung 75 Minuten dauern und ebenso lange die reine Trocknungsperiode. An einem Diagramm (Bild 4) wird erläutert, dass der Kontakt sich schichtenweise so aufwärmt, dass auf der Eintrittsseite des Stickstoffs der Kontakt länger auf Trockentemperatur 250 als auf der Austrittsseite.

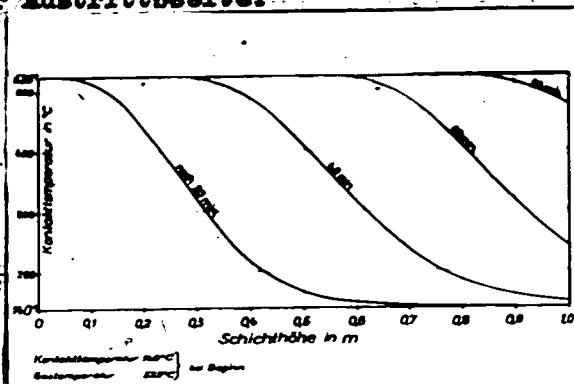


Bild 4: Temperaturverlauf im Kontakt beim Trocknen.

Anhand einiger Zahlen wird nachgewiesen, dass eine zentrale Aufheizung und Trockenanlage für den Stickstoff in den Anlagekosten billiger ist als dezentrale Anlagen. Die Kosten für jeden Ofen. Da bei zentraler Trocknung sich die Schwachstellen der einzelnen Öfen überdecken, beträgt der Gesamtstickstoff-Kreislauf bei 5 Öfen nur das Dreifache des Maximalbedarfes eines Ofens. (Bild 5)

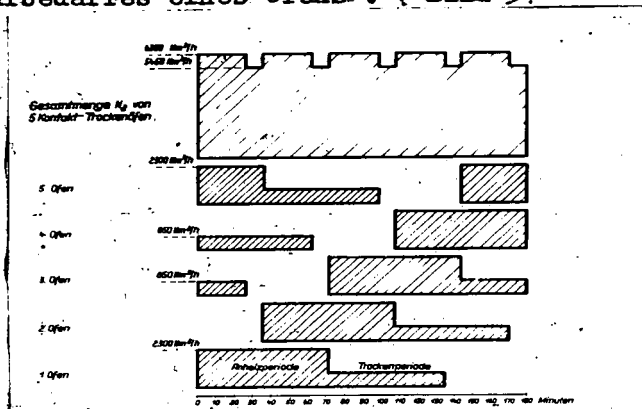


Bild 5: Gesamtstickstoffbedarf bei 5-Ofenbetrieb.

AT 244/Brl/ - Referat Nr. 5.  
Dr. KG/PS

Auch die Temperaturschwankungen der einzelnen Öfen gleichen sich weitgehend aus. (Bild 6.)

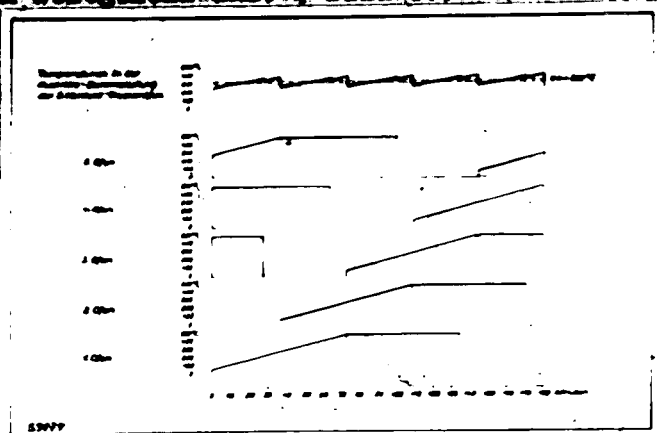


Bild 6: Temperaturen des Stickstoffs hinter den Trockenöfen und in der Austrittssammelleitung bei 5-Ofenbetrieb.

Der Wassergehalt des feuchten Trocknungsstickstoffes hinter den Trockenöfen wird etwa  $3,4 \text{ g/Nm}^3$  betragen. Es werden folgende 3 Möglichkeiten der Stickstofftrocknung behandelt:

- 1.) Die mit Silicagel wird kaum infrage kommen. Bei Beschreibung dieses Anlagenschemas (Bild 7) wird der Aufheiz- und Kühlvorgang des Trockenstickstoffes behandelt.

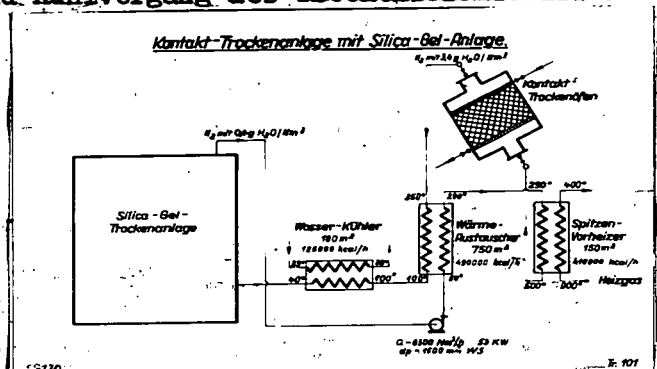


Bild 7: Kontakt-Trocknung mit  $\text{N}_2$ -Trocknung durch Silica-Gel.

AT 244/Erz. Referat Nr. 3.  
Dr. Kb/Pf.

Hierzu ist erforderlich: ein Umlageblöse, ein großer Wärmeaustauscher, ein Spitzenwärmer und ein mit Wasser betriebener Kälteerzeuger.

2.) Trocknung durch Tiefkühlung (Bild 8.) bis auf etwa  $-30^{\circ}$ .

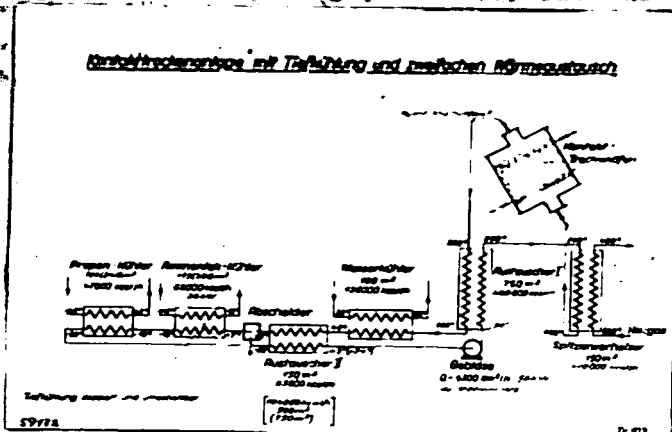


Bild 8: Kontakt-Trockenlage mit Tiefkühlung (N<sub>2</sub>-Trocknung)

Die Kühlung bis auf  $-10^{\circ}$  kann entweder

- a) nur mittels Wärmeaustausch erfolgen, oder
- b) mittels Wärmeaustausch und Ammoniakkälte.

Die Möglichkeit unter b) erfordert etwas Energie aber erheblich weniger Eisen.

Die Zahlen in runden Klammern auf Bild 8 sind die Austauschflächen unter Berücksichtigung des Abtauens derselben, die in eckigen Klammern die unter Fortfall der Ammoniakkälte.

Die Tiefkühlung auf  $-30^{\circ}$  erfolgt zweckmäßig mit siedendem Propan, das wohl auf allen AT-Werken flüssig vorhanden sein wird.

23214

AT 244/Brf. Referat Nr. 3  
Dr. K. Pz.

Fig. 3. Möglichkeit der Trocknung von Alkylat-Schwefelsäure

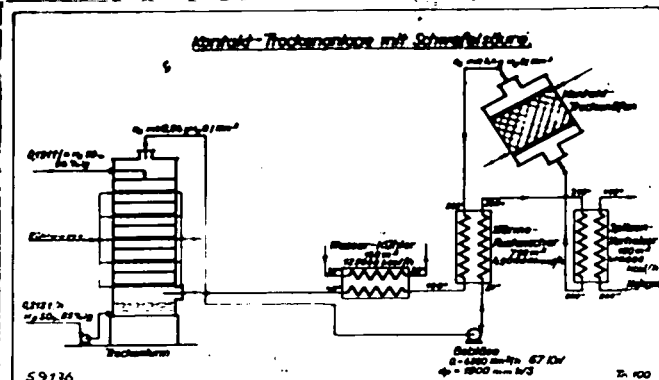


Bild 9: Kontakt-Trocknungsanlage mit  $N_2$ -Trocknung durch Schwefelsäure.

Dies ist am aussichtsreichsten, da die Anlagekosten niedriger sind als bei allen anderen Verfahren, nur wenig konzentrierte Schwefelsäure - etwa 15% der Alkylat-Schwefelsäure - benötigt wird, deren Aufkonzentration in der Schwefelsäureaufbereitungsanlage für die Alkylierung im allgemeinen keine zusätzlichen Kosten beanspruchen wird, und der Stickstoff um etwa eine Zehnerpotenz weiter getrocknet wird als verlangt. Die Verwendung der verbrauchten Alkylat-Schwefelsäure ist zwar theoretisch möglich, aber in der Praxis kaum, da sie beim Durchleiten von Gasen erhebliche Mengen  $SO_2$  abgibt. Die regenerierte 96%ige Alkylat-Schwefelsäure gibt auch etwas  $SO_2$  ab; die Menge ist jedoch so gering, dass sich der  $SO_2$ -Spiegel im  $N_2$ -stickstoff durch Zugabe kleiner Mengen Frischstickstoff auf tragbarer Höhe halten lassen.

067

POOR COPY 65

23215

AT 244/Kst.  
Dr. Ko/Pz.

Diskussion zu Referat 3.

Obering. Stärker:

Wann sind die Konstruktionen für die Kontakttrocknung so weit abgeschlossen, dass die Anlagenteile bestellt werden können?

Obering. Keinke:

Die Ofenzeichnung ist fertiggestellt, die Zeichnungen für Wärmeaustauscher und Spitzenvorheizler werden in Kürze fertig. Die endgültige Konstruktion des Schwefelsäure-Trocknungsturmes kann erst festgelegt werden, wenn im Betrieb Versuche über Schwefelsäure-trocknung durchgeführt sind.

Dir. Dr. Giesen:

Kann der Stickstoff aus dem Trocknungsturm Säurenebel mitreißen?

Obering. Keinke:

Diese Frage kann nur durch Betriebsversuche geklärt werden. Unter Umständen muss ein Kalkturm hinter dem Trocknungsturm vorgesehen werden, um mitgerissene Säurenebel zu neutralisieren. Post steht aber, dass geringe  $SO_2$ -Mengen aus der Schwefelsäure ausgasen. Diese  $SO_2$ -Mengen sind jedoch viel geringer als bei der "Verbraucht-AT-Säure", deshalb kann letztere auch nicht für den Trocknungsturm verwendet werden.

Obering. Palzer:

Da Versuchsergebnisse über die Kontakttrocknung mit  $CO_2$  noch nicht vorliegen, wird vorgeschlagen, derartige Versuche in Leuna durchzuführen, da bei einigen Werken, die AT-Anlagen erhalten, keine zusätzlichen Stickstoffmengen zur Verfügung stehen. Falls die  $CO_2$ -Trocknung nicht angewandt werden kann, müssten diese Werke alle mit Butan trocknen. Der Betriebsingenieur wird bestimmt in jedem Falle eine Trocknung mit Stickstoff oder  $CO_2$  einer solchen mit Butan vorziehen.

068

Thema: Materialfragen in der Dehydrierung.

Bei der Planung der T 52-Anlage waren für alle Konstruktions-  
teile, die mit Butan über 380° in Berührung kommen, Stornal-  
stähle mit 8 - 20% Chromgehalt, für Teile, die heißen Rauch-  
gasen ausgesetzt sind (Nebenöfen, Luftvorwärmer), solche  
mit 3 - 8% Chromgehalt gewählt worden. Beim Butan sollte hier-  
durch mit Sicherheit eine Verrußung, bei den Rauchgasen eine  
übermäßige Verzunderung vermieden werden. Da die hochlegier-  
ten Stähle infolge starker Versprödung insbesondere an Schweiß-  
stellen sehr zu Brüchen neigen, Ersatz schwierig zu beschaffen  
ist und schliesslich eine Chromersparnis bei Neuanlagen an-  
zustreben war, wurde in Laboratoriums- und Betriebsversuchen  
eingehend geprüft, wie weit sich die oben genannten Materialien  
durch Eisen oder wenigstens niedrig prozentige Legierungen  
ersetzen lassen.

1.) Materialien für Butan.

Besonders eingehend wurde laboratoriumsässig das Verhalten  
von Eisen gegenüber Iso- und Normal-Butan studiert. Hierzu  
wurden entsprechende Proben in ein Quarzrohr eingehängt, das  
sich in einem elektrischen Ofen befand, und Butan übergeleit-  
et. Verwendet wurden die uns zur Verfügung stehenden tech-  
nischen Butane mit etwa folgender Zusammensetzung:

	<u>i-Butan</u>	<u>n-Butan</u>
% $i-C_4H_{10}$	96,6	8,2
% $n-C_4H_{10}$	3,1	81,8
% $C_3H_8$	0,2	0,0
% $C_5H_{12}$	0,0	6,1

Da sowohl bei der Zersetzung des Butans zu Butylen wie beim  
restlosen Zerfall in Russ Wasserstoff frei wird, wurde das  
Ausgangsgas durch ein Analysengerät (Wärmeleitfähigkeits-  
apparat) geschickt, das besonders empfindlich auf Wasser-  
stoff reagiert. Das Gerät gestattete noch den Nachweis von  
0,1 Vol.% Butan, die zu Butylen dehydriert sind oder von



AT 244/Krf. Referat Nr. 4.  
Dr. KB/Pz.

0,02 Vol.% Butan, die in Russ zerfallen sind. Die Versuche wurden im allgemeinen so durchgeführt, dass der Ofen bei einem Gasdurchgang von 5 ltr. Butan/h ( $20^{\circ}\text{C}$ ) langsam bis auf  $590^{\circ}$  erhitzt wurde. Die Ofentemperaturen und die Wasserstoffkonzentration registrierte ein Multithermograph, sodass nachträglich zu jeder Temperatur der Wasserstoffgehalt im Ausgangsgas abgelesen werden konnte.

Die Versuche wurden mit i-Butan begonnen. Das Gas strich über ein Stück verrostetes Eisenrohr, dessen Oberfläche  $105\text{ cm}^2$  betrug. Bei  $500^{\circ}$  trat die erste messbare Zersetzung des Butans ein, die mit zunehmender Temperatur immer heftiger wurde, wie sich aus dem Wasserstoffgehalt im Ausgangsgas schliessen liess. Bei  $595^{\circ}$  enthielt das Gas 15% Olefine und ca. 13% Wasserstoff. Das Verhältnis Olefine zu Wasserstoff glied etwa 1 : 1, deutete weniger auf eine Russbildung als auf eine reine Dehydrierung hin. Das ausgebaute Rohr zeigte in der Tat keinerlei Russansatz.

Bei Normal-Butan trat ebenfalls keine Verrussung ein, der Olefin- und Wasserstoffgehalt lag jedoch wesentlich niedriger als beim Isobutan.

Daraufhin wurde das verrostete Eisenrohr durch ein blankgeschabtes ersetzt. Ein Unterschied konnte nicht beobachtet werden. Selbst eine Vergrösserung der Oberfläche des Eisens auf  $600\text{ cm}^2$  - das Rohrstück war durch 300 dünne verrostete Eisendrähte ( $0,5\text{ mm } \phi$ ) ersetzt - blieb ohne Einfluss.

Zum Schluss wurde das Gas durch das leere Quarzrohr geleitet. Die Wasserstoffkonzentration war wieder dieselbe wie im 1. Versuch. Es handelte sich als um eine rein thermische Dehydrierung, die durch Eisen in keiner Weise katalytisch beeinflusst wird. Selbst nach Tagen trat bei konstant gehaltener Temperatur kein Abklingen der Reaktion ein.

Mitunter konnte bei Temperaturen von  $590 - 600^{\circ}$ , sowohl bei Iso- wie bei Normalbutan an Eisen ein gänzlich anderes Bild beobachtet werden. Ohne ersichtlichen Grund stieg die Wasserstoffkonzentration plötzlich sehr stark an, während der Olefingehalt sehr stark absank. Beim Ausbau des Rohrstückes zeigte sich eine starke Verrussung im Innern des Rohres.

Der Russ wurde aus dem Rohr entfernt und für sich erneut bei  $595^{\circ}$  der Einwirkung von Butan ausgesetzt. Der Russ machte sich nicht bemerkbar. Es trat weder eine stärkere Dehydrierung noch eine weitere Russbildung ein. Eine Autokatalyse von seiten des Russes scheint nicht vorzuliegen. Ob der freiwerdende Wasserstoff das Eisen aktiviert und dieses aktivierte Eisen die Russbildung hervorruft, konnte experimentell noch nicht geprüft werden.

Das Eisenrohr, aus dem der Russ grob-mechanisch entfernt war, wurde wieder mit n-Butan in Berührung gebracht, dem jetzt jedoch 0,5 Vol.-% H<sub>2</sub>S beigemischt war. Es trat bei 595° keine weitere Russbildung ein. In einem anderen Falle konnte bei 595° die eingesetzte Verrussung durch Zugabe von 0,5 Vol.-% H<sub>2</sub>S nach 5 Stunden wieder vollständig zum Erliegen gebracht werden.

Neben das Eisenrohr wurde in einem weiteren Versuch Reinigungsmasse 5063 geschichtet. Obwohl der Kontakt durch die Normal-Butan-Dehydrierung bei 590° stark verrusst war, hatte die Verrussung nicht auf das Eisen übergegriffen.

Ferner wurden in ähnlicher Weise bei 620 - 640°, also Temperaturen, bei denen Eisen bereits mit Sicherheit verrusst, das nur 3% Chrom enthaltende FF3-Material sowie der chromfreie Silizium-Titan-Stahl TS 53 im Vergleich zu Sioromal 8 und Quarz gegen Normalbutan untersucht. Setzt man die Verrussung von Eisen gleich 100, so ergeben sich etwa folgende Verrussungszahlen:

	Zusammensetzung					Zunderfestigkeit
	% C	% Mn	% Si	% Ti	% Cr	
Quarz geschmolzen	1					
Sioromal 8	3					
FF3	4-5	0,1	-	1	-	3
TS53	80-90	0,1	0,5	0,4-0,7	0,4-0,7	-
Eisen	100					

Aus diesen Versuchen geht hervor, dass man für heisses Butan nehmen kann:

für Temperaturen bis gegen 520°	Eisen
" " von 520- 600°	Material mit 3% Chrom
" " " 600°	Material mit 8% Chrom.

Im Hinblick auf die Dehydrieröfen heisst das, dass aus Sioromal 8 nur noch die Röhrenbündel hergestellt werden müssen. Für die bisher mit Sioromal plattierten Böden der Röhrenbündel, die Schlitzrohre und das Röhrenbündel des dem Ofen zunächst liegenden Wärmeaustauschers ist zweckmässig Material mit 3% Chrom zu wählen. Alle übrigen Butan führenden Teile des Ofens, insbesondere die Zuleitungen bis zum Röhrenbündel, können aus Eisen bestehen. Die Öfen wurden bei uns vor etwa einem Jahr unter Fortlassen des Spitzen- und Schlangenvorwärmers ( beide hatten Schlangen aus Sioromal 8 bis 12) in diesem Sinne umgebaut, wodurch sich erhebliche Vereinfachungen und damit wesentlich höhere Betriebssicherheit ergaben. Eine Verrussung ist nirgends eingetreten. 1)

1) In der anschliessenden Diskussion wurde von den Leunaer Herren mitgeteilt, dass inzwischen auch in Leuna einige Zuleitungen zu den Öfen aus Eisen eingebaut wurden und auch beim Normal-Butan keine Verrussung eingetreten ist.

Zu bemerken ist noch, dass das ausgemauerte leere Gehäuse des früheren Schlangenwärmers als Staubabscheider für das heisse Produktgas vor den Wärmern hergerichtet wurde. Es wird wöchentlich etwa 1 ltr. Kontaktstaub abgezogen. Hierdurch wurde der früher beobachtete, auf Verschmutzung und teilweise Versetzung zurückzuführende Rückgang der Wirksamkeit der Austauscher weitgehend aufgehoben. Die Temperaturen haben sich seit Juli v. Js. praktisch nicht mehr verändert. Ferner können die bisher vor dem Wärmeaustauscher angeordneten Siebe wegfallen, da Kontaktpillen, die aus irgendeinem Grunde in die untere Ringleitung gelangen, in diesem Staubabscheider mit herausgefangen werden.

## II. Materialien gegen Rauchgase.

### a) Luftvorwärmer.

Bei der ursprünglichen Konstruktion der Luftvorwärmer wurde das Rauchgas auf Temperaturen von etwa 200-250° abgekühlt. Hierdurch trat bei dem in unserem Heizgas vorhandenen Schwefelgehalt von ca. 2 gr/m<sup>3</sup>-S eine starke Abscheidung von saurem Eisensulfat auf, die zur Verstopfung und Zerschlagung der Bündel führte. Der Luftvorwärmer musste also so umkonstruiert werden, dass das Rauchgas mit etwas über 300° abgeht, da erfahrungsgemäss bei diesen Temperaturen unter unseren Verhältnissen keine Abscheidung mehr auftritt. Dabei setzten wir uns zum Ziel, die Konstruktion so zu wählen, dass zugleich die Rohrwandtemperatur trotz der Rauchgastemperatur von ca. 580° nirgends wesentlich höher als etwa 400° liegt. Der gesamte Luftvorwärmer kann dann aus Eisen bestehen, während bisher im heissesten Teil FF3-Material verwendet worden war. Die Lösung gelang durch Kombinieren eines Gleichstrom-Austauschers (ca. 25 qm) mit nachgeschaltetem Gegenstrom-Austauscher (ca. 180 qm). Der erste so umgebaute Luftvorwärmer ist seit dem 1.7.1943 in Betrieb. Die übrigen folgten bis Anfang September. Da sich bisher weder Änderungen im Druckabfall noch in den Temperaturen gezeigt haben, ist zu schliessen, dass weder Abscheidungen von saurem Eisensulfat noch Korrosionen aufgetreten sind.

### b. Nebenöfen.

Unsere aus Siromal 2 gefertigten Streckmetall-Einsätze besaßen teilweise zu weite Öffnungen, sodass viel Kontakt hindurch fiel. Da Ersatz nicht zu beschaffen war, mussten wir uns zunächst durch Umkleiden der Einsätze mit Siebgewebe aus Eisendraht helfen. Auch vollständige Einsätze aus Eisenblech mit Längs- oder Querschlitzen wurden ausprobiert. Die Verzunderung des Eisens hielt sich dabei besonders bei den Blechen in durchaus erträglichen Grenzen. Bei dem Drahtgewebe trat eine Verdickung der Drähte durch Bildung einer Oxydschicht ein. Es zeigte sich aber ganz allgemein, dass sowohl bei Drahtgewebe wie bei Längs- oder Querschlitzen eine verhältnismässig rasche Verstopfung der Öffnungen durch Verkleben mit Kontaktpillen und Stau eintritt, was bei Streckmetall infolge der eigentümlichen

Ausbildung der rhombenförmigen und schuppenartigen Ausbildung der Öffnungen nicht der Fall ist. Da Sicromal 8, wie erwähnt, nicht schnell genug zu beschaffen war, haben wir uns Streckmetall-Einsätze aus dem Silizium-Titan-Stahl T853 herstellen lassen, der bis etwa 580° zunderfest sein soll. Diese Einsätze haben sich bisher gut bewährt und zeigten nach 3 Monaten eine nur ganz geringe Versunderung an den heißesten Stellen. Nach dem oben Gesagten genügt es übrigens wahrscheinlich vollständig, nur den oberen, am stärksten beanspruchten Teil der Einsätze ( etwa 1,5 m) aus T853 herzustellen und für den unteren Teil Streckmetall aus Eisen zu nehmen.

### III. Ergebnis.

Durch die geschilderten Vereinfachungen ist nicht nur die Beschaffung von Ersatzmaterial wesentlich erleichtert worden, sondern auch die Betriebssicherheit der Anlage erheblich gestiegen. Der Erfolg spiegelt sich darin wieder, dass im Jahre 1942 7 500 Schlosserstunden / Monat, in letzter Zeit nur noch ca. 3 000 Schlosserstunden in der Dehydrierung nötig waren, während die Anlage gleichzeitig in den letzten Monaten um 100% überlastet werden konnte.

AT 244/247.  
Dr. KO/Pa.

Diskussion zu Referat 4.

Dr. Strätz:

Leuna hat im letzten halben Jahr die Spitzenvorheizer ebenfalls ausgebaut bzw. ausgeschaltet. Die Veranlassung hierzu waren aber nicht Rohrbrüche im Spitzenvorheizer.

Leuna hat versuchsweise die Verbindungsleitung vom letzten Wärmeaustauscher zum Ofen, einschl. der oberen Ringleitung in Eisen verlegt. Auch bei Betrieb mit Normalbutan haben sich keine Nachteile bei Eisenleitungen gezeigt. Es ist anzunehmen, dass sich der Schwefelgehalt im Butan hierbei günstig auswirkt und die Krackung des Butans am Eisen verhindert.

Obering. Keinke:

Wie hoch ist der Durchsatz der Pölitzer Öfen?

Dr. Hüttner:

Mit 4 Dehydrieröfen werden zur Zeit 70 tato T 52 erzeugt bei einem Olefingehalt von 20 - 21% im dehydrierten Produktgas und etwa 3 - 4% im Eingangsgas.

Dr. Fischer:

Wie hoch wird die Gasbelastung der Dehydrieröfen in Pölitz und Scholven gefahren?

Dr. Hüttner:

Pölitz fährt die Öfen mit 1900 Nm<sup>3</sup>/h Gas und erzielt durch verhältnismäßig hohe Hydriertemperaturen einen hohen Umsatz.

Dr. Schönfelder:

Scholven belastet die Öfen mit 2000 Nm<sup>3</sup>/h, fährt aber zur Schonung des Kontaktes mit geringerer Temperatur und daher mit geringerem Umsatz. Scholven erhält mit 5 Öfen in etwa die gleiche Umsatzleistung wie Pölitz mit 4 Öfen.

Dr. Lauppe:

Die inneren Einsätze in den Regenerationsöfen aus Siromal 8 Drahtgewebe, 3 x 3 mm Maschenweite, setzen sich so schnell zu, dass sie etwa zweimal im Monat gereinigt werden müssen. Herr Dr. Lauppe empfiehlt, für die neuen Regenerationsöfen unter allen Umständen für die Innen-Einsätze Streckmetall zu verwenden, da sich dieses besser bewährt hat als Maschendraht. Für die Äusseren Einsätze ist dagegen die Verwendung des Maschendrahtes durchaus möglich, da die Windrichtung von aussen nach innen geht, und sich daher das Drahtgewebe nicht zusetzen kann.

Obering. Falzer:

Für die Regenerationsöfen der neuen AT-Anlagen sind Drahtsiebe bestellt worden; weil Streckmetall zeitweise nicht zu bekommen war. Für die Streckmetall-Herstellung in den von uns benötigten Abmessungen gibt es in Deutschland nur eine Maschine, bei der Firma Sorst, Hannover. Es wäre unbedingt erforderlich, dass eine zweite Maschine beschafft und an einer anderen Stelle aufgestellt wird. Die Streckmetall-Mäntel für die Innen-Einsätze in den Regenerationsöfen sind von Uhde gleichzeitig mit dem Drahtgewebe-Einsatz bestellt worden, können aber zur Zeit nicht geliefert werden. Die neuen Werke werden daher voraussichtlich mit dem Innen-Einsatz aus Drahtgewebe anfahren müssen, um dann während des Betriebes diese gegen Einsätze aus Streckmetall auszutauschen. Der Umstand dass die Produktion an Streckmetall so gering ist, hat sich bereits bei den T 52-Anlagen unangenehm bemerkbar gemacht. Es soll alles versucht werden, um eine zweite Maschine zur Aufstellung zu bringen, da nunmehr nachgewiesen ist, dass das Streckmetall für den Betrieb der Regenerationsöfen das einzige Konstruktionselement ist, das sich für den Betrieb bewährt hat.

23222

AT 244/Err.  
Dr. KB/Pz

Referat Nr.: 5

Referant: Dr. Ing. A. Henning

Thema: Säureschutz in AT-Anlagen

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

In Kurzversuchen, die im allgemeinen über 6 Wochen gingen, wurden bei den verschiedensten Säurekonzentrationen mit verschiedenen Kohlenwasserstoffgehalten vergleichende Versuche mit Folien aus Polyvinylchlorid-Kunststoffen und Oppanol ORG gemacht. (Polyvinylchlorid-Kunststoffe: Vinidur, Igelit, Mipolam, Decclith, Guttasyn usw.)

076

POOR  
COPY

65

23223

AT 244/Erz.  
Dr. K6/Ps

Referat Nr. 5

Für die angegebenen Versuche wurde Igelit von Bitterfeld verwendet und zwar besonders die Masse, die im gleichen Ansatz von Troisdorf für den Säureschutz in den AT-Anlagen in vielen 1000 qm angefertigt wird. Eindeutig zeigt sich die Überlegenheit dieser Kunststoffe gegenüber Oppanol, besonders wenn bei hohen Konzentrationen hoher Gehalt an Kohlenwasserstoffen vorliegt, z.B. bei Rohsäure mit 85-87 % und 110-150 g/l. Während ORG nach 35 Tagen unter Quellerscheinungen und Blasenbildungen stark erweicht, waren an den Igeliten in gleicher Versuchszeit keine merklichen Veränderungen festzustellen.

Grundsätzliches beim Säurebau:

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

077



Diskussion zu Referat Nr. 5

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

**Obering. Palzer:**

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

**Dipl.-Ing. Fischer:**

Wie geschieht die Auskleidung senkrechter Flächen bei Säuregruben etc. ?

**Dz. Henning:**

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

23225

Referent: Dr. Strauß

Thema: Alkylierung und Destillation.

Reaktionsbedingungen, Schwefelsäureverbrauch, Betriebserfahrungen in der Destillation, Schwierigkeiten bei zu hohem  $C_4$ - und S-Gehalt.

Die Alkylierung und Destillationsanlage ist in Leuna seit März 1953 in Betrieb. Durchschnittlich laufen 8 Rührwerke für eine Produktion von 36 000 - 40 000 t/a, das entspricht einer Leistung von 4 500 - 5 000 t/a / Rührwerk. Damit sind die Rührwerke jedoch noch keineswegs angefahren. Versuche haben gezeigt, dass es möglich ist, die Rührwerke erheblich stärker zu belasten. Ausserdem beträgt der Olefingehalt, der in die Alkylierung gehen kann, Dehydriergase nur 16 - 18%. Bei Erhöhung des Dehydrierungsumsatzes könnte die Leistung der Rührwerke ohne Schwierigkeiten gesteigert werden.

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

Nachdem es eindeutig erwiesen war, dass das im Dehydriergas vorhandene Butadien den Säureverbrauch stark erhöht, wurde versucht, das Butadien selektiv herauszuhydrieren. Es gelang im Kleinversuch mit Hydrierkontakten bei gewöhnlichem und erhöhtem Druck, das Butadien in Gegenwart von  $C_4$ -Olefinen bis zu Butylen zu hydrieren. Im Kleinversuch selektiv nachhydrierte Dehydriergase ergaben in der Alkylierstufe einen Säureverbrauch von 10 - 15%. Die drucklose Hydrierung der Dehydriergase wurde auch im Grossversuch studiert. Leider gelang es nur bei niedrigen Gasbelastungen, einen Teil des Butadiens zu entfernen. Der Säureverbrauch konnte dabei nur um 5 - 8% gesenkt werden. Da die drucklose Hydrierung einen erheblichen Einsatz an Hydrierkontakt erfordern würde, versuchen wir gegenwärtig, die Nachhydrierung unter Druck durchzuführen. Ein technischer Versuch wird in den

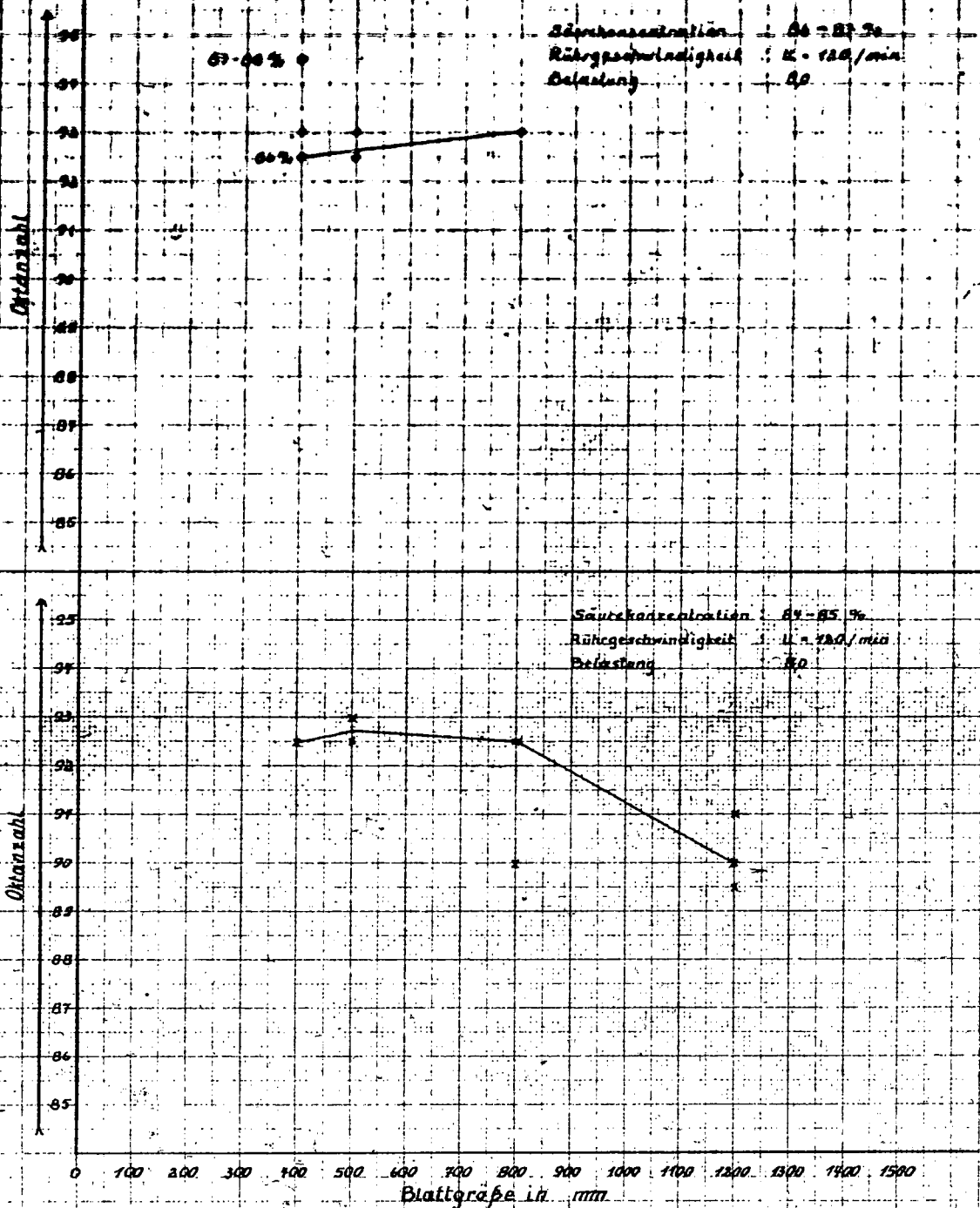
079

POOR  
COPY

65

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

23226



0 100 200 300 400 500 600 700 800 900 1000 1100 1200 1300 1400 1500  
 Blattgröße in mm  
 28.10.93

050

Amirakwerk, Menseberg  
 Ges. f. ...  
 Leuna-Werke ...  
 Mellor & Co.

