

TITLE PAGE

3. Tätigkeitsberichte über die Zeit vom 13-10-'37
bis zum 14-1-'38.
Reports of activities covering the period
13 October, 1937 to 14 January, 1938.

Frame Nos. 3 - 12

30. Oktober 1957 3

Handwritten signature

Tätigkeitsbericht über die Zeit vom 23. - 29. 10. 57

Katalytisches Kracken

In den Laborversuchen wurden weitere Katalysatorprüfungen durchgeführt. In Pauserversuchen soll festgestellt werden, wann bei den Eisberkontakten der Standard sowie bei den katalytischen Zieg- Tonerde-Kontakt ein Abklingen eintritt. Bisher ist noch bei keinem Kontakt ein Abklingen der Benzolleistung bemerkbar.

Die bei den einzelnen Versuchen angefallenen Benzine zeigen Jod-Zahlen, die zwischen 25 und 28 liegen. Allgemein steigt mit der Krack-Temperatur die Jod-Zahl an, während der Anilin-Punkt absinkt. Die jeweilige Gehalt der Krackbenzine an ungesättigten Anteilen (gemessen an den Jod-Zahlen) ist stark von der Art des Kontaktes abhängig. Die höchsten Jod-Zahlen haben die Benzine, die mit H₂ behandelten Suprafiltrat erhalten wurden.

Es ist versucht worden, durch Zugabe von Aktivkohle mit einem regenerierbaren Kontakte auf Kohlebasis herzustellen. Positive Ergebnisse sind noch nicht erhalten. An neuen Kontakten wurden gekülferte SiO₂- und TiO₂-Kontakte (aus SiCl₄ bzw. TiCl₄ hergestellt) geprüft.

Der 5 ltr. Ofen fährt noch mit Suprafiltrat bei Durchsatz 1 und 450°. Aus der Elvocatol-Säule würde 50% - verhydrolyerten Schwefelwasserstoff mit dem Sädegrenzen 165 + 300° gefahren.

27. Oktober 1937

J. J. J.

Tätigkeitsbericht für die Zeit vom
20. - 27. Oktober 1937.

Mit $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Kontakten, die aus alkalifreiem Kieselsäure (aus SiF_4) hergestellt waren, sind keine besseren Benzinaustreten erhalten worden als mit dem Kontakt K 379 von Dr. Michael ($\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$).

Die Dauerversuche mit dem Kontakt K 379 und dem Sperrkatalysatorkontakt der Standard gehen weiter. Bei K 379 ist nach 10 Krackperioden zwar noch kein Absinken der Benzinausbeute bemerkbar, doch fällt bereits nach der ersten Regeneration die Menge der bis 100°C übergehenden Benzinteile von 35% auf 25% ab. Nach jeder weiteren Regeneration sinkt die bis 100°C übergehende Benzinausbeute allmählich ab, sodass nach der 7. Regeneration nur noch 16% bis 100°C destillieren. Ebenso tritt nach der 7. Regeneration ein stetiges Absinken der Anstiegspunkte des Benzins ein.

Statt des bisher stets als Ausgangsöl benutzten Elwerather Gasöls wurde auch ein 5058-verhydroliertes Schölvenker Mittelöl über K 501 mit den Siedegrenzen $165\text{-}300^\circ\text{C}$ gefahren. Die Ergebnisse stehen den mit Elwerather Gasöl erhaltenen nicht nach. Zur Zeit führt 1-3 Liter-Öfen Schölvenker Mittelöl über den Kontakt K 379 (Dr. Michael). Anschließend soll geprüft werden, ob sich Steinkohlenverflüchtigungs-Mittelöle, die statt mit 5058 mit Fe-W- bzw. Fe-Mo-Kontakten verhydroliert sind, ebenfalls zur Krackung eignen. Die gleichen Versuche sollen auch mit Kognäin-Eischnungen und Schwereisn ein angestellt werden.

Eine einheitliche Zusammenstellung der Hauptbestandteile ist begonnen worden.

