

3041-6

30/4.02

600000048

Questionnaire of Nov. 13, 1944,  
concerning important foreign mater-  
iel processes. - For use in prisoner-  
of-war interrogations?

*Kracken*  
*überall im Ausland, Kontakt*  
*Prof. Katalysator*  
*Wlz.*

Zu folgenden überall im Ausland, Kontakt  
Prof. Katalysator  
Wlz.

Fragen zu wichtigen ausländischen Verfahren auf dem Treibstoffgebiet.

I. Katalytisches Kracken

Unter dem Sammelnamen "Katalytisches Kracken" werden Spaltverfahren zusammengefaßt, die eine Herstellung von Benzin, vorwiegend hochwertigem Flugbenzin, aus Schwerbenzinen, Dieselölen oder Schwerölen durch Behandlung des Ausgangsmaterials bei Temperaturen um oder über 400° über Katalysatoren bewirken. Der Katalysator überzieht sich dabei mit koksähnlichen Ablagerungen, die durch Abbrennen mit sauerstoffhaltigen Gasen (z. B. Luft) entfernt werden müssen. (die sogenannte Wiederbelebung oder Regeneration des Katalysators). Die Hauptschwierigkeit des Verfahrens bildet die Wiederbelebung des Katalysators, da die bei der Koksverbrennung entstehende Wärme abgeführt werden muß.

Als katalytischer Krackprozeß, der bereits in Amerika seit Jahren großtechnisch durchgeführt wird, ist uns das Houdry-Verfahren bekannt. Die Wärmeabführung während der Wiederbelebung des Katalysators erfolgt in einem Röhren- oder Platten-Ofen durch Umpumpen einer Salzsäuremelze in den Röhren, die die Wärme aufnimmt. Das Verfahren wird, soweit uns bekannt, von der Firma Sun-Oil und Socony-Oil durchgeführt.

a) Adiabatisches Kracken (neues Houdry-Verfahren)

Es ist uns bekannt, daß bei dem adiabatischen Krackverfahren die bei der Regeneration auftretende Wärme durch Speicherung derselben anschließend wieder für den eigentlichen Krackprozeß verwandt werden soll. Wir vermuten, daß diese Wärmezufuhr und Abfuhr im Ofen durch Metallschmelzen ausgeglichen wird. Bei dieser Wärmeverwertung ist jedoch zu beachten, daß die bei der Regeneration auftretende Wärmemenge größer ist als der beim Kracken von Mittelölen notwendige Wärmeverbrauch. Da bei dem adiabatischen Kracken angeblich Schwerbenzin eingesetzt wird, können wir annehmen, daß das hergestellte Benzin einen mehr aromatischen Charakter hat, und somit der Wärmeverbrauch beim Kracken durch gleichzeitige Aromatisierung bedeutend höher liegt als bei dem sonst üblichen Krackverfahren, sodaß man somit mit einem weitgehenden Wärmeausgleich zwischen durch Regeneration gewonnener Wärme und beim Kracken verbrauchter rechnen kann. Das Verfahren ist von Houdry patentiert worden.

*Kracken*

1) Von welchen Firmen sind Lizenzen aufgenommen bzw. halbtechnische oder technische Anlagen bereits geplant oder schon in Betrieb genommen?