Bild 7 080

2810432

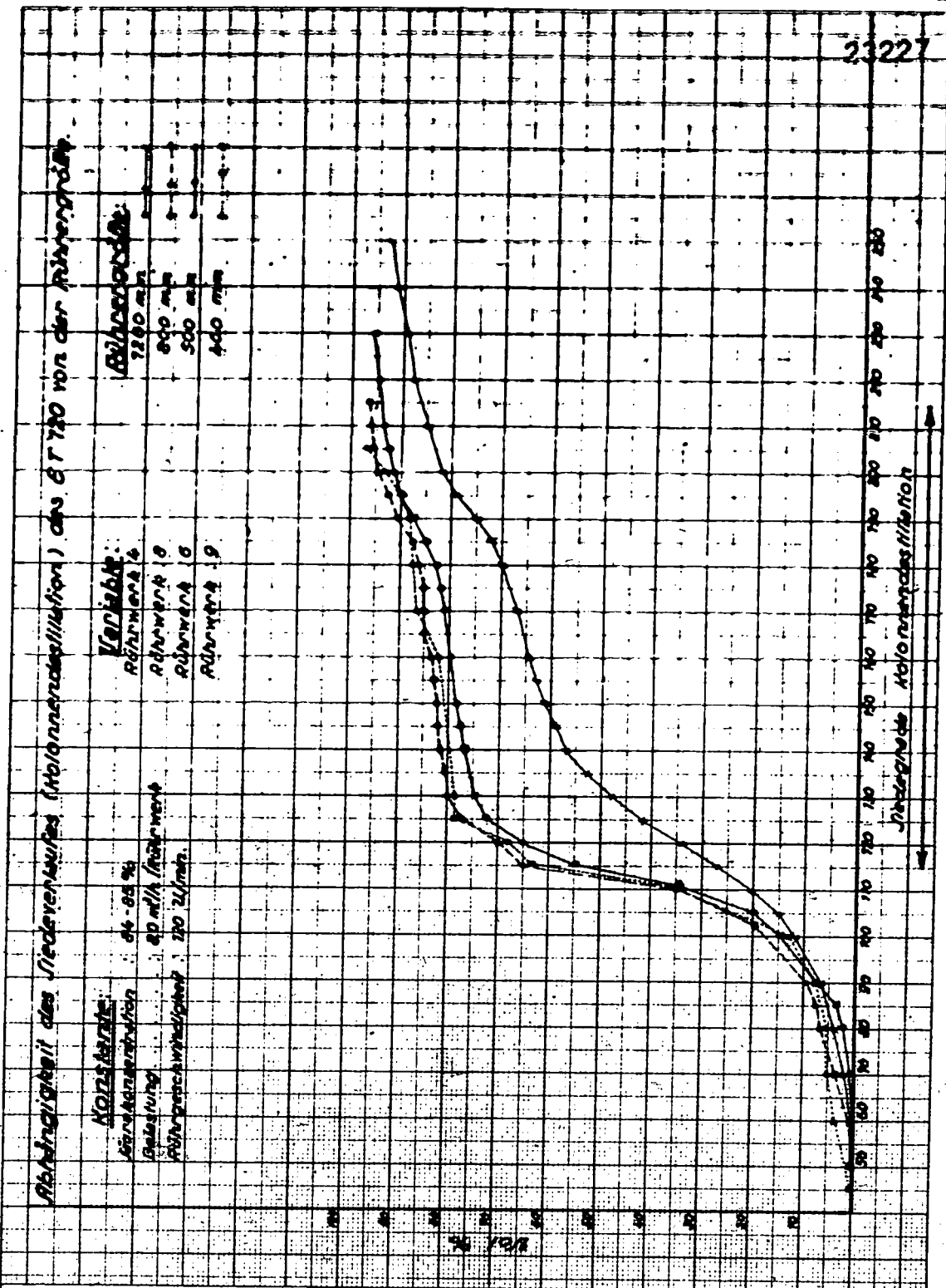
23227

Abhängigkeit des Siedeverlaufes (Molfraktionsverlauf) des  $\text{Et}^{130}$  von der Rührergeschwindigkeit

**Konstante:**  
 Siedeverlaufzeit: 45-60 min  
 Gaskonstante: 20 ml/min  
 Rührergeschwindigkeit: 20 U/min

**Variabel:**  
 Rührwerk: 6  
 Rührwerk: 8  
 Rührwerk: 9

**Rührerschicht:**  
 1200 mm  
 800 mm  
 500 mm  
 400 mm



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

Bild 2 051

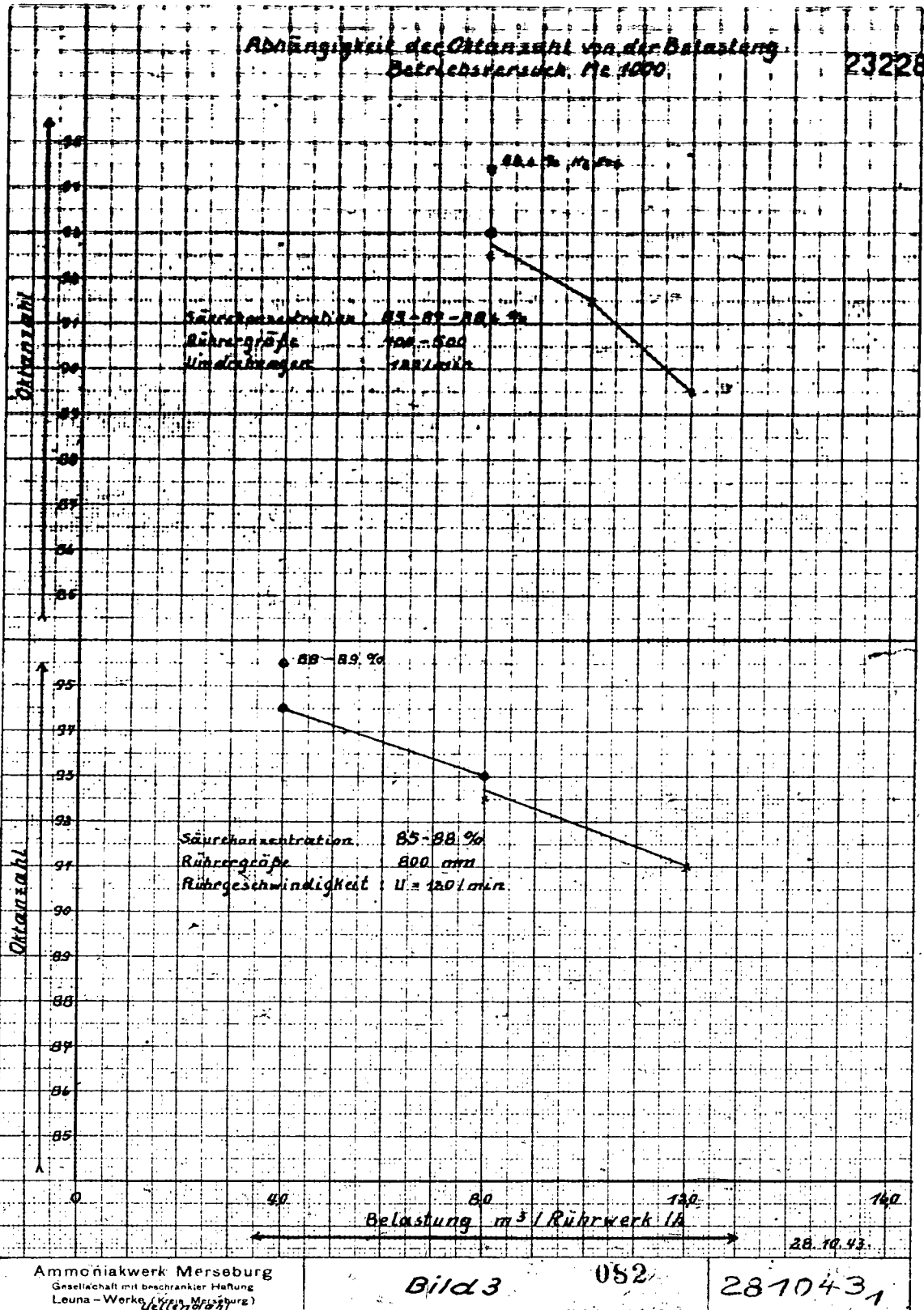
SH. 7012431

19. April 1950

34 1/2 A4 (210 x 297 mm)

Abhängigkeit der Ottanzahl von der Belastung  
Betriebsversuch Nr. 1000

23228



052

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

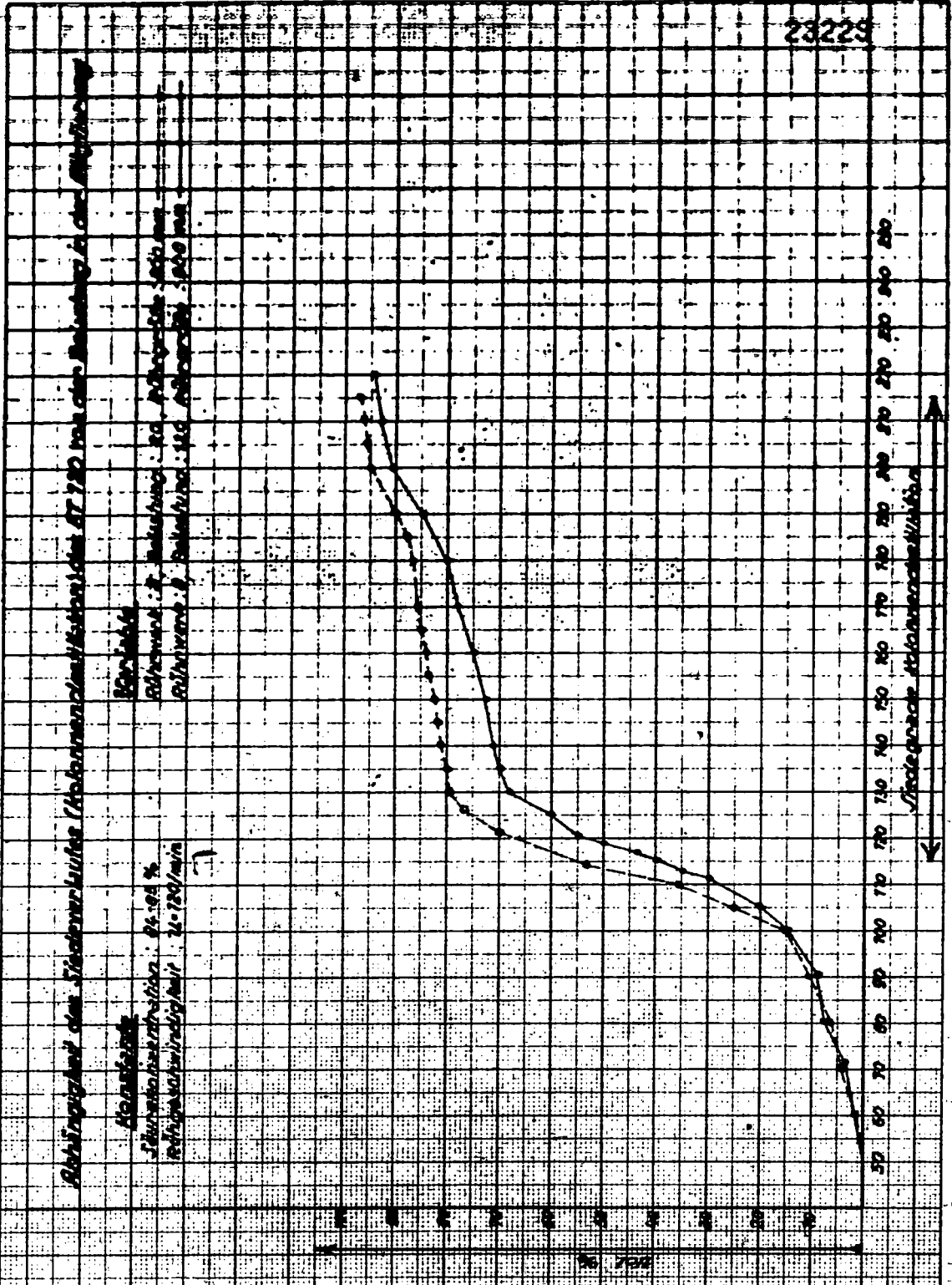
Bild 3

052

2810431

388 A4 (210x297 mm)

23229



Abhängigkeit des Sinterverhaltens (Kohärenzmodul) von der Stoßgeschwindigkeit

Kontinuität

Sinterverfestigung: 26,95 %  
Reibgeschwindigkeit: 2-120/min

Reibgeschwindigkeit: 20-120/min  
Reibdruck: 150 Atmosphären

Stoßgeschwindigkeit / Min

053

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

Bild 4

08303

SK. 7012432

19 April 1944 20 341 1/2 A4 (210 x 297 mm)

AT 224/222. Referat Nr. 3  
Dr. K. B. / P.

nächsten Wochen durchgeführt werden. Wenn es gelingt, das Busadien in der Produktionsanlage selektiv aufzuhydrieren, so ist eine weitere Möglichkeit gegeben, den Säureverbrauch zu senken.

Mit der Dehydrierung bilden sich auch geringe Mengen hochsiedender Ole aromatischen Charakters; auf die gebildeten Olefine bezogen etwa 1,0 Gew.%. Diese Aromaten gelangen mit den  $C_{12}$ -Produkten in die Alkylierung. Da der Verdacht bestand, dass auch diese Aromaten den Säureverbrauch beeinflussen könnten, wurden diese Produkte in der Grossanlage vorübergehend durch Einschaltung einer Destillationskolonne entfernt. Die verflüssigten Dehydrierprodukte wurden in einer aus dem T 52-Verfahren freigewordenen Kolonne destilliert und die Aromaten im Sumpf der Kolonne abgezogen. Der Säureverbrauch blieb jedoch unverändert.

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

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

durchgeführt.

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

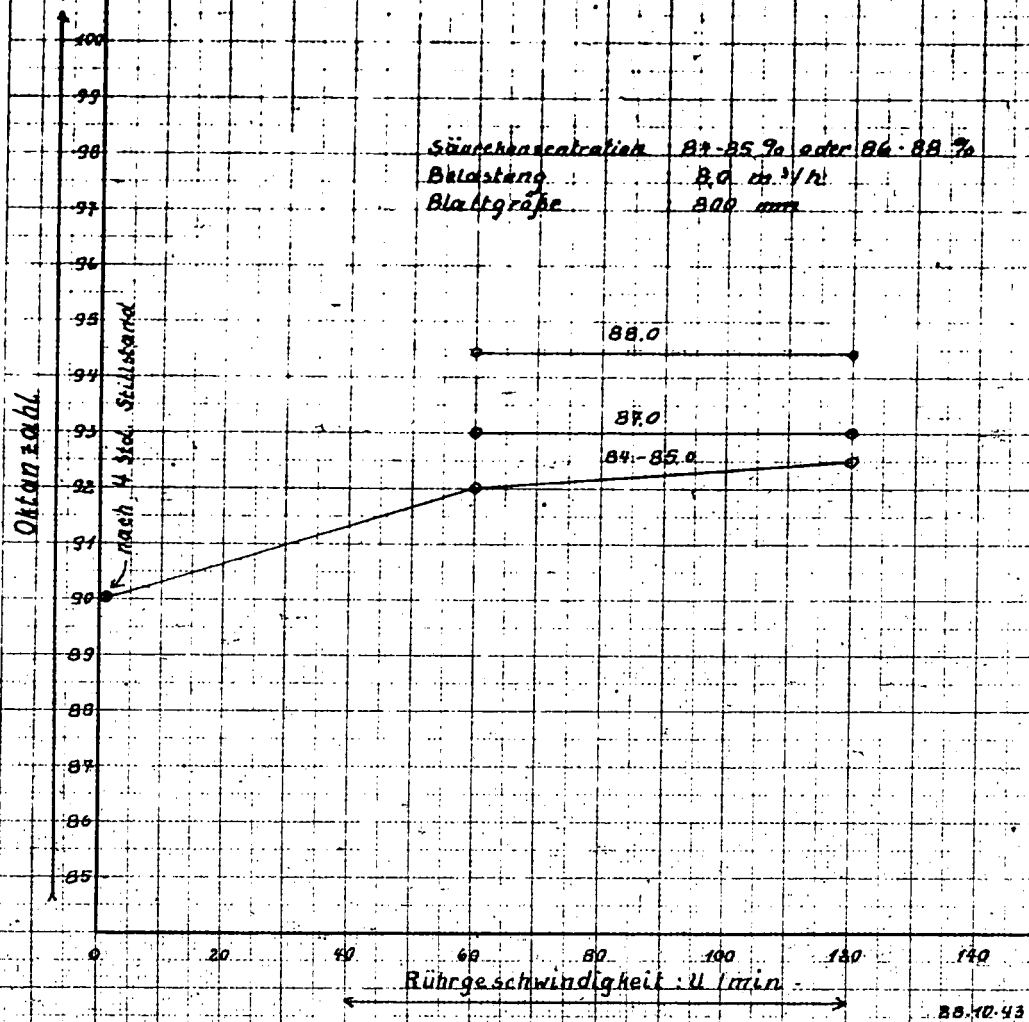
Vergrößerung des Blattrührers auf 1200 mm verschlechterte die Produktqualität erheblich. Die O.Z. Zahl fiel auf 90, der Siedeverlauf wurde so schlecht, dass bis 120° nur noch 35% übergingen. Verkleinerung des Rührers bis auf 500 mm brachte keine Verschlechterung der Produkteigenschaften, erst bei 400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

#### Anderung der Belastung der Rührwerke.

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

Abhängigkeit der Oktanzahl von der Rührgeschwindigkeit  
 Betriebsversuch Me 1000

23231

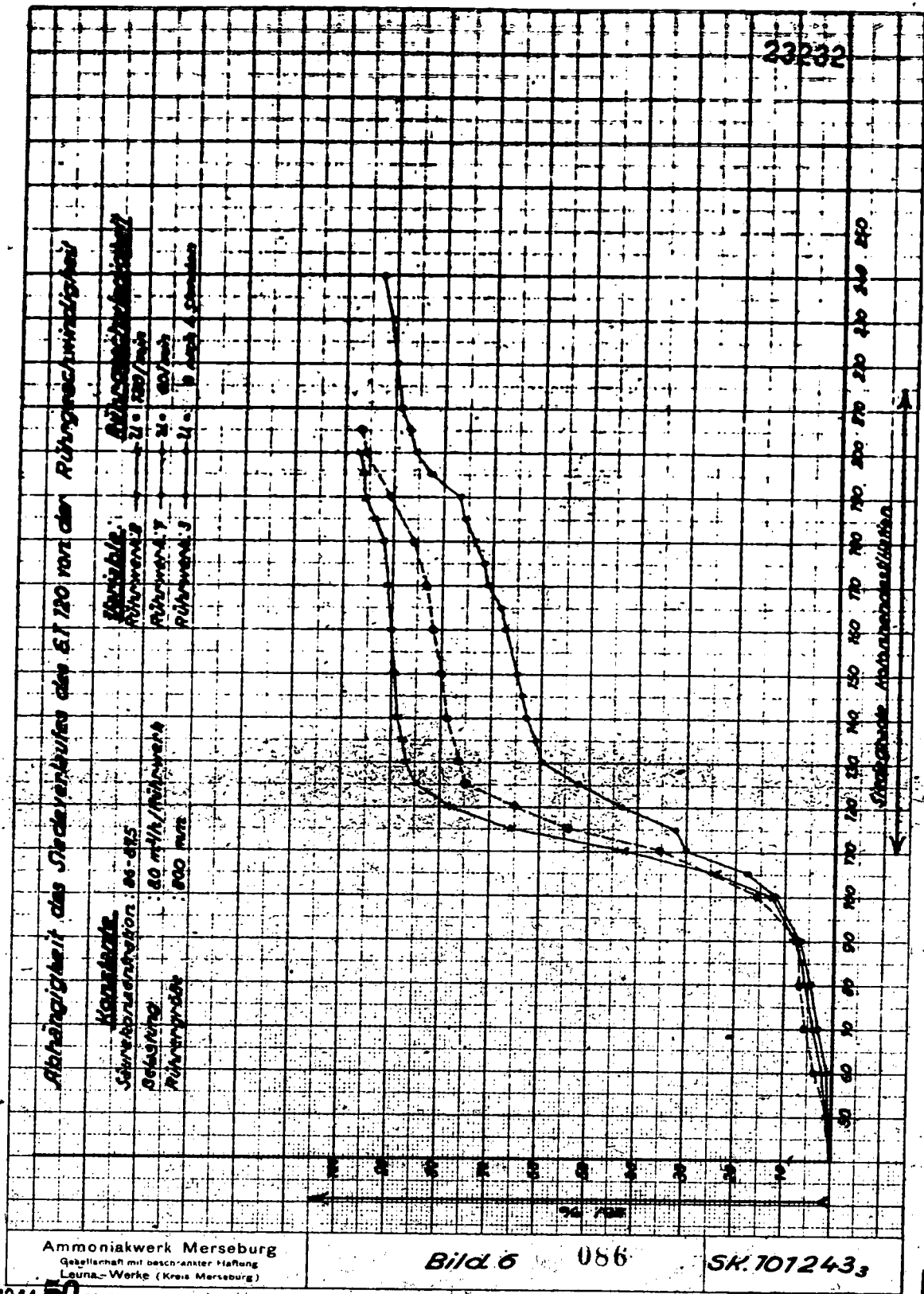


Ammoniakwerk Merseburg  
 Gesellschaft mit beschränkter Haftung  
 Leuna-Werke (Kern Merseburg)  
 388 A4 (210x297 mm)

Bild 5 085

28 10433





19 April 1944 50 341 1/2 A4 (210 x 297 mm)

Änderung der Rührgeschwindigkeit

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

Nach 4-stündigem Abstellen des Rührers war die Produktanalyse sehr schlecht, bis 120° gingen nur noch 43% des Alkylates über. Steigerung der Rührgeschwindigkeit über 120 U/min dürfte keine Verbesserungen ergeben.

Zusammenfassung der Grossversuche

Die Grossversuche in der AT-Anlage haben gezeigt, dass die günstigsten Ergebnisse mit Rührern von 800 mm und bei Rührgeschwindigkeiten von 120 U/min erzielt wurden. Die Auslegung der Anlage mit der Belastung von 8,0 m<sup>3</sup>/h/Rührwerk ergab ebenfalls befriedigende Resultate. Steigerung der Belastung bis auf 12,0 m<sup>3</sup>/h führt zur Verschlechterung der Produktqualität. Die bei der Planung auf Grund der halbtechnischen Versuche zugrunde gelegten Grössen entsprechen im wesentlichen den optimalen Bedingungen.

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

Versuchsbedingungen und Ergebnisse

Der S-Gehalt der in der AT-Anlage verarbeiteten Butane beträgt max. 30 - 40 mg org. S/m<sup>3</sup> Gas; der S-Gehalt im n-C<sub>4</sub>H<sub>10</sub> liegt nach den gefundenen Werten etwas höher als im i-C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>. Der org. S wird in der Dehydrierstufe der Anlage teilweise zu H<sub>2</sub>S reduziert.

Auf Grund der Ergebnisse von Kleinversuchen wurde versucht, durch Einbau von NaOH-Wäschen den organ. S und den H<sub>2</sub>S zu entfernen. Es wurden 3 Grossversuche gefahren:

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

Die Grossversuche ergaben folgende Resultate: In allen Fällen wurde das n-C<sub>4</sub>H<sub>10</sub> - n-C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>-Gemisch mit 15 - 20 %iger NaOH behandelt. Der erste Grossversuch wurde in Gasphase ausgeführt. Um in der Produktionsanlage schnell zu einem Ergebnis zu kommen, wurde der Filterbau der T 52-Anlage als Laugwäsche umgebaut. Das Dehydriergas wurde mit 120 m<sup>3</sup>/h 15 - 20 %iger NaOH gewaschen. Der Wascheffekt war gut.

AT 34/Er. Referat Nr. 6.  
Dr. Es/Ps.

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

Die weiteren Grossversuche wurden in flüssiger Phase durchgeführt. Zu diesem Zwecke wurde die in der AT-Anlage vorhandene Reservelaugewäsche so geschaltet, dass das  $n\text{-C}_4\text{H}_{10}$  -  $n\text{-C}_6\text{H}_{14}$ -Gemisch in flüssiger Phase gewaschen werden konnte. Die Wäsche erfolgte mittels Umlaufpumpe und Orificemischer sehr intensiv bei  $30^\circ\text{C}$ . Jedoch bleibt der  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -Verbrauch während der Versuchszeit unverändert bis 30%. Als letzter Grossversuch wurde noch das  $n\text{-C}_4\text{H}_{10}$  -  $n\text{-C}_6\text{H}_{14}$ -Gemisch in 2 umgebauten Rührwerken mit 15 - 20%iger NaOH bei  $5^\circ\text{C}$  und 0,5 atü in Flüssigphase behandelt. Das Produkt wurde dann wie bei der Alkylierung mit dem Rührer innig vermischt und die NaOH umgepumpt. Nach den S-Bestimmungen sank der Gesamtschwefelgehalt von 1,3 mg S/100 g (d.s. 34 mg S/m<sup>3</sup> Gas im Eingang auf 0,85 mg S/100 g (22 mg S/m<sup>3</sup> Gas) im Ausgang. Eine Erniedrigung des Säureverbrauches trat nicht ein. Der Säureverbrauch betrug unverändert 30 Gew. %. Die Versuche liefen mehrere Wochen.

#### Zusammenfassung:

Die in der Anlage durchgeführten Grossversuche ergaben einwandfrei, dass der Einbau von Laugewäschen, sowohl in Flüssig-, als auch in Gasphase den Säureverbrauch in der Alkylierung nicht beeinflusst. Es kann angenommen werden, dass die geringen Mengen der vorhandenen S-Verbindungen von max. 30 - 40 mg S/m<sup>3</sup> Gas ohne Einfluss auf den Verlauf der Alkylierung sind.

Zusammenfassend kann gesagt werden:

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

- 1.) Änderung der Rauchgasverteilung und Kontaktverteilung nach den bereits geschilderten Methoden (Siehe Referat Nr. 2).
- 2.) Trocknung des Kontaktes.
- 3.) Verhinderung der Überfütterung des Kontaktes, d.h. der Kontakt muss nach ca. 300 Stunden aus dem Kreislauf entfernt werden.

Die zur Alkylierung angewandte Säure muss 96 - 98%ig sein. Die Säure wird bis zu einer scheinbaren Konzentration von 88 - 90% heruntergefahren, d.h. die zur Aufarbeitung gehende Säure enthält 88 - 90%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 4%  $\text{H}_2\text{O}$  und 5 - 6% organ. Substanz. Wie schon früher berichtet, kann mit einer 96%igen  $\text{H}_2\text{SO}_4$  noch gut alkyliert werden. Die Produktqualität sinkt jedoch mit fallender Säurekonzentration. Die O.Z. nimmt ab.

AT 244/Erz.  
Fa. 27, 2...

Referat Nr. 6

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

Es treten stärkere Nebenreaktionen auf, es bilden sich leichter und höher siedende Produkte. Zum Beispiel stieg der Gehalt an hochsiedenden Produkten mit 83 - 85%iger Säure von 1 - 2% bei 90% der Säure bis auf 5 - 6%. Weiterhin bilden sich ungesättigte Produkte. Die Jodzahlen stiegen in der Anlage bei Säurekonzentration von 83 - 85 über 5g/100 g. Die vom RLM geforderten Reinheitsgrade können dann nicht mehr eingehalten werden. Es ist wichtig, die Säurekonzentration nicht unter 88% absinken zu lassen.

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

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

#### Reaktionsbedingungen der Alkylierung:

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

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

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

AT 244/K.F.  
Dr. K.F./L.

Anlage Nr. 6

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

#### Destillationsanlage.

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

Es werden

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

0,1 hg/h in die Redestillation

Ammoniak eingespritzt. Die Produkte werden dadurch schwach ammoniaklich, und die Korrosionen haben aufgehört. Leider treten jetzt Versetzungen mit  $(NH_4)_2SO_4$  und  $(NH_4)_2SO_3$  in der Anlage besonders an den Reglern auf. Gelegentlich müssen auch Kondensatoren und Vorheizler umgestellt und gereinigt werden.

#### Betriebsschwierigkeiten mit dem Butan von Wesseling und Brück.

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

23237

Ar. 241/Erst.  
Er. KB/Pa.

Referat Nr. 6

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

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

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

#### C<sub>5</sub>-Gehalt und Vorlauf.

Bei niedriger Säurekonzentration bilden sich  $C_5$ - $C_7$  Kohlen-  
wasserstoffe. Die  $C_5$  Kohlenwasserstoffe gehen in der Vor-  
destillation nur teilweise in das Benzin, obwohl im Rücklauf-  
verhältnis von 1 : 0,8 gefahren wird. Ein Teil geht mit in  
das Butan und damit in die Isolanlage und Dehydrierung, ohne  
dass jedoch bisher Störungen auftraten. Die im Benzin vor-  
handenen Spuren  $C_5$ ,  $C_6$ - $C_7$  Kohlenwasserstoffe wurden bei  
3,5 - 4 atü Betriebsdruck in Vorlaufkolonne herausdestil-  
liert. Wird die Säurekonzentration bei 90% gehalten, dann  
fällt fast kein Vorlauf an.

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

091

23238

AT 244/Brüx.  
Dr. Eb/As.

Diskussion zu Referat 6.

Dir. Dr. Ottens:

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

Dr. Strätz:

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

Dir. Dr. Ottens:

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

Dr. Strätz:

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

Dr. Hüttner:

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

092

AT 244/Erz.  
Dr. Kb/Ps.

Diskussion zu Referat 6.

Dr. Strätz:

An den Kolonnenböden konnten bisher nennenswerte Ablagerungen nicht festgestellt werden.

Dir. Dr. Giesen:

Wie ist der hohe Schwefelgehalt des Brüxer Butans zu erklären?

Dir. Dr. Ottens:

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

Dr. Fischer:

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

Dir. Dr. Ottens:

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



23240

AT 244/Erz.  
Dr. Kb/23

Referat Nr.: 7

Referent: Dr. Grenacher

Thema: Messtechnik der AT-Anlage (Betriebs Erfahrungen)

1) Mengemessung:

a) Ovalradzähler:

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

094

POOR  
COPY

65

AT 244, Prf.  
Dr. F. S. J.

Referat Nr. 7

b) Messleitungen:

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

2) Analysen-Apparate:

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

AT 244/Bzf.  
Dr. F. B. / Pz

Referat-Nr. 7

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

3) Regelung:

a) Geräte:

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

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

Zur Regelung der Kolonnen haben wir allgemein Mengen- und Temperaturregler eingesetzt, die Einspritzmenge und Einspritztemperatur (Temperaturregler hinter Vorwärmer) konstant halten. Mit Ausnahme der Kolonne IV (Redestillation) - wo durch einen Temperaturregler im Kopf der Kolonne bei steigender Temperatur der Rücklauf erhöht wird - wird der Rücklauf ebenfalls durch einen Mengenregler konstant gehalten. Um einen gleichmäßigen Kolonnendruck zu halten, regelt ein Druckregler die Kühlwassermenge zum Kondensator. Die abgehende Destillatmenge wird durch einen Standregler am Rücklaufbehälter geregelt. Für die Regelung des Dampfes zum Verdampfer der Kolonnen sind drei verschiedene Arten von Regelungen verwendet. Bei der Stabil-Kolonne I (AT-Vordestillation), der Propan-Trennkolonne (III) und der Nachstabil-Kolonne (V) ist folgende Ausführung angewendet:

Ein Temperaturregler, dessen Fühler im Gasrohr zum Verdampfer eingebaut ist, regelt den Dampf zum Verdampfer. Der Standregler vom Sumpf beeinflusst die abgehende Sumpfmenge.

Schema: TRg Sumpf → Dampf zum Verdampfer  
Stg Sumpf → abgehende Sumpfmenge

AT 244/Erst.  
Dr.K8/Pz

Referat Nr.7

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

Schema: TRg Sumpf  $\rightarrow$  Dampf zum Verdampfer  
StRg Sumpf  $\rightarrow$  abgehende Sumpfmenge

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

b) Regelventile:

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

AT 244/Ref.  
Dr. Kb/Pz.

Referat Nr. 8.

Referent: Dr. Strätz

Thema: Isomerisation  
Gegenüberstellung der Beobachtungen,  
Umsatz, Katalysator.

### Isomerisation:

Der Zweck der Isomerisation ist, den Überschuss an  $n\text{-C}_4\text{H}_{10}$  im Rahmen der Alkylation in  $i\text{-C}_4\text{H}_{10}$  überzuführen, um das  $n\text{-C}_4\text{H}_{10}$  in der Alkylation zuzuführen.

