

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Abt. HL - Eg/Em.

41/2/4

3448 - 345 01 - 101

8. Februar 1941.

Geheimt

Herrn Professor Martin
Dr. Hagemann
Direktor Alberto
Dipl.-Ing. von Asboth
Dr. Rettig
Dipl.-Ing. Stuhlfarrer

001067

Zweiter Bericht

Über Aromatisierungsversuche in der LT-Versuchsanlage.

In Fortsetzung des Berichtes vom 30. April 1940 über die ersten Versuchsergebnisse in der LT-Versuchsanlage soll in folgenden über die nach Einbau des 2 m hohen Reaktors durchgeführten Aromatisierungsversuche berichtet werden.

Dieser neue Reaktor hat einen lichten Durchmesser von 1 m und gestattet es, mit Kontakthöhen von ca. 2 m zu arbeiten. Seine Konstruktion ist ähnlich der des früheren Reaktors, nähere Einzelheiten sind aus Abb. 1 zu erkennen. Zur Inbetriebnahme wurde zunächst der aus dem alten Reaktor ausgebaute Kontakt eingefüllt. Nach einigen Probeversuchen, über die in einer kurzen Notiz vom 25. Juni 1940 berichtet worden ist, wurde der Reaktor dann mit frischem Kontakt gefüllt. Auf die untere Sichelalloyplatte und das darauf liegende Sieb aus Sichelalloydraht mit 2 mm Maschenweite wurde zunächst eine etwa 20 mm hohe Schicht von 10 mm Beschüßlingen und erst dann, wie schon früher berichtet, in Lagen von je 6 bzw. 12 mm Höhe abwechselnd Kon-

- 2 -

takt und Steinmaterial aufgeschichtet. Insgesamt wurden 560 l Cr_2O_3 - Al_2O_3 -Kontakt von 1 - 3 mm Körnung (Mischung aus den Kontaktchargen "G₄" bis "G₇") und 1 080 l Steinmaterial verbraucht. Als Steinmaterial dienten bei 700°C kalsinierte Schotterstückchen von 4 - 6 mm Korngröße. Das Kontakt-Stein-Volumenverhältnis war also 35:65. Die Höhe der Kontakt-Stein-Mischung betrug 2,10 m.

Die mit G₇-Fraktion durchgeführten Versuche sind in Tab.1 zusammengefaßt. Im Vergleich zu früheren, in der LT-Anlage erhaltenen Versuchsergebnissen fällt die verhältnismäßig tiefe Reaktionsmitteltemperatur von ca. 470° auf. Bei den damaligen Versuchen waren zur Erreichung eines Aromatengehaltes von ca. 40 Vol.-% infolge der durch dauernde Wasserdampfeinwirkungen geschädigten Kontaktaktivität bei 20 Vol.-% Einsatz Mitteltemperaturen von ca. 510° erforderlich. Der jetzt eingefüllte neue Kontakt ergibt dieselbe Umsetzung unter sonst gleichen Bedingungen schon bei Mitteltemperaturen von ca. 470°. Bei solchen Mitteltemperaturen aber liegen selbst bei einem Temperaturgefälle von 50° - 60°, wie es sich jetzt bei dem 2 m hohen Reaktor einstellt, auch die unteren Temperaturen noch so niedrig, daß ein Angriff auf das Synchronmaterial, der, aus Laboruntersuchungen zu schließen, bei Temperaturen über 520° doch schon recht unangenehm werden könnte, nicht zu befürchten ist. Da auch sonst, beim auf den etwa verdoppelten Strömungswiderstand der Kontaktfüllung (vgl. Bericht vom 2.7.1940), keine Nachteile der 2 m - Füllung gegenüber der früheren 1 m - Füllung

zu beobachten sind, kann die Füllhöhe von 2 m als Grundlage für die Konstruktion der für die Großanlage vorgesehenen Reaktoren dienen.

Die Ausbeutezahlen sind im einzelnen aus der Tabelle zu ersehen. Gegenüber den früheren LT-Ergebnissen bedeuten diese Werte eine wesentliche Verbesserung, was durch die Verwendung des frischen, nicht durch Wasserdampfeinwirkungen geschädigten Kontaktes erklärt werden kann. Die aus den Versuchen L₃₇ und L_{38/1} berechneten Zahlen für die Gesamtaufarbeitung der eingesetzten C₇-Fraktion sind in der folgenden Zusammenstellung mit den im Bericht vom 30.4.1940 aufgeführten Zahlen der früheren Versuche verglichen:

| | <u>frühere Werte</u> | <u>jetzige Werte</u> |
|--|----------------------|----------------------|
| C ₁ -C ₄ -Kohlenwasserstoffe | 11,3 Gew.-% | 8,5 Gew.-% |
| 90° siedende Benzin-KW. | 7,5 " | 4,0 " |
| CH | 5,7 " | 4,8 " |
| H ₂ | 5,7 " | 6,1 " |
| Toluol | 69,8 " | 76,6 " |
| Kreislaufverhältnis | 1:1,89 | 1:1,84 |

Die Toluolansbeute konnte also von ca. 70 Gew.-% auf ca. 75 Gew.-% erhöht werden. Das entspricht einer Ausbeute von etwa 83 % der Theorie.

Die Tabelle 1 enthält auch Versuche, bei denen zur Reduktion des Kontaktes nicht, wie in den meisten Fällen, trockenes H₂H₂-Gemisch aus der Leitung vom Kompressorenhaus,

sonderz in einer Glykolwäsche getrocknet, im Kreislauf geführter Reaktionswasserstoff verwendet wurde. Abb.2 gibt eine schematische Darstellung dieser Glykolwäsche. Der zu trocknende Wasserstoff wird darnach zunächst in einer aus 5 Glockenböden von 625 mm ϕ bestehenden Waschkolonne im Gegenstrom mit Glykol gewaschen und passiert dann zur Entfernung seines Glykolgehaltes einen Aktivkohleturm. Im Sumpf der Waschkolonne ist eine Wasserkühlschlange zur Abführung der dort frei werdenden Absorptionswärme eingebaut. Das mit Wasser angereicherte Glykol wird über eine mit Dampf betriebene Erhitzerschlange in den Abtreiber geleitet, der unter einem Absolutdruck von ca. 200 mm Hg arbeitet. Der Abtreiber besitzt in seinem unteren, breiteren Teil eine Dampfchlang, die aufgesetzte Kolonne hat Raschigringfüllung. Die Temperaturen betragen im Sumpf ca. 150°, am Kopf der Kolonne ca. 80°. Der von einer Vakuumpumpe abgesaugte Wasserdampf wird in einem Kühler zwecks Wiedergewinnung der mitgerissenen Glykolanteile niedergeschlagen. Vom Boden des Abtreibers gelangt das getrocknete Glykol über einen Kühler in eine Wechselverlage, von der es nach Druckausgleich mit einer Pumpe in einen Sammelbehälter gepumpt wird, aus dem es mit einer anderen Pumpe wieder auf die Waschkolonne gedrückt wird. Die Beaufschlagung der Waschkolonne mit Glykol wurde so gewählt, daß der Wassergehalt des Glykols am Boden des Wäschers während des Wasserstoffdurchganges 3 - 5 % betrug. Da die Wäsche jedoch kontinuierlich gefahren wurde, die etwa alle Stunden erfolgende Wasserstoffperiode aber nur 10 Minuten dauerte, war der Wassergehalt des ablaufenden Glykols im Durchschnitt wesentlich geringer. Um jede

Möglichkeit der Zuführung von Feuchtigkeit zu vermeiden, war die Glykolwäsche bei den in Tab. 1 aufgeführten Versuchen im Gegensatz zu früheren Versuchen (vgl. Notiz vom 25.6.1940) zwischen Wasserstoffgebläse und Luftüberhitzer eingeschaltet. Der Wassergehalt des getrockneten Gases betrug 0,1 - 0,3 g/m³. Er war also sogar noch etwas geringer als bei den Versuchen mit trockenem H₂H₂-Gemisch aus der Druckleitung, da durch den O₂-Gehalt des H₂H₂-Gemisches von ca. 0,03 Vol.-% bei der Verbrennung im Reaktor ein Wassergehalt von ca. 0,5 g/m³ entsteht. Die bei Verwendung des getrockneten Reaktionswasserstoffs erzielten Versuchsergebnisse unterscheiden sich daher auch in keiner Weise von den übrigen Versuchen, d.h., die Glykolwäsche hat sich für diesen Zweck als brauchbar erwiesen.

Neben der Aromatisierung der C₇-Fraktion und der Herstellung von Toluol war für die LT-Versuchsanlage noch eine weitere Aufgabe gestellt worden, nämlich die Aromatisierung der Fraktion 90° - 200° der Fischersynthese. Diese Fraktion sollte zur Herstellung von Autobenzin durch Aromatisierung auf eine Oktanzahl von ca. 65 gebracht werden. Die mittlere Zusammensetzung der Fraktion 90° - 200° von der Niederdruck- bzw. Mitteldrucksynthese ist in der folgenden Tabelle mit der Zusammensetzung des Einsatzproduktes unserer Versuche, das durch entsprechende Mischung aus den verschiedenen, bei der Kumbenzin anfallenden Produkten hergestellt wurde, verglichen:

| | Niederdruck Vol.% | Mitteldruck Vol.% | Einsatzprodukt LT-Anlage Vol.% |
|-----------------|----------------------|----------------------|--------------------------------------|
| C ₇ | - | - | 1 |
| C ₇ | 27 | 27 | 29 |
| C ₈ | 24 | 22 | 21 |
| C ₉ | 19 | 18 | 18 |
| C ₁₀ | 16 | 17 | 17 |
| C ₁₁ | 14 | 16 | 14 |

Die Siedekennziffer unseres Einsatzproduktes betrug 136, die Research-Oktananzahl 14. Zur Erreichung einer Research-Oktananzahl von ca. 65 muß nach den Erfahrungen der früheren Laborversuche unter Einsetzung eines Blendwertes von 120 für die Aromaten rechnerisch das bei der Aromatisierung anfallende Flüssigprodukt einen Aromatengehalt von ca. 45 Vol.% besitzen. Die tatsächlich bei den LT-Versuchen erhaltenen Oktananzahlen liegen etwas höher als sich nach der Rechnung ergibt, was durch die mit der Aromatisierung gleichzeitig verlaufende Spaltung mit Bildung geringer Anteile leichter siedender Benzine begründet ist.