4. November 1937 Sz.

5

Tätigkeitsbericht

Über die Zeit von 27. Okt. bis 5. Nov. 1937

Katalytisches Kracken.

Weitere Kleinversuche konnten in dieser Zeit nicht vorgenommen werden, da der Kunststoff im 3 Ltr.-Ofen sowohl mit Silverather Benzol wie mit 5058 vorhydrierten Scholvener Mittelöl unter verschiedenen Versuchsbedingungen geprüft wird. Es bestätigt sich die schon beim Fahren über Superfiltröl gemachte Beobachtung, dass der Krackvorgang in 2 Phasen verläuft, von denen die erste endotherm, die zweite je nach Art des Nialaufles mehr oder weniger stark exotherm ist. Die Versuchsreihe ist noch nicht zum Abschluss gelangt.

Der 3 Ltr.-Ofen ist mit einer weiteren Pumpe ausgerüstet worden, um mit Wasserzusatz fahren zu können.

gez. Frey

fr. Peter 6

Wochenbericht.

für die Zeit vom 19.-24.11.37

Katalytisches Cracken.

In den 200 cm³ - Ofen wurden Versuche mit Fischer - Kogasin II und Scholvener B - Mitteln (5058 - wasserhydriert) für sich allein und in Mischung (1 Vol. + 1 Vol.) gefahren. Als Katalysatoren wurden der Lunstkontakt K 379 (Dr. Michael) und der Superfiltralkontakt der Standard G O G 12 X verwendet. Die Temperaturen betragen 460°, der Durchsatz 0,5 (Vol/Vol/Std.).

Gegenüber dem aus den Einzelteilen errechneten Mischresultaten traten bei Mischen des Gemisches über der Lunstkontakt Effekte auf, die in Mehrausbeute an Flüssigem Gasartenfall und Verminderung der Vergasung bestanden. Begeren war die Benzinausbeute gegenüber dem errechneten Mischwert zurückgegangen. Dies bedeutet, dass der Effekt hauptsächlich auf verminderter Umsetzung beruht. Bei dem Superfiltralkontakt der Standard treten die erwähnten Effekte nur sehr schwach auf, hier ist zwischen den errechneten und wirklichen Zahlen fast kein Unterschied. Hinsichtlich der Klopffwerte lässt sich noch keine Angabe machen, da die vorliegenden Ergebnisse stark schwanken.

Im 3 - liter - Ofen ist die Trennung des Crackvorgangs nach endothermer und exothermer Reaktion gelungen. Die im ersten Teil des Katalysators auftretende endotherme Reaktion liefert bei geringer Vergasung ein reicheres Schwerbenzin von niedriger O.Z., das im 2. Teil des Katalysators unter positiver Wärmetönung und hoher Vergasung ein leichteres Produkt besserer Oktanzahl liefert. Der Klopffwert fällt in der ersten Katalysatorhälfte mindestens der gleiche Volumenanteil Benzin an wie in der zweiten Hälfte.

gez. Free.

9. Dezember 1937 Ob. 7

Tätigkeitsberichtfür die Zeit vom 25. Nov. bis 9. Dez. 1937.Katalytisches Kracken:

Die Ergebnisse der im letzten Bericht erwähnten Krackversuche mit Kogasin 2 (P 1295) und Scholvener Mittelöl (P 1271) für sich allein und in Mischung (1 Vol : 1 Vol) sind in anliegender Tabelle zusammengestellt. Über die Klopfwerte kann noch nichts gesagt werden, da die Motor-Methode dem Anschein nach für Krackbenzine keine einwandfreien Oktanzahlen liefert. In Zukunft wird die O.Z. im CFR Motor bestimmt und die Tabelle demit entsprechend ergänzt.