Das in Zusammenarbeit mit der Alkylation entwickelte Verfahren arbeitet in der Regel bei 95 - 100° mit  $\text{AlCl}_3$  und  $\text{HCl}$  bei 16 - 17 atü.

### Verfahrensbeschreibung:

Das aus der Butantrennung kommende  $n\text{-C}_4\text{H}_{10}$  wird im Vorheizzer auf 110 - 120° erhitzt bzw. verdampft und über eine Mischdüse gemeinsam mit dem Kopfprodukt der  $\text{HCl}$ -Kolonne über einen Luftkühler dem Ofen zugeleitet. Das gasförmige Kopfprodukt der  $\text{HCl}$ -Kolonne enthält 75 - 80%  $\text{HCl}$ ; im Eingang des Ofens werden 10%  $\text{HCl}$  gehalten. Die Zugabe von  $\text{HCl}$  erfolgt aus Chlorwasserstoffbomben, die durch Erwärmen auf 40° in einem Wasserbad auf den erforderlichen Druck gebracht werden. Im Ofen strömt das  $n\text{-C}_4\text{H}_{10}$  -  $\text{HCl}$  bei 95 - 100° und 16 - 17 atü Druck in Gasphase von unten nach oben durch die Raschigringschicht. Durch Spuren vorhandener bzw. sich durch Zersetzung bildender Olefine bildet das  $\text{AlCl}_3$  eine schlammartige Molekülverbindung, die über die Raschigringschicht nach unten fließt. Der Schlamm wird diskontinuierlich entleert und in Kübel abgezogen und auf die Halde gefahren. Von Wichtigkeit ist der sog. freie Raum von 1 - 2 m im Oberteil des Ofens, der den Zweck hat, das sublimierende  $\text{AlCl}_3$  zur Nachreaktion zu bringen, damit es dann in Form von leichtflüssigem Schlamm in den Ofen zurückfließt. Diese Anordnung hat sich in der halbtechnischen Anlage gut bewährt. In der Grossanlage reicht, wie später noch erläutert, der freie Raum nicht aus, sondern es ist noch ein (Bild 1.)

660

AT 244/Bef.  
Dr. KG/Pr.

Referat Nr. 8.

23245

Bild 1:

Das Reaktionsgemisch verlässt den Ofen oben gasförmig mit 100° und wird im nachgeschalteten Kondensator, der mit Kreislaufwasser gefüllt wird, verflüssigt und läuft in einen Zwischenbehälter. Von hier aus wird das Reaktionsgemisch in die Chlorwasserstoffkolonne eingespritzt und vom HCl befreit. Die Kolonne arbeitet bei 22 atü, das Kopfprodukt, das zu 75 - 80% aus HCl besteht, vermischt sich in der Mischdüse mit dem  $n-C_4H_{10}$  und geht wieder in den Iso-Ofen zurück. Der HCl-freie Sumpf gibt in einem Wärmeaustauscher einen Teil der Wärme an das Eingangsprodukt ab und läuft durch einen Wasserkühler zur NaOH-Wäsche der Alkylierung und wird dann in der AT-Destillation zerlegt. Das nicht eingesetzte  $n-C_4H_{10}$  geht wieder in die Anlage zurück.

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

Ofenfüllung:

Der Ofen ist folgendermassen gefüllt:

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

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

Die Anlage ist seit 1.1.1944 in Betrieb.

POOR  
COPY

65

Apparative Änderungen.

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

Im einzelnen handelt es sich um folgende Punkte:

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

AT 244/Ref. Referat Nr. 8  
Dr. K. P.

#### 6.) Lagerung der HCl-Flaschen.

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

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

#### Betriebsverfahren und Störungen.

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

Nach einigen Wochen Betriebszeit traten in der Anlage einige Korrosionserscheinungen auf. Die Temperaturstützen in den Öfen waren stark angegriffen. Die Ursache der Korrosion ist inzwischen geklärt worden. Das Eingangs-Butan hatte vorübergehend einen Feuchtigkeitsgehalt von 0,1 - 0,2 Gew.%. Das Wasser kam aus der Butandestillation der AT-Anlage. Hier musste infolge Verstopfungen in den Vorheizern vorübergehend H<sub>2</sub>O eingespritzt werden. Nach Abstellen dieser Wasserquelle trat keine Korrosion mehr auf. Das n-C<sub>4</sub>H<sub>10</sub> hat jetzt einen H<sub>2</sub>O-Gehalt von 0,02 - 0,03 Gew.%.  
Man kann heute mit grosser Wahrscheinlichkeit annehmen, dass Korrosionen nicht mehr eintreten.

#### Sublimation.

Schwierigkeiten macht uns noch die Sublimation des AlCl<sub>3</sub>.

In der halbertechnischen Anlage sind diese Schwierigkeiten mit Erfolg durch den sogenannten freien Raum beseitigt worden. Im Ofen ist oberhalb der Kontaktschicht ein freier Raum von 2 m vorgesehen, der den Zweck hat, das sublimierende AlCl<sub>3</sub> zur Nachreaktion zu bringen. Leider reicht der freie Raum der Grossanlage nicht aus.

Im Grossbetrieb sublimiert ein Teil des AlCl<sub>3</sub> mit dem Butanstrom und setzt sich in den Kondensatoren fest, und nach etwa 14 Tagen müssen die Kondensatoren abgestellt werden, da der Wärmeübergang zu schlecht wird. Die Untersuchung zeigte, dass ein Teil der Rohre mit AlCl<sub>3</sub> zusublimiert war.

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

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



AT 244/Erz.      Referat Nr. 8  
Dr. K. Pz.

Regler-Erfahrungen.

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

Die Regelung der Kolonne geschieht jetzt folgendermassen:

- a) Einspritzmenge mit Mengenregler (Siemensregler); der vorgesehene Niveaugler im Anfallbehälter wurde ausgeschaltet.
- b) Die Dampfmenge wird mit Mengenregler eingestellt. (Der vorgesehene Temperaturregler ist abgestellt).
- c) Der vorgesehene Druckregler, der den Druck vom Abgas aus steuert, hat sich bewährt und ist geblieben.
- d) Die Kopftemperatur wird mit dem Kühlwasser von Hand geregelt. Der Temperatur-Regler ist nicht in Betrieb. Allerdings sind die Kondensatoren so reichlich ausgelegt, dass bei der herrschenden  $H_2O$ -Temperatur von  $10^\circ$  das Wasser fast abgesperrt ist.
- e) Der Niveaugler im Kolonnensumpf zum Entspannen des Sumpfes hat sich bewährt und ist geblieben.
- f) Der Druck des Kolonnendampfes wird mit einem Druckregler konstant gehalten.

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

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

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

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

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

Die Gräfmesser haben sich inzwischen auch eingespielt. Leider traten bisher an den verschiedenen Messvorrichtungen Verstopfungen durch  $AlCl_3$ -Schlamm und Rost ein.

AT 244/Krf.  
Dr. KB/Pz.

Referat Nr. 8.

Reaktionsbedingungen, Umsatz und Kapazität.

Die Isomerisation wird bei 95 - 100° gefahren ( Gasphase).  
Druck 16 atü.  
HCl : 10 Gew.%.  
.

In der Anlage wurden bisher folgende Ergebnisse erzielt:

Bei 95° beträgt der Umsatz 25 - 30%; bei 100° wurden Umsätze von 35 - 40% erreicht. Die Reaktion verläuft sehr selektiv, die Ausbeute beträgt 95 - 97%. Pro Ofen werden 2,0 m<sup>3</sup>/h, das ist eine Belastung von 2,9 m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup> Kontakt durchgesetzt. Die Leistung der Leuna-Ofen war mit 250 kg i-C<sub>4</sub>H<sub>10</sub> / h geplant. Es wurden bisher 300 kg i-C<sub>4</sub>H<sub>10</sub> / h erreicht. Die bei der Planung zugrunde gelegten Werte von 25% Umsatz, 95% Ausbeute, Bel.: 2,5 sind also überschritten worden.

Hinsichtlich AlCl<sub>3</sub>-Verbrauch und HCl-Verbrauch wurden folgende Werte erreicht:

Der AlCl<sub>3</sub>-Verbrauch lag trotz der Sublimationsschwierigkeiten und der anfangs sehr ungleichmässigen Fahrweise infolge der Reglerschwierigkeiten nur bei 1,2 Gew.%. Der Verbrauch an HCl betrug im Monat Februar 0,6 Gew.%, bezogen auf die Produktion an i-C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>. Dabei ist zu berücksichtigen, dass die Anlage durch Betriebsstörungen mehrere Male grössere Mengen HCl verlor. Der Verbrauch an HCl ist nur eine Frage der Dichtigkeit. Da die Anlage sehr dicht ist, wird der Verbrauch bei sonst störungsfreiem Betrieb noch erheblich fallen.

Diskussion zu Referat 6.

Dir. Dr. Nedelmann:

Entspricht der Umsatz in den Isomerisierungsöfen dem chemischen Gleichgewicht?

Dr. Strätz:

Der Gleichgewichtszustand liegt höher.

Dir. Dr. Nedelmann:

Sind die Apparate in der Isomerisierung aus Eisen oder aus Spezialmaterial hergestellt?

Dr. Strätz:

Alle Apparate sind aus Eisen. Wesentliche Korrosionserscheinungen sind bisher nicht eingetreten. Die Versuche laufen jedoch noch zu kurzfristig, um ein entscheidendes Urteil zu geben. Es muss immer wieder darauf hingewiesen werden, dass die in die Isomerisierung eingehenden Butangemische absolut wasserfrei sein müssen. Bei geringster Vernachlässigung dieser Forderung treten sofort Korrosionen auf, wie es sich bei einem Betriebsfall in Leuna gezeigt hat. Die Korrosionen bieten zwar keinen Anlass zur Besorgnis, aber der Betriebsmann muss sein Augenmerk ständig auf den Wassergehalt des Butans richten.

AT 244/ Erf.  
Dr. KB/Fe.

Referat Nr. 4

Referent: Dr. Strätz

Thema: Betriebszahlen für AT-Verfahren-

Umsatz, Ausbeute, Energie, Leutebedarf für  
Gesamtanlage mit Ausnahme der  $H_2SO_4$ -Kon-  
zentration.

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

In der Alkylierstufe wird das Olefin 100 %ig umgesetzt. Es reagiert 1 Tl.  $n-C_4H_{10}$  mit 1,18 Tl.  $i-C_4H_{10}$ , das bedeutet, dass in der Anlage 1 Tl.  $i-C_4H_{10}$  mit 1 Tl.  $n-C_4H_{10}$  verarbeitet wird.

Die Produktbilanz der gesamten AT-Anlage liegt heute folgendermassen:

Produktion an ET 120	75 %	} 79% Benzin
AT Rückstand	2 = 3 %	
AT-Vorlauf	0,5 = 1,0%	
flüssig Propan	0,5%	
% C	0,5%	
Restgase zum Heizen der Öfen	6 - 8 %	
1% Verluste mit der $H_2SO_4$	1,0%	
Verluste	12-15 %	

Wenn auch 12 - 15% Verluste sehr hoch erscheinen, so ist dabei zu bedenken, dass in der Anlage bei 20% Umsatz die Produkte fünfmal im Kreislauf gefahren werden, d.h. bei einmaligem Durchgang werden 3% des Butans verloren. Mit Steigerung des Umsatzes werden die Verluste noch sinken.

**T-52-Anlage**  
Produktion 27700 t/a. 27700 t/a. T-52

**Energien der T-52 und AT-Anlage.**

	HD.Dampf l/l T52	ND.Dampf l/l T52	H.Spannung KWh/l T52	N.Spannung KWh/l T52	Rückkühlwasser m <sup>3</sup> /l T52	Frischwasser m <sup>3</sup> /l T52	Heizgas MWh/l T52	Stickstoff m <sup>3</sup> /l T52	Pressluft m <sup>3</sup> /l T52
Wärmerzeugung	—	2.02	—	152.6	32.5	—	2.9	268.0	—
Wäsche Dest. I. u. Oelwäsche	0.63	0.25	3.03	30.0	153.0	—	—	—	—
Wärmerzeugung	—	0.07	—	17.0	12.0	—	—	—	—
Wäsche Dest. II. u. Di-Trickdest.	2.28	0.09	—	15.1	72.5	3.2	—	—	—
Wärmerzeugung	0.26	0.18	8.2	47.5	17.3	0.86	—	—	—
<b>Gesamt:</b>	<b>3.17</b>	<b>2.61</b>	<b>86</b> <small>+ Rückkühlwasser</small>	<b>262.2</b>	<b>287.3</b>	<b>4.06</b> <small>+ Rückkühlwasser</small>	<b>2.9</b>	<b>268.0</b>	<b>1210</b>
			<b>471</b>			<b>3280</b>			

**AT-Fabrikation**  
Produktion 27700 t/a. d.a. 25000 t/a.

	HD.Dampf l/l ET120	ND.Dampf l/l ET120	H.Spannung KWh/l ET120	N.Spannung KWh/l ET120	Rückkühlwasser m <sup>3</sup> /l ET120	Frischwasser m <sup>3</sup> /l ET120	Heizgas MWh/l ET120	Stickstoff m <sup>3</sup> /l ET120	Pressluft m <sup>3</sup> /l ET120
Wärmerzeugung	—	1.28	—	98.5	24.0	—	2.1	117.0	—
Wäsche Dest. I. u. Oelwäsche	0.14	0.16	2.06	12.0	94.0	—	—	—	—
Wärmerzeugung	4.92	0.06	—	72.5	143.0	—	—	—	—
Wäsche Destillation	0.19	4.40	—	24.0	143.0	7.75	—	—	—
Wäsche Produktdest.	1.27	1.53	—	24.2	143.0	7.75	—	—	—
<b>Gesamt:</b>	<b>6.46</b>	<b>7.43</b>	<b>165</b> <small>+ Rückkühlwasser</small>	<b>231.2</b>	<b>547.0</b>	<b>15.5</b> <small>+ Rückkühlwasser</small>	<b>2.1</b>	<b>117.0</b>	<b>44.7</b>
	<b>1.54</b> <small>mit Turbinendampf ohne</small>		<b>371</b>			<b>70.30</b>			

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

18 April 1944

23252

AT 244/Erfr.  
Dr.KO/Ps.

Referat Nr. 9

Kontaktverbräuche.

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

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

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

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

Leistung des Kontaktes:

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

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

Energieverbräuche

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

Leutebedarf:

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

Die 160 Mann bestehen zu-

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

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

AT 244/Err.  
Dr.KG/Ps.

Referat Nr. 5

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

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

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

Insgesamt sind  
 15 Betriebsmeister  
 4 Maschinenmeister  
 1 Laborant  
 1 Büroangestellter

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

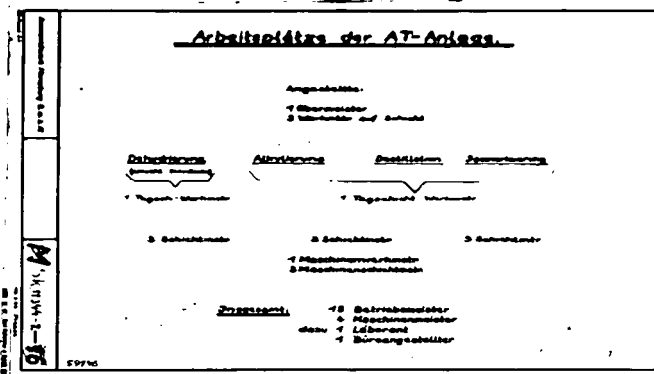


Bild 1: Angestellte in der AT-Anlage Leuna.

Bild 2 zeigt einen Grundriss der AT-Anlage.

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

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

23255

AT 244/Erst.  
Dr. K3/Pz.

Referat Nr. 9

b) Alkylierung  
unterstellt.

c) für Destillation und Isomlagerung

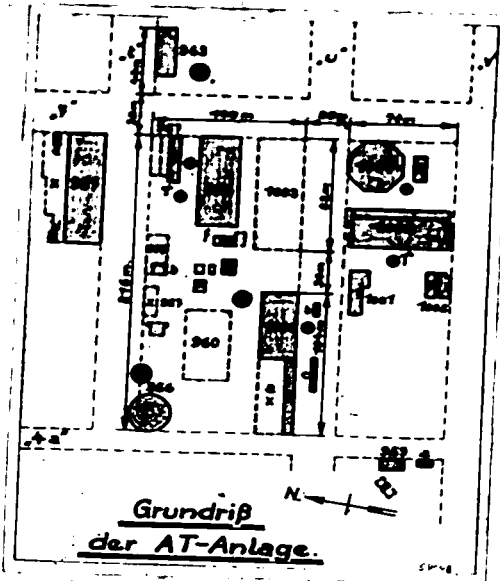


Bild 2: Grundriss der AT-Anlage Leuna.

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

Die roten Kreuze + sind	Wechsel-Schichtarbeiter
die roten Kreise o sind	Vorarbeiter auf Wechsel- schicht
die blauen Kreuze + sind	Tagsschichtarbeiter
die blauen Kreise o sind	Tagsschichtvorarbeiter

In Betrieb sind 4 Dehydrieröfen, 2 Trocknungsöfen,  
2 Regenerationsöfen, Ferner 4 Luftgebläse,  
1 Heizgasgebläse, 2 Benzinkompressoren und 1 Kühl-  
anlage.



AT 244/Bef.  
Dr. 10/28.

Referat Nr. 9

Gesamtdarft 60 Mann  
Die Einzelheiten siehe Bild.

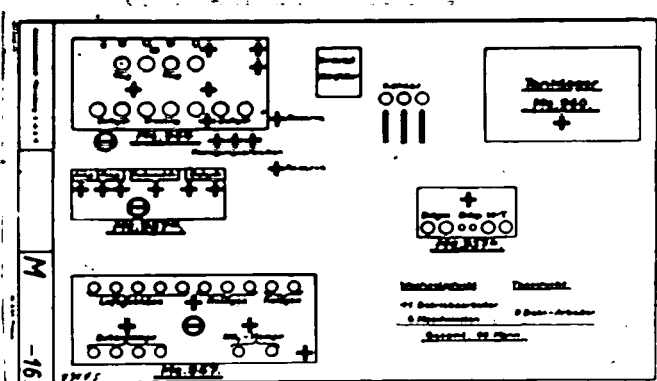


Bild 3: Leutebedarf der Dehydrierung und Gaskondensation.

Auf Bild 4 ist der Leutebedarf der Alkylierung, Kühlbutan-anlage dargestellt. In Betrieb sind: 8 Rührwerke mit den Abscheidern, 3 Feinabscheider, 1 Laugewäsche, 1 Kälte-anlage.

Dazu werden insgesamt 37 Mann benötigt.  
Einzelheiten siehe Bild 4.

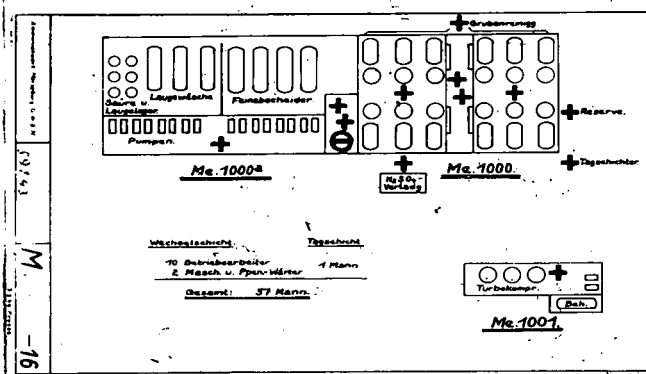


Bild 4: Leutebedarf der Alkylierung und Kühlbutan-anlage.

23257

AT 244/Bff.  
Dr. 10/PN

Referat Nr. 9.

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

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

Für diesen Betrieb sind 28 Mann erforderlich.

Einzelheiten siehe Bild 5.

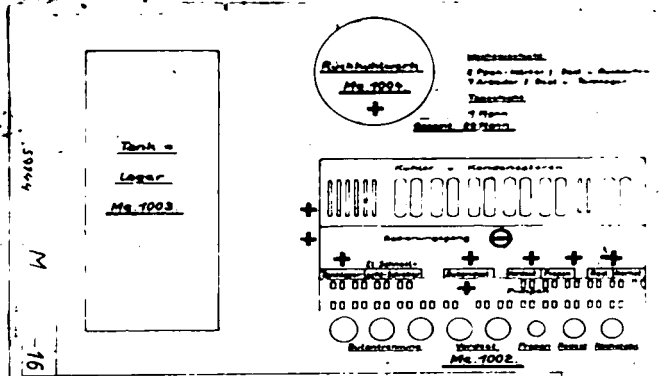


Bild 5: Leutebedarf der Destillation, des Tanklagers und des Rückkühlwerkes.

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

Im Hinblick auf die Anfahrtschwierigkeiten sind auf Tagesschicht 2 Mann vorhanden; davon kann einer später wegfallen.

( Bild 6 siehe folgende Seite)

AS 244/192.  
De. 13/24.

Referat Nr. 9

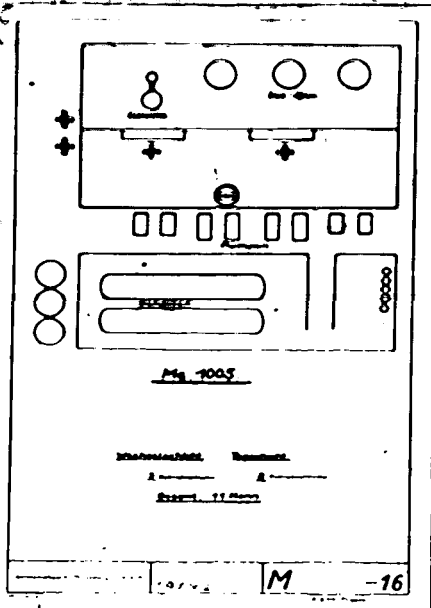


Bild 6: Leutebedarf der Iso-Anlage.

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

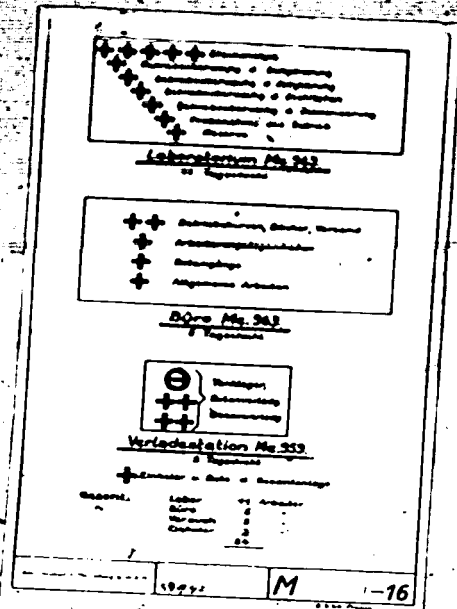
Im Labor sind 11 Leute vorgesehen. Die 5 Arbeitskräfte für Stockanalysen können bei normalem Betrieb auf 3 reduziert werden. In der Leuna-Anlage werden 5 benötigt, da viele Versuche und Entwicklungsarbeiten durchgeführt werden.

Für das Büro sind 5 Leute erforderlich, für die Verladestation insgesamt 5 für Entleerung der Butanwagen (bis zu 8/Tg.), Abfüllung von Propan, Rückstände, Vorlauf und ET 120.

( Bild 7:( siehe folgende Seite)

Dr. G. H. ...

Referat Nr. 9



**Bild 7:** Leutebedarf des Laboratoriums, des Büros und der Verladestation für Butan und Benzin.

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

23260

AT 294/Erz.  
Dr. KB/Pz.

Referat Nr. 10

Referent: Dipl.-Ing. Weidmann

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

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

114

65

23261

AT 244/Erz.  
Dr. K8/Ps

Referat Nr. 10

Reparaturschlosserbedarf der AT 244-Anlage Leuna

Bau	Schlosser		Vollhandw.		Schlosser, Helfer u. Hilfschlosser				insgesamt	
	Deutsche R-S	M-S	Ausl. R-S	M-S	Deutsche R-S	M-S	Ausl. R-S	M-S	Deutsche	Ausl.
1. Dehydrierung Me 956	7	1	5	0	2	0	5	2	11	12
2. Butanverflüssigung Me 957	in (1)	2	-	1	-	1	-	2	3	3
3. Lager Me 960	1	-	1	-	-	-	1	-	1	2
4. Mischerbau Me 1000 u. Me 1000a	7	2	2	2	2	2	-	1	13	5
5. Iso-Anlage Kältebutan u. Destillation Me 1001, 1002 u. 1005	5	3	2	2	-	1	1	1	9	6
6. Lager Me 1003	2	-	2	-	-	-	1	-	2	3
zus.	22	8	12	5	4	4	8	6	38	31
									70 - 80	

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

R-S = Rohrschlosser  
M-S = Maschinenschlosser

115

AT 204/101.  
Dr. KD/PS.

23262

Diskussion zu Referat 9 und 10.

Obering. Stärker:

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

Dr. Grenacher:

Durchschnittlich 14 Mann.

Dr. Köding:

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

Dir. Dr. Giesen:

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

Dr. Strätz:

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

Dir. Dr. Giesen:

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

AF 244/Err.  
Dr. KS/Pz.

Diskussion über Referat 9 und 10.

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

Dr. Mohner:

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

Dir. Dr. Giesen:

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

---



AT 244/Bef.  
Dr.-Kö/Pz

Referat Nr.: 11

Referent: Dipl.-Ing. Fuchs

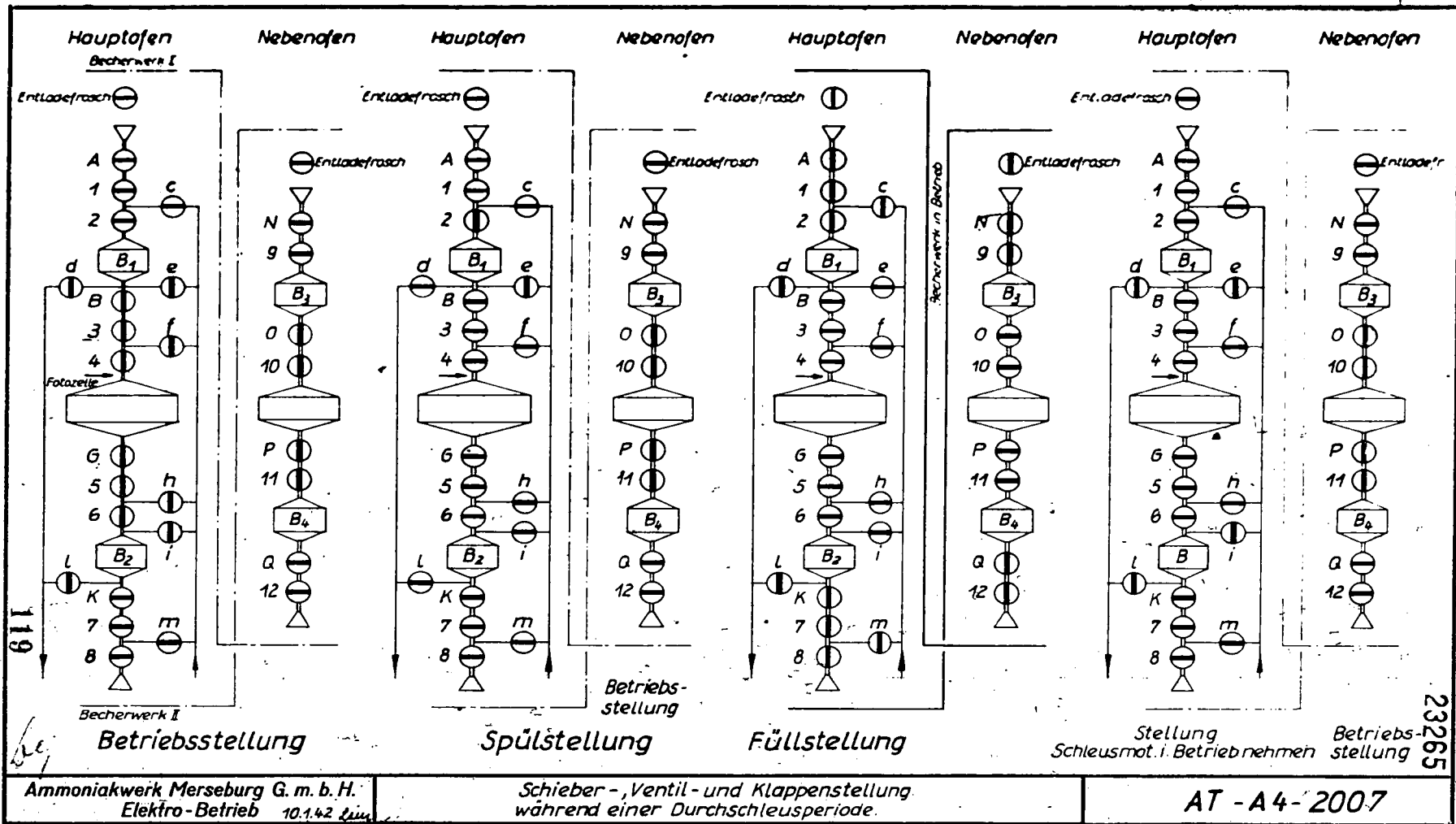
Thema: Die automatische Steuerung des Kontaktumlaufs

Bei der Planung der automatischen Steuerung des Kontaktumlaufs im Ofenhaus war folgende Aufgabe gestellt:

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

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

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



Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.  
Elektro-Betrieb 10.1.42 242

Schieber-, Ventil- und Klappenstellung  
während einer Durchschleusperiode.

AT - A 4 - 2007

Dr. 224/227.  
Dr. 225/226.

Diskussion zu Referat II.

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

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

Bedienung: 1 Schicht-Elektriker  
(mittlerer Qualität)

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

Montage: 3 hochqualifizierte  
Elektriker

ca. 7-Hilfselektriker

dazu für Kabelver-  
legung:

20-30 Mann (Elektriker  
und Maurer).

AT 244/Erz.  
Dr. KB/Pz.

Referat Nr. 12.

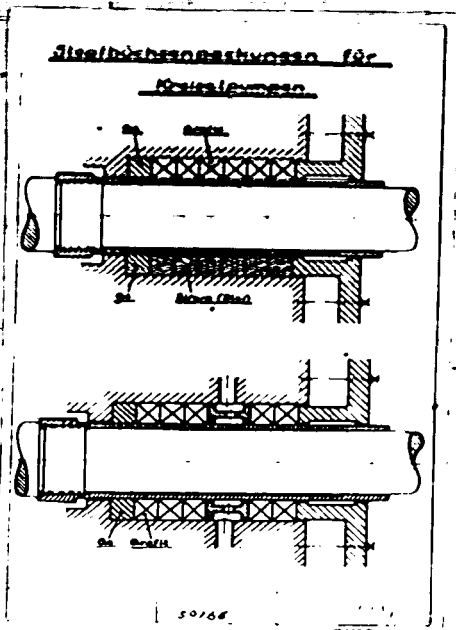
Referent: Dipl.-Ing. Weidmann.

Thema: Erfahrungen des Betriebsingenieurs.  
Pumpen- und Stopfbüchsenfragen.

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

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

(Bild 1, siehe folgende Seite)



**Bild 1:** Stoffbüchsenpackungen für Kreiselpumpen.  
 Obere Stoffbüchse: oben Packung mit Grafitringen,  
 unten ältere Packung mit Sinusringen.  
 Untere Stoffbüchse: Packung mit Grafitringen  
 und Laterne für HCl- haltige Produkte.

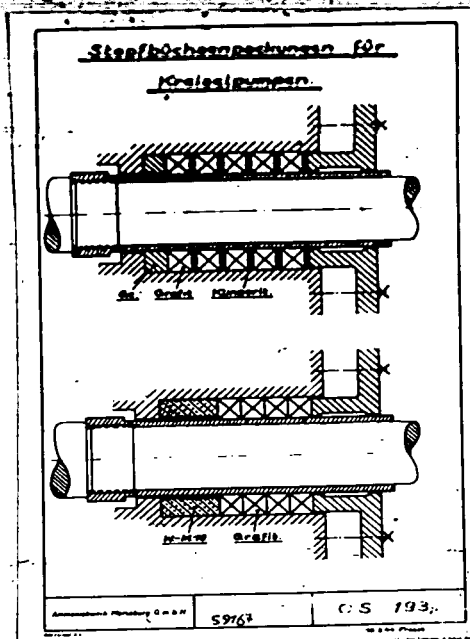
In der Isomerisierung ist eine Stoffbüchse mit Zwischenlaterne für HCl- haltige Produkte in Betrieb. Benzin wird als Sperrflüssigkeit verwendet. Die Stoffbüchse beansprucht mehr Wartung; das Kinregulieren der Sperrflüssigkeit macht während des Betriebes manchmal Schwierigkeiten. Dass von der Sperrflüssigkeit unkontrollierbare Mengen in das zu fördernde Produkt kommen, macht sie nur beschränkt verwendbar. Die von anderer Seite empfohlene Verwendung von Schmieröl als Sperrflüssigkeit wird bei uns z.Zt. erprobt. Unsere Ergebnisse liegen noch nicht vor. Versuchsweise sind in Stoffbüchsen Grafitringe im Wechsel mit Klingerringen eingelegt. Ausserdem läuft noch ein weiterer Packungsversuch, der auf folgender Beobachtung gründet: Die 2 - 3 äusseren Ringe übernehmen die Gesamtdichtung. Deshalb sind nur 4 Grafitringe über einen Füllkörper aus Metall eingebaut. Die bisherigen Betriebsergebnisse für beide Versuchspackungen sind befriedigend.

AS 244/Bz.  
Dr. K. B.

Referat . p. 12.

Für den zuverlässigen Betrieb von diesen Pumpen muss beachtet werden:

1. Einwandfreier Zusammenbau
2. Gleichförmigkeit und Feinheit der Produkte.
3. Laufende sorgfältige Prüfung!



**Bild 2:** Versuchs-Stoffboxenpackungen für Kreiselpumpen.  
Oben: Graphitringe mit Klingerit-Zwischenringen  
Unten: Packung mit nur 4 Graphitringen und einem Füllkörper aus Metall.

**Zu 1:**  
Die Welle einschl. der aufgezogenen Wellenschoner darf nicht mehr als 0,02 - 0,03 mm schlagen. Dass beim Festziehen des Wellenschoners kein Verbiegen der Welle eintritt, muss besonders beachtet werden.