- Arbeitet das Verfahren nach dem A.P. 2 244 612, in dem der Ausgleich von Wärmezufuhr und Abfuhr durch Schmelzen patentiert ist?
- 1.) Welchen Rauminhalt haben die Kracköfen?
  - 2.) Wieviel Öfen sind zu einer Einheit zusammengefaßt?
  - 3.) Wie ist der Reaktionsraum <sup>Krack</sup> gebaut?
  - 4.) Ist der Reaktionsraum <sup>Krack</sup> unterteilt?
  - 5.) Befinden sich in dem Reaktionsraum <sup>Krack</sup> Wärmespeicher?
  - 6.) Wird die bei der Regeneration frei werdende Wärme in besonderen Körpern gespeichert?
  - 7.) Wie groß und welche Form haben die Wärmespeicher?
  - 8.) Enthalten die Wärmespeicher besondere Metalle oder Gemische derselben oder Salzschnmelzen?
  - 9.) Wird die Wärmespeicherung dadurch bewirkt, daß die bei der Regeneration auftretende Wärme den in dem Körper befindlichen Inhalt zum Schmelzen bringt und diese Schmelzwärme später bei der Krackung wieder verwendet wird?
  - 10.) Sind die Wärmespeicher innerhalb des Reaktionsraumes untergebracht?
  - 11.) Wie werden die Wärmespeicher hergestellt?
  - 12.) Wie groß ist die Koksabscheidung auf dem Kontakt?
  - 13.) Wie groß ist die bei der Regeneration frei werdende Wärme?
  - 14.) Aus welchem Material besteht der Hohlkörper?
  - 15.) Wird die bei der Regeneration gewonnene Wärme im gleichen Ofen für die Krackung selbst verwandt?
  - 16.) Wie groß ist der Wärmeverbrauch bei der Krackung und die entstehende Wärme bei der Regeneration?
  - 17.) Wird als Ausgangsprodukt Schwerbenzin eingesetzt (in welchem Siedebereich), kann auch Mittelöl verarbeitet werden?
  - 18.) Wie groß ist die Kontaktmenge, die im Krackraum eingeführt ist?
  - 19.) Welche Menge Ausgangsprodukt wird in der Stunde eingespritzt?
  - 20.) Wie lang ist die Krackungszeit?
  - 21.) Wird die Regeneration mit reiner Luft oder mit einem Gemisch derselben und einem indifferenten Gas ausgeführt?

- 24) In welchem Verhältnis steht die Krackperiode zur Regenerationszeit?
- 25) Bei welcher Temperatur findet die Krackung und bei welcher die Regeneration statt?
- 26) Welche Form und Größe hat der Kontakt?
- 27) Welche chemische Zusammensetzung hat der Kontakt?
- 28) Handelt es sich bei dem Kontakt um ein Aluminiumsilikat oder handelt es sich um eine aktivierte Bleicherde?
- 29) Handelt es sich um einen Tonerdekontakt?
- 30) Ist die Kontaktmasse noch mit einem Metall oder Metalloxyd-Zusatz versehen?
- 31) Wie groß ist die für die Regeneration angewandte Luftmenge?
- 32) Wie groß ist die stündlich anfallende Benzin-, Propan- und Butan-Menge?
- 33) Welchen Siedebereich hat das Benzin?
- 34) Welche Bromzahl (Olefingehalt) und Oktanzahl hat das Benzin?
- 35) Enthält das Benzin mehr iso-Paraffin (isooktanischer Natur) oder mehr Aromaten, z. B. Benzol, Toluol, Xylol usw.) und wieviel enthält es von diesen?

b) Thermoform-Krackverfahren (TCC-Verfahren)

Das Verfahren wurde entwickelt bei der Socony Vacuum Oil. Kontakthersteller ist wahrscheinlich die <sup>min</sup> Lummus Co., New York. Es handelt ~~sich~~ um ein Verfahren mit wanderndem Kontakt (ein sog. Schleusenverfahren).

- 36) Findet die Krackung und die Wiederbelebung des Katalysators in getrennten Öfen statt?
- 37) Sind diese neben- oder übereinander angeordnet?
- 38) Durch welche mechanische Einrichtung werden die Öfen voneinander getrennt und gegen die Luft abgeschlossen und wie wird der Kontakt bewegt?
- 39) Werden hierzu Schleusen, Ventile oder ähnliche Einrichtungen benutzt und wie sind diese beschaffen?
- 40) Wie groß ist der Krackraum?