Die Versuchsergebnisse bringt Tab.2. Beim Vergleich mit den Werten der Tab.1 fällt die etwas leichtere Aromatisierbarkeit der Fraktion 90 - 200° auf. Der geforderte Aromatengehalt von 45 Vol.% wird praktisch bei der gleichen Temperatur erhalten, bei der sich mit der C₇-Fraktion ein Aromatengehalt von nur 40 Vol.% einstellt. Die Ausbeuten sind entsprechend dem höheren Aromatengehalt um ca. 2 % schlechter, und zwar steigt die Crackgas- und die Kohlenstoffbildung je

um ca. 1 % an. Zusammenfassend kann man sagen, daß es gelingt, die Fraktion 90° - 200° mit einer Research-Oktanzahl von ca. 14 und einer Dichte von 0,716 in einmaligen Durchgang durch die Aromatisierung mit einer Flüssigensbarte von 87 - 88 Gew.-% in ein Produkt zu verwandeln, das eine Dichte von ca. 0,785 und eine Research-Oktanzahl von ca. 67 besitzt.

Die Erhöhung der Kohlenstoffbildung bei der Aromatisierung der Fraktion 90° - 200° bedingte gegenüber den Versuchen mit C₇-Einsatz eine Verlängerung der Luftblasezeit. Es waren Luftblasezeiten von ca. 30 Minuten erforderlich, so daß die Gesamtregenerierzeit, also einschließlich der H₂- und Rauchgas-spülungen und der H₂-Reduktion, länger als 30 Minuten betrug. Bei einer Reaktionszeit von 30 Minuten wäre damit in einer geplanten Grossanlage ein kontinuierlicher Betrieb mit 2 Gruppen von Reaktoren, die abwechselnd auf Reaktion und Regenerierung laufen, unmöglich. Im folgenden soll aber gezeigt werden, daß die längeren Regenerierzeiten in der LG-Versuchsanlage durch andere Faktoren bedingt waren, und daß sowohl beim Einsatz von C₇-Fraktion als auch von Schwerbenzin ein Verhältnis von Reaktion : Regenerierung von 1:1 durchaus möglich ist.

Zunächst die Verhältnisse bei der Aromatisierung von C₇-Fraktion. Der Reaktor enthält 580 l Kontakt und 1 080 l Steinmaterial. Die Wärmefähigkeit der Füllung beträgt, wenn man als spez. Wärme beider Materialien 0,25 und als Schüttgewichte 0,65 bzw. 1,3 einsetzt, 94 + 352, zusammen also 446 WE pro 1°C. Bei 20 Vol.-% Einsatz werden stündlich 58 l = 40 kg

C₇-Fraktion eingesetzt. Unter Zugrundelegung der Ausbeutesahlen der Versuche L₃₇ und L₃₈ erhält man dann folgende für die Zeit von 30 Minuten geltende Zahlen:

$$2,6 \text{ Gew.}\% \text{ CH} = 1,04 \text{ kg CH};$$

$$89,5 \text{ Gew.}\% \text{ Flüssigprodukt} = 35,8 \text{ kg mit } 40 \text{ Vol.}\% = 46 \text{ Gew.}\%$$

Toluol ergibt 16,4 kg Toluol, die aus 17,8 kg C₇-Fraktion entstanden sein müssen;

$$4,5 \text{ Gew.}\% \text{ Crackgas} = 1,8 \text{ kg Crackgas.}$$

Setzt man als Aromatisierungswärme 500, als Crackwärme 300, als Bildungswärme für CH 700 ein, so wird die Gesamtreaktions-

$$\text{wärme: } 17,8 \cdot 500 = 8 \text{ 900 WE}$$

$$1,8 \cdot 300 = 540 \text{ WE}$$

$$1,0 \cdot 700 = \underline{700 \text{ WE}}$$

$$10 \text{ 140 WE}$$

Die bei der CH-Verbrennung erzeugte Wärme beträgt aber:

$$1,04 \cdot 9 \text{ 600} = 10 \text{ 000 WE, so das praktisch ein Wärmeausgleich}$$

zwischen Reaktion und Luftregenerierung besteht. Hinzu kommt allerdings die bei der H₂-Behandlung des Kontaktes freiwerdende Wärmemenge. In der LT-Versuchsanlage wurde die bei dieser Reduktion insgesamt erzeugte Wassermenge durchschnittlich mit etwa 0,9 kg pro Regenerierung bestimmt. Daraus errechnet sich die durch Verbrennung des Wasserstoffs freiwerdende Wärme zu 2 820 WE pro Regenerierung. Ein kleiner Betrag von 115 WE ist hiervon für die Reduktion des CrO₃ zu Cr₂O₃ abzuziehen, so das die abzuführende Wärmemenge 2 820 - 115 = 2 705 WE pro Regenerierung beträgt.

Aus der oben berechneten Wärmeeaufnahmefähigkeit der

Reaktorfüllung und den erzeugten bzw. verbrauchten Wärmemengen kann das Temperaturbild des Reaktors errechnet und mit den tatsächlich beobachteten Werten verglichen werden:

| | <u>berechnet</u> | <u>beobachtet</u> |
|---|------------------|-------------------|
| Temperaturabfall bei der Reaktion | 23° | 15 - 20° |
| Temperaturanstieg bei d. CH-Verbrennung | 22,5° | 15 - 20° |
| Temperaturanstieg bei d. H ₂ -Behandlung | 6° | 5 - 10° |

Reaktion und CH-Verbrennung gleichen sich also aus. Die Luftbehandlung dient nur zur Verbrennung der CH-Abscheidungen und nicht zur Wärmeregulierung. Da die Verbrennung, wie aus den CO₂-Werten erkenntlich ist, in ca. 5 Minuten beendet ist, wären nur sehr kurze Luftblaseseiten erforderlich, während der sich die unteren Partien der Reaktorfüllung etwas abkühlen würden, da sich die Luft, die mit der Temperatur des obersten Reaktorabschnittes von ca. 450° eintritt, entsprechend dem Temperaturanstieg der Reaktorfüllung um ca. 50° erwärmen würde. Für die Abführung der bei der H₂-Behandlung freiwerdenden Wärme dagegen müssen entsprechende H₂-Mengen zur Verfügung stehen. 1 m³ H₂ kann bei einem t von 50° ca. 16 WE abführen. Für 2 705 WE sind also 169 m³ H₂ erforderlich. Bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 60 cm/sec. (d.i. ca. 620 m³/h H₂ beim LT-Reaktor) ergeben sich daher Blaseseiten von ca. 16 Minuten, die noch etwas abgekürzt werden können, da die Luftbehandlung der Reaktorfüllung schon zu viel Wärme entzogen hat. Bei einer geplanten Großanlage wird man die Wasserstoffzeit wohl auf 10 Minuten begrenzen und dafür die Luftblaseseit von 5 Minuten auf 10 - 15 Minuten erhöhen. Jedenfalls ist, auch unter

Berücksichtigung der H₂- und Rauchgasfüllungen, die Gesamtregenerierzeit von 30 Minuten durchaus ausreichend.

In der LT-Versuchsanlage stand für die H₂-Blasung nur eine Geschwindigkeit von etwa 20 cm/sec. zur Verfügung. Da 10 Minuten lang mit Wasserstoff behandelt wurde, konnten von den 2 705 WE nur 530 WE abgeführt werden, so daß die Luft, die mit 48 cm/sec. Strömungsgeschwindigkeit durchgegeben wurde, theoretisch etwa 17 Minuten lang geblasen werden mußte. Die tatsächliche Luftblaszeit betrug 15 - 20 Minuten.

Bei der Aromatisierung der Fraktion 90° - 200° war die Reaktorfüllung die gleiche. Die Wärmeaufnahmefähigkeit des Reaktors betrug also wieder 446 WE pro 1°C; bei 20 Vol.-% Einsatz werden halbstündlich 58 l = 41 kg Benzol eingesetzt. Halbstündlich werden erzeugt:

3,5 Gew.-% CH = 1,43 kg CH;
57 Gew.-% Flüssigprodukt = 35,7 kg mit 46 Vol.-% = 51 Gew.-%
Aromaten ergibt 18,1 kg Aromaten, die aus 19,3 kg Benzolfraktion entstanden sein müssen;

6,0 Gew.-% Crackgas = 2,5 kg Crackgas. Das ergibt

$$19,3 \cdot 500 = 9\ 650\ \text{WE}$$

$$2,5 \cdot 300 = 750\ \text{WE}$$

$$\underline{1,4 \cdot 700 = 980\ \text{WE}}$$

11 380 WE Gesamtreaktionswärme.