AT 244/Erz.  
Dr.K8/PE

Referat Nr.12

Zu 2:

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

Zu 3:

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

Ausser den Pumpenstopfbüchsen sind noch wichtige Stopfbüchsen

an den Butankompressoren der Butanverflüssigung,  
an den Rührwerken des Mischerbaues.

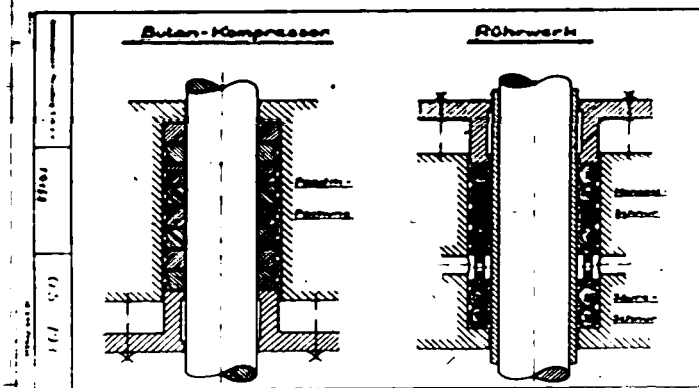


Bild 3: Stopfbüchsen der Butankompressoren und der Rührwerke.

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

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



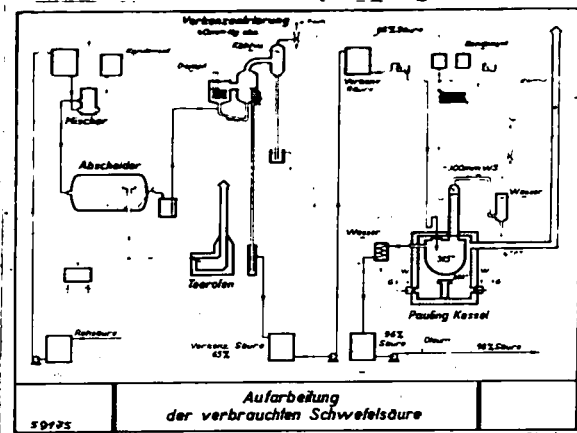
AT 244/Erz.  
Dg. 125/Pg.

Referat Nr. 13.

Referent: Dr. Menschiok

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

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



An einzelnen Stufen des Verfahrens waren dagegen erwartungsgemäss gewisse Änderungen notwendig, da aus Zeitmangel für die Schwefelsäureaufbereitung, die übrigens im Rahmen der AP-Fabrikation nur einen verhältnismässig kleinen Nebenbetrieb darstellt, keine eigene Versuchsanlage erstellt werden konnte.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

AT 244/Bef. Referat Nr. 15.  
Dr. K3/Ps. /

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

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

Die Ausbeute an Schwefelsäure beträgt 85 - 90%.

Die Leistungsfähigkeit der Anlage lässt sich etwa folgendermassen angeben:

- 2 Mischapparaturen ( ohne Reserve)  
à 25 tato SO<sub>3</sub> = 50 tato SO<sub>3</sub>
- 2 Vorkonzentrierungen (+ 1 Reserve)  
à 15 - 20 tato SO<sub>3</sub> = 30 - 40 tato SO<sub>3</sub>
- 6 - 7 Paulingkessel (+ 1 - 2 Reserve)  
à 5 - 6 tato SO<sub>3</sub> = 35 - 40 tato SO<sub>3</sub>

Die Leistung eines Paulingkessels würde bei gut vorkonzentrierter Säure ( ohne Verteerung) bis auf 6 - 7 tato SO<sub>3</sub> kommen, bei normaler Fahrweise des Dephlegmators wesentlich höher.

Der Energieverbrauch der Anlage beträgt etwa:

- Dampf = 1,2 to / to SO<sub>3</sub>
- Heizgas: 200 m<sup>3</sup>/h à 2500 WE je Paulingkessel  
= 2,0 Mill WE / To SO<sub>3</sub>  
= 3,0 Mill WE / to H<sub>2</sub>O
- Strom: 15 - 20 Kwh / to SO<sub>3</sub>

AT 294/Erz.  
Dr. Kb/Ps.

Referat Nr. 13.

Leutebedarf in der SchwefelsäureaufbereitungA - WechselschichtNormalerweise in Betrieb:

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

1 Teerabscheidung  
 1 Teerverbrennungsofen  
 1 Teerverladung für Halde

ferner

Leutebedarf:

2 Mann / Schicht

1 - 2 Mann / Schicht

1 Mann / Schicht

3/4 Postenmann

1/2 Schichtmeister

B - Tagschicht.

für Betriebsarbeiten

für Laborarbeiten

ferner

6 Mann

2 - 3 Mann

1/2 Sicherheitsmeister

1/2 Werkmeister.

AT 244/Erz.  
Dr. K3/Pz.

Diskussion zu Referat 13.

Verschiedene Rückfragen: Ist der Kohlenstoffgehalt der Verbrauchtsäure von der Fahrweise der AT-Anlage abhängig?

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

Dr. Strätz:

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

AT 244/Ent.  
Dr. K. P.

Diskussion über Referat 1).

Dr. Schöffelder:

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

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

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

Dr. Strätz:

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

AT 244/Erfr.  
Dr.-Kb/Er.

Diskussion über Referat 13

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

Dir. Dr. Giesen:

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

Obering. Stärker:

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

Dir. Dr. Giesen:

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



AT 244/Erf.  
Dr. KS/Ps.

Diskussion über Referat 13.

Obering. Palzer:

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

Dir. Dr. Nedelmann:

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

Dir. Dr. Giesen:

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

Obering. Palzer:

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

AT 204/Br2.  
Dr. 10/20.

Diskussion über Referat 13.

Dir. Dr. Neidemann:

Bestehen ausser der Teerverbrennung noch anderweitige Verwendungsmöglichkeiten für den Säureteer?

Dir. Dr. Giesen

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

Obering. Falzer:

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

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

AT 244/Erz.  
Dr. KS/Ps.

Diskussion über Referat 13.

Dir. Dr. Ottens:

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

Obering. Palzer:

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

Dipl.-Ing. Ihlenburg:

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

Dir. Dr. Nedelmann:

Kann man den Säureteer mit Schweröl mischen und zum Anreibeöl geben?

Dir. Dr. Giesen:

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

Dr. Schönfelder:

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

Obering. Palzer:

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

AT 244/1-1  
Dr. Kb/Pa.

Diskussion über Referat 13.

23282

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

Dir. Dr. Giesen:

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

Dipl.-Ing. Reichardt:

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

Referat Nr. 14.

Referent: Dipl.-Ing. Ihlenburg

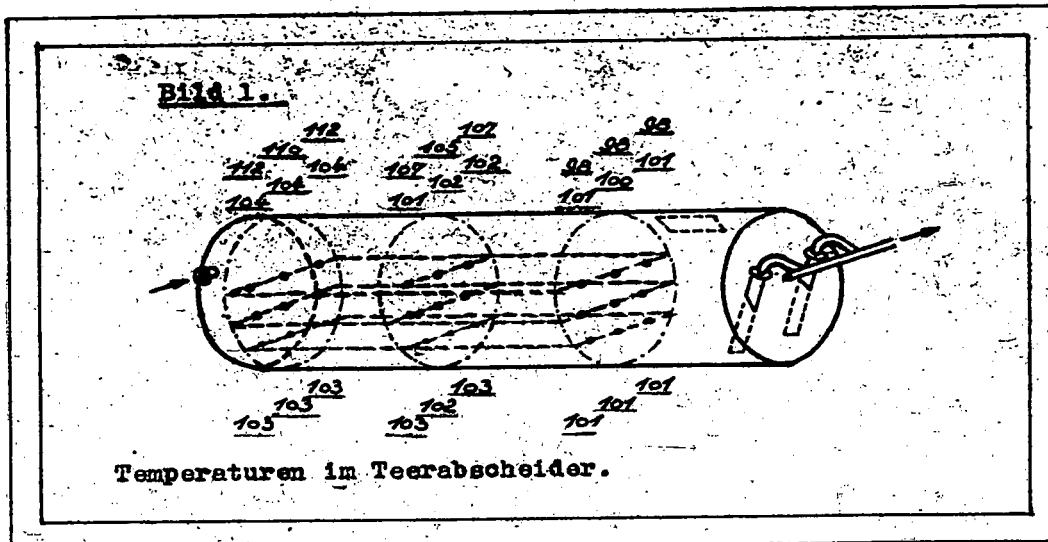
Thema: Ingenieur-Erfahrungen in der Schwefelsäure-Aufbereitung.

I. Teerabscheidung.

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

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

Bild 1.



139

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

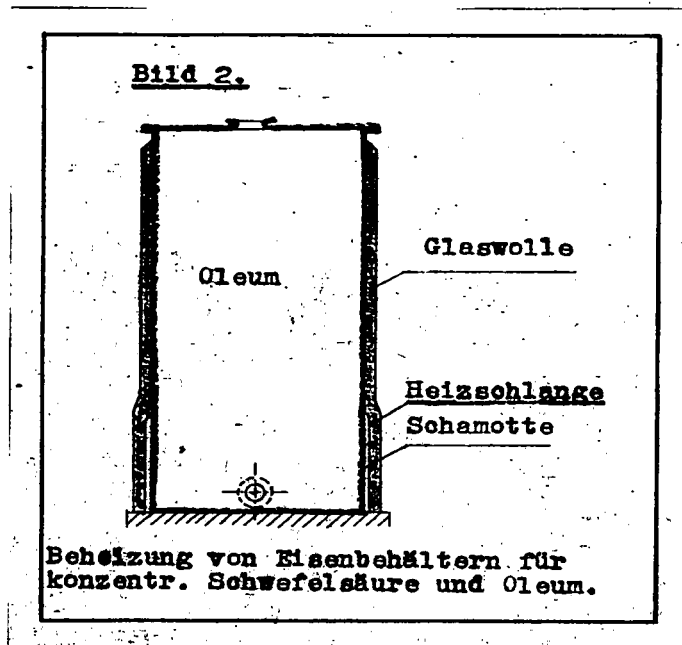
### II. Pumpen.

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

### III. Material für Behälterbau.

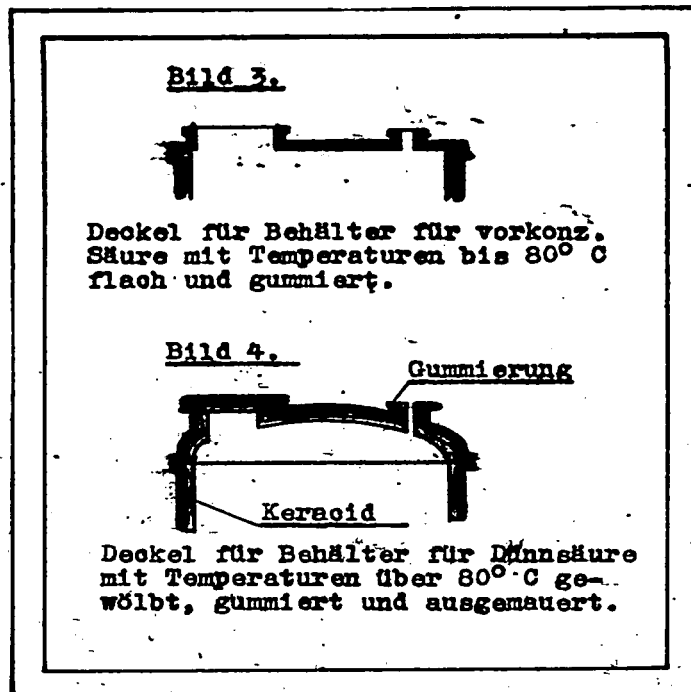
- a) Bei Säurekonzentrationen über 70% ist Flusseisen als Baustoff für Behälter üblich. Vorsicht ist jedoch geboten bei höheren Temperaturen. Insbesondere dürfen Dampfheizschlangen nicht unmittelbar auf die Behälterwand gelegt werden. Eine Schamotte-Zwischenlage zwischen Behälter und Heizschlange ist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

Bild 2.



- b) Bei Konzentrationen unter 70% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> wurde früher nur Blei oder verbleites Eisen verwendet. Zur Einsparung von Blei sind Auskleidungen mit Vinidur oder Gummi bei säurefester Ausmauerung zum Schutze dieser Auskleidungen vor Überhitzung mit bestem Erfolg verwendet worden. Gummierete flache Deckel ohne keramischen Schutz (Bild 3) haben sich bei vorkonzentrierter Säure (60 - 85° C) bewährt, bei Dünnsäure (d.h. 50 - 55 %iger Säure aus einer Abscheider mit Temperaturen von 80 - 100°) wurde die Gummierung eines Deckels rastlos zerstört.

Bild 3. und 4



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

AP 200/191.  
Dr. K. / Fr.

Referat Nr. 14.

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

Bleiverkleidete Schichter zeigten Angriffe im Brückenraum durch heisses  $\text{SO}_2$ . Deshalb sollten verbleite Abscheider und verbleite Dünnebrückenkühler auf der ganzen Innenfläche, mindestens aber im Brückenraum ausgemauert werden. Verbleite Brückenkühler zeigten auch in unteren heißen Brücken-Ringraum starke Bleikorrosionen, bis dieser Raum nach Bild 6 durch Ausmauerung geschützt wurde. (Bild 6.)

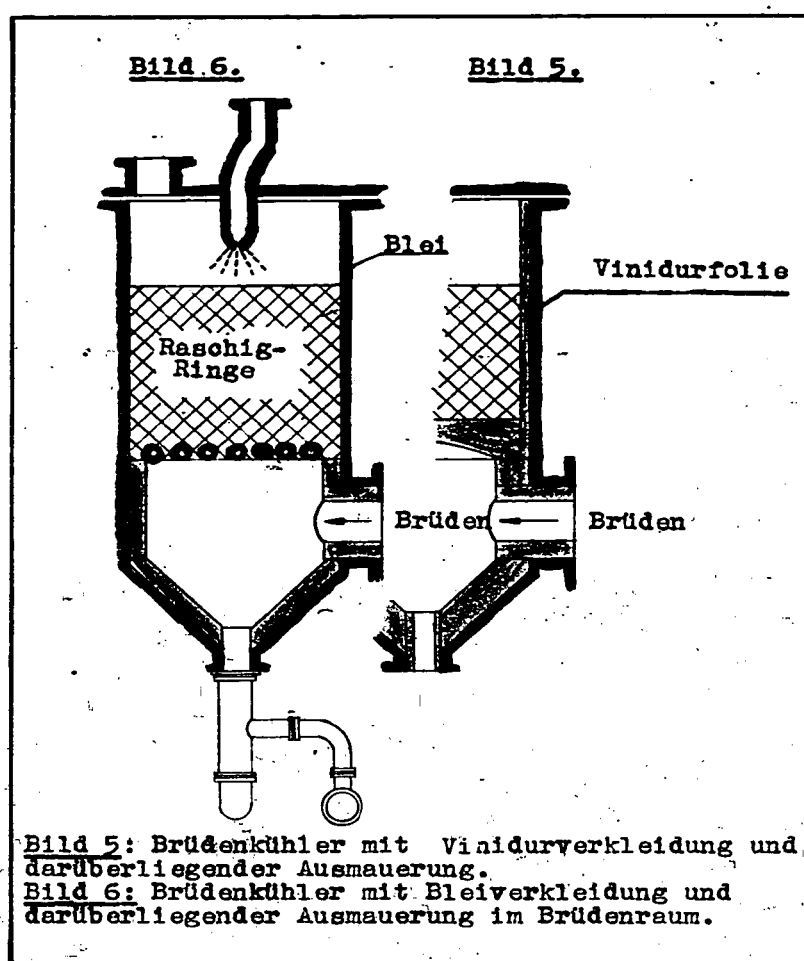


Bild 5: Brückenkühler mit Vinidurverkleidung und darüberliegender Ausmauerung.  
Bild 6: Brückenkühler mit Bleiverkleidung und darüberliegender Ausmauerung im Brückenraum.



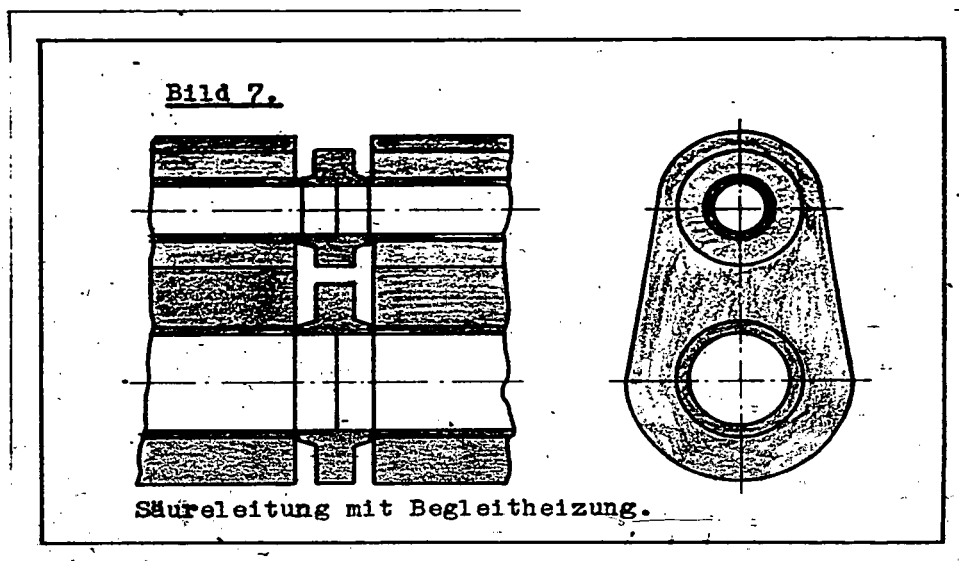
IV. Material für Leitungen.

a) Dicke Säure.

Für Schwefelsäure zwischen 70 und 90% ist Gusseisen als Werkstoff üblich. Es wurde im Gebäude der Aufbereitung ohne Anstände verwendet. Auf Rohrbrücken wurden für Roh- und Fertigsäure flusseiserne Leitungen versucht. Der Angriff ist bei den Leitungen stärker als bei flusseisernen Behältern, weil die schützende Sulfatschicht von der strömenden Säure leicht weggespült wird und dann von neuem blankes Eisen dem Angriff der Säure preisgegeben ist. Geringe Strömungsgeschwindigkeiten vermindern den Angriff; man sollte möglichst nicht über 0,5 m/sec. gehen.

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

Bild 7.



## b) Teerleitungen

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

Bei Neigungen von 16% hat eine nicht verbleite Teerleitung in 8 Monaten keine Korrosionen gezeigt. Bei einer Neigung von 8% ist eine andere Leitung gleicher Ausführung ziemlich schnell durchkorrodiert. Offenbar fließt der Teer hier zu träge, sodass sich geringe Mengen von Säure während des Durchfließens aus dem Teer abscheiden und in Unebenheiten der Leitung Korrosionen hervorrufen.

## c) Dünne Säure

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

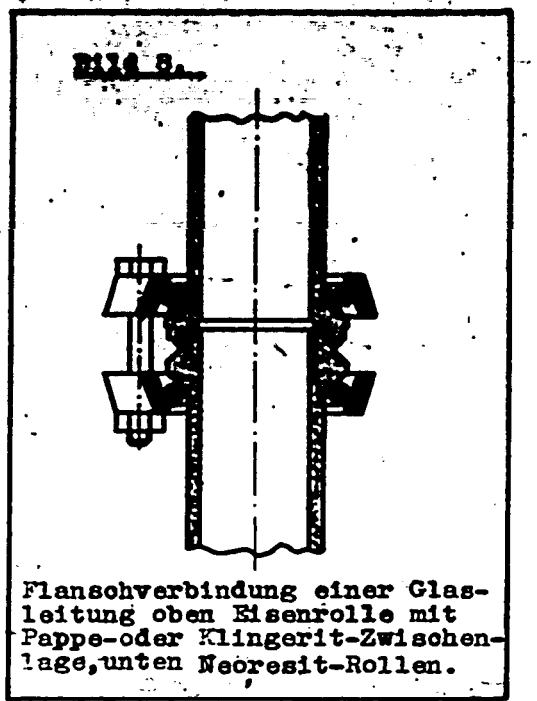
Es wurden für die dünnen Säuren fast ausschliesslich Glasleitungen verwendet. Glas ist gegenüber Temperaturschwankungen unempfindlicher als Siliziumeisen, ist bei kleinen Leitungsdurchmessern ( etwa 50 mm) nicht spröder als dieses und hat den wesentlichen Vorteil, dass man die Strömungsvorgänge beobachten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

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

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

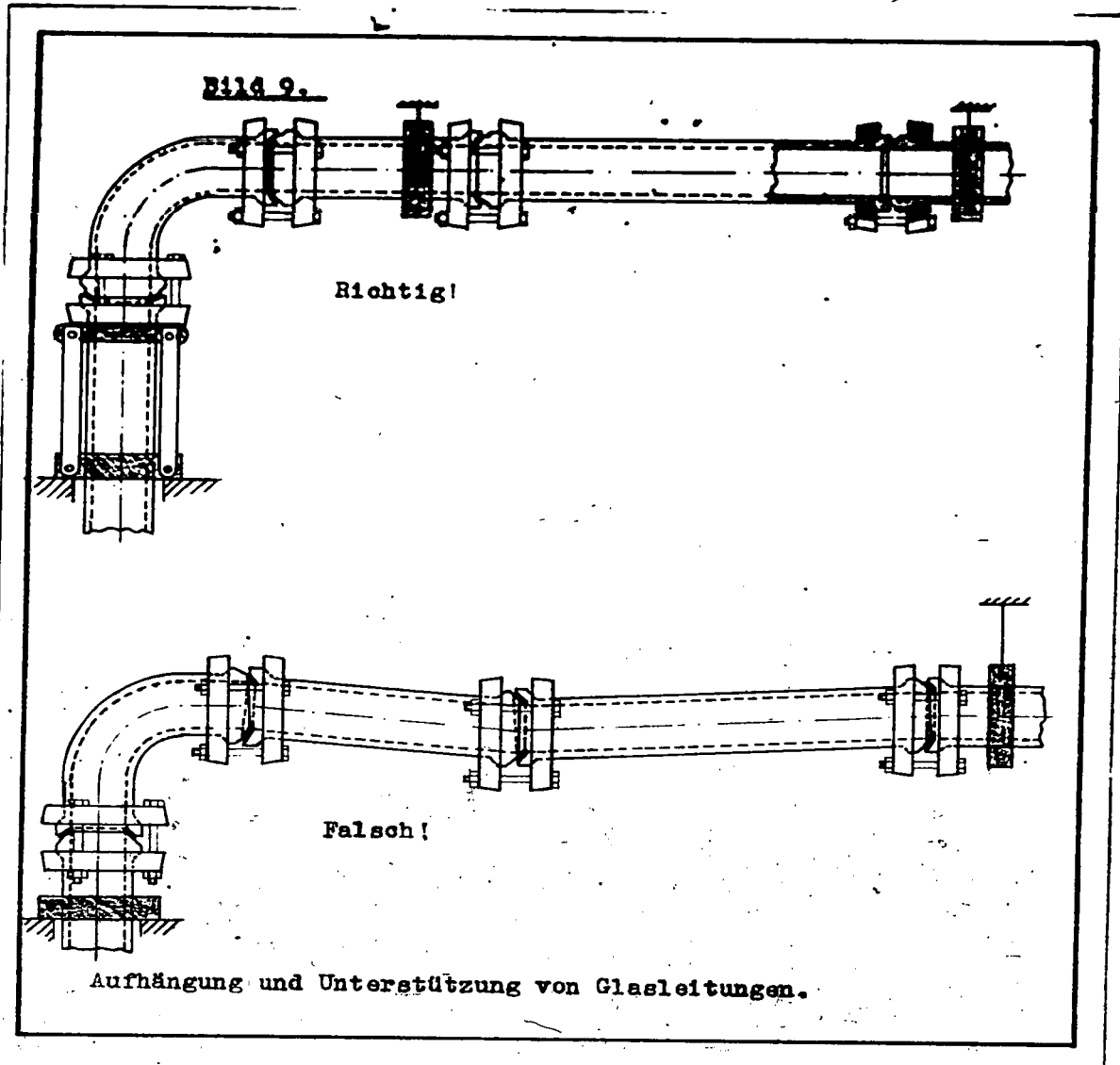
( Bild 8) (siehe nächste Seite)

Bild Nr. 9.



2. Waagerechte Leitungen müssen mindestens nach jeder zweiten Flanschverbindung eine Aufhängung oder Unterstüztung erhalten. Jedes nachträgliche Durchsacken einer schlecht befestigten Leitung führt zu Undichtigkeiten. (Bild 9) (siehe folgende Seite).
3. Bei senkrechten Leitungen muss mindestens eine Schelle oder Aufhängung unmittelbar unter eine Flanschverbindung greifen, damit die Leitung nicht durchrutscht.

Bild 9



AT 244/Erf.  
Dr. K. / Pz.

Referat Nr. 14

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

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

#### V. Dichtungsmaterial.

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

Produkt	Leitungs- baustoff	bestes	2. bestes	3. bestes
		Dichtungsmaterial		
Gas, Pressluft, Wasser, neutrales Abwasser	FE/GE	Pappe m. Sedrapix	-	-
Saures Abwasser bis 60°	Glas	Igelit	Gat (Gummi 36C)	Klingerit
Saures Abwasser heiss	Glas	Gat	Klingerit	-
Säure von 50-75% bis 100° C	Glas	-	-	Gummi 366
96 %ige Säure 320° C	Sil.-Eis.	Brauash. in Birnis getränkt	-	-
Oleum	FE	Weissarb. in Wasser	Klingerit	-
Kaminleitungen	FE	" "	-	-

POOR  
COPY

65

AT 244/Erst.  
Dr. K. / Pz.

Referat Nr. 14

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

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

#### V. Dichtungsmaterial.

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

Produkt	Leitungs- baustoff	bestes Dichtungsmaterial	2.bestes	3.bestes
Gas, Pressluft, Wasser, neutrales Abwasser	FE/GE	Pappe m. Sodrapix	-	-
Saures Abwasser bis 60°	Glas	Igelit	Gat (Gummi 36C)	Klingerit
Saures Abwasser heiss	Glas	Gat	Klingerit	-
Säure von 50-75% bis 100° C	Glas	-	-	Gummi 366
96 %ige Säure von 320° C	Sil.-Eis.	Elausch. in Birnie getränkt	-	-
Oleum	FE	Weissarb. in Wasser	Klingerit	-
Kaminleitungen	FE	" "	-	-

POOR  
COPY 65

Produkt	Leitungs- baustoff	bestes Dichtungsmaterial	2. Bestes	3. Bestes
Dephlegmator, unterster Schuss	FE	W. Asb. m. Dichtg. Mas- se "Munolit", "Ajalit" o. d.ergl.		
Dephlegmator obere Schüsse	FE	Pappe n. Dichtgm.		
Brüden kalt	Glas	Weichgelit grau	Get	Klingerit
Brüden heiss	Glas	Get	Klingerit	Weissasbest

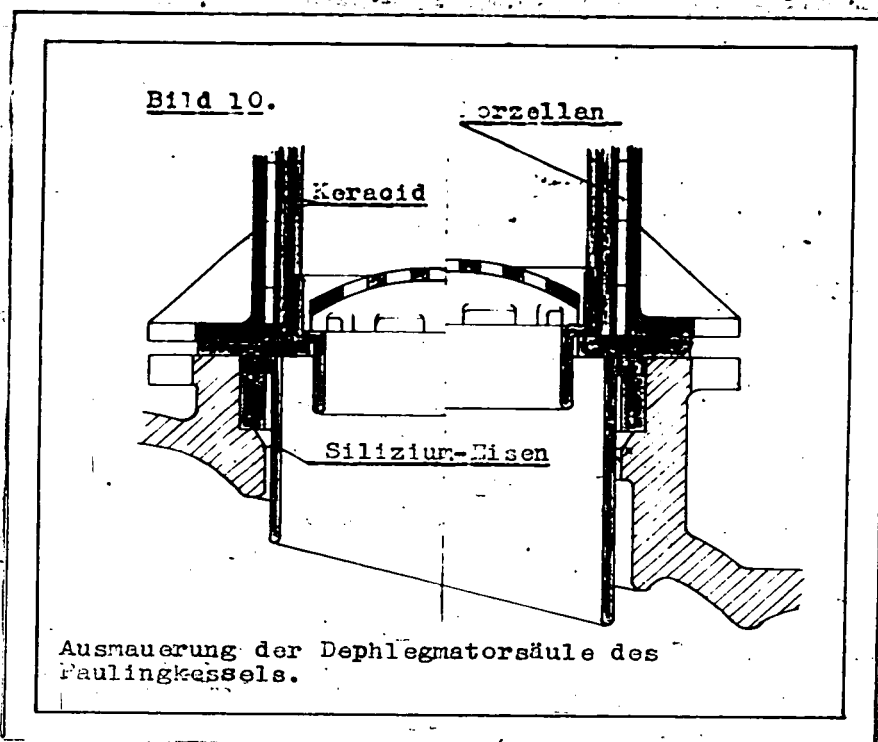
Unter den verschiedenen im Handel befindlichen Get- Qualitäten hat sich nur die Qualität 2m6a bewährt. Get- und Klingerit-Dichtungen können mit Graphit gepugert werden.

#### VI. Säurefeste Ausmauerungen

Die Ausmauerung der Behälter und Apparate besteht aus Keracidsteinen, die in SWK verlegt werden. Von den 3 Ausmauerungslagen der Dephlegmatorschüsse ist die äusserste, am Eisen anliegende Schicht aus Hartporzellanplatten gemauert. Für die beiden inneren Keracid-schichten muss man darauf achten, dass das zur Verwendung kommende Material gut dicht gepresst und gebrannt ist. Poriges und rissiges Material hat nur kurze Lebensdauer. Den untersten Flansch als Mauertragring auszubilden, hat sich nicht bewährt. Der zwischen Dephlegmator und Pauling liegende Siliziumeisen-Ring wurde nachträglich auf 32 mm verstärkt (Bild 10)

Bild 10. (siehe nächste Seite)

Bild 10





23294

AT 244/Bef. Referat Nr. 14  
Er. EG/PS.

VII. Bedarf an Schlossern und Hilfschlossern.

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

149

65

Diskussion zu Referat 14.

Dir. Dr. Giesen:

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

Dipl.-Ing. Ihlenburg:

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

AF 244/Brf.  
Dr. KB/Pa.

Diskussion zu Referat 14.

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

Dipl.-Ing. Fischer:

Wie machen sich Witterungseinflüsse auf die Glasleitungen bemerkbar?

Dipl.-Ing. Ihlenburg:

Bis jetzt haben sich keine Schäden durch Witterungseinflüsse gezeigt, da die Leitungen verhältnismässig grosse Temperaturschwankungen vertragen. Glasleitungen, die mit 100° heisser Säure gefüllt waren und durch Unachtsamkeit mit kaltem Wasser bespritzt wurden, sind regelmässig nicht zu Bruch gegangen.

Dir. Dr. Giesdn:

In der organischen Abteilung in Leuna liegen schon jahrelang an verschiedenen Stellen Glasleitungen, an denen sich bisher Witterungseinflüsse niemals ungünstig ausgewirkt haben.

Dipl.-Ing. Fabian:

Aus welchem Material sind die Füllkörper in der Dephlegmatorsäure der Paulingkessel gefertigt?

Dr. Menschiok:

In den Dephlegmatorsäulen werden normalerweise oben Porzellanringe und unten Ringe aus Ferro-Silizium verwendet. Die Porzellanringe haben einen gewissen natürlichen Verschleiss und müssen in bestimmten Perioden ausgetauscht werden. Die Ferro-Siliziumringe dagegen sind als absolut beständig zu bezeichnen. Wegen des hohen Gewichtes der Ferro-Siliziumringe und wegen der verlangten Einsparung an Eisen soll man die ganze Dephlegmatorsäule nicht mit solchen Ringen füllen.

23297

AT 244/Ref.  
Dr. KB/Pz.

Diskussion zu Referat 14.

Dipl.-Ing. Fabian:

Ist die Verwendung von Glasringen möglich?

Dr. Menschick:

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

---

152

23298

AT 244/ Ebf.  
Dr. Ka/Pz.

Referat Nr. 15

Referent: Dr. Milz.

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

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

Alkylierbetrieb:

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

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

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

Schwefelsäure-Aufbereitung:

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

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

Ausführung der Anlage: ND-Betrieb bzw. Vakuum bis 50 mm Hg.  
Material: schmiedeeiserner bzw. verbleite oder mit Igelit ausgelegte und ausgemauerte Apparate. Leitungen vorzugsweise aus Glas, auch aus Kunststoff oder Blei, sonstige Anlageteile aus Guss-eisen, Blei, Porzellan, Eisen-Silizium,

153

POOR  
COPY

65

AT 244/Ref.  
Dr. KS/Fz

Referat Nr. 15

In den Hydrierwerken ist das Arbeiten mit Kohlenwasserstoffen nach den Vorschriften und aus der Praxis bekannt. Mit der Inbetriebnahme der AT-Anlagen kommen die Vorschriften für den Betrieb der Schwefelsäure hinzu. Die allgemeinen Arbeitvorschriften (von Ammoniakwerk Leuna) sowie Angaben über das Arbeiten mit kochenden Flüssigkeiten (Säure, Lauge, Ammoniak), ebenso das Merkblatt: Sammlung der Unfallverhütungsvorschriften für Metallhütten und Schwefelsäurefabriken vom 1. 1. 1937. Das Werbeblatt 7, 1941, der Berufsgenossenschaft der chemischen Industrie gibt wichtige Druckvorschriften und deren Bezugsquellen bekannt.

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

Die folgenden angeführten Gegenstände, Sicherheits-Hilfsmittel verbleiben sich für die Paulingwerke mit insgesamt 8 Paulingwerken im Jahr 1938 in Bestand: 4 Kessel sind für den AT-Betrieb bestimmt. Es ist zu beachten, dass diese Pauling-Anlage zu einem Betrieb mit andersartigen Schwefel- u. Schwefelsäure-Betrieben gehört, von denen Erfahrungen und Hilfsmittel übernommen und ausgetauscht werden können, und dass der Schwefelsäurebetrieb Leuna die Mittel hinsichtlich ihrer Eignung auch im Interesse anderer Werke ausbildet und prüft, wozu die Betriebswerkstätte, D.I. Ihlenburg, und die Hauptwerkstätte, Dr. Henning, zur Verfügung stehen. Je nach Bedarf werden die folgenden von der Schwefelsäure, Aufbereitung angegebenen Maßnahmen auch in der Alkylierung angewandt.