Weiter wurden Versuche mit Rückstandsölen, die beim Kracken von Elverather Gasöl erhalten wurden, gefahren. Diese Rückstandsöle liefern bei der gleichen Temperatur, bei der das Elverather Originalöl gekrackt ist (450°) nochmals 17 Vol.-% Benzin. Der über dem Kunststoffkontakt (Dr. Michael) gekrackte Gasölrückstand liefert dabei Benzin mit 35% bis 100° siedende Anteile und O.Z. = 84,5 (Res. Meth.) Der gleiche Rückstand über dem Superfiltralkontakt der Standard gekrackt, liefert zwar dieselbe Benzinmenge, die aber nur 29% bis 100° siedende Anteile enthält und O.Z. 77,5 hat. Zur Zeit werden auch Gemische dieser Rückstandsöle mit Kogasin II gefahren.

Schwerbenzinfractionen werden beim katalytischen Kracken unter normalen Temperaturbedingungen nur wenig verändert. Erst bei Temperaturen über 500° treten merkliche Umsetzungen, die dann mit höherer Vergasung verlaufen, ein. Die bisher bekannten Krackkontakte scheinen für Schwerbenzine ungeeignet zu sein und könnten vielleicht durch besser wirkende ersetzt werden. In dem jetzt fertig werdenden Blockofen für Kontaktpfahrungen sollen derartige Versuche ausgeführt werden.

Im leeren Quarzrohr wurden einige Versuche zur Umwandlung von Kogasin II und von Scholvener Mittelöl in Äthylen durchgeführt. Bei 75° wurde das Kogasin II größtenteils vergast, im Krackgas waren 55% C_2H_4 enthalten. Mit Scholvener B-Mittelöl waren die Ergebnisse schlechter. Eine genaue Auswertung dieser Versuche wurde nicht gemacht.

gez. Froe

Anlage 1 Tabelle.

Vergleich der Krockt. I von P 1295 und P 1271 ohne und in Mischung.

Katalysator:	P 1295	P 1271 Mischung (1Vol:1V.)	Vergleich not	Effekt	P 1295	P 1271 Mischung (1Vol:1V.)	Mischung (1Vol:1V.) not	Vergleich
OCX 12X (Standard)								
Katalysator:		K 379 (Dr. Richard)						
Temperatur °C	460	460	460		460	460	460	
Durchsatz (l/l/Std)	0,5	0,5	0,5		0,5	0,5	0,5	
Dauer i/stunden	5	5	5		5	5	5	
Films-Anfall Gew.-%	76,8	84,5	86,1	80,6	84,3	93,0	90,2	89,0 + 1,2
Films-Anfall Vol.-%	76,2	85,3	86,9	80,7	84,3	94,1	90,7	89,2 + 1,5
Vergasung (incl. C ₂ H ₄ + Koks + Verlust Gew.-%	23,2	15,5	13,9	19,6	15,7	7,0	9,8	11,4 - 1,6
C ₂ H ₄ -Vergasung Gew.-%	16,9	5,8	9,2	11,0	10,5	3,2	5,1	6,6 - 1,5
Permanente Vergasung + Verlust Gew.-%	5,2	6,3	3,4	6,9	4,1	3,0	3,7	3,5 + 0,2
Koks Gew.-%	1,12	1,36	1,27	1,25	0	0,84	0,97	0,97 0
Benzin -190°C Gew.-%	19,5	24,4	24,0	27,7	25,1	37,8	31,2	32,1 - 0,9
Permanente Benzin + Verlust (einschl. C ₂ H ₄)	12,5	17,1	9,6	15,0	10,5	6,8	9,3	8,6 + 0,7
V. Gew./Bil+V gew.	53,3	29,3	34,7	40,5	37,0	14,1	22,0	24,8 - 2,8

Vergasung

16. Dezember 1937/E

J. J. J. J.

Tätigkeitsbericht
für die Zeit vom 10.-16. Dezember 1937.

Katalytisches Cracken.

Die neue Sondung des Superfiltralkontaktes der Standard (300 12 X) wurde an den 3-Ltr-Ofen eingebaut. Gefahren wurde mit Silberäther Gasöl bei 450° und Durchsatz 1. Mit dem Öl wurden gleichzeitig 2 Gew% Wasser eingeblut.