Die bei der CH-Verbrennung erzeugte Wärme beträgt:

$$1,43 \cdot 9\ 600 = 13\ 700\ \text{WE}, \text{ so daß eine Wärmeüberschuß von}$$

$$2\ 320\ \text{WE abzuführen ist. Hinzu kommt noch der Betrag von}$$

$$2\ 705\ \text{WE von der H}_2\text{-Behandlung.}$$

Daraus ergibt sich das Temperaturbild des Reaktors:

| | <u>berechnet</u> | <u>beobachtet</u> |
|--|------------------|-------------------|
| Temperaturabfall bei der Reaktion | 25,5° | 20 - 25° |
| Temperaturanstieg bei der CH-Verbrennung | 31° | 30° |
| Temperaturanstieg bei der H ₂ -Behandlung | 6° | 5 - 10° |

Die Temperaturen im Reaktor lagen wie folgt:

| <u>Beginn der Reaktion</u> | <u>Ende der Reaktion</u> | <u>Anfg. d. Luftbehandlung</u> |
|----------------------------|--------------------------|--------------------------------|
| oben 450° | 425° | 455° |
| unten 500° | 475° | 505° |

Die Luft Eintrittstemperatur ist 450°, in zeitlichen Mittel der Luftbehandlung erwärmt die Luft sich von 450° auf 502°, also um ca. 50°. Auch die Erwärmung des Wasserstoffs beträgt ca. 50°. 1 m³ Luft bzw. 1 m³ Wasserstoff kann daher ca. 16 WE abführen. Man benötigt also zur Abführung der 2 320 WE Kohlenstoffverbrennungswärme 145 m³ Luft und zur Abführung der 2 795 WE Reduktionswärme 169 m³ Wasserstoff. Um mit der für die Gesamtregenerierung zur Verfügung stehenden Zeit von 30 Minuten auszukommen, sind Strömungsgeschwindigkeiten von ca. 70 cm/sec. (= 720 m³/h beim LF-Reaktor) erforderlich. Dann errechnet sich die Luftzeit zu ca. 12 Minuten und die Wasserstoffzeit zu ca. 14 Minuten. Da für die Wasserstoff- und Rauchgaspflungen insgesamt etwa 4 Minuten Zeit notwendig sind, so ergibt sich auch hier ein Ausgleich zwischen Regenerier- und Reaktionszeit etwa im Sinne des folgenden Schemas:

30 Min. Reaktion

- 2 " Wasserstoffpflung
- 1 " Rauchgaspflung
- 12 " Luftbehandlung
- 1 " Rauchgaspflung
- 14 " Wasserstoffbehandlung

In der LT-Versuchsanlage konnten infolge der Begrenzung der Wasserstoff- und Luftmengen diese Zeiten nicht eingehalten werden. Es ergaben sich bei Begrenzung der Wasserstoffgeschwindigkeit auf 20 cm/sec. bzw. der Luftgeschwindigkeit auf 48 cm/sec. Blasezeiten von 10 Minuten bzw. 30 - 35 Minuten, die mit den berechneten, theoretisch erforderlichen Blasezeiten übereinstimmen.

Leider zeigten sich nun aber nach insgesamt etwa 300 Reaktionsperioden des neuen Kontaktes im Verlaufe von 2 Versuchen eigentlich überraschenderweise schnell zunehmende Störungen des normalen Wärme- bzw. Temperaturngleiches, wie er oben dargelegt wurde. Und zwar traten auch jetzt wieder, ähnlich wie dies schon bei den früheren Versuchen im 1 m hohen Reaktor nach einer gewissen Betriebszeit beobachtet worden war (vgl. Bericht vom 30. April 1940), starke Temperaturschläge der beiden unteren Meßstellen 5 und 6, vor allem der untersten Meßstelle 6, bei der Luftbehandlung auf. Zur Herbeiführung des Temperaturngleiches wurden daher sehr lange Luftblasezeiten erforderlich, andernfalls ergab sich im Verlaufe von wenigen Reaktionen ein "Aufschaukeln" dieser Meßstellen bis auf 1000°

und höher. Sehr bald waren auch die Thermostiften aus Sichromal 8 wieder so weit gezündert, daß sie undicht wurden und Kohlenstoffabscheidungen im Innern der Rohre eintraten. Wir nahmen zunächst an, daß das Hochschaukeln der Temperaturen eine rein lokale Reaktion in der Höhe der beiden unteren Meßstellen sei, die durch Aktivwerden des Sichromals bei Temperaturen über 500° entstanden sei. Doch konnten damit nicht die anderen gleichzeitig mit den hohen Ausschlägen der unteren Meßstellen eingetretenen Verschlechterungen, die Abnahme der Aromatenbildung und die trotzdem angestiegenen CB-Bildungen erklärt werden. Die zur Klarlegung dieser Probleme geplanten Versuche mußten jedoch zunächst unterbrochen werden, da durch Verbiegung und teilweise Versauerung des Sichromalbleches und des Lochbleches ein Teil des Kontaktes bei der Luftbehandlung aus dem Reaktor, teilweise bis in den Luftwärmeaustauscher herausgetragen wurde.

Da beim Sammeln dieser Kontaktanteile und beim Ausbau des restlichen Kontaktes aus dem Reaktor ziemliche Verluste eingetreten waren und zur Zeit kein neuer Kontakt zur Ergänzung bereit stand, wurde auf ein Ausziehen des Kontaktes zur Befreiung von den nicht unerheblichen Staubteilen verzichtet und die Kontakt-Steinmischung ohne weitere Behandlung in den reparierten Reaktor wieder eingefüllt. Die Kontakthöhe betrug jetzt nur noch 1,90 m. Der erste Versuch nach der Wiedereinbetriebnahme ergab ein unklares Bild, weil irrtümlich mit Akohlobensin als Einsatzprodukt gefahren worden war. Der zweite Versuch aber hatte praktisch dasselbe Ergebnis wie der letzte Versuch vor der Stillsetzung: beim Einsatz der Fraktion

90 - 200° war bei 475° die Aromatenbildung statt 45 Vol.-% nur 35 Vol.-%, die Kohlenstoffbildung aber statt 3,5 Gew.-% (bei 45 Vol.-% Aromaten) über 5 Gew.-%! Auch die erhöhten Ausschläge der unteren Temperaturmeßstellen wurden wieder beobachtet, obwohl die Temperaturmeßstellen nicht in Sichromal- sondern in Pythagoraschutzrohren eingeführt waren. Die Temperaturerhöhungen waren zwar jetzt etwas geringer, weil die zusätzliche Aktivierung infolge der Verzunderung des Sichromals wegblieb, doch ergab sich qualitativ dasselbe Bild.

Da somit die Thermoröhre als Ursache der merkwürdigen Erscheinungen ausgeschlossen waren, machten wir zunächst das zur Aromatisierung eingesetzte Ausgangsmaterial verantwortlich. Die Verschlechterung war damals nach den Versuchen mit der Fraktion 90 - 200° aufgetreten. Diese Fraktion konnte vielleicht störende Bestandteile enthalten. Aber auch diese Erklärungsmöglichkeit mußte fallengelassen werden, nachdem sich herausgestellt hatte, daß dieselben schlechten Ergebnisse auch mit reiner, scharfgeschnittener C₇- bzw. C₈-Fraktion erhalten wurden. Ja, die Ergebnisse wurden im Laufe der nächsten Versuche noch schlechter, der Aromatengehalt fiel auf 19 Vol.-%, der CH-Wert war mit 2,7 Gew.-% für diesen geringen Aromatengehalt zu hoch.

Es blieb dann noch die Möglichkeit einer rapid abfallenden Kontaktaktivität, wodurch aber nicht die erhöhten Temperaturexausschläge der unteren Meßstellen erklärt werden konnten. Zwei Beobachtungen wiesen in eine andere Richtung. Zunächst konnte festgestellt werden, daß beim Verschieben der Meßstellen 5 und 6 von der Mitte des Reaktors zur Wand des

Reaktors hin eine zunehmende Verringerung der Regenerierausschläge eintrat, ja das in der Randzone sogar nur sehr kleine Temperaturschläge bei der Regenerierung entstanden. Ferner wurde, nachdem daraufhin an jeder der 6 Meßstellen die Thermoelemente zu den verschiedensten Zeiten auf dem Durchmesser des Reaktors verschoben wurden, beobachtet, das bei Veränderung der Temperatur der eintretenden Luft z.B. immer zunächst die in der Randzone des Reaktors liegenden Kontaktanteile beeinflusst wurden. Abb.3 zeigt dies in graphischer Darstellung. Interessant an den in dieser Abbildung dargestellten Messungen ist außerdem die Tatsache, das die 10 - 15 cm breiten Randzonen, auch bei völligen Temperatursgleich, infolge der Abstrahlungsverluste 10 - 20° tiefere Temperaturen als die übrigen Kontaktanteile besitzen. Das darf beim Reaktor der LF-Versuchsanlage im Gegensatz zu breiteren Reaktoren, wie sie für Großanlagen geplant sind, nicht vernachlässigt werden, weil diese Randzonen hier immerhin ca. 40 % des Querschnittes ausmachen.