Gegenstände: x) Stückzahl: Anwendung:

I. Sicherheits-Hilfsgegenstände für die Bedienung:

- |                                                                                                                                                                                                                       |                |                                                                                                              |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1. Anzug aus Fe Ge-Faser oder Filzanzug, Hemd, Unterhose, Sturmpfe und Holzschuhe mit Igelitschäften und mit Igelit genäht, Gummihandschuhe oder Igelit-Handschuhe, gasdichte Schutzbrillen (Mützen aus Igelitfaser). | für jeden Mann | Gummihandschuhe sind beim Arbeiten mit heißer Säure widerstandsfähiger, ebenso wird der Filzanzug bevorzugt. |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

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

POOR COPY 65

23300

AT 24/Wrf.  
Dr. Ks/Pa.

Koffer Nr. 15.

<u>Gegenstände</u>	<u>Stückzahl</u>	<u>Anwendung</u>
2. Schutzanzug aus Igelitrolle	1	Kessel- und Behälterreinigung, Arbeiten bei direkter Berührung mit Säure.
3. Gummistiefel	2 Paar	siehe 2
4. Koprschutzhauben aus Gummi mit Schutzglas	6	siehe 2
5. Koprschutzhelme aus Vinidur	1	siehe 2
6. Gasschutzgeräte (biline Gasmasken mit E-Säure-Einsatz und für den Luftschutz; die allgemeiner anwendbare SM-Maske	20 - 25	für jeden Mann
7. Hauben mit Maske und Anschlußstück für einen Gasschutz-Einsatz oder Luftzufuhr	3	siehe 2
Frischlufmasken nach Bedarf zur letzteren gehören Pressluftschläuche aus Gummi	3	
Spiral-Schläuche	10	
Verteiler	3	
8. Rettungsgürtel mit Leine aus Vinidur-Faser.	3	siehe 2
<u>II. Betriebs-Hilfsgegenstände :</u>		
9. Schöpfer mit Stiel für ca. 2 Liter aus Vinidur	4	Ausschöpfen von Behältern
10. Kästen 40 x 25 x 12 cm aus Vinidur oder Eisen	je 6	zum Auffangen von Lecksäure
11. Säureimer aus Vinidur oder Eisen	je 6	zum Wegtragen auch von heißen Säuren
12. Trichter zum Auffangen der Säure bei Reparaturen, an die Leitung einhängbar, aus Vinidur oder Eisen	je 2	um die Säure abzufangen.

155

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



AT 244/Erf.  
Dr. KB/Ps.

Referat Nr. 15.

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

**Herstellerfirmen für Kunststoffgegenstände, wie:**  
Schutzkleidung, Handschuhe, Schläuche, Folien, Tücher  
und dergl.:

Rost & Co. Hamburg, Harburg, Wartenstr. 16,  
W. Knochle, Weikheim-Teck  
Atlas-Werk Ludwig Sattler KG, Mühlacker  
Dietsch & Illgen, Gummiwarenfabrik, Zeulenroda  
Eckardt, Troisdorf, Bez. Köln  
Erich Lehmann, Meerane i. Sa.

**Schutzkleidung aus Pa Ge-Werke**

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

**Gegenstände aus Vinidur:**

Schrupp & Müller, Betzdorf (Sieg)  
Keramohmie, Sierhahn - Westerwald  
Horst Wolf G.m.b.H., Leipzig, C 1, Georgring 11.

**Gegenstände des Gasschutzes:**

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

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

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

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

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

Etwas durch eimerweises Übergießen oder durch Abspülen unter der Wasserleitung.

Vorher Kleider herabziehen! Nachher Kleider wechseln!

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

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

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

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

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

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

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

Zur Abrundung des Referates interessieren schliesslich Fälle aus der Praxis.

Unglücksfälle von Betriebsleuten oder Schlossern in der Schwefelsäureaufbereitung:

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

23306

AT 274/87  
Rz. 43/Pz.

Referat Nr. 15.

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

161

Diskussion zu Referat 15.

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

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

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

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

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

23308

AT 244/Drf.  
Dr. KB/PS.

Diskussion zu Referat 15.

Herr Dir. Dr. Giesen

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

163

Referat Nr. 16

Referent: Dr. Herbert.

Thema: Analytische Erfahrungen beim AT-Verfahren.

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

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

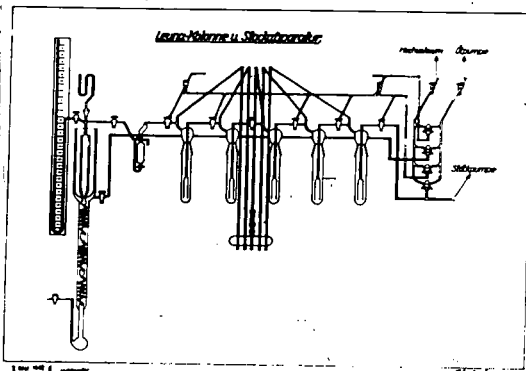


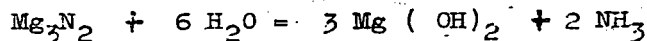
Bild 1: Stoockapparatur mit Leuna-Kolonne.



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

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

Für die Alkylierung und die Isomerisierungsanlage ist die Überprüfung des Feuchtigkeitsgehaltes der Eingangsprodukte in diese Verfahrensstufe von Bedeutung. Das zu untersuchende Flüssiggas wird in eine Kältefalle abgezogen, gewogen und aus dieser durch 3 hintereinandergeschaltete U-Röhrchen vergast, welche mit Mg-nitrid gefüllt sind. In zwei nachgeschalteten Waschflaschen, in welchen  $\frac{1}{20}$  oder  $\frac{1}{10}$  Säure vorgelegt ist, wird das aus dem Mg-nitrid unter Einwirkung des Wassers entwickelte  $\text{NH}_3$  maßanalytisch bestimmt. Die Ammoniakentwicklung erfolgt nach der Gleichung:



Das Vergasen wird durch ein Wasserbad unter der Kältefalle reguliert, nach Beendigung der Vergasung wird das Gefäß vollständig durch heisses Wasser erwärmt und unter Durchleiten von mit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  vorgetrocknetem  $\text{N}_2$  die letzten Feuchtigkeitsreste aus der erwärmten Kältefalle während etwa  $\frac{1}{2}$  Stunde ausgetrieben. In einem Blindversuch mit derselben Stickstoffmenge muss der Verbrauch des vorgetrockneten Stickstoffs an vorgelegter Säure ermittelt werden. Bei dieser Methode ist darauf zu achten, dass die Schlauchverbindungen möglichst kurz gehalten werden. Die U-Röhrchen z.B. immer Glas auf Glas gesetzt werden. Es ist nicht zweck-

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

#### Einzelne Verfahrensstufen:

##### 1. Dehydrierung.

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

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

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

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

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

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

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

#### Ölwäsche:

Das Abgas der Ölwäsche wird durch 14-tägige Durchschnittsproben mit Stockanalyse überwacht, das Eingangsgas und  $C_4$ -Rückgas aus dem Entgasungsturm nach Bedarf durch Stockanalyse.

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

## 2. Alkylierung.

Aus den Rührwerken werden täglich am Überlauf Proben in ein Gerät abgezogen, welches im Bild 2 dargestellt ist; die Schwefelsäure- und das Alkylat fließen in die Vorlage, das Butan kondensiert sich im angeschlossenen Kühlgefäß. Die Raschigringsäule verhindert das Abdestillieren von Benzin. Durch das siedende Butan schäumt die Schwefelsäure und die Probenahme ist so langsam durchzuführen, 15 - 20 Minuten Dauer, dass keine Schwefelsäure mit in die Kühlvorlage gerissen wird; es sollen sich 500 - 600 cm<sup>3</sup> Schwefelsäure in der Vorlage befinden. Durch eine Dampfchlange um die Vorlage in Höhe des Benzinstandes wird das Butan bei 80° C vollständig ausgetrieben, bis das Benzinvolumen konstant ist. Die Schwefelsäure soll dabei nicht mit erwärmt werden, um Zersetzung derselben zu vermeiden. Es wird nun das Vol.-Verhältnis Schwefelsäure zu Kohlenwasserstoffen einerseits und der Vol.-Anteil Benzin in dem Kohlenwasserstoffen andererseits, der Alkylatspiegel, abgelesen bzw. berechnet.

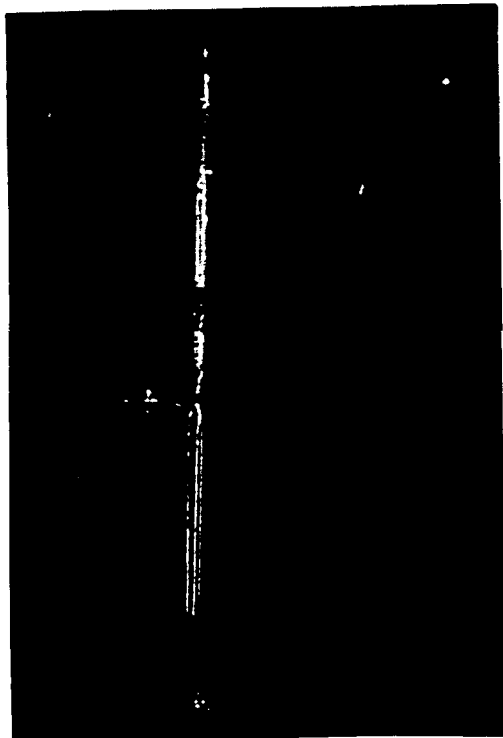
Die Säure wird in einen Scheide-Trichter gegossen und nach dem Absitzen des Benzins bei 20° gespindelt und nach dem Verdünnen gegen Methylorange titriert. Durch die Titration wird die scheinbare Säurekonzentration bestimmt. Die Kohlenstoffbestimmung in der Schwefelsäure erfolgt einmal wöchentlich im Corleis-Kolben durch Oxydation mit Chromsäure und Bestimmung des gebildeten CO<sub>2</sub> mittels Absorption in Kalilauge. Zur vollständigen Oxydation ist eine beheizte CuO-Schicht in einem Quarzrohr nachgeschaltet. Diese Untersuchungsmethode ist aus der Kohlenstoffbestimmung in Eisen und Stahl übernommen.

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

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

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

Bild 2.



Apparatur  
zur  
Probenahme  
aus den Rühr-  
werken der  
Alkylierung.

### 3. Destillation.

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

Benzinseitig wird der Sumpf der Nachstabilisierung durch Siedebeginn von der Schicht überwacht, ebenso das Fertigprodukt (Kopfprodukt der Redestillation) durch Engleranalyse. Von der Schicht werden auch laufend zweimal pro Schicht Bromzahlen nach der Leuna Methode ausgeführt, welche eine gute Überwachung der Betriebsverhältnisse in der Alkylierung gestatten. Die Leuna-Bromzahlbestimmung ist eine einfach durchzuführende Methode, welche von einem Schichtarbeiter ausgeführt werden kann. Es wird eine Lösung von Brom in Tetrachlorkohlenstoff bestimmter Bromkonzentration verwendet und damit 100 cm<sup>3</sup> des zu unter-

AF 244/Brf. Referat Nr. 16.  
Dr. KB/Pz.

auchenden Alkylates auf schwache Gelbfärbung titriert; die  $\text{cm}^3$  verbrauchter Tetrachlorkohlenstofflösung ergeben die Bromzahl in unter sich gut vergleichbaren Werten. Vorschlechterung der Alkylierbedingungen werden sofort durch Ansteigen der Bromzahl des Alkylates angezeigt. Der Vorlauf und der Rückstand der Benzindestillation werden durch Engloranalyse überprüft. Wichtig ist die tägliche Titration des im Destillat der Kolonnen abgestreiften Wassers zur Überwachung des  $\text{NH}_3$ -Zusatzes.

#### 4. Inoanlage.

Es wurden täglich Proben an folgenden Stellen genommen:

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

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

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

Die Genauigkeit der Analyse in der Leuna-Kolonne ist auch bei Durchführung der Destillation unter gewöhnlichem Druck durchaus befriedigend; die einzelnen Fraktionen: Propan, 1-Butan und das im Sumpf verbleibende n-Butan werden durch Dampfdruckbestimmung auf Reinheit geprüft. Die Leuna-Kolonne wurde im Rahmen der Stockapparatur im Bild gezeigt; sie ist in der Zeitschrift für Analytische Chemie Nr. 108, S. 305 (1937) von Werner Wustrow beschrieben. Ausserdem ist sie in dem Band: Gasanalyse von Fritz Bayer, XXXIX, Band der Sammlung: Die chemische Analyse, herausgegeben von W. Böttger, Verlag F. Enke, Stuttgart, 1941, S. 93 dargestellt.

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

23316

AT 244/Erf.  
Dr. Kb/Pe.

Referat Nr. 16.

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

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

171

Analysenzusammenstellung für die AT-Anlage.

DEHYDRIERUNG

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

KOKSFILTER UND ÖLWÄSCHE

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



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.
n-Butan von Hydrierung Louna	Stockanalyse und Schwefelbestimmung	15-Tages-Proben
1-Butan aus Kesselwagen	Stockanalyse und Schwefelbestimmung	Durchschnittsproben aus mehreren Kesselwagen
Kreislauf-1-Butan	siehe Destillation	
n-Butan/Butylengemisch	siehe Dehydrierung	
Butangemisch aus d. Mischstrecke	Stockanalyse	1-mal wöchentl.
Butan-Alkylatgemisch 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/i- und Propankolonnen	Stockanalyse	10-Tagesproben
Sumpffprodukt der n/i-u. Propankolonnen	"	10- "
Rücklauf der n/i- u. Propankolonnen	"	10- "
Einspritzprodukt der Vordestillation	s. Ausgangsprodukt Laugewäsche der Alkylierung	
Sumpffprodukt d. Vordestillation	Siedebeginn	v. d. Schicht durchgeführt.

DESTILLATION ( Fortsetzung)

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

ISO-ANLAGE

n-Butan aus n-i-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-i-Kolonne	Wasserbestimmung	nach Bedarf.
Laugetauchung für Entspannungsgas	Titration	täglich
Kühlwasser	Prüfung auf neutrale Reaktion	von der Schicht durchzuführen.

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.
Siedeverhalten	Siedebeginn	nicht unter 80° C
	Siedende	nicht über 200° C
	Reaktion des Destillationsrückstandes	neutral
	Anilinpunkt	73 - 74° C
	Dampfdruck (n.Rei1 b. 37,8°)	höchstens 0,25 ata
	Vordampfungsrückstand	höchstens 5 mg aus 100 cm <sup>3</sup>
	Schwefelgehalt	höchstens 0,05 Gew.%
	Jodzahl	höchstens 3 g/100 g
	Schmelzpunkt	nicht über -60° C
	Korrosion	Kupferstreifen test neg.
	Inhibitorgehalt	0,01 Gew.%

Referat Nr. 12.Referent: dipl.-Ing. Fabian (Hydrierwerk Scholven)Thema: Luftschutzplanung 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 Gefährdung aus der Luft bereits bei der Planung durch eine aufgelockerte Bauweise Rechnung getragen worden. Darüber hinaus sind für die verschiedenen Betriebsbauten und Tanklager die im folgenden aufgeführten Luftschutzeinrichtungen getroffen worden.

1. Brandbombensichere Dächer.

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

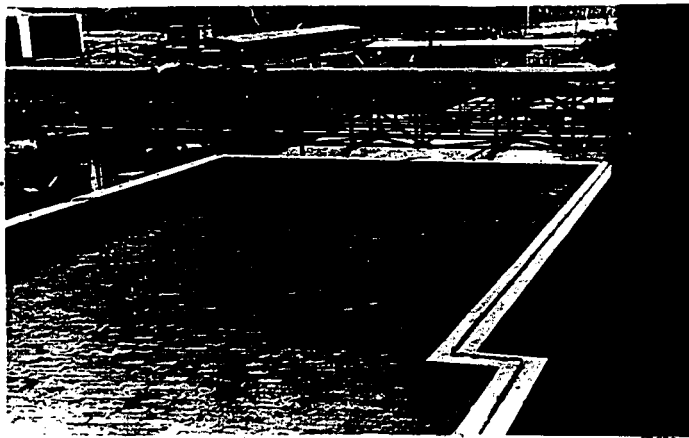


Bild 1: Überdachung der Abscheider zu den Rührwerken des Mischerbaus.

2.) Überdachung der Tankassen von freiliegenden  
Behältern.

Einen gleichen Schutz durch brandbombensichere Überdachung erhalten die oberirdisch aufgestellten Produktbehälter, wie Abscheider zu den Rührwerken ( in der AT-Anlage Scholven sind die Abscheider in besonderen Nebenbauten zu dem eigentlichen Hauptbau der Mischeranlage aufgestellt), Feinabscheider, Laugewaschbehälter, Frischsäurebehälter und Notentleerungstanks.

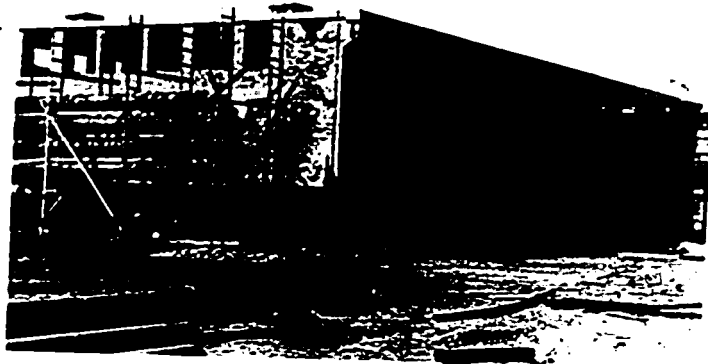


Bild 2e Überdachung der Behälter der Feinabscheidung und Laugewäsche.

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.

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

tionenlagen aufgestellten Apparate und die im Freien stehenden, zu der Kühlbutanverflüssigung gehörenden Apparate, wie Kondensatoren, Ölabscheider usw. versehen. Die Stärke der Splitterschutzmauern richtet sich nach ihrer Höhe und beträgt zwischen 0,5 bis 1,0 m.

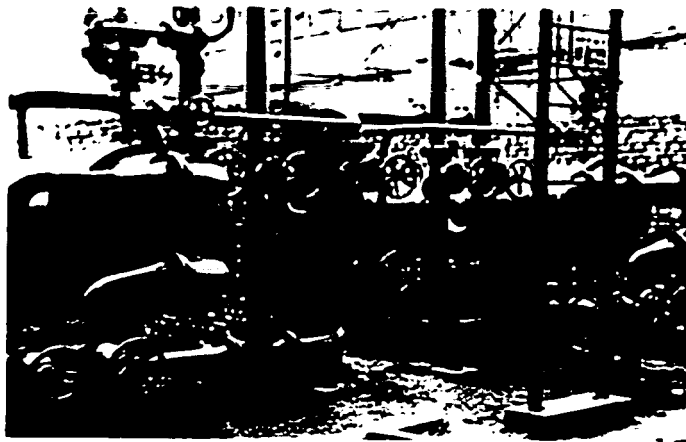
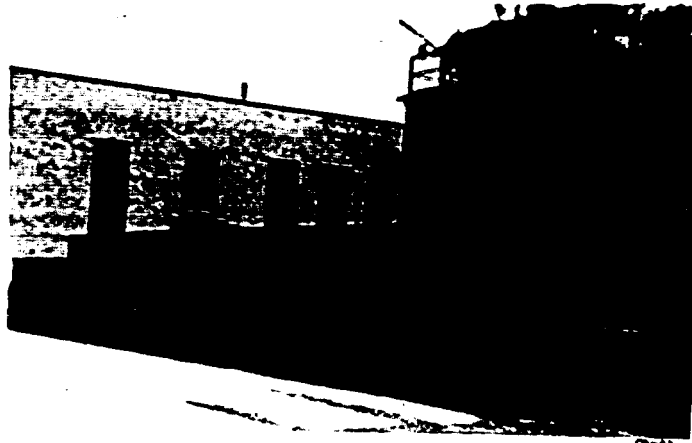


Bild 4: Splitterschutz für Kühlbutannachkühler.

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



**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 Luftschutzmaßnahmen können auch die Massnahmen für die Katastrophen- und Notentleerung der oberirdischen Behälter gerechnet werden.



5.) Katastrophengrube.

Die unter 2) aufgeführten freiliegenden Behälter sind über oder in Tanktassen aufgestellt. Die Tanktassen sind so gross bemessen, dass im Katastrophenfall, d.h. bei Locklauf eines Behälters, der Behälterinhalt vollständig aufgefangen wird. Zur Verhinderung einer länger andauernden Verdampfung der leichten Kohlenwasserstoffe werden die Tanktassen durch eine besondere unterirdische Kanalisation in eine gemeinsame Auffanggrube abgeleitet. Diese Auffanggrube mit einem Fassungsvermögen von etwa 300 m<sup>3</sup> ist allerdings nicht so gross, um den Inhalt sämtlicher freiliegenden Behälter aufzunehmen. Es ist hierbei vorausgesetzt, dass im Katastrophenfall nicht sämtliche Behälter beschädigt werden.

Die Auffanggrube besitzt eine Decke, sodass die in der Grube entstehenden Kohlenwasserstoffgase durch eine Entgasungsleitung abgeführt werden müssen. Diese Leitung ist an dem in der Nähe stehenden Mischerbau bis auf eine Höhe von etwa 25 m hochgezogen. Die Entleerung der Auffanggrube erfolgt mittels einer Pumpe, die in dem neben der Grube befindlichen Pumpenhaus so tief aufgestellt ist, dass die Flüssigkeit der Pumpe zuläuft.

6.) Notentleerungssystem.

Bei Gefährdung des Mischerbaues, der Feinabscheidung und Laugwäsche, der Kondensatsammelbehälter der Kühlanlagenverflüssigung sowie der Destillationsanlagen durch Brand können die freistehenden Behälter innerhalb dieser Bauten durch ein besonderes Notentleerungssystem in Notentleerungsbehälter entspannt werden. Die Notentleerungsleitungen sind unterirdisch verlegt. Ebenso ist die Aufstellung der Notentleerungsbehälter in einer besonderen Grube unter Werksplanum erfolgt. Hierdurch wird erreicht, dass das Notentleerungssystem nicht durch Splitter von Spreng- bzw. durch Brandbomben gefährdet ist. Das Fassungsvermögen der drei Notentleerungsbehälter mit insgesamt 450 m<sup>3</sup> beträgt ebenso wie die unter 5) aufgeführte Auffanggrube nur einen Teil der gesamten Kapazität der oberirdisch gelagerten Produkte. Zur Abruhrung der in den Notentleerungsbehälter durch die Entspannung freiwerdenden Kohlenwasserstoffgase ist eine Entgasungsleitung bis ausserhalb des Werkes in einer Länge von etwa 1,5 km auf eine Halde verlegt worden, wo die Gase über ein 25 m hohes Standrohr abgeleitet werden. Für die Destillationsanlagen sind ausser den vorgenannten Notentleerungsbehältern weitere unterirdisch gelagerte Aufnahmebehälter im Anschluss an ein Produktanklager mit einem Fassungsvermögen von insgesamt 350 m<sup>3</sup> eingebaut worden, wozu ein besonderes Notentleerungsrohrleitungssystem gehört.

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 geplant Notstromver-

AS 244/Erz.  
Dr. K. B. Es.

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 Kohlenkurelßschanlage eingebaut.

Auch die Füll-, Abfüll- und Verdampferleitungen an den unterirdischen Produktbehältern wurden in Tanknähe mit Elektroventilen ausgerüstet, um im Bedarfsfalle 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.

8.) Kohlensäurelöschanlage.

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



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

Die zu der Löschanlage 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 Löschanlage 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 Kohlensäurelöschanlage von Hand erfolgen kann. Einige Räume innerhalb der vorgenannten Betriebe sowie die Destillationsanlagen werden wegen der besonderen örtlichen Umstände im Bedarfsfalle nur durch Handaus-

Lösung mit Kohlensäure beschickt.

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

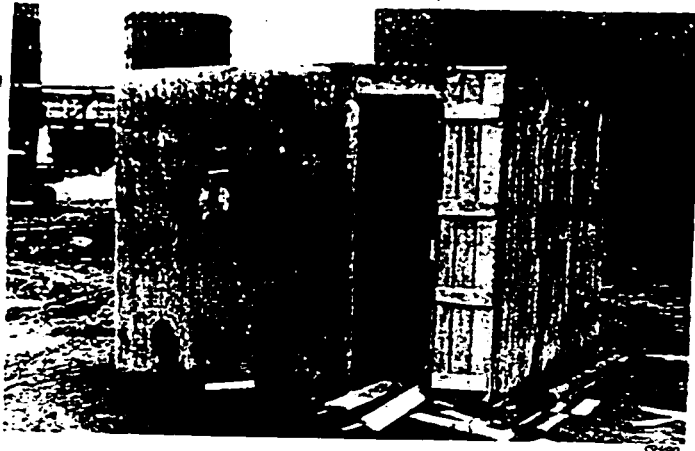


Bild 10: Kleinbunker für 4 Mann.

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.

Diskussion zu Referat 12.

Dir. Dr. Giesen:

Obering. Stärker:

Was macht Scholven bei Fliegeralarm?

Bei Tage wird in 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 vom 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 Wiederaufahren 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 Rückkühlwerk entspannt werden. Diese Entspannungsart wurde bisher noch nicht versucht, da bei entsprechenden Windverhältnissen das Butan vielleicht wieder über das Werk herunterkommen wird und zu Explosionen Anlass geben könnte.

AT 244/Brf.  
Dr. KG/Es.

Diskussion zu Referat 17.

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.

Dopbring., 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 Rumäniens 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.

AT 204/Ref.  
Dr. K6/Pe.

Referat Nr. 18.

Referent: Dipl.-Ing. Falzer, 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 Bilde 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



T 52-Programm übernommen. Die Vorarbeiten für das AT-Programm überschritten 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 einschl. 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 Saureife-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,

dass die Industrie durch andere vordringlichere 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 Schworpunktprogramme gebildet. Entsprechend ihrem Bau- und Montagezustand haben wir die AT-Anlagen in 3 Gruppen eingeteilt:

AT 244/Brt. Referat Nr. 15  
Dr. KB/Pz.

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

GRUPPE III: AT-Anlage Wesseling, AT-Anlage Brück,  
AT-Anlage Böhlen

GRUPPE IIII: AT-Anlage Blochhammer.

Ia) Das Anfahren der AT-Anlage Scholven soll unter allen Umständen für April erwungen 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 85 000 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-Minilagerung 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.

AT 244/Erz.  
Dr. 10/Pa.

Referat Nr. 18.

Ic) 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 auszulagen, 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. 135 - 40 000 jato AT-Produkt vorgesehen. Das Erreichen der Vollproduktion von 53 000 jato 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 Gebochemie 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 jato AT haben, während das Erreichen der Vollproduktion mit 28 000 jato insbesondere von folgenden Engpässen abhängig ist:

AT 244/Brf. Referat Nr. 18  
Dr. KG/Hz.

- 1.) Fertigstellung des zweiten Tanklagers
- 2.) Lieferung und Montage der Ölwäsche zur Restgas-Gewinnung (Benzol).
- 3.) Lieferung und Montage der Kontakttrocknungsanlage für die Dehydratierung.

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

#### IIb) AT-Anlage Brück.

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

Bei der AT-Anlage Brück sind im wesentlichen die gleichen Schwierigkeiten wie bei der AT-Anlage Wesseling, nur dass der Gesamt-Montagostand weiter zurück ist, da viele Lieferungen, die für Wesseling bereits auf der Baustelle sind, für Brück noch nicht erfolgt sind. Die Montage verläuft parallel zu den Anlieferungen. Die Bauarbeiten sind in grossem Umfange bis auf das Gebäude der Schwefelsäure-Konzentrationsanlage beendet. Der Anfahrtermin der AT-Anlage Brück 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.

#### IIc) 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 Brück 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.

AT 244/Bf.  
Dr. KB/Pz.

Referat Nr. 18.

Wesentliche Engpässe bei der AT-Anlage Böhlen sind:

- 1.) Destillationsanlage, Lieferant Rheinmetall-Borsig, Berlin.
- 2.) Schwefelsäure-Konzentrationsanlage, Lieferant: Uhde, Dortmund.
- 3.) Ölwäsche, Lieferant: Bamag.
- 4.) Zwischenbehälter, Lieferant: Dohmen, Oberschlesische Kesselfabrik, Dampfesselfabrik Vogtland, Dresden.
- 5.) Isomerisierungsanlage, hinsichtlich der Kontaktöfen.

Gruppe III, AT-Anlage Schlosien.

Die AT-Anlage Schlosien war von allem Anfang an gegenüber dem anderen AT-Bauvorhaben sehr benachteiligt. Durch die Schwerpunktarbeiten 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 Schlosien 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 Blechhammer 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 geeignetem Personaleinsatz möglich sein, die AT-Anlage Blechhammer 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 nonnenswertem Umfang wie folgt bemerkbar gemacht:

- 1.) Getriebe für Kompressoren, Pumpen, Rührwerke etc.  
durch längeres Ausfallen der Fa. Wülfel, Hannover.
- 2.) Lieferung von Lagerbohrern für Produktlagerung,  
infolge Ausfall von Blochlieferungen durch Gasmangel  
und sonstige Ereignisse in Wosten (Thyssen-Mülheim,  
GHH-Oberhausen).
- 3.) Vorabgetestete Aualieferung von Siromalteilen durch  
Feindwirkung 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. Eckardt, Cannstatt  
Bopp & Routhor, Mannheim  
Voigt & Häffner, Frankfurt / Main  
Betriebskontrolle, I.G. Ludwigshafen.

Über die Zustände auf dem Gebiete der 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 behoben 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 Geboschmie in der Dringlichkeit umgestuft werden müssen.

**5.) Elektro-technische Liefermassen.**

Durch den Bombenschaden bei der Fa. Wulfol, Hannover, wurden fast sämtliche Schläusmotoren, die wir für die einzelnen Dehydriranlagen bestellt hatten, vernichtet. Das gleiche gilt für die Rührwerksmotoren. Die Motoren wurden auf Wunsch von Wulfol 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 Schaltarmen 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 durchzudrücken. 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 Anlagen nunmehr 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-Erklärungen ergeben. Ein Teil dieser Terminverzögerungen ist bedingt durch die bekannten knappen Kontingentszuweisungen 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 RLM 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 hervorzuheben, wie es im Jahre 1941 zu Beginn des Programmes gewesen ist.

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

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

Eine Reihe dieser Schwerepunkte wurden gleich zu Beginn des Programmes gebildet und zwar hauptsächlich die Schwerepunkte 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 Schwerepunktsbildung 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 Stahlgießereien 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 eingehe. 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, Vorheizor 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 Zwischenproduktbehälter als Behälter von 100 m<sup>3</sup> 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.

AT 244/Erft.  
Dr. Kb/Pz.

Referat Nr. 18.

Die von uns vorgeschenen 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 vorgeschon:

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; Siromal-Lieferungen (Deutsche Röhrenwerke Poensgen) kann festgestellt werden, dass nach Beseitigung der Schwierigkeiten nunmehr mit der Auslieferung der Siromalteile in grossem Umfang begonnen wurde. Wesseling, Brück und Böhlen haben bereits sämtliche Teile erhalten, die für das Fertigstellen der Anfahr-Dehydrieröfen erforderlich sind. Die Schweißarbeiten der Siromalteile auf der Baustelle haben bereits bei Wesseling und Böhlen in vollem Umfang 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 Anfahrzustand 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 durchgeführt 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.

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 Planungsstelle 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 nachdrücklich darauf hingewiesen werden, dass das Erzwingen 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 entgegen, 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.

AT 244/Erz. Referat Nr. 18.  
Dr. KG/Erz.

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.

4.) Funktfreies Werkzeugzeug.

Funktfreies Werkzeugzeug sind von uns in Leuna mit dem Betrieb so weit geklärt, dass wir dem Werken die Unterlagen in Kürze ausstellen können. Wir haben die erforderliche Anzahl an Werkzeugzeugen 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.) Ölwäschen.

Bezüglich der Ölwäschen ist es uns nicht möglich, zum Anfahrtermin die Ölwäschen bereit zu stellen. Durch die bekannten Schäden bei der Bamag können wir die Liefermöglichkeiten heute noch nicht überschauen. Bei den Ölwäschen 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 Ölwäschen 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/Brf.  
Dr. K5/Ps.

Referat Nr. 18.

Es handelt sich hierbei insbesondere um die Ausbildung in der

Dehydrierung,  
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.

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

AT 244/Brf.  
Dr. KS/PS.

### 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 Unde 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.



Böhlen, den 10. Mai 1919  
 BA/Dr. N./MS.

Bericht über den Stand der Entwicklungsarbeiten.

I 1 Geruchsbelästigung am Eindickbecken, Bau A 56:

Das Problem kann als abgeschlossen gelten. Die Absauge- und Entschwefelungsanlage wurde am 7. April in Betrieb genommen. Die Anlage arbeitet einwandfrei.

I 4 Methanspaltung:

Besichtigungsbericht:

Das Koppers-Verfahren zur Umwandlung von niederen Paraffin-Kohlenwasserstoffen in Kohlenoxyd und Wasserstoff arbeitet ohne Kontakt aber bei hohen Temperaturen.