- 41) Wie ist der Krackraum gebaut (Durchmesser und Höhe des Raumes)?
- 42) Enthält der Krackraum Einbauten?
- 43) Wie groß ist der Regenerationsraum?
- 44) Wie ist der Regenerationsraum gebaut (Durchmesser und Höhe des Raumes)?
- 45) Enthält der Regenerationsraum Einbauten?
- 46) Ist der Regenerationsraum unterteilt oder sind in ihm Einbauten zur Wärmeabführung während der Regeneration vorhanden?
- 47) Wie wird die Wärme während der Regeneration abgeführt?
- 48) Wird für die Regeneration nur Luft verwendet und wieviel?
- 49) Welche mechanischen Vorrichtungen befördern den regenerierten Kontakt wieder zum Krackraum?
- 50) Wie groß ist der Kontaktpuffer bzw. welche Gesamtkontaktmenge <sup>ist</sup> sind in der gesamten Ofenanlage vorhanden?
- 51) Welche Ölmenge wird stündlich eingespritzt?
- 52) Wie hoch ist die Kracktemperatur, wie hoch ist Regenerationstemperatur <sup>?</sup> und wie groß ist die stündlich anfallende Benzin, Propan- und Butan-Menge?
- 53) Wie groß ist die Koksabscheidung?
- 54) Wie groß ist der Kontaktverlust oder die stündliche zu ergänzende Kontaktmenge?
- 55) Welchen Siedebereich und -Verlauf hat das Benzin?
- 56) Wie hoch ist die Bromzahl (Olefingehalt) und der Aromatengehalt?
- 57) Welche Oktanzahl besitzt das Benzin?
- 58) Welche Formgröße <sup>nicht größer</sup> hat der Kontakt?
- 59) Welche Zusammensetzung hat der Kontakt?
- 60) Wie werden die einzelnen Bestandteile hergestellt?
- 61) In welcher Reihenfolge werden die verschiedenen Bestandteile zusammengegeben?

- 62) Welcher chemischen Behandlung wird die zusammengesetzte Kontaktmasse unterworfen?
- 63) Welcher physikalischen Behandlung wird die zusammengesetzte Kontaktmasse unterworfen?
- 64) Welcher mechanischen Behandlung wird die zusammengesetzte Kontaktmasse unterworfen?
- 65) Ist der Kontakt mechanisch sehr widerstandsfähig?
- 66) Wie wird das Kieselgel gefällt?
- 67) Bei welcher Temperatur wird das Kieselgel gefällt?
- 68) Welcher Nachbehandlung wird das gewaschene Kieselgel unterworfen?
- 69) Wie wird die Tonerde hergestellt?
- 70) Werden Tonerde und Kieselgel gemeinsam gefällt?
- 71) Wie hart ist der Kontakt?
- 72) Welches Schüttgewicht hat der Kontakt?

c) Fließkontakt-(F.C.-Verfahren) Verfahren (Staubkontaktverfahren)

Das Verfahren wird von der Standard Shell Texas-Gruppe durchgeführt.

- 73) Wie groß ist der Krackraum?
- 74) Welche Form und Größe hat der Krackraum (Durchmesser, Höhe)?
- 75) Welche Unterteilungen und Einbauten hat der Krackraum?
- 76) Enthält der Krackraum auch mechanisch bewegte Einbauten?
- 77) Wie groß ist der Regenerationsraum?
- 78) Welche Form und Größe hat der Regenerationsraum (Durchmesser, Höhe)?
- 79) Welche Unterteilungen und Einbauten hat der Regenerationsraum?
- 80) Enthält der Regenerationsraum auch mechanisch bewegte Einbauten?

600000054

- 81) In welchem Raumverhältnis stehen der Krackraum zum Regenerationsraum?
- 82) Befindet sich der Regenerationsraum neben oder unter bzw. über dem Krackraum?
- 83) Wie wird der Kontakt in den Krackraum eingeführt?
- 84) Was für mechanische Vorrichtungen werden dafür verwendet?
- 85) Wie fein ist der Kontakt gemahlen?
- 86) Wie wird der Kontakt in den Krackraum befördert?
- 87) Wie ist der Kontakt gegen die Luft abgeschlossen?
- 88) Welche Form hat der Kontaktvorratsbehälter über dem Krackraum?
- 89) Mit welchen mechanischen Vorrichtungen wird der regenerierte Kontakt in den Vorratsbehälter befördert?
- 90) Wird zur Beförderung des Kontaktes durch den Krackraum nur Oldampf oder auch Wasserdampf benutzt?
- 91) Wie groß ist die Strömungsgeschwindigkeit des Oldampfes im Krackraum?
- 92) Wie groß ist die in der Stunde eingespritzte Ölmenge?
- 93) Werden Öl und Kontakt im Gleich- oder Gegenstrom geführt?
- 94) Wie groß ist die gesamte in der Ofenanlage befindliche Kontaktmenge?
- 95) Wie groß ist der stündliche Kontaktverlust bzw. wieviel Frischkontakt müssen stündlich zugeführt werden?
- 96) Bei welcher Temperatur wird die Krackung ausgeführt?
- 97) Bei welcher Temperatur wird regeneriert?
- 98) Welche Zusammensetzung hat der Kontakt?
- 99) Welches Schüttgewicht hat der Kontakt?
- 100) Wie groß ist die Betriebszeit des Kontaktes?
- 101) Wird der Kontakt mit reiner Luft regeneriert?