Die beiden oben geschilderten Beobachtungen legten es nahe, als Erklärung für die aufgetretenen Schwierigkeiten eine schlechte Gasverteilung im Reaktor anzunehmen, derart, das vielleicht die Randzonen wesentlich stärker und die inneren Partien geringer als normal beaufschlagt würden. Das hätte dann einen zu hohen Aromatengehalt der inneren Teile mit übergroßer Regenerierwärme und einen zu geringen Aromatengehalt der Randpartien zur Folge gehabt. Da außerdem die Randpartien die größte Menge umsetzen würden, so ergäbe sich auf diese Weise, selbst bei nicht verminderter Aktivität des Kontaktes, ein zu geringer Aromatengehalt des Gesamtproduktes. Durch die Ergebnisse von

an verschiedenen Stellen des Reaktors gezogene Zwischenproben während der Reaktionsperiode konnte nun tatsächlich diese räumliche Verteilung der Aromatenbildung festgestellt werden! Es ergaben sich s.B. folgende Zahlen:

| | | <u>Reaktormitte</u> | | <u>Reaktorwand</u> | | <u>Temp.</u> |
|-------------|-------------------|---------------------|--------------|--------------------|--|--------------|
| Meßstelle 2 | 11 Vol.-% Aromat. | 1 | Vol.-% Arom. | 460° | | |
| " 4 | 40 " " | 5 | " " | 485° | | |
| " 6 | 85 " " | 15 | " " | 510° | | |

Der Aromatengehalt des Gesamtproduktes betrug 32 Vol.-%.

In Abb.4 ist dies Ergebnis graphisch dargestellt. Liest man aus den dort abgebildeten 2 Kurven die Aromatenbildung pro Abschnitt ab, so ergibt sich folgendes Bild:

| | <u>Reaktormitte</u> | | <u>Reaktorwand</u> | |
|-------------|--|---|--|---|
| | <u>Aromat. Gehalt</u> <u>1.Vol.-%</u> | <u>Zunahme des</u> <u>Arom.Gehalt.</u> <u>in Vol.-%</u> | <u>Aromat. Gehalt</u> <u>1.Vol.-%</u> | <u>Zunahme des</u> <u>Arom.Gehalt.</u> <u>in Vol.-%</u> |
| Meßstelle 1 | 3 | 3 | 0 | 0 |
| " 2 | 11 | 8 | 1 | 1 |
| " 3 | 22 | 11 | 3 | 2 |
| " 4 | 40 | 18 | 6 | 3 |
| " 5 | 62 | 22 | 10 | 4 |
| " 6 | 85 | 23 | 15 | 5 |

Man sieht, daß die Beanspruchung der einzelnen Kontaktpartien, abgesehen von den Unterschieden in seitlicher Richtung, ungleichmäßig war. Die unteren Partien arbeiten stärker als die oberen. Jede Abweichung von der normalen Umsetzung muß sich also in den unteren Kontaktteilen stark auswirken. Besonders groß ist die Aromatenbildung in den mittleren Teilen der unter-

sten Kontaktschicht. Es sind dies aber die Stellen, an denen die Thermomeßstellen 5 und 6 schrieben und an denen die abnorm großen Temperaturschläge bei der Regenerierung beobachtet wurden. Nach Feststellung der obigen Werte und unter Berücksichtigung, daß der Absolutwert des Aromatengehaltes der Produkte in der Gegend der Meßstelle 6 z.B. 65 Vol.% beträgt, ist die große Kohlenstoffbildung an dieser Stelle ohne weiteres erklärlich. Auf die noch ungeklärte Tatsache, daß der Temperaturabfall dieser beiden Meßstellen bei der Reaktion trotz der großen Umwandlung nicht größer erscheint als der der übrigen Meßstellen, soll später eingegangen werden.

Das Ergebnis der am Reaktor gezogenen Reaktionszwischenproben: stärkere Aromatenbildung im Innern des Kontaktes als in den Randzonen, kann nicht allein durch den oben beschriebenen, durch Abstrahlung nach außen hervorgerufenen Temperaturabfall der Randzonen erklärt werden. Ein Temperaturabfall von 10 - 20° wird nicht solche Unterschiede in der Aromatenbildung hervorrufen. Außerdem hätte dann, vorausgesetzt, daß die Beaufschlagung des Kontaktes völlig gleichmäßig erfolgte, das aus dem Reaktor kommende Gesamtprodukt im obigen Beispiel zumindest einen Aromatengehalt von weit über 50 Vol.% statt eines solchen von nur 32 Vol.% haben sollen. Die entscheidende Ursache mußte also eine schlechte Gasverteilung, d.h., eine ungleichmäßige Beaufschlagung des Kontaktes sein.

Zur Prüfung dieser Anschauung wurde eine Methode entwickelt, mit der es in sehr einfacher Weise möglich ist, Gasverteilungsmessungen unter den verschiedensten Voraus-

setzungen durchzuführen. Im vorliegenden Falle wurden diese Messungen am erkalteten Reaktor für verschiedene Strömungsgeschwindigkeiten ausgeführt. Das Prinzip der Messung besteht darin, daß einem Trägergas, das mit der gewünschten Strömungsgeschwindigkeit durch den Reaktor durchgeleitet wird, von einem bestimmten Zeitpunkt ab kontinuierlich genau dosierte Mengen von CO_2 zugegeben werden und durch Probenentnahme aus möglichst vielen Punkten der Reaktorfüllung mittels eingeführter dünner Proberöhren in gemessenen Zeitabständen der CO_2 -gehalt des Trägergases an diesen Stellen festgestellt wird. Die praktische Ausführung beim LT-Reaktor geschah wie folgt: Als Trägergas verwendeten wir bei einer Strömungsgeschwindigkeit von ca. 3,5 cm/sec. (berechnet auf den leeren Reaktor), die den Verhältnissen bei der Reaktion entsprechen sollte, N_2H_2 -gemisch, bei einer Strömungsgeschwindigkeit von ca. 20 cm/sec. Luft. Eine größere Gasmenge als 20 cm/sec. stand nicht zur Verfügung. In der Höhe jeder der 5 KeBstellen konnten Probestützen so verschoben werden, daß direkt von der Wand des Reaktors und 5, 11, 15, 19, 27 und 30 cm von der Wand entfernt Proben genommen werden konnten. Dies entsprach bei dem Durchmesser des Reaktors von 1 m Stellen, die, von der Mittellinie des Reaktors aus gerechnet, flächenmäßig gesehen in 0 %, 20 %, 40 %, 50 %, 60 %, 80 % und 100 % des Querschnittes lagen. Die Zuzuführung des Kohlendioxids betrug meist ca. 5 Vol.-%. Von der Zeit der CO_2 -Zugabe an wurden in bestimmten Zeitabständen, z.B. in der Zeit von 5 - 15 sec. in jeder Sekunde, Gasproben aus den verschiedenen Probestellen gezogen. Abb. 5 zeigt so gewonnene

Meßresultate. Trägt man nun die Zeiten, die zur Erreichung eines bestimmten CO_2 -Gehaltes an den verschiedenen Punkten erforderlich sind, in Abhängigkeit von der Kontakthöhe für die verschieden weit von der Reaktorwand entfernt liegenden Probestellen auf, so erhält man die Schaar von Geraden der Abb.6. Die Schnittpunkte der Geraden mit der Ordinate treffen sich in einem Punkt. Das besagt, daß eine gewisse Zeit, im Beispiel der Abb.6 z.B. eine solche von 22 sec., notwendig ist, bis sich in den Zuleitungen zum Reaktor und in dem verhältnismäßig großen freien Raum, der sich im Reaktor über dem Kontakt befindet (vgl. Abb.1), infolge der Durchmischung der neu eintretenden Kohlendioxid mit dem Trägergas ein bestimmter CO_2 -Gehalt, im Beispiel der Abb.6 z.B. 2 Vol.%, eingestellt hat. Es wurde durch Messungen festgestellt, daß es keine Rolle spielt aus welchem Teil dieses Raumes die Probenentnahme erfolgt. Es konnte ferner festgestellt werden, daß der Schnittpunkt der Geraden mit der Ordinate genau diesem durch Messung ermittelten Wert entspricht.

Werden in Abb.6 die Zeiten, die bei den einzelnen Probestellen zur Erreichung eines anderen CO_2 -Gehaltes als 2 Vol.%, z.B. 3 Vol.% oder 5 Vol.%, notwendig sind, aufgetragen, so ergeben sich neue Scharen von Geraden, die aber gegen die in Abb.6 dargestellte Geradenschar nur parallel verschoben sind. Es ergibt sich daraus die Tatsache, daß zur Aufnahme von Gasverteilungsbildern die Messungen nur für einen einzigen CO_2 -Messungswert durchgeführt zu werden brauchen.

Überraschend war das Ergebnis, daß die Meßpunkte für alle Entfernungen von der Reaktorwand innerhalb der Meßgenauigkeit auf geraden Linien liegen. Das bedeutet, daß die Unterschiede in der Strömungsgeschwindigkeit, die zwischen den Punkten bestehen, die verschieden weit von der Reaktorwand entfernt sind, auf der ganzen Kontakthöhe die gleichen bleiben. Die Schnittpunkte der Geraden der Abb.6 mit der auf dem Endpunkt der Kontaktfüllung errichteten Senkrechte geben, vermindert um den Zeitschnitt auf der Ordinate, die Zeit an, die das Gas in den verschiedenen Querschnittslinien zum Durchtritt durch die 1,90 m hohe Kontaktfüllung benötigt. Daraus errechnen sich ohne weiteres die Strömungsgeschwindigkeiten in den verschiedenen Punkten des Querschnittes. In Abb.7 sind für die beiden angewendeten Gesamtströmungsgeschwindigkeiten die für die verschiedenen Querschnittsabchnitte auf diese Weise ermittelten Strömungsgeschwindigkeiten aufgetragen. Das Ergebnis beweist die Richtigkeit der Hypothese von der ungleichmäßigen Gasverteilung. Bei 3,5 cm/sec. Gesamtströmungsgeschwindigkeit z.B. verhalten sich die Strömungsgeschwindigkeiten, die im Innern und an der Wand des Reaktors gemessen wurden, wie etwa 1:3, d.h., bei 20 Vol.-% Kontaktbelastung werden die in der Mittellinie des Reaktors befindlichen Kontaktpartien nur etwa mit 10 Vol.-% und die in der Wandzone liegenden Kontaktanteile mit 30 Vol.-% beansprucht.