Die bis jetzt vorliegenden Ergebnisse sind in der Tabelle mit den unter gleichen Fahrbedingungen (aber ohne Wassergasatz) mit Kontakt K 379 (Dr. Michael) erhaltenen verglichen. Der auffallendste Unterschied liegt in der bedeutend höheren Vergärung bei K 379 (2,4 Gew% gegenüber 0,43 Gew%) und der höheren C₃+C₄-Bildung (2,8 Gew% gegen 2,2 Gew%). Dementsprechend ist die Menge des Crackrückstandes beim Superfiltralkontakt der Standard größer als bei K 379. Die Unterausbeute an Benzin (bis 190°) beträgt 1,8 Vol% bezogen auf Einlauf.

Die bei K 379 während desfahrens beobachtete Temperatursteigerung im letzten Ofenabschnitt, die sogar nach Ausschalten der Heizkreise noch deutlich in Erscheinung tritt, ist bei dem Kontakt der Standard viel weniger ausgeprägt und liegt mehr nach der Mitte des Ofens.

Zur Erweiterung eines Patentanspruchs der I.G. wurden Hydrierungs-Schwerbenzine der Bumpphase in unraffiniertem Zustand nach der Schwefelsäureaffination und nach der Raffination durch Druckhydrierung gefahren. Die Benzine sind für katalytische Crackung wenig geeignet, denn trotz der hohen Cracktemperatur von

122011

520° traten im Siedeverhalten nur geringfügige Änderungen ein. Trotzdem lässt sich aus den erhaltenen Daten der Anspruch auf die Krackung erweitern.

Über Kontaktversuche mit verschiedenen neuen Bleichorden liegen Ergebnisse noch nicht vor. Versuche mit Rückführung des Krackrückstandes werden gefahren.

gez. Frey

P. 189 Gasöl.

3-Ltr-Glas Kontakt	Temp.: 450° K 379	Durchsatz = 1 (Vol/Vol/Vol) GOC 12 X (neue Sendung)
Benzin -190° % (Vol% v. Einlauf)	26,1	27,9
spez. Gewicht	0,789	0,780
Anilinpunkt °C	23	37
Blickstand -190° % (Vol% v. Einlauf)	64,2	69,0
spez. Gewicht	0,851	0,848
Anilinpunkt °C	57	58
C ₃ +C ₄ (Gew%)	2,8	2,2
Gas (Gew%)	2,6	0,43

Tätigkeitsberichtfür die Zeit vom 16. Dezember 1937 bis 14. Januar 1938.Katalytisches Cracken.

Die Suche nach neuen, wirksameren Katalysatoren wurde fortgesetzt. Einige Bleicherden zeigten verhältnismäßig gute Spaltwirkung, ergeben aber keine höheren Benzinausbeuten als die schon bekannten guten Katalysatoren. Synthetische Katalysatoren auf Kieselsäurebasis nach verschiedenen Fällungsverfahren hergestellt, haben bisher keine hohe Spaltwirkung ergeben.

Das von der Standard gelieferte West - Texas - Gasöl, das mehr höher siedende Anteile enthält als das Elwerather Gasöl (Siedekennziffer $295,7^{\circ}$ gegen 267°), gibt bei einmaligem Durchgang bereits siedgerechtes Benzin. Versuche mit diesem Öl werden in der nächsten Woche in größerem Ausmaß (im 3-Ltr.-Ofen) angefahren.

Bei Zerlegung der Ausgangsöle mit Hilfe von Lösungsmitteln mit selektiver Wirkung hat sich Aceton (mit wechselndem Wassergehalt) und Methylalkohol bewährt. Die Versuche sind noch nicht abgeschlossen.

Über den bisherigen Stand der Arbeiten wird ein größerer Bericht geschrieben, der in den nächsten Tagen fertiggestellt wird.

gez. Free.