Die Hauptteile der Anlage sind: Rekuperator, Brennschacht, Cowper und Abgaskamin. In der Aufheizperiode wird das Heizgas im Brennschacht verbrannt, die Verbrennungsluft wird im Rekuperator vorgewärmt. Die Verbrennungsgase durchstreichen den Cowper und gehen mit etwa 250° in den Kamin. Die Aufheizperiode dauert etwa 10 Minuten. Anschließend wird die gesamte Apparatur mit Dampf durchgespült, um die Verbrennungsgase zu beseitigen. Wenn das Dampfpolster in der Apparatur vorhanden ist, wird das zu spaltende Gas, in Homberg Koksofengas, gemischt mit Dampf, in den Cowper geschickt. Das Gas wird vorher in einem Vorwärmer angewärmt. Die Spaltung vollzieht sich fast ohne Rußbildung bei Temperaturen bis etwa 1300° im Gasraum an der heißesten Stelle. Das Spaltgas geht durch den Rekuperator, gibt dort den größten Teil seiner fühlbaren Wärme ab, wird in einem Einspritzkühler gekühlt und in einem Desintegrator gewaschen. Der Staubgehalt hinter dem Wäscher beträgt um 1 mg/m<sup>3</sup>. Der Methangehalt beträgt noch 1%. Eine weitergehende Spaltung ist zwar möglich, setzt aber so große Apparateabmessungen voraus, daß das Verfahren unwirtschaftlich wird. Die Anlage besteht aus zwei Apparaturen, von denen die eine spaltet, während die andere aufgeheizt wird, sodaß der Anfall an Spaltgas kontinuierlich ist.

Die Anlage wird vollautomatisch geschaltet, Schieberantrieb mit Drucköl. Der jeweilige Stand der Schieber ist durch Signallampen gekennzeichnet. Die Messung der niederen Temperaturen erfolgt mit Widerstandsthermometern und Thermoelementen Eisen/Konstantan. Die hohen Temperaturen werden mit dem optischen Pyrometer "Pyropto" gemessen. Zur Bedienung und Überwachung der Anlage ist 1 Mann pro Schicht nötig.

Die Bama hat ihr Angebot für etwa 15. Mai zugesagt. Nach dessen Eingang wird die nächste Aufgabe sein, einen eingehenden Vergleich der Verfahren durchzuführen.

### I 5 Wassergasvorentschwefelung:

Über die in der Wassergasvorentschwefelung erzielten Fortschritte gibt ein Vergleich der letzten Monatsergebnisse Aufschluß:

Monat		Januar	Februar	März
H <sub>2</sub> S im Rohwassergas	g/m <sup>3</sup>	8,0	8,2	8,3
" " Wassergas halbrein	" "	5,0	4,7	4,0
Wascheffekt	%	37,5	42,7	51,0
H <sub>2</sub> S im Austreibergas	g/m <sup>3</sup>	24,2	28,6	30,9
Gesamtschwefel ausgewaschen	t	30,64	45,10	62,16
Schwefelverluste	%	18	17,5	11

Bei geringer Belastung der Anlage (1 Generator in Betrieb) kann der Wascheffekt, sofern nur ein Schuß des Waschturmes in Betrieb ist und die größtmögliche Laugemenge über diesen Schuß gepumpt wird, auf 75% getrieben werden. Bei Vollproduktion ist es zwar auch noch möglich, die gesamte Gasmenge durch nur einen Schuß zu geben, nicht mehr möglich ist es jedoch, die erforderliche Laugemenge umzupumpen, da hierzu die Laugepumpe nicht mehr ausreicht. Deshalb geht bei hoher Gasbelastung die Auswaschung auf 50 - 55% zurück. Die nächste Maßnahme wird die Beschaffung und Aufstellung einer größeren Laugepumpe sein.

### II 1 Abscheider, Verkokung der

Die am 10. 3. vorgeschlagene Kontakterhöhung, die sich in Böhlen bisher sehr gut bewährte, berechtigt zur Annahme, daß die Abscheiderverkokung mit auf zu geringen Kontaktwechsel zurückzuführen ist. Als Maßstab wurde der Asphaltgehalt in der Entschlammung vorgenommen. Derselbe muß stets niedriger als der des Frischteeres gehalten werden. Es ist selbstverständlich, daß der Einsatz von Hirschfelder Teer, der einen Asphaltgehalt von 9,5% hat, einen ca. 3- bis 4-fachen Einsatz von Frischkontaktbrühe benötigt. Außerdem konnte beobachtet werden, daß das Reaktionsvolumen der Öfen einen Einfluß auf die Abscheiderverkokung haben muß. Die Abscheider, die innerhalb von 30 Tagen verkokten, befanden sich stets in der Kammer mit geringeren Reaktionsvolumen. Wir hoffen, die Abscheiderverkokung verhindern zu können, wenn der Asphaltgehalt der Entschlammung niedriger gehalten wird, als der des Frischteeres, wobei zu beobachten ist, daß Störungen durch Coronen auftreten können. Die Anilinpunkte sind zur Zeit zum Einstellen der Fahrweise ungeeignet, da durch den Einsatz von TTH-Abstreiferrückstand (AP 108) Störungen auftreten können.

**II 4 Coronen. Verhinderung der Bildung von, in der Summphase.**

Entgegen früheren Beobachtungen ließ sich feststellen, daß es möglich ist, im Abstreifer Anilinpunkte bis 50 zu fahren, ohne daß nennenswerte Mengen von Coronen auftreten. Hierbei ist zu beobachten, daß

1. genügend Kontaktwechsel gemäß dem Asphaltgehalt in der Entschlammung eingesetzt wird
2. muß der Feststoffgehalt in den Kammern so stark zurückgenommen werden, daß die Spaltbedingungen in der Kammer vorherrschen. Genaue Bedingungen können bisher noch nicht angegeben werden. Doch haben wir den Feststoffgehalt in der Kammer bis auf 16 %, die Temperatur bis auf 24,5 mV zurückgenommen, ohne daß nennenswerte Coronenmengen im Abstreifer aufgetreten sind.

Die Störung in der Schauglasleitung konnte durch Zufahren von Kapilläröl verhindert werden.

**II 6 Schwefelwasserstoffgehalt des Kreislaufgases - Gasphase.**

Durch die Hereinnahme von Hirschfelder Teer, der nur einen Schwefelgehalt von 0,36% S gegenüber 1,8% S beim ASW-Teer enthält, gelang es nicht mehr, die notwendige H<sub>2</sub>S-Konzentration von mindestens 0,2% im Ausgang der Kammer 4 sicherzustellen. Es wurde deshalb eine H<sub>2</sub>S-Leitung von der Alkaid-Anlage zur Rohrleitung Eingang Gasometer 38 vorgesehen, durch die ca. 40 - 60-prozentiger Schwefelwasserstoff zugefahren werden kann (Rest Kohlensäure).

**Rückgaskompression.**

Die Schwierigkeiten in der Rückgaskompression wurden auf folgende Weise gelöst. Es waren zweierlei Wirkungen bei der Rückgaskompr. festzustellen:

1. Schädigungen durch zu hohen H<sub>2</sub>S-Gehalt des rückkomprimierten Gases.

2. Schädigungen durch verflüssigtes Propan bzw. Butan und Höhere. Der H<sub>2</sub>S-Gehalt wird durch Zusatz von Kreislaufgas auf einen konstanten H<sub>2</sub>S-Gehalt von 3 bis 3,5% einreguliert. Hierdurch steigen die Betriebskosten der Rückgaskompression nicht, nachdem es bisher notwendig war, einen Teil des Gases rückzuentspannen. Die zweite Schwierigkeit konnte gelöst werden, indem die Abstreifflasche nach der 4. Stufe Rückgaskompression senkrecht gestellt und mit einem Schauglas versehen wurde. Außerdem wurde vor diese Abstreifflasche ein Gaskühler angebracht. Das nunmehr zur Flasche anfallende flüssige Produkt wird über das Spitzgefäß in den Gasometer abgestreift. Es gelingt ohne Schwierigkeit, an der Abstreifflasche dauernd Stand zu halten, während früher die Laufzeiten der Rückgaskompression zwischen 8 und 800 Betriebsstunden schwankten, läuft nunmehr der

KK 4 bereits über 1 300 Stunden und KK 3 bereits über 650 Stunden.  
Eine Verschlechterung ist an beiden Kompressoren noch nicht festzustellen.

**III 1 Teerrückstandsaufarbeitung.**

Die im Programm B 1151 vorgesehenen Apparaturen sind bestellt. Fertigstellung voraussichtlich im 4. Quartal.

Mit Schreiben vom 21. IV. teilte die ASV mit, daß sich in ihrem Schmelofen eine Reparatur notwendig gemacht hätte, und daß sie wieder Nachricht geben würde, sobald sie dazu in der Lage sei. Sie gibt an, daß sie frühestens in 4 - 5 Monaten in der Lage sein dürfte, werksfremde Rückstände mit den eigenen zu verarbeiten.

**IV 4 Tridufbereitungsversuch.**

I.

Regeneration von Kreislauftri mittels Phenolöl und Benzin.

Die Versuche wurden so fortgeführt, um möglichst niedrige Benzin- und Triverluste garantieren zu können. Die Mischungsverhältnisse (Tri : Benzin) und die Temperaturen wurden öfters geändert. Versuchshalber wurden einige Rückstände im Absatzbehälter mit Benzin nachgewaschen, dies brachte jedoch keinen besonderen Erfolg. Die asphaltartigen Rückstände wurden im Absatzbehälter nach Abstellung der Anlage erhitzt (benzinfrei gemacht) und in Formen gegossen, in denen sie erstarrten.

Die Durchsatzmenge bis zum jeweiligen Abstellen der Anlage und Räumen des Absatzbehälters betrug jeweils 1,5 - 2,3 m<sup>3</sup> Tri-Phenolöl-Gemisch. Die daraus gefällten asphaltartigen Rückstände wogen 270 - 480 kg und enthielten noch 25 - 33% Trikresylphosphat, sodaß der Gesamtverlust an Tri 4 - 7% betrug.

Die Beschaffenheit des regenerierten Tri war bei allen Versuchen außerordentlich gut:

- a) Der Asphaltgehalt des regenerierten Tri lag zwischen 0,0 und 3,0%.
- b) Die Löslichkeit des regenerierten Tri im vorgereinigten Wasser lag zwischen 50 und 150 mg/l.

II.

Bessere Auswaschung durch Änderung der Rührgeschwindigkeiten und Änderung der Trizusätze in den Rührwerken.

Diese Versuche laufen zur Zeit noch.

III.

Untersuchung der asphaltartigen Rückstände.

Die verhältnismäßig harten und spröden Rückstände vom Tri-Regenerationsversuch wurden im Soxhlet bzw. im Siedekolben mit verschiedenen Lösungsmitteln heiß und kalt extrahiert. Als Lösungsmittel dienten: Benzol, Bensen, Chloroform, Trichloräthylen.

Die Rückstände waren bis zu 60% in den oben genannten Lösungsmitteln mehr oder weniger löslich, wobei Tri, Phenolöl und bitumenähnliche Stoffe fast restlos herausgelöst wurden.

Betriebsabteilung

bez. Dr. Mott

Weitertgabe außerhalb des Versuchelaboratoriums darf nur auf Veranlassung des  
Laboratoriumleiters erfolgen

Aufgabe 813

Aufgabe : Verarbeitung von Oxo- und Syzol-Alkoholen  
Bearbeiter: Berg, Reisinger, Grünert, Gemesner

67 M  
Geheim!

1. Diese ist ein Schutzgut (in Sinne des § 39 HGB)
2. Diese ist ein Schutzgut (in Sinne des § 39 HGB)
3. Diese ist ein Schutzgut (in Sinne des § 39 HGB)

Stand am 1. Oktober 1944

Arbeiten Dr. Berg

Durch den Verlust des Tätigkeitsberichtes vom 1. April 1944 ist im folgenden über die vom 1. Februar 1944 bis 1. Oktober 1944 durchgeführte Versuchsarbeit berichtet. Die Tätigkeitsberichte vom 1. Juni und 1. August 1944 fielen infolge der Unterbrechung der Labortätigkeit in dieser Zeit aus.

### 1. Herstellung von Metazitgeln aus Schmelzbenzin

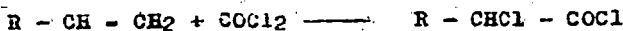
Die Versuche, Fraktionen des Steinkohlenschmelzbenzins (OH I von Blechhammer) auf Netzmittel zu verarbeiten, wurden fortgesetzt und beendet. Die Benzol-, Toluol- und Xylolfraktion aus diesem Schmelzbenzin ergaben durch Oxidierung und Hydrierung Umsetzungsprodukte, die im Vergleich zu den durch Oxidierung der entsprechenden Fraktionen aus Braunkohlenschmelzbenzin (Deuben) erhaltenen Produkten etwas geringere Alkoholgehalte aufweisen. (17 - 25 % gegenüber 25 - 30 % beim oxidierten Braunkohlenschmelzprodukt bei Zugrundelegung der OH-Zahl des rohen Oxo-Umsetzungsproduktes) Durch den niedrigeren Alkoholgehalt und den höheren Aromatengehalt wiesen die aus Steinkohlenschmelzbenzin über die Oxidierung hergestellten Netzmittel nur geringfügige Gehalte an Alkoholsulfaten auf. Hier verlief die Kondensation des Alkohols an den Aromaten zum Unterschied vom Deubener Schmelzbenzin nahezu vollständig. Die Kondensation und Sulfierung wurden in der gleichen Weise wie es im Tätigkeitsbericht vom 1. Dezember 1943 beschrieben wurde, durchgeführt. Die analytische Untersuchung der hergestellten Netzmittel erfolgte nach der im Tätigkeitsbericht vom 1. Februar 1944 angegebenen Methode. Die aus Braunkohlen- und Steinkohlenschmelzbenzin hergestellten Netzmittel wurden zur Ausprüfung Herrn Dr. Richter übergeben.

### 2. Sulfierung von Oxoalkohol-Kohlenwasserstoffgemischen mit in SO<sub>2</sub> gelösten SO<sub>3</sub>

Die geplanten Versuche Fettalkohol-Kohlenwasserstoffgemische mit SO<sub>3</sub> in SO<sub>2</sub> als Lösungsmittel bei mäßig erhöhten Temperaturen in Druckgefäßen zu sulfieren mit dem Ziel die Kohlenwasserstoffe vor der Neutralisation der gebildeten Ester-säure abzutrennen oder durch Extraktion zu entfernen (Tätigkeitsbericht vom 1. Februar 1944) wurden zurückgestellt, da keine entsprechend ausgekleidete Druckgefäße (emailliert) zur Verfügung standen.

### 3. Herstellung von Chlorfettsäurechloriden durch Anlagerung von Phosgen an Olefine (gemeinsam mit Herrn Dr. Asinger)

Aufgrund früherer Versuchsergebnisse (Tätigkeitsberichte vom 1. April 1944 und 1. Juni 1942, Aufgabe 813) konnte angenommen werden, daß die Reaktionsfähigkeit von Olefinen, durch die bei Gegenwart von Kobaltcarbyl bei mäßig erhöhten Temperaturen verursachte Beweglichkeit der Doppelbindung (Wanderung der Doppelbindung) erhöht wird (Oxoreaktion). Es wurde daher versucht, durch Anlagerung von Phosgen in Abwesenheit von Ruhrchemiekontakt und unter Kohlenoxyddruck (70 - 100 Atm.) gemäß der Gleichung



zu Chlorfettsäurechloriden zu gelangen. Die Versuche wurden mit Krackolefin C7 und C10 durchgeführt. Nach Füllung des Autoklaven mit dem Olefin und Ruhrchemiekontakt wurde nach Abkühlung und Evakuierung flüssiges Phosgen eingesaugt, 70 - 100 Atm. Kohlenoxyd aufgepreßt und mehrere Stunden auf Versuchstemperatur erhitzt.

POOR  
COPY

67

Bei 150° trathelne Reaktion ein. Bei 200 und 200° entstanden chlorkhaltige Produkte, jedoch nicht Säurechloride. Der Enddruck des bei 260° durchgeführten Versuches lag nach Abkühlung wesentlich über den zu Beginn aufgetretenen Kohlenoxyddruck. Es trat offenbar Zersetzung des Phosgens ein. Die Versuche verliefen nicht wie erwartet wurde. Auch die Bildung von Kobaltcarbonyl, die vor Zugabe des Phosgens durch Aufpressen von Kohlenoxyd zum Olefin und Ruhrchemiekontakt und Erwärmen auf 150° ermöglicht wurde und nachträgliche Zugabe von Phosgen nach Abkühlung, Entspannung und Evakuierung des Autoklaven, neuerliches Aufpressen von Kohlenoxyd und Erwärmen auf Versuchstemperatur brachte keinen Fortschritt. Es kam nur in Spuren zur Bildung von Fettsäuren. Die Versuche wurden abgebrochen.

#### 4. Anlagerung von Blausäure an Olefine zur Herstellung von Nitrilen

In gleicher Weise wie bei den Phosgenanlagerungsversuchen wurde auch versucht, Blausäure an Olefine (10-Krackolefin) in Gegenwart von Ruhrchemiekontakt und unter Kohlenoxyddruck anzulagern um Nitrile herzustellen. Auch diese Versuche verliefen nicht im gewünschten Sinne. Die Aufarbeitung eines bei 180° durchgeführten Versuches ergab, daß die Hauptmenge des Olefins nicht reagiert hatte. Ein kleiner bei der Destillation erhaltener Rückstand von 5 % enthielt gemäß der Verseifungszahl 30 % Nitril. Der Stickstoffgehalt entsprach einem Nitrilgehalt von 20 %. Die Versuche wurden nicht weitergeführt.

#### 5. Wanderung der Doppelbindung in verzweigten Olefinen unter dem Einfluß von Kobaltcarbonyl (gemeinsam mit Herrn Dr. Asinger)

Die Versuche, die Aufschluß über die schlechtere Oxidierbarkeit verzweigter Olefine geben sollen, wurden fortgesetzt. (Tätigkeitsbericht vom 1. Februar 1944)

##### a) Herstellung von 4-Methyltetradecen(1)

Die Versuche zur Herstellung obigen Olefins wurden weitergeführt. Die Umsetzung der Grignardverbindung des Decylchlorides mit Acetaldehyd zu Dodecylalkohol(2) ergab, daß aus dem erhaltenen Rohalkohol, der neben einer OH-Zahl auch noch CO-Zahl und V-Zahl aufwies, der reine Dodecylalkohol(2) durch Destillation nicht erhältlich war. Offenbar waren Nebenprodukte aus dem Acetaldehyd mit gleichem Siedeverhalten wie der Dodecylalkohol(2) entstanden. Auch die Veränderung der Reaktionsbedingungen für die Umsetzung der Grignardverbindung des Decylchlorids mit Acetaldehyd (Rinführung des Acetaldehyds zur vorerhaltenen Grignardlösung, Zutropfen der Grignardlösung zur ätherischen Lösung des Acetaldehyds oder durch Eingassen von dampfförmigem Acetaldehyd in die Grignardlösung) brachte keine wesentliche Erhöhung der OH-Zahl des Rohalkohols und ermöglichte ebenfalls nicht die Reindarstellung des Alkohols auf destillativem Wege. Durchführbar wurde die Reindarstellung erst nach Überführung des Alkohols in den Borsäureester und Abdampfen der Nebenprodukte im Vakuum. Nach Verseifung des Borsäureesters konnte der reine Dodecylalkohol(2) (Schmelzpunkt 19°) durch Destillation in einer Ausbeute von 50 - 55 % erhalten auf Decylchlorid, erhalten werden.

Damit wurde ein wesentlicher Fortschritt in der Synthese definierter sekundärer Alkohole erzielt. Der Dodecylalkohol(2) wurde bisher auf unvollständigere Weise mit wesentlich schlechterer Ausbeute aus dem Decylchlorid hergestellt durch Überführung desselben in das Nitril mit Hilfe von Kaliumcyanid im Autoklaven. Das mit 40%iger Ausbeute erhaltene Nitril wurde mit der Grignardverbindung des Methylbromides umgesetzt und für den entstehenden Rest ebenfalls in schlechter Ausbeute erhalten. Dieses mußte dann nochmals im Autoklaven mit Hilfe von Ruhrchemiekontakt zum Dodecylalkohol(2) hydriert werden.

Die Überführung des Dodecylalkohol(2) in das Dodecylbromid(2) erfolgte glatt. Die Umsetzung der Grignardverbindung des Bromides mit Allylbromid im Sinne einer Wurtz'schen Synthese bereitete hingegen Schwierigkeiten. Das 4-Methyltetradecan(1) war aus dem erhaltenen Umsetzungsprodukt durch Destillation nicht zu isolieren. Es ergab sich, daß noch immer beträchtliche Mengen an Dodecylbromid(2) vorhanden waren. Durch Veränderung der Bedingungen für die Herstellung der Grignardverbindung des Dodecylbromids(2) durch längeres Kochen am Rückfluß, Ersatz des Äthers durch absoluten n-Propyläther und damit ermöglichte Durchführung der Grignardierung bei erhöhter Temperatur brachte bereits eine vollständigere Überführung des Dodecylbromids(2) in die Grignardverbindung. Die Entfernung des restlichen Dodecylbromids erfolgte bei erhöhter Temperatur. Die Versuche laufen aus seitbedingten Gründen zurücks gestellt werden.

b) Herstellung von 2-Methylpentan(1)

Da die Herstellung von 4-Methyltetradecan(1) Schwierigkeiten bereitete, wurde auf einen leichter zugänglichen Wege ein -methylverzweigtes Pentan hergestellt. Die Erfassung der bei der oxydativen Aufspaltung des Ozonids (durch Ozonisierung des durch Einwirkung von Kobaltcarbonyl auf 2-Methylpentan(1) erhaltenen Olefinisomerengemisches) erhaltenen Produkte ist hingegen schwieriger als bei höhermolekularen Olefinen.

Die Darstellung des 2-Methylpentan(1) erfolgte durch Überführung von Propionaldehyd in Gegenwart geringer Mengen (ca. 3 %) von 40 %igen Dimethylamin als Kondensationsmittel zum Aldol, das bei der Destillation vollständig unter Wasserabspaltung in den ungesättigten Aldehyd übergeht. Die Hydrierung dieses ungesättigten Aldehyds zum 2-Methylpentanol(1) erfolgte in glatter Weise im Kleinofen (Ofen 35) über Kontakt 134 bei 15 Atm. Hg, einer Belastung von 0,25 und einer Temperatur von 145 °C. Durch Destillation wurde der reine Alkohol gewonnen. Dieser wurde über den Pettskureester in das entsprechende Olefin 2-Methylpentan(1) übergeführt (An Herrn Dr. Asinger übergeben). Nach Feststellung der Lage der Doppelbindung durch Ozonisierung soll das Olefin der bindungsisomerisierenden Wirkung von Kobaltcarbonyl unterzogen werden. Dadurch soll festgestellt werden, ob die Methylverzweigung eine Verschiebung der Doppelbindung verhindert und demnach durch Oxidierung zur der Alkohol, der durch Kettenverlängerung entstehen kann, gebildet wird.

c. Überführung von Hexahydrobenzylalkohol in Methylencyclohexan (Gemeinsam mit Herrn Dr. Asinger)

Es wurde mit Versuchen begonnen, das Oxidationsprodukt von Cyclohexan den Hexahydrobenzylalkohol (Tätigkeitsbericht vom 1. Oktober 1944, Aufgabe 813) durch Dehydratisierung in Methylencyclohexan überzuführen. Dieses soll dann durch nochmalige Oxidierung und Dehydratisierung des entstandenen Alkohols zur Herstellung von Cyclohexyläthylen dienen, dessen Eignung zur Herstellung von Kunststoffen geprüft werden soll.

Die Dehydratisierung wurde zunächst auf katalytischem Wege durchgeführt. Versuche in einem 1 l-Ofen (Ofen 67) ergaben, daß bei verschiedenen Belastungen (1,2-, 1- und 2-fache Belastung) die Dehydratisierung des Hexahydrobenzylalkohols über Kontakt 163 bei 350 - 370° ohne Schwierigkeiten verläuft. Das Siedeverhalten in einer 1 m Kolonne des auf katalytischem Wege hergestellten Olefins ließ darauf schließen, daß offenbar Wanderung der Doppelbindung eingetreten war und das Methylencyclohexan teilweise isomere Methylcyclohexene übergegangen war. Da die Siedepunkte der isomeren Verbindungen jedoch eng beisammen liegen, ließ sich auf diesem Wege die Zusammensetzung des Gemisches nicht aufklären. Die Ermittlung der Zusammensetzung des Isomerengemisches aus dem 1 l Ofen (Ofen 67) durch Ozonisierung konnte, da das Produkt durch Brand vernichtet wurde, nicht erfolgen. Die näherliche Herstellung des Dehydratisierungsproduktes des Hexahydrobenzylalkohols erfolgte im Kleinofen (100 cm<sup>3</sup> Kontakt 163) wobei die im 1 l Ofen erhaltenen Ergebnisse bestätigt werden konnten. Zur Untersuchung der Konstitution (Sitz der Doppelbindung) wurde Herrn Dr. Asinger eine Probe zur Ozonisierung übergeben.



23358

Da durch die Ereignisse bedingt die Ozonierungsapparatur erst wieder neu aufgebaut werden muß, wurde begonnen den Sitz der Doppelbindung durch  $\text{KMnO}_4$ -Oxydation in Aceton als Lösungsmittel zu ermitteln.

Zum Vergleich des durch katalytische Dehydratisierung aus dem Hexahydrobenzylalkohol hergestellten Olefins wurde auch das über den Fettsäureester des Hexahydrobenzylalkohol durch thermische Krackung bei ca.  $570^\circ$  erhaltene Olefin hergestellt um zu untersuchen, ob in diesem speziellen Falle einer "mittelständigen" Methylengruppen nicht doch die Doppelbindung unter Ausbildung einer Methylgruppe in den Kern tritt trotz Einhaltung von Bedingungen (Abwesenheit des Katalysators) unter denen im allgemeinen keine Wanderung der Doppelbindung stattfindet. Das Olefin wurde Herrn Dr. Asinger übergeben. Die Bestimmung der Jodzahl des auf diesem Wege und des auf katalytischem Wege hergestellten Olefins versagte. Durch sterische Behinderung der Jodanlagerung wurden viel zu niedrige Werte gefunden.

Ferner wurde mit Versuchen begonnen, durch thermische Spaltung des Azetats des Hexahydrobenzylalkohols das Methylencyclohexan herzustellen. Das Azetat ( $\text{Kp } 200$  und von starkem, charakteristischen an Melonen erinnernden Geruch) wurde in glatter Weise aus dem Hexahydrobenzylalkohol und Essigsäureanhydrid erhalten.

Vorversuche zur thermischen Krackung ergaben beim Azetat einer C<sub>9</sub>-Synthylalkohols bei verschiedenen Temperaturen und konstant gehaltener Belastung ( $\frac{1}{2}$  entspricht 120 cm<sup>3</sup> Einspritzung) eine weitgehende Spaltung erst bei  $525 - 550^\circ$ . Die nach Auswaschung der Essigsäure bei verschiedenen Temperaturen erhaltenen Anfallprodukte wiesen folgende Kennzahlen auf.

Temp.	V.Z.	% Ester	J.Z.	% Olefin
$430^\circ$	272	87,7	24	11,4
$500^\circ$	193	62,3	76	36,2
$525^\circ$	56	18,1	158	75,2
$550^\circ$	27,5	8,9	189	90

V.Z. des eingesetzten Esters: 310, entsprechend theoretische J.Z. : 210.

Die thermische Krackung wurde in einem senkrechten Quarzrohr, das mit Quarzscherben gefüllt war, durchgeführt. ( $\varnothing$  2,2 cm, Länge des auf Temperatur gehaltenen Teiles: 60 cm, Heizung erfolgte mit elektrischem Heizmantel)

Es wurde mit den Versuchen begonnen, die thermische Spaltung des Azetats des Hexahydrobenzylalkohols in entsprechender Weise durchzuführen.

#### 7. Herstellung von alkylierten Aromaten (Parafflowtyp) aus Steinkohlenschwefelbenzin

Es wurde mit Versuchen begonnen, durch kondensierende Behandlung von Schwefelbenzin zu Alkylaromaten zu gelangen. Für die Versuche wurde ein Steinkohlenschwefelbenzin von Blechhammer OHW II a verwendet und die höhersiedenden Anteile von  $150$  bis  $185^\circ$  (45 % des Benzins) als Ausgangsstoff gewählt. Die zwischen  $150$  und  $185^\circ$  siedenden Produkte wurden vorerst einer Behandlung mit verdünnter Schwefelsäure und Lauge unterzogen zur Entfernung der basischen und sauren Bestandteile. Es wurde begonnen, die Kondensation in Gegenwart von Zinkchlorid vorzunehmen. Die Versuche werden fortgesetzt.

POOR  
COPY

67

Arbeiten Dr. Reisinger

Durch Feindeinwirkung auf das Werk bedingt, unterlag die Fortsetzung der im letzten Bericht (Stand vom 1. April 1944) geschilderten Arbeiten erheblichen Störungen, die erst mit der Verlagerung in das Laboratorium des Schwelwerkes Deuben behoben werden konnten. Die in der Zeit vom 1. April 1944 bis 1. Oktober 1944 erzielten Fortschritte sollen daher ganz kurz gefasst im Folgenden geschildert werden.

1. Die Isoparaffinsulfurierung

Als Ausgangsmaterial für die Versuche mit technischer Zielrichtung wurde ein Mepasin mit 15 C-Atomen benutzt. Infolge schwieriger  $\text{CO}_2$ -Schnee-Beschaffung wurde nicht mehr in flüssigem  $\text{SO}_2$  gearbeitet, sondern in Methylchlorid bei Temperaturen zwischen  $-10$  und  $-20^\circ\text{C}$ . Das Mepasin wurde in  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  gelöst in einem Rundkolben mit Rührwerk auf  $-15^\circ\text{C}$  abgekühlt und im Laufe von 2 Stunden pro Mol. Mepasin 2 Mol.  $\text{SO}_2$  gleichfalls in Mepasin gelöst unter lebhaftem Rühren-angetropfelt, wobei man die Temperatur nach Möglichkeit nicht über  $-10^\circ\text{C}$  steigen ließ. Als wesentliche Ergebnisse sind folgende zu erwähnen:

- Unter den genannten Bedingungen werden ca. 30% des eingesetzten Oles zu wasserlöslichen Sulfurierungsprodukten umgesetzt. Es handelt sich um Sulfonsäuren, wobei sowohl Mono-, als auch Disulfonsäuren entstehen. Die Alkalisalzlösungen dieser Sulfonsäuren sind leichter dunkelgefärbt (braun bis dunkelbraun), können aber durch Hypochlorid zu einem hellen Gelb aufgehellt werden. Beim Eindampfen der aufgehellten Lösungen tritt erneut Nachdunklung ein. Die Reaktionsprodukte wurden waschtechnisch bislang noch nicht ausgeprüft.
- Ein wahrscheinlich nicht unbeträchtlicher Teil der Sulfurierungsprodukte ist nicht wasserlöslich und verbleibt im nicht umgesetzten Mepasinanteil gelöst. Er macht sich bei der Redestillation des nicht umgesetzten Mepasins durch Zersetzung, insbesondere durch Dunkelfärbung des Oles und  $\text{SO}_2$ -Entwicklung bemerkbar.
- Bei der Einwirkung des  $\text{SO}_2$  auf das Mepasin entstehen erhebliche Mengen  $\text{SO}_2$ , was auf eine Sulfoxydation hinweist.

Die Ergebnisse erinnern hinsichtlich der Bildung von wasserunlöslichen, bzw. öllöslichen Einwirkungsprodukten sowohl an die Befunde der Olefinsulfurierung, als auch an diejenigen der Isohexan-Modellsulfurierung, wobei gleichfalls öllösliche, wasserunlösliche schwere Öle entstanden, die sich allerdings zu wasserlöslichen Sulfurierungsprodukten verseifen ließen. Aus diesen Gründen wurde erneut auf Modellsulfurierungen einfacherer Kohlenwasserstoffe zurückgegriffen.

Modellsulfurierung des Isohexans

Bei der Sulfurierung des Isohexans unter den bekannten Bedingungen ergab sich eine fast 100 %ige Umsetzung des Ausgangsmaterials zu folgenden Reaktionsprodukten:

- Ca. 50 % wasserlösliche Einwirkungsprodukte, die beim Eindampfen der wässrigen Lösungen nachdunkeln, noch unbekannter Natur, die aber wahrscheinlich Mono- und Disulfonsäuren darstellen.
- Ca. 25 % wasserunlösliche Einwirkungsprodukte, als teilweise destillierbare, schwere (schwerer als Wasser) tief violett gefärbte Öle, die sich fast quantitativ zu wasserlöslichen Produkten verseifen lassen, die den unter a) erwähnten Produkten ähneln.

Diese besagten Öle stellen wahrscheinlich "Sultone" dar. Auf die Bildung der Sultone wird am Schluß im Rahmen der Besprechung der Olefin-Modellversuche eingegangen.

POOR  
COPY

67

c) C<sub>8</sub>, 25 % wasserunlösliche, kristallisierte, teilweise destillier- und sublimierbare Substanzen mit infolge eines erheblichen Dampfdruckes charakteristisches, an Kaspfer erinnernden Geruch. Dieser Anteil an Reaktionsprodukten erweist sich als ein Gemisch, aus dem man durch Unkristallisation aus Essigester-Petroläther-Gemischen rein weiße Kristallmassen erhalten kann, die neutral reagieren und beim Verkochen mit Wasser sich an Sulfonsäuren verseifen lassen. Die Verseifungszahlen der schmelzpunktreinesten Kristallfraktionen liegen sehr nahe denjenigen des Isohexanädisulfonsäure-Anhydrids, was als Analogie zum Isobutanädisulfonsäureanhydrid verständlich wäre. Eine weitere Kristallfraktion, nämlich eine sublimierbare, stark kaspferartig riechende Substanz zeigt höhere Verseifungszahlen. Über ihre Natur können bislang nur Vermutungen angestellt werden.

Hinsichtlich der Anteile, mit denen die einzelnen Körperklassen entstehen, wurden oben Angaben in Prozenten gemacht. Es ist hierin zu bemerken, daß diese Angaben sehr grob sind, da die Aufarbeitungsmethoden noch nicht befriedigen.