Die Meßergebnisse über die Aromatenbildung im Reaktor, die in Abb.4 wiedergegeben wurden, werden jetzt verständlich. Nur durch eine so starke Ungleichmäßigkeit der Beanspruchung kann z.B. erklärt werden, warum bei Aromatengehalten an der

untersten Stelle des Kontaktes von 90 Vol.-% in der Mitte und von 20 Vol.-% an der Reaktorwand das gesamtanfallende Flüssigprodukt nur einen Aromatengehalt von 32 Vol.-% besitzt. Bei zunehmender Verblockierung der Gasverteilung kann so der Gesamtaromatengehalt dauernd weiter abfallen, ohne das die Kontaktaktivität auch nur etwas nachzulassen braucht. Besonders gefährlich sind derartige Unterschiede in der Kontaktaufschichtung gerade für Aromatisierungsversuche mit der verhältnismäßig kleinen Beaufschlagung von 20 Vol.-%, wie wir die aus wärmetechnischen Gründen für unsere Versuche wählen müssen. In einer Laborversuchsreihe, über die Dr. Rottig demnächst berichten wird, wurde nämlich festgestellt, das die Abhängigkeit der Aromatbildung von der Beaufschlagung besonders groß bei kleinen Beaufschlagungen (10 - 30 Vol.-% Einsatz), dagegen wesentlich geringer bei größeren Beaufschlagungen (50 - 100 Vol.-% Einsatz) ist. Die Unterschiede zwischen der Aromatbildung in der Mitte und am Rand des Reaktors, wie sie in der Abb.4 dargestellt sind, erscheinen allerdings selbst für eine Belastungsveränderung von 10 Vol.-% auf 30 Vol.-% noch verhältnismäßig hoch. Es ist daher anzunehmen, das bei den Versuchen in dem nur 1 m breiten RT-Reaktor der Temperaturabfall in der Wandzone als zusätzlicher Effekt nicht zu vernachlässigen ist. Die schlechte Gasverteilung ist aber nicht nur die Hauptursache für die verschiedene Aromatbildung in den verschiedenen Querschnittszonen und erklärt so, wie oben gezeigt wurde, den Abfall des Gesamtaromatengehaltes vom Flüssigprodukt, sondern wirkt sich ebenso störend auch bei der Regenerierung

aus. Es wurde festgestellt, daß die größte Aromatenbildung in der mittleren Zone in Höhe der Meßstellen 5 und 6 auftritt (vgl. Tabelle auf Seite 16). Dort entsteht also auch die größte Kohlenstoffverbrennungswärme und von dort muß ebenfalls der absolut größte Betrag an Übersäure regenerierendes Heranzutragen werden. Bei der Luft- bzw. Wasserstoffbehandlung aber werden diese Zonen nur mit der geringsten Gasmenge beaufschlagt. Die Folge davon ist das beobachtete Temperatur-Aufschaukeln dieser Zonen, wenn nicht unverhältnismäßig lang mit Gas gelassen wird.

In diesem Zusammenhang soll kurz noch eine Erscheinung erwähnt werden, die bisher noch nicht aufgeklärt werden konnte. Man müßte nämlich annehmen, daß der Temperaturabfall der in der Mittelzone angebrachten Meßstellen 5 und 6 bei der Reaktion infolge der oben geschilderten großen Aromatenbildung in diesen Zonen besonders ausgeprägt sei. Das Temperaturbild gibt dafür jedoch keinen Anhalt. Im Gegenteil hat man fast den Eindruck, daß bei manchen Reaktionen dort ein noch geringerer Abfall der Temperatur zu beobachten war als bei den übrigen Meßstellen.

Das durch Reaktionsgewichtsproben und Gasverteilungs-messungen gewonnene Bild über die Ursachen der nach einer Betriebszeit von etwa 100 Reaktionsstunden aufgetretenen Schwierigkeiten konnte nach Stillsetzung der Anlage beim Ausbau der Reaktorfüllung durch zwei Beobachtungen weiter erhärtet werden. Einmal ergab sich nämlich bei Laborprüfungen von

Kontakt aus den verschiedensten Ofensuchen, das die Aktivität des gesamten Kontaktes ebenso wie die Ausbeuteschichten praktisch die gleichen waren wie vor Einbau des Kontaktes in den Reaktor der LF-Anlage.

Ferner zeigte sich bei der Ausziehung von Proben, die beim vorsichtigen Ausbau der Kontakt-Steinmischung in den verschiedenen Kontaktstufen jeweils aus der Mittelszone und aus der Randzone entnommen worden waren, das über die gesamte Kontaktstufe verhältnismäßig gleichmäßig, die aus der Mittelszone stammenden Proben einen größeren Gehalt sowohl an Kontaktstaub (1 mm) als auch an feinkörnigen Kontakt (1-2mm) hatten. In Abb.8 ist dieses Ergebnis graphisch dargestellt. Somit war der Widerstand der Kontaktstufen in der Mittelszone erheblich größer, als der in den Randzonen und das Gasverteilungsbild, wie es durch die CO₂-Messungen erhalten worden war, bestätigt.

Die Werte der Abb.8 zeigen, das der Zerfall des Kontaktes in Staub einen recht hohen Betrag angenommen hatte. Nach früheren Beobachtungen (Bericht vom 30. April 1940) tritt diese Staubbildung in der Hauptsache beim Einfüllen des Kontaktes ein. Der übergroße Staubanteil bei dem vorliegenden Ausbau wird durch das infolge der Versunderung des Auflegesiebtes erfolgte Austragen des Kontaktes aus dem Reaktor und durch das durch die damaligen Umstände bedingte unachgemäßes Wiedereinfüllen der Kontakt-Steinmischung hervorgerufen worden sein.

Der hohe Staubgehalt der Kontakt-Brückmischung bei dieser Füllung ist wohl auch die Ursache für das schon

am zweiten Tag nach der Wiedereinbetriebnahme beobachtete
Wiedereinsetzen der Störungen gewesen, während sich nach vor-
sichtigen Füllen des Reaktors mit frischer Kontakt-Stein-
mischung die Störungen immer erst nach mehreren 100 Reaktions-
stunden einstellten. Man muß annehmen, daß in den zuletzt-
genannten Fällen die Gasverteilung zunächst gleichmäßig ist,
um sich dann später so wie in dem in diesem Bericht dargeleg-
ten Falle eigentlich überraschend schnell zu verschlechtern,
weil die Staubanteile aus den Randzonen auf irgendeine Weise
verschwinden, wahrscheinlich durch Herausblasen bei der Luft-
schwingungen, die durch die Kreiskolbengebläse erzeugt werden.
vielleicht in-
folge von Luft-
behandlung. ungeklärt bleibt allerdings die Frage nach der
ersten Ursache für das Herausblasen von Staub aus den Rand-
partien.

Die Art der Kontaktfüllung bei den Aromatisierungs-
versuchen ist leider besonders geeignet, derartige Störungen
herbeizuführen, weil neben dem weichen Korn des Cr_2O_3 - Al_2O_3 -
Kontaktes, das eine Korngröße von 1 - 3 mm hat, das sehr harte
und dazu noch wie im vorliegenden Fall eckförmige Korn
des Steinnaterials mit 4 - 6 mm Korngröße verwendet wird.
Es sei hier schon erwähnt, daß bei den zur Zeit in der LT-
Versuchsanlage laufenden Versuchen zur katalytischen Spaltung,
bei denen nur ein gleichmäßiges Korn des wesentlich härteren
Spalthkontaktes Verwendung findet, durch CO_2 -Messungen vor
Beginn der Versuche eine vollkommen gleichmäßige Gasverteilung
festgestellt werden konnte, und daß auch heute nach 4 Monaten
Betriebszeit keine Anzeichen für eine Störung dieses normalen
Verhaltens beobachtet werden können. Der Tag zur Beseitigung

derartiger Störungen auch bei den Aromatisierungsversuchen geht daher - wenn man von der technischen Lösung der Aufteilung des 2 m hohen Reaktors in mehrere, vielleicht nur 20 - 30 cm hohe Kontaktschichten mit jeweils dazwischen liegenden freien Räumen absieht - unsere Erwartung dahin, neben härteren Kontaktkörnern ein abgerundetes, an besten wohl ähnlich wie der Kontakt selbst hergestelltes Brockenmaterial zu verwenden, um so Staubbildungen zu vermeiden. Versuche zur Herstellung von härteren Kontakten scheinen nach den bisher vorliegenden Ergebnissen erfolgreich zu sein, so daß zu hoffen ist, daß auch diese letzte Schwierigkeit bei der Durchführung halbertechnischer Aromatisierungsversuche beim Einbau der nächsten Reaktorfüllung überwunden wird.