- 102) Wird für die Kraackung ein Mittelöl oder ein Schwerbenzin eingesetzt?
- 103) Wie groß ist die Benzin-, Propan- und Butanmenge, die stündlich gewonnen wird?
- 104) Welchen Siedebereich hat das Benzin?
- 105) Wie groß ist der Aromatengehalt des Benzins?
- 106) Was hat das Benzin für eine Bromzahl (Olefingehalt)?
- 107) Welche Oktanzahl hat das Benzin?

## II) Flußsäurealkylierung

Auf dem Gebiet der Treibstoffsynthese versteht man unter Alkylierung Verfahren, bei denen ein isooktanischer Treibstoff hergestellt wird, durch Kondensation eines ungesättigten Paraffins mit einem iso-Paraffin. Soweit uns bisher bekannt ist, wird eine solche Alkylierung mit Butylen und Iso-Butan als Ausgangsmaterial mit Schwefelsäure oder Flußsäure als Katalysator bereits großtechnisch durchgeführt. Die Alkylierung mit Flußsäure als Katalysator wird von der Universal Oil Products und von der Philipps durchgeführt.

Für die beschriebene Leistung in Alkylierung sind Temperaturerhöhungen in U.S.A. in der flüssigen Phase bekannt. Man kann sich vorstellen, dass man einen Katalysator als Flüssigkeit mittels Flußsäure

- 1.) In welche Verfahrensstufen wird der Prozeß unterteilt?
- 2.) Welche Art von Apparaturen werden für die Verfahrensstufe benötigt?
- 3.) Aus welchem Material sind die Apparaturen gebaut?
- 4.) Wird die Alkylierung in der flüssigen oder in der dampfförmigen Phase ausgeführt?
- 5.) Wie groß ist der Reaktionsraum, in dem die Alkylierung mit Flußsäure stattfindet?
- 6.) Welche Temperatur und welcher Druck werden bei der Alkylierung eingehalten?
- 7.) Wie wird die bei der Alkylierung entstehende Wärme abgeführt?
- 8.) Befinden sich in dem Reaktionsraum mechanisch bewegte Teile?
- 9.) Wie wird für die Durchmischung des Katalysators mit den paraffinischen Kohlenwasserstoffen gesorgt?
- 10.) Wie ist das Verhältnis von Flußsäure zu Olefin und von Olefin zu Paraffin?



- 11.) Welche Ausgangsmaterialien werden besonders für die Flußsäure-Alkylierung verwendet?
- 12.) Werden außer der Flußsäure noch weitere Chemikalien bzw. Katalysatoren benötigt?
- 13.) Wie wird die Flußsäure von dem entstandenen Alkylat abgetrennt?
- 14.) Wie wird die Flußsäure entwässert und regeneriert?
- 15.) Wie werden die Ausgangsprodukte getrocknet?
- 16.) Welches ist der Siedebereich des erhaltenen <sup>Alkylates</sup> Katalysators?
- 17.) Welches ist der Olefingehalt des erhaltenen <sup>Alkylates</sup> Katalysators?
- 18.) Welche Oktanzahl hat das Alkylat?
- 19.) Wie groß ist der Gehalt eines aus Butylen und iso-Butan bestehenden Alkylats <sup>acc</sup> 2-2-4-, <sup>olefin</sup> 2-2-3-, <sup>acc</sup> 2-3-4-Trimethylpentan?
- 20.) Wie groß ist die stündliche eingesetzte Flußsäuremenge?
- 21.) Wie groß ist der stündliche Flußsäureverlust bzw. wieviel Flußsäure muß stündlich dem Prozeß neu<sup>g</sup> zugeführt werden?
- 22.) Welche Menge Olefin und welche Menge Paraffin werden stündlich eingesetzt?