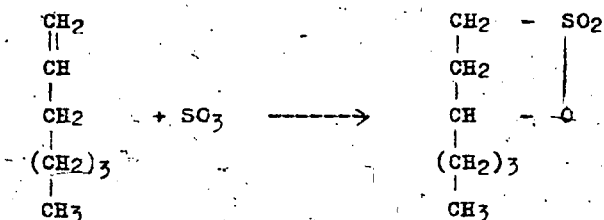
Modellsulfurierung des Iso-Oktans

Hierbei wurden im wesentlichen die gleichen Beobachtungen wie beim Iso-Hexan gemacht. Der Anteil an kristallisierbaren Substanzen ist jedoch größer. Auffällig ist das fast ganz einheitliche, schneeweiße Aussehen der destillierbaren Einwirkungsprodukte, hexagonaler Kristallstruktur. Diese Produkte sind in Wasser praktisch unlöslich, in Wasser-Methanol-Gemischen dagegen erheblich mit neutraler Reaktion löslich. Nach kurzem Aufkochen der Lösungen werden diese sauer. Beim Abkühlen kristallisieren die gelösten Anteile unter Rückgang der Acidität der Lösungen wieder aus (1), sodaß die Mutterlauge nur noch schwach sauer sind. Eine Deutung dieser Befunde kann bislang noch nicht getroffen werden. Das Iso-Oktan erwies sich im Übrigen als eine nicht zweckmäßige Modellsubstanz, da seine Struktur infolge Entstehens bei der Isobutanalkylierung mittels Schwefelsäure und zufolge eines für Iso-Oktan zu breiten Siedebereiches (es dürfte auch C<sub>9</sub>-Alkylat anwesend sein) recht kompliziert und zudem nicht einheitlich sein dürfte. Sie wurde einstweilen nur in Ermangelung einer geeigneteren Substanz angewandt.

Modellsulfurierung des n-Heptens

Ein Hepten, das durch Dehydratisierung einer möglichst engen C<sub>7</sub>-Synolalkohol-Fraktion über Kontakt 163 gewonnen wurde, gelangte zum Einsatz.

Die Modellsulfurierung von Olefinen geringer Kettenlänge erwies sich in steigendem Maße insofern als sehr instruktiv, auch für die Sulfurierung von Isoparaffinen, als bei beiden Ausgangsmaterialien wahrscheinlich dieselben, mindestens aber zum Teil dieselben Reaktionsprodukte entstehen. Im Falle des Heptens konnte nunmehr die Natur des bereits im Bericht vom 1. April 1944 erwähnten schweren, destillierbaren Öles einwandfrei aufgeklärt werden, nachdem die Methoden seiner Reinigung vervollkommen werden konnten. Es handelt sich nämlich um ein "Sulton" des Heptans, wobei noch offenbleibt, ob ein 5<sup>er</sup>, 6<sup>er</sup> oder 7<sup>er</sup> Ring, oder ein Gemisch dieser Ringe vorliegt. Die Bildung dieser Sultone scheint verhältnismäßig durchsichtig zu sein und stellt sich wie folgt dar:



Im nächsten Bericht soll auf diese Sultone noch näher eingegangen werden.

POOR  
COPY

67

Arbeiten Nr. GrüssertExtraktion höherer Synolalkohole aus der Synolfraktion des Wassermittelbereiches mit verdünntem Methanola) Messung der Löslichkeit an n-Alkoholen, Synol- und Oxo-Alkoholen verschiedener Kettenlänge in verdünntem Methanol

Diese Messungen, über die gesondert berichtet wird, brachten folgendes Ergebnis:

Die Löslichkeit ist dargestellt von Temperatur, Kettenlänge des gelösten Alkohols und Wassergehalt des Methanols abhängig, daß im betrachteten Bereich (C<sub>10</sub> - C<sub>14</sub>) eine Erhöhung der Temperatur von 10° auf 40° die Löslichkeit etwa um den gleichen Betrag steigert, wie eine Verminderung der Kettenlänge um 2 C-Atome bei gleichbleibendem Methanolwasser-Verhältnis oder eine Verminderung des Wassergehaltes in Methanol um 4 - 6% bei gleichbleibender Kettenlänge des verwendeten Alkohols.

Bei natürlichen, reinen n-Alkoholen ist es praktisch unerheblich, ob ich einen reinen Alkohol (z. B. C<sub>12</sub>-Alkohol) oder eine Mischung anderer n-Alkohole mit gleichem mittlerem Molekulargewicht (z. B. 20% C<sub>10</sub>, 60% C<sub>12</sub>, 20% C<sub>14</sub>-Alkohol) in wässrigem Methanol löse. Nur bei größeren Mengen Lösungsmittel (also: niedrige Temperatur bzw. höhere Wasserkonzentration) scheint eine Bevorzugung der langkettigen Anteile im Gemisch eintreten; die Löslichkeit ist in diesen Bereichen geringer als die des einheitlichen Alkohols mit demselben Molekulargewicht, das das Gemisch besitzt.

Die Löslichkeit der Synolalkohole ist von denen der n-Alkohole gleicher Kettenlänge praktisch nicht verschieden. Da die höheren Synolalkohole nie nur Alkohole einer C-Zahl enthalten, sondern Gemische darstellen, stellt sich hier der im vorigen Absatz beschriebene Vorgang ein: Bei höheren Temperaturen bzw. niedrigeren H<sub>2</sub>O-Konzentrationen gleicht ihre Löslichkeit der der n-Alkohole entsprechender Kettenlänge, bei niedrigerer Temperatur bzw. höherer H<sub>2</sub>O-Konzentration in Methanol wird sie geringer als die der entsprechenden n-Alkohole.

Die Löslichkeit der Oxo-Alkohole ist bei Berücksichtigung der etwas größeren Kettenlänge der zur Verfügung stehenden Proben etwa gleich der der entsprechenden n-Alkohole. Auffällig erscheint, daß besonders im Gebiet geringerer Oxo-Alkoholkonzentrationen, - also beim Senken der Temperatur bzw. Erhöhung der Wasserkonzentration im Methanol - der Trübungspunkt niedriger liegt als der entsprechenden n-Alkohole und erst recht der entsprechenden Synol-Alkohole.

Bei der Messung der Entmischungstemperatur von Oxo-Alkoholen, die nicht durch Borierung gereinigt worden waren und noch etwa 3 - 5% Nichtalkohole enthielten, wurde festgestellt, daß die Entmischungstemperatur - als Funktion der Oxo-Alkoholkonzentration in wässrigem Methanol - 2 Maxima besaß: Ein Maximum im Gebiet hoher Oxo-Alkoholkonzentrationen (etwa 60% Oxo-Alkohol, Rest Methanol + H<sub>2</sub>O) und eines im Gebiet niedriger Oxo-Alkoholkonzentrationen (etwa bei 5 - 10% Oxoalkohol, Rest Methanol + H<sub>2</sub>O).

Es wurde festgestellt, daß Zusätze von 1 - 6% Kohlenwasserstoffe zu reinem Alkohol der Entmischungstemperatur erhöhen, und zwar im ganzen Konzentrationsbereich etwa um 2 - 4° pro Prozent Kohlenwasserstoff. Bei einem Zusatz von 2 - 3% Kohlenwasserstoff tritt, je nach der Kettenlänge des zugesetzten Kohlenwasserstoffs, eine Erhöhung der Entmischungstemperatur im Gebiet niedriger Konzentration an höherem Alkohol ein.

23362

Man kann diese Beobachtung dahingehend ansetzen, schnell festzustellen, ob ein Alkohol noch Spuren Nichtalkohole, insbesondere Kohlenwasserstoffe enthält; setzt man zu diesem Alkohol steigende Mengen eines geeigneten Methanolwassergemisches (bei einem  $C_{12}$ -Alkohol z. B. ein 24 Vol%  $H_2O$  enthaltendes Methanol) und misst die jeweiligen Entmischungstemperaturen, so ist beim reinen Alkohol, auch wenn die Kettenlänge der einzelnen Komponenten verschieden ist, ein gleichmäßiges Abfallen der Entmischungstemperatur festzustellen, während kohlenwasserstoffhaltiger Alkohol von einer gewissen Konzentration ab eine Verzögerung des Abfalls der Entmischungstemperatur, resp. einen erneuten Anstieg zeigt. (Vergl. Bild 1)

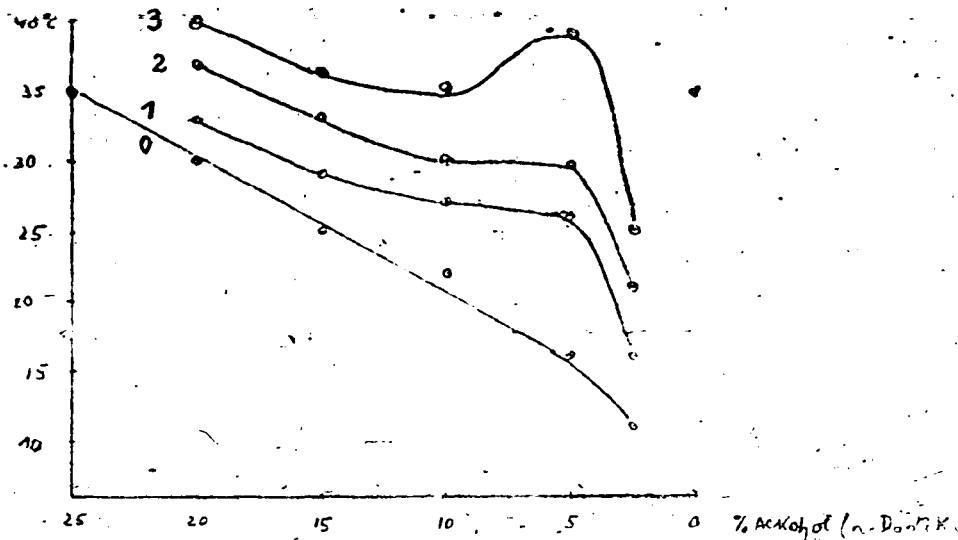


Bild 1 Entmischungspunkte von Gemischen aus

- a) n-Dodecylalkohol mit  $C_{14}$ -Mepasin (0, 1, 2, 3 %  $C_{14}$ -Mepasin enthaltend) und
- b) wässrigem Methanol (24 Vol%  $H_2O$  enthaltend)

b) Extraktion der Alkohole aus einer Synolfraktion von 255 - 315° mit wässrigem Methanol

Systematische Extraktionsversuche mit wässrigem Methanol werden im Scheidetrichter durchgeführt: Sie sollen feststellen:

23363

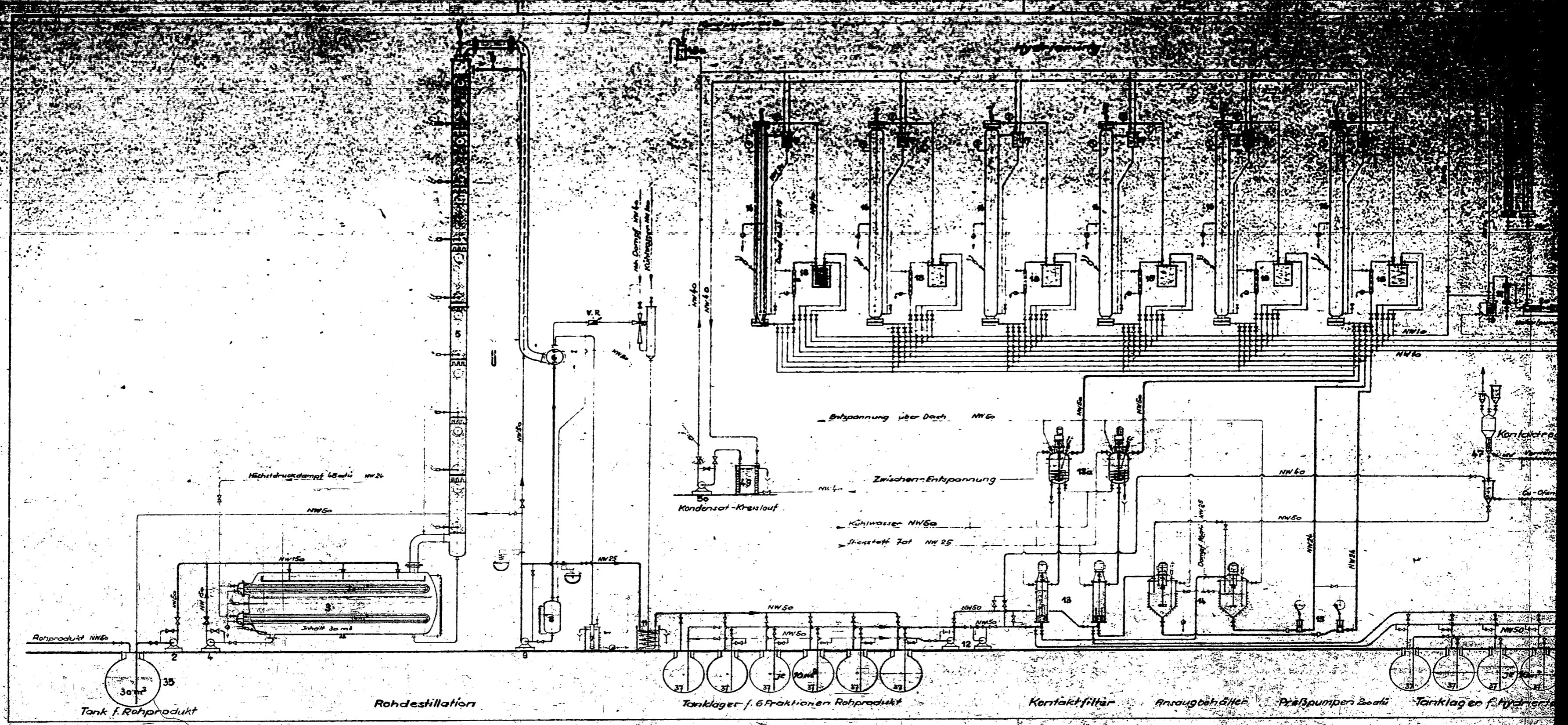
- 9 -

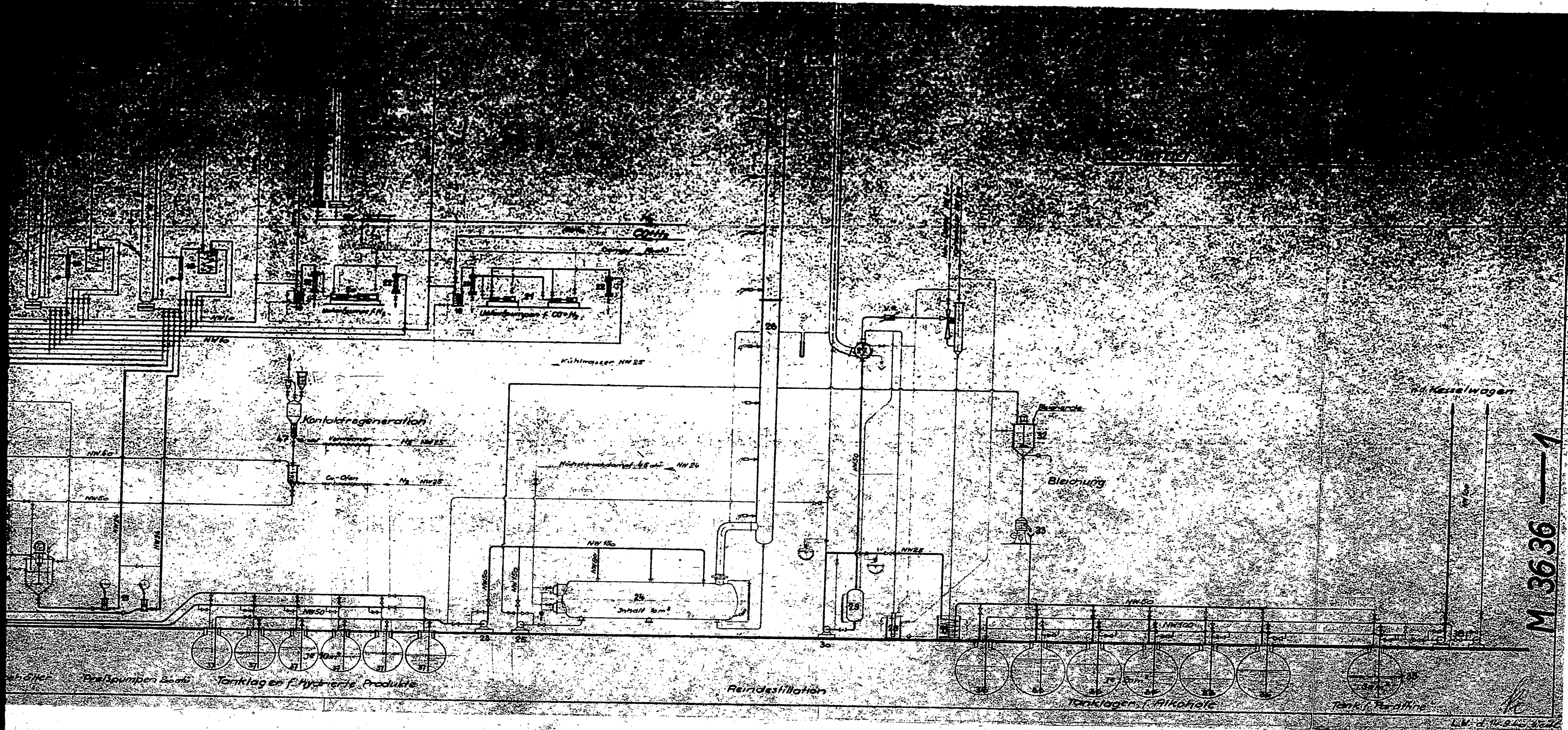
1. Die Abhängigkeit der Temperatur von der Selektivität,
2. Die zur restlosen Extraktion der Alkohole nötige Menge verdünnten Methanols,
3. Der optimale Wassergehalt des zu verwendenden Methanols,
4. Der Gehalt an Nichtalkoholen in den auf die optimale Weise extrahierten Alkoholen.

Diese Extraktionsversuche stehen vor dem Abschluß, über sie wird gesondert berichtet.

Ferner wird versucht, durch Behandeln des Extraktes mit niedrigsiedendem Paraffin die darin noch vorhandenen Nichtalkohole zu extrahieren.

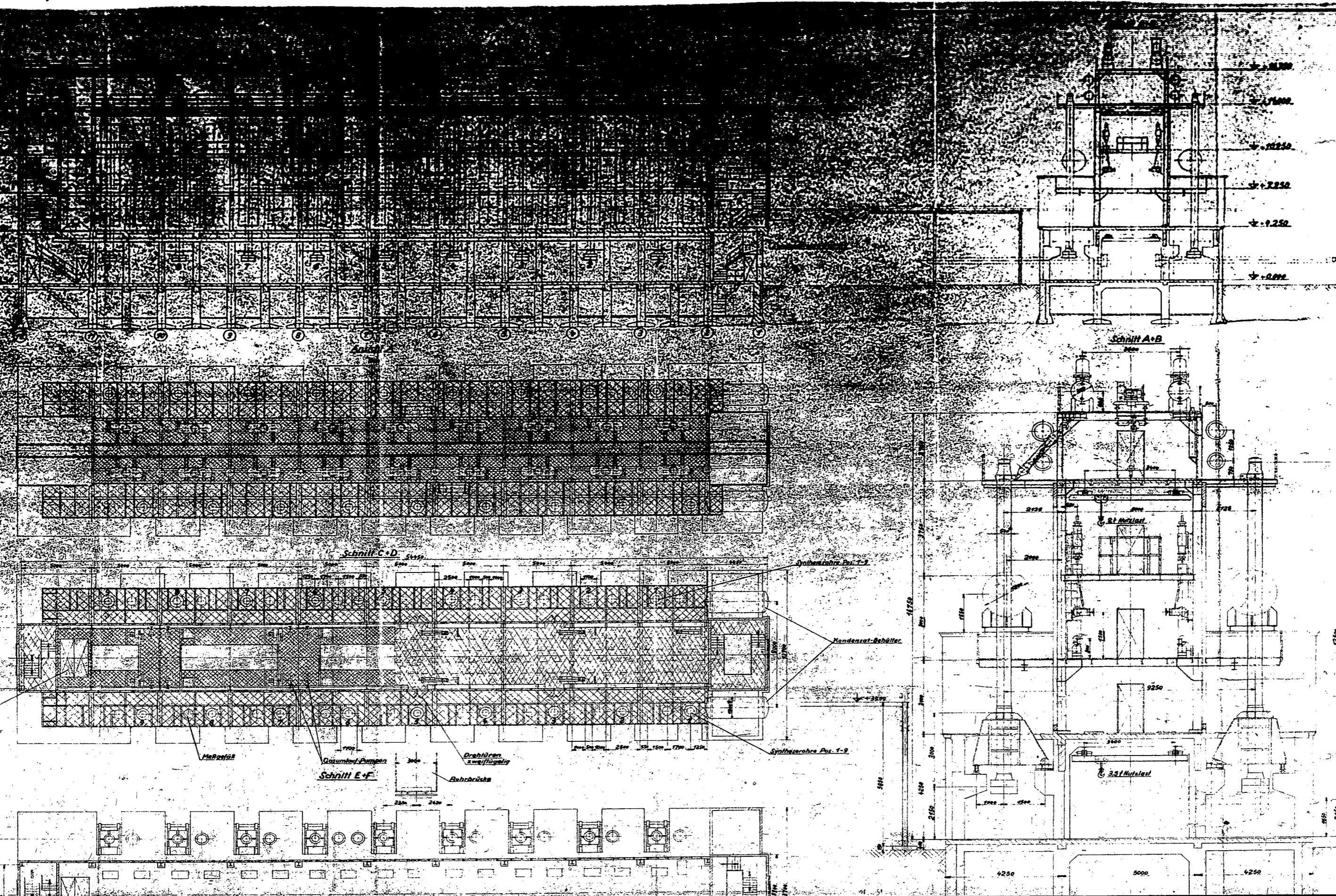
*Ming*

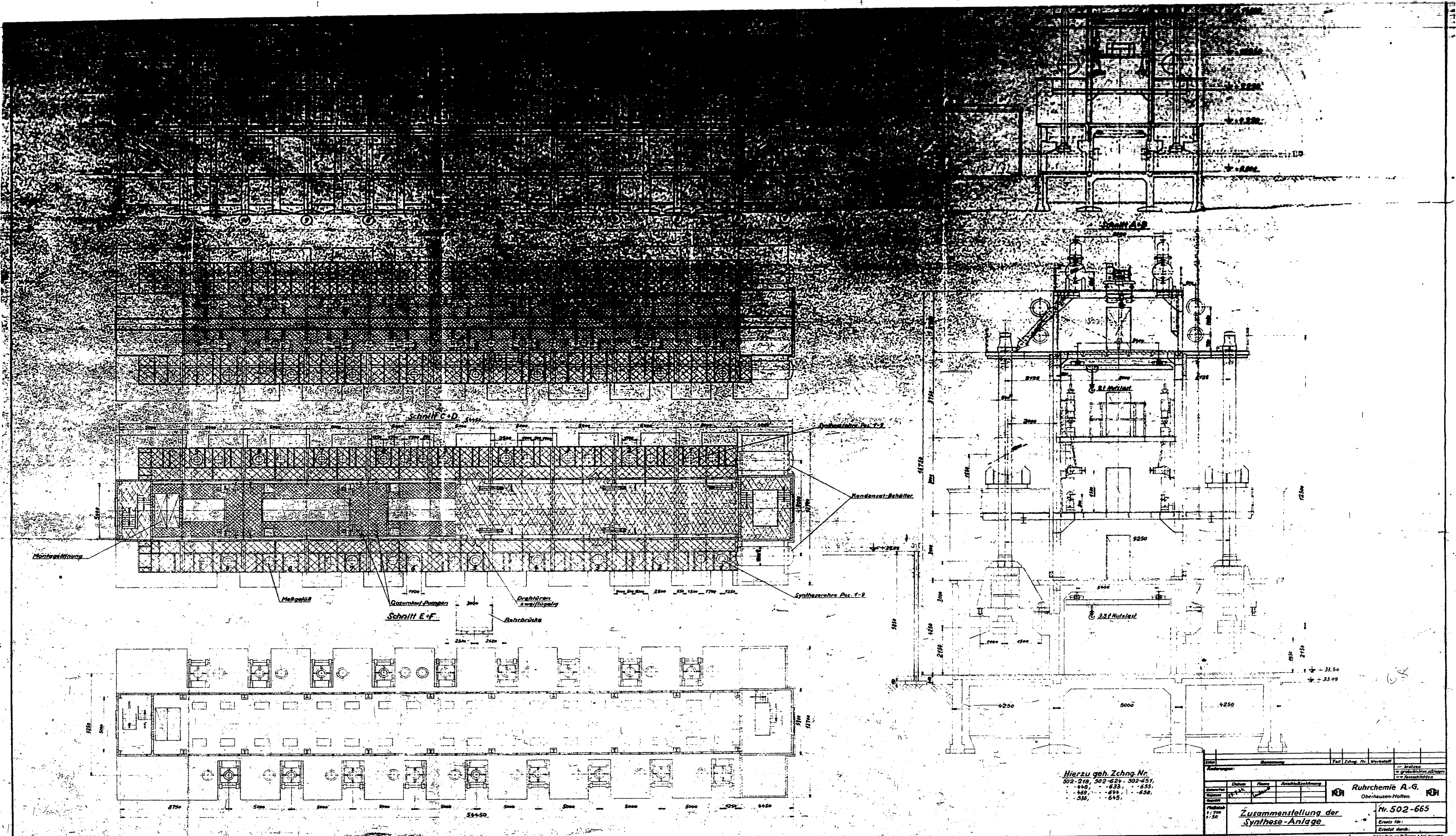




M 3636 — 1







Hierzu geh. Zchn. Nr.  
 502-218, 502-624, 502-651,  
 448, - 633, - 653,  
 469, - 615, - 636,  
 556, - 615,

Zusammenstellung der Synthese-Anlage		Ruhchemie A.G. Oberhausen-Höfen	
Nr. 502-665		Ersatz für:	
Ersatz durch:		Ersatz durch:	

POOR COPY 68

Leupa-Werke, den 24.7.1942 Nr. Or/Va.

**Entwurf einer Anlage zur Gewinnung von Acetylen aus Kohlenwasserstoffen**

Zusammen die Herren:	Dr. G. G. G.	Dr. G. G. G.
	Dr. G. G. G.	Dr. G. G. G.
	Dr. G. G. G.	Dr. G. G. G.
	Dr. G. G. G.	Dr. G. G. G.
	Dr. G. G. G.	Dr. G. G. G.
	Dr. G. G. G.	Dr. G. G. G.

**Entwurf einer Anlage zur Gewinnung von Acetylen aus Kohlenwasserstoffen**

**I. Rohstoffe.**  
 Es stehen zur Verfügung die Rohstoffe:  
 I. Der Gaseanteil aus der Leuchtgasanlage.  
 Der Versuchung können sich eine Fraktion dieses Gases mit dem Siedepunkt  
 75 - 200° C, das Gasöl enthält 60 Gew.-% dieser Fraktion, die in einer  
 Menge von 9000 Jato zur Verfügung steht. Das zu verwendende Gasöl stammt  
 aus den Anlagen in Leuna, Opatz, Anschütz und Hoyerswerda.

II. Der Kohlenstoff aus der Leuchtgasanlage.  
 Die Menge des in die Gas-Anlage einsetzbaren Anteiles beträgt 2000 Jato.  
 und fällt in Leuna, Opatz und Anschütz an.

III. Der Kohlenstoff aus der Leuchtgasanlage.  
 Die Menge des in die Gas-Anlage einsetzbaren Anteiles beträgt 7000 Jato.  
 und fällt in Leuna und Anschütz an.  
 Die Rohstoffe II und III müssen vor ihrem Einsatz in die Gas-Anlage  
 dehydratisiert werden, um sie dann einer Destillation zu unterziehen. In  
 die Gas-Anlage soll die Fraktion, die die Moleküle C<sub>2</sub> bis C<sub>4</sub> einschließ-  
 lich enthält, eingestellt werden. Nach Angabe von Herrn Dr. G. G. G.  
 beträgt die Menge des bei der Dehydratisierung abgetrennten Reaktions-  
 wassers etwa 8 Gewichts-%. Die Dehydratisierung ist für 1000 l Kontakt-  
 raum auszulagen und in Übrigen so zu bauen, wie die vorhandene Anlage in  
 Nr. 956. Bei der nachfolgenden Destillation fallen als Verlust 5 und als  
 Rückstand 10 Gewichts-% an.

**2. Standort der Gas-Anlage.**  
 Es soll in Leuna und in Anschütz eine Anlage von je 10 000 Jato erstellt  
 werden, wobei es zweckmäßig angesehen würde, die Rohstoffe I getrennt von  
 II und III zu verarbeiten. Um zu vermeiden, daß in Leuna und Anschütz 2  
 parallele Gas-Anlagen erstellt werden müssen, oder dass die Gas-Anlagen ab-  
 wechselnd die verschiedenen Produkte verarbeiten, wurde vorgeschlagen, den Koh-  
 stoff I in Anschütz, die Rohstoffe II und III in Leuna zu verarbeiten. Nach  
 einer vorläufigen Schätzung sollen zur Verschickung der Kohprodukte 50 Kess-  
 elwagen von 15 t Füllraum bei etwa 25 Umläufen pro Jahr notwendig sein.

**3. Gas-Anlage.**  
 In anliegendem ME-Blatt 23 ist ein Schweißentwurf der Gas-Anlage für 10 000 Jato  
 dargestellt. Der Gasbedarf beträgt 300 Normal-cf CO<sub>2</sub>-Gas pro 1 t für die  
 Gas-Stufe und 170 cf bis max. 300 cf H<sub>2</sub> für die Hydrierung. Das Gas ist durch  
 eine Feinreinigung mit A-Kohle von organischen Schwefel zu befreien. Nach  
 Angabe von Herrn Dr. G. G. G. reichen dazu 2 x 2 A-Kohlebehälter von je  
 90 l Inhalt aus. Der Wasserstoff ist in einem Methanisierungs-ofen von Kohlen-  
 monoxid zu befreien.

POOR COPY 69

Nach Vorschlag von Herrn Dr. Eauthner ist für die Osm-Stufe und für die Hydrierung je 1 Ofen von 2 m<sup>2</sup> Bruttoinneninhalt und etwa 500 mm  $\varnothing$  vorzusehen. Pro Liter Osmium sind mindestens 3,2 m<sup>2</sup> Kühlfläche vorzusehen. Die Erhitzung ist in 0,5 m<sup>2</sup> Osmium weiterzubringen, so dass 1,5 m<sup>2</sup> eff. Osmium verbleiben. Der Druck in der Anlage beträgt 200 atm. Die Osm-Anlage wird bei 135 - 145°C, die Hydrierung bei 180°C gefahren. Nach Angabe von Herrn Dr. Gemassner hat sich als günstigste Osmform eine Anordnung gezeigt, bei der der Osmium durch ein syl. Rohr in einen äußeren ringförmigen und einen inneren syl. Teil zerlegt wird. Das Produkt durchströmt zunächst den äußeren syl. und dann den inneren Teil. Die Hauptreaktion erfolgt außen, bei einer Temperatur von etwa 135°C, während innen die Reaktion bei 145°C zu Ende geführt wird. Die Kühleinheiten sind in ringförmigen Teil auszubringen.

Die Einspritzpumpen sind doppelt vorzusehen für einen max. Durchsatz von 2,5 m<sup>3</sup>/h. Die Kreislaufpumpen sind für je 1000 Normal-m<sup>3</sup> vorzusehen.

Der Kontaktverbrauch beträgt 75 kg/Tag. Der Kontakt soll von der Ruhr-Chemie bezogen werden. Schätzungsweise dürfte für eine 10 000 Jato-Anlage ein Einsatz von etwa 500 kg Kobaltmetall notwendig sein (unter Berücksichtigung der Regenerationsdauer in der Kontaktfabrik und Transportzeit).

Das Reaktionsprodukt wird nach der Hydrierung auf 10 atm. entspannt und durch Filtration vom Kontakt befreit. Für 250 l Produkt ist 1 m<sup>2</sup> Filterfläche + 20% Reserve vorzusehen. Das Fertigprodukt ist durch eine weitere Destillation vom Anteil mit einer Kohlenstoffzahl kleiner als 7 und größer als 13 zu befreien. Herr Dr. Orlicek wird die Größe und den Energiebedarf der Destillationen aufgrund der vorliegenden Angaben ungefähr schätzen und Herrn Ing. Lange mitteilen, der es übernommen hat, eine Schätzung der Anlagekosten durchzuführen.

Bei der Planung des Baus ist besonders auf gute Entlüftung zu sehen, um das durch die Handhabung von CO bzw. die Bildung von Schwermetall-Karboxylen bedingte Gefahrmoment möglichst auszuschalten.

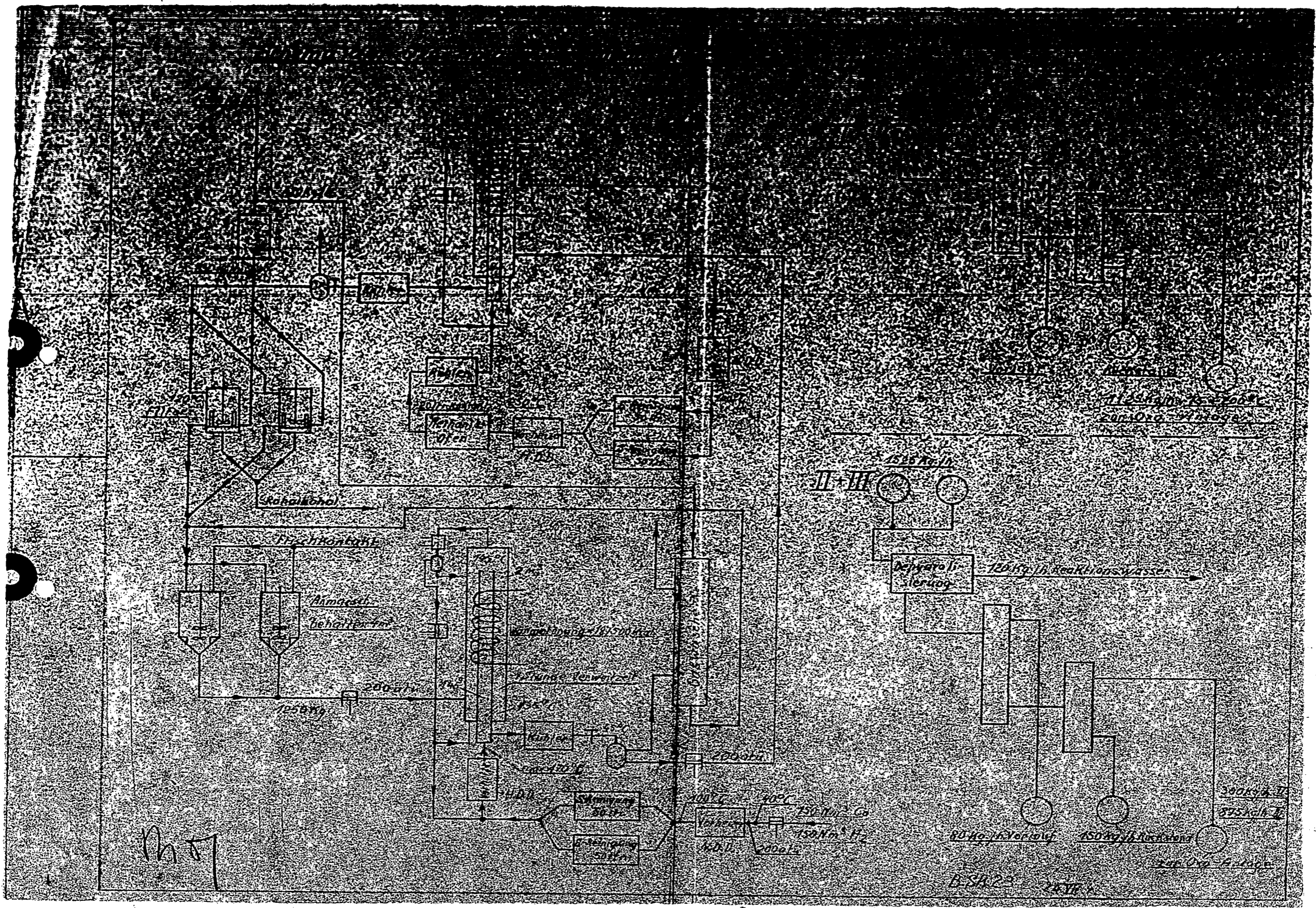
Weitere Einzelheiten können aus dem anliegenden Schema entnommen werden.