Paul Hoyer

001092

Tabelle 1

Einsetz C_7 - Fraktion $d_{20} = 0,690$.

| Kreuz- Nr. | Mittel- temperatur | Wol-% Einsetz | Left | | Durch- messer | Left- art | Durch- messer | Einsatzstoff | Reaktions- temp. t_{20} | Reaktions- geschw. W_{20} | Flüssigprodukt d_{20} | Wol-% Ansat. | Wol-% < 90 | Oxydationsgrad | | Gesamt-Ox. | |
|--------------------|-----------------------|------------------|------------------|--------------|------------------|--------------|----------------------|--------------|------------------------------|--------------------------------|----------------------------|-----------------|---------------|----------------|-----------------|------------|-----|
| | | | Durch- messer | Left- art | | | | | | | | | | Gesamt-Ox. | Wol-% Ansat. | | |
| L ₃₅ | 66° | 17 | 20-40 | 55 | 10 | 20 | H_2 aus Leftung | 1,4 | 5,2 | 93,4 | 0,752 | 36 | 6 | 88,8 | 4,5 | 3,4 | 3,3 |
| L ₃₆ | 66° | 17 | 30 | 55 | 10 | 20 | " | 1,0 | 5,6 | 93,4 | 0,752 | 42 | 5,5 | 88,3 | 4,3 | 3,7 | 3,7 |
| L ₃₇ | 67° | 20 | 20 | 55 | 10 | 20 | " | 1,4 | 6,1 | 92,5 | 0,757 | 40 | 2,0 | 89,7 | 4,5 | 3,3 | 2,5 |
| L _{38 I} | 67° | 19 | 30 | 55 | 10 | 20 | 6) Kol- schicht | 1,1 | 6,6 | 92,3 | 0,759 | 41 | 3,2 | 89,3 | 4,7 | 3,4 | 2,6 |
| L _{38 IV} | 67° | 20 | 30 | 55 | 15 | 20 | " | 1,3 | 5,1 | 93,6 | 0,751 | (36) | - | (90,1) | (3,7) | 3,5 | 2,7 |
| L ₃₉ | 66° | 19 | 30 | 55 | 15 | 20 | H_2 aus Leftung | 1,6 | 6,2 | 90,0 | 0,757 | (40) | - | (86,7) | (5,5) | 3,2 | 2,6 |
| L ₄₅ | 67° | 10 | 30 | 55 | 10 | 20 | " | 1,2 | 6,9 | 89,9 | 0,776 | 50 | 7,1 | 84,0 | 7,8 | 4,0 | 4,1 |

Tabelle 2

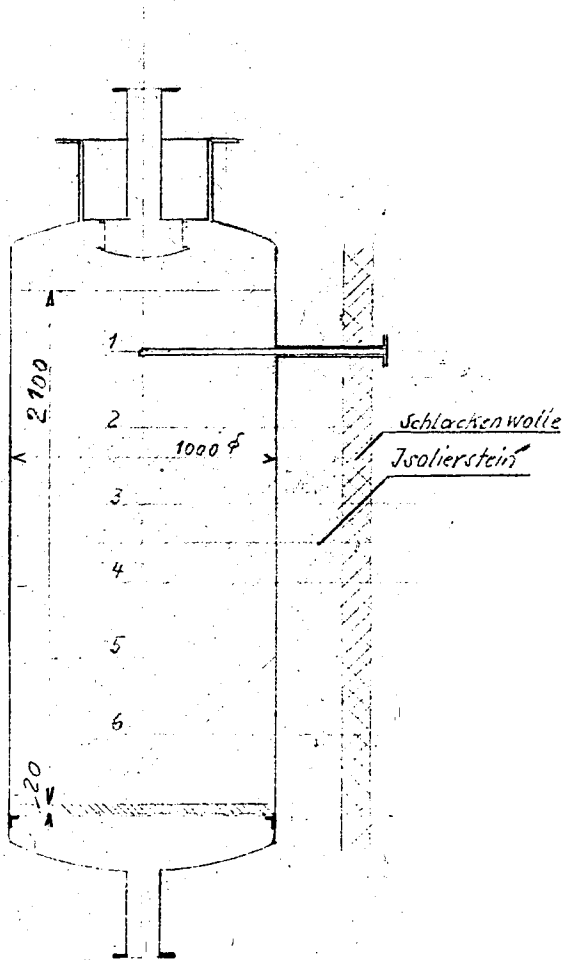
Einsetz Benzofraktion 90 - 200°, $d_{20} = 0,716$.

| | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|-----------------|-----|----|----|----|----|----|----------------------|-----|-----|------|-------|----|---|------|-----|-----|-----|
| L ₄₀ | 66° | 20 | 30 | 55 | 15 | 20 | H_2 aus Leftung | 1,4 | 5,6 | 93,1 | 0,755 | 47 | - | 87,0 | 6,0 | 3,5 | 3,5 |
| L ₄₁ | 67° | 20 | 30 | 55 | 15 | 20 | " | 1,6 | 6,5 | 89,9 | 0,783 | 46 | - | 87,8 | 5,6 | 3,2 | 3,4 |

Die ROZ der Flüssigprodukte von L_{30} und L_{41} waren 68 bzw. 65.

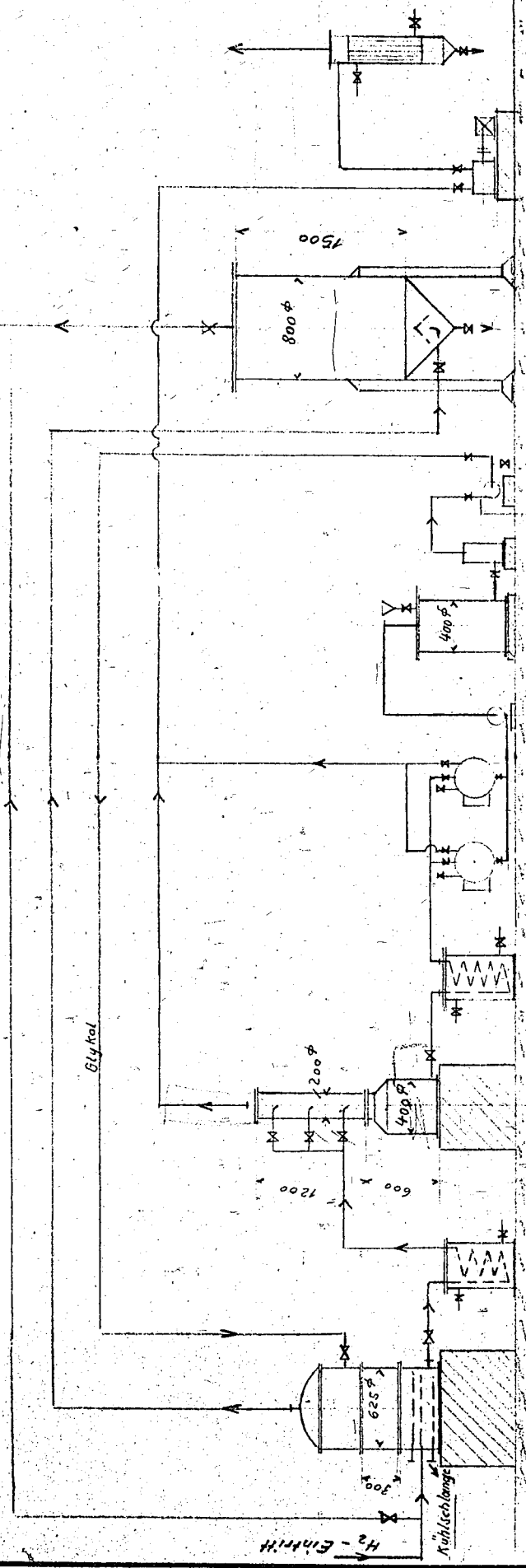
Bemerkung:

001093



H₂-Austritt

001094



Glykol-Wäscher

Erhitzer

Glykol-Abtreiber

Kühler

Wechsel-Vorlage

Sammelgefäß

Filter

A-Kohleturm

Vacuum-Rampe
Kühler

H₂-Einstrom

400 φ

600

200 φ

800 φ

1500

Glykol

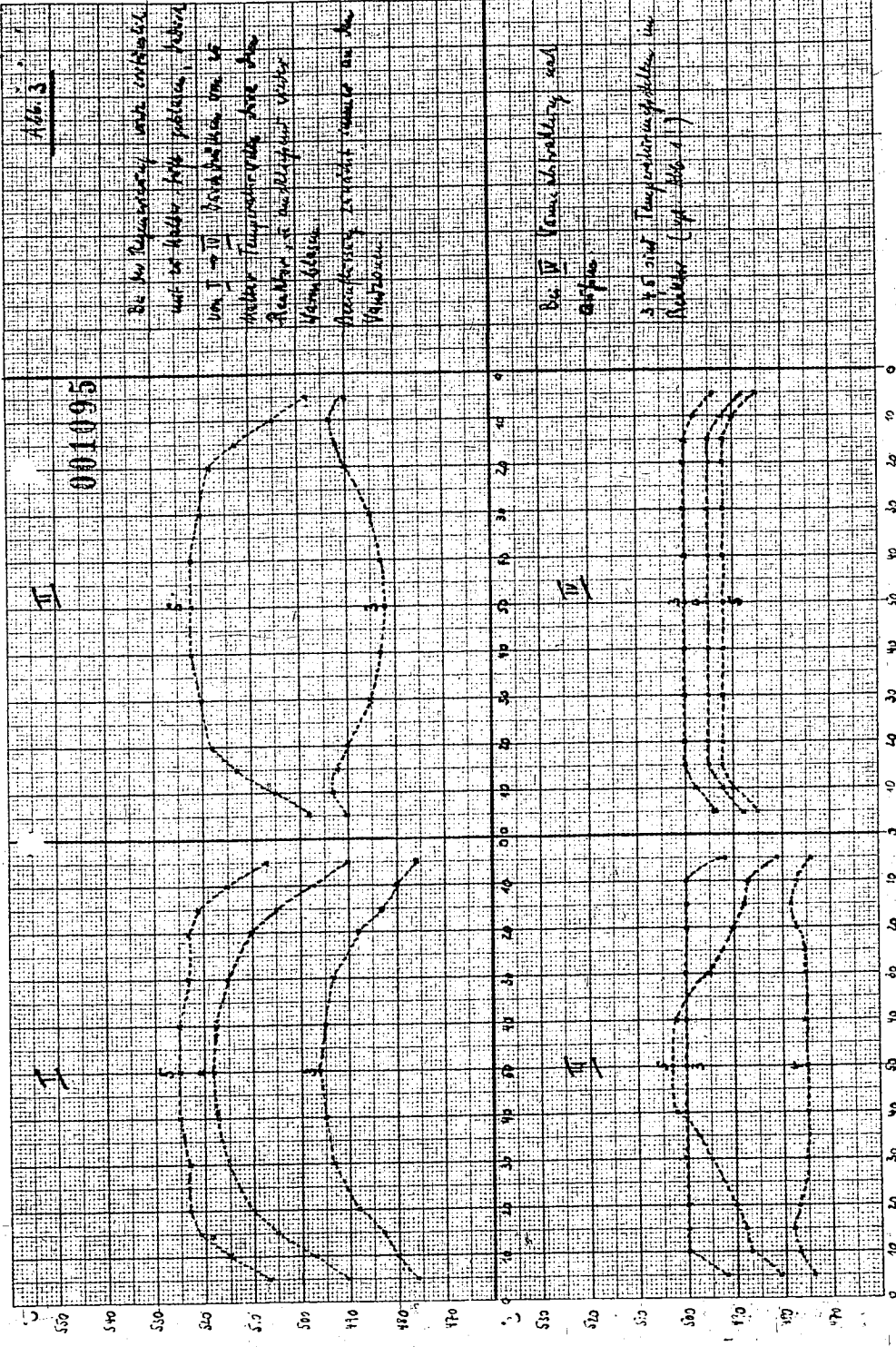


Fig. 3

001095

So the frequency with which
 and in order to get the best
 results, the frequency of
 the transformer should be
 chosen in the range of
 100-150 Hz.

So the frequency with which
 and in order to get the best
 results, the frequency of
 the transformer should be
 chosen in the range of
 100-150 Hz.

So the frequency with which
 and in order to get the best
 results, the frequency of
 the transformer should be
 chosen in the range of
 100-150 Hz.

A 1 250 X 202 3 3

100's Anwesenheit im Plasmisprobenfeld

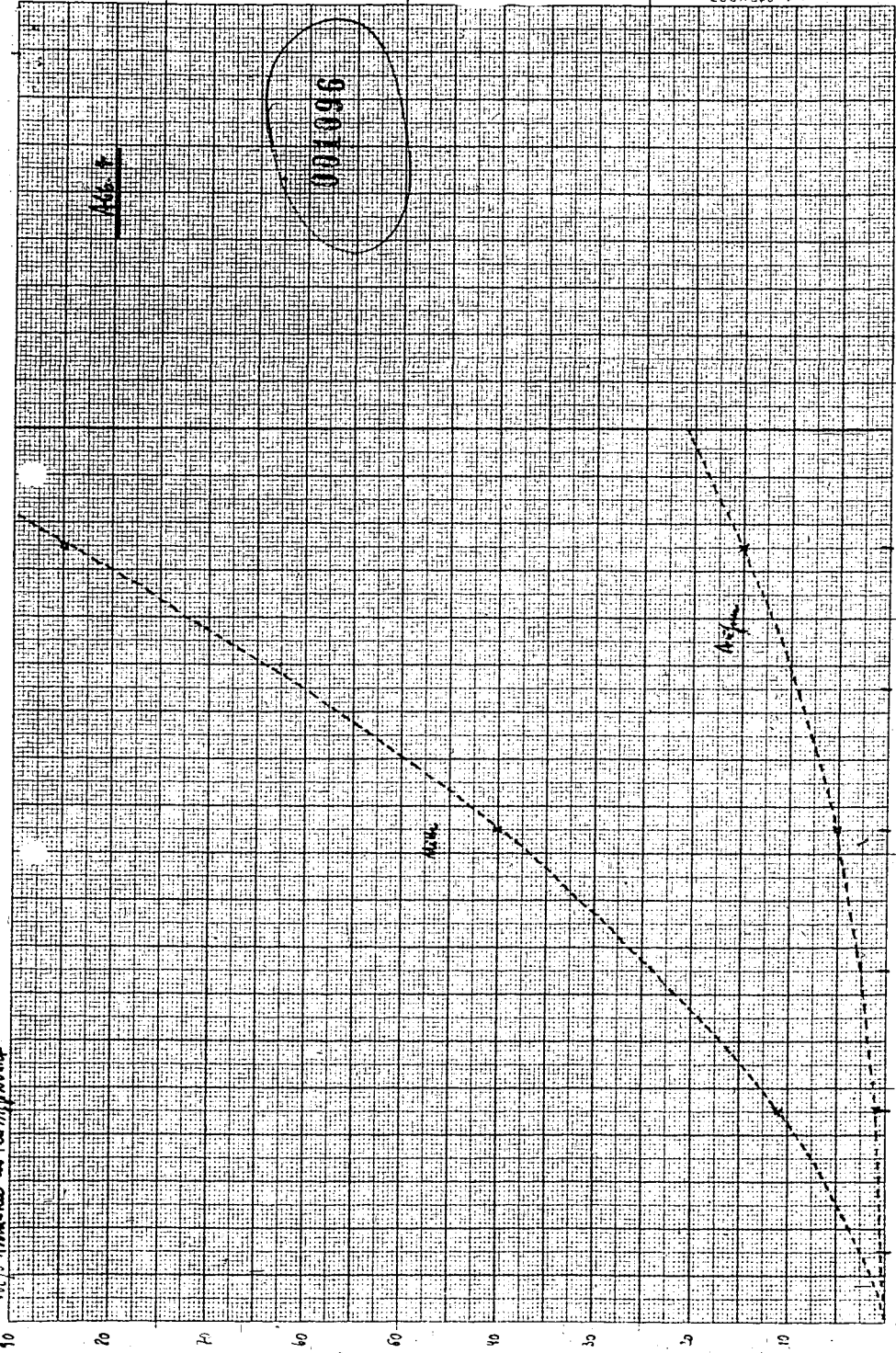


Abb. 7

960100

17

↑ Anwesenheit im Plasmisprobenfeld
↑ Magnetische Anwesenheit
↑ Anwesenheit im Plasmisprobenfeld