### III. Fragen zur Herstellung einiger Spezial-Treibstoffe

#### a) Triptan

Das Triptan ist ein<sup>g</sup> zu der Gruppe der iso-Heptane gehöriger Kohlenwasserstoff, der die Formel 2-2-3-Trimethylbutan hat. Das Verfahren wurde von Prof. Ipatieff und Dr. Hänsel entwickelt. Die herstellende Firma ist die Universal Oil Products Co.

- 1.) Angaben über die verwendeten Ausgangsmaterialien.
- 2.) Werden Athan, Propan, Butan, iso-Butan, Pentan oder iso-Pentane oder die dazugehörigen ungesättigten oder Chlorkohlenwasserstoffe als Ausgangsmaterial verwendet?
- 3.) Besteht der hierfür verwendete Herstellungsgang in einer Alkylierung oder Polymerisation?

- Aus Zeitschriften entnehmen wir, daß es sich um ein Verfahren handelt, das in mehrere Stufen zerfällt. Welche Zwischenprodukte treten in diesen Stufen auf?
- 4.)
  - 5.) Besteht eine dieser Stufen aus einer Dehydrierung<sup>?</sup> oder Hydrierungsreaktion?
  - 6.) Handelt es sich bei dem Herstellungsprozeß um eine Grignardierung?
  - 7.) Welche Chemikalien und Katalysatoren werden für jede Stufe verwendet?
  - 8.) Kommen als Katalysatoren folgende Stoffe in Frage: Flußsäure, Schwefelsäure, Aluminiumchlorid, Borfluorid?
  - 9.) Werden metallische Katalysatoren, wie z. B. Alkali~~er~~<sup>er</sup>metalle, ~~alkalische~~<sup>alkalische</sup> Metalle (z. B. aktiviertes Magnesium) oder aktiviertes Aluminium verwendet?
  - 10.) Welches sind die für die einzelnen Verfahrensstufen angewandten Temperaturen und Drucke?
  - 11.) Wie sind die Reaktionsgefäße für die einzelnen Stufen beschaffen (Angabe des Durchmessers, der Höhe, Einbauten, mechanisch bewegter Teile, z. B. Rührer usw.)
  - 12.) Muß bei dem Prozeß Wärme zu oder abgeführt werden?

### 13. Dynafuel

Über das Dynafuel<sup>ist</sup> uns bisher nur eine kurze Notiz bekannt, woraus hervorgeht, daß es sich hierbei <sup>anscheinend</sup> um ein besonders hochwertiges Fliegerbenzin handelt.

- 13.) Handelt es sich um ein Benzin, Dieselöl und über welche Siedegrenzen <sup>beruht</sup> der so bezeichnete Treibstoff?
- 14.) Handelt es sich um einen <sup>oder einen</sup> chemisch <sup>einheitlichen</sup> Stoff und um welchen?
- 15.) Gehört er zur Klasse der Kohlenwasserstoffe oder evtl. zu Alkoholen, Ketonen, Äthern oder ringförmigen Sauerstoff-Verbindungen?
- 16.) Wird der Treibstoff aus mehreren <sup>zusammen</sup> Komponenten <sup>zusammengesetzt</sup> oder in einem <sup>Verfahren</sup> hergestellt?
- 17.) Welches sind die einzelnen Bestandteile?
- 18.) Sind die einzelnen Bestandteile alle flüssig?

- 19) Falls der Treibstoff aus Kohlenwasserstoffen besteht, sind die Kohlenwasserstoffe vorwiegend aromatischer, paraffinischer oder naphthenischer Natur?
- 20) Wie wird Dynafuß hergestellt, bzw. seine einzelnen Bestandteile?
- 21) Sind dazu ein oder mehrere Verfahrensstufen erforderlich?
- 22) Wird Dynafuß nur zur Verbesserung von Treibstoffen zugesetzt oder auch direkt verfahren?