#### Verteiler:

Herrn OI. Dr. Sackmann  
 " OI. Keinke  
 " Dr. Hanisch  
 " Dr. Eauthner  
 " Dr. Wenzel  
 " Dr. Gemassner  
 " OI. v. Lom  
 " Dr. Berg  
 " DI. Weidmann  
 " DI. Adolph  
 " Dr. Orlicek  
 " Ing. Lange

POOR  
COPY

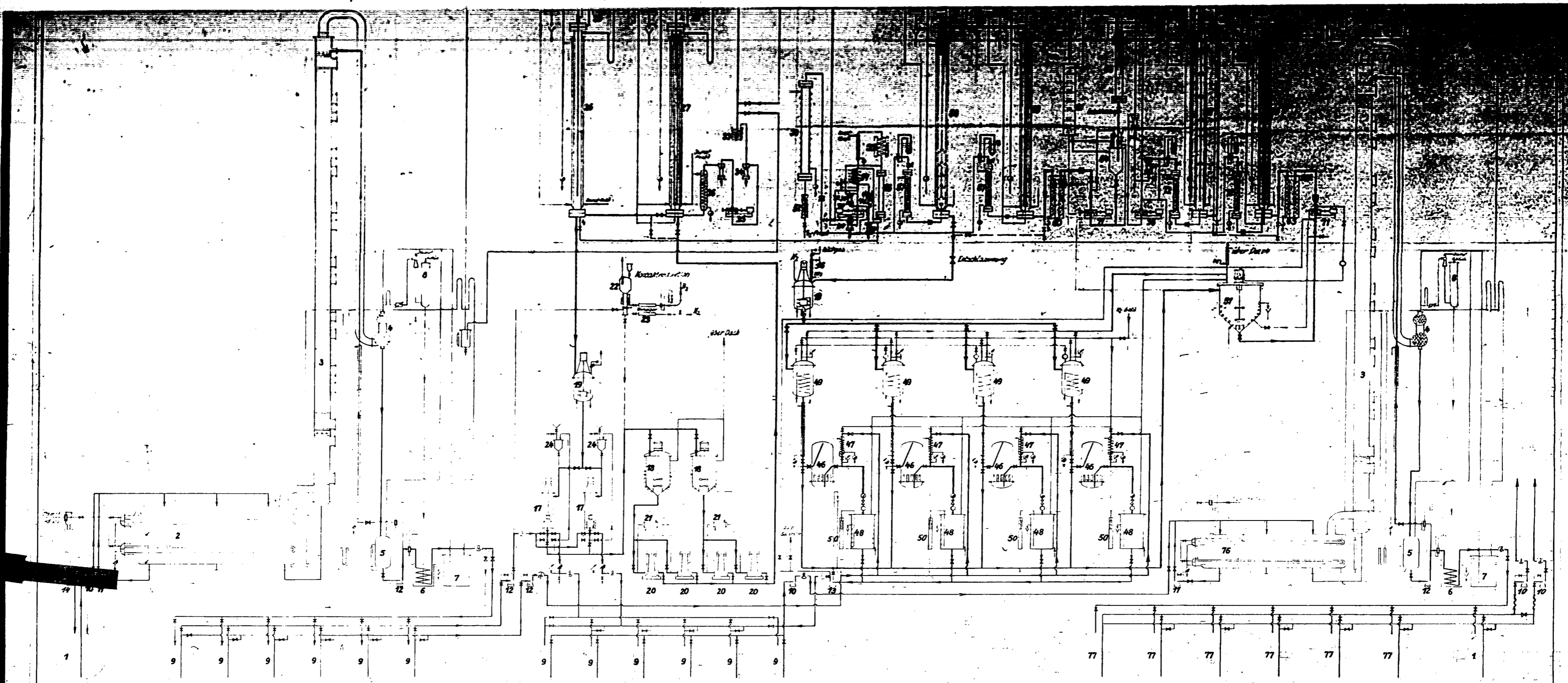
69



POOR  
COPY

69

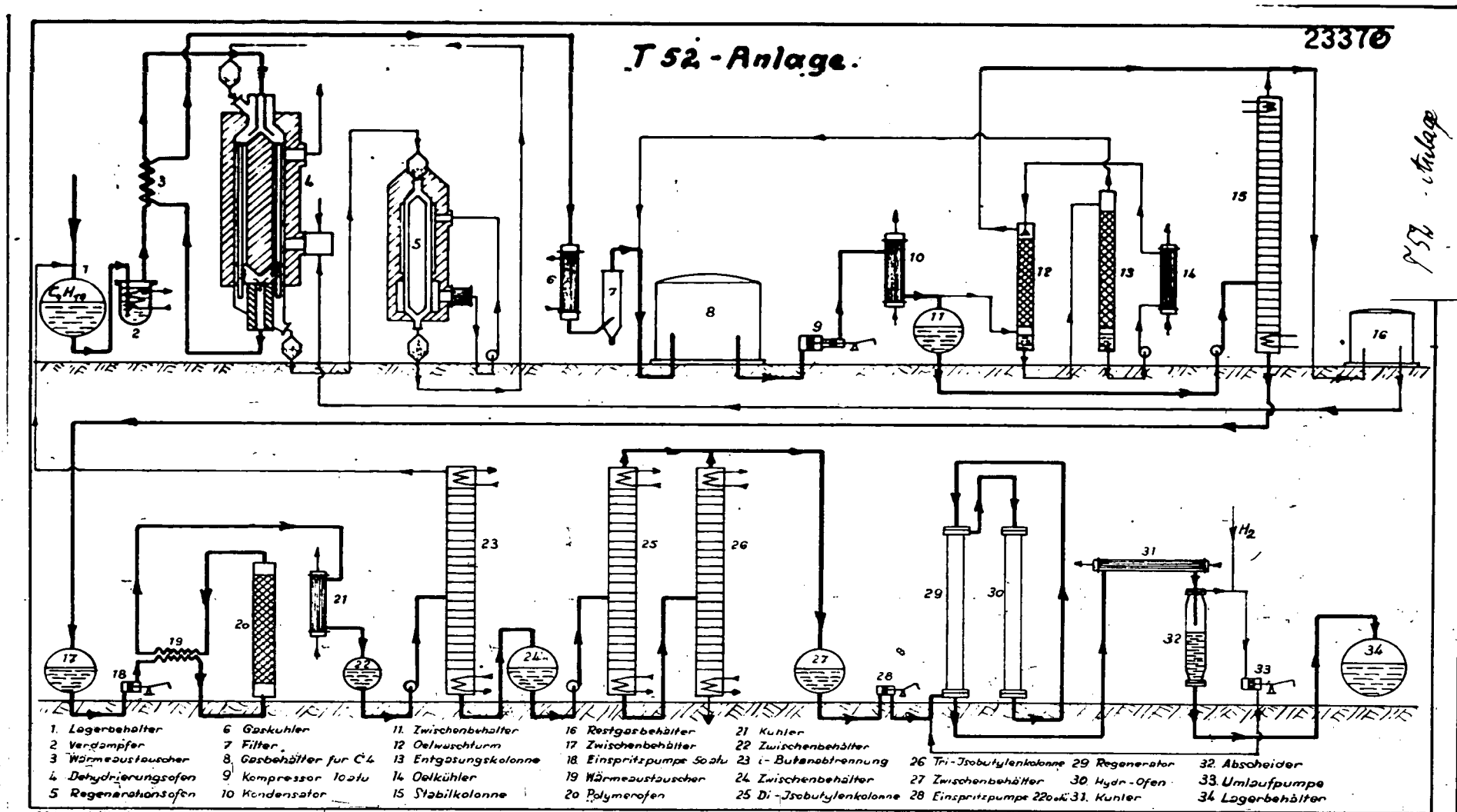




*Handwritten notes and technical specifications in German, including parts lists and assembly instructions. The text is organized into columns and includes various alphanumeric codes and measurements.*

Teil	Stück	Benennung	Abmessungen	Material	Phos.-in-Lsg.	Geprüft	Bemerkung
<b>Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.</b>							
Maschinentechnische Abteilung							
<b>M 5362 a -1</b>							
Maßstab:	1:1	Druckdruck:	at	Probendruck:	at	Kontroll:	
Erstellt für:	M 5362 a	Erstellt durch:		Normgeprüft:		Gesamtheit:	

POOR COPY  
70

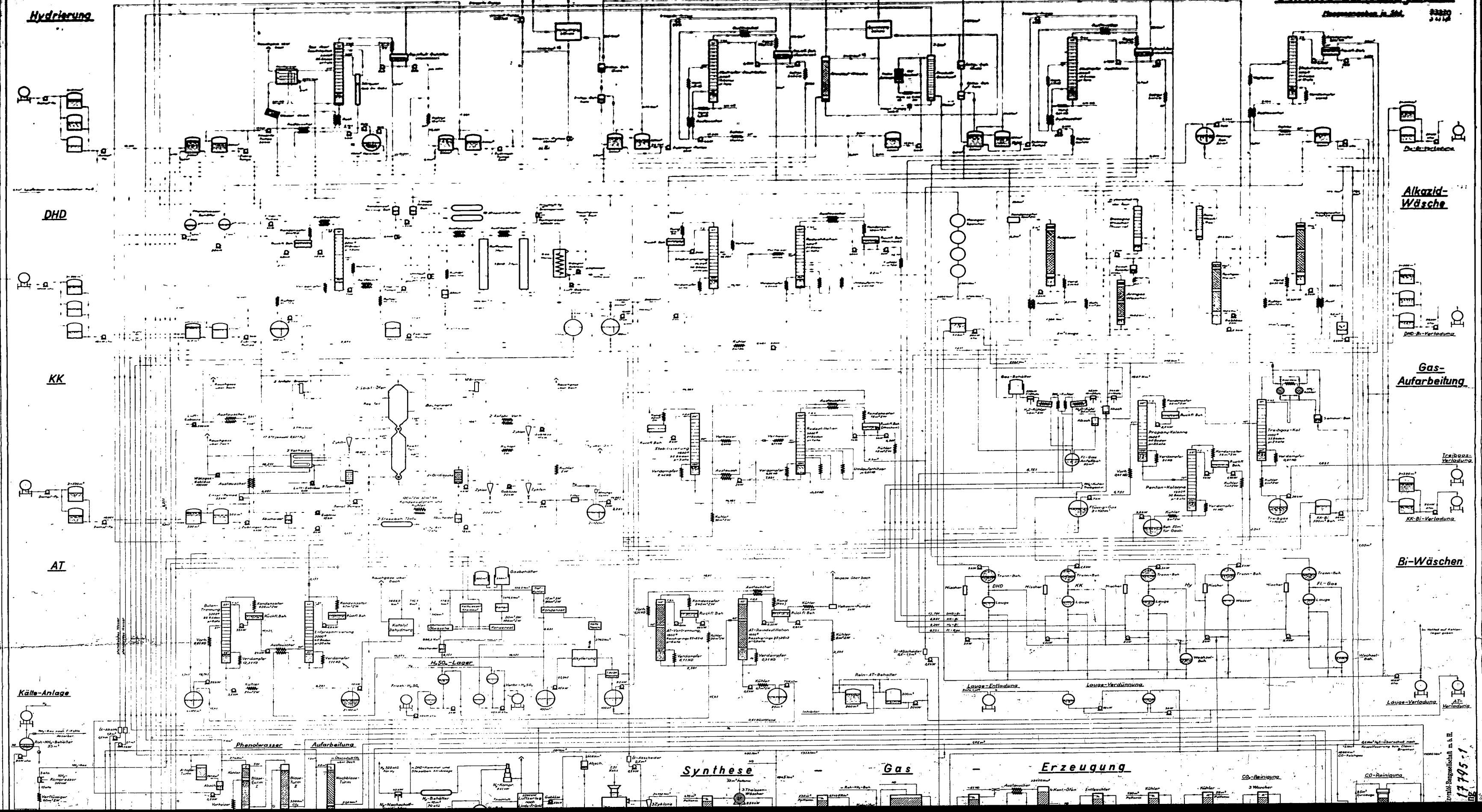


71A



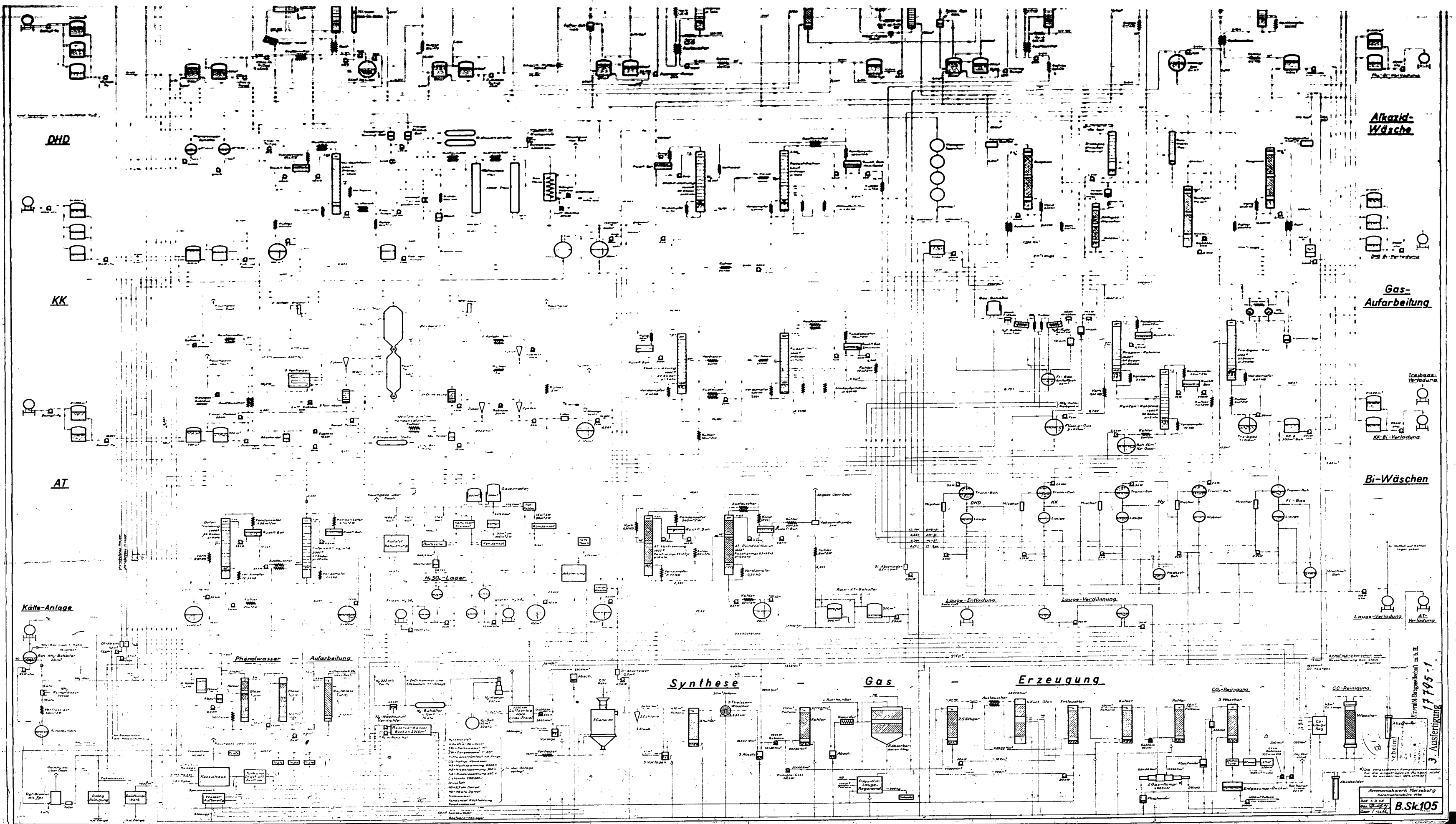
Schema der Anlage Kü

Chemisches J. 504 33320  
3.11.54



POOR COPY 71 B

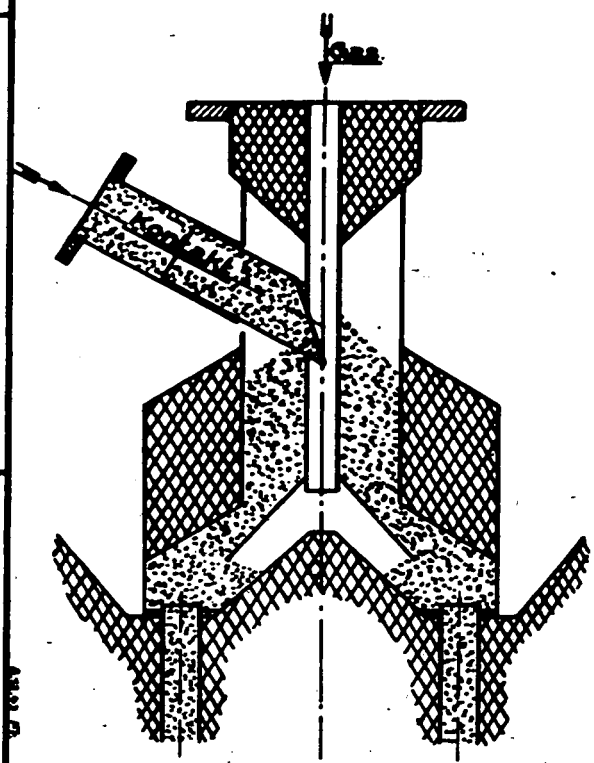
17795-1



Ammoniakwerk Merseburg  
 17795-1  
 3. Ausfertigung  
 B.Sk.105

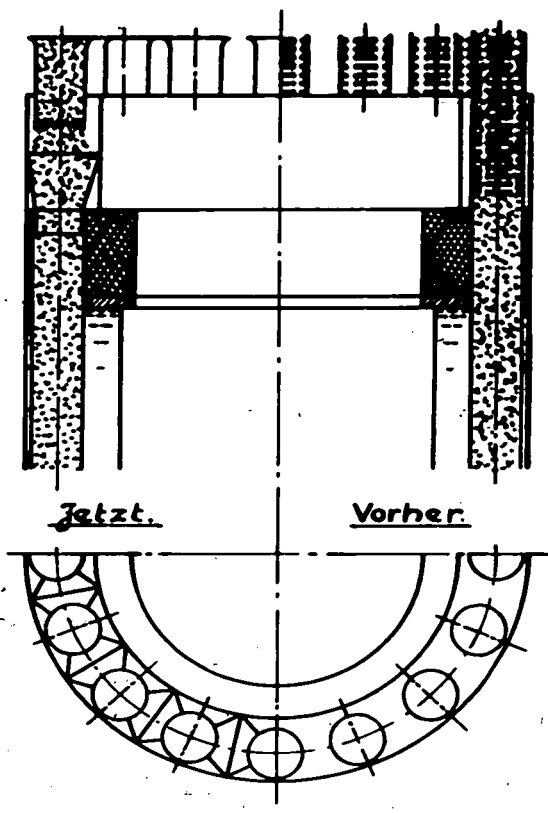
POOR COPY 71 B

Kontaktverteiler.



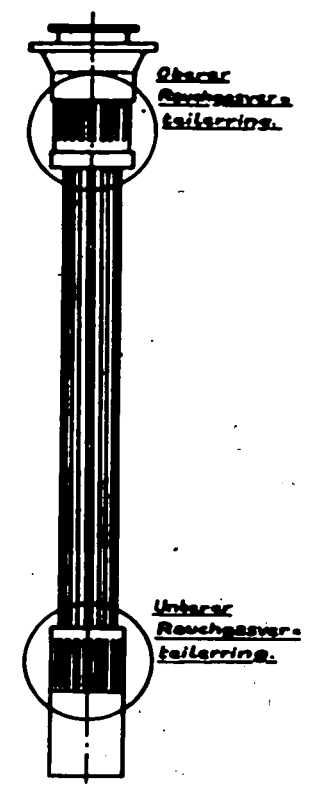
OS-178

Schlitzrohrfreier  
Kontaktaustrag.

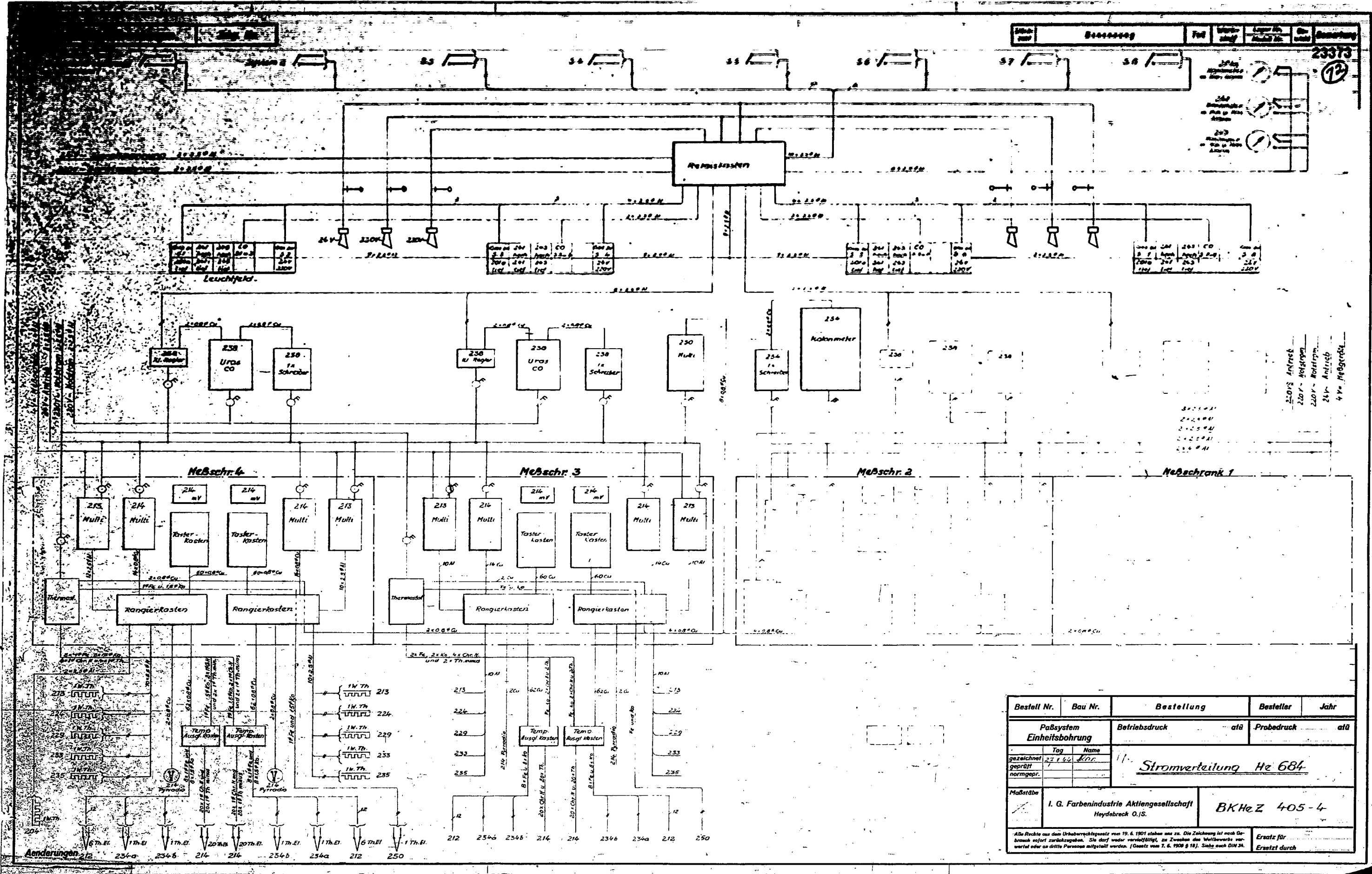


23372

Rauchgasverteilung.



71 B



Bestell Nr.	Bau Nr.	Bestellung	Besteller	Jahr
Paßsystem Einheitsbohrung		Betriebsdruck	atü	Probdruck atü
gezeichnet	Tag	Name	11. Stromverteilung He 684	
geprüft	22.1.42	K.H.		
normgepr.				
Maßstäbe	I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Heydebreck O./S.		BKHeZ 405-4	
<small>Alle Rechte aus dem Urheberrechtsgesetz vom 19. 6. 1901 stehen uns zu. Die Zeichnung ist nach Gebrauch sofort zurückzugeben. Sie darf weder vervielfältigt, zu Zwecken des Weltverkehrs verwendet oder an dritte Personen mitgeteilt werden. (Gesetz vom 7. 6. 1908 § 18). Siehe auch DIN 24.</small>			Ersatz für Ersetzt durch	

POOR COPY 72

Temperatur- und Signalanlage No. 211.1) Temperaturanlage.

Die gesamten Heizkreise sind in zwei Bedienungsgruppen untergebracht. Jeder Bedienungsraum bekommt eine getrennte Spannungsversorgung. Für je 2 Systeme ist auf jedem Heizkreis die Temperaturmessung ausgebaut.

Alle Thermoelemente über Messstelle 200 führen über Ausleit- und Rangierkasten zu den betreffenden Tasterkästen. Für die Thermoelemente von je 2 Systemen ist ein Thermostat vorgesehen. Jedes Stück von Betrieb zu betriebsende Thermoelemente der Messstelle 214 für jedes System werden an Rangierkasten parallel auf Multi Poo. 211 angeschlossen.

Die Messstelle 200 wird als Verserbschaltung über vorhandenen Rangierkasten zu den Thermostaten geführt und von dort zu Multi Poo. 200. Sämtliche Widerstandsthermometer werden über Rangierkasten an Multi Poo. 213 angeschlossen. Die Messstelle 204 ist mit auf einen der Multi Poo. 213 angeschlossen.

2) Alarmanlage.

Für je 2 Systeme ist ein 12teiliges Leuchtfeld vorgesehen also insgesamt 4 Stück. Ein Urns für zwei Systeme gibt über Kleinrelais Alarm auf das die Leuchtfelder vorgesehenen Leuchtfeld. Der Alarm von Straßensicherheitskopf hat für jedes System ein eigenes Leuchtfeld und in jeder Bedienungsraum eine eigene Lampe 220 V. Messstellen 201a, 241, 243 und Spannungsüberwachung alarmieren parallel auf alle vier Leuchtfelder.

Hordenbach, den 28. 1. 1944.

POOR  
COPY

72

Messstellenanweisung für Haber-Anlage Hochdruck 731

2.9.42/Sch

Messstelle	Messaufgabe	angegebene Betriebswerte	Stück.	Messgerät	Messbereich
1	Menge Rohaethan- A-Kohle	$630 \text{ m}^3/\text{h}$ $0^\circ$ 760	1	1 Meßblende mit Absperrg. 1 Ringwaage	$0-900 \text{ m}^3/\text{h}$
2	Druck u. Temp. Rohaethan	$1,5 - 2 \text{ atü} - 20+$ $+40^\circ\text{C}$	1	komb. Druck- und Tempera- turschreiber	$0 - 4 \text{ atü}$ $-20+60^\circ\text{C}$
3	Dichte Rohaethan	$1,25 \text{ kg/m}^3$ $0^\circ$ 760	1	Gasdichteschreiber	$0,5 - 1,5 \text{ kg/m}^3$
4	<i>schalt Rel.</i> CO Gehalt Aethan	0 %	1	Stras (Alarm bei $0,005 \%$ )	$0 - 0,005 \%$
5	Luftdruck-Registr.		2	Barographen	
6	Dampfmessung	$1,2 \text{ t/h}$	1	Meßblende mit Absperrg.	$100$ NW 125
7	Stickstoffmessung	$630 \text{ m}^3/\text{h}$ , 2 atü $0^\circ$ 760	1	Ringwaage	
8	Druckmessung Dampf	5 atü	1	Meßblende mit Absp. Ringwaage	$0 - 900 \text{ m}^3/\text{h}$
8a	Druckmessung Dampf	1,5 atü	1	Manometer	$0 - 10 \text{ atü}$
9	Temperatur <i>nach</i> und Überhitzer	$350^\circ\text{C}$	1	Manometer	$0 - 4 \text{ atü}$
10	Druckmessung A-Kohletürme	$350^\circ\text{C}$	1	Hg. Federthermometer	$0 - 600^\circ\text{C}$
11	Temperaturmessung	1,5 atü	2	Manometer	$0 - 4 \text{ atü}$
12	Schnellschluß für $\text{H}_2$	$120 - 150^\circ\text{C}$	1	Thermoelement	$0 - 500^\circ\text{C}$
13	$\text{H}_2$ -Messung	$5 - 600 \text{ Nm}^3/\text{h}$	1	Ventil NW 100	$0 - 700 \text{ m}^3/\text{h}$
14	Luft-Messung } <i>sun Ofen-</i> } <i>auskren-</i> } <i>nen</i>	$100 \text{ Nm}^3/\text{h}$ , 1,5 atü $20 \text{ Nm}^3/\text{h}$ , 3 atü	1 1 1	Meßblende mit Absp. Waage Meßblende mit Absp. Waage	

23375

POOR COPY 72

Meßstelle	Meßaufgabe	angegebene Betriebsgröße	Stk.	Meßgerät	Meßbereich
15	Druck von Aethanvorwärmer	0 - 2 kg/cm <sup>2</sup>			
16	Temperatur von Aethanvorwärmer	0 - 100°C			
17	Mengeneinzelmessung Rehaethan	200 m <sup>3</sup> /h, 1,5 atü 400°C HW 70 γ = 1,24 kg/cm <sup>2</sup> 15,735	6 6 6 6 12	Normblenden m. Absp. Ringwaagen Diff. Manometer Umgänge ND Abscheider	
18	Druck Aethan von Ofen	1,5 atü, 400°C	6	Einzelmessungen	0,8 - 2 atü
19	Temperatur Aethan n. Vorwärmer	400°C	6	Thermoelemente	100 - 600°C
20	Temperatur Abgas v. Vorwärmer	500°C	1	Widerst. Therm. reg.	100 - 600°C
21	Temperatur in Ofen	800-900°C 1400°C	1 5 1	Sechsfachschreiber, Drehsy. Thermoelemente Thermoelement	800 - 1600°C
22	Menge Kraftgas vor Ofen		1	Meßblende	
23	Druck Kraftgas vor Gebläse	150 mm WS.	1	Ringwaage	0 - 300 mm WS.
24	Druck Kraftgas nach Gebläse	1,6 mWS			0 - 3 WS.
25	Druck Kraftgas vor Ofen	1,6 m WS.			0 - 3 WS.
26	Heiswert Kraftgas				
27	Temperatur Kraftgas				- 20 + 80°

Instruktoren  
elemente  
Pyrom.

WS  
Manometer

23376

POOR  
COPY

72

Meß- stelle	Meßaufgabe	angegebene Betriebswerte	Stück.	Meßgerät	Meßbereich
28	Druck Luft n. Gebläse	2,2 m WS.	2	Flattenfeder-Manometer	0 - 4 m WS.
29	Menge Luft n. Gebläse	9000 m <sup>3</sup> /h 2,2 m WS. NW 400	1 1	Meßblende Ringwaage	4 - 12000 m <sup>3</sup> /h 0 - 400 mm WS.
30	Druck Luft vor Ofen	2 m WS.	1	Flattenfeder-Manometer	0 - 3 m WS. (Impuls auf Frakturventil)
31	Druckbrennkammer	1,5 m WS.	1	Flattenfeder-Manometer	0 - 3 m WS.
32	Druck Ofenabgas	0,5 m WS.	1	Klattenfeder-Manometer	0 - 3 m WS.
33	Temp. Spaltgas n. Ofen	200°C NW 400			0 - 500°C
34	Druck Spaltgas n. Ofen	800 mm WS.			0 - 3 kg/cm <sup>2</sup>
35	Temp. Wasser n. Rieselt.	65°C NW 150	1	Hg Thermometer	
36	Druck Umlaufpump.	3 atü	2	Manometer	0 - 6 atü
37	Menge Kühlwasser	45 m <sup>3</sup> /h	1 1	Normblende n. Absp. Diff. Manometer	0 - 70 m <sup>3</sup> /h
38	Temp. Spaltgas n. Kühler	35°C NW 400	1	Widerst. Therm.	0 - 100°C
39	Gasdicke Spaltgas n. Kühler	1 kg/m <sup>3</sup>	1	Gasdichteschreiber	0,5 - 1,6 kg/m <sup>3</sup>
40	Druck Spaltgas	400 mm WS.	1	Druckschreiber	0 - 2000 mm WS.
41	Menge Spaltgas	2000 Nm <sup>3</sup> /h NW 400	1 1 1 1	Normblende n. Absp. HD Ringwaage Umgang Diff. Manometer u. Absch.	0 - 3000 Nm <sup>3</sup> /h

23377

POOR  
COPY

72