001097

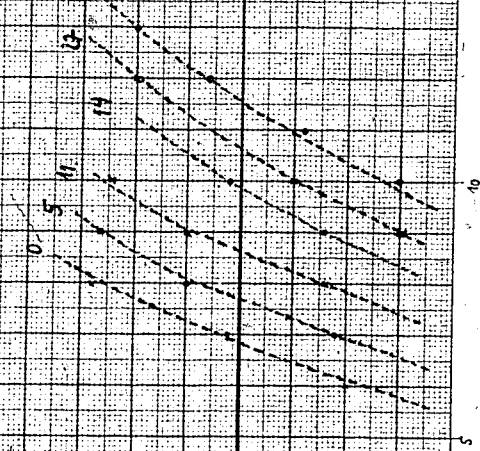
106.5

10/14/49

10 units 496 = 5.705 - 20.25/100

Deposits 4

0-5 11 14 17 20
50 units 1000 = 10.000 - 20.25/100



4 210x97 mm

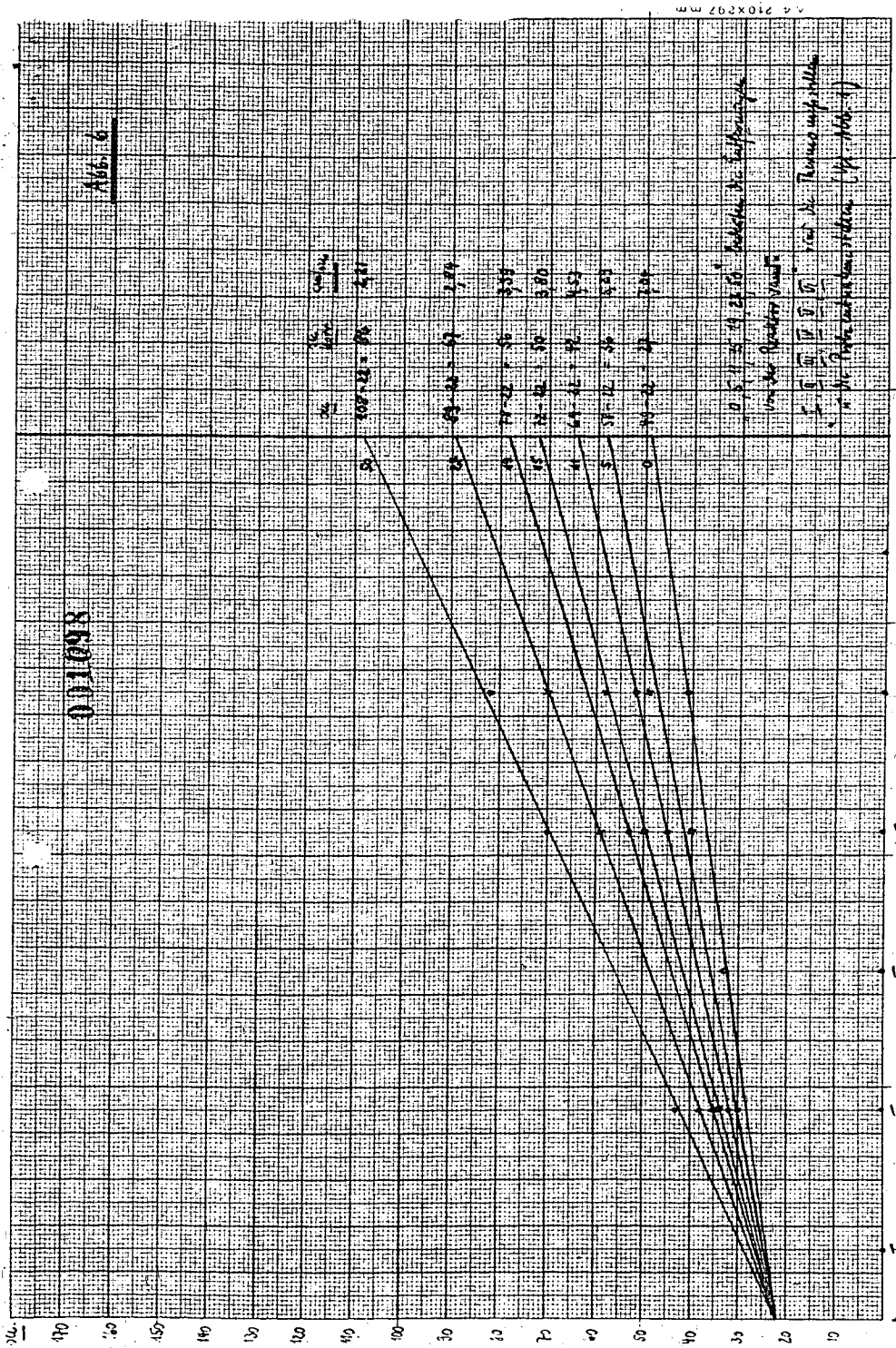
107

20

15

10

5



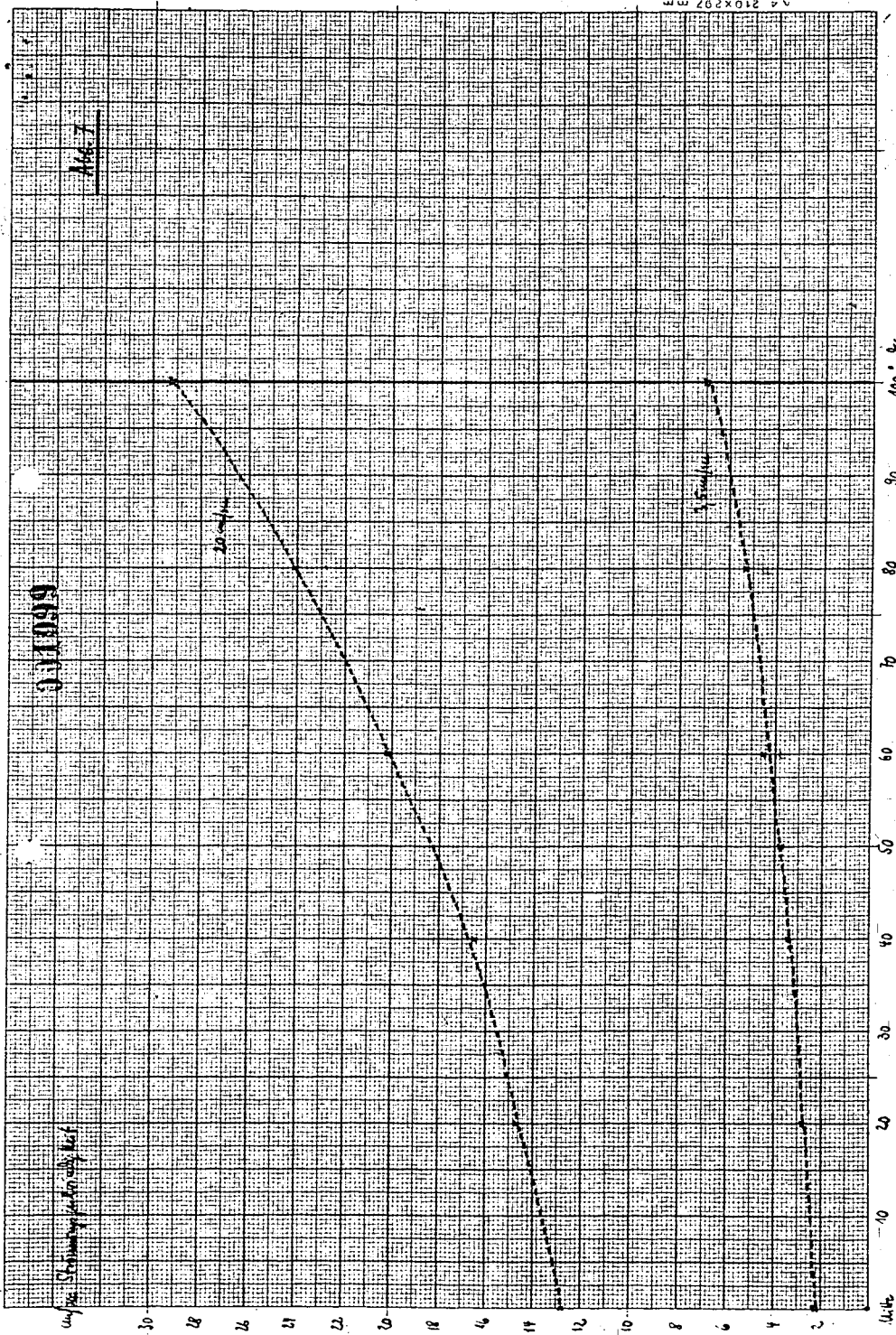
3 2 10 X 292 mm

0,5 l = 11,23 l² Punkte der Kurvenreihe
 von der Reaktion aus
 I, II, III, IV, V, VI sind die Taktumschaltstellen
 in der Abwärtsbewegung (1/4, 1/2, 3/4)

↑
 Ende der
 Abwärtsbewegung

↑
 Anfang der
 Abwärtsbewegung

10



100° Sec

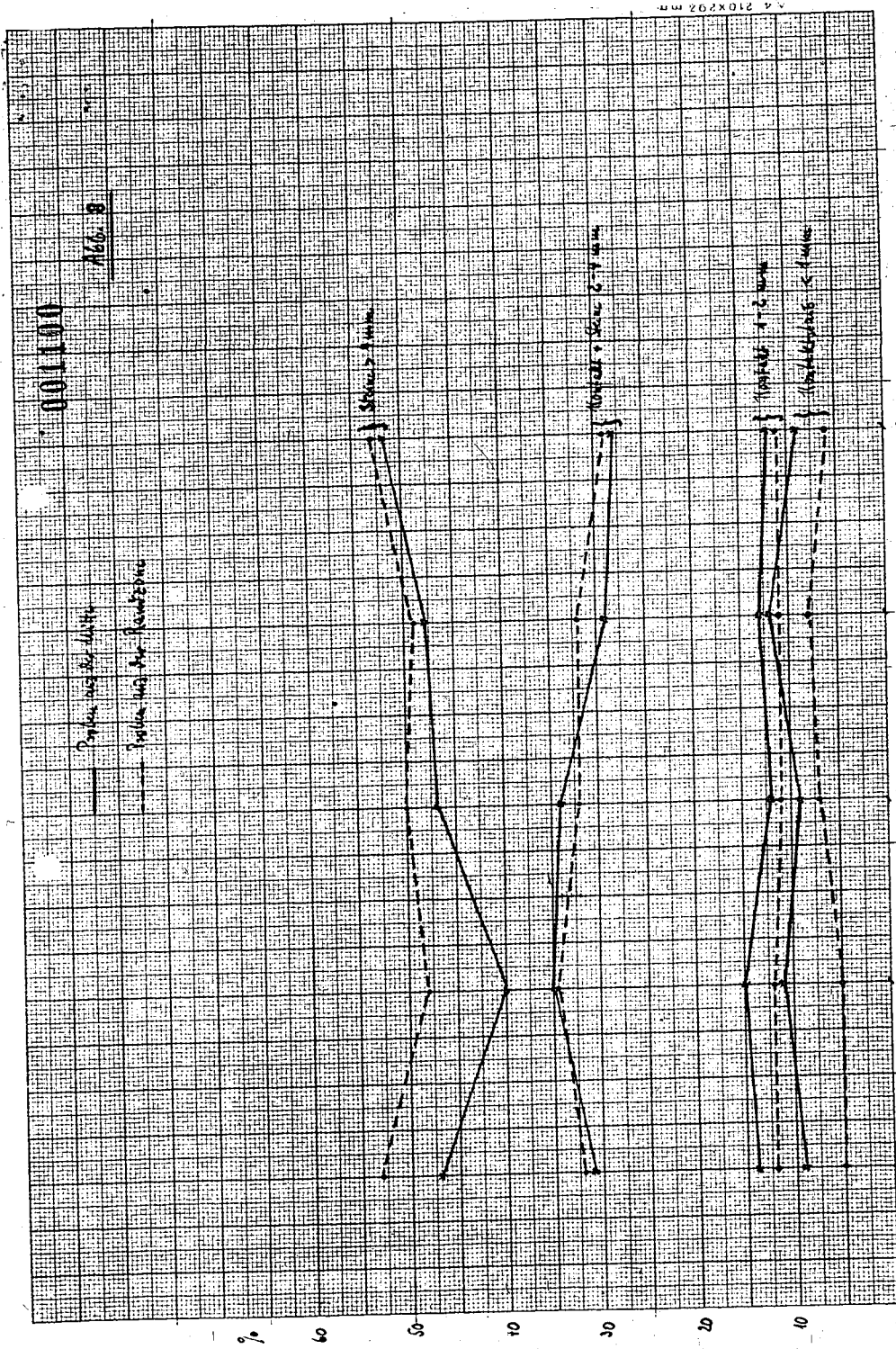
SOUND

85 Miles

100° Sec
 Curved
 100 Miles

VA 210X292





A 210x292 mm

